

Ics 73.080
CCS D 50

T/ ACCEM

团 体 标 准

T/ACCEM XXXX-202X

导电浆料中铜含量的检测方法

Method for Detecting Copper Content in Conductive Paste

2024-XX-XX 发布

2024-XX-XX 实施

中国商业企业管理协会 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。

本文件由苏州星翰新材料科技有限公司提出。

本文件由中国商业企业管理协会归口。

本文件起草单位：苏州星翰新材料科技有限公司、苏州迈为科技股份有限公司、安徽华晟新能源科技股份有限公司。

本文件主要起草人：刘成、徐海湾、孙光辉、韩莉锋、张寒露、李强、辛科、陈梦滢、张鑫、陈志。

导电浆料中铜含量的检测方法

1 范围

本文件描述了酸溶-EDTA滴定法测定导电浆料中铜含量的检测方法。

本文件适用于导电浆料中铜含量的测定，特别是电子元器件用导电浆料、光伏用低温银铜浆料中的铜含量测定，测定范围（铜质量分数）：40.0%~95.0%。

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 6682 分析实验室用水规格试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

浆料用硝酸溶解，在氨性溶液条件下，以PAN（1-（2吡啶偶氮）-2-萘酚）做指示剂，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定铜离子，计算铜含量。

5 试剂与材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯以上试剂和满足GB/T 6682规定的二级水。

5.1 盐酸溶液（浓盐酸与水质量比 1:1 的溶液）。

5.2 浓硝酸。

5.3 双氧水（30 wt%）。

5.4 乙酸铵溶液（500 g/L）。

5.5 二甲酚橙：固体。

5.6 氯化铵缓冲液：称取 54 g 氯化铵固体溶于水，搅拌溶解至无色透明，再加入 350 mL 氨水，移至 1000 mL 容量瓶中，混匀，用水定容至刻度。

5.7 锌标准溶液（0.0500 mol/L）：称取 3.2690 g 锌（ $\omega_{Zn} \geq 99.99\%$ ）溶于 40 mL 盐酸（5.1），溶解完全后，冷却，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.8 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液（0.05 mol/L）。

5.8.1 配制：称取18.6124g 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）溶于水，用水稀释至1000 mL容量瓶中，摇匀。

- 5.8.2 标定：移取20.00 mL锌标准溶液（5.7）于250 mL锥形瓶中，加入50 mL水，加入10 mL乙酸铵溶液（5.4），加入少许二甲酚橙（5.5），用EDTA标准滴定溶液滴定至溶液由红色转变为黄色，即为终点。
- 5.8.3 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液浓度计算：

$$C_{EDTA} = \frac{0.0500 \times 20}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

C_{EDTA} ——乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

0.0500——锌标准溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

20——移取的锌标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V ——消耗的乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）。

6 样品

用分析天平称取1.0 g（±0.0001g）浆料样品至坩埚中，记为m；放入马弗炉中，在 530-600℃条件下烘烤 1个小时，然后取出置于盛有变色硅胶的干燥器中。

7 分析步骤

7.1 试料

将得到的去除有机后的样品（6）研磨成细粉，然后加入 0.5-1 mL 浓硝酸（5.2），50℃加热并搅拌使金属粉末溶解 30 min，加入 0.5-1 mL 双氧水（5.3），先搅拌溶解剩余的金属残渣，再加热直至完全溶解，用滤纸过滤出杂质，保留滤液待分析。

7.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

7.3 空白试验

随同试料（7.1）做空白试验。

7.4 测定

- 7.4.1 取浆料（7.1）前处理后的滤液，转移至 100 mL 溶液瓶中，用去离子水冲洗滤液 2-3 次后，冲洗液都转移至溶液瓶中，摇匀，加去离子水定容至刻度线；
- 7.4.2 移液管准确量取 10 mL 待测样品至 250 mL 锥形瓶中，滴入 5-8 滴 PAN 指示剂摇晃均匀，再加入 20 mL 氯化铵氨水缓冲液，摇晃均匀；
- 7.4.4 立即用乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液（5.8）滴定至溶液由深蓝色变为绿色，停止滴定，摇晃 30s 不变回原色即为滴定终点。记录消耗的乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液的体积，记为 V。

8 分析结果的计算

铜含量以质量分数 ω 计，按式（2）计算：

ω = (C×V×63.546×10)/(m×1000)×100% (2)

式中：
C——乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；
V——消耗的乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；
63.546——铜的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；
m——试料的质量，单位为克（g）。
计算结果保留至小数点后第二位，数值修约按照 GB/T 8170 的规定进行。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（r），超过重复性限（r）的情况下不超过5%，重复性限（r）按表1数据采用线性内插法求得。

表1

质量分数/%	40.0	52.0	68.0	70.0	85.0	95.0
重复性限 r/%	1.3	1.4	1.5	1.6	1.7	1.8

9.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（R），超过再现性限（R）的情况下不超过5%，再现性限（R）按表2数据采用线性内插法求得。

表2

质量分数/%	40.0	52.0	68.0	70.0	85.0	95.0
再现性限 R/%	1.4	1.5	1.6	1.7	1.8	1.9

10 试验报告

- 试验报告应包含以下内容：
- a) 识别样品、实验室和分析日期等；
 - b) 引用标准；
 - c) 遵守本标准规定的程度；
 - d) 分析结果及其表示；
 - e) 观察到的异常现象；
 - f) 本文件未规定的操作或任何可能影响结果的操作。