《贵金属电子浆料测试方法》国家标准修订

编制说明

**一、工作简况**

**（一） 任务来源**

1.1**计划批准文件名称、文号及项目编号、项目名称、计划完成年限、项目名称更改说明、 编制组成员（单位）**

根据国家标准化管理委员会【2023】63号文《2023年第四批推荐国家标准计划及相关标准外文版计划》国家标准《贵金属电子浆料测试方法》整合修订项目由全国有色金属标准技术委员会归口，主要起草单位为云南省贵金属新材料控股集团股份有限公司（原名称为贵研铂业股份有限公司），项目计划编号：国标委发【2023】63号20232202-T-610，项目周期16个月，完成年限为2023年12月至2025年4月。2024年1月16日-19日于海南省琼海市召开全国有色金属标准化技术委员会任务落实会[2024]3号，落实了《贵金属电子浆料测试方法》有色行业标准技术归口单位为全国有色金属标准技术委员会，确定了标准的总体安排及制定进度情况。

标准起草单位为：云南省贵金属新材料控股集团股份有限公司（原贵研铂业股份有限公司）、贵研电子材料（云南）有限公司、云南贵金属实验室有限公司 、有色金属技术经济研究院有限责任公司、中国振华集团云科电子有限公司。

**1.2 项目编制组单位变化情况**

贵研铂业股份有限公司名称从2023年12月12日变更登记为云南省贵金属新材料控股集团股份有限公司，新增编制组单位为贵研电子材料（云南）有限公司和中国振华集团云科电子有限公司。

**（二）主要参加单位和工作成员及其所做的工作**

**2.1 主要参加单位情况**

标准主要起草单位云南省贵金属新材料控股集团股份有限公司，前身为始建于1928年的“国立中央研究院工程研究所”，2000年 由有着“铂族摇篮”称誉的昆明贵金属研究所发起设立，2003年在上海证券交易所上市，是集贵金属系列功能材料研究、开发和生产经营于一体的高新技术企业。2020年入选国家级专精特新“小巨人”；2022年在云南省属 国企中率先实现整体上市；2023年，入选国务院国资委创建世界一流专业领军示范企业。 贵研胸怀“国之大者”，依托在新材料精深加工领域的综合竞争优势，为中国国防工业、新兴工业的发展提供高 精尖的贵金属新材料产品和一体化服务，成为我国在贵金属领域成果转化和产业发展的关键力量。

标准参与起草单位贵研电子材料（云南）有限公司成立于2022年12月26日，由贵研铂业股份有限公司有限公司信息材料事业部独立后成立，是国内最早从事贵金属电子浆料及粉体研发生产的单位。目前，拥有61个品种和214余个规格的贵金属粉体及浆料产品，服务于国防军工、航空航天、医疗器件、可穿戴设备、现代通讯、新能源等现代高科技行业。其中铂系列浆料产品市场占比超过80%，低温浆料产品市场占比达到35%。近年来，承担国家及省级贵金属电子浆料科研项目30余项，制（修）订国标行标28项，获得授权发明专利26项，获得国家及省部级科技进步奖4项。

标准参与起草单位云南贵金属实验室有限公司 （简称贵金属实验室）成立于2021年10月26日，是由贵研铂业股份有限公司牵头建设的实验室。贵金属实验室在贵金属纳米材料方向、贵金属表面膜材料方向、贵金属合金材料研究方向、贵金属循环利用方向、贵金属基因工程等五个方向开展布局，依托贵研铂业雄厚的科研与生产基础，在低成本贵金属催化剂、铑催化剂、丙烷脱氢催化剂、高纯超薄金带、键合金带、铂盐、医疗器械用显影环、石油化工催化剂清洁高效综合回收、极低浓度铂族金属废液回收技术领域均取得重大突破。

有色金属技术经济研究院有限责任公司（以下简称“我院”）成立于1983年3月，与中国有色金属工业总公司同时经国家批准建立，最初名称为“中国有色金属总公司技术经济研究中心”，后改名“中国有色金属工业总公司技术经济研究院”，是中央所属242家转制科研院所之一，于1999年7月由国家全额拨款科研事业单位转制为科技型企业，变更为现名称。我院隶属于中国有色金属工业协会（以下简称“协会”），获批设立了国家级博士后科研工作站，是国家级高新技术企业和北京市高新技术企业。我院有五个主要业务板块，分别为信息咨询、标准专利、媒体宣传、分会工作及贸易投资，是我国有色金属行业专职从事产业发展战略研究与规划、市场信息服务与咨询、标准质量研究与专利查新、行业期刊出版发行、行业会议策划与组织的综合性科技服务机构，我院对外又称“中国有色金属工业信息中心”和“中国有色金属工业标准计量质量研究所”。

中国振华集团云科电子有限公司（简称振华云科）始创于1994年，隶属于世界500强企业中国电子信息产业集团（CEC），是国家高新技术企业、国家专精特新“小巨人”企业、国家知识产权优势企业、省级技术中心、省级工业设计中心、省级创新型企业、军工配套先进单位、神州系列先进单位，拥有CNAS认证国家检测实验室，主要从事电子元器件和电子材料研发、生产、销售及其技术咨询服务，是支撑国防电子信息发展的中坚力量。按照“以厚膜、薄膜、电子陶瓷材料、电子浆料四大工艺平台为依托，以电阻器、保护类元器件、微波类元器件、电子陶瓷材料及电路封装、电子导体浆料五大产品门类为业务发展方向，致力于打造成为国家信任、用户首选、安全可靠的电子材料及电子元器件专业化供应商及一体化解决方案提供商”的发展战略，形成了从材料、电子元器件、组件、薄膜电路到封装的产业链、供应链、创新链，有力支撑载人航天、深空探测、卫星组网等海、陆、空、天国家重点型号工程和5G通信、汽车电子、工业互联网等为代表的数字经济产业。

**2.2 主要参加单位分工**

项目主要参加单位云南省贵金属新材料控股集团股份有限公司在标准整合修订过程中，负责收集国内外市场上对贵金属电子浆料测试方法的新需求，更新和新增测试方法，能够带领编制组成员认真细致修改标准文本，带领编制组完整标准整合修订工作。

标准参与单位贵研电子材料（云南）有限公司、云南贵金属实验室有限公司 、有色金属技术经济研究院有限责任公司和中国振华集团云科电子有限公司，积极参加标准调研工作，参与编写和校正标准的讨论稿，为标准技术提供有力的保障。

**2.3 标准修订主要工作成员所负责的工作情况**

标准起草人及工作职责见表1。

表1 主要起草人及工作职责

|  |  |
| --- | --- |
| 起草人 | 工作职责 |
| 幸七四 | 负责标准的工作指导、标准的编写、试验方案确定及组织协调、试验验证 |
| 刘继松、李文琳、朱武勋 | 标准编写材料的收集、提供理论支持、文献支持、测试参数确定及标准部分内容编写 |
| 梁诗宇、李玮、姚志强、张晓杰、张映苹、方亮 | 负责检试验方案、实验数据收集和试验步骤，试验测试和验证、技术指导及客户调研工作 |
| 向磊 | 标准编写材料的检查、校对、以及提出修改意见 |

**（三） 主要工作过程**

**1 预研阶段**

云南省贵金属新材料控股集团股份有限公司接到标准修订任务后，组织人员查阅和检索了国内外有关技术标准和资料，并征求了使用企业的意见，作为建立本技术标准的技术依据，也考虑了国内厂家生产实际和分析水平等情况，于2023年4月由编制单位相关技术人员组成了《贵金属电子浆料测试方法》标准专项小组，主要进行如下工作：

1）确立《贵金属电子浆料测试方法》标准修订遵循的基本原则；

2）对生产、使用厂家进行调研、收集资料；

3）查阅相关标准；

4）确定产品主要技术内容；

5）确定技术要求的分析方法；

6）根据测试数据确定技术指标取值范围。

**2 立项阶段**

2023年5月，云南省贵金属新材料控股集团股份有限公司向全体委员会议提交了《贵金属电子浆料测试方法》标准项目建议书、标准草案及标准立项说明等材料，全体委员会议论证结论为同意立项，由秘书处组织委员投票，投票通过后报国标委，并挂网向社会公开征求意见。

2022年12月，全国有色金属标准化技术委员会下达了修订国家标准《贵金属电子浆料测试方法》的任务，计划文国标委发【2023】 63号，计划号20232202-T-610，项目周期16个月，完成年限为2023年12月至2025年4月。技术归口单位为全国有色金属标准技术委员会。

**3 起草阶段**

**3.1召开标准进度汇报及进度协调会**

2024年1月于海南省琼海市召开了《贵金属电子浆料测试方法》国家标准修订任务落实会，根据与会专家级及企业代表认真研究和讨论，确定了标准的修订主研参与单位为：云南省贵金属新材料控股集团股份有限公司（原贵研铂业股份有限公司）、云南贵金属实验室有限公司 、有色金属技术经济研究院有限责任公司 、西北有色金属研究院、有研亿金新材料有限公司、金川集团股份有限公司、南京市产品质量监督检验院。

**4、 征求意见阶段**

**4.1标准征求意见会议**

**4.2 标准发函征求意见**

2024年5月～7月以会议的形式召开工作会议以及通过网络、微信和电子邮件等方式在全国开展征求意见意见工作，对10家相关同行业、生产企业、下游用户以及第三方检测机构进行了征求意见，发送《征求意见稿》的单位数10个，收到《征求意见稿》后，回函的单位数13个，回函并有建议或意见的单位数2个。编制组单位根据回函意见，对标准稿进行了修改和完善，并于2024年 8月形成了预审稿。

征求意见稿意见汇总处理表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 标准章条编号 | 意见内容 | 提出单位 | 处理意见 | 备注 |
| 1 | 4.1.2.7 | 建议建议给出成分纯度，图形边长给出区间 | 中国空间技术研究院 | 采纳 |  |
| 2 | 4.1.4.2.1 | 建议温度和时间给出区间 | 中国空间技术研究院 | 采纳 |  |
| 3 | 4.3.4.1 | 建议给出印刷图形 | 中国空间技术研究院 | 采纳 |  |
| 4 | 4.5.1 | 锥板粘度计也属于旋转粘度计法，此段话描述粘度方法区分可能有误。 | 中国空间技术研究院 | 采纳 |  |
| 5 | 4.10 | 报告内容增加若加稀释剂的话，还请给出稀释剂名称和用量 | 中国空间技术研究院 | 采纳 |  |
| 6 | 4.8 | 建议增加挥发性有机化合物（VOCs）含量测定 | 嘉兴淳祥电子科技有限公司 | 采纳 |  |
| 7 |  | 回函无意见 | [苏州科德电子有限公司](https://www.baidu.com/link?url=aSrIGvmaf_OrtliBlgDq2Xr0hubjTa56MA0h_VH2XheuJcLWe1SFJwVpeeOWKBcq9dFnLeGopxeUnxr6Qxpscq&wd=&eqid=d4e8b712003393690000000666b4bd74) |  |  |
| 8 |  | 回函无意见 | 中国振华集团云科电子有限公司 |  |  |
| 9 |  | 回函无意见 | 海宁云荒新材料有限公司 |  |  |
| 10 |  | 回函无意见 | 思特迪新材料科技（嘉兴）有限公司 |  |  |
| 11 |  | 回函无意见 | 苏州昌利电子科技有限公司 |  |  |
| 12 |  | 回函无意见 | 重庆嘉峰电子有限公司 |  |  |
| 13 |  | 回函无意见 | 苏州睿感医疗科技有限公司 |  |  |
| 14 |  | 回函无意见 | 苏州斯普兰蒂科技股份有限公司 |  |  |
| 15 |  | 回函无意见 | 京航玻新材料技术有限公司 |  |  |
| 16 |  | 回函无意见 | 北京七一八友益电子有限责任公司 |  |  |
| 17 |  | 回函无意见 | 昆山胜方电子有限公司 |  |  |

**5、审查阶段**

**5.1 标准技术专家审查会议**

**5.2 委员审查会议**

**6、报批阶段**

**二、标准编制原则**

云南省贵金属新材料控股集团股份有限公司接到制定任务后，认真分析和研究国内外相关标准的基本内容和特点，以GB/T 17473.1 -2008- GB/T 17473.7 -2008为基础，参考国内外相关标准，既考虑标准的先进性，也考虑标准的适用性和可操作性，力求使该标准与国外先进标准接轨。

该标准的制定既能体现生产方的技术水平，又能满足使用方的技术要求。

修订过程严格安装标准制定和修订的标准技术路线开展工作。该标准的修订中主要遵循了统一性、协调性、普适性和实用性原则。具体如下：

a) 本标准按照GB/T 1.1—2020 《标准化工作导则第 1 部分：标准的结构和编写》、GB/T 20000.1 —2014 《标准化工作指南第1 部分：标准化和相关活动的通用术语》、 GB/T 20001.4 —2015 《标准编写规则第4 部分：试验方法标准》GB/T 1.1—2020给出的规则进行修订和起草。

b) 标准修订应考虑电接触材料实际使用情况，实际应用的情况。

c) 标准修订应充分考虑国内外现有标准法规的统一和协调。

d）标准修订应充分考虑关于接触电阻测量技术和方法的发展和进步。

三、**标注主要内容的确定依据及主要试验和验证情况分析**

修订本标准的原则是以国家标准GB/T17472-2022《微电子技术贵金属浆料规范》为基础，力求使贵金属电子浆料的测试方法与国际先进浆料测试方法接轨，既考虑到本测试标准的先进性，又注重其适应性和可操作性。

本标准修订主要是代替GB/T 17473.1-2008《微电子技术用贵金属浆料测试方法 固体含量测定》、GB/T 17473.2-2008《微电子技术用贵金属浆料测试方法 细度测定》、GB/T 17473.3-2008《微电子技术用贵金属浆料测试方法 方阻测定》 、GB/T 17473.4 -2008《微电子技术用贵金属浆料测试方法 附着力测定》GB/T 17473.5-2008《微电子技术用贵金属浆料测试方法 粘度测定》 GB/T 17473.6《微电子技术用贵金属浆料测试方法 分辨率测定》GB/T 17473.7-2022《微电子技术用贵金属浆料测试方法 可焊性、耐焊性测定》，新增《挥发性有机化合物（VOCs）含量测定》，整合修订为一个标准，标准名称变更为《贵金属电子浆料测试方法》。

**方法1 固体含量测定的主要修订内容如下：**

（1）原标准4中增加“ 紫外固化机：波长范围100nm－400nm”和“电子束辐射装置：电子的能量30keV-300 keV”；

**编制依据：**GB/T 17472-2022《微电子技术用贵金属浆料规范》中定义3.2，固化型浆料的固化方式分为加热固化、紫外固化和电子辐射固化，需新增相关的固化型浆料测试设备紫外光固化机和电子束辐射装置。

（2）原标准4中增加“氧化铝陶瓷片：长×宽（30～50mm×30～50mm），纯度＞96%”；

**编制依据：**原标准中使用聚酯PET薄膜测试固化型浆料的固含量。首先，聚酯PET薄膜质量轻，在称量转移过程中或烘箱中易被气流吹翻；其次，PET加热后易变形，不便宜放置称量。因此需增加有重量且烘烤前后平整的测试基材。

（3）原标准6.1.2中“分别置于PET薄膜片上”修改为“分别均匀摊平于氧化铝陶瓷片中央”；

**编制依据：**同（2）中编制依据。

（4）原标准6.2.1中“850℃”修改为“750℃±5℃”。

**编制依据：**GB/T 17472-2022《微电子技术用贵金属浆料规范》中定义3.3。

（5）原标准6.2.2中“固化型浆料：将载有试料的聚酯PET薄膜置于鼓风式恒温烘箱中，加热到浆料固化温度，保温60min，取出薄膜，。”修改为“将载有固化型浆料的试样按其规定的工艺进行静止、烘干或固化，当在30min内质量变化小于±0.0001g时，将装样的氧化铝陶瓷片从固化设备中取出”。

**编制依据：**上文中固化型浆料的测试基材由聚酯PET薄膜变更为氧化铝陶瓷片；固化型浆料的定义新增紫外固化和电子辐射固化，原标准中“加热到浆料固化温度”变更为“按其规定的工艺进行静止、烘干或固化”。

**方法2 细度测定的主要修订内容如下：**

（1）将原标3中“条纹出现位置，目测决定颗粒的大小”修改为“条纹出现的刻度，判定浆料中颗粒物的分散程度。”；

**编制依据：**方法原理表述错误，参照GB/T 17472-2022《微电子技术用贵金属浆料规范》中定义3.4。

（2）将原标准中“4.1 刮板细度计：测量范围为0-25μm，精度为1μm，检定周期为半年”改为“刮板细度计由刮板和刮刀组成，应符合JB/T9385-2017的要求，刮板规格为（0-25）μm，精度为1μm”； 删除原标准中“4.2 调浆刀：镶有木柄的厚度为1mm不锈钢材质刀。”；

删除原标准中“4.3 刮板。”；

**编制依据：**刮板细度计的组成及要求应符合JB/T9385-2017 刮板细度计规定，删除原标准中不准确的描述。

（3）原标准中6.1中增加 “将洗净并干燥的刮板放在不会滑动的水平平面上”；

**编制依据：**空气中的灰尘会影响细度，且测试过程中刮刀作用力于刮板上，因此需要对刮板和测试条件进行规定。

（4）原标准中6.2“取试料均匀地放置于细度计沟槽最深处”改为“取0.2ml-0.3ml的样品均匀地放入沟槽的深端”；

**编制依据：**整个刮板细度计沟槽能填充的浆料不超过0.2-0.3ml，取过多的浆料会造成价值高的贵金属损耗和板面污染，且不方便清理。

（5）将原标准中6.3“用双手持刮板于细度计沟槽最深处，使刮板与细度计表面垂直，并以均匀的速度从沟槽最深处将试料刮过细度计表面，使试料充满沟槽，平板上不留有余的试样。整个操作过程在3s内完成”改为“用双手的大拇指和食指捏住刮刀，将刮刀的刀刃放在刮板凹槽最深一端,与刮板表面相接触, 并使刮刀的长边平行于刮板的宽边，且刮刀垂直压于刮板的表面，在3s内使刮刀以均匀的速度刮过刮板的整个表面到超过凹槽深度为零的位置。”；

**编制依据：**原表准对测试过程描述不清晰，因此引用JB/T9385-2017 刮板细度计的测试过程。

（6）将原标准中6.4“找出沟槽中开始出现两条纵向条纹显示的位置，并记下颗粒读数”改为“找出沟槽中开始出现两条纵向条纹位置的对应刻度，即为浆料的细度值”；

**编制依据：**方法原理中对细度定义进行的修改，因此对此内容应进行替换

（7）将原标准“6 测定步骤”中增加“如果样品的流动性造成在刮涂后试样不能充满沟槽形成平面，可以加入最低量的合适的稀释剂或溶剂并搅拌均匀，然后进行重复试验，并在报告中注明稀释情况。”。

**编制依据：**流动性低的浆料，例如填孔浆料如果直接测试细度，会出现浆料不能填充刮板沟槽，不能测试细度。因此，标准中增加关于流动性低浆料的测试方法和要求。

**方法3 方阻测定的主要修订内容如下：**

（1）将原标准 3 中“经过烧结或固化后，膜层在……”改为“经过烧结或固化后，膜层在一定温度下，通过测量膜层长度、膜层宽度、膜层电阻及膜层厚度，计算方阻。”；

**编制依据：**GB/T 17472-2022《微电子技术用贵金属浆料规范》定义3.5对方阻的计算内容进行了替换。

（2）将原标准 4 中“纯度不小于95%的氧化铝或有机树脂基片，表面粗糙度为0.5μm～1.5μm(在测量距离为10mm的条件下测量)”修改为“根据浆料的实际应用情况选用相对应的基片，基片表面粗糙度≤1.5μm (在测量距离为10mm的条件下测量)。”；

**编制依据：**烧结型浆料使用在不同基材上，其中的氧化物或玻璃会与基材反应，从而提高附着力。统一使用氧化铝基片，会导致实际应用中的方阻与在氧化铝基片上测试方阻不一致。因此氧化铝基片更换为根据浆料的实际应用情况选用相对应的基片。

（3）将原标准 5 中增加膜层电阻测试设备“四探针电阻测试仪，范围1×10-4Ω～1×105Ω，精度±0.5%”、膜层长度宽度测量设备“光学显微镜，放大倍数5X～100X，读数精度1μm”、增加“钟罩炉，最高使用温度1600℃，控制温度精度为±10℃”、“紫外光固化机，uv波长为100nm～400nm”、“电子束辐射装置，电子束辐射范围30keV～300keV”；

**编制依据：**若测试样片未印刷电阻测量端点，需，使用四探针电阻测试仪进行测试。方阻定义进行了新的规定，需增加光学显微镜，测试印刷线路宽度。原标准中无高温烧结型浆料的测试设备，需新增1600℃的钟罩炉。GB/T 17472-2022《微电子技术用贵金属浆料规范》定义3.2，新增固化型浆料的测试设备紫外光固化机和电子束辐射装置。

（4）将原标准 5.3 中“5.3.1光切显微测厚仪，范围0mm～5mm，精度为0.001mm”与“5.3.2千分尺，范围0mm～5mm，精度为0.001mm”修改为“膜厚仪，读数精度0.1μm”；

**编制依据：**光切显微测厚仪和千分尺测量的测量精度不能满足实际使用需求。例如，长度1m，宽度0.6mm，电阻100Ω的线路，膜厚4.5μm和5μm的方阻值分别为10.63,和11.81，原有设备不能精确到0.1μm，因此需要删除原有设备，增加厚度测试精度高的膜厚仪。

（5）原标准 6.1 “用孔径为74μm 丝网印刷机将浆料印刷在基片上，烧结型浆料用陶瓷基片，固化型浆料用有机树脂基片，印制6片”修改为“用孔径小于54μm丝网印刷机将浆料印刷在基片上，印制6片”；

**编制依据：**孔径为74μm 丝网约200目，下料量大，导致印刷的线路扩边率较大，导致线路宽度不均匀。无论烧结型浆料还是固化型浆料，实际使用中的印刷网孔都小于54μm（300目）。因此，需要网孔进行新的规定。

（6）删除原标准 6.2 “印制图形如图1所示，试样长度方数为100方，膜宽为1mm，1mm×1mm为1方，电阻浆料需印烧电极”删除；

**编制依据：**GB/T 17472-2022《微电子技术用贵金属浆料规范》定义3.5对方阻的计算进行了新的规定。因此，原有固定宽度和长度的蛇形图需要删除。

（7）将原标准 6.4 “将陶瓷基片……”修改为“烧结型浆料：将试样基片放入干燥箱中于60℃～200℃干燥，将干燥后的试样基片放入膜层烧结设备中烧结，烧结温度根据浆料类型确定。基片取出后在测试环境下放置4h，在光学显微镜下测量印刷图形宽度。”；

**编制依据：**贵金属浆料中使用有机溶剂沸点基本均大于200℃，且部分生瓷干燥温度较低，否则易脆导致损坏，原文中的干燥温度70℃～80℃，不能满足实际使用需求，干燥温度范围扩宽为60℃～200℃。其次，测试设备更新，原文中的隧道炉需更换为膜层烧结设备。并根据方阻定义，增加印刷图形宽度的的测量。

(8)将原标准 6.5“将有机树脂……”修改为“固化型浆料：根据浆料固化条件进行固化后，测试环境下放置4h，在光学显微镜下测量印刷图形宽度。”；

**编制依据：**GB/T 17472-2022《微电子技术用贵金属浆料规范》定义3.2，需要对固化温度下固化，更换为根据浆料固化条件进行固化后，并根据方阻定义，增加印刷图形宽度的的测量。

（9）将原标准 6.7 中“取6次读数的算术平均值作为100方电阻的测量值”修改为“取6次读数的算术平均值作为测试样片的电阻测量值”；并增加“若测试样片未印刷电阻测量端点，可使用四探针电阻测试仪。”

**编制依据：**GB/T 17472-2022《微电子技术用贵金属浆料规范》定义3.5方阻的新规定，需要对原有测量值的整句描述进行修改。并增加“若测试样片未印刷电阻测量端点，可使用四探针电阻测试仪。”。

（10）将原标准 6.8 中“在陶瓷基片烧结试样膜层上选择不同的位置，取不少于6点用光切显微镜测厚仪进行膜层厚度测量”修改为“用膜厚仪在烧结试样或固化试样膜层上选择不少于6点位置（选取的测量点应尽量均匀的分布在膜层上），进行膜层厚度测量。”；

**编制依据：**同方法3（4）中编制依据。

（11）将原标准 6.9 删除

**编制依据：**同方法3（4）中编制依据。

（12）将原标准 7.1 试验结果计算重新规定和将原标准 7.3 中“规定标准膜厚为10μm”修改为“25.4μm”。

**编制依据：**GB/T 17472-2022《微电子技术用贵金属浆料规范》定义3.5方阻。

**方法4 附着力测定的主要修订内容如下：**

（1）增加了固化型浆料原理为“强力胶带贴于固化后浆料膜层表面，以一定角度和速度拉起胶带，以膜层脱落情况判定附着力。”

**编制依据：**原标准中无固化型浆料的测试方法，需新增，原理参照GB/T 13217.7-2023 油墨附着力检验方法。

（2）将4.1中 “Al2O3纯度不小于95％的陶瓷基片，表面粗糙度范围为0.5μm～1.5μm（在测量距离为10mm的条件下测量）”更改为“根据浆料的实际应用情况选用相对应的基片，基片表面粗糙度≤1.5μm”； 将6.1.1中“在陶瓷基片”改为“在基片”。

**编制依据：**增加固化型浆料的测试方法，原有氧化铝基片不能满足测试需求。因此，基片要求更换为根据浆料的实际应用情况选用相对应的基片，基片表面粗糙度≤1.5μm。

（3）增加材料“强力胶带（3M600&601、Nichiban Tape、P99 Tape）”；将5.2“孔径不大于74μm丝网”改为“孔径不大于54μm丝网”；仪器与设备中增加“钟罩炉，最高使用温度1600℃，控温精度±10℃。” “紫外光固机，波长范围100nm-400 nm。” “电子束辐射装置，电子的能量30keV-300 keV。” “干燥设备，最高温度300℃，控制精度±5℃。” “百格刀：割刀间距1mm”

**编制依据：**增加固化型浆料的测试设备及器材强力胶带、紫外光固机、子束辐射装置、干燥设备和百格刀。增加烧结型浆料的测试设备钟罩炉。孔径不大于74μm丝网”改为“孔径不大于54μm丝网原因同方法3（5）中编制依据。

（4）将6.1.2中“将印有图形的陶瓷基片在150℃~200℃烘干，根据不同浆料的烧结温度烧结成膜”更改为“将印有图形的基片在60℃~200℃烘干后，根据不同浆料烧结温度曲线，烧结成膜”；

**编制依据：**需要根据浆料使用基材测试方阻，例如基材生瓷带，干燥温度超过70℃，易脆而损坏，因此需要降低干燥温度范围。其次，多数烧结型浆料需要按设置的温度曲线烧结，分别为溶剂挥发、排胶、玻璃软化、粉体软化，若直接设置为最终烧结温度，导致粉体和玻璃软化，膜层表面致密，树脂不能碳化和排除，影响最终膜层电阻。

（5）将6.3.4删除“在室温下硬化16h”；

**编制依据：**浸焊后冷切至常温，焊料已经固化，无需在硬化16h。

（6）增加“固化型贵金属浆料膜层制备”，“将送检浆料搅拌均匀，在基片中央150mm×25mm方格内印刷200个1mm×1mm大小相等的图形，按照浆料固化方式进行固化，膜厚范围5-12μm。或在基片中央印刷150mm×25mm图形，按照浆料固化方式进行固化，膜厚范围5-12μm，，使用百格刀沿水平方向切割整个图形，再沿垂直方向切割为1mm×1mm大小相等的图形。所有切割都应划透至基材表面，并用软毛刷将图形清理干净。” ；增加“固化型贵金属浆料膜层测试”，“将成型的试料图形处粘贴强力胶带，压实，赶出所有气泡。”、“将印有图形的基片按照浆料固化方式进行固化，膜厚5-12μm。”。“剪长180mm的胶带、贴紧百格图形并用手压平，用橡皮檫来回摩擦压紧赶出气泡。”，“静止60s，拉住未粘住边，快速拉脱胶带。”，“每份试样要做不少于10个试样的试验。”；

**编制依据：**此部分内容为新增，是固化型浆料附着力的测试步骤，原理参照GB/T 13217.7-2023 油墨附着力检验方法。

（7）增加“固化型贵金属浆料附着力判定”，“所有格子表面金属层测试前后无颜色变化，并且无任何脱落，此情形视为附着力合格。”，“如有格子表面金属层测试前后有颜色变化或者其中有格子脱落，此情形视为附着力不合格。”。

**编制依据：**此部分内容为新增，结果判定依据为目前市场上厂家对固化型浆料附着力的要求，膜层无脱色和脱落。应用验证厂家：苏州科德电子有限公司、嘉兴淳祥电子科技有限公司、[苏州斯普兰蒂科技股份有限公司](https://aiqicha.baidu.com/detail/compinfo?pid=91613583084063&rq=es&pd=ee&from=ps&query=%E6%96%AF%E6%99%AE%E5%85%B0%E8%92%82)、苏州昌利电子科技有限公司、重庆嘉峰电子有限公司和昆山胜方电子有限公司。

**方法5 粘度测定的主要修订内容如下：**

（1）将3“旋转粘度计的测试轴以一定的转速在恒温的浆料中旋转，通过测量粘滞阻力引起的扭矩，对浆料粘度进行测定。样品较少时采用锥/板粘度计，测量恒温状态浆料粘滞阻力引起的扭矩引起的扭矩及剪切应力，对浆料粘度进行测定。”修改为：“转筒式粘度计：转子以一定的转速在恒温的浆料中旋转，通过测量粘滞阻力引起的扭矩并结合选择的转子和转速得出粘度值。锥-板粘度计：转子旋转时测量转子和平板之间样品的粘滞阻力引起的扭矩并结合选择的转子直径、转速和角度等相关参数得出粘度值。流变仪：对转子施加应变（应力）进行试验，根据剪切速率和剪切应力测得样品在相应温度条件下的粘度。”

**编制依据：**原标准中锥/板粘度计属于旋转粘度计，二者区别混淆。同时粘度时剪切应力和剪切速率的比值，因此需要增加影响剪切应力的转筒型号、锥板直径和角度等。原标准中粘度测试设备包含转筒式粘度计和锥-板粘度计，只能测试中低粘度的浆料。例剪切速率10-s条件下，测试粘度＜1200P。对于高粘度浆料，例如通孔柱浆料，剪切速率10-s条件下，粘度＞20000P，无法用原标准中设备测试。因此，为了适应高粘度浆料的测试需求，引入流变仪，在测试高粘度的同时，可以增加触变指数的测定。触变指数反映流体在剪切力的作用下结构被破坏后恢复原有结构的能力的好坏。触变指数用来表征浆料的印刷特性。

(2)原标准中6.2.1“将0.5mL～2 mL的试料放入盛样器中”调整为6.2.2“将0.5mL～2 mL的试料放入盛样器中”， 6.2.2将“将盛样器安装在粘度仪上；调整好锥与盛样器之间的间隙”调整为6.2.1. “将盛样器安装在粘度仪上；调整好锥与盛样器之间的间隙”。

**编制依据：**原标准6.2.1和6.2.2测试步骤顺序错误，需要先调整测试间隙后，才能加入样品测试。因此将原标准6.2.1和原标准6.2.2的内容进行调换。

（3）增加了流变仪的测定步骤，“ 用流变仪测定：根据浆料粘度选择不同直径平板，将间隙精确归零，归零完成后执行映射，升起夹具；将2-4g样品放置于测试平台正中央，调整测试间隙值，使用塑料刮片清理平板周围多余浆料；对流动步骤和其他相关参数进行设置； 测试并导出测定结果及转速和粘度的函数关系图；增加了触变指数的测定，“若需测定触变指数，转速应由供应商和客户商定选择相差数量级的转速。例：触变指数（2r/min和20r/min）= 60Pa·s/15Pa·s = 4”。

**编制依据：**同方法5（1）中编制依据，因此需要相应增加流变仪的测试步骤和触变指数计算方法。

**方法6 分辨率测定的主要修订内容如下：**

（1）原标准5.5 “读数显微镜，放大倍速25X～100X，读数精度0.01mm以上”修改为“光学显微镜，放大倍速5X～100X，读数精度1μm”；原标准5.6“光切测厚仪或电子千分尺，读数精度1μm以上”修改为“测厚仪，读数精度0.1μm ”。

**编制依据：**原有读数显微镜的读数精度为0.01mm即10μm，对于100μm的线路，测试误差为±10μm，差值范围达到20μm，超过分辨率规格规定的差值。原有光切测厚仪或电子千分尺读数精度为1μm，对于印刷厚度5-12μm的膜层，此精度会导致8.3%～20%的误差。因此，需要引入读数精度更高的测试设备。

(2) 增加“ 钟罩炉，最高使用温度1600℃，控温精度±10℃”； “紫外光固机，波长范围100nm-400 nm”； “电子束辐射装置，电子的能量30keV-300 keV”。

**编制依据：**GB/T 17472-2022《微电子技术用贵金属浆料规范》定义3.1烧结型浆料和定义3.2固化型浆料，需要增加浆料的烧结设备和固化设备。

（3）原标准6.2中“置于隧道烧结炉内”修改为“置于隧道烧结炉或钟罩炉内”；

**编制依据：**GB/T 17472-2022《微电子技术用贵金属浆料规范》定义3.1，烧结型浆料烧结温度范围发生变化，需要新增相应的测试设备即钟罩炉。

（4）原标准6.4中“调整目镜及物镜至图像清晰位置，转动手柄，从0.1mm线条至0.5mm线条之间”修改为“调整物镜焦距，移动载物台，从25μm线条至300μm线条之间” ；原标准7.3中“分辨率规格0.1mm、0.2mm、0.3mm、0.4mm、0.5mm”修改为“25μm、50μm、100μm、200μm、300μm”。

**编制依据：**随着贵金属浆料印刷精密度的提高，印刷线路越来越窄，例如太阳能电池正银浆的印刷线路已经达到25μm，因此需提高分辨率规格，增加25μm和50μm规格，删除0.4mm和0.5mm规格，更换原有标准的相关内容。

（5）原标准6.5中“转动显微镜刻度手柄，先后将显微镜内的十字坐标对准膜线两边侧，测量膜线宽度”修改为“选择两个平行线条，调整两个平行线条间距至线条刚好完全覆盖测试线路边缘，平行线间距即为测试线路宽度”；

**编制依据：**原标准中通过转动刻度手柄测量膜线宽度，不方便操作，且设备精密度低，更换为精密度更高的光学显微镜，通过显示屏直接测量线路宽度。

（6）原标准6.7中“测量精度为0.01mm”修改为“测量精度为1μm”；

**编制依据：**同（1）编制依据。

**方法7 可焊性、耐焊型测定不做修订**

合并GB/T 17473.7-2022《微电子技术用贵金属浆料测试方法 可焊性、耐焊性测定》。

**方法8 可挥发性有机化合物（VOCs）含量测定为新增**

**编制依据：** 贵金属电子浆料中含有有机溶剂，其作用为溶解树脂，润湿分散粉体，浸润网版和基材等等，最终在烧结或固化中挥发，在成品中不含有任何有机溶剂。浆料中的可挥发性有机化合物（VOCs）主要为沸点大于200℃的酯类、酮类和醇醚类溶剂，会对皮肤、眼睛、呼吸道、神经系统等造成损伤，基于工艺中挥发溶剂的回收或碳足迹中的溶剂挥发量，需要对浆料中可挥发性有机化合物（VOCs）含量测定并进行含量限制认定。原理参照GB/T 38608-2020 油墨中可挥发性有机化合物（VOCs）含量的测定方法

**四、标准中涉及专利的情况**

本标准的主要技术内容不涉及专利。

**五、预期达到的社会效益等情况**

**（一）项目的必要性简述**

微电子技术用贵金属浆料测试方法修订发布至今已十余年，随着电子元器件向高集成、小型化、轻薄化和高功能等方向的高速发展，新类型的贵金属浆料、基材和器件不断涌现、测试设备种类和性能的更新发展，原标准已不能满足现有生产和测试要求。根据已修订的微电子技术用贵金属浆料规范和实际应用要求，在现有贵金属浆料测试方法的基础上对相关内容进行修订和完善，以便为微电子行业产品的性能评价提供更加科学有效的指导。

为了标准更加系统化、科学化和便于查询，对7个国标《微电子技术用贵金属浆料测试方法 固体含量测定》、《微电子技术用贵金属浆料测试方法 细度测定》、《微电子技术用贵金属浆料测试方法 方阻测定》、《微电子技术用贵金属浆料测试方法 附着力测定》、《微电子技术用贵金属浆料测试方法 粘度测定》、《微电子技术用贵金属浆料测试方法 分辨率测定》、《微电子技术用贵金属浆料测试方法 可焊性、耐焊性测定》和新增的测试方法《可挥发性有机化合物（VOCs）》进行整合修订为1个国标《贵金属电子浆料测试方法》。

**（二）项目的可行性简述**

针对国内外市场贵金属浆料物性范围变化、应用基材种类的增加，引入新类型的检测设备和相关测试方法，更加全面覆盖贵金属浆料的性能测试。例如，共烧型填孔浆料具有高粘度、高触变性，现有贵金属浆料粘度测试方法无法测出其粘度和触变性，引入高功率高性能流变仪，可以解决此问题；固化型浆料从过去加热固化到现在的常温固化、紫外固化、电子辐射固化，需引入相关固化设备；新类型高功能的检测设备引入、可提高相关物性测试数据准确性。

其次，贵金属浆料中有机成分类似油墨、涂料和胶粘剂，贵金属浆料新物性测试方法可以参考此类标准进行部分内容修订。

贵金属浆料测试方法适用于所有类型贵金属浆料测试，包括金浆、银浆、铂浆、钯浆、钌浆、铑浆、及它们的各种合金或复合浆料。其它贱金属浆料（铜将、铝浆、镍浆、碳浆）和介质浆料可参考执行。

本标准的修订是充分考虑了当前市场不同产品的实际需要，并结合微电子行业现行的测试方法，从而对原标准中不合理及不明确的内容做出慎重修订，修订后的标准符合当前市场发展的要求和方向，具有可操作性及普遍适用性。

**（三）标准的先进性、创新性、标准实施后预期产生的经济效益和社会效益**

贵金属浆料应用于电子元器件，而电子元器件是当今发展最快的领域之一；其次，充分调研各种浆料市场实际测试需求，修订完善标准内容。因此，修订后的贵金属浆料测试方法具有与时俱进的先进性。

结合贵金属浆料的特殊用途及价值，增加器材要求、取样量、更严格的结果规格判定等，更适合浆料生产和测试要求。

标准修订后，有利于提高我国贵金属浆料产品的国际竞争力，更有助于促进我国贵金属浆料行业的迅速发展，同时制定高水平标准将促进一带一路沿线的贸易，为我国贸易打开新局面，促进贵金属浆料产品性能评价方法规范化、科学化，采用统一标准对产品进行有效的表征，极大程度上促进产业的发展。

**六、采用国际标准和国外先进标准的情况**

**七、与现有相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性国家标准的协调配套情况**

本标准属于其它有色金属标准体系“贵金属”类，其技术要求、试验方法、检验规则标志、 包装、 运输和贮存等方面与国内相关标准协调一致。本标准属于电子浆料测试范畴的基础标准，没有现行的法律、法规、规章制度等对其要求，本领域没有强制性标准。新修订的《贵金属电子浆料测试方法》在安全性方面直接引用和贯彻执行了国家强制性标准，从技术上保证了方法使用的安全和可靠性，条文精炼表达清楚，技术要求全面、准确、科学、合理，标准的格式和表达方式等方面完全执行了现行的国家标准和有关法规，符合GB/T 1. 1 的有关要求。

**八、重大分歧意见的处理经过和依据**

**九、标志性质的建议说明**

根据标准化法和有关规定，建议本标准的性质为推荐性国家行业标准。

**十、贯彻标准的要求和措施建议**

建议本标准批准发布6个月后实施。

**十一、废止现行相关标准的建议**

本标准发布实施之日，代替GB/T 17473.1-2008《微电子技术用贵金属浆料测试方法 固体含量测定》、GB/T 17473.2-2008《微电子技术用贵金属浆料测试方法 细度测定》、GB/T 17473.3-2008《微电子技术用贵金属浆料测试方法 方阻测定》 、GB/T 17473.4 -2008《微电子技术用贵金属浆料测试方法 附着力测定》GB/T 17473.5-2008《微电子技术用贵金属浆料测试方法 粘度测定》 、GB/T 17473.6《微电子技术用贵金属浆料测试方法 分辨率测定》和GB/T 17473.7-2022《微电子技术用贵金属浆料测试方法 可焊性、耐焊性测定》。

**十二、其它应予说明的事项**

标准在申报、立项和起草过程中，得到了全国有色金属标准化技术委员会和其他相关单位的支持、指导和帮助，在此特表示真诚的感谢！标准起草过程也是我们学习的过程，由于条件所限应细致深入的工作未能进行，还存有许多缺憾。请与会专家代表多多赐教，好的经验、办法、建议我们一定采纳学习，以便使本标准更加完善。