

备案号:2780—1999

HG/T 3592—1999

前 言

本标准非等效采用德国国家标准 DIN 50972 Dez:1995《电镀涂层 镀铜槽用硫酸铜要求与检验》。

本标准将电镀用硫酸铜分为二个等级,其中优等品指标等同于德国国家标准。

本标准与德国国家标准的主要技术差异如下:

根据我国实际情况分为二个等级。

德国国家标准主含量规定以 Cu 计;本标准根据国内用户的习惯以 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 计。

德国国家标准中未规定各项指标的试验方法;本标准主要参考国内有关标准方法而定。

本标准的附录 A 是提示的附录。

本标准由中华人民共和国原化学工业部技术监督司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会归口。

本标准起草单位:化工部天津化工研究设计院、湖北襄樊市电化学工业研究所、江西铜业公司贵溪冶炼厂华信金属有限责任公司。

本标准主要起草人:郭凤欣、赵成显、万银兰、姚锦娟。

本标准委托全国化学标准化技术委员会无机化工分会负责解释。

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3592—1999

电镀用硫酸铜

Copper sulfate for electroplating use

1 范围

本标准规定了电镀用硫酸铜的要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输、贮存。

本标准适用于电镀用硫酸铜。该产品主要用于电镀铜、电镀黄铜、化学镀铜。

分子式： $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量：249.68(按1995年国际相对原子质量)

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 191—1990 包装储运图示标志

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3049—1986 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法(eqv ISO 6685:1982)

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

3 要求

3.1 外观:蓝色晶体或粉末。

3.2 电镀用硫酸铜应符合表1要求。

表1 要求

项 目		指 标	
		优等品	一等品
硫酸铜(以 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 计)含量/%	$\geq$	98.0	98.0
砷(As)含量/%	$\leq$	0.000 5	0.001 0
铅(Pb)含量/%	$\leq$	0.005	0.008
钙(Ca)含量/%	$\leq$	0.000 5	—
氯化物(以 Cl 计)含量/%	$\leq$	0.002	—
铁(Fe)含量/%	$\leq$	0.005	0.05

国家石油和化学工业局 1999-04-20 批准

2000-04-01 实施

表 1 (完)

项 目	指 标	
	优等品	一等品
钴(Co)含量/% $\leq$	0.000 5	—
镍(Ni)含量/% $\leq$	0.000 5	0.05
锌(Zn)含量/% $\leq$	0.002	0.05
水不溶物含量/% $\leq$	0.005	0.05
pH 值(5%, 20℃)	3.5~4.5	

4 试验方法

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 规定制备。

安全提示:本标准所用强酸、强碱均具有腐蚀性,使用者应小心操作,避免溅到皮肤上。

4.1 硫酸铜含量的测定

4.1.1 方法提要

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。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 碘化钾;

4.1.2.2 焦磷酸钠;

4.1.2.3 乙酸溶液:4+1;

4.1.2.4 氨水溶液:1+4;

4.1.2.5 硫氰酸钾溶液:100 g/L;

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

4.1.2.7 淀粉指示液:10 g/L(使用期为 2 周)。

4.1.3 仪器、设备

4.1.3.1 玻璃砂坩埚:孔径 $5\mu\text{m}\sim 15\mu\text{m}$;

4.1.3.2 恒温干燥箱:控制温度 $105^\circ\text{C}\sim 110^\circ\text{C}$ 。

4.1.4 分析步骤

4.1.4.1 试验溶液的制备

称取 10 g 试样(精确至 0.000 2 g),溶于少量蒸馏水中,待溶解后用已于 $105^\circ\text{C}\sim 110^\circ\text{C}$ 干燥至恒重的玻璃砂坩埚过滤,以热蒸馏水洗涤滤渣至洗液无色并用氨水溶液检查无铜离子反应时为止。将滤液冷却至室温,收集于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。保留玻璃砂坩埚和滤渣用于水不溶物含量的测定。

4.1.4.2 测定

用移液管移取 50 mL 试验溶液,置于 250 mL 碘量瓶中,加 1 g 焦磷酸钠,2 g 碘化钾及 10 mL 乙酸溶液,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 2 mL 淀粉指示液,继续滴定溶液呈淡蓝色后,加入 10 mL 硫氰酸钾溶液,混匀后继续滴定至蓝色消失,即为终点。

同时作空白试验。

4.1.5 分析结果的表述

以质量分数表示的硫酸铜(以 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)计含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{c(V_1 - V_0) \times 0.2497}{m \times \frac{50}{500}} \times 100 = \frac{249.7 c(V_1 - V_0)}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中: c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_1 ——滴定试验溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——滴定空白试验溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试料的质量, g;

0.2497——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的硫酸铜(以 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 计)的质量。

4.1.6 允许差

取两次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 0.3%。

4.2 砷含量的测定

4.2.1 方法提要

在酸性溶液中,以碘化钾、氯化亚锡将高价砷还原为三价砷,三价砷与新生态氢作用生成砷化氢气体,在溴化汞试纸上形成棕黄色砷斑,与标准砷斑进行比较。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 盐酸。

4.2.2.2 乙酸。

4.2.2.3 抗坏血酸。

4.2.2.4 无砷金属锌。

4.2.2.5 碘化钾。

4.2.2.6 氯化亚锡溶液:400 g/L。

4.2.2.7 砷标准溶液:1 mL 溶液含有 0.001 mg As。

用移液管移取 1 mL 按 GB/T 602 配制的砷标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液使用前制备。

4.2.2.8 乙酸铅棉花。

4.2.2.9 溴化汞试纸。

4.2.3 仪器、设备

定砷器。

4.2.4 分析步骤

称取 (0.40 ± 0.01) g 试样,置于 100 mL 烧杯中,加 5 mL 水溶解,加 3 mL 乙酸及 2 g 碘化钾,盖上表面皿,放置 5 min 后,加 0.2 g 抗坏血酸使之溶解,作为检测液。将检测液置于定砷器中,用水稀释至约 40 mL,加 6 mL 盐酸,摇匀。加 1 g 碘化钾,滴加氯化亚锡溶液至溶液无色,摇匀,放置 10 min,加 2.5 g 无砷金属锌,立即塞上预先装有乙酸铅棉花及溴化汞试纸的测砷管。置于暗处在 $25^\circ\text{C} \sim 40^\circ\text{C}$ 放置 1 h~1.5 h,溴化汞试纸所呈棕黄色不得深于标准比色溶液所产生的色斑。

标准比色溶液的配制:用移液管移取 2 mL 砷标准溶液(优等品)或 4 mL 砷标准溶液(一等品),置于定砷器中,用水稀释至 40 mL,加 6 mL 盐酸,与试液同时同样处理。

4.3 铅含量的测定

4.3.1 方法提要

用水溶解试样,在原子吸收分光光度计上,于波长 283.3 nm 处,以空气-乙炔火焰,采用标准加入法测定。

4.3.2 试剂和材料

铅标准溶液:1 mL 溶液含有 0.1 mgPb。

4.3.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有铅空心阴极灯。

4.3.4 分析步骤

4.3.4.1 试验溶液 A 的制备

称取约 40 g 试样(精确至 0.01 g),置于烧杯中,加水溶解后,转移至 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 A,保留此溶液用于钙含量、钴含量、镍含量、锌含量的测定。

4.3.4.2 测定

用移液管移取四份试验溶液 A(4.3.4.1):优等品每份取 25 mL,一等品每份取 20 mL,分别置于四个 100 mL 容量瓶中,分别加入 0.00 mL、1.50 mL、3.00 mL、4.50 mL 铅标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

在原子吸收分光光度计上,用空气-乙炔火焰,选择最佳条件,于波长 283.3 nm 处,用水调零,测量上述溶液的吸光度。

以加入标准溶液的浓度为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,交点即为待测铅元素的浓度。

4.3.5 分析结果的表述

以质量分数表示的铅(Pb)含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times \frac{V}{500}} \times 100 = \frac{50m_1}{mV} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: m_1 ——用作图外延法得出的试验溶液中铅的质量,mg;

V ——移取试验溶液 A(4.3.4.1)的体积,mL;

m ——4.3.4.1 中试料的质量,g。

4.3.6 允许差

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%。

4.4 钙含量的测定

4.4.1 方法提要

用水溶解试样,在原子吸收分光光度计上,于波长 422.7 nm 处,以空气-乙炔火焰,采用标准加入法测定。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 氯化锶溶液:250 g/L。

配制:取 400 mL 水,加热到 70℃ 左右,加入 1 000 g 氯化锶($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)溶解后过滤。在溶液中慢慢加入 400 mL 无水乙醇,搅匀,放置抽滤,结晶用 1+1 乙醇洗一次,于 105℃~110℃ 烘干备用。称取 25 g 经过重结晶的氯化锶,加水溶解,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.4.2.2 钙标准溶液:1 mL 溶液含有 0.1 mgCa。

4.4.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有钙空心阴极灯。

4.4.4 分析步骤

用移液管移取四份 25 mL 试验溶液 A(4.3.4.1),分别置于四个 100 mL 容量瓶中,分别加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 钙标准溶液,4 mL 氯化锶溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

在原子吸收分光光度计上,用空气-乙炔火焰,选择最佳条件,于波长 422.7 nm 处,用水调零,测量上述溶液的吸光度。

以加入标准溶液的浓度为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制曲线,将曲线反向延长与横坐标相

交,交点即为待测钙元素的浓度。

4.4.5 分析结果的表述

以质量分数表示的钙(Ca)含量(X_3)按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times \frac{25}{500}} \times 100 = \frac{2m_1}{m} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: m_1 ——用作图外延法得出的试验溶液中钙的质量,mg;

m ——4.3.4.1 中试料的质量,g。

4.4.6 允许差

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 0.000 2%。

4.5 氯化物含量的测定

4.5.1 方法提要

试样用水溶解,加入硝酸银溶液,与氯化物生成氯化银沉淀,与标准比浊溶液比较浊度。

4.5.2 试剂和材料

4.5.2.1 硝酸溶液:1+2。

4.5.2.2 硝酸银溶液:17 g/L。

4.5.2.3 不含氯化物的硫酸铜溶液:100 g/L。

配制:称取约 10 g 硫酸铜,溶于适量水中,加 8 mL 硝酸溶液,5 mL 硝酸银溶液,用水稀释至 100 mL,摇匀。在暗处放置澄清后,用玻璃砂坩埚(孔径 5 μm ~15 μm)过滤,收集滤液于试剂瓶中。

4.5.2.4 氯化物标准溶液:1 mL 溶液含有 0.1 mgCl。

4.5.3 分析步骤

称取(2.5 $\pm$ 0.01) g 试样,置于 50 mL 比色管中,加入 25 mL 水溶解,必要时过滤,加 2 mL 硝酸溶液、1 mL 硝酸银溶液,用水稀释至刻度,放置 10 min 后比浊,所产生的浊度不得深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是取 0.5 mL 氯化物标准溶液、25 mL 不含氯化物的硫酸铜溶液,与试验溶液同时同样处理。

4.6 铁含量测定

4.6.1 方法提要

用氨水将铜铁分离,再用抗坏血酸将试液中的三价铁还原为二价铁,二价铁与邻菲罗啉生成橙红色络合物,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。

4.6.2 试剂和材料

按 GB/T 3049—1986 第 3 章和

4.6.2.1 氯化铵。

4.6.2.2 硝酸溶液:1+2。

4.6.2.3 洗涤液。

配制:称取 5 g 氯化铵,溶于适量水中,加 5 mL 氨水,用水稀释至 100 mL。

4.6.3 仪器、设备

按 GB/T 3049—1986 第 4 章。

4.6.4 分析步骤

4.6.4.1 标准曲线的绘制

按 GB/T 3049—1986 的 5.3 规定,使用 3 cm 的吸收池及相应的铁标准溶液,绘制标准曲线。

4.6.4.2 试验溶液的制备

称取约 5 g 试样(精确至 0.01 g),置于 250 mL 烧杯中,用 50 mL 水溶解,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.6.4.3 空白试验溶液的制备

除不加试料外,其他加入的试剂量与试验溶液的制备完全相同,并同时处理。

4.6.4.4 测定

用移液管各移取优等品 25 mL、一等品 5 mL 试验溶液和空白试验溶液,分别置于 250 mL 烧杯中,加 0.5 mL 硝酸溶液,一等品补加水至 25 mL,煮沸 2 min,冷却后,加 1.5 g 氯化铵,滴加 1+2 氨水至生成的沉淀溶解,在沸水浴上加热 30 min,用慢速定性滤纸过滤,用洗涤液洗涤沉淀至滤纸上的蓝色完全消失,再以热水洗涤 3 次。用 3 mL 1+1 盐酸溶液溶解沉淀,用水洗涤滤纸,收集滤液及洗液于 100 mL 容量瓶中,控制溶液体积小于 50 mL,用 1+2 氨水中和,以下按 GB/T 3049—1986 的 5.4 规定,从“必要时,加水至 60 mL”开始,至“测量试液和试剂空白溶液的吸光度”为止。

选用 3 cm 吸收池,按 GB/T 3049—1986 的 5.4 规定测量吸光度,根据标准曲线查出试验溶液和空白试验溶液中铁的质量。

4.6.5 分析结果的表述

以质量分数表示的铁(Fe)含量(X_4)按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{(m_1 - m_2) \times 10^{-6}}{m \times \frac{V}{250}} \times 100 = \frac{0.025(m_1 - m_2)}{mV} \dots\dots\dots(4)$$

式中: m_1 ——从标准曲线上查出试验溶液中铁的质量, μg ;

m_2 ——从标准曲线上查出空白试验溶液中铁的质量, μg ;

V ——移取试验溶液的体积, mL;

m ——试料的质量, g。

4.6.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定的绝对差值,优等品不大于 0.002%,一等品不大于 0.02%。

4.7 钴含量的测定

4.7.1 方法提要

用水溶解试样,在原子吸收分光光度计上,于波长 240.7 nm 处,以空气-乙炔火焰,采用标准加入法测定。

4.7.2 试剂和材料

钴标准溶液:1 mL 溶液含有 0.1 mgCo。

用移液管移取 10 mL 按 GB/T 602 配制的钴标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液使用前制备。

4.7.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有钴空心阴极灯。

4.7.4 分析步骤

用移液管移取四份 25 mL 试验溶液 A(4.3.4.1),分别置于四个 100 mL 容量瓶中,分别加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 钴标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

在原子吸收分光光度计上,用空气-乙炔火焰,选择最佳条件,于波长 240.7 nm 处,用水调零,测量上述溶液的吸光度。

以加入标准溶液的浓度为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,交点即为待测钴元素的浓度。

4.7.5 分析结果的表述

以质量分数表示的钴(Co)含量(X_5)按式(5)计算:

$$X_5 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times \frac{25}{500}} \times 100 = \frac{2m_1}{m} \dots\dots\dots(5)$$

式中： m_1 ——用作图外延法得出的试验溶液中钴的质量，mg；

m ——4.3.4.1 中试料的质量，g。

4.7.6 允许差

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 0.000 2%。

4.8 镍含量的测定

4.8.1 方法提要

用水溶解试样，在原子吸收分光光度计上，于波长 232.0 nm 处，以空气-乙炔火焰，采用标准加入法测定。

4.8.2 试剂和材料

镍标准溶液：1 mL 溶液含有 0.1 mg Ni。

4.8.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计：配有镍空心阴极灯。

4.8.4 分析步骤

用移液管移取四份试验溶液 A(4.3.4.1)：优等品每份取 25 mL，一等品每份取 2.5 mL，分别置于四个 100 mL 容量瓶中，分别加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 镍标准溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

在原子吸收分光光度计上，用空气-乙炔火焰，选择最佳条件，于波长 232.0 nm 处，用水调零，测量上述溶液的吸光度。

以加入标准溶液的浓度为横坐标，相应的吸光度为纵坐标，绘制曲线，将曲线反向延长与横坐标相交，交点即为待测镍元素的浓度。

4.8.5 分析结果的表述

以质量分数表示的镍(Ni)含量(X_6)按式(6)计算：

$$X_6 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times \frac{V}{500}} \times 100 = \frac{50m_1}{mV} \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中： m_1 ——用作图外延法得出的试验溶液中镍的质量，mg；

V ——移取试验溶液 A(4.3.4.1)的体积，mL；

m ——4.3.4.1 中试料的质量，g。

4.8.6 允许差

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优等品不大于 0.000 2%，一等品不大于 0.01%。

4.9 锌含量的测定

4.9.1 方法提要

用水溶解试样，在原子吸收分光光度计上，于波长 213.8 nm 处，以空气-乙炔火焰，采用标准加入法测定。

4.9.2 试剂和材料

锌标准溶液：1 mL 溶液含有 0.1 mg Zn。

4.9.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计：配有锌空心阴极灯。

4.9.4 分析步骤

用移液管移取四份试验溶液 A(4.3.4.1)：优等品每份取 25 mL，一等品每份取 1 mL，分别置于四个 100 mL 容量瓶中，分别加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL 锌标准溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

在原子吸收分光光度计上,用空气-乙炔火焰,选择最佳条件,在波长 213.8 nm 处,用水调零,测量上述溶液的吸光度。

以加入标准溶液的浓度为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,交点即为待测锌元素的浓度。

4.9.5 分析结果的表述

以质量分数表示的锌(Zn)含量(X_7)按式(7)计算:

$$X_7 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times \frac{V}{500}} \times 100 = \frac{50m_1}{mV} \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中: m_1 ——用作图外延法求出的试验溶液中锌的质量,mg;

V ——移取试验溶液 A(4.3.4.1)的体积,mL;

m ——4.3.4.1 中试料的质量,g。

4.9.6 允许差

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,优等品不大于 0.000 5%,一等品不大于 0.01%。

4.10 水不溶物含量的测定

4.10.1 仪器、设备

恒温干燥箱:控制温度 105℃~110℃。

4.10.2 分析步骤

将盛有滤渣的玻璃砂坩埚(4.1.4.1)放入 105℃~110℃ 恒温干燥箱中干燥至恒重。

4.10.3 分析结果的表述

以质量分数表示的水不溶物含量(X_8)按式(8)计算:

$$X_8 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中: m_1 ——残渣和玻璃砂坩埚的质量,g;

m_2 ——玻璃砂坩埚的质量,g;

m ——4.1.4.1 中试料的质量,g。

4.10.4 允许差

取两次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,优等品不大于 0.001%,一等品不大于 0.005%。

4.11 pH 值的测定

4.11.1 仪器和设备

酸度计:分度值为 0.02 pH 单位,配有饱和甘汞电极和玻璃电极。

4.11.2 分析步骤

称取(5±0.01) g 试样,溶解于适量水中,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用酸度计测定 pH 值。

4.11.3 允许差

取两次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 0.1 pH。

5 检验规则

5.1 本标准规定的所有项目为出厂检验项目。

5.2 每批产品不超过 10 t。

5.3 按 GB/T 6678—1986 的 6.6 规定确定采样单元数。采样时,将采样器自包装袋的上方斜插至料层深度的 3/4 处采样。将采得的样品混匀后,按四分法缩分至不少于 500 g,分装于两个清洁干燥的塑

料瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶作为实验室样品,另一瓶保存三个月备查。

5.4 电镀用硫酸铜应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证每批出厂产品都符合本标准的要求。

5.5 检验结果如有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求,则整批产品为不合格。

5.6 按 GB/T 1250—1989 的 5.2 规定的修约值比较法判定试验结果是否符合标准。

6 标志、标签

6.1 电镀用硫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、商标、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号和 GB 191 中规定的“怕湿”标志。

6.2 每批出厂的电镀用硫酸铜都应附有质量证明书。内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、等级、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

7 包装、运输、贮存

7.1 电镀用硫酸铜采用双层包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,厚度不小于 0.05 mm;外包装采用塑料编织袋。每袋净含量 25 kg, 50 kg。

7.2 电镀用硫酸铜包装,内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳人工扎口,或用与其相当的其他方式封口;外袋在距袋边不小于 30 mm 处折边,在距袋边不小于 15 mm 处用维尼龙线或其他质量相当的线缝口。缝线整齐,针距均匀。无漏缝和跳线现象。

7.3 电镀用硫酸铜在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋,受潮和日晒。

7.4 电镀用硫酸铜应贮存于阴凉干燥处,防止雨淋,受潮和日晒。

附录 A

(提示的附录)

电镀用硫酸铜赫尔槽试验方法

如果需要对电镀用硫酸铜产品电镀铜后的镀层质量进行检验时,可按照下述方法进行:

A1 试剂和材料

A1.1 硫酸铜;

A1.2 硫酸。

A2 仪器、设备

A2.1 赫尔槽:250 mL;

A2.2 电镀试验电源:单相半波 10 A/12 V;

A2.3 铜板:(1~2) mm×70 mm×100 mm 除油除锈,表面光洁平整;

A2.4 纯铜板:(1~2) mm×70 mm×63 mm 除油除锈,表面光洁平整;

A2.5 恒温水浴。

A3 试验条件

温度:(25±2)℃;

A4 分析步骤

A4.1 电镀试验溶液的配制

称取 62.5 g 硫酸铜试样(精确至 0.01 g),溶解于水中,再向该溶液中加入 12.5 g 硫酸,然后加水至 500 mL。

A4.2 测定

取 250 mL 电镀试验溶液置于赫尔槽中,槽放于恒温水浴中,控制温度为(25±2)℃,用铜板作阴极,纯铜板作阳极,开始电镀,电流为 2 A,时间为 2 min,到时间后关闭电源,取出阴极板,用纯水洗净,干燥,测量不良镀层的宽度(即良好镀层最大电流密度点距近阳极边缘的距离),取镀层高度的二分之一处。

A4.3 计算公式

电流密度 D_k 按下式计算:

$$D_k = I(5.10 - 5.24 \lg L)$$

式中: D_k ——赫尔槽试验中阴极板上良好镀层区最大电流密度, A/dm²; I ——试验中电流表指示的电流强度, A; L ——赫尔槽试验中阴极板近阳极端的边缘距良好镀层边缘的距离, cm。

A4.4 判断依据

当 $D_k \geq 6$ A/dm² 时赫尔槽试验合格。