

ICS 71. 040. 30
G 62

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5725—2020

高纯试剂 五水合硫酸铜（硫酸铜）

High purity reagent—Cupric sulfate pentahydrate

2020-12-09 发布

2021-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部发布

前　　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准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化学试剂分技术委员会（SAC/TC63/SC3）归口。

本标准起草单位：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。

本标准主要起草人：周一朗、徐彬、韩宝英、孟蓉、王玉华、林楚卿、张志斌。

高纯试剂

五水合硫酸铜（硫酸铜）

1 范围

本标准规定了高纯试剂五水合硫酸铜（硫酸铜）的性状、规格、试验、检验规则以及包装及标志。

本标准适用于高纯试剂五水合硫酸铜（硫酸铜）的检验。

分子式：CuSO₄ · 5H₂O

相对分子质量：249.68（根据2018年国际相对原子质量）

CAS号：7758-99-8

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 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 化学试剂 总氮量测定通用方法

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 9724 化学试剂 pH值测定通则

GB/T 9738 化学试剂 水不溶物测定通用方法

GB 15346 化学试剂 包装及标志

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

JJG 694 原子吸收分光光度计检定规程

3 性状

本试剂为蓝色结晶，在干燥空气中风化，溶于水。

4 规格

五水合硫酸铜的规格见表1。

表 1 五水合硫酸铜的规格

名 称	规 格
含量 ($\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$) , w/%	≥ 99.5
pH 值 (50 g/L, 25 °C)	3.5~4.5
水不溶物, w/%	≤ 0.005
氯化物 (Cl), w/%	≤ 0.0005
总氮量 (N), w/%	≤ 0.001
砷 (As), w/%	≤ 0.0003
钠 (Na), w/%	≤ 0.001
镁 (Mg), w/%	≤ 0.0005
铝 (Al), w/%	≤ 0.0005
钾 (K), w/%	≤ 0.0005
钙 (Ca), w/%	≤ 0.0005
铬 (Cr), w/%	≤ 0.0002
锰 (Mn), w/%	≤ 0.0001
铁 (Fe), w/%	≤ 0.001
钴 (Co), w/%	≤ 0.0002
镍 (Ni), w/%	≤ 0.0005
锌 (Zn), w/%	≤ 0.0005
镉 (Cd), w/%	≤ 0.0001
铅 (Pb), w/%	≤ 0.0005

5 试验

5.1 警示

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。

5.2 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，实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格，样品均按精确至 0.01 g 称量，所用溶液以“%”表示的均为质量分数。

5.3 含量

称取 0.8 g (精确至 0.0001 g) 样品，置于碘量瓶中，溶于 60 mL 水，加入 5 mL 硫酸溶液 (20%) 及 3 g 碘化钾，摇匀，于暗处放置 10 min，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，近终点时加入 3 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。

五水合硫酸铜的质量分数 w ，按公式（1）计算：

$$w = \frac{(V - V_0)cM}{m \times 1000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots \quad (1)$$

式中：

V ——样品消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，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的数值，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 ——五水合硫酸铜的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) $[M(\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}) = 249.68 \text{ g/mol}]$ ；

m ——样品的质量的数值，单位为克 (g)。

5.4 pH 值

按 GB/T 9724 的规定测定。

5.5 水不溶物

称取 30 g 样品，溶于 100 mL 沸水中，冷却至室温，按 GB/T 9738 的规定测定。

5.6 氯化物

5.6.1 不含氯化物的五水合硫酸铜溶液的制备

称取 8 g 样品，溶于适量水。加入 8 mL 硝酸溶液 (25%) 及 4 mL 硝酸银溶液 (17 g/L)，稀释至 100 mL，摇匀，在暗处放置 4 h。澄清后过滤。

5.6.2 测定方法

称取 2 g 样品，溶于 25 mL 水中（必要时过滤）。加入 2 mL 硝酸溶液 (25%)、2.5 mL 丙三醇溶液 (1+4)，摇匀。加入 1 mL 硝酸银溶液 (17 g/L)，摇匀，放置 15 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：取 25 mL 不含氯化物的五水合硫酸铜溶液及含 0.01 mg 的氯化物 (Cl) 标准溶液，加入 3 mL 水、2.5 mL 丙三醇溶液 (1+4)，摇匀，与同体积试液同时放置 15 min，比浊。

5.7 总氮量

称取 2 g 样品，置于凯氏定氮瓶中，加入 140 mL 水溶解。加入 7 mL 氢氧化钠溶液 (320 g/L)、1.0 g 定氮合金，静置 1 h。按 GB/T 609 的规定测定。溶液所呈颜色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备：取含 0.02 mg 的氮 (N) 标准溶液，稀释至 142 mL，加入 5 mL 氢氧化钠溶液 (320 g/L)，与同体积试液同时同样处理。

5.8 砷

称取 0.5 g 样品，溶于 5 mL 水中。加入 3 mL 乙酸（冰醋酸）及 2 g 碘化钾，盖上表面皿，放置 5 min。加入 0.2 g 抗坏血酸溶解，稀释至 40 mL。加入 6 mL 盐酸，摇匀。滴加氯化亚锡溶液 (400 g/L) 至溶液无色，摇匀，放置 10 min。加入 2.5 g 无砷锌，立即塞上预先装有乙酸铅棉花及溴化汞试纸的定砷吸收管，于暗处在 25 ℃～30 ℃ 放置 1 h～1.5 h。溴化汞试纸所呈棕黄色不应深于标

准比色试纸。

标准比色试纸是取含 0.001 5 mg 的砷 (As) 标准溶液，与样品同时同样处理。

5.9 钠

5.9.1 试剂、材料和仪器

按 GB/T 9723—2007 中第 5 章、第 6 章的规定。

5.9.2 仪器条件

光源：钠空心阴极灯。

波长：589.0 nm。

火焰：乙炔-空气。

5.9.3 测定方法

称取 10 g 样品，溶于水，加入 5 mL 盐酸溶液 (20%)，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。

5.10 镁、铝、钙、铬、锰、铁、钴、镍、锌、镉

5.10.1 试剂、材料和仪器

按 GB/T 23942—2009 中第 5 章、第 6 章的规定。

5.10.2 仪器条件

推荐波长：镁 279.553 nm，铝 396.152 nm，钙 393.366 nm，铬 267.716 nm，锰 257.610 nm，铁 238.204 nm，钴 228.616 nm，镍 231.604 nm，锌 206.200 nm，镉 214.438 nm。

入射功率：1 100 W。

观测高度：12 mm。

氩气流量：载气 19 L/min，辅助气 0.2 L/min。

溶液提吸速率：1.2 mL/min。

分析时间：冲洗时间 15 s，曝光时间 10 s。

5.10.3 测定方法

称取 10 g 样品，溶于水，加入 10 mL 盐酸溶液 (20%)，移入 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。取 20 mL，共 4 份，分别置于 100 mL 容量瓶中。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。

5.11 钾

5.11.1 试剂、材料和仪器

按 GB/T 9723—2007 中第 5 章、第 6 章的规定。

5.11.2 仪器条件

光源：钾空心阴极灯。

波长：766.5 nm。

火焰：乙炔-空气。

5.11.3 测定方法

同 5.9.3。

5.12 铅

5.12.1 石墨炉原子吸收光谱法（仲裁方法）

5.12.1.1 试剂、材料和仪器

实验用水应符合 GB/T 6682 中二级水的规格。盐酸和硝酸应为高纯试剂，或用分析纯试剂经亚沸蒸馏制得。

仪器：石墨炉原子吸收分光光度计，应符合 JJG 694 的规定。

5.12.1.2 仪器条件

光源：铅空心阴极灯。

波长：283.3 nm。

光谱通带：0.5 nm。

灯电流：9 mA。

干燥温度和时间：120 °C，30 s。

灰化温度和时间：500 °C，20 s。

原子化温度和时间：1 400 °C，5 s。

进样体积：20 μL。

5.12.1.3 铅标准溶液（1 μg/mL）的制备

量取 1.00 mL 铅标准溶液（0.1 mg/mL），置于 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 硝酸溶液（0.1 mol/L），用水稀释至刻度，摇匀。临用前配制。

5.12.1.4 测定方法

称取 2 g 样品，溶于水，加入 2 mL 盐酸溶液（20%），稀释至 100 mL。取 10 mL，共 4 份，1 份不加标准溶液，另外 3 份分别加入 1 μg、2 μg、4 μg 的铅标准溶液，用水稀释至 100 mL，摇匀。同时制备空白溶液。以加入标准溶液的浓度为横坐标、相应的铅待测元素的吸光度为纵坐标，绘制标准加入法标准曲线。曲线反向延长与横坐标交点的绝对值为试样溶液中铅元素的浓度。

5.12.2 火焰原子吸收光谱法

5.12.2.1 试剂、材料和仪器

按 GB/T 9723—2007 中第 5 章、第 6 章的规定。

5.12.2.2 仪器条件

光源：铅空心阴极灯。

波长：283.3 nm。

火焰：乙炔-空气。

5.12.2.3 测定方法

称取 25 g 样品，溶于水，加入 5 mL 盐酸溶液（20%），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 检验规则

按 HG/T 3921 的规定进行采样及验收。

7 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；
 - 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；
 - 外包装形式：WB-1，WB-2，WB-3。
-