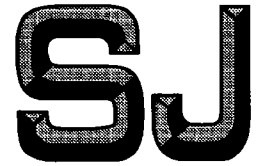


ICS 31.030

L 90

备案号: 52012-2015



中华人民共和国电子行业标准

SJ/T 11011—2015

代替 SJ/T 11011~11017—1996、SJ/T 11019—1996

电子器件用纯银钎料中杂质含量 铅、铋、 锌、镉、铁、镁、铝、锡、锑、磷的 ICP-AES 测试方法

Test method for lead, bismuth, zinc, cadmium, iron, magnesium, aluminium, tin, antimony and phosphorus in pure silver brazing for electron device by ICP-AES

2015 - 10 - 10 发布

2016 - 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给出的规则编写。

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这些专利的责任。

本标准是对SJ/T 11011—1996《电子器件用纯银钎焊料的分析方法 双硫脲分光光度法测定铅》、SJ/T 11012—1996《电子器件用纯银钎焊料的分析方法 原子吸收分光光度法测定镁和锌》、SJ/T 11013—1996《电子器件用纯银钎焊料的分析方法 原子吸收分光光度法测定镉》、SJ/T 11014—1996《电子器件用纯银钎焊料的分析方法 孔雀绿分光光度法测定铋》、SJ/T 11015—1996《电子器件用纯银钎焊料的分析方法 邻菲罗啉分光光度法测定铁》、SJ/T 11016—1996《电子器件用纯银钎焊料的分析方法 马钱子碱—碘化钾分光光度法测定铋》、SJ/T 11017—1996《电子器件用纯银钎焊料的分析方法 磷钼蓝分光光度法测定磷》、SJ/T 11019—1996《电子器件用纯银钎焊料的分析方法 铅、铋、锌、镉、铁、镁、铝、锡及铈的化学光谱测定》八个标准的合并修订。

本标准与原标准相比，主要有下列变化：

- 将 SJ/T 11011~11017—1996 和 SJ/T 11019—1996 八个标准合并为一个标准；
- 采用 ICP-AES 仪器分析法代替化学分析法，测量精度和测量速度得到大幅提升；
- 删除“允许差”章节，增加了“精密度”章节。

本标准由全国印制电路标准化技术委员会（SAC/TC47）归口。

本标准起草单位：信息产业专用材料质量监督检验中心、中国电科第四十六研究所、工业和信息化部电子工业标准化研究院。

本标准主要起草人：王奕、褚连青、张理、何秀坤。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- SJ/T 11011~11017—1996。
- SJ/T 11019—1996。

本次修订为第一次修订。

电子器件用纯银钎料中杂质含量 铅、铋、锌、镉、铁、镁、铝、锡、锑、磷的 ICP-AES 测试方法

1 范围

本标准规定了采用ICP-AES测定电子器件用纯银钎料中铅、铋、锌、镉、铁、镁、铝、锡、锑和磷的测试方法。

本标准适用于电子器件用纯银钎料中铅、铋、锌、镉、铁、镁、铝、锡、锑和磷的测定。测试范围(质量分数)铅、铋、锌、镉、铁、镁、铝、锡、锑为0.000 5%~0.010%,磷为0.000 5%~0.003%。

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 602 化学试剂标准滴定溶液的制备

GB/T 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 23942 化学试剂 电感耦合等离子体原子发射光谱法通则

3 术语和定义

GB/T 23942界定的术语和定义适用于本文件。

4 方法原理

试样用硝酸分解,在氨性溶液中,以氢氧化镧富集铅、铋和铁与银分离。在硝酸介质中,使用ICP-AES,同时测定铅、铋和铁的质量浓度。

试样用硫酸分解,用盐酸沉淀分离基体银。在硝酸介质中,使用ICP-AES,同时测定锌、镉、镁、铝、锡、锑和磷质量浓度。

5 试剂及材料

- 5.1 水(电阻率 $\geq 18\text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$);
- 5.2 氨水($\rho 0.91\text{ g/cm}^3$,优级纯);
- 5.3 氨水(2+98);
- 5.4 硝酸($\rho 1.42\text{ g/cm}^3$,优级纯);
- 5.5 盐酸($\rho 1.19\text{ g/cm}^3$,优级纯);
- 5.6 硝酸(1+1);
- 5.7 硝酸(1+4);
- 5.8 硝酸镧溶液(25.0 g/L);

- 5.9 盐酸(1+1);
- 5.10 盐酸(2+98);
- 5.11 硝酸铅(基准试剂);
- 5.12 硝酸铋[Bi(NO₃)₃ · 5H₂O] (基准试剂);
- 5.13 硫酸铁铵[NH₄Fe(SO₄)₂ · 12H₂O] (基准试剂);
- 5.14 氧化锌(基准试剂, 于 800 °C ± 50 °C 灼烧至恒重);
- 5.15 氯化镉[CdCl₂ · 5/2H₂O] (基准试剂);
- 5.16 氧化镁(基准试剂, 于 800 °C ± 50 °C 灼烧至恒重);
- 5.17 硫酸铝钾[KAl(SO₄)₂ · 12H₂O] (基准试剂);
- 5.18 纯锡(≥99.95 %);
- 5.19 酒石酸锑钾[C₄H₄KO₇Sb · 1/2H₂O] (基准试剂);
- 5.20 磷酸二氢钾(基准试剂);
- 5.21 铅、铋、铁混合标准溶液: 称取 0.160 0 g 硝酸铅(5.11), 0.232 0 g 硝酸铋(5.12)和 0.864 0 g 硫酸铁铵(5.13), 用 10 mL 硝酸(5.6)溶解, 移入 100.0 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铅、100 μg 铋和 100 μg 铁。
- 5.22 锌、镉、镁、铝、锡、锑混合标准溶液: 称取 0.125 0 g 氧化锌(5.14), 0.203 0 g 氯化镉(5.15), 0.166 0 g 氧化镁(5.16), 1.759 0 g 硫酸铝钾(5.17), 0.100 0 g 锡(5.18)和 0.274 0 g 酒石酸锑钾(5.19), 用 50 mL 盐酸(5.9)溶解, 移入 1000 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 锌、100 μg 镉、100 μg 镁、100 μg 铝、100 μg 锡和 100 μg 锑。
- 5.23 磷标准溶液: 准确称取 0.439 4 g 磷酸二氢钾(5.20), 用 20 mL 盐酸溶液(5.9)溶解, 移入 100.0 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 磷。
- 5.24 氩气(体积分数≥99.99 %)

6 仪器和器皿

6.1 分析天平

感量: 0.1 mg。

6.2 电感耦合等离子原子发射光谱仪

分光室具有抽真空或者驱气功能; 200 nm处光谱分辨率应小于0.01 nm。

7 分析步骤

7.1 试样的称取

按表1称取试样, 精确到0.000 1 g。

表 1 不同含量试样条件表

含量 %	试样量 g	硝酸量 mL	盐酸量 mL
0.000 5~0.001 5	10.000	20	25
>0.001 5~0.003 5	5.000	10	12.5
>0.003 5~0.010	2.000	5	5

7.2 空白试验

随同试样做空白试验。

7.3 试样的溶解

将试样(7.1)置于100 mL烧杯中,按表1加入硝酸(5.6),盖上表面皿,低温加热溶解并蒸发至表面出现结晶时取下。

7.4 测定铅、铋、铁的试样溶液

7.4.1 洗涤表面皿及杯壁,调整试液体积约为50 mL,加入5 mL硝酸镉溶液(5.8),用氨水(5.2)中和至试液出现白色沉淀时再过量5 mL,混匀。静置5 min。

7.4.2 用慢速定量滤纸过滤,用氨水(5.3)将沉淀移入漏斗中,并分别洗涤烧杯及滤纸各三次。

7.4.3 用5 mL热硝酸(5.7),分两次将沉淀溶解于原烧杯中,用热水洗涤3次~4次。将试液移入25 mL容量瓶中,稀释到刻度,混匀。该试液用于铅、铋、铁的测定。

7.5 测定锌、镉、镁、铝、锡、锑和磷的试样溶液

7.5.1 洗涤表面皿及杯壁,调整试液体积约为20 mL,按表1加入盐酸(5.9),搅拌,加热煮沸使沉淀凝聚,低温加热保持30 min,使溶液透明,冷却至室温。

7.5.2 洗涤表面皿,捣碎沉淀,用慢速定量滤纸过滤,用热盐酸(5.10)洗涤杯壁及沉淀6次~7次。

7.5.3 将滤液加热浓缩至近干,取下冷却。沿烧杯壁滴加2.5 mL盐酸(5.9),温热溶解盐类。将试液移入25 mL容量瓶中,稀释到刻度,混匀。该试液用于锌、镉、镁、铝、锡、锑和磷的测定。

7.6 工作曲线溶液的配制

7.6.1 铅、铋、铁混合工作曲线溶液的配制

分别移取0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL和10.00 mL混合标准溶液(5.21.1)至100 mL容量瓶中,加入20 mL硝酸(5.7),用水稀释到刻度,混匀。

7.6.2 锌、镉、镁、铝、锡、锑混合工作曲线溶液的配制

分别移取0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL和10.00 mL混合标准溶液(5.21.2)至100 mL容量瓶中,加入10 mL盐酸(5.8),用水稀释到刻度,混匀。

7.6.3 磷工作曲线溶液的配制

分别移取0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL和10.00 mL磷标准溶液(5.21.3),至100 mL容量瓶中,加入10 mL盐酸(5.8),用水稀释到刻度,混匀。

7.7 测定

7.7.1 仪器测定建议采用以下条件,见表2。测定锡和磷元素时,光室抽真空或者通氩气吹扫3h以上。

表2 ICP-AES 测定条件

项目	功率 kW	等离子气流量 L/min	辅助气流量 L/min	泵速 r/min	积分时间 s
测定条件	1.2	15.0	1.50	15	3~5

7.7.2 仪器分析线，见表3。

表3 各元素分析线(推荐)

元素	波长 nm
Pb	220.353
Bi	223.061
Zn	213.857
Cd	214.439
Fe	238.204
Mg	279.553
Al	396.152
Sn	189.925
Sb	217.582
P	178.222

7.7.3 使用 ICP-AES，在各元素选定的波长处，测定工作曲线(7.6.1)的光谱强度，当工作曲线线性 $r \geq 0.999$ 时，进行试样溶液(7.4)的测定；测定工作曲线(7.6.2)及(7.6.3)的光谱强度，当工作曲线线性 $r \geq 0.999$ 时，进行试样溶液(7.5)的测定。检查各测定元素谱线处于正常状态，由计算机自动给出各测定元素的质量浓度。随同测定空白溶液。

7.7.4 独立测定两次，取其平均值。

8 结果计算

按式(1)计算测定元素的质量分数 $\omega(X)$ ，数值以%表示：

$$\omega(X) = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \cdot V \cdot 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

ρ_0 —— 空白溶液的质量浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

ρ_1 —— 试样溶液的质量浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

V —— 试样总体积， mL ；

m —— 试样的质量， g 。

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，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) 的情况不超过5%，重复性限 (r) 按表4数据采用线性内插法求得。

表4 重复性限

元素	含量(质量分数) %	重复性限 r %
Pb	0.001 0	0.000 3
	0.002 5	0.000 4
	0.008 0	0.000 8
Bi	0.001 0	0.000 2
	0.003 0	0.000 6
	0.009 0	0.000 8
Zn	0.001 0	0.000 3
	0.003 0	0.000 4
	0.008 0	0.000 7
Cd	0.001 0	0.000 2
	0.003 0	0.000 5
	0.009 0	0.000 8
Fe	0.001 0	0.000 3
	0.002 5	0.000 4
	0.008 0	0.000 6
Mg	0.001 0	0.000 2
	0.003 0	0.000 4
	0.009 0	0.000 7
Al	0.001 0	0.000 3
	0.003 0	0.000 4
	0.008 0	0.000 6
Sn	0.001 0	0.000 3
	0.003 0	0.000 5
	0.008 0	0.000 8
P	0.001 0	0.000 3
	0.002 5	0.000 5
Sb	0.001 0	0.000 2
	0.003 0	0.000 6
	0.009 0	0.000 7

注：重复性限 (r) 为 $2.80S_r$, S_r 为重复性标准偏差。

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, 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) 的情况不超过5%, 再现性限 (R) 按表5数据采用线性内插法求得。

表 5 再现性限

元素	含量 (质量分数) %	再现性限 R %
Pb	0.001 0	0.000 5
	0.002 5	0.000 6
	0.008 0	0.001 0
Bi	0.001 0	0.000 4
	0.003 0	0.000 8
	0.009 0	0.001 0
Zn	0.001 0	0.000 5
	0.003 0	0.000 6
	0.008 0	0.001 0
Cd	0.001 0	0.000 4
	0.003 0	0.000 6
	0.009 0	0.001 0
Fe	0.001 0	0.000 5
	0.002 5	0.000 6
	0.008 0	0.000 8
Mg	0.001 0	0.000 4
	0.003 0	0.000 6
	0.009 0	0.000 9
Al	0.001 0	0.000 4
	0.003 0	0.000 6
	0.008 0	0.000 8
Sn	0.001 0	0.000 4
	0.003 0	0.000 6
	0.008 0	0.001 0
P	0.001 0	0.000 4
	0.002 5	0.000 8
Sb	0.001 0	0.000 3
	0.003 0	0.000 8
	0.009 0	0.001 0

注：再现性限 (R) 为 $2.80S_R$, S_R 为再现性限标准偏差。

10 报告

报告应包括如下内容：

- a) 报告日期；
- b) 编制、审核、批准人员签字；
- c) 测试结果；
- d) 测量仪器名称及型号。

附 录 A
(资料性附录)
待测元素分析谱线波长表

A.1 f 因子计算公式电感耦合等离子原子发射光谱部分元素对应的谱线波长见表A.1。

表 A.1

元素	波长 nm
Al	226.910,226.922,237.312,237.335,257.510,308.215,309.271,309.284,394.401,396.152
Bi	190.241,195.389,206.170,213.363,222.825,223.061,227.658,289.798,298.903,306.772
Cd	214.438,226.502,228.802,231.284,326.106,346.620,361.051,479.992
Fe	234.349,238.204,239.562,240.488,259.837,259.940,263.105,263.132,271.441,322.706
Mg	202.582,279.079,279.553,279.806,293.654,382.900,382.935,383.231
P	178.200,202.347,203.349,213.547,213.618,214.914,215.294,253.401,253.565,255.328
Pb	216.999,220.353,224.688,239.379,247.638,261.418,266.316,283.306,368.348,405.783
Sb	195.039,204.957,206.833,213.969,217.581,217.919,231.147,252.852,259.805,259.809
Sn	189.980,224.605,226.891,235.484,242.170,242.949,283.999,286.333,317.505
Zn	202.548,206.200,213.856,280.106,328.233,330.259,334.502,334.557,472.216,481.053

中 华 人 民 共 和 国
电 子 行 业 标 准
电子器件用纯银钎料中杂质含量铅、铋、锌、镉、
铁、镁、铝、锡、锑、磷的 ICP-AES 测试方法
SJ/T 11011—2015

*

中国电子技术标准化研究院 编制
中国电子技术标准化研究院 发行

电话：(010) 64102612 传真：(010) 64102617
地址：北京市安定门东大街1号
邮编：100007
网址：www.cesi.cn

*

开本：880×1230 1/16 印张：1 字数：24千字

2015年12月第一版 2015年12月第一次印刷
印数：200册 定价：40.00元

版权专有 不得翻印
举报电话：(010) 64102613