协会标准《电子工业用高纯硫酸》（预审稿）编制说明

一、**工作简况**

**1、项目背景和立项意义**

电子工业用高纯硫酸，主要用于硅晶片的清洗、光刻、腐蚀、印刷电路板的腐蚀和电镀清洗，电子级硫酸用于硅晶片的清洗已有30多年的历史，电子级硫酸是半导体工业常用的八大化学式试剂之一，消耗量居第三位。电子工业用高纯硫酸与半导体的发展密切相关。随着电子工业的发展，超高纯硫酸的研制和生产亦得到了快速发展，我国已经能够进行MOS级、BV—Ⅲ级高纯硫酸的生产。但是，每个厂家对硫酸的技术指标规定不统一，执行标准也不一致，产品质量水平参差不齐，为促进半导体集成电路产业发展的需求，因此，需要建立一个适用于半导体产业用高纯硫酸的技术标准，促使国内企业提高高纯硫酸的产品质量，统一高纯硫酸的技术规格，为高纯硫酸的生产、销售、采购及使用提供参考依据，对促进我国极大规模集成电路产业发展具有重要的意义。

目前国外标准有《SEMI C44 Specification and Guide for Sulfuric Acid》、《SEMI PV33 - Specification for Sulfuric Acid Used in photovoltaic Applications》，国内标准有《GB/T 534-2014工业硫酸》、《GB/T 625-2007化学试剂 硫酸》这些标准中规定的技术指标规格较低，已不能满足目前半导体产业发展的需求。

**2 任务来源**

根据（中色协科字[2019] 号）的要求，《电子工业用高纯硫酸》由苏州汉谱埃文材料科技有限公司牵头负责起草，计划编号：2019-0031-T/CNIA，要求于2020年完成。

**3 标准项目编制单位简况**

苏州汉谱埃文材料科技有限公司，致力于半导体产业超高纯化学品的研发、技术服务与销售，团队成员由美国、台湾、中国数位专家组成，专家由半导体原材料到芯片生产产业链上相关的专业人才。于2018年在江苏昆山成立，一年来，针对超高纯试剂的提纯形成独特的技术路线，并且申报了3项专利、12项发明专利，而且全权管理江苏赛夫特半导体材料检测技术有限公司，又参股上海赛夫特半导体材料公司的电子化学品的生产，从半导体产品的研发、检测到生产，在逐渐发展过程中，对半导体涉及的电子化学品有了更深理解与实践，而国内半导体电子化学品技术起歩较晚，我们坚持在超高纯产品核心技术中加大投入，继续扩大产品种类，以满足不同生产工艺的要求，持续探究超高纯化学品空白领域，立志成为半导体超高纯化学品的领军企业。

**4 主要工作过程**

接到行业标准制定计划任务后，在全国有色金属标准化技术委员会的组织下，苏州汉谱埃文成立了协会标准《电子工业用高纯硫酸》编制组，确定了编制组成员的任务分工和实验计划。编制组开展了相关国内外资料、标准的整理和研讨工作。

二 标准编制原则和确定标准主要内容

1. **编制原则**

本标准按照GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》和GB/T 20001.4-2001《标准编写规则 第4部分： 化学分析方法》的要求进行编写。标准中简述了方法原理，确定了适用范围、等级划分及其杂质含量要求、检验规则、包装、运输、贮存等技术内容。

1. **标准主要内容说明**
   1. 标准题目的确定

本标准的题目完全能够高度概括标准主旨和中心，能够反映出电子工业用硫酸要求及检验方法。

* 1. 本标准主要针对电子工业的实际需求，结合国外先进标准，以及国内外的生产企业、用户对硫酸的规格需求，对硫酸的规格进行了四级分档；
  2. 指标内容包括：主含量、色度、氯化物、硝酸根、磷酸根、灼烧残渣、还原高锰酸钾物质、铵盐、各种金属元素、颗粒。
  3. 本标准规定了各指标内容的测试方法，主体包括GB/T 625中规定的多种检测方法、引用了电子行业标准SJ/T 11637和SJ/T 11638，对电子行业重点关注的元素和颗粒这两项指标进行了规定，另外，结合氯化物、硝酸根、磷酸根的分析方法在附录中进行规定。

三、标准水平分析

通过文献检索，网上查询，国内还没有专门针对用于集成电路产业用《电子工业用高纯硫酸》标准。与国外先进标准的水平一致，属于国内先进水平。

四 与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准的协调性

本标准属于高纯硫酸产品标准，与现行法律、法规和相关标准相协调、无冲突。本标准属于首次制定标准。

五 重大分歧意见的处理经过和依据

1. 编制组根据起草前确定的编制原则进行了标准起草，标准起草小组前期进行了充分的准备和调研，并做了大量调查论证、信息分析和实验工作，在主要技术内容上，行业内取得了较为一致的意见，标准起草过程中未发生重大分歧意见。
2. 标准编制组于2019年于东莞会议上对讨论稿进行讨论。
3. 2020年8月标准编制组将征求意见稿发送邮件，广泛征求意见，共取得意见25条，详见下表：

征求意见汇总处理表

| 序号 | 章条编号 | 意见内容 | 提出单位 | 是否采纳 | 备注 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 3.2 | 主含量（HF），建议改为主含量（H2SO4) | 宜昌南玻硅材料有限公司 | 是 |  |
|  | 3.2 | I级中金属钙、铁等指标为300、200等，建议改为不超过100 | 否 | 此规格为参考SEMI C1标准 |
|  | 3.2 | II级中硼、硅等指标为20、20等，建议改为不超过10 | 否 | 此规格为参考SEMI C7标准 |
|  | 3.1 | 标题为外观，形容试剂不太好，建议标题名称应改为“性状” | 中国电子科技集团公司第十三研究所 | 是 |  |
|  | 3.2 | 标题是否符合团体标准规范？建议更改为“规格” | 否 | 在立项时已经确认标题内容 |
|  | 表1 | 主含量（HF),写错了，建议改为H2SO4 | 是 |  |
|  | 表1 | ug/kg有两种字体，建议进行统一 | 是 |  |
|  | 表1 | 大量的国标中都是采用w/%为单位，表中为w/(ug/kg)是否合理？建议进行统一 | 是 |  |
|  | 表1 | 表头里第一列为“元素”，表达不当，实际此列里为多种类型物质，建议改为“名称” | 是 |  |
|  | 表1 | “≤”建议放到后面4列的数字前面 | 否 | 表达方式和相关标准一致 |
|  | 表1 | 表中“-”是不检测么？ | 否 | 是指不做要求 |
|  | 表1 | 表中的分级是否与国标625冲突？ |  |  |
|  | 3.2 | 主含量(HF)是否写错了，建议改为H2SO4 | 有研光电新材料有限责任公司 | 是 |  |
|  | 3.2 | 色度 黑曾单位 ≤10，氯化物（Cl-）w/(ug/kg)≤ 100格式不统一，建议统一格式 | 是 |  |
|  | 4.3 | 按CNIA/T XXXX-201X的规定进行。标准是什么，建议标准填写完整 | 是 | 因缺少现有的标准，在附录中予以补齐 |
|  | 5.4 | 保留时间由生产厂家根据实际需要确定，标准是否应制定最小保留时间，建议制定保存时间范围 | 否 | 需结合不同用户的使用情况，由厂家自行确定。 |
|  | 8.1 | 操作时应穿戴防护眼睛、手套和防护服，眼镜打错了手套有无要求 | 是 | 防护手套即可 |
|  | 8.3 | 禁止在容器附近动用明火或抽烟。抽烟太口语化，建议改为吸烟。 | 是 |  |
|  | 3.1 | “应为无色透明液体”表述不合适，建议修改为“无色透明液体。” | 江苏中能硅业科技发展有限公司 | 是 |  |
|  | 3.2 | “主含量(HF) w/%”表述错误，建议修改为“主含量(H2SO4) w/%” | 是 |  |
|  | 3.2 | “氯化物（Cl-）w/(ug/kg)”表述不准确，建议修改为“氯化物（以Cl-计）w/(ug/kg)” | 否 | 和GB/T 625一致 |
|  | 3.2 | 主含量(H2SO4) w/% 为 95%-98%，建议修改为“95.0%-98.0%”，便于含量指标判定 | 是 |  |
|  | 4.8 | “颗粒含量测试定”，多一个字，建议修改为“颗粒含量测定” | 是 |  |
|  | 5.3 | “每批产品应对表1中全部项目进行检验。”每家单位关注的重点指标不同，且具备的检测能力也不同。建议修改为“每批产品应对表1中全部项目进行检验，或由供需双方协商必检的项目。” | 否 | 此项目内容为要求供方进行全部项目检验。 |
|  | 5.5 | “则整批产品为不合格”表述不准确，建议修改为“则整批产品判定为不合格” | 是 |  |

4、2020年8月19日，在天津市赛象酒店召开标准预审会议，会上收集到的意见及处理意见见下表：

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **序号** | **标准章条编号** | **意见内容** | **提出单位及提出人** | **处理意见** |
| 1 | 4 | 将“警告”部分提至标准开头 | 高珺 | 采纳 |
| 2 | 警告 | 增加应满足相关国家标准、地方法规的要求 | 刘淑萍 | 采纳 |
| 3 | 1 | 删去“分级”字样 | 李素青 | 采纳 |
| 4 | 1 | 增加：“以下简称高纯硫酸” | 高珺 | 采纳 |
| 5 | 1 | 将“储存”修改为“贮存” | 刘凤华 | 采纳 |
| 6 | 表1 | 分级字样调整至等级上方 | 李素青 | 采纳 |
| 7 | 表1 | 增加其他单个元素的指标要求 | 李素青 | 采纳 |
| 8 | 表1 | 增加杂质元素的分类 | 刘淑萍 | 采纳 |
| 9 | 4 | 试验方法内容按照指标内容的排序，重新进行排序 | 刘文明 | 采纳 |
| 10 | 4 | 增加：按附录A/B/C或供需双方共同确认的方法。 | 刘淑萍 | 采纳 |
| 11 | 5.4 | 删去“GB/T 6678和” | 高珺 | 采纳 |
| 12 | 5.4 | 删去“瓶上粘贴标签，注明：生产厂名，产品名称、批号、等级、采样日期和采样者姓名。” | 刘文明 | 采纳 |
| 13 | 5.5 | 针对“检验结果按GB/T 8170规定的俢约值比较法判定检验结果是否符合本标准。”，查询标准是否进行位置调整 | 高珺 | 采纳 |
| 14 | 5.5 | 将“指标”，明确为各具体指标内容 | 高珺 | 采纳 |
| 15 | 6.1 | 改成：标示应满足GB 190的规定要求，及“向上”、“怕晒”标志 | 高珺 刘淑萍 | 采纳 |
| 16 | 6.1 | 将标志应包括的内容，按a、b、c、d进行排列 | 刘淑萍 | 采纳 |
| 17 | 6.2 | 删去“树脂” | 刘淑萍 | 采纳 |
| 18 | 8.4 | 安全内容和警告部分进行合并阐述 | 高珺 | 采纳 |
| 19 | 附录A.3 | 通过实验进行确定测试时间 | 刘春峰 | 采纳 |

5、标准编制组根据收集到的意见对预审稿进行修改完善，形成送审稿，于2020年10月14日在昆山进行审定。

六、标准作为强制性标准或推荐性标的建议及其理由

随着电子行业的发展，迫切需要一项符合产、供、销各单位均认可的高纯硫酸产品标准，本标准弥补了行业内标准缺失的困境，建议本标准作为推荐性协会标准发布实施。

七、贯彻标准的要求和措施建议（包括组织措施、技术措施、过渡办法等内容）

本标准为集成电路产业用高纯硫酸产品标准之一，为使标准能更好地发挥作用，提高生产高纯硫酸企业的产品质量水平。建议针对标准《电子工业用高纯硫酸》制定切实可行的贯彻措施，使各相关单位及生产厂家充分掌握标准中所规定的分级标准，让标准在高纯硫酸的生产和应用过程中得以广泛推广。同时，对标准执行情况进行跟踪调查，及时发现标准执行中的问题，不断修改完善，提升标准水平，提高标准的科学性、合理性、协调性和可操作性。

八、代替或废止现行有关标准的建议

无。

标准编制组

2020年10月10日