

9 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 有关样品的全部资料：批号、日期、时间及地点、试验使用的仪器型号等；
- b) 分析结果和表示方法；
- c) 在测定中观察到的异常现象；
- d) 任何不包括在本标准中的操作或自由选择的试验条件。

GB/T 27581—2011



中华人民共和国国家标准

GB/T 27581—2011

电磁屏蔽膜 化学镀铜溶液 镍离子和 铜离子含量测定方法

Electromagnetic interference shielding film—Electroless copper
plating solution—Method of determining concentration of Ni²⁺ and Cu²⁺



GB/T 27581—2011

版权专有 侵权必究

*

书号：155066 · 1-44129

定价： 14.00 元

2011-12-05 发布

2012-03-01 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

100——为样品溶液的稀释体积,单位为毫升(mL)。

6.2 铜离子含量测定

待测溶液中铜离子浓度以 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 计, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 质量浓度 ρ 按式(2)计算:

$$\rho(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = \frac{c_0 \times V_x \times 249.68}{10}$$

$$= c_0 \times \left(V_{\text{总}} - \frac{10 \times \rho}{262.86 \times c_0} \right) \times 249.68 \times \frac{1}{10} \quad \dots(2)$$

式中:

- c_0 —— EDTA 标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_x —— $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 消耗的标准溶液体积,单位为毫升(mL);
- $V_{\text{总}}$ ——为滴定终点时所消耗的 EDTA 标准溶液体积,单位为毫升(mL);
- ρ ——为待测溶液中 $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 的质量浓度,单位为克每升(g/L);
- 262.86 ——为 $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
- 249.68 ——为 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
- 10 ——为待测溶液的取样体积,单位为毫升(mL)。

7 平行试验

平行测定两次,取两次测定结果的平均值。如果两次结果的相对偏差超过 2%,应舍弃实验结果并重新完成两次单个实验的测定。

8 精密度

不同的样品精密度不同,且与镍离子和铜离子的含量有关。表 1 和表 2 分别是一电磁屏蔽膜所用化学镀铜溶液样品 $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 质量浓度多次试验数据的平均值、标准偏差、相对标准偏差。

表 1

次数	1	2	3	4	5
结果/(g/L)	1.017 5	1.010 2	1.023 0	1.012 8	1.014 6
平均值/(g/L)	1.015 6				
标准偏差 SD	0.004 9				
相对标准偏差 RSD	0.48%				

表 2

次数	1	2	3	4	5
$\rho(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O})/(\text{g/L})$	18.83	18.66	18.54	18.98	18.89
平均值/(g/L)	18.74				
标准偏差 SD	0.18				
相对标准偏差 RSD	0.98%				

中华人民共和国
国家标准
电磁屏蔽膜 化学镀铜溶液 镍离子和
铜离子含量测定方法

GB/T 27581—2011

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2012 年 2 月第一版 2012 年 2 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-44129 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

4.8 试剂:除另有说明外,所用试剂均为分析纯。

4.8.1 过硫酸铵溶液:质量分数为5%,当天配用。

4.8.2 纯水:GB/T 6682—2008中规定的二级水。

4.8.3 着色液:按GB/T 603中的规定进行配制,在1 000 mL纯水中,加30 g氢氧化钠溶解后,再加丁二酮肟3 g溶完混合均匀后备用。

4.8.4 $c(\text{EDTA})=0.10 \text{ mol/L}$ 的标准溶液:标准溶液按GB/T 601中的规定进行配制。

4.8.5 $\text{pH}=10$ 的 $\text{NH}_3\text{-NH}_4\text{Cl}$ 缓冲溶液:按GB/T 603中的规定进行配制。

5 试验步骤

5.1 镍离子含量测定

5.1.1 工作曲线的绘制

称量100.00 mg(称样量可以上下浮动5%) $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 样品,500.00 mg $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$,称准至于0.1 mg,置于500 mL容量瓶中,用纯水溶解,并稀释至刻度,配成质量浓度为0.200 mg/mL的溶液,作为储备液,留作备用。用吸管分别准确移取3 mL、5 mL、6 mL、8 mL、10 mL上述储备液至100 mL容量瓶,加过硫酸铵溶液10 mL、着色液20 mL,放置3 min后,加物质的量浓度为0.10 mol/L的EDTA约10 mL,用纯水稀释至刻度,得到 $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 质量浓度分别为6.00 mg/L、10.00 mg/L、12.00 mg/L、16.00 mg/L、20.00 mg/L的一系列标准溶液。在30 min内用紫外可见分光光度计,用池厚1 cm的比色皿,测定470 nm处的吸收光强度 A (其最大吸收波长 $\lambda_{\text{max}}=470 \text{ nm}$),以吸收光强度 A 为纵坐标,以相对应的浓度为横坐标作图,得一校准工作曲线。

5.1.2 样品分析

用吸管准确移取一定量(体积为 $V \text{ mL}$,使测定的吸光度 $A=0.5\sim 1.0$)的溶液至100 mL容量瓶中,按上述条件操作,加过硫酸铵溶液10 mL、着色液20 mL,放置3 min后,加物质的量浓度为0.10 mol/L的EDTA 10 mL,用纯水稀释至刻度,得到一定质量浓度(10 mg/L~20 mg/L)的待测溶液,在30 min内用日立U-3000型紫外可见分光光度计,用池厚1 cm的比色皿,测定470 nm处的吸收光强度 AX 值(其最大吸收波长 $\lambda_{\text{max}}=470 \text{ nm}$),从工作曲线上查得 AX 的对应质量浓度值 ρ 。

5.2 铜离子含量测定

用移液管准确移取10 mL待测溶液至200 mL烧杯中,加入100 mL水,加入5 mL $\text{pH}=10$ 的 $\text{NH}_3\text{-NH}_4\text{Cl}$ 缓冲溶液,以 Ag/AgCl 电极为参比电极, Cu^{2+} 选择电极为指示电极,用 $c(\text{EDTA})=0.10 \text{ mol/L}$ 标准溶液进行电位滴定,终点时的滴定体积为待测溶液中 Cu^{2+} 、 Ni^{2+} 所消耗的EDTA标准溶液体积之和。

6 结果计算

6.1 镍离子含量测定

化学镀铜溶液中 $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 的质量浓度 ρ 按式(1)计算:

$$\rho = \rho_0 \times \frac{100}{V} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V ——化学镀铜溶液样品的取样体积,单位为毫升(mL);

ρ_0 ——从工作曲线上查得的浓度值,单位为毫克每升(mg/L);

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。

本标准由全国光学功能薄膜材料标准化技术委员会(SAC/TC 431)归口。

本标准起草单位:中国乐凯胶片集团公司、乐凯胶片股份有限公司、化学工业影像材料和照相化学品质检中心。

本标准主要起草人:韩明星、李保民。