

ICS 71.040.30
CCS G 62



中华人民共和国国家标准

GB/T 674—2024

代替 GB/T 674—2003

化学试剂 粉状氧化铜

Chemical reagent—Cupric oxide powder

2024-09-29 发布

2025-04-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

发布

前　　言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 674—2003《化学试剂 粉状氧化铜》，与 GB/T 674—2003相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 增加了高纯级别及技术要求、测定方法（见第5章、第6章）；
- 增加了钠、镁、钾、钙四项分析纯和化学纯的技术要求及测定方法（见第5章、6.10、6.11）；
- 增加了盐酸不溶物的计算公式（见6.3）；
- 更改了氯化物、硫化合物两项的测定方法（见6.5、6.6，2003年版的5.3、5.4）；
- 增加了总氮量的水杨酸-次氯酸盐比色测定方法（见6.7）；
- 增加了氧化亚铜的计算公式（见6.9）；
- 增加了铁分析纯和化学纯的电感耦合等离子体原子发射光谱法的测定方法（见6.11.1）；
- 更改了包装及标志（见第8章，2003年版的第7章）；
- 删除了硫化氢不沉淀物的规格及试验（见2003年版的第4章、5.9）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会化学试剂分技术委员会（SAC/TC 63/SC 3）归口。

本文件起草单位：广东光华科技股份有限公司、北京化学试剂研究所有限责任公司、北京华腾检测认证有限公司、西安中检科测试认证技术有限公司。

本文件主要起草人：周一朗、许彬、廖华娜、林楚卿、王玉华、韩宝英、赵季飞、巨荣玲、彭辉、杨沛杰、张敏莉。

本文件于1965年首次发布，1978年第一次修订，2003年第二次修订，本次为第三次修订。

化学试剂 粉状氧化铜

1 范围

本文件规定了化学试剂粉状氧化铜的性状、技术要求、试验方法、检验规则和包装及标志。

本文件适用于化学试剂粉状氧化铜的检验。

注：化学试剂粉状氧化铜分子式为 CuO，相对分子质量为 79.55（根据 2022 年国际相对原子质量），CAS 号为 1317-38-0。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 609—2018 化学试剂 总氮量测定通用方法
- GB/T 610—2008 化学试剂 砷测定通用方法
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 9723—2007 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则
- GB/T 9728 化学试剂 硫酸盐测定通用方法
- GB 15346 化学试剂 包装及标志
- GB/T 21191 原子荧光光谱仪
- GB/T 23942—2009 化学试剂 电感耦合等离子体原子发射光谱法通则
- HG/T 3921 化学试剂 采样及验收规则



3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 性状

粉状氧化铜为黑色粉末，不溶于水，溶于酸。

5 技术要求

粉状氧化铜的技术要求见表 1。

表 1 粉状氧化铜的技术要求

项目	高纯	分析纯	化学纯
氧化铜 (CuO), w/%	≥99.5	≥99.0	≥98.0
盐酸不溶物, w/%	≤0.003	≤0.02	≤0.05
干燥失重, w/%	≤0.4	—	—
氯化物 (Cl), w/%	≤0.001	≤0.003	≤0.005
硫化合物 (以SO ₄ 计), w/%	≤0.002	≤0.01	≤0.05
总氮量 (N), w/%	—	≤0.002	≤0.005
碳化合物 (以CO ₃ 计), w/%	—	≤0.025	≤0.10
氧化亚铜 (Cu ₂ O), w/%	≤0.05	≤0.05	≤0.10
钠 (Na), w/%	≤0.001	≤0.02	≤0.05
镁 (Mg), w/%	≤0.0005	≤0.005	≤0.01
铝 (Al), w/%	≤0.0005	—	—
钾 (K), w/%	≤0.0005	≤0.01	≤0.02
钙 (Ca), w/%	≤0.0005	≤0.01	≤0.02
铬 (Cr), w/%	≤0.0005	—	—
锰 (Mn), w/%	≤0.0005	—	—
铁 (Fe), w/%	≤0.0005	≤0.01	≤0.04
钴 (Co), w/%	≤0.0005	—	—
镍 (Ni), w/%	≤0.0005	—	—
锌 (Zn), w/%	≤0.0005	—	—
砷 (As), w/%	≤0.0005	—	—
银 (Ag), w/%	≤0.0005	—	—
镉 (Cd), w/%	≤0.0005	—	—
铅 (Pb), w/%	≤0.0005	—	—

6 试验方法

警告：本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，一些试验过程可能导致危险情况，操作者应采取适当的安全和健康措施。

6.1 一般规定

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、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备，试验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格，所用试剂均为分析纯及以上级别，样品均按精确至 0.01 g 称取，所用溶液以百分数 “%” 表示的均为质量分数。

6.2 氧化铜

称取 0.3 g 样品，精确至 0.0001 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 冷水（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) 按式 (1) 计算:

$$w = \frac{(V - V_0)cM}{m \times 10^3} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中：

V —— 样品消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_0 — 空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c —— 硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

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

m —— 样品的质量，单位为克 (g)。

取 2 次平行测定结果的算术平均值为测定结果，2 次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

6.3 盐酸不溶物

称取 5 g 样品，加热溶于 40 mL 盐酸溶液（20%）中 [高纯取 40 g，加热溶于 400 mL 盐酸溶液（20%）中]，用已在 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒量的 4 号玻璃滤埚过滤，以热水洗涤滤渣至洗液无色，于 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的电烘箱中干燥至恒量。

盐酸不溶物的质量分数 (w_1) 按式 (2) 计算:

$$w_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

式中：

m_1 — 滤渣和玻璃滤埚的质量，单位为克 (g)；

m_2 — 玻璃滤埚的质量，单位为克(g)；

m —— 样品的质量, 单位为克 (g)。

6.4 干燥失量

称取5g样品，精确至0.0001g，置于已在105℃±2℃恒量的称量瓶中，于105℃±2℃电烘箱中干燥至恒量。

干燥失量的质量分数 w_2 按式 (3) 计算:

$$w_2 = \frac{m_3 - m_4}{m_3} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (3)$$

式中：

m_3 — 干燥前样品的质量, 单位为克 (g);

m_4 — 干燥后样品的质量, 单位为克(g)。

6.5 氯化物

6.5.1 不含氯化物的硝酸铜溶液的制备

称取5g样品，加30mL水及10mL硝酸，加热溶解，冷却，加5mL硝酸银溶液(17g/L)，稀释至100mL，摇匀，放置12h~18h，过滤。

6.5.2 测定方法

称取 2 g 样品，加 30 mL 水及 4 mL 硝酸，加热溶解，冷却，稀释至 40 mL（必要时过滤）。取

20 mL (分析纯、化学纯取 10 mL, 稀释至 20 mL), 加 1 mL 硝酸银溶液 (17 g/L), 稀释至 25 mL, 摆匀, 放置 10 min。溶液所呈浊度不应大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取 20 mL (分析纯、化学纯取 10 mL, 稀释至 20 mL) 不含氯化物的硝酸铜溶液, 加入含 0.01 mg (高纯) 或 0.015 mg (分析纯) 或 0.025 mg (化学纯) 的氯化物 (Cl⁻) 标准溶液, 稀释至 25 mL, 与同体积试液同时放置 10 min 后比浊。

6.6 硫化物

6.6.1 不含硫化合物的氯化铜溶液的制备

称取5g样品，用少量水润湿，加15mL盐酸、20mL30%过氧化氢，在水浴上蒸干。残渣溶于水（必要时过滤），加2mL盐酸溶液（20%），煮沸，加3mL氯化钡溶液（250g/L），稀释至50mL，放置12h~18h，过滤。

6.6.2 测定方法

称取1g样品，用少量水润湿，加3mL盐酸、4mL30%过氧化氢，在水浴上蒸干。残渣溶于水（必要时过滤），稀释至20mL。取20mL（分析纯取4mL，化学纯取2mL，稀释至20mL），加0.5mL盐酸溶液（20%）酸化后，按GB/T9728的规定测定。溶液所呈浊度不应大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取 10 mL (分析纯取 2 mL, 化学纯取 1 mL) 不含硫化合物的氯化铜溶液及含 0.02 mg (高纯、分析纯) 或 0.05 mg (化学纯) 的硫酸盐 (SO_4) 标准溶液, 稀释至 20 mL, 与同体积试液同时同样处理。

6.7 总氮量

称取1g样品，用20mL水及3mL盐酸，加热溶解，冷却，稀释至140mL，置于凯氏定氮瓶中，加10mL氢氧化钠溶液(320g/L)、1.0g定氮合金后，按GB/T 609—2018中4.4.1或4.4.2的规定测定，其中4.4.1为仲裁法。溶液所呈黄色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含 0.02 mg (分析纯) 或 0.05 mg (化学纯) 的氮 (N) 标准溶液, 与样品同时同样处理。

6.8 碳化合物

称取 0.6 g 样品，置于瓷舟中。

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瓷舟前，先将管式炉升温至 $800\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，用饱和氢氧化钡溶液检查抽出气体至无二氧化碳，将盛有样品的瓷舟置于管式炉中，灼烧1 h，灼烧时用盛有20 mL水及5滴氨水的混合液吸收，加2 mL氯化钡溶液（100 g/L），摇匀。溶液所呈浊度不应大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含 0.15 mg (分析纯) 或 0.60 mg (化学纯) 的碳酸盐 (CO_3) 标准溶液, 稀释至 20 mL, 加 5 滴氨水及 2 mL 氯化钡溶液 (100 g/L), 摆匀。

6.9 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。

氧化亚铜的质量分数 (w_3) 按式 (4) 计算:

$$w_3 = \frac{V_1 c_1 M_1}{m \times 10^3} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (4)$$

式中：

V_1 —— 高锰酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；
 c_1 —— 高锰酸钾标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；
 M_1 —— 氧化亚铜的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）[$M(1/2\text{Cu}_2\text{O}) = 71.55 \text{ g/mol}$]；
 m —— 样品的质量，单位为克（g）。

6.10 钠、钾

6.10.1 试剂、材料和仪器

按 GB/T 9723—2007 中第 5 章、第 6 章的规定。

6.10.2 仪器条件

光源：钠空心阴极灯、钾空心阴极灯。

波长：钠 589.0 nm、钾 766.5 nm。

火焰：乙炔-空气。

6.10.3 测定方法

6.10.3.1 钠

称取 5 g 样品，加 20 mL 水及 15 mL 盐酸溶解，稀释至 100 mL。取 20 mL（分析纯、化学纯取 1 mL），共 4 份。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.2 的规定测定，结果按 GB/T 9723—2007 中 7.2.3 的规定计算。

6.10.3.2 钾

称取 10 g 样品，加 20 mL 水及 30 mL 盐酸溶解，稀释至 100 mL。取 20 mL（分析纯、化学纯取 1 mL），共 4 份。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.2 的规定测定，结果按 GB/T 9723—2007 中 7.2.3 的规定计算。

6.11 镁、钙、铁

6.11.1 电感耦合等离子体原子发射光谱法（仲裁法）

6.11.1.1 试剂、材料和仪器

按 GB/T 23942—2009 中第 5 章、第 6 章的规定。

6.11.1.2 仪器条件

推荐波长：镁 279.553 nm，钙 393.366 nm，铁 238.204 nm。

入射功率：12 00 W。

观测高度：13 mm。

氩气流量：冷却气 12.0 L/min，辅助气 1.0 L/min，雾化器 0.7 L/min。

溶液提吸速率：1.2 mL/min。

分析时间：冲洗 15 s，曝光 5 s。

上述仪器条件可根据具体情况优化。

6.11.1.3 测定方法

称取 10 g 样品，加 30 mL 水及 20 mL 硝酸溶解，稀释至 100 mL。取 20 mL，共 4 份。按 GB/T 23942—2009 中 7.3.3 的规定测定，结果按 GB/T 23942—2009 中 7.3.4 的规定计算。

6.11.2 火焰原子吸收光谱法（分析纯、化学纯）

6.11.2.1 试剂、材料和仪器

按 GB/T 9723—2007 中第 5 章、第 6 章的规定。

6.11.2.2 仪器条件

光源：空心阴极灯。

波长：镁 285.2 nm、钙 422.7 nm、铁 248.3 nm。

火焰：乙炔-空气。

6.11.2.3 测定方法

6.11.2.3.1 镁

称取 1 g 样品，加 20 mL 水及 3 mL 盐酸溶解，稀释至 100 mL。取 20 mL，共 4 份。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.2 的规定测定，结果按 GB/T 9723—2007 中 7.2.3 的规定计算。

6.11.2.3.2 钙、铁

称取 5 g 样品，加 20 mL 水及 15 mL 盐酸溶解，稀释至 100 mL。取 10 mL，共 4 份。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.2 的规定测定，结果按 GB/T 9723—2007 中 7.2.3 的规定计算。

6.12 铝、铬、锰、钴、镍、锌、银、镉

6.12.1 试剂、材料和仪器

按 GB/T 23942—2009 中第 5 章、第 6 章的规定。

6.12.2 仪器条件

推荐波长：铝 396.152 nm、铬 267.716 nm、锰 257.610 nm、钴 228.616 nm、镍 231.604 nm、锌 206.200 nm、银 328.068 nm、镉 214.438 nm。

入射功率：1 200 W。

观测高度：13 mm。

氩气流量：冷却气 12.0 L/min，辅助气 1.0 L/min，雾化器 0.7 L/min。

溶液提吸速率：1.2 mL/min。

分析时间：冲洗 15 s，曝光 5 s。

上述仪器条件可根据具体情况优化。

6.12.3 测定方法

见 6.11.1.3。

6.13 砷

6.13.1 电感耦合等离子体原子发射光谱法（仲裁法）

6.13.1.1 试剂、材料和仪器

按 GB/T 23942—2009 中第 5 章、第 6 章的规定。

6.13.1.2 仪器条件

推荐波长：砷 189.042 nm。

入射功率：1 200 W。

观测高度：13 mm。

氩气流量：冷却气 12.0 L/min，辅助气 1.0 L/min，雾化器 0.7 L/min。

溶液提吸速率：1.2 mL/min。

分析时间：冲洗 15 s，曝光 5 s。

上述仪器条件可根据具体情况优化。

6.13.1.3 测定方法

见 6.11.1.3。

6.13.2 原子荧光光谱法

6.13.2.1 试剂、材料和仪器

试验用水：应符合 GB/T 6682 中二级水的规格。

盐酸：优级纯。

盐酸溶液：5+95。

硫脲-抗坏血酸溶液：称取 20 g 硫脲，加 160 mL 水，加热溶解，待冷却后加入 20 g 抗坏血酸，溶解，稀释至 200 mL。临用前制备。

硼氢化钾-氢氧化钠溶液：称取 2.5 g 氢氧化钠，溶于 400 mL 水中，加入 10 g 硼氢化钾，溶解，稀释至 500 mL。临用前制备。

砷（As）标准溶液（0.2 μg/mL）：移取 1.00 mL 砷（As）标准溶液（0.1 mg/mL），置于 500 mL 容量瓶中，加适量水，加 20 mL 盐酸，稀释至刻度，摇匀。临用前制备。

仪器：原子荧光光谱仪，性能指标应符合 GB/T 21191 的规定，并配有砷空心阴极灯。

6.13.2.2 仪器条件

负高压：240 V。

灯电流：60 mA。

载气：氩气。

载气流量：400 mL/min。

屏蔽气流量：1 000 mL/min。

原子化器高度：8 mm。

读数方式：峰面积。

延迟时间：0 s。

读数时间：16 s。

可根据仪器选择最佳条件。

6.13.2.3 标准曲线绘制

分别移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 砷(As)标准溶液(0.2 μg/mL)于6个100mL容量瓶中，分别加入10mL盐酸溶液(20%)、20mL硫脲-抗坏血酸溶液，稀释至刻度，摇匀。此系列标准溶液中砷的质量浓度分别为0 ng/mL、2 ng/mL、4 ng/mL、6 ng/mL、8 ng/mL、10 ng/mL。以硼氢化钾-氢氧化钠溶液为还原剂，以盐酸溶液(5+95)为载流溶液，在仪器最佳工作条件下测定系列标准溶液中砷的荧光值。以测得的荧光值为纵坐标，相对应的砷的质量浓度为横坐标，绘制标准曲线或计算回归方程。

6.13.2.4 测定方法

称取 0.5 g 样品，加 50 mL 水及 2 mL 盐酸，加热搅拌至样品完全溶解。加入 1 g 硫氰酸钾，持续搅拌，并加热至微沸。加入 1 g 氯化羟胺（盐酸羟胺），继续搅拌并加热微沸 3 min，冷却，稀释至 100 mL，用干滤纸过滤。取 20 mL 滤液，加 10 mL 盐酸溶液（20%）、20 mL 硫脲-抗坏血酸溶液，稀释至 100 mL，摇匀。同时做空白试验。以硼氢化钾-氢氧化钠溶液为还原剂，以盐酸溶液（5+95）为载流溶液，在仪器最佳工作条件下测定试液和空白试验溶液的荧光值，由标准曲线查得或回归方程计算出砷的质量浓度。

6.13.2.5 结果计算

砷的质量分数 (w_4) 按式 (5) 计算:

$$w_4 = \frac{(\rho - \rho_0)V_2 \times 10^{-9}}{m \times (20/100)} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (5)$$

式中：

ρ —— 试液中砷的质量浓度, 单位为纳克每毫升 (ng/mL);

ρ_0 — 空白试液中砷的质量浓度，单位为纳克每毫升 (ng/mL)；

V_2 —— 试液的体积, 单位为毫升 (mL);

m —— 样品的质量，单位为克(g)。

6.13.3 砷斑法

称取1g样品，加少量水和3mL盐酸溶解（必要时加热）。加40mL水、1mL硝酸及1mL硫酸铁（Ⅲ）铵溶液（10g/L），煮沸2min，冷却。滴加氨水溶液（10%）至生成的沉淀溶解，并过量2mL，盖上表面皿，在水浴上保温30min，过滤，用氨水溶液（1+25）洗涤沉淀至滤纸上蓝色完全消失，弃去滤液和洗液，保留沉淀。用2mL热盐酸溶液（20%）溶解滤纸中的沉淀并用水洗涤，收集滤液和洗液，稀释至70mL，移入定砷瓶中，按GB/T 610—2008中4.1的规定测定。溴化汞试纸所呈棕黄色不应深于标准比色试纸。

标准比色试纸的制备是取含 0.005 mg 砷 (As) 的标准溶液，加 2 mL 盐酸溶液 (20%)，稀释至 70 mL，与同体积试液同时同样处理。

6.14 铅

6.14.1 火焰原子吸收光谱法（仲裁法）

6.14.1.1 试剂、材料和仪器

按 GB/T 9723—2007 中第 5 章、第 6 章的规定。

6.14.1.2 仪器条件

光源：铅空心阴极灯。
波长：283.3 nm。
火焰：乙炔-空气。
注：必要时开氘灯扣除背景。

6.14.1.3 测定方法

称取 25 g 样品，加 20 mL 水及 45 mL 硝酸，加热溶解，冷却，稀释至 100 mL。取 20 mL，共 4 份。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.2 的规定测定，结果按 GB/T 9723—2007 中 7.2.3 的规定计算。

6.14.2 电感耦合等离子体原子发射光谱法

6.14.2.1 试剂、材料和仪器

按 GB/T 23942—2009 中第 5 章、第 6 章的规定。

6.14.2.2 仪器条件

推荐波长：铅 220.353 nm。
入射功率：1 200 W。
观测高度：13 mm。
氩气流量：冷却气 12.0 L/min，辅助气 1.0 L/min，雾化器 0.7 L/min。
溶液提吸速率：1.2 mL/min。
分析时间：冲洗 15 s，曝光 5 s。
上述仪器条件可根据具体情况优化。

6.14.2.3 测定方法

见 6.11.1.3。

7 检验规则

按 HG/T 3921 的规定进行采样及验收。

8 包装及标志

按 GB 15346 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、第5类；
- 内包装形式：NB-5、NBY-5、NB-8、NB-11、NB-13、NB-15、NB-47、NB-48；
- 隔离材料：GC-2、GC-3、GC-4；
- 外包装形式：WB-1、WB-2、WB-3。

