ICS 71.100.01

H83

|  |
| --- |
|  |

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX-XXXX

|  |
| --- |
|  |

集成电路用四甲基硅烷

|  |
| --- |
| Tetramethylsilane for Integrated Circuit |
| (预审稿) |

XXXX- XX-XX发布

XXXX- XX-XX实施

中华人民共和国工业和信息化部

发布

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。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）、全国半导体设备和材料标准化技术委员会材料分技术委员会（SAC/TC203/SC2）提出并归口。

本文件起草单位：洛阳中硅高科技有限公司、……。

本文件主要起草人：

集成电路用四甲基硅烷

1. 范围

本文件规定了四甲基硅烷的分类、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及随行文件和订货单内容。

本文件适用于集成电路等电子信息行业制造中使用的四甲基硅烷。

1. 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 190 危险货物包装标志

GB/T 191 包装储运图示标志

GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则

GB/T 6324.8 有机化工产品试验方法 第8部分：液体产品水分测定 卡尔.费休库仑电量法

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 11446.1 电子级水

GB 12463 危险货物运输包装通用技术条件

GB 15258 化学品安全标签编写规定

GB 18564 道路运输液体危险货物罐式车辆 第1部分：金属常压罐体技术要求

GB/T 25915.1 洁净室及相关受控环境 第1部分：空气洁净度等级

GB/T 26571 特种气体储存器规范

GB 30000.19 化学品分类和标签规范 第19部分：皮肤腐蚀/刺激

GB/T 34672 化学试剂 离子色谱法测定通则

JJF 1159 四极杆电感耦合等离子体质谱仪校准规范

SJ/T 11637 电子化学品电感耦合等离子体质谱法通则

SJ/T 11638 电子化学品中颗粒的测试方法

1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

1. 分类

产品按技术指标分为1级和2级。

1. 技术要求
   1. 技术要求

产品的技术要求应符合表1的规定。

表1 四甲基硅烷的技术要求

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 项目 | | 技术指标 | |
| 1级 | 2级 |
| 四甲基硅烷((CH3)4Si)组分（质量分数）/l0-2 | | ≥99.99 | ≥99.9 |
| 金属元素及其他元素含量/（ng/g） | Ag | ≤0.2 | - |
| Al | ≤0.2 | ≤2 |
| As | ≤0.2 | - |
| Au | ≤0.2 | - |
| B | ≤0.2 | ≤2 |
| Ba | ≤0.2 | - |
| Be | ≤0.2 | - |
| Bi | ≤0.2 | - |
| Ca | ≤0.5 | ≤5 |
| Cd | ≤0.2 | - |
| Co | ≤0.2 | ≤2 |
| Cr | ≤0.2 | ≤2 |
| Cu | ≤0.2 | ≤2 |
| Fe | ≤0.5 | ≤5 |
| Ga | ≤0.2 | - |
| Ge | ≤0.2 | - |
| Hg | ≤0.2 | - |
| In | ≤0.2 | - |
| K | ≤0.5 | ≤5 |
| Li | ≤0.2 | ≤2 |
| Mg | ≤0.2 | ≤2 |
| Mn | ≤0.2 | ≤2 |
| Mo | ≤0.2 | - |
| Na | ≤0.5 | ≤5 |
| Nb | ≤0.2 | - |
| Ni | ≤0.2 | ≤2 |
| Pb | ≤0.2 | - |
| Sb | ≤0.2 | - |
| Sn | ≤0.2 | - |
| Sr | ≤0.2 | - |
| Ta | ≤0.2 | - |
| Th | ≤0.2 | - |
| TI | ≤0.2 | - |
| Ti | ≤0.2 | ≤2 |
| U | ≤0.2 | - |
| V | ≤0.2 | ≤2 |
| W | ≤0.2 | - |
| Zn | ≤0.2 | ≤2 |

表1 四甲基硅烷的技术要求（续）

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 金属元素及其他元素含量/（ng/g） | Zr | ≤0.2 | - |
| 氯离子含量（质量分数）/10-6 | | ≤1 | ≤10 |
| 微量水（质量分数）/10-6 | | ≤20 | - |
| 颗粒度/（个/mL） | 颗粒度≥0.1 μm | ≤40 | - |
| 颗粒度≥0.2 μm | ≤10 | - |
| 颗粒度≥0.5 μm | ≤5 | - |

* 1. 其他

需方如对集成电路用四甲基硅烷有其他要求时，可由供需双方商定。

1. 试验方法
   1. 组分的测定
      1. 仪器与设备
         1. 气相色谱仪：配置TCD检测器、色谱工作站等。
         2. 色谱柱：固定相为100%聚二甲基硅氧烷的毛细管柱或其它等效色谱柱。
         3. 进样器：自动进样器或微量进样器。
      2. 试剂与材料
         1. 载气：氢气，纯度≥99.9999 %（体积分数）。
         2. 吹扫气：氮气，纯度≥99.9999 %（体积分数）。
      3. 分析步骤
         1. 参考色谱条件

表2 参考色谱条件

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 参数名称 | 参数值 | 参数名称 | 参数值 |
| 柱长 | 20 m | 柱箱温度 | 200 ℃ |
| 检测器温度 | 220 ℃ | 载气流量（氢气） | 5 mL/min |
| 吹扫气流量 | 8 mL/min | 分流比 | 20:1 |

* + 1. 样品测试

气相色谱仪各参数稳定后，用进样器（6.1.1.3）取1 μL样品，快速注入气相色谱仪进样口，同时气相色谱仪开始采集数据，待样品检测数据采集完毕，采用面积归一化法进行定量计算样品中各组分含量。

* + 1. 分析结果的计算与表述

四甲基硅烷中各组分含量以其质量分数计，按式（1）进行计算：

.................................（1）

式中：*C*i——组分i的百分含量（%）；

*A*1、*A*2……*A*i——各组分的峰面积（μV·min）。

检测结果取两次测定的平均值，两次测定结果的绝对偏差应不超过0.002 %。

* 1. 金属元素及其他元素含量的测定
     1. 试剂与材料
        1. 洁净环境：预处理和测试区域应不低于GB/T 25915.1中定义的5级洁净室要求。
        2. 水：符合GB/T 11446.1中EW-I级的要求。
        3. 硝酸：质量分数65.0 %～68.0 %，每种金属杂质含量均低于10 ng/L。
        4. 氢氟酸：质量分数45.0 %～50.0 %，每种金属杂质含量均低于10 ng/L。
        5. 标准贮存溶液：铝、铁、钛、锂、钠、镁、钾、钙、铬、锰、钴、镍、铜、锌、砷、钼、铅等浓度均为1 mg/mL，采用国内外可以量值溯源的有证标准物质。
        6. 2%硝酸溶液：硝酸:超纯水=2:98(V:V)。
     2. 仪器设备
        1. 电感耦合等离子体质谱仪：符合JJF 1159的技术指标要求。
        2. 电子天平：感量为0.1 mg。
        3. 器皿：所有器皿应由全氟烷氧基树脂（PFA）等耐氢氟酸腐蚀并可清洗的材料制成。
     3. 试验步骤
        1. 在洁净的器皿（6.2.2.3）中，加入1～2滴6.2.1.2超纯水。
        2. 称取2 g～10 g四甲基硅烷澄清液至器皿（6.2.2.3）中，取样量根据杂质含量水平确定。
        3. 在电加热设备上，微正压惰性气保护下将四甲基硅烷水解挥干。
        4. 在密闭容器中使用氢氟酸（6.2.1.4）消解，至四甲基硅烷中硅彻底消解。
        5. 向消解后的容器中加入6.2.1.6硝酸溶解杂质，冷却后定容。
        6. 随同试样做空白试验。
        7. 测试过程参照SJ/T 11637的规定进行。
  2. 氯离子含量的测定
     1. 试剂与材料
        1. 水：符合GB/T 11446.1中EW-I级的要求。
        2. 氯离子标准溶液：浓度为1000μg/mL。
     2. 仪器设备
        1. 离子色谱仪：配备阴离子色谱柱。
        2. 电子天平：感量为0.1 mg。
        3. 器皿：所有器皿应由全氟烷氧基树脂（PFA）等耐酸腐蚀并可清洗的材料制成。
     3. 试验步骤
        1. 称取1 g～10 g样品至器皿（6.3.2.3）中，取样量根据杂质含量水平确定，转移至分液漏斗中，再加水（6.3.1.1）至50 g，充分震荡混匀，静置，分层后接下层水样待测。
        2. 测试过程参照GB/T 34672的规定进行。
  3. 微量水的测定

按GB/T 6324.8的规定执行。

* 1. 颗粒度的测定

按SJ/T 11638的规定执行。

1. 检验规则
   1. 检查和验收
      1. 产品应由供方或第三方进行检验，保证产品质量符合本文件及合同（或订货单）的规定。
      2. 需方可对收到的产品按本文件的规定进行检验。如检验结果与本文件及合同（或订货单）的规定不符时，应在收到产品之日起3个月内，以书面形式向供方提出，由供需双方协商解决。如需仲裁，仲裁取样和检测由供需双方共同委托仲裁机构进行或协商解决。
   2. 组批

产品应成批提交检验，每批应由同一生产线同批原料连续稳定生产的四甲基硅烷组成，也可按产品储罐组批。

* 1. 检验项目

每批产品应对技术指标进行检验。

* 1. 取样
     1. 产品采样安全应符合GB/T 3723的规定，采样按照GB/T 6680的规定执行，对每个包装单位进行取样，取样量不少于200 mL。
     2. 技术要求的抽样规则按表3的规定执行，或由供需双方协商确定。

表3 抽样规则

|  |  |
| --- | --- |
| 产品批量/瓶 | 最少抽样数量/瓶 |
| 1～10 | 1 |
| 11～20 | 2 |
| >20 | 5 |

* 1. 检验结果的判定

技术指标的检验结果若有一项不合格，允许在同批产品中加倍取样进行重复试验。重复试验结果全部合格，则判该批产品合格。若重复试验结果中仍有不合格，则判该批产品不合格。经供需双方商定允许供方逐件检验时，逐件判定。

1. 标志、包装、运输、贮存及随行文件
   1. 标志
      1. 应在合格的产品包装容器外张贴标签，并注明：
2. 供方名称/地址；
3. 商标；
4. 客户名称；
5. 产品名称；
6. 订单号
7. 批号；
8. 净重；
9. 本文件编号；
10. 生产日期；
11. 有效日期；
12. 产品纯度；
13. 储存期；
14. 容器编号
    * 1. 产品的包装标志应符合GB 190和GB/T 191的相关规定，标签应符合GB 15258和GB 30000.19规定的要求。
    1. 包装
       1. 产品包装容器应符合GB 12463、GB 18564的规定。
       2. 产品的最大充装量不高于容器体积的95%为宜。
       3. 产品的包装应使用进行内表面经抛光处理的316 L不锈钢材质，应防止泄漏和接口污染。
    2. 运输

产品的运输和贮存要求见《危险化学品安全管理条例》及《国际海运危险货物规则》。

产品在运输过程中应小心轻放，避免剧烈振动和日光曝晒，严禁倒置，防止沾污。

* 1. 贮存

产品应贮存在通风、阴凉、干燥的库房内，远离火种、热源。

产品储存期应符合GB/T 26571的规定，一般是自生产之日起一年。

* 1. 随行文件

每批产品应附有随行文件，其中除应包括供方信息、产品信息、本文件编号、出厂日期或包装日期外，还宜包括：

1. 产品质量证明书：

* 合同号；
* 产品名称；
* 批号；
* 容器编号和净重；
* 产品净重
* 生产日期；
* 检验日期；
* 检验项目及其结果；
* 储存期；
* 供方质检部门印章。

1. 产品按GB 16483要求制定安全技术说明书和产品安全标签；
2. 其他。
3. 订货单内容

需方可根据自身的需要，在订购本文件所列产品的订货单内，列出以下内容：

1. 产品名称;
2. 产品技术要求;
3. 产品净重;
4. 本文件编号;
5. 本文件中要求在订货单中注明的内容
6. 其他。

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_