

备案号:7256—2000

HG/T 2960—2000

前 言

本标准是根据目前国内生产现状和用户的要求,参考 GOCT 4164—1979(85)《氯化亚铜》(试剂级),对化工行业标准 HG/T 2960—1979(1988)《氯化亚铜》修订而成的。

本标准与 HG/T 2960—1979(1988)的主要差异:

——本标准的氯化亚铜含量测定方法增加了重铬酸钾法,并将硫酸铈法定为仲裁法。

——本标准进行了等级划分,对指标参数进行较大调整。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 2960—1979(1988)。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准由国家石油和化学工业局政策法规司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会归口。

本标准起草单位:天津化工研究设计院、重庆市花溪化工厂。

本标准主要起草人:王子猷、张志伦、王彦。

本标准于 1979 年首次发布为国家标准,1988 年确认,1992 年调整为化工行业标准。

本标准委托全国化学标准化技术委员会无机化工分会负责解释。

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2960—2000

工业氯化亚铜

代替 HG/T 2960—1979(1988)

Cuprous chloride for industrial use

1 范围

本标准规定了工业氯化亚铜的要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于工业氯化亚铜,主要用于颜料、电池等工业。

分子式:CuCl

相对分子质量:99.00(按 1997 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 191—1990 包装储运图示标志

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 数值的表示方法和判定方法

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(neq ISO 3696:1987)

3 要求

3.1 外观:白色或灰白色粉末,允许带有松块。

3.2 工业氯化亚铜应符合表 1 要求。

表 1 要求

%

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
氯化亚铜(以 CuCl 计)含量 \geq	98.0	97.0	96.5
二价铜(以 CuCl ₂ 计)含量 \leq	0.8	1.0	2.0
酸不溶物含量 \leq	0.03	0.1	0.3
铁(Fe)含量 \leq	0.005	0.005	0.01
硫酸盐(以 SO ₄ 计)含量 \leq	0.05	0.1	0.3

4 试验方法

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 中规定的三级水。

国家石油和化学工业局 2000-05-23 批准

2000-12-01 实施

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。

安全提示:本标准所用盐酸、硝酸及过氧化氢具有腐蚀性,使用者应小心操作,避免溅到皮肤上。一旦溅在皮肤上立即用大量水冲洗,严重者治疗。

4.1 氯化亚铜含量的测定

4.1.1 硫酸铈法(仲裁法)

4.1.1.1 方法提要

利用三氯化铁将试样中的一价铜氧化为二价铜,产生与一价铜等物质的量的二价铁,以邻菲罗啉为指示剂,用硫酸铈标准滴定溶液测定试样中的二价铁。

4.1.1.2 试剂和材料

a) 盐酸。

b) 三氯化铁溶液。

称取 75 g 三氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)溶解于 150 mL 盐酸和 400 mL 水的混合溶液中加入 30% 过氧化氢 5 mL,煮沸除去过量的过氧化氢。

c) 硫酸铈标准滴定溶液: $c[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2]$ 约为 0.1 mol/L。

d) 邻菲罗啉指示液。

称取 1.49 g 邻菲罗啉和 0.695 g 硫酸亚铁($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)溶于 100 mL 水中。

4.1.1.3 分析步骤

用减量法称取 0.25 g~0.30 g 试样(精确至 0.000 2 g)。置于预先放入适量的直径为 5 mm~7 mm 的玻璃珠和 10 mL 三氯化铁溶液的 250 mL 碘量瓶中,盖塞后不断摇动,待样品溶解后,加 50 mL 水、2 滴邻菲罗啉指示剂,立即用硫酸铈标准滴定溶液滴定至绿色出现为终点。

同时作空白试验。

4.1.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的氯化亚铜含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{c(V - V_0) \times 0.099\ 00}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: c ——硫酸铈标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V ——滴定试验溶液消耗硫酸铈标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——滴定空白溶液消耗硫酸铈标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试样质量, g;

0.099 00——与 1.00 mL 硫酸铈标准滴定溶液($c[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2] = 1.000\text{ mol/L}$)相当的以克表示的氯化亚铜的质量。

4.1.1.5 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 0.3%。

4.1.2 重铬酸钾法

4.1.2.1 方法提要

利用三氯化铁将试样中的一价铜氧化为二价铜,产生与一价铜等物质的量的二价铁,以二苯胺磺酸钠作指示剂,用重铬酸钾标准滴定溶液滴定被还原的二价铁盐。

4.1.2.2 试剂和材料

a) 盐酸。

b) 三氯化铁溶液。

称取 75 g 三氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)溶解于 150 mL 盐酸和 400 mL 水的混合溶液中,加入 30% 过氧化氢 5 mL,煮沸除去过量的过氧化氢。

c) 重铬酸钾标准滴定溶液: $c(1/6K_2Cr_2O_7)$ 约为 0.1 mol/L。

d) 硫酸溶液: 1+8。

e) 二苯胺磺酸钠指示液: 5 g/L。

4.1.2.3 分析步骤

用减量法称取 0.25 g~0.30 g 试样(精确至 0.000 2 g), 置于预先放入适量的直径为 5 mm~7 mm 的玻璃珠和 10 mL 三氯化铁溶液的 250 mL 碘量瓶中, 盖塞, 不断摇动, 待样品溶解后, 加水 50 mL, 加入 20 mL 硫酸溶液, 盖塞, 摇匀后加 5 滴二苯胺磺酸钠指示液, 立即用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至蓝色出现为终点。

同时作空白试验。

4.1.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的氯化亚铜含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{c(V - V_0) \times 0.099\ 00}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: c ——重铬酸钾标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V ——滴定试验溶液消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——滴定空白溶液消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试样质量, g;

0.099 00——与 1.00 mL 重铬酸钾标准滴定溶液 $\left[c\left(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7\right) = 1.000\text{ mol/L}\right]$ 相当的以克表示的氯化亚铜的质量。

4.1.2.5 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 0.3%。

4.2 二价铜含量的测定

4.2.1 方法提要

在微酸性条件下, 试样中加入过量碘化钾与二价铜作用, 析出与二价铜离子等物质量的碘, 以淀粉溶液为指示剂, 用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定析出的碘, 由颜色变化来判断终点。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 氟化钠。

4.2.2.2 碘化钾。

4.2.2.3 乙酸溶液: 5+12。

4.2.2.4 淀粉指示液: 10 g/L(使用限期为两周)。

4.2.2.5 硫氰酸钾溶液: 100 g/L。

4.2.2.6 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(Na_2S_2O_3)$ 约 0.05 mol/L。

按 GB/T 601 配制成 0.1 mol/L 标准滴定溶液后稀释一倍并标定。

4.2.3 分析步骤

称取试样约 5 g(精确至 0.01 g), 置于 50 mL 干燥带塞比色管中, 加乙酸溶液至刻度, 将干燥玻璃珠投入管中, 盖好管塞, 使溶液充满比色管, 振摇 30s。澄清 30 min 后, 吸取上层清液 25 mL 放入碘量瓶中, 加 1 g 氟化钠、2 g 碘化钾, 再加 25 mL 水, 放置 5 min, 加入 2 mL 淀粉指示剂和 10 mL 硫氰酸钾溶液, 用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至蓝色消失为终点。

4.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的二价铜(以 $CuCl_2$ 计)含量(X_3)按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{cV \times 0.134\ 5}{m \times \frac{25}{50}} \times 100 = \frac{26.90 \times cV}{m} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中： c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V ——滴定试验溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，mL；

m ——试样质量，g；

0.134 5——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5)=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的氯化铜 (CuCl_2) 的质量。

4.2.5 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 0.1%。

4.3 酸不溶物含量的测定

4.3.1 方法提要

试样溶于盐酸和硝酸中，将不溶物过滤，洗涤，干燥并称量。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 盐酸。

4.3.2.2 硝酸。

4.3.3 仪器、设备

玻璃砂坩埚：滤板孔径：5 μm ~15 μm 。

4.3.4 分析步骤

称取试样 (5 ± 0.01) g 于烧杯中，加 20 mL 盐酸和 10 mL 水，并加热使之溶解。于溶液中加入 2 mL 硝酸，加热至沸腾，放置 3~5 min 后，加水 20 mL，于沸水浴上加热 1 h。用已恒重的玻璃砂坩埚过滤，用 5 滴盐酸酸化过的 100 mL 水冲洗滤渣，于 105℃~110℃ 烘干至恒重。

4.3.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的酸不溶物含量 (X_4) 按式 (4) 计算：

$$X_4 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中： m_1 ——烘干后酸不溶物及玻璃砂坩埚的质量，g；

m_2 ——恒重后的玻璃砂坩埚的质量，g；

m ——试样质量，g。

4.3.6 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优等品不大于 0.005%；一等品、合格品不大于 0.02%。

4.4 铁含量的测定

4.4.1 方法提要

用硝酸将试样中的铁全部转化为三价铁，三价铁离子在碱性环境下水解形成氢氧化铁沉淀，分离、溶解、与硫氰酸钾呈色后用异戊醇萃取比色。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 硝酸。

4.4.2.2 氯化铵。

4.4.2.3 氨水。

4.4.2.4 异戊醇。

4.4.2.5 氨水溶液：2+3。

4.4.2.6 硫酸溶液：1+8。

4.4.2.7 硫氰酸钾溶液：100 g/L。

4.4.2.8 铁标准溶液：1 mL 溶液中含有 0.01 mg Fe。

配制：用移液管移取 10 mL 按 GB/T 602 配制的铁标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至

刻度,摇匀。

4.4.3 分析步骤

称取试样(2 ± 0.01) g,加 20 mL 水,缓慢加入 3 mL 硝酸,加热至沸。再加 20 mL 水和 3 g 氯化铵加热至沸,在搅拌下加氨水溶液至所产生沉淀溶解为止。将溶液于沸水浴上加热 1 h,利用快速定性滤纸过滤,用 100 mL 含有 5 mL 氨水的混合溶液洗涤滤渣,至滤纸上蓝色消失为止,然后用热水洗涤数次。

用 5 mL 硫酸溶液溶解滤纸上的滤渣,用少量水洗涤滤纸数次,收集滤液和洗液于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度。混匀后,用移液管移取 10 mL 于比色管中,加 4 mL 硫氰酸钾溶液和 10 mL 异戊醇。充分振摇后,在醇层内红色不得深于标准。

标准比色溶液是移取 1.00 mL(优等品、一等品)、2.00 mL(合格品)铁标准溶液与试样同样处理。

4.5 硫酸盐(以 SO_4 计)含量的测定

4.5.1 方法提要

盐酸介质中,硫酸根与钡离子生成白色细微的硫酸钡沉淀,悬浮在溶液中,与标准比浊溶液比较。

4.5.2 试剂和材料

4.5.2.1 过氧化氢。

4.5.2.2 盐酸:1+2。

4.5.2.3 氯化钡溶液:250 g/L。

4.5.2.4 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含有 0.1 mg SO_4 。

4.5.3 分析步骤

4.5.3.1 试验溶液的制备

称取试样约(1 ± 0.01) g,加 20 mL 水和 3 mL 盐酸溶液,加 5 mL 过氧化氢,加热。溶解后,冷却、过滤、洗涤。滤液及洗液合并后,全部转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.5.3.2 测定

用移液管移取 10 mL 试验溶液,置于 25 mL 比色管中,加 10 mL 水和 1 mL 盐酸溶液,在 $30^\circ\text{C} \sim 35^\circ\text{C}$ 保温 10 min,加入 3 mL 氯化钡溶液,用水稀释至刻度,摇匀后,放置 30 min。其浑浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是用移液管分别移取 0.50 mL(优等品)、1.00 mL(一等品)、3.00 mL(合格品)硫酸盐标准溶液,加 10 mL 不含硫酸盐的氯化亚铜溶液(制备见附录 A),与试验溶液同时同样处理。

5 检验规则

5.1 本标准规定的所有项目为出厂检验项目。

5.2 每批产品不超过 10 t。

5.3 按照 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自包装袋的上方斜插入至料层深度的 $3/4$ 处采样,将采得的样品直接放入清洁干燥的大玻璃瓶中,立即密封,摇匀后立即将其中 $1/4$ (不少于 500 g)分装于两只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、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶用于检验,另一瓶保存三个月备查。

5.4 工业氯化亚铜应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的要求进行检验,生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。

5.5 使用单位有权按照本标准的规定,对所收到的氯化亚铜进行验收,验收应在货到之日算起一个月内进行。

5.6 检验结果如有一项指标不符合本标准要求时,应自两倍量的包装中采样重新复验,复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

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

6 标志、标签

6.1 工业氯化亚铜包装上应印有牢固、清晰的标志。内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、商标、等级、净含量、批号或生产日期和本标准编号，以及 GB 191 中规定的“怕湿”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、净含量、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。

7 包装、运输、贮存

7.1 工业氯化亚铜采用三层包装，外包装采用三层复合纸袋，内衬 2 层聚乙烯薄膜袋：其中一层必须为黑色聚乙烯薄膜袋，厚度为 0.08 mm；另一层聚乙烯薄膜袋厚度为 0.07 mm。每袋净含量为 35 kg、50 kg 两种规格。

7.2 工业氯化亚铜包装，内袋用维尼龙或与其质量相当的绳人工扎口，或用与其相当的其他方式封口，保证封口严密，复合纸袋包装采用缝包机封口。

7.3 工业氯化亚铜产品贮存时应通风良好，禁止与氧化物混储。

7.4 工业氯化亚铜产品运输中防止日晒、雨淋，保持包装完好，禁止与氧化物共运。

7.5 在符合本标准的贮存和运输条件下，保质期为三个月，三个月后须重新抽样检验。

附 录 A

(标准的附录)

不含硫酸盐的氯化亚铜溶液的制备

称取试样(1 ± 0.01) g,加 20 mL 水和 3 mL 盐酸溶液,加 5 mL 过氧化氢,加热,溶解后,冷却。加水约至 30 mL,加入 10 mL 盐酸溶液,在 $30^{\circ}\text{C}\sim35^{\circ}\text{C}$ 下保温 10 min,转移至 100 mL 容量瓶中,加入 8 mL 氯化钡溶液,稀释至刻度,摇匀后放置 30 min 过滤。滤液即为不含硫酸盐的氯化亚铜溶液。
