



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 36655—2018

## 电子封装用球形二氧化硅微粉中 $\alpha$ 恒晶态 二氧化硅含量的测试方法 XRD 法

Test method for alpha crystalline silicon dioxide content of spherical silica powder for electronic packaging—XRD method

2018-09-17 发布

2019-01-01 实施

国家市场监督管理总局  
中国国家标准化管理委员会 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。

本标准起草单位:国家硅材料深加工产品质量监督检验中心、江苏联瑞新材料股份有限公司、汉高华威电子有限公司。

本标准主要起草人:封丽娟、李冰、陈进、夏永生、曹家凯、吕福发、阮建军、王松宪。

# 电子封装用球形二氧化硅微粉中 $\alpha$ 态晶体 二氧化硅含量的测试方法 XRD 法

## 1 范围

本标准规定了电子封装用球形二氧化硅微粉中  $\alpha$  态晶体二氧化硅含量的 XRD 测试方法。

本标准适用于电子封装用球形二氧化硅微粉中检测  $\alpha$  态晶体二氧化硅含量, 其他无定形二氧化硅含量的检测也可参照本标准执行。 $\alpha$  态晶体二氧化硅含量测试范围 0.5% 以下半定量分析, 0.5%~5% 定量分析。

## 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。

JY/T 009 转靶多晶体 X 射线衍射方法通则

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**电子封装用球形二氧化硅微粉 spherical silica powder for electronic packaging**

采用火焰成球法、高温熔融喷射法或等离子体法制备, 应用于电子封装领域的球形二氧化硅微粉。

## 4 方法原理

晶体二氧化硅和无定形二氧化硅在特征 X 射线照射下各自具有特有的 X 射线散射花样, 晶体二氧化硅的散射强度与其含量成比例。

## 5 仪器设备和管理样品

### 5.1 仪器设备

#### 5.1.1 多晶 X 射线衍射仪

带微机、铜靶、狭缝、滤波片并有阶梯扫描方式功能。

#### 5.1.2 分析天平

感量为 0.1 mg。

### 5.2 管理样品

#### 5.2.1 晶体二氧化硅微粉

二氧化硅含量大于 99.99%, 适宜粒径范围 2  $\mu\text{m}$ ~10  $\mu\text{m}$ 。

### 5.2.2 未定形二氧化硅微粉

二氧化硅含量大于 99.99%，适宜粒径范围  $2 \mu\text{m} \sim 10 \mu\text{m}$ 。

## 6 样品制备

参照附录 A。

7 测试步骤

## 7.1 仪器预热

根据 JY/T 009 进行仪器预热。

## 7.2 $K_c$ 值的测定和计算

取 $\alpha$ 态晶体二氧化硅微粉与无定形二氧化硅微粉,按质量比0.005:0.995、0.010:0.990、0.020:0.980、0.030:0.970、0.040:0.960、0.050:0.950组成六个样品,混合均匀后在衍射角范围为 $10^\circ\sim35^\circ$ (CuK $\alpha$ )内,用阶梯扫描方式收集强度数据。多晶X射线衍射仪参数设置参考附录B。

在同样实验条件下再收集无定形二氧化硅微粉与未装样品的空白样品架散射强度,扣除空白样品架散射后,以无定形二氧化硅微粉散射曲线为标准,将晶态与非晶态散射分离开来,算出积分面积后求得一个样品的校正因子  $K_c$  值。

$K_c$  值按式(1)计算:

武中

S. ——管理样品中无定形二氧化硅散射的积分面积;

$\Sigma S_e$ —管理样品中结晶二氧化硅散射积分面积和;

$P_f$  ——管理样品中中晶体二氧化硅所占的百分数。

取 6 个样品校正因子  $K_c$  值的平均值为标准的校正因子  $K_c$  值。

### 7.3 样品的测定和计算

将待测样品在测定  $K_c$  值相同的光路条件与阶梯扫描内范围, 收集待测样品散射强度曲线, 扣除空白样架散射后, 利用分峰软件, 把散射曲线中晶态与非晶态散射分离开来, 获得各自的积分面积。

$\alpha$  态晶体二氧化硅含量( $X_c$ )按式(2)计算:

$$X_e = K_e \frac{\sum S'_e}{S'_e + \sum_i S'_i} \times 100\% \quad .....(2)$$

式中：

$S'$  ——测试样品中无定形二氧化硅散射的积分面积;

$\sum S'_c$ —测试样品中结晶二氧化硅散射积分面积和;

$K_e$  ——测得的标准校正因子  $K_e$  值。

8 测试报告

测试报告应包括以下内容：

- a) 测试产品的名称和型号；
- b) 本标准编号；
- c) 测试人员；
- d) 测试日期；
- e) 测试结果。

附录 A  
(资料性附录)  
管理样品制备

把管理样品或测试样品用星型球磨机粉碎研磨,先使用 600 目标准筛筛选取粉体,再将筛下物用 10  $\mu\text{m}$  滤布筛选粒度小于 10  $\mu\text{m}$  的粉体。取粒度小于 10  $\mu\text{m}$  粉体 10 g 置于 600 mL 烧杯中,加水搅拌,沉淀 2 h 左右后倒出滤液,再将滤液沉淀大约 16 h,取其沉降物。使用激光粒度仪测试沉降物,最佳粒度范围为 2  $\mu\text{m}$ ~10  $\mu\text{m}$ 。

附录 B  
(资料性附录)  
多晶 X 射线衍射仪参数设定参考值

多晶 X 射线衍射仪参数设定参考值：

- a) 铜靶；
  - b) 光管电压：40 kV；
  - c) 光管电流：40 mA；
  - d) 入射狭缝：0.6 mm；
  - e) 接受狭缝：8 mm；
  - f) 设定步长：0.01°；
  - g) 扫描时间：0.05 s；
  - h) 衍射角范围：10°～35°。
-