

乙酸铜（醋酸铜）

Cupric acetate monohydrate

（征求意见稿）

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中国石油和化学工业联合会

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。

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。

本文件由中国石油和化学工业联合会标准化工作委员会归口。

本文件主要起草单位：广州科城环保科技有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司、西陇科学股份有限公司、山东亿嘉农化有限公司、苏州长湖纳米科技有限公司。

本文件主要起草人：。

本文件为首次发布。

乙酸铜（醋酸铜）

1 范围

本文件规定了乙酸铜（醋酸铜）的分类、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存。

本文件适用于乙酸铜（醋酸铜）产品。

注：该产品用于化学试剂、有机合成催化剂、油漆快干剂、陶瓷着色剂等，也用作生产农药中间体、医药中间体的原料。

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 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

GB/T 26046 氧化铜粉

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第1部分：标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第2部分：杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第3部分：制剂及制品的制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分子式和相对分子质量

分子式： $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$

相对分子质量：199.65（按2018年国际相对原子质量）

5 分类

乙酸铜（醋酸铜）按照用途不同分为两类：

- 优等品为化学试剂、有机合成催化剂等用乙酸铜（醋酸铜）；
- 一等品为油漆快干剂、陶瓷着色剂、农药中间体、医药中间体等用乙酸铜（醋酸铜）。

6 要求

6.1 外观：暗蓝绿色结晶或粉末。

6.2 乙酸铜（醋酸铜）按本文件规定的试验方法检测，应符合表 1 的规定。

表1

项 目	指 标	
	优等品	一等品
醋酸铜（乙酸铜） $[\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}]$, w/% \geq	99.0	98.0
铜（以 Cu 计）, w/% \geq	31.5	31.0
钙（Ca）, w/% \leq	0.001	0.003
铁（Fe）, w/% \leq	0.001	0.003
镍（Ni）, w/% \leq	0.001	0.003
硫酸盐（以 SO_4 计）, w/% \leq	0.01	0.1
氯化物（以 Cl 计）, w/% \leq	0.003	0.05
水不溶物, w/% \leq	0.02	0.5
pH（10 g/L）	---	4~8

7 试验方法

警告：使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

7.1 一般规定

本文件所用的试剂和水，在没有注明其它要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682中规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂和制品，在没有注明其它规定时，均按HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3的规定制备。

7.2 外观检验

在自然光下，于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

7.3 乙酸铜（醋酸铜）含量的测定

7.3.1 原理

在微酸性条件下，试样中加入的适量碘化钾与二价铜作用，析出等量的碘。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定析出的碘，以淀粉为指示剂，由颜色变化来判断终点。

7.3.2 试剂或材料

7.3.2.1 碘化钾。

7.3.2.2 硝酸。

7.3.2.3 36%乙酸。

7.3.2.4 碳酸钠饱和溶液。

7.3.2.5 氟化钠饱和溶液。

7.3.2.6 硫氰酸钾溶液：100 g/L。

7.3.2.7 硫代硫酸钠标准滴定溶液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

7.3.2.8 淀粉指示液（10 g/L）。

7.3.3 试验步骤

称取0.5 g~0.7 g试样，精确至0.000 2 g，置于250 mL碘量瓶中，加60 mL水溶解试样，加3滴硝酸，摇匀。逐滴加入碳酸钠饱和溶液至出现微量沉淀，加4 mL 36%乙酸，加5 mL氟化钠饱和溶液、2 g碘化钾，摇匀，置于暗处放置10 min，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液呈淡黄色，加入3 mL淀粉指示液（10 g/L），继续滴定溶液呈淡蓝色后，加入10 mL硫氰酸钾溶液，摇匀后继续滴定至溶液蓝色消失。

同时同样做空白试验。除不加试料外，其他加入试剂的种类和量（标准滴定溶液除外）与试验溶液完全相同。

7.3.4 试验数据处理

乙酸铜（醋酸铜）含量以乙酸铜（醋酸铜） $[\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ 的质量分数 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_0) cM_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

铜含量以铜（Cu）的质量分数 w_2 计，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{(V_1 - V_0) cM_2 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

V_1 ——滴定试验溶液所消耗的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 ——滴定空白试验溶液所消耗的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浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M_1 ——乙酸铜（醋酸铜） $[\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ 的摩尔质量的数值（ $M=199.65$ ），单位为克每摩尔（g/mol）

M_2 ——铜（Cu）的摩尔质量的数值（ $M=63.55$ ），单位为克每摩尔（g/mol）；

m ——试料的质量的数值，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不大于0.2%。

7.4 钙（Ca）、铁（Fe）、镍（Ni）含量测定

7.4.1 原理

试样以盐酸溶液溶解，采用电感耦合等离子体发射光谱仪测定待测元素特征谱线的强度，以工作曲线法定量。

7.4.2 试剂或材料

7.4.2.1 盐酸溶液：1+1。

7.4.2.2 钙、铁、镍混合标准溶液：1 mL 溶液含钙（Ca）、铁（Fe）、镍（Ni）各0.01 mg。选用有证系列国家标准物质的混合溶液或单标溶液（1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）准确稀释，此溶液现用现配。

7.4.2.3 水：按GB/T 6682—2008表1中规定的二级水。

7.4.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

7.4.4 试验步骤

7.4.4.1 工作曲线的绘制

分别移取0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL钙、铁、镍混合标准溶液（见7.4.2.2）置于6个100 mL容量瓶中，分别加入2 mL盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

从待测元素每个标准溶液的光谱强度中减去标准空白溶液的光谱强度，以每个标准溶液中待测元素的质量浓度为横坐标，对应的光谱强度为纵坐标，分别绘制各待测元素标准曲线。各待测元素推荐分析谱线波长见表2。

表 2

元素	钙	铁	镍
测定波长/nm	396.847	238.204	231.604

7.4.4.2 试验

称取1 g~3 g试样，精确至0.000 2 g，置于250 mL烧杯中，用少量水润湿，加入20 mL盐酸溶液，充分溶解后，转移至100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。导入电感耦合等离子体发射光谱仪，按照7.4.4.1相同条件测定相应待测元素的光谱强度值。在标准曲线上查出试验溶液中待测元素的质量浓

度。

7.4.5 试验数据处理

待测元素钙、铁、镍的含量以待测元素钙（Ca）、铁（Fe）、镍（Ni）的质量分数 w_i 计，按公式（3）计算：

$$w_i = \frac{(\rho_i - \rho_0) \times 100 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

ρ_i ——从工作曲线上查出的试验溶液中待测元素的质量浓度的数值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

ρ_0 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中待测元素的质量浓度的数值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

m ——试料的质量的数值，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不大于算术平均值的10%。

7.5 硫酸盐（以 SO_4 计）含量的测定

7.5.1 分光光度法（仲裁法）

7.5.1.1 原理

在酸性介质中，硫酸根离子与钡离子生成硫酸钡沉淀，当硫酸根离子含量较低时，在一定时间内硫酸钡呈悬浮体，根据硫酸钡产生的浊度采用分光光度计进行测定。

7.5.1.2 试剂和材料

7.5.1.2.1 盐酸溶液：1+15。

7.5.1.2.2 氯化钡溶液：250 g/L。

7.5.1.2.3 甘油-乙醇溶液：1+2。

7.5.1.2.4 硫酸盐标准溶液：1 mL 溶液含硫酸盐（以 SO_4 计）0.1 mg，移取 10.00 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。

7.5.1.2.5 无硫酸盐的乙酸铜（醋酸铜）溶液：称取乙酸铜（醋酸铜）10.00 g（或一等品 1.00 g）于 100 mL 的烧杯中，加入 20 mL 水溶解样品，加入适量盐酸溶液使溶解的溶液澄清，加水至 40 mL，摇匀，不断振荡下滴加氯化钡溶液 5 mL，摇匀后，全部转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。静置 10 min，干过滤至干燥洁净容器中，弃去初始部分滤液。

7.5.1.3 仪器设备

分光光度计。

7.5.1.4 试验步骤

7.5.1.4.1 标准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、5.00 mL 硫酸盐标准溶液置于 6 个 50 mL 容量瓶中，分别加 1 滴盐酸溶液，加 5 mL 甘油-乙醇溶液和 5 mL 氯化钡溶液，用无硫酸盐的乙酸铜（醋酸铜）溶液稀释至刻度，摇匀，室温静置 10 min。用适宜的比色皿，以试剂空白调零，于波长 420 nm 处测量吸光度。以硫酸根离子的质量（mg）为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

7.5.1.4.2 试验

称取 10 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于烧杯中，加入 50 mL 水，再加入适量盐酸溶液溶解样品后，全部转移至 100 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，摇匀。

准确移取 10.00 mL 试验溶液，置于 50 mL 容量瓶中，加 5 mL 甘油-乙醇溶液、5 mL 氯化钡溶液用水稀释至刻度，摇匀。室温静置 10 min。以标准曲线绘制的仪器条件测定其吸光度，从标准曲线上查出试验溶液中硫酸根离子的质量。

7.5.1.5 试验数据处理

硫酸盐含量以硫酸盐（以 SO_4 计）的质量分数 w_3 计，按公式（4）计算：

$$w_3 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots(4)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中硫酸盐的质量，单位为毫克（mg）；

m ——试料的质量的数值，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不得超过算数平均值的 20%。

7.5.2 目视比浊法

7.5.2.1 原理

在试样介质中，氯化钡与硫酸根离子生成硫酸钡沉淀，与同方法处理的硫酸盐标准比浊溶液比较，目视法判定。

7.5.2.2 试剂或材料

见 7.5.1.2。

7.5.2.3 试验步骤

称取 1.00 g（或一等品 0.10 g）试样，置于 25 mL 比色管中，加 10 mL 水、加 5 mL 甘油-乙醇溶液，在不断振摇下，滴加 3 mL 氯化钡溶液，用水稀释至刻度，摇匀。放置 10 min，所呈浊度不应大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是用移液管移取 10.00 mL 无硫酸盐的乙酸铜（醋酸铜）溶液和 1.00 mL 硫酸盐标准溶液，置于 25 mL 比色管中，加 5 mL 甘油-乙醇溶液，在不断振摇下，滴加 3 mL 氯化钡溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

7.6 氯化物（以Cl计）含量的测定

称取5 g试样，精确至0.000 2 g，按照GB/T 26046确定的方法进行乙酸铜（醋酸铜）中氯化物含量的测定。

7.7 水不溶物含量的测定

7.7.1 原理

试样溶于水后，经过滤、洗涤后，烘干至质量恒定，根据烘干后残留物的量，确定水不溶物的含量。

7.7.2 仪器设备

7.7.2.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径 5 μm~15 μm。

7.7.2.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在 105 °C ±2 °C。

7.7.3 分析步骤

称取约 6 g 试样，准确至 0.000 2g，溶于 100 mL 水中，加入 0.25 mL 冰乙酸，在水浴上保温 1h，用预先在 105 °C ±2 °C 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤，用热水充分洗涤滤渣至洗液无色后，将玻璃砂坩埚置于 105 °C ±2 °C 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

7.7.4 试验数据处理

水不溶物含量以质量分数 w_4 计，按公式（5）计算：

$$w_4 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中：

m_1 ——干燥后水不溶物及玻璃砂坩埚质量的数值，单位为克（g）；

m_0 ——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，平行测定结果的绝对差值不大于 0.001 %。

7.8 pH（10g/L）的测定

7.8.1 试剂或材料

无二氧化碳的水。

7.8.2 仪器设备

酸度计：精度为0.02 pH单位。

7.8.3 试验步骤

称取1.00 g±0.01 g试样，置于100 mL烧杯中，用无二氧化碳的水溶解，转移至100 mL容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀。倒入干燥烧杯中，用已校准的酸度计测量试验溶液的pH。

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。

8 检验规则

8.1 本文件采用型式检验和出厂检验。

8.2 本文件要求中规定的所有指标项目为型式检验项目，在正常生产情况下，每三个月至少进行一次型式检验。在下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 更新关键生产工艺；
- b) 主要原料有变化；
- c) 停产又恢复生产；
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异。

8.3 本文件要求中规定的乙酸铜（醋酸铜）含量、铜含量、硫酸盐含量、氯化物含量、水不溶物含量，5项指标为出厂检验项目，应逐批检验。

8.4 生产企业用相同原料，基本相同的生产条件，连续生产或同一班组生产的乙酸铜（醋酸铜）为一批。每批产品不超过10 t。

8.5 按GB/T 6678的规定确定采样单元数。采样时，将采样器自上方插入至料层深度的3/4处采样。将所采样品混匀，用四分法缩分至约500 g，立即分装入两个干燥、清洁的容器中，密封，瓶上粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、批号和采样日期、采样者姓名。一份用于检验，另一份保存备查，保存时间由生产厂根据实际情况确定。

8.6 采用GB/T 8170规定修约值比较法判断检验结果是否符合本文件。

8.7 检验结果如有指标不符合本文件要求，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果仍有任意一项指标不符合本文件的要求时，则整批产品为不合格。

9 标志、标签

9.1 乙酸铜（醋酸铜）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、类别、净含量、批号或生产日期、本文件编号及GB/T 191—2008表1中规定的“怕晒”、“怕雨”标志。

9.2 每批出厂的乙酸铜（醋酸铜）产品都应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、类别、净含量、批号或生产日期及标志、本文件编号。

10 包装、运输、贮存

10.1 乙酸铜（醋酸铜）产品采用双层包装，内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，袋口用维尼龙绳扎紧，或与其相当的其他方式封口，应严密不漏；外包装采用编织袋等包装。每袋净含量25 kg或1000 kg。如需其他包装方式，可由供需双方另行协商确定。

10.2 乙酸铜（醋酸铜）在运输过程中应有遮盖物，防止日晒、雨淋、受潮，包装不得受到污损。运输工具应清洁、干燥。

10.3 乙酸铜（醋酸铜）应贮存在通风、避光、干燥的库房或库区内，与酸、碱、易燃物隔离存放。

制定《乙酸铜（醋酸铜）》团体标准编制说明

（征求意见稿）

1 任务来源及简要编制过程

1.1 任务来源

根据中国石油和化学工业联合会《关于印发 2020 年第三批中国石油和化学工业联合会团体标准项目计划的通知》（中石化联质发（2021）27 号）的要求，将于 2022 年 12 月 31 日前完成《乙酸铜（醋酸铜）》团体标准的制定工作。

本标准主要起草单位有：广州科城环保科技有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司、西陇科学股份有限公司、山东亿嘉农化有限公司、苏州长湖纳米科技有限公司等。

1.2 标准简要编制过程

本标准主要起草单位接到上级部门下达的制定《乙酸铜（醋酸铜）》团体标准的计划后，成立了标准起草小组，首先查阅了国内外标准及有关技术资料，并向产品生产单位发函，广泛征求对制定标准工作的意见。

2021 年 8 月在线就标准的方案和草案进行了讨论，标准起草小组进行了认真仔细的讨论，并了解相关的实际生产情况，初步确定了标准的框架及内容，提出了工作方案及工作进度。

2022 年 3 月，起草小组编写完成标准征求意见稿和编制说明，发给行业内相关单位，广泛征求业内意见。

2 目的、意义

乙酸铜，也称醋酸铜、一水合乙酸铜等，暗蓝绿色结晶或粉末。熔点 115℃，240℃时脱去结晶水，溶于水 and 乙醇，微溶于乙醚和甘油。可以用作分析试剂，色谱分析试剂。还用作油漆快干剂，农药助剂、瓷釉颜料原料、农用杀菌剂、收敛剂等使用。乙酸铜还可以作为自由基和烃类化合物的氧化剂等。目前国内没有相关标准，只有 1976 年版《化学试剂 乙酸铜》标准，该标准已经于 2002 年作废，目前国内没有现行的相关标准。

该标准的制定，将规范乙酸铜（醋酸铜）产品的质量、用途与产品包装、运输等，为规范行业行为，促进行业资源优化配置，引导行业健康有序发展，起到积极推动作用。制定该产品标准有着积极的社会效益、经济效益和环境效益。

3 产品概况

3.1 产品名称：乙酸铜（醋酸铜）

3.2 英文名：Cupric acetate monohydrate

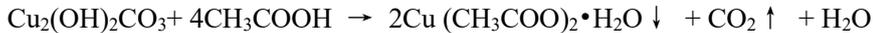
3.3 产品外观：暗蓝绿色结晶或粉末。

3.4 产品用途：可以用作分析试剂，色谱分析试剂。还用作油漆快干剂，农药助剂、瓷釉颜

料原料、农用杀菌剂、收敛剂等使用。醋酸铜还可以作为自由基和烃类化合物的氧化剂等。

3.5 生产工艺：

乙酸铜，分子式为 $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ，又名醋酸铜，是一种重要的催化剂、有机化工原料、农药及陶瓷原料。工业上生产乙酸铜的方法是以氧化铜或碱式碳酸铜为原料，与醋酸反应转化为乙酸铜。以碱式碳酸铜为例反应方程如下：



目前此产品尚无标准可参考，制约了相关行业发展及铜资源的高价值化利用。为了规范行业行为，促进行业资源优化配置，引导行业健康有序的发展，制定该产品标准有着积极的社会效益、经济效益和环境效益。

4 制标原则

- 4.1 积极采用国际和国外先进标准的原则；
- 4.2 有利于促进技术进步，提高产品质量的原则；
- 4.3 有利于合理利用资源，提高经济效益的原则；
- 4.4 符合用户的需要，保护消费者利益、促进贸易的原则；
- 4.5 遵循科学性、先进性、统一性的原则。

5 国内外标准概况

经查阅，目前国内只有 1976 年版《化学试剂 乙酸铜》标准，该标准已经于 2002 年作废，目前国内没有现行的相关标准。

6 制标依据

依据相关生产企业的实际情况；用户要求；生产企业质量批次数据（见附表 1）。

7 标准内容说明

此次制标，根据中国石油和化学工业联合会《关于印发 2020 年第三批中国石油和化学工业联合会团体标准项目计划的通知》（中石化联质发（2021）27 号）的要求，根据生产企业与使用企业的实际情况，本着资源充分回收利用、保护环境的目的，制定本标准。

7.1 指标项目及参数的确定

7.1.1 产品指标设置

乙酸铜（醋酸铜）按照用途不同分为两类：

- 优等品为化学试剂、有机合成催化剂等用乙酸铜（醋酸铜）；
- 一等品为农药中间体、医药中间体、油漆快干剂、陶瓷着色剂等用乙酸铜（醋酸铜）。

产品按本标准规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表 1 技术要求

项 目	指 标	
	优等品	一等品
乙酸铜（醋酸铜） $[\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}]w/\%$	≥ 99.0	98.0
铜（以 Cu 计） $w/\%$	≥ 31.5	31.0
钙（Ca） $w/\%$	≤ 0.001	0.003
铁（Fe） $w/\%$	≤ 0.001	0.003
镍（Ni） $w/\%$	≤ 0.001	0.003
硫酸盐（以 SO_4 计） $w/\%$	≤ 0.01	0.1
氯化物（Cl） $w/\%$	≤ 0.003	0.05
水不溶物 $w/\%$	≤ 0.02	0.5
pH（10 g/L）	---	4~8

7.1.2 指标设置的原则

（1）主含量指标

产品主含量采用碘量法测定铜元素，所以设置铜和醋酸铜（乙酸铜）两项指标，以铜含量计算乙酸铜含量。

（2）杂质及其他指标

优等品主要用作化学试剂，对金属及其他杂质的含量限值要求较高，因此制备优等品使用的是杂质含量更低的原料。

一等品主要用作农药中间体、医药中间体、油漆快干剂、陶瓷着色剂等，对其他杂质含量的要求可以适当降低。

a) 钙（Ca）、铁（Fe）、镍（Ni）含量指标

优等品乙酸铜（醋酸铜）一般作为化学试剂、或者催化剂用途，钙（Ca）、铁（Fe）、镍（Ni）含量指标关注度比较高，其他需求方对金属杂质没有严格要求，生产过程中不引入相关钾、钠等的原料，所以项目设置钙与铁、镍等三项金属杂质指标。

b) 硫酸盐含量、氯化物含量指标

作为试剂用途大多数要控制这两项指标，现有相关试剂与原料标准的硫酸盐与氯化物含量的指标设置情况见表2：

表 2 技术指标对比情况

现有标准名称与类别		硫酸盐含量指标（ $\leq\%$ ）	氯化物含量指标（ $\leq\%$ ）
化学试剂 粉状氧化铜 GB/T 674-2003	分析纯	0.01	0.003
	化学纯	0.05	0.005
化学试剂 三水合硝酸铜 HG/T 3443-2014	分析纯	0.005	0.001
	化学纯	0.02	0.005
工业碱式碳酸铜HG/T 4825-2015	一类（催化剂用）	0.03	0.05
	二类（普通工业）	0.03	0.05

氧化铜粉 GB/T 26046-2010	CuO990	0.01	0.005
	CuO985	0.05	0.010
	CuO980	0.1	0.015

依据生产工艺以及相关标准设置上述两项指标。

c) 水不溶物

在《化学试剂 乙酸铜》(HG 3-975-76)中设置水不溶指标,用来检验产品中水不溶的含量,本次制定标准参考试剂指标,设置水不溶物检测项目。

d) pH (10 g/L)

一等品主要用作农药中间体、陶瓷着色剂等,对产品的酸度有一定要求,希望产品的pH在中性范围左右,所以规定了产品的pH (10 g/L)范围为4~8。

7.2 各指标项目的试验方法

7.2.1 产品主含量的测定

原1976年版《化学试剂 乙酸铜》中采用EDTA络合滴定法,使用本方法会将络合多数金属离子,造成实验结果偏差较大。结合产品质量与相关铜含量测定的标准,使用经典的碘量法测定产品中的铜元素,计算乙酸铜含量。

在微酸性条件下,试样中加入的适量碘化钾与二价铜作用,析出等当量的碘。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定析出的碘,以淀粉为指示剂,由颜色的变化来判断终点。反应方程式如下:



按照拟订试验步骤对样品中的主含量进行多次测定,试验结果见表3。

表3 主含量精密度试验

样品 编号	测定结果/%											平均 值/%	标准 偏差	RSD %
	31.58	31.56	31.56	31.56	31.55	31.56	31.56	31.56	31.53	31.56	31.52			
1	31.58	31.56	31.56	31.56	31.55	31.56	31.56	31.53	31.56	31.52	31.53	31.55	0.024	0.074
2	31.22	31.29	31.19	31.19	31.29	31.19	31.21	31.21	31.19	31.19	31.19	31.20	0.0079	0.025
3	31.44	31.43	31.40	31.44	31.40	31.46	31.45	31.40	31.44	31.44	31.40	31.43	0.023	0.073

从以上实验数据看,拟定方法的相对标准偏差在0.025%至0.074%之间,精密度满足要求,方法可行。

7.2.2 钙(Ca)、铁(Fe)、镍(Ni)含量测定

产品试样以盐酸溶解,依据简便、准确的试验原则,采用电感耦合等离子体发射光谱仪测定待测元素,以工作曲线法定量。该方法具有一次测定多种元素的便捷性,目前多数企业均已配备相关设备。

按照标准中的测定方法,对试样中的钙(Ca)、铁(Fe)、镍(Ni)含量进行检测,测定结果及加标回收率如表4、表5。

表 4 样品测定结果

元素	测定值/mg/L								平均值	RSD/
									mg/L	%
Ca	0.18	0.18	0.18	0.18	0.18	0.18	0.18	0.18	0.18	0
	0.17	0.17	0.17	0.17	0.17	0.17	0.16	0.17	0.17	2.0
Fe	0.10	0.09	0.09	0.09	0.09	0.09	0.09	0.09	0.09	3.9
Ni	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0

表 5 加标回收率测定结果

元素	样品含量/ μg	加标量/ μg	实测值/ μg	回收率/%
Ca	18	20	35	85
Ca	18	36	51	92
Fe	9	20	23	85
Fe	9	9	16.5	83
Ni	1	20	16	75
Ni	1	2	2.5	75

经过实际样品试验测定，方法的精密度满足要求；经回收率测定方法准确性，镍含量的加标回收率略低，按照《合格评定 化学分析方法确认和验证指南》（GB/T 27417-2017）中的要求，浓度水平范围 $p < 0.1\text{mg/kg}$ 允许回收率范围在60%-120%，所以认为镍含量回收率测定结果可以接受。

7.2.3 硫酸盐含量测定

硫酸盐含量采用常用的分光光度法和目视比浊法，确定分光光度法为仲裁，日常检测也可以采用目视比浊法，更为简便快捷。

在酸性介质中，硫酸根离子与钡离子生成硫酸钡沉淀，当硫酸根离子含量较低时，在一定时间内硫酸钡呈悬浮体，根据硫酸钡产生的浊度进行测定。硫酸盐含量测定精密度试验与加标试验见表6、表7：

表 6 硫酸盐含量精密度测试数据

平行样品编号	试样 1（优等品）	试样 2（一等品）	
测定结果 (%)	1	0.0065	0.0073
	2	0.0067	0.0073
	3	0.0065	0.0073
	4	0.0070	0.0070
	5	0.0065	0.0073
	6	0.0060	0.0070
	7	0.0068	0.0072
	8	0.0068	0.0073
平均值 (%)	0.0066	0.0072	
标准偏差 (%)	0.0003	0.0001	
相对标准偏差 RSD%	4.58	1.88	

表7 硫酸盐含量加标试验数据

样品编号	项目	样品含量/mg	加标量/mg	实测值/mg	回收率/%
1	硫酸盐	0.05	0.1	0.140	90
	硫酸盐	0.05	0.1	0.139	89
2	硫酸盐	0.08	0.2	0.260	90
	硫酸盐	0.08	0.2	0.262	91

硫酸盐含量按照标准中提供的方法进行精密度和准确度试验，满足试验验证要求。方法可行。

7.2.4 氯化物含量测定

氯化物含量测定引用《氧化铜粉》GB/T 26046 中的氯化物测定方法：电位滴定法。氯化物含量精密度及准确度测定试验验证结果见表8、表9。

表8 氯化物含量精密度测试数据

平行样品编号		试样1（优等品）	试样2（一等品）
测定结果 (mg/L)	1	30	50
	2	30	45
	3	30	44
	4	29	45
	5	30	46
	6	30	45
	7	29	45
	8	30	45
	9	28	45
	10	29	45
	11	30	45
	12	29	45
平均值 (mg/L)		29.5	45
标准偏差 (mg/L)		0.67	0.447
相对标准偏差 RSD%		2.29	0.99

表9 加标测试数据

平行样品编号		试样					
		样品1		样品2		样品3（一等品）	
		样品	加标样品	样品	加标样品	样品	加标样品
测定结果 (mg/L)	1	30	59	30	88	20	79
	2	29	58	29	87	19	79
	3	30	58	28	88	20	78
	4	28	59	28	86	19	79
	5	29	58	28	89	18	78
	6	29	59	28	88	19	79
平均值 (mg/L)		29.17	58.5	28.5	87.7	19.2	78.7
加标量 (mg/L)		30		60		60	
加标回收率		97.76		98.67		99.2	

通过试验验证，引用的方法也适用于本产品中氯化物的测定。方法可行。

7.2.5 水不溶物与pH测定

水不溶物与 pH 检测结果见表 10:

表10 水不溶物与pH的测定

项目	测定值/%								平均值 /%	RSD/%
	1	2	3	4	5	6	7	8		
pH	5.19	5.20	5.19	5.20	5.19	5.21	5.19	5.21	5.1975	0.17
水不溶物	0.019	0.02	0.018	0.019	0.019	0.02	0.018	0.018	0.0154	5.43

水不溶物采用重量法，pH 测定采用 pH 计法，均为常用的化学检测方法，适用于本产品的水不溶物以及 pH 的测定。

8 标准属性

本标准为您推荐性团体标准。

9 标准水平分析

本次标准制定按照国内生产企业实际生产和使用情况进行，指标设置合理，分析方法均采用经典、常用的分析方法，可操作性强，分析结果稳定、精确、可靠。

综合分析，本标准达到国内先进水平。

10 其他问题说明

无。

附表 1 生产厂家质量数据

产品批号	测定值 %		
	铜含量	氯化物含量	水不溶物含量
1	31.93	0.0020	0.006
2	31.61	0.0030	0.110
3	31.36	0.0035	0.012
4	31.29	0.0016	0.118
5	31.66	0.0022	0.004
6	31.34	0.0022	0.050
7	31.54	0.0014	0.020
8	31.46	0.0012	0.019
9	31.26	0.0020	0.042
10	32.02	0.0015	0.036