

前 言

本标准给出分析纯、化学纯二个级别。

本标准代替 GB/T 674—1978《化学试剂 氧化铜(粉状)》，与 GB/T 674—1978 相比主要变化如下：

- 将标准名称“氧化铜(粉状)”，修改为“粉状氧化铜”；
- 含量测定方法将原标准的络合滴定法改为氧化还原滴定法(1978年版的试验方法中第1章，本版的5.1)；
- 硫化物一项的样品前处理中的氧化剂“溴水”，改为“过氧化氢”，测定方法按通用方法测定[1978年版的试验方法中第2章(3)，本版的5.4]；
- 将项目名称“氮化合物”改为“总氮量”，并按通用方法测定[1978年版的技术条件中第2章、试验方法中第2章(4)，本版的5.5]；
- 铁测定方法，取消并列的化学分析法，保留火焰原子吸收光谱法[1978年版的试验方法中第2章(6)，本版的5.7]；

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会归口。

本标准起草单位：西安化学试剂厂。

本标准主要起草人：江莉、刘建军、康栋权。

本标准于1965年首次发布，于1978年第一次修订。

化学试剂 粉状氧化铜

分子式:CuO

相对分子质量:79.55(根据 1999 年国际相对原子质量)

1 范围

本标准规定了化学试剂粉状氧化铜的技术要求、试验方法、检验规则和包装及标志。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

- GB/T 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备
 GB/T 602—2002 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
 GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
 GB/T 609—1988 化学试剂 总氮量测定通用方法(idt ISO 6353-1:1982)
 GB/T 619—1988 化学试剂 采样及验收规则
 GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)
 GB/T 9723—1988 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则(neq ISO 6353-1:1982)
 GB/T 9728—1988 化学试剂 硫酸盐测定通则(eqv ISO 6353-1:1982)
 GB 15346—1994 化学试剂 包装及标志

3 性状

本试剂为黑色粉末,不溶于水,溶于酸。

4 规格

粉状氧化铜的规格见表 1。

表 1

名 称	分 析 纯	化 学 纯
氧化铜(CuO)/%	≥99.0	≥98.0
盐酸不溶物/%	≤0.02	≤0.05
氯化物(Cl)/%	≤0.003	≤0.005
硫化物(以 SO ₄ 计)/%	≤0.01	≤0.05
总氮量(N)/%	≤0.002	≤0.005
碳化物(以 CO ₂ 计)/%	≤0.025	≤0.10
铁(Fe)/%	≤0.01	≤0.04
氧化亚铜(Cu ₂ O)/%	≤0.05	≤0.10
硫化氢不沉淀物/%	≤0.20	≤0.50

注:表中“%”为质量分数。

5 试验

本章中除另有规定外,所用标准滴定溶液、标准溶液、制剂及制品,均按 GB/T 601—2002、GB/T 602—2002、GB/T 603—2002 的规定制备,试验用水应符合 GB/T 6682—1992 中三级水规格,样品均按精确至 0.01 g 称量。

5.1 含量

称取 0.3 g 样品,精确至 0.000 1 g。置于碘量瓶中,加 5 mL 磷酸及 15 mL 水,加热溶解,冷却,加 50 mL 水及 3 g 碘化钾,摇匀,于暗处放置 30 min,加 100 mL 水(温度不超过 10℃),用硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$] 滴定,近终点时,加 2 mL 淀粉指示液(10 g/L),继续滴定至溶液蓝色消失。同时做空白试验。

氧化铜的质量分数 w ,数值以“%”表示,按下式计算:

$$w = \frac{(V_1 - V_2)cM}{m \times 1000} \times 100$$

式中:

V_1 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的准确数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的准确数值,单位为毫升(mL);

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

M ——氧化铜的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{CuO}) = 79.55$];

m ——样品质量的准确数值,单位为克(g)。

5.2 盐酸不溶物

称取 5 g 样品,加热溶于 40 mL 盐酸溶液(质量分数为 20%)中,用已在 105℃±2℃ 的电烘箱中干燥至恒重的 4 号玻璃滤坩过滤,用热水洗涤滤渣至洗液无色,于 105℃±2℃ 的电烘箱中干燥至恒重。滤渣的质量不得大于:

分析纯	1.0 mg;
化学纯	2.5 mg。

5.3 氯化物

称取 1 g 样品,加 20 mL 水及 3 mL 硝酸,加热溶解,冷却,过滤,稀释至 40 mL。取 20 mL,加 1 mL 硝酸银溶液(17 g/L),稀释至 25 mL,摇匀,放置 10 min。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取剩余的 20 mL 试液,加 1 mL 硝酸银溶液(17 g/L),摇匀,在水浴上加热 10 min,冷却,过滤,于滤液中加入含下列数量氯化物的标准溶液:

分析纯	0.015 mg Cl ₂ ;
化学纯	0.025 mg Cl ₂ 。

稀释至 25 mL,与同体积试液同时放置 10 min 比浊。

5.4 硫化物

5.4.1 不含硫化物的氯化铜溶液的制备

称取 2 g 氧化铜,用少量水润湿,加 6 mL 盐酸及 8 mL 质量分数为 30% 过氧化氢,在水浴上蒸干。残渣溶于水(必要时过滤),加 1 mL 盐酸溶液(质量分数为 20%),煮沸,加 3 mL 氯化钡溶液(250 g/L),稀释至 200 mL,放置 12 h~18 h,过滤。

5.4.2 测定方法

称取 1 g 样品,用少量水润湿,加 3 mL 盐酸及 4 mL 质量分数为 30% 过氧化氢,在水浴上蒸干。残渣溶于水,稀释至 100 mL。取 10 mL,稀释至 20 mL,加 0.5 mL 盐酸溶液(质量分数为 20%)酸化后,按 GB/T 9728—1988 的规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取 10 mL 不含硫化物的氯化铜溶液及含下列数量硫酸盐的标准溶液:

分析纯	0.01 mg SO ₄ ;
化学纯	0.05 mg SO ₄ 。

稀释至 20 mL, 与同体积试液同时同样处理。

5.5 总氮量

称取 1 g 样品, 加 20 mL 水及 3 mL 盐酸, 加热溶解, 冷却, 稀释至 140 mL, 置于凯氏仪中, 加 10 mL 氢氧化钠溶液 (320 g/L) 后, 按 GB/T 609—1988 的规定测定。溶液所呈黄色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的氮标准溶液:

分析纯	0.02 mg N;
化学纯	0.05 mg N。

稀释至 140 mL, 与同体积试液同时同样处理。

5.6 碳化物

称取 0.6 g 样品, 置于磁舟中。

将管式炉的两端塞以带玻璃管的橡皮塞, 进气一端用乳胶管连接一只盛有氢氧化钠溶液 (200 g/L) 的洗瓶及二支盛有钠石灰的 U 形管, 出气一端连接一个吸收管及真空泵, 在未加入盛有样品的磁舟前, 先将管式炉升温至 800°C ± 50°C, 用饱和氢氧化钡溶液检查抽出气体至无二氧化碳, 将盛有样品的磁舟置于管式炉中, 灼烧 1 h, 灼烧时用盛有 20 mL 水及 5 滴氨水溶液吸收, 加 2 mL 氯化钡溶液 (100 g/L), 摇匀。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含下列数量碳酸盐的标准溶液:

分析纯	0.15 mg CO ₃ ;
化学纯	0.60 mg CO ₃ 。

稀释至 20 mL, 加 5 滴氨水及 2 mL 氯化钡溶液 (100 g/L), 摇匀。

5.7 铁

按 GB/T 9723—1988 的规定测定。

5.7.1 仪器条件

光源: 铁空心阴极灯;

波长: 248.3 nm;

火焰: 乙炔-空气。

5.7.2 测定方法

称取 5 g 样品, 用少量水润湿, 滴加盐酸至样品溶解, 稀释至 100 mL, 取 10 mL, 共四份, 按 GB/T 9723—1988 中 6.2.2 的规定测定。

5.8 氧化亚铜

称取 2 g 样品, 加 8 mL 水及 6 mL 盐酸, 加热溶解, 冷却, 加 50 mL 水及 2 滴苯基邻氨基苯甲酸乙醇溶液 (1 g/L), 用高锰酸钾标准滴定溶液 [$c(1/5\text{KMnO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$] 滴定至溶液呈蓝色。高锰酸钾标准滴定溶液的用量不得多于:

分析纯	0.14 mL;
化学纯	0.28 mL。

5.9 硫化氢不沉淀物

称取 2 g 样品, 加 20 mL 水及 2 mL 硫酸, 加热溶解, 冷却, 稀释至 150 mL, 加热至 70°C ~ 80°C, 通硫化氢使铜沉淀完全。过滤, 弃去最初 20 mL 滤液, 取 75 mL, 在水浴上蒸至近干, 加热至硫酸蒸气逸尽, 残渣用 25 mL 热水浸取, 过滤, 滤液置于已在 800°C ± 50°C 的高温炉中灼烧至恒重的坩埚中, 在水浴上蒸发至干, 于 800°C ± 50°C 的高温炉中灼烧至恒重。残渣质量不得大于:

分析纯	2.0 mg;
化学纯	5.0 mg。

6 检验规则

按 GB/T 619—1988 的规定进行采样及验收。

7 包装及标志

按 GB 15346—1994 的规定进行包装、贮存与运输,并给出标志,其中:

包装单位:第 4 类;

内包装形式:NB-4、NBY-4、NB-5、NBY-5、NB-7、NB-8、NB-10、NB-11、NB-13、NB-15;

隔离材料:GC-2、GC-3、GC-4;

外装形式:WB-1、WB-2、WB-3。
