

ICS 71.060.50
G 12



中华人民共和国国家标准

GB/T 27562—2011

工业氯化亚铜

Cuprous chloride for industrial use

2011-12-05 发布

2012-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本标准主要起草单位：中海油天津化工研究设计院、烟台市金河保险粉厂有限公司、天津出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：王彦、王国清、郑来云。

工业氯化亚铜

1 范围

本标准规定了工业氯化亚铜的要求、试验方法、检验规则及标志、标签、包装、运输、贮存。
本标准适用于主要用于电镀工业也可用于制造催化剂、干电池和氨吸收剂的工业氯化亚铜。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用试剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式:CuCl

相对分子质量:99.00(按 2007 年国际相对原子质量)

4 要求

4.1 外观:白色或灰白色粉末,带有松块。

4.2 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(CuCl),w/%	≥ 98.5	98.0	97.0
二价铜(以 CuCl ₂ 计),w/%	≤ 0.6	0.8	1.0
酸不溶物,w/%	≤ 0.02	0.03	0.1
铁(Fe),w/%	≤ 0.003	0.005	0.005
硫酸盐(以 SO ₄ 计),w/%	≤ 0.05	0.1	0.2

5 试验方法

5.1 安全提示

本试验方法中使用的盐酸、硝酸及过氧化氢具有强烈的氧化性和腐蚀性,操作者须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。

5.2 一般规定

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—2008 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

5.3 外观检验

在自然光下用目视法判别。

5.4 氯化亚铜含量的测定

5.4.1 硫酸铈法(仲裁法)

5.4.1.1 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,以亚铁-邻菲罗啉为指示剂,用硫酸铈标准滴定溶液测定试验中的二价铁。

5.4.1.2 试剂

5.4.1.2.1 三氯化铁溶液;

配制: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,然后滴加 30%过氧化氢 5 mL,搅拌均匀,煮沸除去过量的过氧化氢。

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

5.4.1.2.3 亚铁-邻菲罗啉指示液;

配制: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。

5.4.1.3 分析步骤

用减量法迅速称取 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 滴亚铁-邻菲罗啉指示液,立即用硫酸铈标准滴定溶液滴定至绿色出现为终点。同时进行空白试验。

空白试验是在制备试验溶液的同时,除不加试样外,其他操作和加入的试剂量与试验溶液相同。

5.4.1.4 结果计算

氯化亚铜含量以氯化亚铜(CuCl)的质量分数 ω_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$\omega_1 = \frac{c(V - V_0)M \times 10^{-3}}{m} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ——硫酸铈标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V —— 滴定试验溶液所消耗硫酸铈标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
 V_0 —— 滴定空白试验溶液所消耗硫酸铈标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
 m —— 试料质量的数值,单位为克(g);
 M —— 氯化亚铜(CuCl)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=99.00$)。
 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 0.3%。

5.4.2 重铬酸钾法

5.4.2.1 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,以二苯胺磺酸钠为指示剂,用重铬酸钾标准滴定溶液测定试验中的二价铁。

5.4.2.2 试剂

5.4.2.2.1 硫酸溶液:1+8。

5.4.2.2.2 三氯化铁溶液;

配制: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,搅拌均匀,煮沸除去过量的过氧化氢。

5.4.2.2.3 重铬酸钾标准滴定溶液: $c(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.4.2.2.4 二苯胺磺酸钠指示液:5 g/L。

5.4.2.3 分析步骤

用减量法迅速称取 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、20 mL 硫酸溶液,盖塞摇匀后,加入 2 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紫蓝色出现为终点。

5.4.2.4 结果计算

氯化亚铜含量以氯化亚铜(CuCl)的质量分数 ω_1 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$\omega_1 = \frac{cVM \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

c —— 重铬酸钾标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V —— 滴定试验溶液所消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m —— 试料质量的数值,单位为克(g);

M —— 氯化亚铜(CuCl)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=99.00$)。

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 0.3%。

5.5 二价铜含量的测定

5.5.1 方法提要

在微酸性条件下,试样中加入过量的碘化钾与二价铜反应,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,由颜色变化判定终点。

5.5.2 试剂

5.5.2.1 氟化钠;

5.5.2.2 碘化钾;

5.5.2.3 乙酸溶液:5+12;

5.5.2.4 硫氰酸钾溶液:100 g/L;

5.5.2.5 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ 约 0.05 mol/L;

5.5.2.6 淀粉指示液:10 g/L。

5.5.3 仪器

比色管:50 mL。容积经校正。

5.5.4 分析步骤

称取约 5 g 试样,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 30 s。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,盖塞加水封,摇匀后,于暗处放置 5 min,加入 2 mL 淀粉指示液和 10 mL 硫氰酸钾溶液,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定蓝色消失终点。

5.5.5 结果计算

二价铜含量以氯化铜(CuCl_2)的质量分数 w_2 计,数值以 % 表示,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{cVM \times 10^{-3}}{m(25/V_0)} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

c —— 硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V —— 滴定试验溶液所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m —— 试样质量的数值,单位为克(g);

V_0 —— 比色管校正后的容积,单位为毫升(mL);

M —— 氯化铜(CuCl_2)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=134.5$)。

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 0.1%。

5.6 酸不溶物含量的测定

5.6.1 方法提要

称取一定量的试样溶于酸,过滤后,残渣在一定温度条件下干燥至质量恒定,称量后,确定酸不溶物含量。

5.6.2 试剂

5.6.2.1 盐酸;

5.6.2.2 硝酸。

5.6.3 仪器、设备

5.6.3.1 玻璃砂坩埚:5 μm ~15 μm ;

5.6.3.2 电热恒温干燥箱;温度能控制在 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.6.4 分析步骤

称取约 5 g 试样,精确至 0.01 g,置于烧杯中,加入 20 mL 盐酸和 10 mL 水,加热溶解试样。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。用已于 105 ℃~110 ℃条件下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤,用 5 滴盐酸酸化过的 100 mL 水冲洗滤渣,于 105 ℃~110 ℃条件下干燥至质量恒定。

5.6.5 结果计算

酸不溶物含量以质量分数 w_3 计,数值以 % 表示,按式(4)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- m_1 ——质量恒定后玻璃砂坩埚和酸不溶物质量的数值,单位为克(g);
- m_2 ——质量恒定后玻璃砂坩埚质量的数值,单位为克(g);
- m ——试样质量的数值,单位为克(g)。

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优等品和一等品不大于 0.005%;合格品不大于 0.02%。

5.7 铁含量的测定

5.7.1 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、溶解后与硫氰酸钾呈色后用异戊醇萃取比色。

5.7.2 试剂

- 5.7.2.1 硝酸。
- 5.7.2.2 氨水。
- 5.7.2.3 异戊酮:4-甲基戊酮-(2)。
- 5.7.2.4 氯化铵。
- 5.7.2.5 氨水溶液:2+3。
- 5.7.2.6 硫酸溶液:1+8。
- 5.7.2.7 硫氰酸钾溶液:100 g/L。
- 5.7.2.8 铁标准溶液:1 mL 溶液含铁(Fe)0.01 mg;

配制:用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 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。

5.7.3 分析步骤

称取试样 $2 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$,加 20 mL 水,缓慢加入 3 mL 硝酸,加热至沸。再加入 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 水含 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 异戊酮。充分振摇后,在有机层内红色不得深于标准。

标准比色溶液是移取 0.60 mL(优等品)、1.00 mL(一等品、合格品)铁标准溶液与试样同样处理。

5.8 硫酸盐(以 SO_4 计)含量的测定

5.8.1 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,与标准比浊溶液比对。

5.8.2 试剂

5.8.2.1 30%过氧化氢。

5.8.2.2 盐酸溶液:1+1。

5.8.2.3 氯化钡溶液:250 g/L。

5.8.2.4 不含硫酸盐的氯化亚铜溶液:制备方法见附录 A。

5.8.2.5 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含硫酸盐(以 SO_4 计)0.1 mg;

配制:用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.8.3 分析步骤

5.8.3.1 试验溶液的制备

称取试样 $1.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$,加 20 mL 水和 3 mL 盐酸溶液,加 5 mL 30%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。

5.8.3.2 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 $30 \text{ }^\circ\text{C} \sim 35 \text{ }^\circ\text{C}$ 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)、2.00 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,与试验溶液同时同样处理。

6 检验规则

6.1 本标准规定的所有项目为出厂检验。

6.2 相同材料,基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的同一级别的工业氯化亚铜为一批,每批产品不超过 10 t。

6.3 按照 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。每一包装为一包装单元。采样时,将产品的包装袋从缝合处拆开,将产品表层刮开,用清洁干燥的聚乙烯采样器自包装袋的上方斜插入至料层深度的 $3/4$ 处采样。将采得的样品立即分装于清洁干燥的棕色广口瓶中并密封,每瓶样品不少于 500 g。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,另一瓶保存备查,保存时间由生产厂根据实际情况确定。

6.4 检验结果如有指标不符合本标准要求时,应重新自包装中采样复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格品。

6.5 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定试验结果是否符合标准。

7 标志、标签

7.1 工业氯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、等级、净含量、批号(或生产日期)、本标准编号,GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”及“怕晒”标志。

7.2 每批出厂的工业氯化亚铜都应附有质量证明书。内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、等级、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。

8 包装、运输、贮存

8.1 工业氯化亚铜采用塑料编织袋、纸桶或铁桶包装。塑料编织袋、纸桶或铁桶内衬 2 层聚乙烯塑料薄膜袋,用维尼龙绳或其他质量相当的绳人工扎口,或用与其相当的其他方式封口;采用塑料编织袋为外包装时,用维尼龙绳或其他质量相当的线牢固缝口,无漏缝和跳线现象;外包装采用纸桶、铁桶包装时,用压边、抱箍或螺旋方式封口,封口牢固。每袋或每桶净含量为 25 kg、50 kg 或根据用户要求确定包装容量和方式。

8.2 工业氯化亚铜在运输过程中应有遮盖物,防止日晒、雨淋、受潮。

8.3 工业氯化亚铜应贮存于阴凉干燥处,防止日晒、雨淋、受潮。

8.4 工业氯化亚铜在符合本标准包装、运输、贮存条件下,自生产之日起保质期不少于 3 个月。

附录 A
(规范性附录)

不含硫酸盐的氯化亚铜溶液的制备

称取试样 $1.00\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$, 加 20 mL 水和 3 mL 盐酸溶液(1+2), 加 5 mL 30% 过氧化氢, 加热, 溶解后, 冷却。加水至约 30 mL, 加入 10 mL 盐酸溶液(1+2), 在 $30\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 35\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下保温 10 min, 转移至 100 mL 容量瓶中, 加入 8 mL 氯化钡溶液, 用水稀释至刻度, 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。
