

ICS 71.060.20; 71.060.40; 71.060.50

G 11; G 12; G 13

备案号: 65282~65285—2018

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5352~5355—2018

---

### 水化氯铝酸钙、工业氨水、 工业活性氧化铜和工业四氯化锆 (2018)

2018-10-22 发布

2019-04-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 目 录

HG/T 5352—2018	水化氯铝酸钙 .....	( 1 )
HG/T 5353—2018	工业氨水 .....	(13)
HG/T 5354—2018	工业活性氧化铜 .....	(21)
HG/T 5355—2018	工业四氯化锆 .....	(35)

ICS 71.060.20  
G 13  
备案号: 65284—2018

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5354—2018

---

### 工业活性氧化铜

Active copper oxide for industrial use

2018-10-22 发布

2019-04-01 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无机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC1）归口。

本标准起草单位：泰兴冶炼厂有限公司、广东光华科技股份有限公司、深圳市深投环保科技有限公司、江西核工业兴中新材料有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司。

本标准主要起草人：徐金章、周一朗、戚健剑、刘后传、许彬、黄新梅、温炎桑、叶为辉、郭永欣、范国强。



# 工业活性氧化铜

## 1 范围

本标准规定了工业活性氧化铜（又名电镀用氧化铜粉、PCB 用氧化铜粉）的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于工业活性氧化铜。该产品主要用于线路板电镀用作连续添加铜源、半导体材料、催化剂和催化剂载体以及电极活性材料、玻璃和瓷器的着色剂、磨光剂、脱硫剂，还可用于制造人造宝石及其他铜氧化物。

## 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 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682 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 9723—2007 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则

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 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 分子式和相对分子质量

分子式：CuO

相对分子质量：79.55（按 2016 年国际相对原子质量）

## 4 要求

4.1 外观：黑色粉末。

4.2 工业活性氧化铜按本标准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
氧化铜 (CuO) $w/\%$	$\geq 99.0$
盐酸不溶物 $w/\%$	$\leq 0.003$
氯化物 (Cl) $w/\%$	$\leq 0.0015$
干燥减量 $w/\%$	$\leq 0.4$
铅 (Pb) $w/\%$	$\leq 0.0005$
钠 (Na) $w/\%$	$\leq 0.0030$
镁 (Mg) $w/\%$	$\leq 0.0010$
锰 (Mn) $w/\%$	$\leq 0.0005$
铁 (Fe) $w/\%$	$\leq 0.0010$
镍 (Ni) $w/\%$	$\leq 0.0010$
锌 (Zn) $w/\%$	$\leq 0.0010$
钙 (Ca) $w/\%$	$\leq 0.0010$
溶解速度/s	$\leq 30$

## 5 试验方法

### 5.1 警示

本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性，操作时须小心谨慎！如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。

### 5.2 一般规定

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、制剂和制品，在没有注明其他要求时，均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

### 5.3 外观判别

在自然光下用目视法判定外观。

### 5.4 氧化铜含量的测定

#### 5.4.1 原理

试样溶于磷酸后，加入适量的碘化钾与 2 价铜作用，析出等量碘。以淀粉为指示剂，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定析出的碘。按消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积计算试样中氧化铜含量。

#### 5.4.2 试剂或材料

##### 5.4.2.1 磷酸。

##### 5.4.2.2 碘化钾。

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

5.4.2.4 淀粉指示液：10 g/L。

#### 5.4.3 试验步骤

称取约 0.2 g 试样（精确至 0.000 2 g），置于碘量瓶中，加入少量水润湿，加入 5 mL 磷酸、15 mL 水，加热至试样完全溶解。冷却，加入 80 mL 水，加入 2 g 碘化钾，盖上瓶盖，摇匀，于暗处放置 10 min。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液变为淡黄色，加入 3 mL 淀粉指示液，继续滴定至溶液蓝色消失，且保持 30 s 不变即为终点。

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

#### 5.4.4 试验数据处理

氧化铜含量以氧化铜（CuO）质量分数  $w_1$  计，按公式（1）计算：

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

式中：

$V$ ——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的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

$M$ ——氧化铜（CuO）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=79.55$ ）；

$m$ ——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 %。

### 5.5 盐酸不溶物含量的测定

#### 5.5.1 试剂或材料

盐酸溶液：1+1。

#### 5.5.2 仪器设备

5.5.2.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径为 5  $\mu\text{m}$ ~15  $\mu\text{m}$ 。

5.5.2.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在 105  $^{\circ}\text{C}$ ~110  $^{\circ}\text{C}$ 。

#### 5.5.3 试验步骤

称取 100 g 试样（精确至 0.01 g），置于 1 000 mL 烧杯中，加入 600 mL 盐酸溶液，加热沸腾 5 min。用于 105  $^{\circ}\text{C}$ ~110  $^{\circ}\text{C}$  下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤，用水洗至中性。将玻璃砂坩埚及盐酸不溶物在 105  $^{\circ}\text{C}$ ~110  $^{\circ}\text{C}$  的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

#### 5.5.4 试验数据处理

盐酸不溶物含量以质量分数  $w_2$  计，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$m_1$ ——玻璃砂坩埚及盐酸不溶物干燥后的质量的数值，单位为克（g）；

$m_2$ ——玻璃砂坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

$m$ ——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 0.000 5 %。

## 5.6 氯化物含量的测定

### 5.6.1 原理

在硝酸介质中，氯离子与银离子生成难溶的氯化银。当氯离子含量较低时，在一定时间内氯化银呈悬浮体，使溶液混浊，用目视比浊法测定。

### 5.6.2 试剂或材料

5.6.2.1 硝酸溶液：1+1。

5.6.2.2 硝酸银溶液：17 g/L。

5.6.2.3 氯化物标准溶液：1 mL 溶液含氯（Cl）0.010 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氯化物标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

5.6.2.4 不含氯化物的铜溶液。

称取 10.0 g±0.1 g 试样，置于 150 mL 烧杯中，加入 40 mL 硝酸溶液至试样溶解，加入 5 mL 硝酸银溶液，转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，放置 12 h~18 h，用玻璃砂坩埚（孔径 5 μm~15 μm）过滤，收集滤液于试剂瓶中。

### 5.6.3 试验步骤

#### 5.6.3.1 试验溶液 A 的制备

称取 10.0 g±0.1 g 试样，置于 150 mL 烧杯中，加入 40 mL 硝酸溶液至试样溶解，转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液为试验溶液 A。

#### 5.6.3.2 试验

用移液管移取 10 mL 试验溶液 A，置于 50 mL 比色管中，加入 2 mL 硝酸溶液，加水至约 25 mL，加入 0.5 mL 硝酸银溶液，摇匀，放置 10 min 后比浊。试验溶液所呈浊度不应大于标准比浊溶液所呈浊度。

标准比浊溶液是用移液管移取 10 mL 不含氯化物的铜溶液和 1.50 mL 氯化物标准溶液，与试验溶液同时同样处理。

## 5.7 干燥减量的测定

### 5.7.1 原理

试样于 105℃~110℃ 的规定温度下加热至恒定质量。根据干燥前后质量差计算出干燥减量。

### 5.7.2 仪器设备

5.7.2.1 扁形称量瓶。

5.7.2.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在 105℃～110℃。

### 5.7.3 试验步骤

使用已预先于 105℃～110℃ 下干燥至质量恒定的扁形称量瓶称取约 5 g 试样（精确至 0.000 2 g），置于 105℃～110℃ 的电热恒温干燥箱内干燥 4 h，于干燥器内冷却至室温，称量。

### 5.7.4 试验数据处理

干燥减量以质量分数  $w_3$  计，按公式（3）计算：

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

式中：

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

$m_1$ ——试料干燥后的质量的数值，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 0.05 %。

## 5.8 铅、钠含量的测定

### 5.8.1 原理

试样用硝酸溶解。采用火焰原子吸收方法，于推荐的相应吸收波长、乙炔-空气火焰条件下测定。

### 5.8.2 试剂或材料

#### 5.8.2.1 硝酸。

#### 5.8.2.2 铅标准溶液：1 mL 溶液含铅（Pb）0.01 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅标准溶液，置于 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

#### 5.8.2.3 钠标准溶液：1 mL 溶液含钠（Na）0.01 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钠标准溶液，置于 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

#### 5.8.2.4 二级水：符合 GB/T 6682 的规定。

### 5.8.3 仪器设备

火焰原子吸收分光光度计：配有相应元素空心阴极灯。

### 5.8.4 仪器条件

各元素测定条件见表 2。

表 2 推荐的各元素测定条件

元素	铅	钠
波长/nm	283.3	589.0
火焰	乙炔-空气	乙炔-空气

### 5.8.5 试验步骤

#### 5.8.5.1 试验溶液 B 的制备

称取约 25 g 试样（精确至 0.001 g），置于 250 mL 烧杯中，加入 30 mL 二级水、50 mL 硝酸，加热溶解并煮沸，冷却至室温，转移至 250 mL 容量瓶中，稀释至刻度。此溶液为试验溶液 B，供杂质测定用。同时配制空白试验溶液。

#### 5.8.5.2 试验

移取 4 份等量（最大不超过 50 mL）试验溶液 B 于 100 mL 容量瓶中，按 GB/T 9723—2007 中 7.2.2 的规定测定。同时进行空白试验。

注：各元素的测定可以每次称样中单独测定，也可同时加入各标准溶液同时测定。

#### 5.8.6 试验数据处理

铅或钠含量以质量分数  $w_4$  计，按公式（4）计算：

$$w_4 = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times 100 \times 10^{-6}}{m \times (V/250)} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$\rho_1$ ——仪器给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（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$\rho_0$ ——仪器给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）；

$V$ ——移取试验溶液 B 的体积的数值，单位为毫升（mL）。

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相对差值不大于 20 %。

### 5.9 镁、锰、铁、镍、锌、钙含量的测定——电感耦合等离子体原子发射光谱法

#### 5.9.1 方法提要

试样加盐酸溶解后，采用内标法或标准加入法操作，在电感耦合等离子体原子发射光谱仪各元素相应的波长处测量其光谱强度，计算各元素含量。

#### 5.9.2 试剂

5.9.2.1 盐酸：优级纯。

5.9.2.2 氩气：纯度应大于 99.9 %。

5.9.2.3 钇标准贮备溶液：1 mL 溶液含钇（Y）1 mg。

准确称取 0.127 0 g  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ，溶于少量盐酸中，用稀盐酸（1+99）定容至 100 mL。

5.9.2.4 钇标准溶液：1 mL 溶液含钇（Y）1  $\mu\text{g}$ 。

用移液管移取 1 mL 钇标准贮备溶液，置于 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5.9.2.5 混合标准贮备溶液：1 mL 溶液含镁、锰、铁、镍、锌、钙各 0.10 mg。

用移液管各移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的镁、锰、铁、镍、锌、钙标准溶液，置于同一 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5.9.2.6 混合标准溶液：1 mL 溶液含镁、锰、铁、镍、锌、钙各 0.01 mg。

用移液管移取混合标准贮备溶液 10.0 mL，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5.9.2.7 二级水：符合 GB/T 6682 的规定。

### 5.9.3 仪器、设备

电感耦合等离子体原子发射光谱仪（ICP-OES）。

### 5.9.4 内标法试验步骤

#### 5.9.4.1 试验溶液的制备

移取 5 mL~30 mL 试验溶液 B 于 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 钇标准溶液，用二级水稀释至刻度，摇匀。

同时同样做空白试验。空白试验溶液除不加试样外，其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

注：对水平炬管 ICP-OES 样品量推荐为 0.5 g/100 mL~1 g/100 mL，对垂直炬管 ICP-OES 样品量推荐增加到 2 g/100 mL。

#### 5.9.4.2 标准曲线的绘制

分别用移液管移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL 混合标准溶液，置于 5 个 100 mL 容量瓶中，分别加入 2 mL 钇标准溶液、5 mL 盐酸，用二级水稀释至刻度，摇匀。

从待测元素每个标准溶液的光谱强度中减去空白试验溶液的光谱强度，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。

#### 5.9.4.3 试验

在仪器最佳的测定条件下，按表 3 推荐的待测元素测定波长，钇内标的推荐校正谱线为 242.219 nm，利用标准曲线法测定溶液中各待测元素的光谱强度。计算机根据所输入的相关数据，自动计算出各元素的浓度。同时进行空白试验。

表 3 推荐的待测元素测定波长

杂质元素	镁	锰	铁	镍	锌	钙
测定波长/nm	279.553	257.610	238.204	231.604	206.200	393.366

### 5.9.5 标准加入法试验步骤

移取 4 份等量（最大不超过 20 mL）试验溶液 B 于各 100 mL 容量瓶中，按 GB/T 23942—2009 中 7.3.3 的规定测定。同时进行空白试验。

注：各元素的测定可以每次称样单独测定，也可同时加入各标准溶液同时测定。

### 5.9.6 试验数据处理

金属元素含量以质量分数  $w_5$  计，按公式（5）计算：

$$w_5 = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times 100 \times 10^{-6}}{m \times (V/250)} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

$\rho_1$ ——仪器给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（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$\rho_0$ ——仪器给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）；

$V$ ——移取试验溶液 B 的体积的数值，单位为毫升（mL）。

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相对差值不大于 20 %。

## 5.10 溶解速度的测定

### 5.10.1 试剂或材料

硫酸溶液：7+93。

930 mL 水中加入 70 mL 硫酸，搅拌均匀。

### 5.10.2 仪器设备

5.10.2.1 磁力搅拌器：最大转速不低于 1 000 r/min。

5.10.2.2 秒表。

### 5.10.3 试验步骤

在 250 mL 烧杯中加入 100 mL 硫酸溶液（温度  $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ）。将烧杯置于磁力搅拌器上，放入搅拌子，调整转速为 800 r/min~1 000 r/min。称取  $5.0\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$  试样，加入到烧杯中，立即用秒表计时，直至观察到样品全部溶解，停止计时。记录的全溶时间即为样品的溶解速度。

注：该项目可以根据需要协商改变溶解介质替代硫酸溶液。

## 6 检验规则

6.1 本标准要求中规定的所有项目均为出厂检验项目，应逐批进行检验。

6.2 生产企业用相同材料，基本相同的生产条件，连续生产或同一班组生产的工业活性氧化铜为一批。每批产品不超过 10 t。

6.3 按照 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。每一包装为一包装单元。采样时，用采样器插入 10 cm 深处采样。从每个选取的包装单元中取出不少于 50 g 的样品，将所采的样品混匀后按四分法缩分至约 500 g，立即装入两个清洁、干燥、带磨口塞的棕色广口瓶中，密封。瓶上粘贴标签，注明生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶作为实验室样品；另一瓶保存备查，保存时间由生产厂根据实际需要确定。

6.4 检验结果如有指标不符合本标准的要求，应重新自两倍量的采样单元数的包装中采样复验，复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时，则整批产品为不合格品。

6.5 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合本标准。

## 7 标志、标签

7.1 工业活性氧化铜包装上应有牢固、清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、净含量、批号（或生产日期）、本标准编号以及 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”标志。

7.2 每批出厂的工业活性氧化铜都应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、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。



## 8 包装、运输、贮存

8.1 工业活性氧化铜产品包装采用纸塑复合包装，包装时将袋内空气排净后，扎带封好内包装，外包装用缝包机缝好。每件净含量为 25 kg，或根据用户要求确定。

8.2 工业活性氧化铜运输过程中应有遮盖物，防止受潮和雨淋。

8.3 工业活性氧化铜应储存于阴凉、干燥的库房。防止受潮和雨淋。

---

中华人民共和国  
化工行业标准  
水化氯铝酸钙、工业氨水、  
工业活性氧化铜和工业四氯化锆  
(2018)

HG/T 5352~5355—2018

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张3¼ 字数75.6千字

2019年3月北京第1版第1次印刷

书号：155025·2516

---

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

---

定价：50.00元

版权所有 违者必究

打印日期：2019年5月13日

