

ОКПД 2 20.59.12.120

УДК 776.3.665.225

ОКС 71.080.99

УТВЕРЖДАЮ

Директор ООО "Фраст-М"

\_\_\_\_\_ Д.Б. Аскеров

" \_\_\_\_ " \_\_\_\_\_ 2019 г.

**УСИЛИТЕЛЬ АДГЕЗИИ ПЛЁНОК  
ПОЗИТИВНЫХ ФОТОРЕЗИСТОВ  
СИЛ-А-01**

**ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ**

**ТУ-20.59.12-025-18567185-2019**

Дата введения \_\_\_\_\_

Срок действия: не ограничен.

<b>СОГЛАСОВАНО</b>	<b>РАЗРАБОТАНО</b>
Директор ООО «ЭЛМА-ХИМ» _____ И.Н. Агафонова « ____ » _____ 2019 г.	Гл. технолог ООО «Фраст-М» _____ И.Е. Сулейманов « ____ » _____ 2019 г.
Директор ООО «Редхимкомплект» _____ В.В. Зацепилин « ____ » _____ 2019 г.	Фотолитограф ООО «Фраст-М» _____ В.И. Юдина « ____ » _____ 2019 г.
_____ _____ « ____ » _____ 2019 г.	
_____ _____ « ____ » _____ 2019 г.	

## СОДЕРЖАНИЕ

Стр.

<i>Введение.</i>	4.
<i>1. Технические требования.</i>	4.
<i>1.1. Требования к сырью, материалам, покупным изделиям.</i>	4.
<i>1.2. Комплект поставки.</i>	5.
<i>1.3. Маркировка.</i>	5.
<i>1.4. Упаковка.</i>	5.
<i>2. Требования безопасности.</i>	6.
<i>3. Правила приёмки.</i>	8.
<i>3.1. Приемо-сдаточные испытания.</i>	8.
<i>3.2. Метод отбора проб по ГОСТ 3885-73.</i>	8.
<i>3.3. Правила приемки по ГОСТ 3885-73.</i>	8.
<i>4. Методы испытаний.</i>	9.
<i>4.1. Контроль внешнего вида.</i>	9.
<i>4.2. Определение относительной скорости фильтрации.</i>	9.
<i>4.2.1. Оборудование и материалы.</i>	9.
<i>4.2.2. Подготовка к испытанию.</i>	10.
<i>4.2.3. Проведение испытания.</i>	10.
<i>4.3. Определение массовой доли воды.</i>	11.
<i>4.3.1. Оборудование, материалы, посуда, реактивы.</i>	11.
<i>4.3.2. Подготовка к испытанию.</i>	11.
<i>4.3.2.1. Абсолютирование диоксана</i>	11.
<i>4.3.3. Проведение испытания.</i>	11.
<i>4.4. Определение плотности.</i>	11.
<i>4.5. Типовые испытания.</i>	11.

<i>5. Определение концентрации примесей металлов по ГОСТ 55845-2013.</i>	<i>11.</i>
<i>5. Транспортирование, хранение.</i>	<i>12.</i>
<i>6. Указания по применению.</i>	<i>12.</i>
<i>7. Гарантии изготовителя.</i>	<i>13.</i>
<i>Приложение 1.</i>	<i>14.</i>
<i>Приложение 2.</i>	<i>15.</i>
<i>Лист регистрации изменений.</i>	<i>18.</i>

## **ВВЕДЕНИЕ.**

Настоящие технические условия распространяются на усилитель адгезии плёнок позитивных фоторезистов, именуемый в дальнейшем как «Адгезив» и предназначен в качестве функционального подслоя для позитивных фоторезистов отечественного и импортного производства в фотолитографических процессах, при изготовлении полупроводниковых приборов, интегральных схем, металлизированных шаблонов, шкал, сеток и др.

Пример записи продукции при заказе: Усилитель адгезии СИЛ-А-01 ТУ-20.59.12-025-18567185-2019

## **1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ.**

Адгезив должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящих технических условий по технологической документации, утвержденной в установленном порядке.

Характеристики (свойства).

Адгезив должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.1.

\*Таблица 1. Параметры адгезива.

№ п/п	Наименование параметров и характеристик	Норма
1	Внешний вид	Бесцветная прозрачная жидкость
2	Относительная скорость фильтрации адгезива, отн. ед., не более	2,0
3	Массовая доля воды, %, не более	0,6
4	Плотность при 20 °С, г/см <sup>3</sup>	1,03÷1,04

### **1.1. Требования к сырью, материалам, покупным изделиям.**

Компоненты для изготовления разбавителя должны соответствовать требованиям нормативно-технической документации (ГОСТов) на вид продукции и иметь категорию чистоты не менее ОСЧ. по ГОСТ 3885-73.

Товарная упаковка для разбавителя должна предохранять разбавитель от внешних воздействий и быть инертной к компонентам разбавителя.

При изготовлении адгезива не образуются отходы, сточные воды.

## **1.2. Комплект поставки.**

При отгрузке потребителю в комплект поставки разбавителя входят: Адгезив в упаковке, паспорт.

## **1.3. Маркировка.**

Готовый адгезив маркируют этикеткой по ГОСТ 14192-96. Этикетку наклеивают на боковую поверхность потребительской и транспортной тары (бутылку, гофрокороб на одно или шесть мест).

В этикетке указывают: марку адгезива, номер партии, дату изготовления партии, номер технических условий, гарантийный срок хранения, массу адгезива (нетто), логотип изготовителя, координаты изготовителя, штамп ОТК.

## **1.4. Упаковка.**

Транспортную тару маркируют в соответствии с ГОСТ 14192-96 с дополнительными надписями:

- ◆ наименования предприятия-изготовителя;
- ◆ наименования продукта;
- ◆ количества упакованных в транспортную тару мест и массу нетто каждого места;
- ◆ массы брутто;
- ◆ номера партии;
- ◆ даты изготовления.
- ◆ В соответствии с ГОСТ 14192-96 указывают манипуляционные знаки: "Хрупкое. Осторожно", "Беречь от нагрева", "Беречь от влаги", "Беречь от огня", "Верх".
- ◆ По ГОСТ 19433-88 указывают знак опасности и классификационный шифр 3212.

Адгезив расфасовывают и упаковывают в стеклянные бутылки коричневого цвета БВ-1-1000, с навинчивающимися крышками из полимерных материалов и полиэтиленовыми прокладками, изготовленными по ГОСТ Р 51477-1999, без обертывания в светонепроницаемую бумагу.

Адгезив в потребительской таре помещают в ящики из гофрированного картона для химической продукции по ГОСТ 13841-95

Бутылки в ящике снизу, сверху и в вертикальных плоскостях уплотняют гофрированным картоном (ГОСТ 7376-89) или полимерной пеной в виде гнезд, исключая возможность перемещения внутри ящика.

В каждый ящик со стороны крышки вкладывают упаковочный лист с указанием:

- ◆ наименования предприятия-изготовителя;
- ◆ наименования продукта;
- ◆ номера партии и даты изготовления;
- ◆ количества и массы нетто упакованных в ящик мест;
- ◆ условного обозначения ТУ.

Картонные ящики с продуктом склеивают бумажными или полиэтиленовыми лентами с липким слоем (ГОСТ 20477-86).

Каждую партию фоторезиста или часть партии, отгружаемую потребителю, сопровождают паспортом.

Образец паспорта приведен в Приложении 2.

## **2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ**

Адгезив - легковоспламеняющаяся жидкость. Температура вспышки в открытом тигле 11 °С. Температура самовоспламенения 340°С. Температурные пределы воспламенения: нижний – 4 °С, верхний – 58 °С. Область воспламенения 1,8 ÷ 23,4 объемных процентов (определение проводят по ГОСТ 12.1.044-89)

Все электрооборудование и освещение помещения при изготовлении и применении адгезива должно быть выполнено во взрывобезопасном исполнении. В помещении, где применяется адгезив, запрещается использование открытых источников нагрева.

Средства пожаротушения: химическая пена, тонкораспыленная вода, воздушно-механическая пена, газовые огнегасительные составы.

Адгезив - вещество умеренно опасное, 3 класс опасности по ГОСТ 12.1.005-88.

Раздражает слизистые оболочки глаз. При контакте с кожей раздражение отсутствует.

При работе с адгезивом контроль над состоянием воздуха рабочих помещений следует вести: по метоксипропилацетату. Периодичность контроля определяют по ГОСТ 12.1.005-88.

Метоксипропилацетат - ПДК в воздухе рабочей зоны 275 мг/м<sup>3</sup>, 3 класс опасности по ГОСТ 12.1.005-88.

Технологический процесс изготовления адгезива должен быть автоматизирован, а оборудование герметизировано. Помещение, где производится работа с продуктом, должно быть оборудовано общеобменной приточно-вытяжной вентиляцией обеспечивающей ПДК в соответствии с ГОСТ 12.1.005-88. В местах возможного выделения вредных веществ должны быть оборудованы местные вентиляционные отсосы.

Каждую смену проводить влажную уборку помещения.

Перед работой рекомендуется наносить на кожу рук защитные кремы.

При отборе проб, испытании и применении адгезива следует применять индивидуальные средства защиты (резиновые перчатки, защитные очки, спецодежда) в соответствии с ГОСТ 12.4.011-89 и ГОСТ 12.4.103-83, а также соблюдать правила личной гигиены.

При попадании на кожу адгезив необходимо снять ватным тампоном и тщательно вымыть участок кожи водой с мылом.

При производстве адгезива сточные воды не образуются. Адгезив и входящие в него компоненты не образуют токсичных соединений в воздушной среде и в присутствии других веществ.

Уничтожают отходы адгезива сжиганием. Сжигание рекомендуется проводить в печах камерного типа или циклонно-плавильных агрегатах (ЦПА) при температуре 850÷1000 °С с последующим пропусканием отходящих газов через скрубберы, орошаемые 2÷20 % раствором щелочи. Абсорбент из скруббера следует направлять на сжигание в ЦПА, а сплав солей из ЦПА - в шламоотвал.

### **3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ.**

Адгезив поставляют с приемкой отделом технического контроля (ОТК).

Для проверки адгезива на соответствие требованиям настоящих технических условий устанавливают приемо-сдаточные испытания.

#### **3.1. Приемо-сдаточные испытания.**

На испытания и приемку адгезив предъявляют партиями, упакованными в соответствии с п.1.1 настоящих ТУ.

За партию принимают количество однородного по своим качественным показателям адгезива, полученного в результате одного технологического цикла и оформленного одним документом о качестве. Масса партии каждого разбавителя должна быть не более 500 кг.

Порядок отбора проб на приемо-сдаточные испытания в соответствии с ГОСТ 3885-73.

Масса средней пробы адгезива должна быть 600 г. Состав и последовательность приемо-сдаточных испытаний приведены в таблице 2. Партию адгезива считают выдержавшей приемо-сдаточные испытания, если по всем видам испытаний получены положительные результаты. При получении отрицательных результатов испытаний хотя бы по одному из показателей, установленных в ТУ, проводят повторные испытания по всем показателям, в соответствии с таблицей 2 на пробе, отобранной от удвоенного количества упаковочных единиц той же партии адгезива. В технически обоснованных случаях допускается повторные испытания проводить только по тому виду испытаний, по которому получены отрицательные результаты. Результаты повторных испытаний являются окончательными и распространяются на всю партию. Партию адгезива, не выдержавшую повторных испытаний, забраковывают и изолируют от годных партий.

### **3.2. Метод отбора проб по ГОСТ 3885-73**

### **3.3. Правила приемки по ГОСТ 3885-73**

Таблица 2. Состав и последовательность приемо-сдаточных испытаний.

№ п/п	Виды и последовательность испытаний	Номер пункта	
		Технических требований	Методов испытаний
1	Определение внешнего вида адгезива	1	4.1.
2	Определение относительной скорости фильтрации адгезива, отн. ед., не более.	2	4.2.
3	Определение массовой доли воды, %	3	4.3.
4	Определение плотности при 20 °С, г/см <sup>3</sup>	4	4.4.

Партии адгезива, прошедшие приемо-сдаточные испытания с положительными результатами, считаются принятыми, их упаковывают, клеймят и сдают на склад готовой продукции.

## **4. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ.**

### **4.1. Контроль внешнего вида.**

Адгезив в количестве 25 см<sup>3</sup> помещают в пробирку по ГОСТ 10515-75 и рассматривают визуально в проходящем свете. Продукт должен представлять собой бесцветную жидкость без механических примесей.



## **4.2. Определение относительной скорости фильтрации адгезива.**

Метод определения относительной скорости фильтрации адгезива основан на сравнении времени фильтрации первой и четвертой порций адгезива через мембранный фильтр при постоянном давлении фильтрования.

### **4.2.1. Оборудование и материалы.**

Манометр с верхним пределом измерения избыточного давления 160 кПа ( $1,6 \text{ кгс/см}^2$ ) и классом точности не ниже 4-ого по ГОСТ 2405-88.

Секундомер механический СОПпр-2А-3 по ГОСТ 5072-79 с ценой деления 0,2 с. или аналогичный.

Редуктор для регулирования давления азота РДФ-3 по ТУ 25.02.1898-75 или аналогичный.

Устройство для фильтрования жидких сред под давлением, каталожный № SM 16249 фирмы «Sartorius» или аналогичное.

Пинцет лабораторный по ТУ 45-6А0.005.088 ТУ-86 или аналогичный.

Мембранные фильтры «Владипор» типа МФЦ №2 по ТУ 6-05-1978-84 диаметром 50 мм, допускается использование других, стойких к органическим растворителям фильтров с диаметром пор  $0,20 \div 0,25$  мкм.

Бязь хлопчатобумажная (отбеленная), по ГОСТ 11680-76, салфетки размером 100x100 мм.

Цилиндр 1-100 ГОСТ 1770-74.

Азот газообразный по ГОСТ 9293-74, высший сорт.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300-87, высший сорт.

1,4-Диоксан по ГОСТ 10455-80, класс чда.

### **4.2.2. Подготовка к испытанию.**

Бязевой салфеткой, смоченной спиртом, протирают устройство для фильтрования и сушат на воздухе.

Расход спирта  $15 \text{ см}^3$ .

Сборку устройства осуществляют в соответствии с инструкцией по эксплуатации, устанавливая при этом один фильтр МФЦ №2.

### **4.2.3. Проведение испытания.**

Испытания проводят в вытяжном шкафу. В фильтрующее устройство заливают около  $50 \text{ см}^3$  адгезива. Через  $1 \div 2$  мин, при помощи редуктора, подают в фильтрующее устройство избыточное давление азота равное 100 кПа ( $1 \text{ кгс/см}^2$ ). В момент появления первой капли

отфильтрованного адгезива включают секундомер. По получении 40 см<sup>3</sup> отфильтрованного адгезива останавливают секундомер и прекращают подачу сжатого азота.

Доливают в фильтрующее устройство еще 40÷45 см<sup>3</sup> адгезива и определяют время фильтрования второй порции (40 см<sup>3</sup>) адгезива. Эту операцию повторяют до получения 160 см<sup>3</sup> отфильтрованного адгезива. Если конструкция фильтрующего устройства позволяет залить сразу 160÷180 см<sup>3</sup>, то допускается проводить фильтрование в один прием, определяя время прохождения каждой порции 40 см<sup>3</sup>. При использовании фильтрующего устройства с диаметром 90 и 142 мм общее количество отфильтрованного адгезива и величина каждой порции должны быть увеличены пропорционально увеличению площади фильтра по сравнению с площадью фильтра диаметром 50 мм. Время истечения первой порции адгезива при использовании МФЦ-2 не должно превышать 350 с. Испытания проводят дважды.

Расхождения между результатами двух испытаний не должно превышать 50%.

Относительную скорость фильтрации рассчитывают по формуле:

$$\frac{t_4 + t_4'}{t_1 + t_1'} \leq 2, \quad (8)$$

где  $t_1$  и  $t_4$  – время фильтрации первой и четвертой порции адгезива при первом измерении.

$t_1'$  и  $t_4'$  – время фильтрации первой и четвертой порции адгезива при втором измерении.

Результат испытаний считают положительным, если относительная скорость фильтрации соответствует требованиям п.2 табл. 1 настоящих технических условий.

### **4.3. Определение массовой доли воды в адгезиве.**

#### **4.3.1. Оборудование, материалы, посуда, реактивы.**

Шкаф сушильный электрический, обеспечивающий температуру нагрева до 350 °С.

Колонка стеклянная цилиндрическая высотой 600 мм и внутренним диаметром 30 мм, с оттянутым концом до диаметра 4÷5 мм.

Термометр технический стеклянный ТТП №9 по ТУ 25-2021.003-88ТУ 25-2021.010-89 или аналогичный.

Цилиндр 1-1000 ГОСТ 1770-74.

Цеолиты (молекулярные сита) типа КА или NaA по ТУ 38.102.81-88.

Стекловата.

*1,4-Диоксан по ГОСТ 10455-80.*

#### **4.3.2. Подготовка к испытанию.**

##### **4.3.2.1. Абсолютирование диоксана.**

*Стеклянную цилиндрическую колонку заполняют сначала слоем стекловаты на высоту 10 мм, а затем на высоту не менее 500 мм цеолитом, предварительно прокаленным при температуре 320 °С в течение 8 ч. Через подготовленную колонку пропускают 1000 см<sup>3</sup> 1,4-диоксана. Массовая доля воды в абсолютированном диоксане должна быть не более 0,05%.*

*Абсолютированный диоксан хранят в чистой, сухой, герметично закрытой емкости. При хранении соблюдают все меры предосторожности против попадания влаги воздуха в диоксан.*

##### **4.3.3. Проведение испытания.**

*Массовую долю воды в адгезиве определяют по ГОСТ 14870-77 разд.2 реактивом Фишера, используя в качестве растворителя 1,4-диоксан, подготовленный по п.4.3.2.1.*

*Результаты испытаний считают положительными, если массовая доля воды соответствует требованиям п.3 табл.1 настоящих технических условий.*

#### **4.4. Определение плотности.**

*Определение плотности продукта производят по ГОСТ 18995.1-73*

#### **4.5. Типовые испытания.**

*Типовые испытания проводят по ГОСТ В 15.307-77*

#### **5. Определение концентрации примесей металлов по ГОСТ 55845-2013.**

### **6. ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ.**

*Адгезив расфасовывают и упаковывают в прозрачные или темные стеклянные бутылки емкостью 1 дм<sup>3</sup> или 2,5 дм<sup>3</sup>, с навинчивающимися крышками из полимерных материалов и полиэтиленовыми прокладками изготовленные по ГОСТ Р 51477-1999.*

*Адгезив в потребительской таре помещают в ящики из гофрированного картона для химической продукции по ГОСТ 13841-95. Бутылки в ящике снизу, сверху и в вертикальных плоскостях уплотняют гофрированным картоном (ГОСТ 7376-89) или полимерной*

пенной в виде гнезд, исключающих возможность перемещения внутри ящика.

В каждый ящик со стороны крышки вкладывают упаковочный лист с указанием:

- ◆ наименования предприятия-изготовителя;
- ◆ наименования продукта;
- ◆ номера партии и даты изготовления;
- ◆ количества и массы нетто упакованных в ящик мест;
- ◆ условного обозначения ТУ.

Картонные ящики с продуктом склеивают бумажными или полиэтиленовыми лентами с липким слоем (ГОСТ 20477-86).

Каждую партию адгезива или часть партии, отгружаемую потребителю, сопровождают паспортом. Образец паспорта приведен в приложении 2.

Транспортирование адгезива осуществляют всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

Хранение адгезива осуществляют в упаковке предприятия - изготовителя, в закрытых, сухих складских помещениях снабженных приточно-вытяжной вентиляцией.

## **7. УКАЗАНИЯ ПО ПРИМЕНЕНИЮ.**

Работа с адгезивом должна проводиться в отдельном помещении, снабженном приточно-вытяжной вентиляцией, при следующих условиях окружающей среды:

- температура воздуха  $(21 \pm 5) ^\circ\text{C}$ ;
- относительная влажность воздуха от 40 до 60%.

Запрещается работать с адгезивом вблизи открытых источников нагревания. При работе с адгезивом следует предохранять его от попадания влаги, паров кислот, щелочей, аммиака, механических и других примесей. Перед применением адгезив не требует дополнительной фильтрации.

## **8. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ.**

Предприятие-изготовитель гарантирует соответствие качества адгезива требованиям настоящих технических условий при соблюдении условий транспортирования, хранения и применения.

Гарантийный срок хранения адгезива 12 месяцев со дня изготовления. По истечении этого срока перед использованием адгезив должен быть

*проверен на соответствие требованиям настоящих технических условий.*

**ПЕРЕЧЕНЬ****ДОКУМЕНТОВ, НА КОТОРЫЕ ДАНЫ ССЫЛКИ В НАСТОЯЩИХ ТУ**

Таблица 3.

ГОСТ 12.1.005-88	ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны
ГОСТ 12.4.011-89	ССБТ. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация
ГОСТ 12.4.021-75	ССБТ. Системы вентиляционные. Общие требования
ГОСТ 12.4.103-83	ССБТ. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация
ГОСТ 3885-73	Реактивы и особо чистые вещества. Правила приемки, отбор проб, фасовка, упаковка и маркировка
ГОСТ 7376-89	Картон гофрированный
ГОСТ 13841-95	Ящики из гофрированного картона для химической продукции
ГОСТ 20477-86	Лента полиэтиленовая с липким слоем
ГОСТ Р 51477-1999	Тара стеклянная для химических реактивов и особо чистых веществ. Технические условия.
ГОСТ 18995.1-73	Продукты химические органические. Методы определения плотности жидкости
ГОСТ 18995.6-73	Продукты химические органические. Методы определения температуры кипения
ГОСТ В 15.307-77	Испытания и приемка серийных изделий.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2 (начало).

**ОБРАЗЕЦ ПАСПОРТА**

**ООО «ФРАСТ-М»**

**УСИЛИТЕЛЬ АДГЕЗИИ ПЛЁНОК  
ПОЗИТИВНЫХ ФОТОРЕЗИСТОВ  
СИЛ-А-01**

Партия № \_\_\_\_\_

масса \_\_\_\_\_ кг.

**ПАСПОРТ.**

**ТЕХНИЧЕСКИЕ ДАННЫЕ.**

<b>№ п/п</b>	<b>Наименование показателя</b>	<b>Норма</b>	<b>Фактически</b>
1	Внешний вид	Бесцветная прозрачная жидкость	
2	Относительная скорость фильтрации адгезива, отн. ед., не более	2,0	
3	Массовая доля воды, %, не более	0,6	
4	Плотность при 20 °С, г/см <sup>3</sup>	1,03÷1,04	

**КОМПЛЕКТ ПОСТАВКИ.**

В комплект поставки входят усилитель адгезии плёнок позитивных фоторезистов в упаковке и паспорт.

**СВИДЕТЕЛЬСТВО О ПРИЕМКЕ.**

Усилитель адгезии плёнок позитивных фоторезистов партия № \_\_\_\_ массой \_\_\_\_ кг. соответствует техническим условиям ТУ-20.59.12-025-18567185-2019 и признан годным для применения.

Дата выпуска: \_\_\_\_\_

Начальник ОТК \_\_\_\_\_

**Гарантийные обязательства.**

Изготовитель гарантирует соответствие разбавителя требованиям ТУ-20.59.12-025-18567185-2019 при соблюдении потребителем условий транспортирования, хранения и применения, указанных в технических условиях.

Гарантийный срок хранения – двенадцать месяцев со дня изготовления.

Указания по хранению.

Усилитель адгезии плёнок позитивных фоторезистов хранят в упакованном виде в сухом помещении при 15÷25 °С и относительной влажности воздуха 45÷80%.

Следует предохранять проявитель от попадания влаги, механических и прочих примесей.

