

GB 中国 国家标准 分类汇编

电子与
信息
技术卷

26

中国标准出版社

1104687

中国国家标准分类汇编

电子与信息技术卷 26

中国标准出版社

1994

(京)新登字 023 号

图书在版编目(CIP)数据

中国国家标准分类汇编:电子与信息技术卷(26).
北京:中国标准出版社,1994.10
ISBN 7-5066-0955-X

I. 中… I. Ⅲ. ①国家标准-中国-汇编②电子技术-
国家标准-中国-汇编 IV. ①T-652②TN04-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字(94)第 03034 号

中国标准出版社出版
(北京复外三里河)

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 43 字数 1 368 千字
1994 年 9 月第一版 1994 年 9 月第一次印刷

*

印数 1—1 200 [精]定价 50.00 元

*

标目 242—09

ISBN 7-5066-0955-X



9 787506 609555 >

出版说明

一、国家标准作为技术性法规文件,在保证和促进社会主义市场经济的发展,在提高产品质量、打击制假伪劣产品活动,在促进对外经济贸易等方面发挥了十分重要的作用。随着我国经济建设的发展,我国标准化事业也有了长足的进展。国家标准数量多,涉及的专业面广,需求量大。《中华人民共和国标准化法》实施后,我国对现行的国家标准开展了清理整顿工作,使我国标准化工作纳入了法制管理的轨道。为便于使用和查阅现行的国家标准,我社汇编出版《中国国家标准分类汇编》。这是一部大型国家标准全集,收集全部现行国家标准,按专业类别分卷,每卷分若干分册。1993年起陆续出版。

二、本汇编按《中国标准文献分类法》分类。其一级类设定为卷(有些一级类合卷出版);二级类按类号顺序编成若干分册;每个二级类内按标准顺序号排列。

本汇编共有15卷,它们是:综合卷(A);农业,林业卷(B);医药,卫生,劳动保护,环境保护卷(C,Z);矿业卷(D);石油,能源,核技术卷(E,F);化工卷(G);冶金卷(H);机械卷(J);电工卷(K);电子与信息技术卷(L);通信,广播,仪器,仪表卷(M,N);工程建设,建材卷(P,Q);公路、水路运输,铁路,车辆,船舶卷(R,S,T,U);食品卷(X);纺织,轻工,文化与生活用品卷(W,Y)。

各卷是独立的,出版的先后并不按一级类的拉丁字母顺序。

每卷各分册中均附有该卷(类)“二级类分册分布表”及“各分册内容介绍表”。

三、《中华人民共和国标准化法》规定,国家标准和行业标准分强制性标准和推荐性标准。为此,国家技术监督局于1990年开始对1990年5月以前批准的国家标准开展了清理整顿工作——对现行的国家标准经审定确定为强制性标准和推荐性标准;对部分国家标准提出了修订意见;部分国家标准决定调整为行业标准;废止了少数国家标准。之后,又对1993年4月30日以前批准、发布和清理整顿公告中确定的强制性国家标准进行复审。

本汇编在每一分册中附有“本分册国家标准的使用性质及采用程度表”,表中根据《国家标准清理整顿公告》和复审公告注明每个标准的使用性质,请读者对照查阅。对于调整为行业标准的国家标准,在本汇编中仍然收入。这是因为清理整顿工作规定,“对调整为行业标准的国家标准,在行业标准未发布之前,原国家标准继续有效”。决定废止的国家标准不再收入。

四、每一分册的“本分册国家标准的使用性质及采用程度表”中的“采用程度”栏指出了该国家标准采用国际标准或国外先进标准的程度,便于读者了解该国家标准与国际标准或国外先进标准的关系,便于企业了解依据该国家标准生产的产品的质量水平,有利于在国际市场上开展贸易和竞争。

五、本分册汇集了截止1992年发布并已出版的电子与信息技术类(L)的电子技术专用材料(L90),电子设备用电线电缆(L91),电子设备用绝缘零件(L92),电子设备机械结构件(L94),加硅用设备(L97),其他生产设备(L99)中的139个现行国家标准。

中国标准出版社

1994年12月

目 录

L90 GB 9619.1—88	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	 (1)
L90 GB 9619.2—88	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	... (4)
L90 GB 9619.3—88	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	 (7)
L90 GB 9619.4—88	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	 (10)
L90 GB 9619.5—88	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	 (12)
L90 GB 9619.6—88	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	 (14)
L90 GB 9619.7—88	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	 (16)
L90 GB 9619.8—88	电子器件用纯银钎焊料的分析方法	燃烧碘量法测定硫	 (18)
L90 GB 9619.9—88	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	 (21)
L90 GB 9620.1—88	电子器件用银铜钎焊料的分析方法	碘量法测定铜	 (26)
L90 GB 9620.2—88	电子器件用银铜钎焊料的分析方法	铅、铋、锌、镉、铁、镁、铝、锡及铈的 化学光谱测定	 (28)
L90 GB 9620.3—88	电子器件用银铜钎焊料的分析方法	邻基二酚紫-溴化十六烷基吡啶分光 光度法测定锡	 (32)
L90 GB 9620.4—88	电子器件用银铜钎焊料的分析方法	原子吸收分光光度法测定铋	 (34)
L90 GB 9620.5—88	电子器件用银铜钎焊料的分析方法	原子吸收分光光度法测定铋	 (38)
L90 GB 9620.6—88	电子器件用银铜钎焊料的分析方法	原子吸收分光光度法测定铅	 (41)
L90 GB 9620.7—88	电子器件用银铜钎焊料的分析方法	原子吸收分光光度法测定铁、镉、 锌	 (44)
L90 GB 9620.8—88	电子器件用银铜钎焊料的分析方法	原子吸收分光光度法测定镁	 (47)
L90 GB 9621.1—88	电子器件用金铜钎焊料的分析方法	EDTA 容量法测定铜	 (50)
L90 GB 9621.2—88	电子器件用金镍钎焊料的分析方法	EDTA 容量法测定镍	 (52)
L90 GB 9621.3—88	电子器件用金铜及金镍钎焊料的分析方法	双硫脲分光光度法测定 铅	 (54)
L90 GB 9621.4—88	电子器件用金铜及金镍钎焊料的分析方法	磷钼蓝分光光度法测定磷	 (57)
L90 GB 9621.5—88	电子器件用金铜及金镍钎焊料的分析方法	原子吸收分光光度法测定 铋	 (60)
L90 GB 9622.1—88	电子玻璃密度的测试方法	浮沉法	 (63)
L90 GB 9622.2—88	电子玻璃平均线热膨胀系数测试方法		 (68)
L90 GB 9622.3—88	电子玻璃热稳定性测试方法		 (73)
L90 GB 9622.4—88	电子玻璃软化点的测试方法		 (76)
L90 GB 9622.5—88	电子玻璃退火点和应变点的测试方法		 (79)
L90 GB 9622.6—88	电子玻璃高温粘度测试方法		 (82)
L90 GB 9622.7—88	电子玻璃抗冲击强度测试方法		 (87)

L90 GB 9622.8—88	电子玻璃体积电阻率为 $100\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ 时的温度(T_{k-100})的测试方法	(89)
L90 GB 9622.9—88	电子玻璃高频介质损耗和介电常数的测试方法	(93)
L90 GB 9622.10—88	电子玻璃直流击穿强度测试方法	(95)
L90 GB 9622.11—88	电子玻璃抗水化学稳定性测试方法	(98)
L90 GB 9633—88	微波频率应用的旋磁材料性能测试方法	(100)
L90 GB 10304.1—88	阴极碳酸盐分析方法通则	(137)
L90 GB 10304.2—88	阴极碳酸盐中碳酸钡含量的测定 重铬酸钾碘量滴定法	(138)
L90 GB 10304.3—88	阴极碳酸盐中碳酸钙含量的络合滴定测定	(140)
L90 GB 10304.4—88	阴极碳酸盐中碳酸钙、碳酸锶的原子吸收分光光度测定	(142)
L90 GB 10304.5—88	阴极碳酸盐中硝酸根的测定	(144)
L90 GB 10304.6—88	阴极碳酸盐中钠的原子吸收分光光度测定	(146)
L90 GB 10304.7—88	阴极碳酸盐中盐酸不溶物的测定	(148)
L90 GB 10304.8—88	阴极碳酸盐中铁的测定	(149)
L90 GB 10304.9—88	阴极碳酸盐中氯根的测定	(150)
L90 GB 10304.10—88	阴极碳酸盐中硫酸根的测定	(151)
L90 GB 10304.11—88	阴极碳酸盐中重金属(以 Pb 计)的测定	(152)
L90 GB 10304.12—88	阴极碳酸盐灼烧失重的测定	(153)
L90 GB 10305—88	阴极碳酸盐粒度分布的测定 离心沉降法	(154)
L90 GB 10306—88	阴极碳酸盐	(160)
L90 GB 10307—88	阴极碳酸盐牌号命名方法	(163)
L90 GB 10308—88	示波管和显示管用 Y1 荧光粉	(164)
L90 GB 10309—88	示波管和显示管用 Y14 荧光粉	(167)
L90 GB 10310—88	黑白显象管用 Y4-W2 荧光粉	(170)
L90 GB 10311—88	黑白显象管用 Y4-B1 荧光粉	(174)
L90 GB 10312—88	黑白显象管用 Y4-Y2 荧光粉	(177)
L90 GB 10313—88	雷达指示管用 Y16 荧光粉	(180)
L90 GB 10314—88	双层屏指示管用 Y3 荧光粉	(183)
L90 GB 10315—88	双层屏指示管用 G11 荧光粉	(186)
L90 GB 10316—88	双层屏指示管用 G16 荧光粉	(190)
L90 GB 10317—88	示波管和显示管用 Y10 荧光粉	(194)
L90 GB 10318—88	夜视器件和存储管用 Y20 荧光粉	(197)
L90 GB 11247.1—89	钨绞丝	(201)
L90 GB 11247.2—89	钨加热子	(206)
L90 GB 11248—89	杜美丝	(214)
L90 GB 11249—89	钼基钨靶	(219)
L90 GB 11293—89	固体激光材料名词术语	(223)
L90 GB 11294—89	红外探测材料中半导体光电材料和热释电材料常用名词术语	(235)
L90 GB 11295—89	激光晶体棒型号命名方法	(258)
L90 GB 11296—89	红外探测材料型号命名方法	(260)
L90 GB 11297.1—89	激光棒波前畸变的测量方法	(262)
L90 GB 11297.2—89	激光棒侧向散射系数的测量方法	(268)
L90 GB 11297.3—89	掺钕钇铝石榴石激光棒消光比的测量方法	(271)
L90 GB 11297.4—89	掺钕钇铝石榴石激光棒长脉冲激光阈值及斜率效率的测量方法	(273)

L90	GB 11297.5—89	掺钕钇铝石榴石激光棒连续激光阈值、斜率效率和输出功率的测量方法	(276)
L90	GB 11297.6—89	铋化铟单晶位错蚀坑的腐蚀显示及测量方法	(279)
L90	GB 11297.7—89	铋化铟单晶电阻率及霍尔系数的测试方法	(282)
L90	GB 11297.8—89	热释电材料热释电系数的测试方法	(305)
L90	GB 11297.9—89	热释电材料介质损耗角正切 $\tan\delta$ 的测试方法	(308)
L90	GB 11297.10—89	热释电材料居里温度 T_c 的测试方法	(311)
L90	GB 11297.11—89	热释电材料介电常数的测试方法	(316)
L90	GB 11297.12—89	电光晶体铌酸锂、磷酸二氢钾和磷酸二氘钾消光比的测量方法	(319)
L90	GB 11446.1—89	电子级水	(321)
L90	GB 11446.2—89	电子级水术语	(323)
L90	GB 11446.3—89	电子级水检测方法通则	(340)
L90	GB 11446.4—89	电子级水电阻率的测试方法	(343)
L90	GB 11446.5—89	电子级水中痕量金属的原子吸收分光光度测试方法	(348)
L90	GB 11446.6—89	电子级水中痕量二氧化硅的分光光度测试方法	(354)
L90	GB 11446.7—89	电子级水中痕量氯离子的离子色谱测试方法	(356)
L90	GB 11446.8—89	电子级水中总有机碳的测试方法	(358)
L90	GB 11446.9—89	电子级水中微粒的仪器测试方法	(361)
L90	GB 11446.10—89	电子级水中细菌总数的滤膜培养测试方法	(363)
L90	GB 11446.11—89	电子级水中细菌总数的平皿培养测试方法	(366)
L90	GB 11496.1—89	彩色显示管用 Y30-G1 荧光粉	(369)
L90	GB 11496.2—89	彩色显示管用 Y30-B1 荧光粉	(372)
L90	GB 11496.3—89	彩色显示管用 Y30-R1 荧光粉	(376)
L90	GB 12059—89	电子工业用合成纤维防静电绸性能及试验方法	(380)
L90	GB 12061—89	电子元器件用镀锡圆引线通用技术条件	(389)
L90	GB/T 13842—92	掺钕钇铝石榴石激光棒	(394)
L90	GB/T 13843—92	蓝宝石单晶抛光衬底片	(401)
L90	GB/T 14015—92	硅-蓝宝石外延片	(409)
L91	GB 4098.1—83	射频电缆电晕试验方法	(415)
L91	GB 4098.2—83	射频电缆电容和电容不平衡测量方法	(416)
L91	GB 4098.3—83	射频电缆特性阻抗测量方法	(419)
L91	GB 4098.4—83	射频电缆衰减常数测量方法	(422)
L91	GB 4098.5—83	射频电缆电容稳定性试验方法	(431)
L91	GB 4098.6—83	射频电缆衰减稳定性试验方法	(432)
L91	GB 4098.7—83	射频电缆高温试验方法	(433)
L91	GB 4098.8—83	射频电缆低温试验方法	(435)
L91	GB 4098.9—83	射频电缆流动性试验方法	(437)
L91	GB 4098.10—83	射频电缆尺寸稳定性试验方法	(439)
L91	GB 6643—86	通用硬同轴传输线及其法兰连接器总规范	(441)
L91	GB 6644—86	通用硬同轴传输线及其法兰连接器详细规范	(450)
L91	GB 7556—87	对称电缆 60 路载波系统进网特性要求	(463)
L91	GB 7557—87	1.2/4.4mm 标准同轴电缆 300 路载波系统进网特性要求	(470)
L91	GB 9023—88	射频同轴电缆屏蔽效率测量方法(转移阻抗法)	(474)

L91	GB 11322—89	射频同轴电缆设计指南	(478)
L91	GB 11323—89	电缆分配系统用单同轴电缆一般要求和试验	(492)
L91	GB 12269—90	射频电缆总规范	(497)
L91	GB/T 12792—91	射频电缆阻抗均匀性测量方法	(512)
L92	GB 4069—83	电子陶瓷零件公差	(517)
L92	GB 9022—88	手或动力驱动的压接工具总规范	(525)
L92	GB 9531.1—88	电子陶瓷零件技术条件	(540)
L92	GB 9531.2—88	A类瓷件技术条件	(544)
L92	GB 9531.3—88	B类瓷件技术条件	(548)
L92	GB 9531.4—88	C类瓷件技术条件	(556)
L92	GB 9531.5—88	D类瓷件技术条件	(560)
L92	GB 9531.6—88	E类瓷件技术条件	(564)
L92	GB 9531.7—88	F类瓷件技术条件	(569)
L92	GB 12635—90	碳膜电阻器用陶瓷基体	(575)
L92	GB/T 13841—92	电子陶瓷件表面粗糙度	(579)
L94	GB 3047.1—82	面板、架和柜的基本尺寸系列	(585)
L94	GB/T 3047.2—92	高度进制及 44.45mm 的面板、机架和机柜的基本尺寸系列	(594)
L94	GB 3047.4—86	高度进制为 44.45mm 的插箱、插件的基本尺寸系列	(599)
L94	GB 3047.6—86	电子设备台式机箱基本尺寸系列	(618)
L94	GB 6431—86	通信设备条形机架基本尺寸	(620)
L94	GB 7269—87	电子设备控制台的布局、型式和基本尺寸	(633)
L97	GB/T 13840—92	晶片承载器	(638)
L97	GB/T 13947—92	电子元器件塑料封装设备通用技术条件	(647)
L99	GB 11481—89	掩模对准曝光机通用技术条件	(656)
L99	GB 11491—89	立式涡轮分子泵通用技术条件	(666)

本分册国家标准的使用性质及采用程度表

电子与信息技术卷二级类分册分布表

电子与信息技术卷各分册内容介绍表

中华人民共和国国家标准

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

GB 9619.1—88

Analytical methods for pure silver brazing for electron device

Determination of lead by dithizone spectrophotometry

本标准规定了用双硫脲分光光度法测定铅,适用于电子器件用纯银钎焊料。测定范围为 0.000 5%~0.004%。

本标准遵守 GB 1467《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样以硝酸分解,在氨性溶液中,用氢氧化铜作载体共沉淀分离银并富集微量铅。在 $\text{pH}=3.5$ 的盐酸介质中,用双硫脲四氯化碳除铋。在 $\text{pH}=9$ 的溶液中,铅(Ⅱ)和双硫脲生成络合物溶于四氯化碳中呈红色。借此进行光度测定。

2 试剂

2.1 硝酸(1+1)。

2.2 硝酸铜溶液(1.5%)。

2.3 氢氧化铵(密度 0.9)。

2.4 盐酸(1+2)。

2.5 盐酸羟胺溶液(10%)

称取 10g 盐酸羟胺,以少量水溶解后,用氢氧化铵调至 $\text{pH}=9$,以双硫脲四氯化碳净化,过剩的双硫脲用三氯甲烷除去,用盐酸(2.4)调至 $\text{pH}=7$,过滤后稀释至 100mL。

2.6 百里酚蓝乙醇溶液(0.1%)。

2.7 氢氧化铵(1+1)。

2.8 氢氧化铵洗液(1+25)。

2.9 缓冲溶液

称取邻苯二甲酸氢钾 20g 于烧杯中,用少量水溶解,以下同 2.5 条,净化后稀释 1L,用盐酸(2.4)调至 $\text{pH}=3.5$ 。

2.10 双硫脲(二苯基硫卡巴脲)四氯化碳溶液(0.05%)

称取 0.25g 双硫脲,置于 500mL 分液漏斗中,加入 30mL 三氯甲烷,摇动至双硫脲溶解,加入 200mL 水和 2mL 氢氧化铵(2.3),振荡 30s。静置分层后,有机相放入另一个 500mL 分液漏斗中。水相过滤于烧杯中,再往有机相中加入 200mL 水和 2mL 氢氧化铵(2.3),按以上手续反复操作至水相呈微黄色为止。弃去有机相,水相过滤后合并于上述烧杯中。将合并后的水相移入清洁的分液漏斗中,用盐酸(2.4)调至 $\text{pH}=7$,加入四氯化碳 200mL,振荡 1min。静置分层后,有机相放入另一分液漏斗中。水相再加入四氯化碳反复萃取至有机相呈淡绿色为止。合并有机相并用水洗两次。将有机相通过双层滤纸过滤于干燥的 500mL 棕色容量瓶中,用四氯化碳稀释至刻度,摇匀,避光贮于阴凉处。

中华人民共和国电子工业部 1988-06-30 批准

1989-02-01 实施

2.11 双硫脲四氯化碳溶液(0.005%)

移取 50mL 双硫脲四氯化碳溶液(2.10)置于 500mL 容量瓶中,用四氯化碳稀释至刻度,摇匀。

2.12 柠檬酸铵溶液(25%):同 2.5 条方法净化。

2.13 氰化钾溶液(10%)。

2.14 双硫脲四氯化碳溶液(0.003%)

移取 30mL 双硫脲四氯化碳溶液(2.10)。配制方法同 2.11 条。

2.15 洗液

称取氯化铵 5g,用少量水溶解,以下同 2.5 条方法净化,然后用氢氧化铵(2.7)调至 pH 至 9.5,加入 10mL 氰化钾溶液(2.13),稀释至 1L。

2.16 四氯化碳。

2.17 锌溶液:1mL 含 50 μ g 锌。

2.18 铅标准溶液

2.18.1 称取 0.100 0g 纯铅置于 100mL 烧杯中,加入 20mL 硝酸(2.1),加热溶解,除尽氮的氧化物,冷后移入 1 000mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此溶液 1mL 含 100 μ g 铅。

2.18.2 移取 20mL 铅标准溶液(2.18.1),置于 500mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此溶液 1mL 含 4 μ g 铅。

3 分析步骤

3.1 称取 0.500 0~1.000 0g 试样,置于 100mL 烧杯中,并随同试样作空白试验。

3.2 加入 4mL 硝酸(2.1),盖上表皿,加热溶解,并排除氮的氧化物,冷后洗表皿及杯壁,使体积约为 30mL。

3.3 加入 2mL 硝酸铜溶液(2.2),滴加氢氧化铵(2.3)至白色沉淀出现再过量 4mL。

3.4 加热煮沸 1~2min,取下,趁热用直径 9cm 中速滤纸过滤,用氢氧化铵洗液(2.8)洗涤烧杯三次,洗涤沉淀 5~6 次。

3.5 用 3mL 热盐酸(2.4)分次溶解沉淀于原烧杯中,用热水洗涤 4~5 次。

3.6 将溶液加热浓缩至 1~2mL,取下,洗表皿及杯壁,加入 2mL 盐酸羟胺溶液(2.5),0.5mL 锌溶液(2.17)2 滴百里酚蓝乙醇溶液(2.6),滴加氢氧化铵(2.7)至溶液呈黄色。再滴加盐酸(2.4)恰变至微红色,加入 20mL 缓冲溶液(2.9)。

3.7 用少量水移入 60mL 分液漏斗中,稀释至 30mL,加入 10mL 双硫脲四氯化碳溶液(2.11),振荡 1min,静置分层后,弃去有机相,水相再加入 5mL 双硫脲四氯化碳溶液(2.11),反复萃取至有机相出现暗红色为止,弃去有机相。

3.8 水相加入 2mL 柠檬酸铵溶液(2.12),2 滴百里酚蓝乙醇溶液(2.6),滴加氢氧化铵(2.7)至溶液恰变蓝色。加入 7 滴氰化钾溶液(2.13),10.00mL 双硫脲四氯化碳溶液(2.14),振荡 1min,静置分层后,放入另一盛有 20mL 洗液(2.15)的分液漏斗中,振荡 30s,同上反复洗至有机相呈红色,将分液漏斗颈部用滤纸擦干,并塞一干滤纸卷。

3.9 将部分有机相放入 1cm 比色皿中,以试样空白为参比,在波长 510nm 处测量吸光度,从工作曲线上查出相应的铅量。

4 工作曲线的绘制

移取 0.00,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00mL 铅标准溶液(2.18.2),分别置于 60mL 分液漏斗中,调节体积约为 30mL。以下操作从分析步骤 3.8 条开始进行。以试剂空白为参比测量吸光度,以铅量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算铅的百分含量:

$$\text{Pb}(\%) = \frac{r \times 10^{-6}}{m} \times 100$$

式中: r ——从工作曲线查得的铅量, μg ;

m ——称样量, g 。

6 允许差

		%
含 铅 量	允 许 差	
0.000 5~0.001 0	0.000 2	
>0.001~0.002	0.000 3	
>0.002~0.003	0.000 4	

附加说明:

本标准由中国人民银行印制总公司国营六一五厂负责起草。

本标准主要起草人刘成俊。

中华人民共和国国家标准

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

GB 9619.2-88

Analytical methods for pure silver brazing for electron device

Determination of magnesium and zinc

by atomic absorption spectrophotometry

本标准规定了用原子吸收分光光度法测定镁和锌,适用于电子器件用纯银钎焊料。测定范围镁为 0.000 6%~0.003%,锌为 0.000 5%~0.002 5%。

本标准遵守 GB 1467《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样以硝酸分解,银以氯化银沉淀与镁、锌分离。在硝酸介质中,用原子吸收分光光度计于波长 285.2nm、213.9nm 处,使用空气-乙炔火焰分别测量镁、锌的吸光度,求得其含量。

2 试剂

2.1 硝酸(1+1)。

2.2 盐酸(1+7)。

2.3 硝酸铜溶液(1.5%)。

2.4 镁标准溶液

称取 0.100 0g 纯镁置于 100mL 烧杯中,加入 10mL 硝酸(2.1),加热至溶解完全,取下、冷却、移入 1 000mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此溶液 1mL 含 100 μ g 镁。

2.5 锌标准溶液

称取 0.100 0g 纯锌置于 100mL 烧杯中,加入 10mL 硝酸(2.1),加热至溶解完全,取下、冷却、移入 1 000mL 容量瓶中,稀释至刻度、摇匀。此溶液 1mL 含 100 μ g 锌。

2.6 镁、锌混合标准溶液

分别移取 10.00mL 镁标准溶液(2.4),20.00mL 锌标准溶液(2.5),置于 200mL 容量瓶中,加 5mL 硝酸(2.1),稀释至刻度,摇匀。此溶液 1mL 含 5 μ g 镁、10 μ g 锌。

3 仪器

原子吸收分光光度计及镁、锌空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡达到下列指标的原子吸收分光光度计均可使用。仪器工作条件见附录 B (参考件)。

最低灵敏度:五个等差浓度标准溶液的最高浓度标准溶液的吸光度读数应不低于 0.25。

工作曲线线性:五个等差浓度标准溶液中,最高与次高浓度标准溶液吸光度读数的差值应不小于最低浓度标准溶液与零浓度溶液吸光度读数差值的 0.9 倍。

最低稳定性:最高浓度标准溶液与零浓度溶液的 11 次测量所得到的吸光度读数,相对于最高浓度

中华人民共和国电子工业部 1988-06-30 批准

1989-02-01 实施

标准溶液吸光度读数平均值的变异系数分别应不大于 1.5% 和 0.6%。见附录 A(补充件)。

4 分析步骤

- 4.1 称取 1.000 0g 试样,置于 200mL 烧杯中,盖上表皿,随同试样作空白。
- 4.2 加入 5mL 硝酸(2.1),低温加热溶解,取下,冷却、洗表皿。
- 4.3 调整体积约为 40mL,加 10mL 盐酸(2.2),盖上表皿,加热使沉淀凝聚,于低温处煮沸至溶液透明,冷却至室温。
- 4.4 洗涤表皿,捣碎沉淀,以倾泻法用中速定量滤纸过滤,用热水(每 100mL 含 2mL 盐酸)洗涤沉淀及滤纸 3~4 次后,将沉淀移入漏斗中,用热水洗涤烧杯三次,洗涤沉淀 4~5 次。
- 4.5 将溶液加热浓缩至近干,取下冷却。沿烧杯壁滴加 2mL 硝酸(2.1),温热溶解盐类。
- 4.6 将溶液移入 50mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
- 4.7 分取 20mL 试样溶液于 50mL 容量瓶中,加 1mL 硝酸(2.1),1mL 硝酸镉溶液(2.3),稀释至刻度,摇匀,用于镁的测量。余液用于锌的测量。
- 4.8 在原子吸收分光光度计上,于波长 285.2nm、213.9nm 处。在空气-乙炔火焰中,以试样空白调零与标准溶液系列同时分别测量镁、锌的吸光度。从工作曲线上查出相应的镁、锌浓度。

5 工作曲线的绘制

移取 0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00mL 镁、锌混合标准溶液(2.6),分别置于一组 100mL 容量瓶中,加入 4mL 硝酸(2.1)。稀释至刻度,摇匀。以试剂空白调零,分别测量镁、锌的吸光度,以镁、锌浓度为横坐标、吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算镁(锌)的百分含量:

$$\text{Mg(Zn)}(\%) = \frac{C \cdot V \times 10^{-6}}{m \times \frac{V_2}{V_1}} \times 100$$

式中: C——分别从镁、锌工作曲线上查得的镁(锌)量, $\mu\text{g/mL}$;

V——被测溶液的体积, mL;

V_1 ——试样溶液的总体积, mL;

V_2 ——分取部分溶液的体积, mL;

m——称样量, g。

7 允许差

表 1

%

含 镁 量	允 许 差
0.000 6~0.001 0	0.000 2
>0.001~0.002	0.000 3
>0.002~0.003	0.000 4

表 2

%

含 锌 量	允 许 差
0.000 5~0.001 0	0.000 2
>0.001 0~0.002 5	0.000 3

附录 A
原子吸收分光光度计
最低稳定性的变异系数的计算
(补充件)

A1 零浓度溶液与最高浓度标准溶液吸光度的变异系数计算公式如下:

$$S_0 = \frac{100}{\bar{C}} \sqrt{\frac{\sum (0 - \bar{0})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (A1)$$

$$S_c = \frac{100}{\bar{C}} \sqrt{\frac{\sum (C - \bar{C})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (A2)$$

式中: S_0, S_c ——分别为零浓度溶液与最高浓度标准溶液吸光度读数的百分变异系数;

$\bar{0}, \bar{C}$ ——分别为零浓度溶液与最高浓度标准溶液吸光度读数的平均值;

$0, C$ ——分别为零浓度溶液与最高浓度标准溶液吸光度读数;

n ——测量次数。

附录 B
仪器工作条件
(参考件)

B1 使用 WFD-Y2 型原子吸收分光光度计测定镁、锌量参考条件如下表:

工作条件 元素 \ 项目	光源	波长 nm	灯电流 mA	狭缝通带 宽度 Å	空气流量 L/min	乙炔流量 L/mm	燃烧器 高度 mm
镁	镁空心 阴极灯	285.2	5	2	6	1.5	10
锌	锌空心 阴极灯	213.9	5	2	6	1.2	7

附加说明:

本标准由中国人民银行印制总公司国营六一五厂负责起草。

本标准主要起草人王恩黎。

中华人民共和国国家标准

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

GB 9619.3—88

Analytical methods for pure silver brazing for electron device
Determination of cadmium by atomic
absorption spectrophotometry

本标准规定了用原子吸收分光光度法测定镉,适用于电子器件用纯银钎焊料。测定范围为 0.000 5%~0.002 5%。

本标准遵守 GB 1467《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样以硝酸分解,于稀硝酸溶液中,银用叔十二烷基硫醇-苯溶液萃取与镉分离。在硝酸介质中,用原子吸收分光光度计于波长 228.8nm 处,使用空气-乙炔火焰测量镉的吸光度,求得其含量。

2 试剂

2.1 硝酸(1+1)。

2.2 硝酸(1+15)。

2.3 叔十二烷基硫醇-苯溶液(5+95)

最取 50mL 叔十二烷基硫醇,用苯稀释至 1L。

2.4 镉标准溶液

2.4.1 称取 0.100 0g 纯镉置于 100mL 烧杯中。加入 10mL 硝酸(2.1),加热溶解完全,冷却,移入 1 000mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀,此溶液 1mL 含 100 μ g 镉。

2.4.2 移取 20.00mL 镉标准溶液(2.4.1),置于 200mL 容量瓶中,加入 5mL 硝酸(2.1),稀释至刻度,摇匀。此溶液 1mL 含 10 μ g 镉。

3 仪器

原子吸收分光光度计及镉空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡达到下列指标的原子吸收分光光度计均可使用,仪器工作条件见附录 B。

最低灵敏度:五个等差浓度标准溶液的最高浓度标准溶液的吸光度读数应不低于 0.25。

工作曲线线性:五个等差浓度标准溶液中,最高与次高浓度标准溶液吸光度读数的差值应不小于最低浓度标准溶液与零浓度溶液吸光度读数差值的 0.9 倍。

最低稳定性:最高浓度标准溶液与零浓度溶液的 11 次测量所得到的吸光度读数,相对于最高浓度标准溶液吸光度读数平均值的变异系数,分别应不大于 1.5%和 0.6%。见附录 A(补充件)。

4 分析步骤

- 4.1 称取 1.000g 试样,置于 100mL 烧杯中,盖上表皿,随同试样作空白。
- 4.2 加入 5mL 硝酸(2.1),低温加热溶解并蒸发至近干。
- 4.3 用硝酸(2.2),移入 125mL 分液漏斗中,用硝酸(2.2)调整体积至 50mL。
- 4.4 加入 50mL 叔十二烷基硫醇-苯溶液(2.3),振荡 1min。静置分层后,将水相放入原烧杯中。
- 4.5 往有机相中加入 10mL 硝酸(2.2),振荡 30s,静置分层后,将水相合并于原烧杯中。
- 4.6 于低温处加热溶液至近干,冷却、沿杯壁滴加 1mL 硝酸(2.1),微热溶解盐类。
- 4.7 将溶液移入 50mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
- 4.8 在原子吸收分光光度计上,于波长 228.8nm 处,在空气-乙炔火焰中,以试样空白调零与标准溶液系列同时测量镉的吸光度,从工作曲线上查出相应的镉浓度。

5 工作曲线的绘制

- 5.1 移取 0.00,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00mL 镉标准溶液(2.4.2),分别置于一组 100mL 容量瓶中,加入 2mL 硝酸(2.1)稀释至刻度,摇匀。以试剂空白调零,测量镉的吸光度。以镉浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算镉的百分含量:

$$\text{Cd}(\%) = \frac{C \times V \times 10^{-6}}{m} \times 100$$

式中: C——从工作曲线上查得的镉量, $\mu\text{g/mL}$;

V——被测溶液的体积, mL;

m——称样量, g。

7 允许差

		%
含 镉 量	允 许 差	
0.000 5~0.001 0	0.000 2	
>0.001 0~0.002 5	0.000 3	

附 录 A
原子吸收分光光度计
最低稳定性的变异系数的计算
(补充件)

A1 零浓度溶液与最高浓度标准溶液吸光度的变异系数计算公式如下:

$$S_0 = \frac{100}{\bar{C}} \sqrt{\frac{\sum (0 - \bar{0})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (A1)$$

$$S_c = \frac{100}{\bar{C}} \sqrt{\frac{\sum (C - \bar{C})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (A2)$$

式中: S_0 、 S_c ——分别为零浓度溶液与最高浓度标准溶液吸光度读数的百分变异系数;

$\bar{0}$ 、 $\bar{C}$ ——分别为零浓度溶液与最高浓度标准溶液吸光度读数的平均值;

0、C——分别为零浓度溶液与最高浓度标准溶液吸光度读数;

n——测量次数。

附 录 B
仪器工作条件
(参考件)

B1 使用 WFD-Y2 型原子吸收分光光度计测定镉量参考条件如下表:

工 作 条 件 元 素	项 目	光 源	波 长 nm	灯电流 mA	狭缝通带 宽 度 Å	空气流量 L/min	乙炔流量 L/min	燃烧器 高 度 mm
镉		镉空心 阴极灯	228.8	5	2	6	1.2	7

附加说明:

本标准由中国人民银行印制总公司国营六一五厂负责起草。

本标准主要起草人王恩黎。