

前 言

本标准等效采用美国军标 MIL-C-51264A:1983(1989 确认)

本标准与 MIL-C-51264A:1983(1989 确认)相比,存在如下差异:

- 1 本标准将工业氰化亚铜分为优等品、一等品两个等级。优等品等效 MIL-C-51264A:1983(1989 确认)。
- 2 本标准增加了以氰化亚铜(CuCN)表示的主含量指标,其原因是多数用户的使用习惯和需要。
- 3 本标准增加了铁含量指标,其目的是结合国内生产情况进一步保证产品的内在质量。
- 4 除增加的铁含量指标对应的试验方法采用 GB/T 3049—1986 外,其他试验方法等效采用 MIL-C-51264A:1983 相应方法。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准由中华人民共和国化学工业部技术监督司提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院归口。

本标准起草单位:化学工业部天津化工研究院、上海敦煌化工厂、山东淄川双凤化工厂、浙江萧山化学试剂厂、天津市锐成化工有限公司。

本标准主要起草人:范国强、沈瑾熙、史祖余、孔庆武、许水明、杨占周。

本标准委托化学工业部无机盐产品标准化技术归口单位负责解释。

中华人民共和国化工行业标准

工业氰化亚铜

HG/T 2827—1997

Cuprous cyanide for industrial use

1 范围

本标准规定了工业氰化亚铜的要求、采样、试验方法、标志、包装、运输、贮存和安全要求。

本标准适用于工业氰化亚铜,该产品主要用于氰化电镀。

分子式:CuCN

相对分子质量:89.56(按 1993 年国际相对原子质量)

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 190—1990 危险货物包装标志

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3049—1986 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法(neq ISO 6685:1982)

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

3 要求

3.1 外观:白色、灰黄色或天蓝色粉末或疏松块状。

3.2 工业氰化亚铜应符合表 1 要求。

表 1 要求

%

项 目	指 标	
	优等品	一等品
铜(Cu)含量 \geq	70.0	69.6
氰化亚铜(CuCN)含量(以 Cu 含量换算) \geq	98.6	98.0
氰化物(以 CN 计)含量 \geq	28.5	28.0
氰化钠中不溶物 \leq	0.20	0.30
铁(Fe)含量 \leq	0.02	0.04

中华人民共和国化学工业部 1997-02-04 批准

1997-10-01 实施

4 采样

4.1 每批产品不超过 2 t。

4.2 按 GB/T 6678—1986 中 6.6 的规定确定采样单元数。采样时,用采样器从包装桶的上方斜插至料层 3/4 处采样,将所取样品混合均匀,用四分法缩分至约 250 g,立即装入两个清洁、干燥的广口瓶中密封。瓶上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶作为实验室样品,另一瓶保存三个月备查。

4.3 试验结果如有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装中采样核验,核验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求,整批产品为不合格。

5 试验方法

5.1 采用 GB/T 1250—1989 中 5.2 规定的修约值比较法判定试验结果是否符合标准。

5.2 本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—1992 中规定的三级水。

试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、试剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 规定制备。

5.3 铜(Cu)含量的测定

5.3.1 方法提要

试样加硝酸和溴水分解后,用氨水和乙酸调至弱酸性。加入掩蔽剂氟化钾,加过量碘化钾,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定释出的碘,以淀粉指示剂指示终点。

5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 氨水;

5.3.2.2 冰乙酸;

5.3.2.3 氟化钾;

5.3.2.4 碘化钾;

5.3.2.5 硝酸溶液:1+3;

5.3.2.6 饱和溴水溶液;

5.3.2.7 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ 约为 0.1 mol/L;

5.3.2.8 淀粉指示液:10 g/L。

5.3.3 分析步骤

称取约 0.3 g 试样(精确至 0.000 1 g)。置于 250 mL 锥形瓶中,在通风橱内进行操作。加入 10 mL 硝酸溶液,加热至除净氰化氢和氮的氧化物;加入 5 mL 饱和溴水继续加热 5 min,直至溴气被赶尽。用冷水稀释至 25 mL,滴加氨水中和至蓝色出现,加入 5 mL 冰乙酸,冷却至 $10^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$,加入 0.5 g 氟化钾和 20 g 碘化钾,充分摇匀。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定溶液至浅棕色或黄色近于消失,加入 5 mL 淀粉指示液,继续滴定溶液至蓝色消失为终点。同时进行空白试验。

5.3.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的铜含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{0.0636 \times (V_1 - V_0)c}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: V_1 ——滴定中消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——空白试验中消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

0.0636——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的铜的质量;

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试料的质量, g。

以质量百分数表示的氰化亚铜含量 X_2 按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{0.0896 \times (V_1 - V_0)c}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: V_1 ——滴定中消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——空白试验中消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

0.0896——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的氰化亚铜的质量;

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试料的质量, g。

5.3.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值(以 Cu 计)不大于 0.2%。

5.4 氰化物(以 CN 计)含量的测定

5.4.1 方法提要

试样溶解于过量的氰化钠溶液中, 用硝酸银标准滴定溶液滴定游离的氰根。另作一空白, 由二者消耗的硝酸银之差即可计算出氰化物含量。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 氰化钠溶液: 40 g/L, 每升加入 10 g 氢氧化钠;

5.4.2.2 碘化钾溶液: 10 g/L;

5.4.2.3 硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3)$ 约为 0.1 mol/L。

5.4.3 分析步骤

分别移取 10 mL 氰化钠溶液, 置于 2 个锥形瓶中, 称取约 0.25 g 试样(精确至 0.001 g)。置于其中一个锥形瓶中溶解。在每个锥形瓶中各加入 5 mL 碘化钾溶液, 用硝酸银标准滴定溶液滴定至溶液混浊不消失为终点。

5.4.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的氰化物含量 X_3 按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{0.0260 \times (V_0 - V_1)c}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: V_1 ——滴定有试料的试验溶液消耗硝酸银标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——滴定无试料的试验溶液消耗硝酸银标准滴定溶液的体积, mL;

0.0260——与 1.00 mL 硝酸银标准滴定溶液 [$c(\text{AgNO}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的氰化物(CN)的质量;

c ——硝酸银标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试料的质量, g。

5.4.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

5.5 氰化钠中不溶物含量的测定

5.5.1 方法提要

试样溶解于一定量的氰化钠溶液后, 用已恒重的玻璃砂坩埚过滤, 用水洗涤至滤液呈中性, 于 105℃~110℃烘干至恒重。

5.5.2 试剂和材料

氰化钠溶液: 116 g/L。

5.5.3 仪器、设备

玻璃砂坩埚：滤板孔径：5 μm~15 μm。

5.5.4 分析步骤

量取 50 mL 氰化钠溶液，加热至 50℃±2℃，称取 5.5 g 试样（精确至 0.001 g）。将试样缓慢加入到氰化钠溶液中，不断搅拌至试样完全溶解，用水稀释至 200 mL；用已恒重的玻璃砂坩埚过滤，用水洗涤至滤液呈中性，将坩埚于 105℃~110℃ 烘干至恒重。

5.5.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的氰化钠中不溶物含量 X_4 按式(4)计算：

$$X_4 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中： m_1 ——玻璃砂坩埚和不溶物的质量，g；

m_0 ——玻璃砂坩埚的质量，g；

m ——试料的质量，g。

5.5.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.04%。

5.6 铁含量的测定

5.6.1 方法提要

同 GB/T 3049—1986 第 2 章。

5.6.2 试剂和材料

同 GB/T 3049—1986 第 3 章及：

5.6.2.1 硝酸；

5.6.2.2 硫酸；

5.6.2.3 氨水；

5.6.2.4 硫酸溶液：1+10。

5.6.3 仪器、设备

同 GB/T 3049—1986 第 4 章。

5.6.4 分析步骤

5.6.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—1986 中的 5.3 的规定，使用 3 cm 吸收池及相应的铁标准溶液用量，绘制工作曲线。

5.6.4.2 试验溶液的制备

称取约 5 g 试样（精确至 0.001 g），置于 250 mL 烧杯中。在通风橱内进行的操作，加 8 mL 硝酸，使试样润湿，再加 6 mL 硫酸，用玻璃棒搅拌，加热至黄烟放尽出现大量白色烟雾为止。放冷，加少量水溶解，冷却至室温，加入氨水至出现沉淀继而溶解为深蓝色溶液，以中速滤纸过滤，以 100 mL 加 3 mL 氨水的温水洗涤至滤液无蓝色，将带沉淀的漏斗置于 500 mL 容量瓶上，漏斗内沉淀以 25 mL 硫酸溶液溶解，再以温水洗涤数次，稀释至刻度，摇匀。

5.6.4.3 空白试验溶液的制备

除不加试样外，其余同试验溶液的制备。

5.6.4.4 测定

用移液管移取 20 mL 试验溶液置于 100 mL 容量瓶中，连同空白溶液按 GB/T 3049—1986 中 5.4 的规定，从“必要时加水至约 60 mL”开始进行操作。

5.6.4.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的铁(Fe)含量 X_5 按式(5)计算：

$$X_i = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times \frac{20}{500}} \times 100$$

$$= \frac{2.5(m_1 - m_0)}{m} \dots\dots\dots (5)$$

式中： m_1 ——根据测得的试验溶液吸光度从工作曲线上查出的铁量，mg；
 m_0 ——根据测得的空白试验溶液吸光度从工作曲线上查出的铁量，mg；
 m ——试料的质量，g。

5.6.4.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.004%。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 工业氰化亚铜包装上应有牢固、清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、商标、等级、净重、批号或生产日期、本标准编号及 GB 190—1990 中 13 规定的“剧毒品”标志。

6.2 每批出厂的产品都应有质量证明书。内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、商标、等级、净重、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

6.3 工业氰化亚铜采用铁桶包装。内衬一层聚氯乙烯薄膜袋，厚度不小于 0.07 mm。每桶净重为 10 kg、15 kg、25 kg、40 kg、50 kg。铁路运输用铁桶壁厚不应小于 0.80 mm。

6.4 包装内袋采用两道扎口或热合封口，保证封口严密，铁桶盖应密封牢固。

6.5 工业氰化亚铜产品运输时应按危险品运输要求运输。

6.6 工业氰化亚铜产品贮存时不得与酸性物质及食品混贮。

7 安全要求

7.1 工业氰化亚铜是剧毒性物质。试验中可能有氰化氢气体逸出，应在通风橱内进行试验。试验中产生的含氰废液不能返回生产时，按本标准的附录 A 进行处理。

7.2 工人在作业现场应穿工作服及防护用品，工作服及用品应有专用存放地点。

7.3 产品包装用后应销毁，不得再次使用。

附 录 A
(标准的附录)
含氰废液的处理

为了防止含氰废液的污染,废液应进行处理后方可排放。

A1 方法提要

在碱性介质中,以次氯酸盐为氧化剂,使氰氧化分解为无毒的氮气和二氧化碳。

A2 处理步骤

将废液收集于约 10 L 的容器中,加入 40% 氢氧化钠至废液的 pH 值大于 8.5(用 pH 试纸检验),在通风橱内,加入漂白粉并充分搅拌直至过量(用 KI 试纸检验)为止。放置 12 h 后排放。
