



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 40564—2021

---

## 电子封装用环氧塑封料测试方法

Test method of epoxy molding compound for electronic packaging

2021-10-11 发布

2022-05-01 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会 发布

## 目 次

|                               |     |
|-------------------------------|-----|
| 前言 .....                      | III |
| 1 范围 .....                    | 1   |
| 2 规范性引用文件 .....               | 1   |
| 3 术语和定义 .....                 | 1   |
| 4 一般要求 .....                  | 2   |
| 4.1 环境条件 .....                | 2   |
| 4.2 样品要求 .....                | 2   |
| 4.3 报告 .....                  | 2   |
| 5 外观检测 .....                  | 2   |
| 5.1 粉末环氧塑封料 .....             | 2   |
| 5.2 饼料环氧塑封料 .....             | 2   |
| 6 物理和化学性能测试 .....             | 2   |
| 6.1 凝胶化时间 .....               | 2   |
| 6.2 螺旋流动长度 .....              | 3   |
| 6.3 飞边 .....                  | 4   |
| 6.4 热硬度 .....                 | 6   |
| 6.5 密度 .....                  | 7   |
| 6.6 导热系数 .....                | 7   |
| 6.7 黏度 .....                  | 7   |
| 6.8 玻璃化转变温度 .....             | 10  |
| 6.9 线性热膨胀系数(TMA 探针法) .....    | 14  |
| 6.10 吸水率 .....                | 15  |
| 6.11 阻燃性 .....                | 17  |
| 6.12 电导率(萃取水溶液) .....         | 17  |
| 6.13 pH 值(萃取水溶液) .....        | 18  |
| 6.14 钠离子含量(萃取水溶液) .....       | 19  |
| 6.15 氯离子含量、溴离子含量(萃取水溶液) ..... | 22  |
| 6.16 溴含量、铈含量、氯含量 .....        | 24  |
| 6.17 灰分 .....                 | 25  |
| 6.18 铀含量 .....                | 26  |
| 7 机械性能测试 .....                | 30  |
| 7.1 弯曲强度 .....                | 30  |
| 7.2 冲击强度 .....                | 33  |
| 7.3 成型收缩率 .....               | 33  |
| 7.4 粘结强度 .....                | 34  |
| 8 电性能测试 .....                 | 37  |

|                     |    |
|---------------------|----|
| 8.1 体积电阻率 .....     | 37 |
| 8.2 介电常数、介质损耗 ..... | 40 |
| 8.3 击穿强度 .....      | 41 |



## 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。

本文件由全国半导体设备和材料标准化技术委员会(SAC/TC 203)提出并归口。

本文件起草单位：江苏华海诚科新材料股份有限公司、中国电子技术标准化研究院、连云港市食品药品检验检测中心、江苏长电科技股份有限公司、国家硅材料深加工产品质量监督检验中心东海研究院。

本文件主要起草人：成兴明、侍二增、杨晖、崔亮、陈灵芝、曹可慰、管琪、李云芝、李小娟、谭伟、李建德。



# 电子封装用环氧塑封料测试方法

## 1 范围

本文件规定了电子封装用环氧塑封料的外观、凝胶化时间、螺旋流动长度、飞边、热硬度、密度、导热系数、黏度、玻璃化转变温度、线性热膨胀系数、吸水率、阻燃性、电导率、pH 值、钠离子含量、氯离子含量、溴离子含量、溴含量、锑含量、氯含量、灰分、铀含量、弯曲强度、冲击强度、成型收缩率、粘结强度、体积电阻率、介电常数、介质损耗、击穿强度等的测试方法。

本文件适用于半导体分立器件、集成电路及特种器件的电子封装用环氧塑封料性能测试。

## 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，仅该日期所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 602—2002 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 1033.1—2008 塑料 非泡沫塑料密度的测定 第 1 部分：浸渍法、液体比重瓶法和滴定法
- GB/T 1043.1—2008 塑料 简支梁冲击性能的测定 第 1 部分：非仪器化冲击试验
- GB/T 1408.1—2016 绝缘材料 电气强度试验方法 第 1 部分：工频下试验
- GB/T 1409—2006 测量电气绝缘材料在工频、音频、高频（包括米波波长在内）下电容率和介质损耗因数的推荐方法
- GB/T 2408 塑料 燃烧性能的测定 水平法和垂直法
- GB/T 2411—2008 塑料和硬橡胶 使用硬度计测定压痕硬度（邵氏硬度）
- GB/T 3139—2005 纤维增强塑料导热系数试验方法
- GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 9723—2007 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则
- GB/T 9724—2007 化学试剂 pH 值测定通则
- GB/T 16597—2019 冶金产品分析方法 X 射线荧光光谱法通则

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

#### 飞边 flash and bleed

环氧塑封料在模塑过程中，溢入模具和框架结合面之间，并残留在框架上的剩余料。

### 3.2

#### 后固化 post mold cure

环氧塑封料在塑封结束后，将塑封完的材料放入 175 °C 热风循环烘箱中继续恒温一段时间，分子间的交联反应还会继续，固化度不断增加的过程。

## 4 一般要求

### 4.1 环境条件

除特殊规定以外,本文件试验按照如下条件进行:

- a) 温度:15℃~30℃;
- b) 相对湿度:20%~70%;
- c) 大气压力:86 kPa~106 kPa。

### 4.2 样品要求

除另有规定外,试样应为粉末状。试样应从冷库取出后在密封条件下室温放置 2 h,方可使用。

### 4.3 报告

除另有规定外,试验报告应包括下列内容:

- a) 测量方法;
- b) 测试温度;
- c) 样品描述,如:样品名称、型号、批号,生产日期及生产单位或送样单位等;
- d) 试验设备的名称、型号;
- e) 试样处理及试验环境条件;
- f) 试验日期及试验员;
- g) 测量结果。

## 5 外观检测

### 5.1 粉末环氧塑封料

将环氧塑封料粉末试样,置于自然光线或 250 lm 光线下,目测检查粉料内是否有杂质。

### 5.2 饼料环氧塑封料

将环氧塑封料饼料试样,置于自然光线或 250 lm 光线下,目测检查饼料表面是否有异物、是否缺损。

## 6 物理和化学性能测试

### 6.1 凝胶化时间

#### 6.1.1 方法原理

凝胶化时间是表征环氧塑封料反应活性的主要特性之一,环氧塑封料受热融化后聚合黏度升高,样品由黏流态变成凝胶态,所需的时间为凝胶化时间。

#### 6.1.2 设备和材料

设备和材料如下:

- a) 电热板(至少能加热并保持在 200℃);

- b) 秒表；
- c) 平铲或针状搅拌棒；
- d) 温度计(满足 150 °C~200 °C 测量范围,分度值为 0.1 °C)；
- e) 电子天平(分度值为 0.1 g)。

### 6.1.3 试样制备

把试样粉碎成粉末状。

### 6.1.4 测试步骤

测试步骤如下：

- a) 将电热板温度升到 175 °C(产品如有特殊要求按照要求温度进行)；
- b) 调整加热板温度设置,使温度计显示温度保持在 175 °C±1 °C；
- c) 取 0.5 g~1.5 g 样品放在电热板上,用平铲将其压制成 6 cm<sup>2</sup>~10 cm<sup>2</sup> 薄片；
- d) 当样品熔融且熔融体表面出现光泽时按下秒表开始计时；
- e) 用平铲对样品不断进行刮除并观察或用针状搅拌棒对样品不断进行搅拌并观察；
- f) 样品由熔融态变成凝胶态为终点,即停止计时,读出所需时间,即为样品的凝胶化时间；
- g) 同样操作重复测定三次取其平均值,结果取整数。

### 6.1.5 精密度

在重复性条件下获得的三次独立测定结果的绝对差值,不应超过算术平均值的 5%。

## 6.2 螺旋流动长度

### 6.2.1 方法原理

螺旋流动长度是反映环氧塑封料的流动性能。环氧塑封料在一定压力和温度条件下,在螺旋流动模内的流动距离为螺旋流动长度。

### 6.2.2 设备和材料

设备和材料如下：

- a) 传递模塑压力机,至少具有 200 mm×200 mm 的平台,推荐使用 15 t 以上传递模塑压力机；
- b) 标准螺旋流动金属模具(见图 1),表面硬度要求:淬火处理 HRC46~HRC50；
- c) 电子秤(分度值为 0.1 g)；
- d) 数显温度计,装有针式电偶(分度值为 1 °C)；
- e) 游标卡尺(分度值为 0.02 mm)。

### 6.2.3 试验条件

试验条件如下：

- a) 模具温度:175 °C±2 °C 或根据具体要求；
- b) 注塑速度:100 mm/s±25 mm/s；
- c) 合模压力:10 MPa±2 MPa；
- d) 注塑压力:6.90 MPa±0.17 MPa；
- e) 注塑头直径:4.2 cm±0.2 cm；
- f) 注塑固化时间:60 s~300 s,以环氧塑封料容易脱模为宜。

### 6.2.4 测试步骤

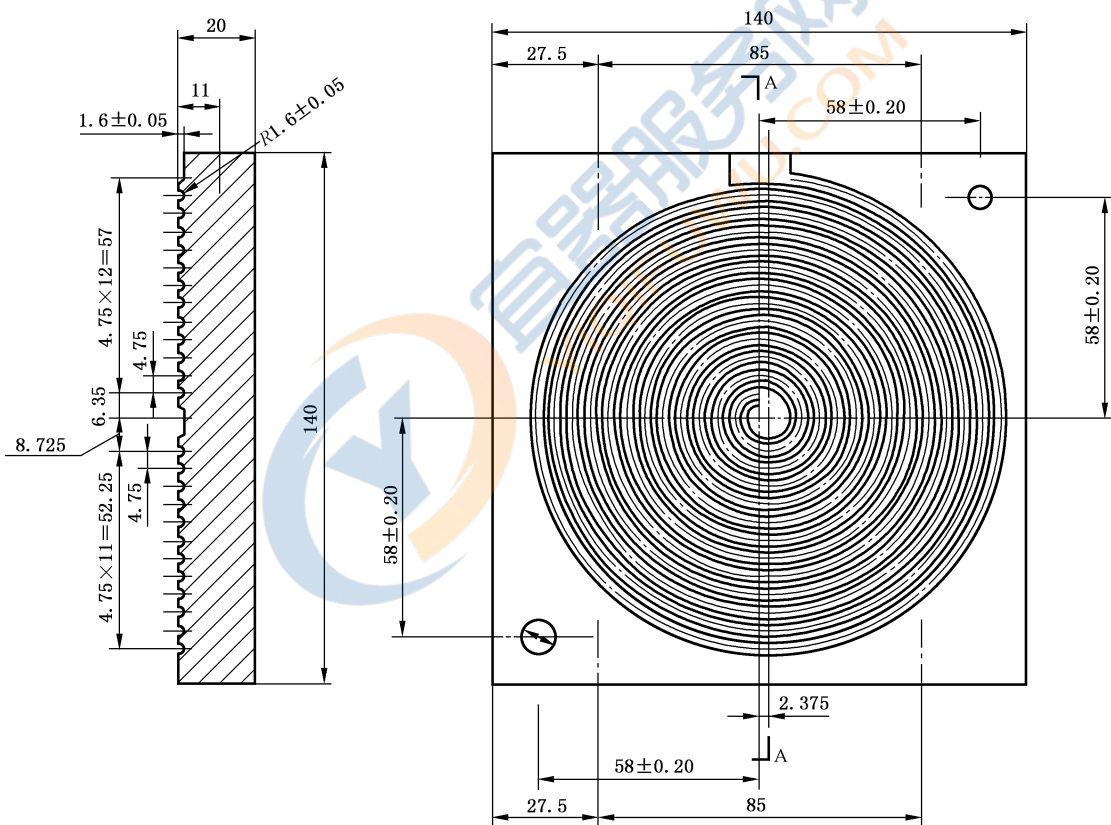
测试步骤如下：

- 当模具温度恒定在 175 °C 时(产品如有特殊要求,按照要求温度进行),称取 15 g~25 g 粉末状样品倒入模腔注塑,转进并开始计时;
- 自动开模后,取下模具并打开,当中心块余料厚度为 3.0 mm~5.0 mm 时,读取最长的连续点长度;
- 清理模具、模腔、上模板和注头上的残留试样,将模具放回压机上保温,以备下一次测试;
- 同样操作测试三次,取其平均值,结果取整数。

### 6.2.5 精密度

在重复性条件下获得的三次独立测定结果的绝对差值,不应超过算术平均值的 5%。

单位为毫米



注 1: 淬火处理 HRC46-HRC50。

注 2: 表面粗糙度为 1.6。

图 1 螺旋流动长度模具

## 6.3 飞边

### 6.3.1 方法原理

飞边是反映环氧塑封料的溢料性能。在规定的测试条件下,测试规定槽深模具间环氧塑封料的长



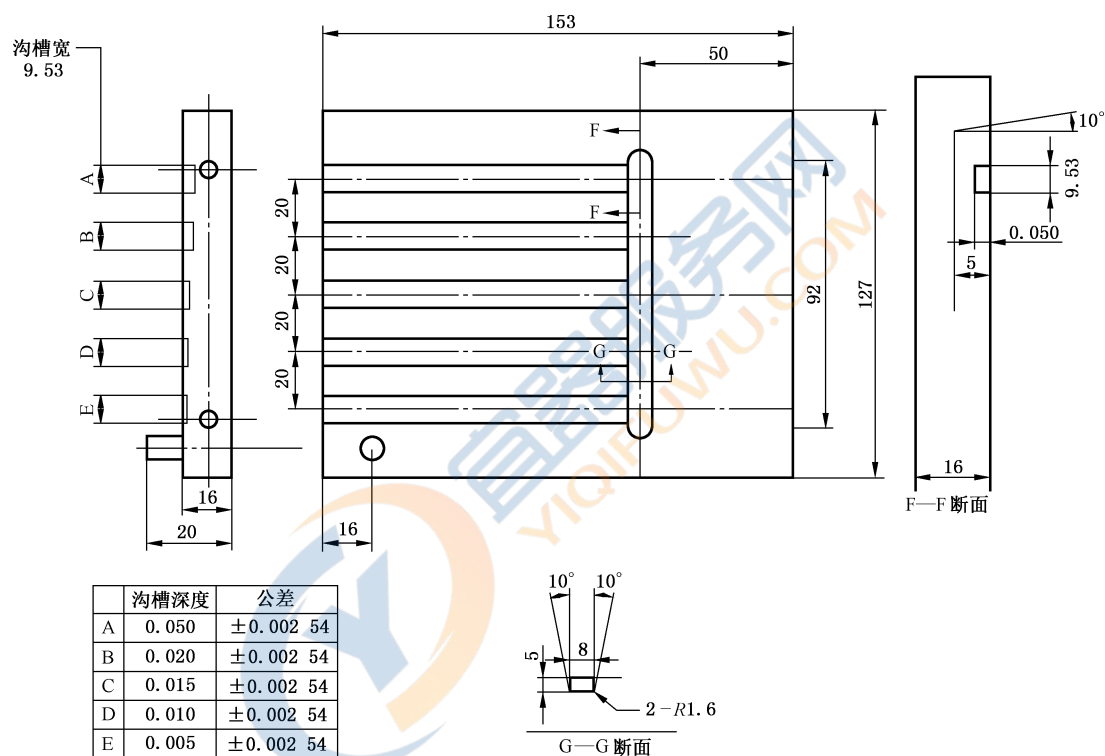
度,用以衡量不同环氧塑封料的飞边。

### 6.3.2 设备和材料

设备和材料如下:

- 传递模塑压力机,至少具有 200 mm×200 mm 的平面台,推荐使用 15 t 以上传递模塑压力机;
- 飞边模具(见图 2);
- 电子秤(分度值为 0.1 g);
- 游标卡尺(分度值为 0.02 mm);
- 数显温度计,装有针式电偶(分度值为 1 ℃)。

单位为毫米



沟槽说明:

- 沟槽面粗糙度 0.2;
- 平行度 0.012 7;
- 边部倒角 0.5°。

图 2 飞边模具

### 6.3.3 试验条件

试验条件如下:

- 模具温度:175 ℃±2 ℃或根据具体要求;
- 注塑速度:100 mm/s±25 mm/s;
- 合模压力:10 MPa±2 MPa;
- 注塑压力:6.90 MPa±0.17 MPa;
- 注塑头直径:4.2 cm±0.2 cm;
- 注塑固化时间:60 s~300 s,以环氧塑封料容易脱模为宜。

#### 6.3.4 测试步骤

测试步骤如下：

- a) 当模具温度恒定在 175 °C 时(产品如有特殊要求,按照要求温度进行),称取 15 g~25 g 粉末状样品倒入模腔注塑,转进并开始计时。
- b) 自动开模后,取下模具并打开,观察上下模的溢料情况,包括槽中的透明和半透明的溢料。分别测量每个槽内(0.005 mm 槽、0.010 mm 槽、0.015 mm 槽、0.02 mm 槽、0.05 mm 槽)最长的溢料长度。精确到 0.1 mm,记录每个结果。
- c) 清理模具、模腔、上模板和注塑头上的残留试样,将模具放回压机上保温,以备下一次测试。
- d) 同样操作测试三次,取其平均值,结果保留 1 位小数。

#### 6.3.5 精密度

在重复性条件下获得的三次独立测定结果的绝对差值,不应超过算术平均值的 10%。

### 6.4 热硬度

#### 6.4.1 方法原理

热硬度是反映环氧塑封料的固化程度。在规定的测试条件下,将邵氏 D 型硬度计压针压入开模后的环氧塑封料表面,读取硬度值。

#### 6.4.2 设备和材料

设备和材料如下：

- a) 传递模塑压力机,至少具有 200 mm×200 mm 的平台,推荐使用 15 t 以上传递模塑压力机；
- b) 邵氏 D 型硬度计(应符合 GB/T 2411—2008 第 4 章的要求)；
- c) 热硬度模具；
- d) 电子秤(分度值为 0.1 g)；
- e) 数显温度计,装有针式电偶(分度值为 1 °C)。

#### 6.4.3 试验条件

试验条件如下

- a) 试样尺寸要求:长度 60 mm±0.5 mm,宽度 20 mm±0.5 mm,厚度 5 mm±0.2 mm；
- b) 模具温度:175 °C±5 °C 或根据具体要求；
- c) 注塑速度:100 mm/s±25 mm/s；
- d) 合模压力:10 MPa±2 MPa；
- e) 注塑压力:6.90 MPa±0.17 MPa；
- f) 注塑头直径:4.2 cm±0.2 cm；
- g) 注塑固化时间:90 s 或其他指定时间。

#### 6.4.4 测试步骤

测试步骤如下：

- a) 当模具温度恒定在 175 °C 时(产品如有特殊要求,按照要求温度进行),称取 15 g~25 g 粉末状样品倒入模腔注塑,转进并开始计时;
- b) 开模后,10 s 内用硬度计对样品不同位置测量 3 次,压针距离样块边缘至少 6 mm;
- c) 清理模具、模腔、上模板和注头上的残留试样,将模具放回压机上保温,以备下一次测试;
- d) 同样操作测试三次,取其平均值,结果取整数。

#### 6.4.5 精密度

在重复性条件下获得的三次独立测定结果的绝对差值,不应超过算术平均值的 10%。

#### 6.5 密度

按 GB/T 1033.1—2008 的规定进行。

#### 6.6 导热系数

按 GB/T 3139—2005 的规定进行。

#### 6.7 黏度

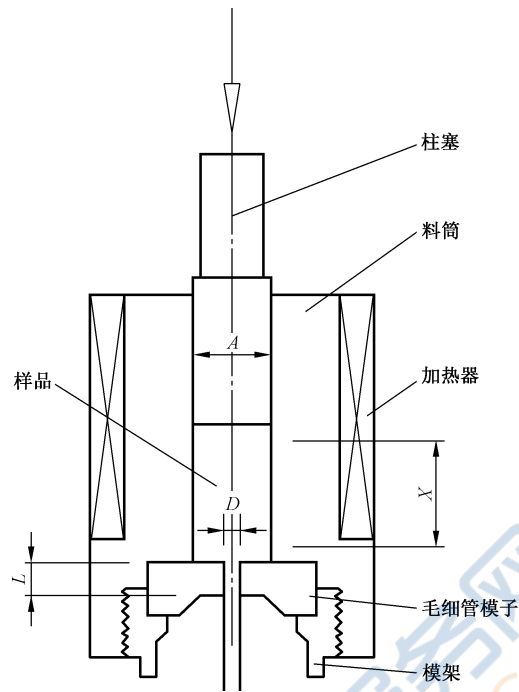
##### 6.7.1 方法原理

环氧塑封料为非牛顿流体,测试方法采用毛细管流变法。将样品放入料筒中加热,使之熔融并在活塞上施加一定的压力,使样品从毛细管中流出,根据样品流动速率求得样品的熔融黏度。

##### 6.7.2 设备和材料

设备和材料如下：

- a) 毛细管流变仪;
- b) 天平(分度值为 0.01 g);
- c) 制样工具;
- d) 毛细管孔径  $D=0.50\pm_{-0.01}^{+0.01}$  mm,毛细管长度  $L=1.0\pm_{-0.005}^{+0.005}$  mm(具体见图 3);
- e) 料筒内径  $11.329\pm_{-0}^{+0.05}$  mm;
- f) 柱塞直径  $11.282\pm_{-0}^{+0.002}$  mm。



说明：

$A$ ——柱塞截面积；

$D$ ——毛细管孔径；

$L$ ——毛细管长度；

$X$ ——检测时间  $t$  对应的柱塞的移动量。

图 3 毛细管流变仪构造示意图

### 6.7.3 试验条件

试验条件如下：

- 压缩空气压力： $0.4 \text{ MPa} \pm 0.05 \text{ MPa}$ ；
- 测试温度： $175 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ ；
- 测试压力： $0.98 \text{ MPa} \pm 0.004 \text{ 9 MPa}$ 。

### 6.7.4 测试步骤

测试步骤如下：

- 取 2 g 粉料，使用制样工具压成样块，样块直径  $11.282^{+0.002}$  mm，黏度较低样品可适当增加样品量；
- 将柱塞放入料筒内，仪器温度到达设定温度  $175 \text{ }^\circ\text{C}$  并稳定 30 min；
- 快速将试样放入柱塞和毛细管模子之间；
- 通过柱塞对试样施加  $0.98 \text{ MPa}$  的负荷，直至试样固化不再从毛细管流出；
- 测试结束后分析数据，在黏度-时间曲线中，找出最低点的黏度。

### 6.7.5 结果计算

6.7.5.1 通过柱塞在规定时间内位移按照公式(1)计算材料的流速:

$$Q = \frac{X}{10} \times \frac{A}{t} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- Q —— 材料的流速,单位为立方厘米每秒( $\text{cm}^3/\text{s}$ );
- X —— 检测时间  $t$  对应的柱塞的移动量,单位为毫米(mm);
- A —— 柱塞的截面积,单位为平方厘米( $\text{cm}^2$ );
- $t$  —— 检测时间,单位为秒(s)。

6.7.5.2 按照公式(2)计算出截面速度  $\gamma$ :

$$\gamma = \frac{32Q}{\pi D^3} \times 10^3 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- $\gamma$  —— 材料的截面速度,单位为负一次方秒( $\text{s}^{-1}$ );
- D —— 毛细管孔径,单位为毫米(mm)。

6.7.5.3 通过施加在试样上的载荷按照公式(3)计算出截面应力  $\tau$ :

$$\tau = \frac{pD}{4L} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- $\tau$  —— 材料的截面应力,单位为帕斯卡(Pa);
- $p$  —— 试验压力,单位为帕斯卡(Pa);
- D —— 毛细管孔径,单位为毫米(mm);
- L —— 毛细管长度,单位为毫米(mm)。

6.7.5.4 通过应力除以截面速度按照公式(4)计算出材料的黏度  $\eta$ :

$$\eta = \frac{\tau}{\gamma} = \frac{\pi D^4 p}{128 L Q} \times 10^{-3} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- $\eta$  —— 材料的黏度,单位为帕斯卡秒( $\text{Pa} \cdot \text{s}$ );
- $p$  —— 试验压力,单位为帕斯卡(Pa);
- D —— 毛细管孔径,单位为毫米(mm);
- L —— 毛细管长度,单位为毫米(mm);
- Q —— 材料的流速,单位为立方厘米每秒( $\text{cm}^3/\text{s}$ )。

### 6.7.6 精密度

在重复性条件下获得的三次独立测定结果的绝对差值,不应超过算术平均值的 20%。

### 6.7.7 报告

除 4.3 的规定外,试验报告还应包括:

- a) 黏度-时间曲线;
- b) 毛细管口模的孔径  $D$  和长度  $L$ ;
- c) 试验的压力。

## 6.8 玻璃化转变温度

### 6.8.1 动态热机械分析仪(DMA)法(弯曲模式)

#### 6.8.1.1 方法原理

玻璃化转变温度,指无定型聚合物(包括结晶型聚合物中的非结晶部分)玻璃态和高弹态之间相互转变温度。本方法使用动态热机械分析仪(DMA)在弯曲模式下测定环氧塑封料的玻璃化转变温度( $T_g$ )。

#### 6.8.1.2 设备和材料

设备和材料如下:

- a) 动态机械分析仪,附带弯曲夹具;
- b) 注塑压机及模具;
- c) 打磨砂纸,用于去除样块的毛刺;
- d) 游标卡尺,分度值为 0.01 mm;
- e) 热风循环烘箱,能保持温度  $175\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;
- f) 干燥器,能在  $23\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下保持相对湿度不大于 30%。

#### 6.8.1.3 试样制备

##### 6.8.1.3.1 试样制备条件

试样制备条件如下:

- a) 试样尺寸要求:长度  $60\text{ mm}\pm 0.5\text{ mm}$ ,宽度  $13\text{ mm}\pm 0.5\text{ mm}$ ,厚度  $3\text{ mm}\pm 0.1\text{ mm}$ ;
- b) 模具温度: $175\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 或根据具体要求;注塑速度: $100\text{ mm/s}\pm 25\text{ mm/s}$ ;
- c) 合模压力: $10\text{ MPa}\pm 2\text{ MPa}$ ;
- d) 注塑压力: $6.90\text{ MPa}\pm 0.17\text{ MPa}$ ;
- e) 注塑头直径: $4.2\text{ cm}\pm 0.2\text{ cm}$ ;
- f) 注塑固化时间: $60\text{ s}\sim 300\text{ s}$ ,以环氧塑封料容易脱模为宜。

##### 6.8.1.3.2 试样制备步骤

试样制备步骤如下:

- a) 当模具温度恒定在  $175\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时(产品如有特殊要求,按照要求温度进行),称取  $35\text{ g}\pm 5\text{ g}$ 粉末状样品倒入模腔注塑,转进并开始计时;
- b) 自动开模后,取下模具并打开,取出样块;
- c) 清理模具、模腔、上模板和注头上的残留试样,将模具放回压机上保温,以备下一次制样。

##### 6.8.1.3.3 试样预处理

把试样放在热风循环烘箱中, $175\text{ }^{\circ}\text{C}$ 后固化  $6\text{ h}\pm 15\text{ min}$ ,在干燥器中冷却至室温。

##### 6.8.1.3.4 试样外观检查

把试样置于自然光线或  $250\text{ lm}$ 光线下,目测检查,如有弯曲、裂缝、气孔等缺陷和不符合尺寸及制备要求的,应予作废;保证同批有 3 个有效试样。

#### 6.8.1.4 试验条件

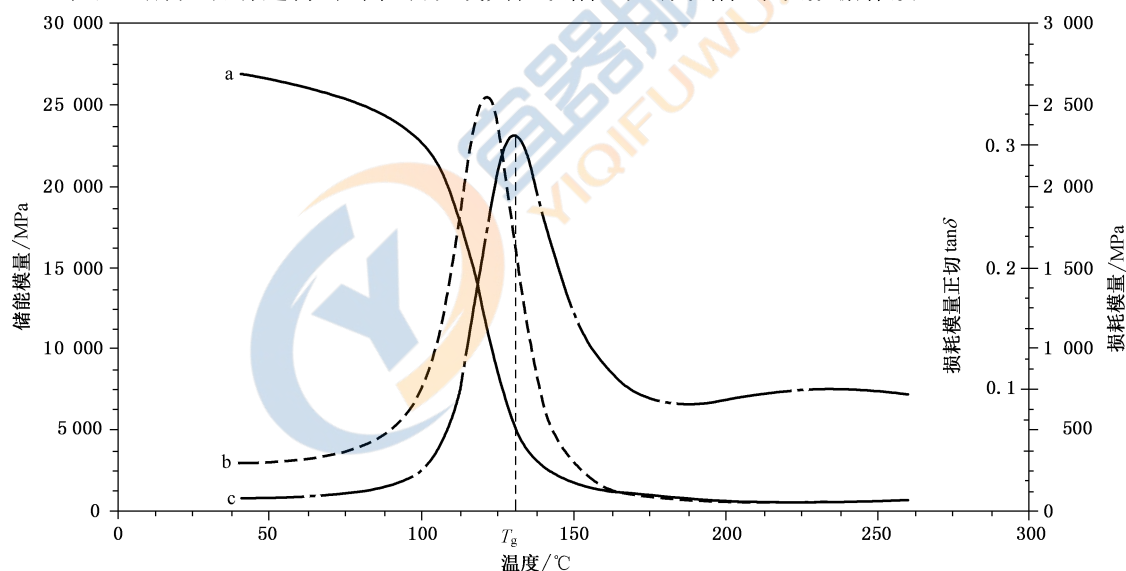
试验条件如下：

- 测试探头施加样品的压力:0.01 N；
- 起始温度:40 ℃,升温速度:5 ℃/min,终止温度推荐为 220 ℃,对于高玻璃化转变温度材料,终止温度宜设置在 300 ℃以上；
- 振幅:20 μm；
- 振动频率:1 Hz；
- 弯曲夹具跨距:50 mm。

#### 6.8.1.5 测试步骤

测试步骤如下：

- 数显游标卡尺测量试样的厚度和宽度,准确至 0.01 mm。将试样安装在动态机械分析仪弯曲夹具上,合上加热炉。
- 以 40 ℃为起始温度,升温速率为 5 ℃/min,终止温度 220 ℃,开始扫描。
- 扫描完成后绘出如图 4 所示的 DMA 测试曲线,读取损耗模量正切  $\tan\delta$  曲线的峰值温度作为  $T_g$ 。
- 检查试样是否有超荷、扭曲、裂纹或其他缺陷。如有缺陷,本次数据作废。



说明：

- 储能模量；
- 损耗模量；
- 损耗模量正切  $\tan\delta$ 。

图 4 玻璃化转变温度 DMA 测试曲线

#### 6.8.1.6 报告

除 4.3 的规定外,试验报告还应包括：

- 玻璃化转变温度,单位为摄氏度(℃)；
- 试样的预处理条件；
- 试样的尺寸:夹具跨距(mm)、厚度(mm)、宽度(mm)；

- d) 夹具类型；
- e) 测试频率、测试振幅；
- f) 升温速率；
- g) 玻璃化转变温度曲线(DMA)图。

## 6.8.2 热机械分析仪(TMA)探针法(Z轴法)

### 6.8.2.1 方法原理

玻璃化转变温度,指无定型聚合物(包括结晶型聚合物中的非结晶部分)玻璃态和高弹态之间相互转变温度。本方法使用热机械分析仪(TMA)在恒定的载荷作用下,绘制试样形变随温度变化的曲线,得出玻璃化转变温度( $T_g$ )。

### 6.8.2.2 设备和材料

设备和材料如下:

- a) 热机械分析仪,能在规定温度范围内测定 0.002 5 mm 以内的尺寸变化;
- b) 打磨砂纸,用于去除样块的毛刺;
- c) 热风循环烘箱,能保持温度  $175\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;
- d) 干燥器,能在  $23\text{ }^{\circ}\text{C}$  下保持相对湿度不大于 30%。

### 6.8.2.3 试样制备

#### 6.8.2.3.1 试样制备条件

试样制备条件如下:

- a) 试样尺寸要求:直径  $5\text{ mm}\pm 0.1\text{ mm}$ ,高度  $5\text{ mm}\pm 0.1\text{ mm}$ ;
- b) 模具温度: $175\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 或根据具体要求;注塑速度: $100\text{ mm/s}\pm 25\text{ mm/s}$ ;
- c) 合模压力: $10\text{ MPa}\pm 2\text{ MPa}$ ;
- d) 注塑压力: $6.90\text{ MPa}\pm 0.17\text{ MPa}$ ;
- e) 注塑头直径: $4.2\text{ cm}\pm 0.2\text{ cm}$ ;
- f) 注塑固化时间: $60\text{ s}\sim 300\text{ s}$ ,以环氧塑封料容易脱模为宜。

#### 6.8.2.3.2 试样制备步骤

试样制备步骤如下:

- a) 当模具温度恒定在  $175\text{ }^{\circ}\text{C}$  时(产品如有特殊要求,按照要求温度进行),称取  $25\text{ g}\pm 5\text{ g}$  粉末状样品倒入模腔注塑,转进并开始计时;
- b) 自动开模后,取下模具并打开,取出样块;
- c) 清理模具、模腔、上模板和注头上的残留试样,将模具放回压机上保温,以备下一次制样。

#### 6.8.2.3.3 试样预处理

把试样放在热风循环烘箱中, $175\text{ }^{\circ}\text{C}$  后固化  $6\text{ h}\pm 15\text{ min}$ ,在干燥器中冷却至室温。

#### 6.8.2.3.4 试样外观检查

把试样置于自然光线或 250 lm 光线下,目测检查,如有弯曲、裂缝、气孔等缺陷和不符合尺寸及制备要求的,应予作废;保证同批有 3 个有效试样。



#### 6.8.2.4 试验条件

试验条件如下：

- a) 测试探头施加样品的压力:0.001 N~0.1 N,宜为 0.05 N;
- b) 起始温度:20 ℃,升温速度:10 ℃/min,终止温度 220 ℃。

#### 6.8.2.5 测试步骤

测试步骤如下：

- a) 将试样安装在 TMA 样品台上,保证探头与试样及样品台间紧密接触,沿试样轴线方向施加压力;
- b) 以 20 ℃为起始温度,升温速率为 10 ℃/min,终止温度推荐为 220 ℃,对于高玻璃化转变温度材料,终止温度宜设置 300 ℃以上;
- c) 扫描完成后得到 TMA 测试曲线。在高于和低于转变温度各绘制切线,两切线交点处温度为玻璃化转变温度( $T_g$ ),见图 5。

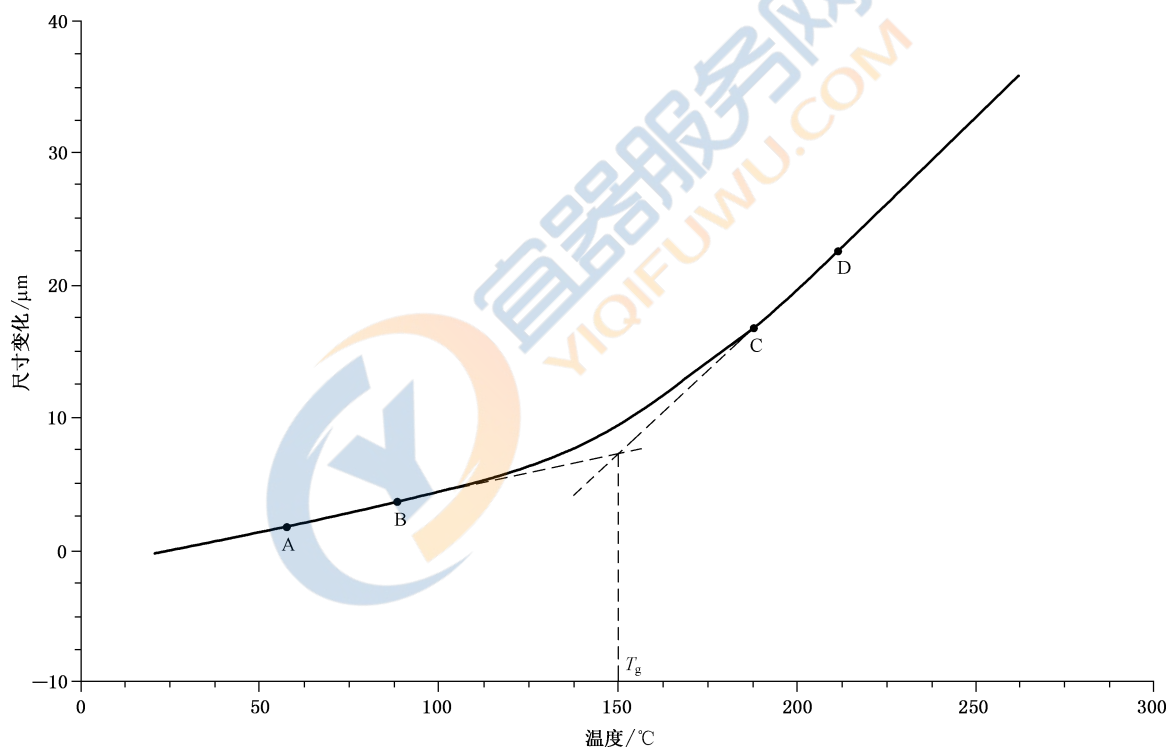


图 5 玻璃化转变温度 TMA 曲线(切线法)

#### 6.8.2.6 报告

除 4.3 的规定外,试验报告还应包括：

- a) 试样的预处理条件;
- b) 试样直径和高度,单位为毫米(mm);
- c) 升温速率、起始温度、终止温度;
- d) 玻璃化转变温度曲线(TMA)图。

## 6.9 线性热膨胀系数(TMA 探针法)

### 6.9.1 方法原理

线性热膨胀系数  $\alpha$ , 指在压强保持不变的情况下, 温度每升高  $1\text{ }^{\circ}\text{C}$  试样所变化的相应长度。线性热膨胀系数  $\alpha$  由样品尺寸变化与温度的关系曲线中直线部分的斜率确定。

### 6.9.2 设备和材料

同 6.8.2.2。

### 6.9.3 试样制备

同 6.8.2.3。

### 6.9.4 试验条件

同 6.8.2.4。

### 6.9.5 测试步骤

测试步骤如下:

- 将样品安装在 TMA 样品台上, 保证探头与样品及样品台间紧密接触, 沿试样轴线方向施加压力;
- 以  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$  为起始温度, 升温速率为  $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , 升温至  $220\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 开始扫描;
- 扫描后, 得到如图 6 厚度-温度 TMA 探针法测试曲线图, 在规定的温度范围内, 在相对于直线部分, 如玻璃化转变  $T_g$  前(A-B)段、玻璃化转变  $T_g$  后(C-D)段, 计算出各自的线性热膨胀系数。

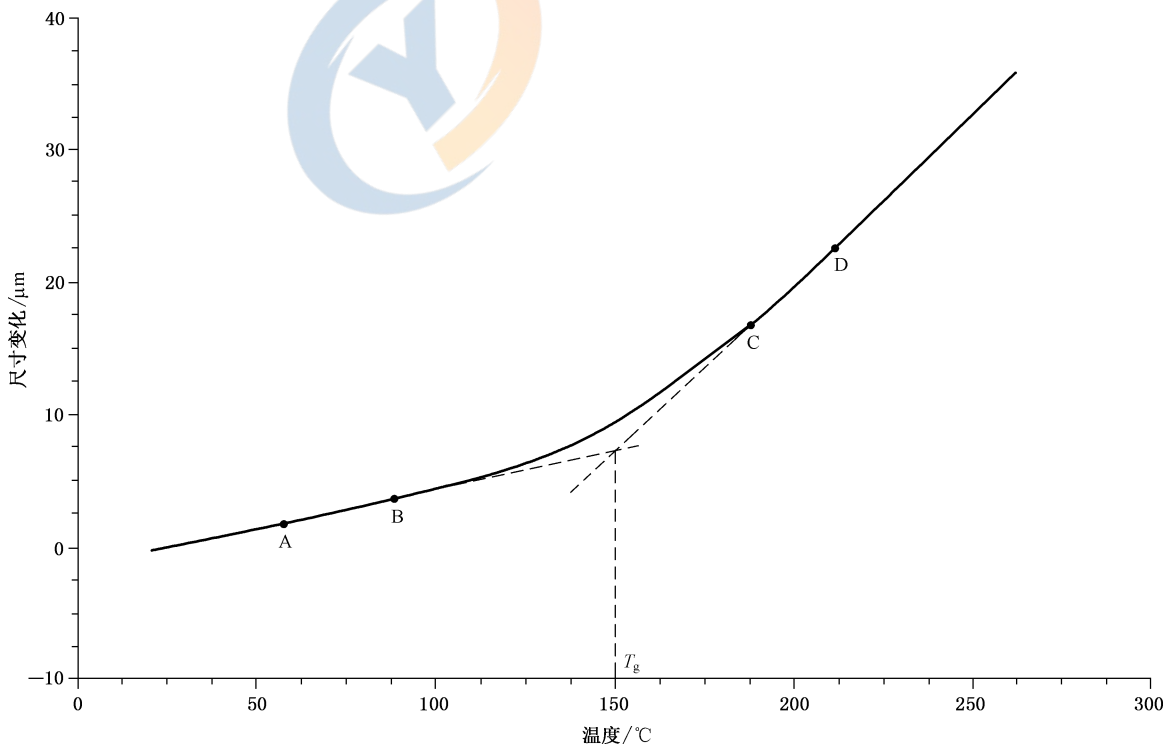


图 6 厚度-温度 TMA 探针法测试曲线图

## 6.9.6 结果计算

6.9.6.1 按公式(5)计算玻璃化转变温度  $T_g$  前的线性热膨胀系数:

$$\alpha_1 = \frac{H_B - H_A}{H_A \times (T_B - T_A)} \times 10^6 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- $\alpha_1$  ——玻璃化转变温度  $T_g$  前(如 A-B 段)的线性热膨胀系数,单位为微米每米摄氏度 [ $\mu\text{m}/(\text{m} \cdot ^\circ\text{C})$ ];
- $H_A$  ——曲线 A 点时试样厚度,单位为毫米(mm);
- $H_B$  ——曲线 B 点时试样厚度,单位为毫米(mm);
- $T_A$  ——曲线 A 点时温度,单位为摄氏度( $^\circ\text{C}$ );
- $T_B$  ——曲线 B 点时温度,单位为摄氏度( $^\circ\text{C}$ )。

6.9.6.2 按公式(6)计算玻璃化转变温度  $T_g$  后的线性热膨胀系数。

$$\alpha_2 = \frac{H_D - H_C}{H_C \times (T_D - T_C)} \times 10^6 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- $\alpha_2$  ——玻璃化转变温度  $T_g$  后(如 C-D 段)的线性热膨胀系数,单位为微米每米摄氏度 [ $\mu\text{m}/(\text{m} \cdot ^\circ\text{C})$ ];
- $H_C$  ——曲线 C 点时试样厚度,单位为毫米(mm);
- $H_D$  ——曲线 D 点时试样厚度,单位为毫米(mm);
- $T_C$  ——曲线 C 点时温度,单位为摄氏度( $^\circ\text{C}$ );
- $T_D$  ——曲线 D 点时温度,单位为摄氏度( $^\circ\text{C}$ )。

## 6.9.7 报告

除 4.3 的规定外,试验报告还应包括:

- a) 样品的初始厚度,单位为毫米(mm);
- b) 规定温度区域的线性热膨胀系数( $\alpha_1$ 、 $\alpha_2$ ),单位为微米每米摄氏度 [ $\mu\text{m}/(\text{m} \cdot ^\circ\text{C})$ ];
- c) 升温速率、起始温度、终止温度;
- d) 厚度-温度 TMA(探针法)测试曲线。

## 6.10 吸水率

### 6.10.1 方法原理

吸水率反映环氧塑封料在高温高湿环境中的吸水特性;先将试样烘干后称重,再将试样放在规定的温度和湿度条件下,放置规定的时间后称重,根据前后的质量差来计算吸水率。

### 6.10.2 设备和材料

设备和材料如下:

- a) 恒温恒湿箱;
- b) 高压蒸煮设备;
- c) 分析天平(分度值为 0.000 1 g);
- d) 传递模塑压力机,至少具有 200 mm×200 mm 的平面台,推荐使用 15 t 以上传递模塑压力机;
- e) 金属模具;
- f) 电子秤(分度值为 0.1 g);
- g) 数显温度计,装有针式电偶(分度值为 1  $^\circ\text{C}$ );

- h) 热风循环烘箱,能保持温度  $175\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  和  $125\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;
- i) 干燥器,能在  $23\text{ }^{\circ}\text{C}$  下保持相对湿度不大于 30%;
- j) 滤纸。

### 6.10.3 试样制备

#### 6.10.3.1 试样制备条件

试样制备条件如下:

- a) 试样尺寸要求:直径:  $50\text{ mm}\pm 1\text{ mm}$ ,厚度:  $3\text{ mm}\pm 0.2\text{ mm}$ ;
- b) 模具温度:  $175\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  或根据具体要求;
- c) 注塑速度:  $100\text{ mm/s}\pm 25\text{ mm/s}$ ;
- d) 合模压力:  $10\text{ MPa}\pm 2\text{ MPa}$ ;
- e) 注塑压力:  $6.90\text{ MPa}\pm 0.17\text{ MPa}$ ;
- f) 注塑头直径:  $4.2\text{ cm}\pm 0.2\text{ cm}$ ;
- g) 注塑固化时间:  $60\text{ s}\sim 300\text{ s}$ ,以环氧塑封料容易脱模为宜。

#### 6.10.3.2 试样制备步骤

试样制备步骤如下:

- a) 当模具温度恒定在  $175\text{ }^{\circ}\text{C}$  时(产品如有特殊要求,按照要求温度进行),称取  $65\text{ g}\pm 5\text{ g}$  粉末状样品倒入模腔注塑,转进并开始计时;
- b) 自动开模后,取下模具并打开,取出样块;
- c) 清理模具、模腔、上模板和注头上的残留试样,将模具放回压机上保温,以备下一次制样。

#### 6.10.3.3 试样预处理

把试样放在热风循环烘箱中,  $175\text{ }^{\circ}\text{C}$  后固化  $6\text{ h}\pm 15\text{ min}$ ,在干燥器中冷却至室温。

#### 6.10.3.4 试样外观检查

把试样置于自然光线或  $250\text{ lm}$  光线下,目测检查,如有弯曲、裂缝、气孔等缺陷和不符合尺寸及制备要求的,应予作废;保证同批有 3 个有效试样。

### 6.10.4 测试步骤

测试步骤如下:

- a) 将试样放入热风循环烘箱,条件:  $125\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $24\text{ h}$ ;
- b) 时间到达后,将试样从热风循环烘箱中取出,放入干燥器中冷却至室温;
- c) 称量样品的质量为  $m_1$ ,准确至  $0.000\text{ 1 g}$ ;
- d) 将样品放入温度:  $85\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,相对湿度: 85% 的恒温恒湿箱中吸潮  $168\text{ h}$  或者将样品放入  $202\text{ 650 Pa}$  (2 个大气压),  $121\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,相对湿度 100% 的恒温恒湿箱中吸潮  $24\text{ h}$ ;
- e) 时间到达后取出样品,用滤纸擦干,称量样品质量为  $m_2$ ,准确至  $0.000\text{ 1 g}$ 。

### 6.10.5 结果计算

按照公式(7)计算出样品的吸水率:

$$\omega = \frac{m_2 - m_1}{m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中：

$w$  ——试样的吸水率；

$m_1$  ——烘过的试样质量,单位为克(g)；

$m_2$  ——吸水后的试样质量,单位为克(g)。

#### 6.10.6 精密度

在重复性条件下获得的三次独立测定结果的绝对差值,不应超过算术平均值的1%。

#### 6.11 阻燃性

按 GB/T 2408 的规定进行。

#### 6.12 电导率(萃取水溶液)

##### 6.12.1 方法原理

将环氧塑封料粉末放入去离子水中,在煮沸状态下进行萃取,得到萃取液。将电导仪电极放到萃取溶液中,在极板的两端加上一定的电势(通常为正弦波电压),然后测量极板间流过的电流,根据欧姆定律,测出电导率。

##### 6.12.2 萃取液的制备

###### 6.12.2.1 萃取的设备和材料

萃取的设备和材料如下：

- a) 电炉；
- b) 加热板；
- c) 冷凝管；
- d) 磨口锥形瓶(250 mL)；
- e) 量筒(100 mL)；
- f) 小烧杯(100 mL)；
- g) 分析天平(分度值为 0.000 1 g)；
- h) 加盖培养皿；
- i) 中速定量滤纸(孔径:30  $\mu\text{m}$ ~50  $\mu\text{m}$ )；
- j) 标准试验筛 600  $\mu\text{m}$ (30 目),标准试验筛 212  $\mu\text{m}$ (70 目)；
- k) 热风循环烘箱；
- l) 纯水(电导率 $\leq 0.10 \mu\text{S}/\text{cm}$ )或符合 GB/T 6682—2008 规定的二级水。

###### 6.12.2.2 萃取的样品处理

萃取的样品处理如下：

- a) 用 600  $\mu\text{m}$ (30 目)和 212  $\mu\text{m}$ (70 目)标准试验筛来筛选没有固化成型的粉料,选用 600  $\mu\text{m}$ (30 目)到 212  $\mu\text{m}$ (70 目)之间的粉料；
- b) 称取 11.00 g 上述粉料倒入培养皿中；
- c) 斜放培养皿的盖子；
- d) 把样品放在已经恒温(175  $^{\circ}\text{C}$ )的热风循环烘箱内,烘 6 h $\pm$ 15 min。

###### 6.12.2.3 萃取步骤

萃取步骤如下：

- a) 安装支架并接上干净的冷凝管；
- b) 用量筒量取 100 mL 纯水到锥形瓶中。将锥形瓶放到加热电板上接上冷凝管萃取 30 min(锥形瓶水煮沸开始计时)；
- c) 冷却后用电导率仪分别测取其电导率,电导率 $<1.5 \mu\text{S}/\text{cm}$ ,锥形瓶、冷凝管方可使用；
- d) 称取按 6.12.2.2 处理过的样品 10.00 g 放入锥形瓶中；
- e) 用量筒分别量取 100 mL 纯水到装有 10.00 g 样品的锥形瓶中,将锥形瓶放到加热板上接上冷凝管萃取 20 h(锥形瓶水煮沸开始计时)；
- f) 用纯水清洗定量滤纸,直至过滤后的水的电导率 $<1.5 \mu\text{S}/\text{cm}$ ；
- g) 萃取结束后冷却样品,用清洗过的滤纸过滤样品至小烧杯中。

注：萃取过程需做空白试样。

### 6.12.3 设备和材料

设备和材料如下：

- a) 电导率仪：具可调节量程设定和温度校正功能,仪器测量误差不超过 $\pm 1\%$ ；
- b) 电极(电极常数  $0.1 \text{ cm}^{-1}$ )；
- c) 纯水(电导率 $\leq 0.10 \mu\text{S}/\text{cm}$ )或符合 GB/T 6682—2008 规定的二级水。

### 6.12.4 试样溶液的测定

试样溶液测定步骤如下：

- a) 用纯水冲洗电极数次,再用待测的萃取液冲洗电极。
- b) 将电极和温度传感器放入待测萃取液中,按照电导率的使用说明要求,将温度补偿设置为自动补偿,测定试样溶液的电导率。直接从电导率仪上读取电导率值。

### 6.12.5 实验室空白试样的测定

按照与试样溶液的测定相同步骤(见 6.12.4)测定实验室空白试样的电导率。

### 6.12.6 结果计算

按照公式(8)计算试样的电导率：

$$K_0 = K_1 - K_2 \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中：

- $K_0$ ——试样电导率,单位为微西门子每厘米( $\mu\text{S}/\text{cm}$ )；
- $K_1$ ——试样溶液电导率,单位为微西门子每厘米( $\mu\text{S}/\text{cm}$ )；
- $K_2$ ——空白溶液电导率,单位为微西门子每厘米( $\mu\text{S}/\text{cm}$ )。

### 6.12.7 精密度

一般在测定次数不少于 6 次的情况下,相对标准偏差应不大于 1%。

## 6.13 pH 值(萃取水溶液)

### 6.13.1 方法原理

将环氧塑封料粉末放入去离子水中,在煮沸状态下进行萃取,得到萃取液。将规定的电极浸入被测溶液中,即可得出萃取液的 pH 值。

### 6.13.2 设备和材料

设备和材料如下：

- a) 电炉；
- b) 加热板；
- c) 冷凝管；
- d) 磨口锥形瓶(250 mL)；
- e) 量筒(100 mL)；
- f) 小烧杯(100 mL)；
- g) 分析天平(分度值为 0.000 1 g)；
- h) 加盖培养皿；
- i) 中速定量滤纸(孔径:30  $\mu\text{m}$ ~50  $\mu\text{m}$ )；
- j) 标准试验筛 600  $\mu\text{m}$ (30 目),标准试验筛 212  $\mu\text{m}$ (70 目)；
- k) 热风循环烘箱；
- l) pH 计,准确度为 0.01 级,仪器应有温度补偿系统；
- m) pH 基准试剂(邻苯二甲酸盐标准缓冲溶液、磷酸盐标准缓冲溶液)；
- n) 纯水(电导率 $\leq 0.10 \mu\text{S}/\text{cm}$ )或符合 GB/T 6682—2008 规定的二级水。

### 6.13.3 试样制备

试样制备方法如下：

- a) pH 基准试剂按 GB/T 9724—2007 第 4 章进行配制；
- b) 萃取液的制备按 6.12.2 进行。

### 6.13.4 试样溶液的测定

试样溶液的测定步骤如下：

- a) 将 pH 计的温度补偿设置为自动补偿,分别用邻苯二甲酸盐标准缓冲溶液和磷酸盐标准缓冲溶液,在测定温度(25  $^{\circ}\text{C} \pm 1 ^{\circ}\text{C}$ )下校正 pH 计,两标准缓冲溶液校准的误差不应大于 0.1；
- b) 用纯水冲洗电极数次,再用待测的试样溶液冲洗电极；
- c) 将 pH 计的温度补偿设置为自动补偿,调节试样溶液的温度至 25  $^{\circ}\text{C} \pm 1 ^{\circ}\text{C}$ ,测定试样溶液的 pH 值,测得的 pH 值读数至少稳定 1 min,结果精确至 0.01；
- d) 同一试样萃取液分成两份,分别测定,结果取平均值。

### 6.13.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过 $\pm 0.02$ 。

## 6.14 钠离子含量(萃取水溶液)

### 6.14.1 方法原理

将环氧塑封料研磨成规定的颗粒,放入去离子水中,在煮沸状态下进行萃取,得到萃取液。将萃取液导入原子吸收光谱仪中,经火焰原子化,在 589.0 nm 处测定吸光度,在一定浓度范围内钠元素的吸光度值与钠含量成正比,与标准系列比较定量。

### 6.14.2 设备和材料

设备和材料如下：

- a) 原子吸收光谱仪应符合 GB/T 9723—2007 中第 6 章的规定；
- b) 高纯乙炔；
- c) 高纯氧气；
- d) 电炉；
- e) 加热板；
- f) 冷凝管；
- g) 磨口锥形瓶(250 mL)；
- h) 量筒(100 mL)；
- i) 小烧杯(100 mL)；
- j) 分析天平(分度值为 0.000 1 g)；
- k) 加盖培养皿；
- l) 中速定量滤纸(孔径:30  $\mu\text{m}$ ~50  $\mu\text{m}$ )；
- m) 标准试验筛[600  $\mu\text{m}$ (30 目),212  $\mu\text{m}$ (70 目)]；
- n) 热风循环烘箱；
- o) 纯水(电导率 $\leq 0.10 \mu\text{S}/\text{cm}$ )或符合 GB/T 6682—2008 规定的二级水。

#### 6.14.3 试样处理

萃取液的制备参考 6.12.2。

#### 6.14.4 标准品

氯化钠[NaCl, CAS 号:7647-14-5],纯度 99.99%,或经国家认证并授予标准物质证书的一定浓度的钠标准溶液。

#### 6.14.5 钠标准溶液的配制

钠标准溶液配制如下:

- a) 称取 0.254 3 g(称准至 0.000 1 g)氯化钠试样置于烧杯中溶解后,转移至 1 000 mL 容量瓶中,烧杯刷洗三次,洗液一并转入容量瓶中,纯水定容至刻度线,即 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的钠标准溶液；
- b) 吸取 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$  钠标准溶液 10 mL 置于 100 mL 容量瓶内,纯水定容至刻度,即 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的钠标准溶液；
- c) 吸取 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的钠标准溶液 1 mL 置于 100 mL 容量瓶内,纯水定容至刻度,即 0.1  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的钠标准溶液；
- d) 吸取 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的钠标准溶液 5 mL 置于 100 mL 的容量瓶中,纯水定容至刻度,即得 0.5  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的钠标准溶液；
- e) 吸取 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的钠标准溶液 1 mL 置于 100 mL 的容量瓶中,纯水定容至刻度,即得 1.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的钠标准溶液。

#### 6.14.6 仪器条件

按照仪器制造商操作手册设置并运行火焰原子吸收光谱仪,表 1 所示仪器操作条件可供参考,采用其他条件应验证其适用性。



表 1 火焰原子吸收光谱法仪器参考条件

| 元素 | 波长<br>nm | 狭缝<br>nm | 灯电流<br>mA | 燃烧头高度<br>mm | 乙炔流量<br>L/min |
|----|----------|----------|-----------|-------------|---------------|
| 钠  | 589.0    | 0.2      | 5~10      | 7           | 1.1           |

#### 6.14.7 标准工作曲线的制作

分别吸取空白试验溶液, 0.1  $\mu\text{g/mL}$  钠标准溶液、0.5  $\mu\text{g/mL}$  钠标准溶液和 1.0  $\mu\text{g/mL}$  钠标准溶液, 按照质量浓度由低到高的顺序分别导入火焰原子化器, 原子化后测其吸光度, 以标准溶液的质量浓度为横坐标, 标准溶液的吸光度减去空白试验溶液的吸光度为纵坐标  $A$ , 制作原子吸收标准曲线, 具体见图 7。原子吸收标准曲线的相关系数应该在 0.995 以上, 否则, 应重新制作标准曲线。

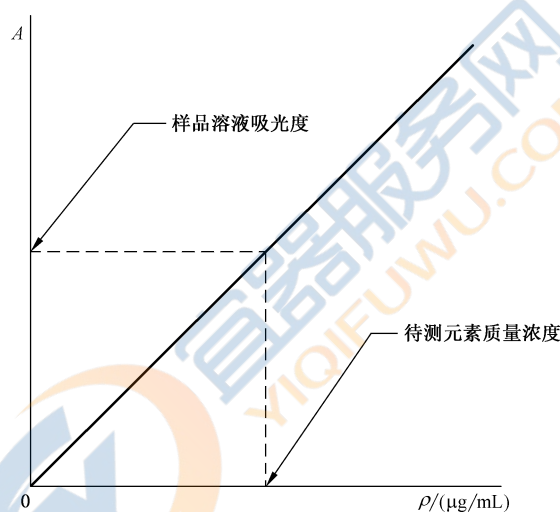


图 7 原子吸收标准工作曲线

#### 6.14.8 试样溶液的测定

分别吸取空白试验溶液和试样溶液导入火焰原子化器, 原子化后测其吸光度, 在工作曲线上查得试样溶液的吸光度减去空白溶液的吸光度所对应的试样溶液中待测钠元素的质量浓度。

#### 6.14.9 结果计算

试样中钠离子的含量按公式(9)计算:

$$w = \frac{\rho \times V}{m} \dots\dots\dots (9)$$

式中:

$w$  —— 试样中钠离子的含量, 单位为微克每克 ( $\mu\text{g/g}$ );

$\rho$  —— 由曲线上查出被测钠元素的质量浓度数值, 单位为微克每毫升 ( $\mu\text{g/mL}$ );

$V$  —— 试样溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

$m$  —— 试样质量的数值, 单位为克 (g)。

#### 6.14.10 精密度

一般在测定次数不少于 11 次的情况下,相对标准偏差应不大于 5%。在制定产品标准时,应符合精密度的要求。

#### 6.15 氯离子含量、溴离子含量(萃取水溶液)

##### 6.15.1 方法原理

将环氧密封胶研磨成规定的颗粒,放入去离子水中,在煮沸状态下进行萃取,得到萃取液。利用各种离子性化合物与固定相表面离子性功能基团之间电荷的相互作用(离子交换)的差异来分离,利用保留时间来定性,对比样品与标液峰高、峰面积来定量的成分分析方法。

##### 6.15.2 设备和材料

设备和材料如下:

- a) 超纯水(电导率  $<0.055\ 0\ \mu\text{S}/\text{cm}$ );
- b) 注射器;
- c) 针头过滤器;
- d) 100 mL 烧杯;
- e) 离子色谱仪。

##### 6.15.3 试样制备

萃取液的制备参考 6.12.2。

##### 6.15.4 标准品

标准品如下:

- a) 氯离子标准贮备液(1 000  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):购买有证标准溶液或按 GB/T 602—2002 规定制备;
- b) 溴离子标准贮备液(1 000  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):购买有证标准溶液或按 GB/T 602—2002 规定制备。

##### 6.15.5 氯标准溶液、溴标准溶液的配制

移取氯离子标准贮备液和溴离子标准贮备液稀释后,得到氯离子、溴离子混合标准工作溶液;混合标准工作溶液中氯离子的浓度分别为 0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.01  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.1  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.5  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、1  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、10  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ;混合标准工作溶液中溴离子的浓度分别为 0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.01  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.1  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.5  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、1  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、10  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

##### 6.15.6 淋洗液的制备

淋洗液制备步骤如下:

- a) 称取 0.339 2 g  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ (GR)和 0.084 g  $\text{NaHCO}_3$ (GR)置于烧杯中溶解后,转移至 1 000 mL 容量瓶中,烧杯刷洗三次,洗液一并转入容量瓶中,用超纯水(电导率  $<0.055\ 0\ \mu\text{S}/\text{cm}$ )定容至刻度线,备用;
- b) 用镊子夹取一片过滤膜(0.45  $\mu\text{m}$  的微孔过滤膜)置于砂芯漏斗上,贴紧(无气泡),用配好的淋洗液润洗抽滤装置 1 次~2 次,搭配好抽滤装置;
- c) 开启真空泵,将淋洗液倒入砂芯漏斗,进行抽滤;
- d) 抽滤结束后,将淋洗液转移至仪器淋洗液容器内,查看管路中是否有气泡,若有,拧松排气阀,

用注射器抽取气泡后再拧紧。

#### 6.15.7 再生液的制备

量取 4 mL 的浓硫酸置于烧杯中稀释后,转移至 1 000 mL 容量瓶中,烧杯刷洗三次,洗液一并转入容量瓶中定容,使用配置好再生液清洗再生容器 1 次~2 次后,将再生液转移到再生液容器内。

#### 6.15.8 参考色谱条件

参考色谱条件如下:

- a) 色谱柱: Metrosep A Supp 5-150/4.0 型阴离子分离柱和 Metrosep A Supp 4/6 Guard /4.0 保护柱;
- b) 检测器: 电导检测器;
- c) 电导池温度: 40 °C;
- d) 淋洗时间: 17 min;
- e) 淋洗流速: 0.7 mL/min;
- f) 电导池常数: 15.9 cm<sup>-1</sup>;
- g) 进样体积: 20 μL。

#### 6.15.9 基线校准

按照仪器说明书要求,连接好仪器,开机预热,待仪器稳定后记录至少 30 min 基线;基线背景电导率在 16 μS/cm ± 2 μS/cm,基线应平滑无倒峰,如出现异常,检查仪器,排除故障。

#### 6.15.10 标准工作曲线的制作

分别吸取空白试验溶液、0.01 μg/mL 标准溶液、0.1 μg/mL 标准溶液、0.5 μg/mL 标准溶液、1.0 μg/mL 标准溶液、10.0 μg/mL 标准溶液,按照质量浓度由低到高的顺序分别取 2 mL 用注射器进样,通过色谱图记录相应的峰面积  $A$ ,以氯离子和溴离子标准溶液质量浓度为横坐标,以相应的峰面积为纵坐标,制作离子色谱标准工作曲线,具体见图 8。离子色谱标准曲线的相关系数应在 0.995 以上,否则,应重新制作标准曲线。

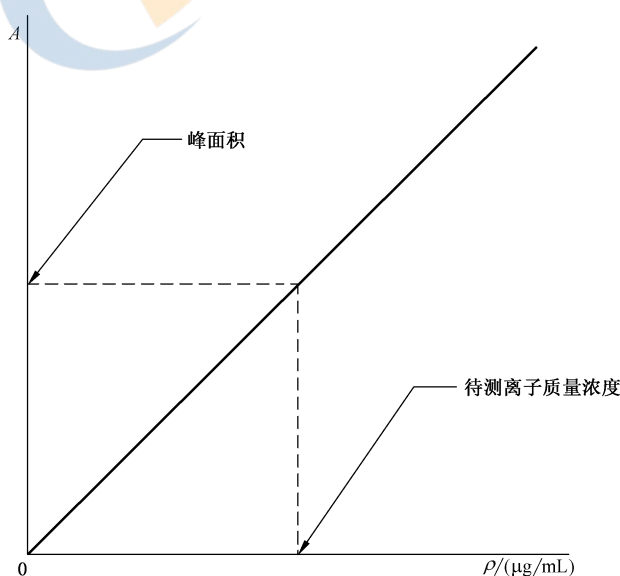


图 8 离子色谱标准工作曲线

### 6.15.11 试样溶液的测定

将空白溶液和试样溶液分别取 2 mL 用注射器进样,通过色谱图记录相应的峰面积,与标准系列比较定量。

试样溶液中待测物的响应值应在标准线性范围之内。当试样中氯离子、溴离子的响应值超出方法的线性范围上限时,可将试液进行稀释后进行测定,或减少称样量再进行萃取与测定。

### 6.15.12 结果计算

试样中氯离子或溴离子的含量按公式(10)计算:

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V}{m} \dots\dots\dots(10)$$

式中:

- X —— 试样中氯离子或溴离子的含量,单位为微克每克( $\mu\text{g/g}$ );
- $\rho$  —— 曲线上查出被测试液中氯离子或溴离子质量浓度的数值,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );
- $\rho_0$  —— 曲线上查出被空白溶液中氯离子或溴离子的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );
- V —— 样品溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- m —— 样品质量的数值,单位为克(g)。

### 6.15.13 精密度

一般在测定次数不少于 11 次的情况下,相对标准偏差应不大于 5%。在制定产品标准时,应符合精密度的要求。

## 6.16 溴含量、铈含量、氯含量

### 6.16.1 方法原理

分析样品被激发源激发发出特征 X 射线,用具有一定能量分辨率的 X 射线探测器,探测样品所发出的各种能量特征 X 射线,探测器输出信号幅度与接收到的 X 射线能量成正比。根据能量的大小及强度,对样品进行定性及定量分析。

### 6.16.2 设备和材料

设备和材料如下:

- a) X 射线荧光光谱仪,要求符合 GB/T 16597—2019 规定并经计量合格的仪器,光谱仪基本组成包括 X 射线激发源(X 光管)、放置样品的样品室、X 射线检测、数据处理系统和仪器控制系统;
- b) 溴、铈、氯的有证的标准物质;
- c) 样品杯,迈拉膜。

### 6.16.3 试验条件

试验条件如下:

- a) 固体样块厚度 $\geq 3$  mm;
- b) 液体或粉末样品深度 $\geq 5$  mm。

### 6.16.4 光谱仪器的准备

按照仪器的操作规程开启仪器,并预热仪器直至仪器稳定。

## 6.16.5 仪器校准

### 6.16.5.1 能量和强度校准

按照仪器使用说明书要求,选用仪器厂家推荐的标准物质对仪器进行强度检查和能量检查。测试通过,进行正常的测试分析。

### 6.16.5.2 管理标准物质校准

按照仪器使用说明书要求,使用 6.16.2b)规定的标准物质进行测试。通过定量值与标准偏差( $\sigma$ )进行判断:

- |  |     |
|--|-----|
| a) 定量值 $-3\sigma >$ 管理基准值                    | 不合格 |
| b) 定量值 $-3\sigma <$ 管理基准值 $<$ 定量值 $+3\sigma$ | 灰色区 |
| c) 定量值 $+3\sigma <$ 管理基准值                    | 合格  |

若测试结果不合格,则需要对设备进行背景校正、校准曲线系数校正、漂移系数校正、灵敏度系数校正;通过设置合适的参数、更新校准曲线系数、更新漂移系数及更新灵敏度系数等确保仪器恢复到正常使用状态,恢复到合格范围内。

## 6.16.6 测试步骤

测试步骤如下:

- 将样品放在测试窗上,确保样品在射线测量区域内;
- 根据测试项目选择合适的测试条件;
- 对每个样品不同部位测试三次,取平均值;
- 为保证不同时间的检测数据都准确可靠,要求最多每隔 20 个样品或每半小时穿插一个稳定的校准样品作为测试样对整个测试过程进行监控,如监控样测试结果不合格,需按照 6.16.5 进行校准。

## 6.16.7 结果计算

X 射线荧光光谱仪(XRF)根据光谱信号强度,自动计算并显示样品中待测物质的含量,单位为毫克每千克(mg/kg)。

## 6.17 灰分

### 6.17.1 方法原理

称取一定质量的环氧塑封料粉末进行灼烧,将有机物完全分解,称量灼烧前后的质量,通过计算得出灰分。

### 6.17.2 设备和材料

设备和材料如下:

- 马弗炉,温度能控制在  $750\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  范围内;
- 30 mL 陶瓷坩埚;
- 天平(分度值为 0.1 mg);
- 干燥器,能在  $23\text{ }^{\circ}\text{C}$  下保持相对湿度不大于 30%。

### 6.17.3 测试步骤

测试步骤如下：

- a) 称量干净的坩埚质量,记录数据为  $m_1$  (新坩埚应灼烧至两次称量之差不超过 0.3 mg)；
- b) 在坩埚中称取  $2.5\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$  的样品,记录数据为  $m_2$ ；
- c) 将马弗炉置于通风橱中,设置温度为  $750\text{ }^\circ\text{C} \pm 5\text{ }^\circ\text{C}$ ,启动加热；
- d) 当温度达到设定温度时开始计时加热 3 h；
- e) 时间到达后,等待 30 min 后,取出坩埚,放入干燥器冷却 30 min,取出并称量坩埚与灰分质量；
- f) 将坩埚置于马弗炉中重复步骤 c)~e),直至质量变化不超过 0.5 mg,记录较小称量值为  $m_3$ 。

### 6.17.4 结果计算

灰分以质量分数计,数值以 % 表示,按公式(11)计算：

$$\tau_{\text{ash}} = \frac{m_3 - m_1}{m_2} \times 100\% \dots\dots\dots (11)$$

式中：

- $\tau_{\text{ash}}$  —— 灰分；
- $m_1$  —— 坩埚的质量,单位为克(g)；
- $m_2$  —— 试样的质量,单位为克(g)；
- $m_3$  —— 所得灰分质量和坩埚的质量,单位为克(g)。

### 6.17.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值,不应超过算术平均值的 1%。

## 6.18 铀含量

**警告:**使用本文件的人员应有正规实验室工作的实验经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

氢氟酸有毒,并有腐蚀性,操作时戴手套、口罩,防止皮肤接触。

硝酸有腐蚀性,操作时戴手套、口罩、防止皮肤接触。

高氯酸与有机物反应及蒸干情况下易爆炸,操作时戴防酸手套或聚乙烯防毒服、口罩,防止皮肤接触,防止蒸干。

### 6.18.1 方法原理

样品溶解后,用电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)测定,以元素特定质量数(质荷比,  $m/z$ )定性,采用外标法,以待测元素质谱信号与内标元素质谱信号的强度比与待测元素的浓度成正比进行定量分析。

### 6.18.2 试剂和材料

#### 6.18.2.1 试剂

试剂如下：

- a) 水:GB/T 6682—2008 规定的一级水；
- b) 氢氟酸(HF):优级纯或更高纯度；
- c) 硝酸(HNO<sub>3</sub>):优级纯或更高纯度；

- d) 高氯酸( $\text{HClO}_4$ ):优级纯;
- e) 氩气(Ar):氩气( $\geq 99.995\%$ )或液氩;
- f) 氦气(He):氦气( $\geq 99.995\%$ );
- g) 硝酸溶液(2+98):取 20 mL 硝酸,缓慢加入 980 mL 水中,混匀。

#### 6.18.2.2 标准品

标准品如下:

- a) 铀贮备液(1 000 mg/L 或 100 mg/L 或是更低浓度的 1  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )采用经国家认证并授予标准物质证书的单元素或多标准贮备液(含有铀元素)。
- b) 内标贮备液(1 000 mg/L),铯、铷、铍采用经国家认证并授予标准物质证书的单元素或多元素内标标准贮备液(含有所需要内标元素)。

#### 6.18.2.3 标准溶液配制

标准溶液配制如下:

- a) 混合标准工作溶液:吸取适量单元素标准贮备液或多元素混合标准贮备液,用硝酸溶液(2+98)逐级稀释配成混合标准工作溶液系列。本文件铀标准工作溶液参考浓度为:1 ng/mL、5 ng/mL、10 ng/mL、30 ng/mL、50 ng/mL。

注:依据样品消解溶液中元素质量浓度水平,适当调整标准系列中各元素质量浓度范围。

- b) 内标使用液:取适量内标单元素贮备液或内标多元素标准贮备液,用硝酸溶液(2+98)配制合适浓度的内标使用液。由于不同仪器采用的蠕动泵管内径有所不同,当在线加入内标时,应考虑使内标元素在样液中的浓度,样液混合后的内标元素参考浓度范围为 10 ng/mL ~ 100 ng/mL。

注:内标溶液既可在配制混合标准工作溶液和样品消化液中手动定量加入,亦可由仪器通过三通在线加入。

- c) 空白溶液

校准空白溶液:硝酸溶液(2+98)。

清洗空白溶液:硝酸溶液(2+98)或一级纯水。

#### 6.18.3 仪器和设备

仪器和设备如下:

- a) 电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS);
- b) 天平:分度值为 0.1 mg;
- c) 微波消解仪:配有聚四氟乙烯消解内罐;
- d) 压力消解罐:PFA 烯消解罐;
- e) 控温电热板;
- f) 电炉;
- g) 马弗炉;
- h) 陶瓷坩埚;
- i) 一次性塑料瓶:容积 25 mL 或 50 mL。

#### 6.18.4 分析步骤

##### 6.18.4.1 试样制备

从所取全部样品中取出有代表性样品,充分混匀,四分法取出一份装入洁净容器内。密封作为试样,标明标记。在取样过程中,应防止样品受到污染。

## 6.18.4.2 试样灼烧

称取固体样品 0.1 g~0.5 g(精确至 0.001 g)于陶瓷坩埚内,将坩埚置于电炉上进行常规环境炭化,待样品炭化至无烟并且大部分变成白色或浅黄色时,则表示炭化完成。样品完全炭化后,将坩埚放入马弗炉内 750 °C ±5 °C 左右灼烧 2 h,去除样品中的有机物。若样品仍有少量灰色时,重复灼烧一次,样品中的有机物很难被酸溶解。冷却备用。

注:此过程目的是去除样品中有机物,完全去除才能保证下一步的样品消解。

## 6.18.4.3 试样消解

注:根据试样中待测元素的含量水平和检测水平要求选择相应的消解方法及消解容器。

## 6.18.4.3.1 微波消解法

冷却后的样品转移至微波消解内罐中,加入 3 mL 氢氟酸,稍摇匀后,加盖,按照微波消解仪标准操作步骤进行消解(消解参考条件见表 2)。冷却后取出,用少量水冲洗内盖,将消解罐放在石墨消解仪或控温电热板上于 160 °C 加热至体积约 1 mL 用水定容至 25 mL 或 50 mL,混匀待测。若 ICP-MS 无耐氢氟酸进样系统和炬管,则可蒸酸至近干,再加 0.5 mL 或 1 mL 硝酸(使样品的硝酸与空白 2+98 的硝酸相近)复溶。同时做试样空白试验。

注:密闭微波消解有高压危险,需要严格按照仪器生产厂家的要求进行操作,本消解仪为超级微波消解仪。

## 6.18.4.3.2 压力罐消解法

冷却后的样品转移至 PFA 消解内罐中,用少量纯水清洗坩埚,并将清洗液转移至 PFA 消解罐中。于电热板上 120 °C 加热至水分约剩余 1 mL。冷却后加入 5 mL 氢氟酸,2 mL 硝酸,加盖放置 1 h,旋紧罐盖,置于控温电热板进行消解(消解参考条件见表 2),先在 120 °C 消解 1 h,升温至 150 °C~180 °C 消解 1 h。冷却后打开盖子,用少量水冲洗内盖,在控温电热板上于 160 °C 加热 60 min,至约剩余 1 mL 用水定容至 25 mL 或 50 mL,混匀待测,也可过 0.45 μm 纤维素滤膜后上机测试。若 ICP-MS 无耐氢氟酸进样系统和炬管,则可蒸酸至近干,再加 0.5 mL 或 1 mL 硝酸(使样品的硝酸与空白 2+98 的硝酸相近)复溶。若溶解后发现少量样品未溶解则可蒸酸近干后重新加入 5 mL 氢氟酸,2 mL 硝酸,0.5 mL 高氯酸,开盖电热板上 160 °C 加热再次消解。同时做试样空白试验。

表 2 样品消解参考条件

| 消解方式      | 步骤 | 控制温度<br>°C | 升温时间<br>min | 恒温时间<br>min |
|-----------|----|------------|-------------|-------------|
| 微波消解      | —  | 240        | 12          | 30          |
| PFA 压力罐消解 | 1  | 120        | —           | 60          |
|           | 2  | 150~180    | —           | 60          |

## 6.18.4.4 试样的测定

## 6.18.4.4.1 仪器条件

按照仪器操作说明规定的条件启动仪器,仪器操作条件见表 3。



表 3 电感耦合等离子体质谱仪工作参考条件

| 参数名称    | 设定值                    | 参数名称  | 设定值      |
|---------|------------------------|-------|----------|
| 射频功率    | 1 100 W                | 采样锥孔径 | 1.0 mm   |
| 等离子体气流量 | 15.00 L/min            | 截取锥孔径 | 0.9 mm   |
| 雾化器流量   | 0.88 L/min             | 采集模式  | 跳峰       |
| 辅助气流量   | 1.20 L/min             | 停留时间  | 50 ms    |
| 氦气流量    | 0.15 mL/min~0.2 mL/min | 重复测定  | 3 次      |
| 雾化器     | 高盐/同心雾化器               | 总测量时间 | 1 000 ms |
| 采样锥/截取锥 | 镍/铂锥                   | 检测方式  | 自动       |

## 6.18.4.4.2 测定参考条件

炬管点燃后预热 20 min,在调谐仪器达到测定要求后,编辑测定方法,根据待测元素的性质选择相应的内标元素,待测元素和内标元素的  $m/z$ 、元素分析模式见表 4。

表 4 元素分析模式、内标元素及铀元素同位素( $m/z$ )

| 元素名称 | 元素符号 | $m/z$ | 内标  | 分析模式     |
|------|------|-------|---|----------|
| 铀    | U    | 238   | $^{103}\text{Rh}/^{185}\text{Re}/^{209}\text{Bi}$ | 普通/碰撞反应池 |

## 6.18.4.4.3 校准

将铀标准溶液系列注入电感耦合等离子体质谱仪中,测定待测铀元素和内标元素的信号响应值。以铀元素的浓度为横坐标,待测铀元素与所选内标元素响应信号值的比值为纵坐标,绘制标准曲线。

## 6.18.4.4.4 测定

将试样空白溶液和试样溶液分别注入电感耦合等离子体质谱仪中,测定待测铀元素和内标元素的信号响应值,根据标准曲线得到消解液中待测元素的浓度。

## 6.18.5 分析结果的计算和表述

试样中铀元素的含量按式(12)计算:

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times f}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots(12)$$

式中:

- $X$  —— 试样中铀元素含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- $\rho$  —— 试样溶液中铀元素质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- $\rho_0$  —— 试样空白溶液中铀元素质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- $V$  —— 试样消化液定容体积,单位为毫升(mL);
- $f$  —— 试样稀释倍数;
- $m$  —— 试样称取质量,单位为克(g)。
- 1 000—— 换算系数。

计算结果保留三位有效数字。

#### 6.18.6 精密度

样品中铀元素含量大于 1 mg/kg 时,在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 10%;小于或等于 1 mg/kg 且大于 0.1 mg/kg 时,在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 15%;小于或等于 0.1 mg/kg 时,在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 20%。

#### 6.18.7 检出限及定量限

样品以 0.5 g 定容体积至 50 mL 计算,本方法铀元素的检出限为 0.03 mg/kg,定量限为 0.1 mg/kg。

### 7 机械性能测试

#### 7.1 弯曲强度

##### 7.1.1 方法原理

采用无约束支撑,通过三点弯曲,以恒定的加载速率使试样破坏或达到预定的位移值。在整个过程中,测量施加在试样上的载荷和试样的挠度,确定弯曲强度和弯曲弹性模量。

##### 7.1.2 设备和材料

设备和材料如下:

- a) 材料试验机,压头 2 mm/min 恒速运行,负载测量系统的相对误差不超过  $\pm 1\%$ 。压头的半径  $r_1$  为  $(5 \pm 0.1)$  mm,支柱的半径  $r_2$  为  $(2 \pm 0.2)$  mm,配置能恒定至规定温度  $\pm 2^\circ\text{C}$  的热风循环烘箱;
- b) 传递模塑压力机,至少具有 300 mm  $\times$  300 mm 的平面台,原则上使用 15 t 以上传递模塑压力机;
- c) 弯曲强度金属模具,测试前进行清模;
- d) 电子秤(分度值为 0.1 g);
- e) 数显温度计,装有针式电偶(分度值为  $1^\circ\text{C}$ );
- f) 游标卡尺或等效量具(分度值为 0.02 mm);
- g) 热风循环烘箱,能保持温度  $175^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ ;
- h) 干燥器,能在  $23^\circ\text{C}$  下保持相对湿度不大于 30%。

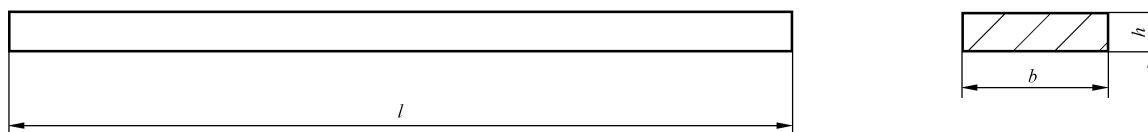
##### 7.1.3 试样制备

###### 7.1.3.1 试样制备条件

试样制备条件如下:

- a) 试样尺寸要求:长度  $l \geq 80$  mm,宽度  $b = 15 \text{ mm} \pm 0.5 \text{ mm}$ ,厚度  $h = 4 \text{ mm} \pm 0.2 \text{ mm}$ ,具体见图 9;
- b) 模具温度: $175^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$  或根据具体要求;
- c) 注塑速度: $100 \text{ mm/s} \pm 25 \text{ mm/s}$ ;
- d) 合模压力: $10 \text{ MPa} \pm 2 \text{ MPa}$ ;
- e) 注塑压力: $6.90 \text{ MPa} \pm 0.17 \text{ MPa}$ ;
- f) 注塑头直径: $4.2 \text{ cm} \pm 0.2 \text{ cm}$ ;

g) 注塑固化时间:60 s~300 s,以环氧塑封料容易脱模为宜。



说明:

$l$  —— 试样的长度;

$h$  —— 试样的厚度;

$b$  —— 试样的宽度。

图 9 弯曲强度试样示意图

### 7.1.3.2 试样制备步骤

试样制备步骤如下:

- 当模具温度恒定在 175 °C 时(产品如有特殊要求,按照要求温度进行),称取 65 g±5 g 粉末状样品倒入模腔注塑,转进并开始计时;
- 自动开模后,取下模具并打开,取出样块;
- 清理模具、模腔、上模板和注头上的残留试样,将模具放回压机上保温,以备下一次制样。

### 7.1.3.3 试样预处理

把试样放在热风循环烘箱中,在 175 °C 后固化 6 h±15 min,在干燥器中冷却至室温。

### 7.1.3.4 试样外观检查

把试样置于自然光线或 250 lm 光线下目测检查,如有弯曲、裂缝、气孔等缺陷和不符合尺寸及制备要求的,应予作废;保证同批有 5 个有效试样。

## 7.1.4 测试步骤

### 7.1.4.1 常温下的弯曲强度

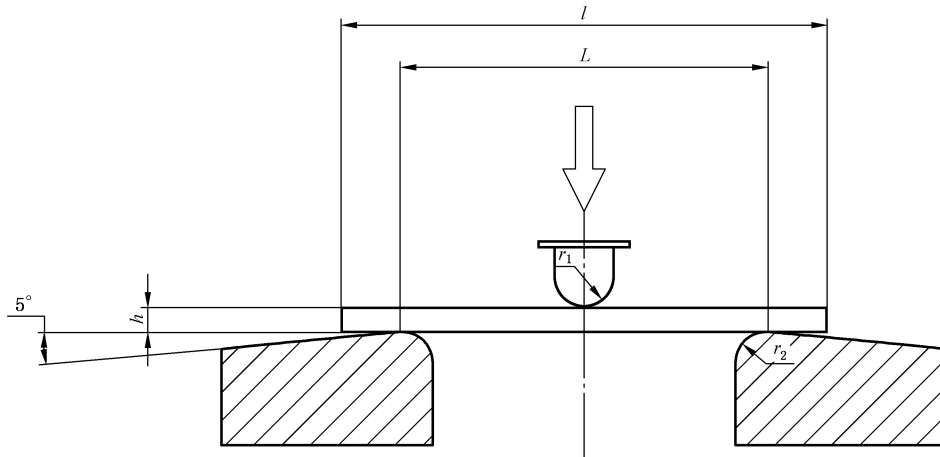
常温下的弯曲强度测试步骤如下:

- 用游标卡尺测量试样中间的 1/3 跨距任意三点的宽度和厚度,取算术平均值。宽度记录为  $b$ ,准确至 0.02 mm,厚度记录为  $h$ ,准确至 0.02 mm。
- 调节两支柱间的跨距,并测量两支点间的距离,准确至 0.02 mm,记录为  $L$ ;调节压头和支柱,使圆柱形表面的轴线相互平行,压头位于两支柱正中间。

跨距  $L$  可由试样厚度  $h$  换算而得:

$$L = (16 \pm 1)h$$

- 将试样如图(10)所示置于两支柱上,压头与试样的接触线垂直于试样的长度方向。
- 以 2 mm/min 试验速度对试样施加负荷,直至试样断裂,读取负荷值,记录为  $P$ ,单位为牛顿(N)。



说明：

- $L$  —— 跨距；
- $r_1$  —— 压头的半径；
- $r_2$  —— 支柱的半径；
- $h$  —— 试样的厚度；
- $l$  —— 试样的长度。

图 10 弯曲强度测试示意图(三点弯曲法)

#### 7.1.4.2 高温下的弯曲强度

高温下的弯曲强度测试步骤如下：

- a) 将试样置于  $260\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$  (或其他规定的) 温度下保持  $60\text{ min} \pm 5\text{ min}$  的时间；
- b) 在此温度下按 7.1.4.1 的步骤测试试样的弯曲强度。

#### 7.1.5 结果计算

##### 7.1.5.1 弯曲强度计算

按公式(13)计算每一个试样的弯曲强度：

$$\sigma_f = \frac{3PL}{2bh^2} \dots\dots\dots (13)$$

式中：

- $\sigma_f$  —— 弯曲强度,单位为兆帕(MPa)；
- $P$  —— 断裂负荷,单位为牛顿(N)；
- $L$  —— 跨距,单位为毫米(mm)；
- $b$  —— 试样宽度,单位为毫米(mm)；
- $h$  —— 试样的厚度,单位为毫米(mm)。

##### 7.1.5.2 弯曲模量计算

以给定的应变  $\epsilon'' = 0.0025$ 、 $\epsilon' = 0.0005$  时的弯曲应力,按照公式(14)计算弯曲模量：

$$E_f = 500(\sigma'' - \sigma') \dots\dots\dots (14)$$

式中：

- $E_f$  —— 弯曲模量,单位为兆帕(MPa)；

$\sigma'$  ——应变  $\varepsilon' = 0.000\ 5$  时测得的弯曲应力,单位为兆帕(MPa);

$\sigma''$  ——应变  $\varepsilon'' = 0.002\ 5$  时测得的弯曲应力,单位为兆帕(MPa)。

### 7.1.6 精密度

在重复性条件下获得的五次独立测定结果的绝对差值,不应超过算术平均值的 10%。

### 7.1.7 报告

除 4.3 的规定外,试验报告还应包括:

- a) 平均弯曲强度、平均弯曲模量;
- b) 试验条件:常温或高温;
- c) 试样厚度。

## 7.2 冲击强度

按 GB/T 1043.1—2008 的规定进行。

## 7.3 成型收缩率

### 7.3.1 方法原理

把粉料试样加工成规定形状的样条,测量模具型腔和样条尺寸,计算出试样的收缩率。

### 7.3.2 设备和材料

设备和材料如下:

- a) 注塑压机;
- b) 金属模具;
- c) 游标卡尺(分度值为 0.02 mm)。

### 7.3.3 试样制备

试样制备如下:

- a) 将环氧塑封料注塑成 120 mm×15 mm×10 mm 的样品 3 根;
- b) 将环氧塑封料注塑成试验样品(要求:无气孔、无翘曲),注塑条件:175 °C±5 °C,固化 2 min~5 min;
- c) 注塑成型后,试样在室温下冷却 1 h~2 h。

### 7.3.4 测试步骤

测试步骤如下:

- a) 测量条形模具型腔的长度  $L_m$ ;
- b) 测量样品的长度  $L_s$ 。

### 7.3.5 结果计算

通过公式(15)计算出样品的成型收缩率:

$$S = \frac{L_m - L_s}{L_m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(15)$$

式中：

- S ——成型收缩率；
- $L_m$  ——模具型腔的长度，单位为毫米(mm)；
- $L_s$  ——样品的长度，单位为毫米(mm)。

### 7.3.6 精密度

在重复性条件下获得的三次独立测定结果的绝对差值，不应超过算术平均值的10%。

## 7.4 粘结强度

### 7.4.1 方法原理

将金属框架样品从侧面埋入环氧塑封料内部，然后使用材料试验机将其拉出，测试出最大负荷，来计算金属框架和环氧塑封料之间的粘结强度。

### 7.4.2 设备和材料

设备和材料如下：

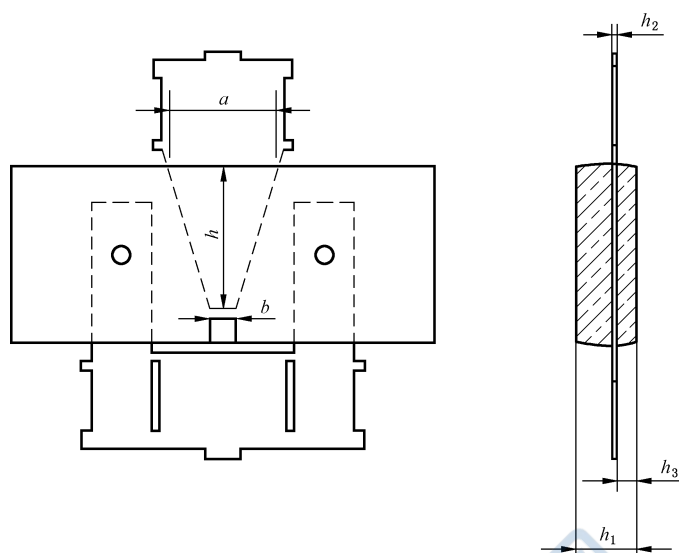
- a) 材料试验机，压头 2 mm/min 恒速运行，负载测量系统的相对误差不超过±1%；配置能恒定至规定温度±2℃的热风循环烘箱；
- b) 传递模塑压力机，至少具有 200 mm×200 mm 的平面台，推荐使用 15 t 以上传递模塑压力机；
- c) 粘结强度金属模具，测试前进行清模；
- d) 电子秤(分度值为 0.1 g)；
- e) 数显温度计，装有针式电偶(分度值为 1℃)；
- f) 游标卡尺或等效量具(分度值为 0.02 mm)；
- g) 热风循环烘箱，能保持温度 175℃±2℃；
- h) 干燥器，能在 23℃下保持相对湿度不大于 30%；
- i) 引线框架。

### 7.4.3 试样制备

#### 7.4.3.1 试样制备条件

试样制备条件如下：

- a) 试样尺寸要求：框架埋入塑封料内的梯形上底长  $a=6$  mm，下底长  $b=1.5$  mm，梯形高  $h=8$  mm，环氧模塑料厚度  $h_1=3.4$  mm，框架厚度  $h_2=0.254$  mm，框架一面距离塑封体表面厚度  $h_3=1.2$  mm，具体见图 11；
- b) 模具温度：175℃±2℃或根据具体要求；
- c) 注塑速度：100 mm/s±25 mm/s；
- d) 合模压力：10 MPa±2 MPa；
- e) 注塑压力：6.90 MPa±0.17 MPa；
- f) 注塑头直径：4.2 cm±0.2 cm；
- g) 注塑固化时间：60 s~300 s，以环氧塑封料容易脱模为宜。



说明：

- $a$  —— 梯形上底长度；
- $b$  —— 梯形下底长度；
- $h$  —— 梯形高度；
- $h_1$  —— 塑料封厚度；
- $h_2$  —— 框架厚度；
- $h_3$  —— 框架一面距塑封体表面厚度。

图 11 粘结强度试样示意图

#### 7.4.3.2 试样制备步骤

试样制备步骤如下：

- a) 当模具温度恒定在  $175\text{ }^{\circ}\text{C}$  时(产品如有特殊要求,按照要求温度进行),称取  $30\text{ g}\pm 5\text{ g}$  粉末状样品倒入模腔注塑,转进并开始计时；
- b) 自动开模后,取下模具并打开,取出样块；
- c) 清理模具、模腔、上模板和注头上的残留试样,将模具放回压机上保温,以备下一次制样。

#### 7.4.3.3 试样预处理

把试样放在热风循环烘箱中,在  $175\text{ }^{\circ}\text{C}$  后固化  $6\text{ h}\pm 15\text{ min}$ ,在干燥器中冷却至室温。

#### 7.4.3.4 试样外观检查

把试样置于自然光线或  $250\text{ lm}$  光线下,目测检查,如有裂缝、气孔等缺陷和不符合尺寸及制备要求的,应予作废;保证同批有 5 个有效试样。

### 7.4.4 测试步骤

#### 7.4.4.1 常温下的粘结强度

常温下的粘结强度测试步骤如下：

- a) 将试样如图 12 所示方向置于材料试验机的上下夹具内；
- b) 以  $2\text{ mm/min}$  试验速度对试样施加负荷,直至试样破坏,读取最大负荷值,记录为  $p$ ,单位为牛顿(N)。

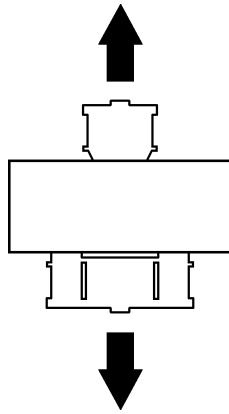


图 12 试样放置示意图

#### 7.4.4.2 高温下的粘结强度

高温下的粘结强度测试步骤如下：

- a) 将试样置于  $260\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  (或其他规定的) 温度下保持  $60\text{ min} \pm 5\text{ min}$ ；
- b) 在此温度下按 7.4.4.1 的步骤测试试样的粘结强度。

#### 7.4.5 结果计算

按公式(16)计算每一个试样的粘结强度：

$$\sigma = \frac{p}{(a + b) \times h} \dots\dots\dots (16)$$

式中：

- $\sigma$  —— 粘结强度, 单位为兆帕 (MPa)；
- $p$  —— 最大负荷, 单位为牛顿 (N)；
- $a$  —— 梯形上底长度, 单位为毫米 (mm)；
- $b$  —— 梯形下底长度, 单位为毫米 (mm)；
- $h$  —— 梯形高度, 单位为毫米 (mm)。

#### 7.4.6 精密度

在重复性条件下获得的五次独立测定结果的绝对差值, 不应超过算术平均值的 10%。

#### 7.4.7 报告

除 4.3 规定的内容外, 试验报告还应包括：

- a) 引线框架材料名称；
- b) 引线框架厚度；
- c) 引线框架生产方法；
- d) 引线框架预处理方法；
- e) 引线框架镀层厚度；
- f) 引线框架粗糙度；
- g) 引线框架电镀后处理方式。



## 8 电性能测试

### 8.1 体积电阻率

#### 8.1.1 方法原理

本方法通过在环氧塑封料的上下表面之间施加一定的电压,测定出环氧塑封料在规定面积、规定厚度的电阻值,进而计算出环氧塑封料的体积电阻率。

#### 8.1.2 设备和材料

设备和材料如下:

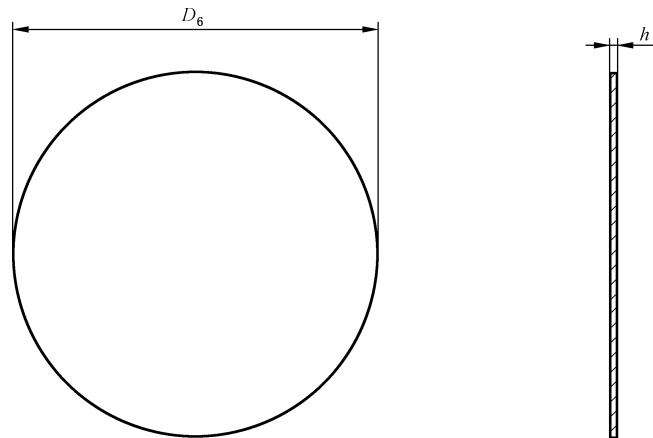
- a) 超高电阻测量仪,或等效电阻设备,具有符合相关产品规范的量程,且在量程范围内允许相对测量误差为 $\pm 5\%$ ,能对试样施加  $0\text{ V}\sim 1\ 000\text{ V}$  的直流测量电压;配置能恒定至规定温度 $\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的热风循环烘箱;
- b) 热风循环烘箱,能保持温度  $175\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;
- c) 打磨砂纸;
- d) 导电银漆,或其他等效材料;
- e) 传递模塑压力机,至少具有  $200\text{ mm}\times 200\text{ mm}$  的平台,原则上使用  $15\text{ t}$  以上传递模塑压力机;
- f) 体积电阻率金属模具,测试前进行清模;
- g) 电子秤(分度值为  $0.1\text{ g}$ );
- h) 数显温度计,装有针式电偶(分度值为  $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ );
- i) 千分尺或等效量具(分度值为  $0.01\text{ mm}$ );
- j) 热风循环烘箱,能保持温度  $175\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;
- k) 干燥器,能在  $23\text{ }^{\circ}\text{C}$  下保持相对湿度不大于  $30\%$ 。

#### 8.1.3 试样制备

##### 8.1.3.1 试样制备条件

试样制备条件如下:

- a) 试样尺寸要求:直径  $100\text{ mm}\pm 1\text{ mm}$ ,厚度  $2\text{ mm}\pm 0.1\text{ mm}$ ,见图 13;
- b) 模具温度: $175\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 或根据具体要求;
- c) 注塑速度: $100\text{ mm/s}\pm 25\text{ mm/s}$ ;
- d) 合模压力: $10\text{ MPa}\pm 2\text{ MPa}$ ;
- e) 注塑压力: $6.90\text{ MPa}\pm 0.17\text{ MPa}$ ;
- f) 注塑头直径: $4.2\text{ cm}\pm 0.2\text{ cm}$ ;
- g) 注塑固化时间: $60\text{ s}\sim 300\text{ s}$ ,以环氧塑封料容易脱模为宜。



说明：

$D_6$  —— 试样直径；

$h$  —— 试样厚度。

图 13 体积电阻率试样示意图

#### 8.1.3.2 试样制备步骤

试样制备步骤如下：

- a) 当模具温度恒定在 175 °C 时(产品如有特殊要求,按照要求温度进行),把粉末状环氧塑封料 50 g±5 g 倒入模腔注塑,转进并开始计时；
- b) 自动开模后,取下模具并打开,取出样块；
- c) 清理模具、模腔、上模板和注头上的残留试样,将模具放回压机上保温,以备下一次制样。

#### 8.1.3.3 试样预处理

把试样放在热风循环烘箱中,175 °C 后固化 6 h±15 min,在干燥器中冷却至室温。

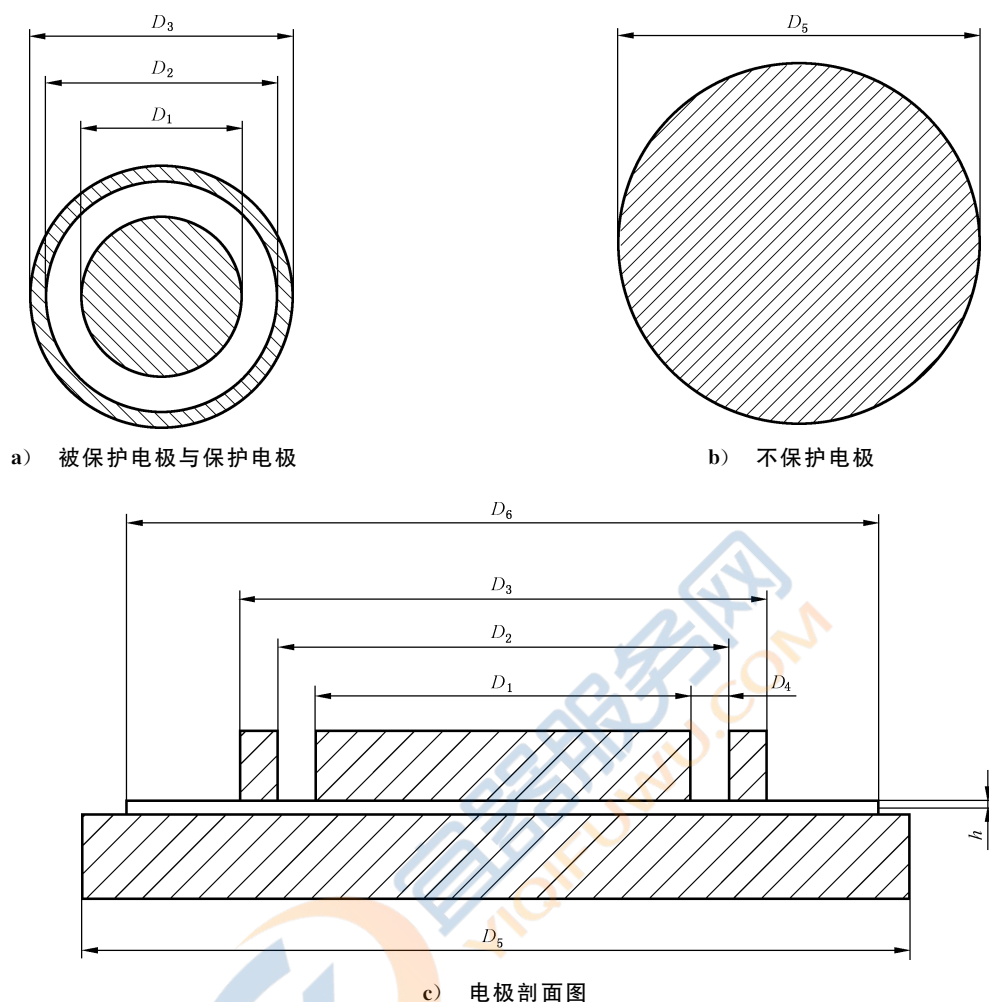
#### 8.1.3.4 试样外观检查

把试样置于自然光线或 250 lm 光线下,目测检查,如有弯曲、裂缝、气孔等缺陷和不符合尺寸及制备要求的,应予作废;保证同批有 5 个有效试样。

#### 8.1.4 试验条件

试验条件如下：

- a) 试样上表面,用导电银浆或其他等效材料涂敷成图 14 a) 所示的图形(若有能与有效面积紧密接触的电极夹具,可不涂敷导电材料)；
- b) 试样下表面,用导电银浆或其他等效材料涂敷成图 14 b) 所示的图形(若有能与有效面积紧密接触的电极夹具,可不涂敷导电材料)；
- c) 用千分尺测量试样上  $D_1$  直径范围内三个不同位置的厚度,准确至 0.01 mm,取平均值,记录为( $h$ )。



说明：

$D_1$ ——被保护电极直径  $50\text{ mm} \pm 1\text{ mm}$ ；

$D_2$ ——保护电极内部直径  $60\text{ mm} \pm 1\text{ mm}$ ；

$D_3$ ——保护电极外部直径  $70\text{ mm} \pm 1\text{ mm}$ ；

$D_4$ ——被保护与保护电极之间距离  $5\text{ mm} \pm 0.2\text{ mm}$ ；

$D_5$ ——不保护电极直径  $110\text{ mm} \pm 1\text{ mm}$ ；

$h$ ——试样厚度  $2\text{ mm} \pm 0.1\text{ mm}$ ；

$D_6$ ——试样直径  $100\text{ mm} \pm 1\text{ mm}$ 。

图 14 体积电阻率电极示意图

## 8.1.5 测试步骤

### 8.1.5.1 常温条件下的测量

常温条件下测量步骤如下：

- 将试样放置在被保护电极和不保护电极之间，保护电极与被保护电极尽量保持同心，见图 15；
- 体积电阻的测试连线如图 15；

- c) 在施加  $500\text{ V} \pm 5\text{ V}$  直流测量电压 1 min 后读数, 体积电阻 ( $R_V$ ), 单位为  $\Omega$ ;
- d) 更换样块测试三次, 结果取最小值。

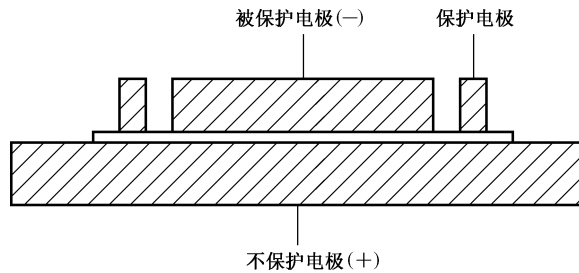


图 15 体积电阻测试连线示意图

### 8.1.5.2 高温条件下的测量

高温条件下测量步骤如下:

- a) 试样在温度为  $150\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$  (或规定温度) 的热风循环烘箱中处理  $60\text{ min} \pm 5\text{ min}$ ;
- b) 在此温度下按 8.1.5.1 的步骤测试试样的体积电阻。

### 8.1.6 结果计算

按公式(17)计算体积电阻率:

$$\rho_V = \frac{A}{h} \times R_V \quad \dots\dots\dots (17)$$

式中:

- $\rho_V$  —— 体积电阻率, 单位为欧姆厘米 ( $\Omega \cdot \text{cm}$ );
- $A$  —— 被保护电极有效面积, 单位为平方厘米 ( $\text{cm}^2$ );
- $h$  —— 试样平均厚度, 单位为厘米 ( $\text{cm}$ );
- $R_V$  —— 体积电阻测试值, 单位为欧姆 ( $\Omega$ )。

### 8.1.7 精密度

在重复性条件下获得的三次独立测定结果的绝对差值, 不应超过算术平均值的 10%。

### 8.1.8 报告

除 4.3 的规定外, 试验报告还应包括:

- a) 体积电阻率的最小值作为测试结果;
- b) 处理测试条件;
- c) 测试温度;
- d) 施加电压;
- e) 试样厚度。

### 8.2 介电常数、介质损耗

按 GB/T 1409—2006 的规定进行。

### 8.3 击穿强度

按 GB/T 1408.1—2016 规定进行。

---

