

团 体 标 准

T/CECA XXX-202X

石英晶体元器件用导电胶粘剂

Electrically conductive adhesives for quartz crystal devices

(报批稿)

20XX—XX—XX 发布

20XX—XX—XX 实施

中国电子元件行业协会 发布

目 录

| | |
|--------------------|-----|
| 前言..... | III |
| 引言..... | IV |
| 1 范围..... | 1 |
| 2 规范性引用文件..... | 1 |
| 3 术语和定义..... | 1 |
| 4 试验条件和取样..... | 1 |
| 5 技术要求和试验方法..... | 2 |
| 6 检验规则..... | 4 |
| 7 包装、标志、贮存和运输..... | 7 |
| 附录 A..... | 8 |

标准批注文本



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》的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由中国电子元件行业协会压电晶体分会提出。

本文件由中国电子元件行业协会压电晶体分会归口。

本文件起草单位：上海腾烁电子材料有限公司、日照众邦电子有限公司、唐山国芯晶源电子有限公司、泰晶科技股份有限公司、深圳市晶峰晶体科技有限公司、烟台明德亨电子科技有限公司、东晶电子金华有限公司、铜陵市峰华电子有限公司、北京晨晶电子有限公司、安徽晶赛科技股份有限公司、成都晶宝时频技术股份有限公司。

本文件主要起草人：张建平、郝建强、李文明、刘凤阳、陈军伟、卜志杰、张立强、崔立志、孙晓明、钟院华、高青、刘其胜、黄屹、刘建辉、黄文俊、王晓东、吴成秀、何文俊、张琳琳、宫桂英、查晓兵、朴龙峰、刘青彦、杨清明

引 言

本团体标准供各成员单位自愿采用。提请各使用单位注意，采用本团体标准时，应根据各自产品特点，确认本团体标准的适用性。

石英晶体元器件用导电胶粘剂

1 范围

本文件规定了石英晶体元器件用导电胶粘剂的技术要求、试验和测量方法、检验规则、标志、包装、贮存和运输的要求。

本文件适用于石英晶体元器件用环氧导电胶粘剂和有机硅导电胶粘剂。

2 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/T 2943-2008 胶粘剂术语

GB/T 6739 色漆和清漆 铅笔法测试漆膜硬度

GB/T 13354 液态胶粘剂密度的测定方法 重量杯法

GB/T 20740-2006 胶粘剂取样

GB/T 25915.1-2010 洁净室及相关受控环境 第1部分：空气洁净度等级

GB/T 27761 热重分析仪失重和剩余量的试验方法

GB 30530-2014 有机硅环体单位产品能源消耗限额

GB/T 35494.1-2017 各向同性导电胶粘剂试验方法 第1部分：通用方法

3 术语和定义

GB/T 2943-2008、GB/T 35494.1-2017 和 GB 30530-2014 界定的术语和定义适用于本文件。

4 试验条件和取样

4.1 试验环境条件

温度 $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ ，相对湿度 $(50 \pm 10)\%$ 。

4.2 状态调节

导电胶粘剂样品：将低温贮存样品运输后至少在试验室冰柜中放置 12h 以上，样品从冰柜中取出后应回温至 4.1 规定的条件。

4.3 取样

按 GB/T 20740-2006 规定的 D 类胶粘剂进行。

5 技术要求和试验方法

5.1 外观

5.1.1 技术要求

导电胶粘剂外观为银白色或者银灰色、无外来杂质、无析出物、无团聚的均匀黏稠物。

5.1.2 试验方法

在自然光下，目测检查。

5.2 粘度

5.2.1 技术要求

除非另有规定，环氧导电胶粘剂粘度应在 6400mPa·s~10000mPa·s 范围内，有机硅导电胶粘剂粘度应在 16500mPa·s~25000mPa·s 范围内。

5.2.2 试验方法

按照 GB/T 35494.1-2017 中 6.3 规定的椎板粘度测试方法进行。

5.3 触变指数

5.3.1 技术要求

环氧导电胶粘剂触变指数应在 4.5~7 范围内；有机硅导电胶粘剂触变指数应在 1.5~5 范围内。

5.3.2 试验方法

按照 GB/T 35494.1-2017 中 6.4 的方法进行。

触变指数 (TI) 按式 (1) 计算。

$$TI = \frac{V_2}{V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

TI——触变指数；

V_1 ——高速率 (5 rpm) 时的粘度，单位为毫帕秒 (mPa·s)；

V_2 ——低速率 (0.5 rpm) 时的粘度，单位为毫帕秒 (mPa·s)。

5.4 比重

5.4.1 技术要求

环氧导电胶粘剂比重应在 2.8~3.5 范围内；有机硅导电胶粘剂比重应在 2.9~3.5 范围内。

5.4.2 试验方法

按照 GB/T 13354 的方法测定。

5.5 有机硅环体含量 (D4~D10)

5.5.1 技术要求

有机硅导电胶粘剂环体含量应小于 50ppm。

5.5.2 试验方法

按照附录 A 的规定进行。

5.6 可操作时间以及固化

5.6.1 可操作时间

5.6.1.1 技术要求

粘度与初始粘度的变化应不超过 10%，可使用时间应在 4h~8h 范围内。

5.6.1.2 试验方法

按照 GB/T 35494.1-2017 中 6.3，将垂直放置的针筒内导电胶粘剂，在装进针筒时及 4h 和 8h 后分别测试粘度。

5.6.2 固化

5.6.2.1 技术要求

固化后，剪切强度符合 5.9.1 的要求，体积电阻率符合 5.10.1 的要求，固化物热失重符合 5.11.1 的要求。

5.6.2.2 试验方法

除非另有规定，固化条件如下：

- 环氧导电胶粘剂：160℃~165℃，恒温 2h；
- 有机硅导电胶粘剂：隧道炉内固化，180℃，固化 40min~60min，然后升温到 280℃，固化 40min~60min。隧道炉内氧气含量不超过 50ppm。

固化后按照 5.9.2，5.10.2，5.11.2 的方法进行。

5.7 储存

5.7.1 技术要求

环氧导电胶粘剂避光密闭在-20℃~5℃温度范围下储存；有机硅导电胶粘剂避光密闭在-40℃~5℃温度范围下储存。储存期按制造厂的规定。储存结束时的粘度与初始粘度的变化应不超过 10%。

5.7.2 试验方法

按照 GB/T 35494.1-2017 中 6.3 规定的椎板粘度测试的方法进行。

5.8 表面硬度

5.8.1 技术要求

环氧导电胶粘剂固化后表面硬度为 HB~7H；有机硅导电胶粘剂表面硬度≤6B。

5.8.2 试验方法

按照 GB/T 6739 的规定，用铅笔硬度测试仪测量。

5.9 剪切强度

5.9.1 技术要求

环氧导电胶粘剂剪切强度应 $\geq 5\text{MPa}$ ；有机硅导电胶粘剂剪切强度应 $\geq 2.5\text{MPa}$ 。

5.9.2 试验方法

取用检测玻璃样片，使用 3M 胶带在玻璃上贴成长度为 2.5cm，宽度 3mm，厚度为 25 μm 的线条。将导电胶粘剂样品用不锈钢尺刮附在贴有胶带的玻璃片上。取 10 支直径 2.5mm 的高度 2mm 的氧化铝陶瓷圆柱体放置在刮好的导电银胶上，按 5.6.2.1 规定的固化温度进行固化。

固化后室温下放置 6h 恢复到 4.1 规定的环境条件下。使用推拉力测试仪检测导电胶粘剂的抗推力值。

剪切强度按式 (2) 计算。

$$P = \frac{N}{\pi \times r^2} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

P ——剪切强度，单位为兆帕 (MPa) 或者牛顿每平方米 (N/mm^2)；

N ——剪切力，单位为牛顿 (N)；

r ——陶瓷圆柱体的半径，单位为毫米 (mm)；

π ——圆周率。

5.10 体积电阻率

5.10.1 技术要求

环氧导电胶粘剂固化后的体积电阻率为 $\leq 4.5 \times 10^{-6} \Omega \cdot \text{m}$ ；有机硅导电胶粘剂的体积电阻率为 $\leq 7 \times 10^{-6} \Omega \cdot \text{m}$ 。

5.10.2 试验方法

按照 GB/T 35494.1-2017 中 8.7 条的规定进行。

5.11 固化物热失重

5.11.1 技术要求

环氧导电胶粘剂固化后，由室温升温到 260 $^{\circ}\text{C}$ 时失重 $\leq 1\%$ ；有机硅导电胶粘剂固化后，由室温升温到 300 $^{\circ}\text{C}$ 时失重 $\leq 0.2\%$ 。

5.11.2 试验方法

按照 GB/T 27761 的规定进行。

6 检验规则

6.1 检验职责

应在制造厂或质量鉴定机构完成本文件规定的所有检验项目。试验设备和检验装置应符合国家规定的精度等级，并保证必要的维护和定期校准。

6.2 检验批

一个检验批应由同样条件下生产、同一时间内交验、同一型号的产品组成。

6.3 检验分类

产品检验分为逐批检验和周期检验。

6.4 逐批检验

6.4.1 逐批检验的试验项目

逐批检验应由表 1 规定的检验项目组成。

表 1 逐批检验项目一览表

| 序号 | 试验项目 | 技术要求 | 试验方法 |
|----|--------|--------|--------|
| 1 | 外观 | 5.1.1 | 5.1.2 |
| 2 | 粘度 | 5.2.1 | 5.2.2 |
| 3 | 触变指数 | 5.3.1 | 5.3.2 |
| 4 | 表面硬度 | 5.8.1 | 5.8.2 |
| 5 | 剪切强度 | 5.9.1 | 5.9.2 |
| 6 | 体积电阻率 | 5.10.1 | 5.10.2 |
| 7 | 固化物热失重 | 5.11.1 | 5.11.2 |

6.4.2 抽样方案

按照 4.3 的规定分别抽样如下：

- 剪切强度试验：在同一批次产品中随机抽取 10 份样品，每份不少于 1g。
- 其余试验项目：在同一批次产品中随机抽取 3 份样品，每份不少于 1g。

6.4.3 结果判定

结果分别判定如下：

a) 剪切强度试验：10 个结果数据中，去掉一个最大值和一个最小值后，取平均值即为最终结果，允许不合格数为 2。若不合格数大于 2，则判定为该批不合格。

b) 其余试验项目：在抽取的 3 份样品中，取 1 份样品按照本文件的规定进行测试。

如果有一项检测结果不合格，应对余下的 2 份样品进行复验。如果复验结果合格，则判定为该批合格，如果仍有 1 份样品不合格，则判定为该批不合格。

6.5 周期检验

6.5.1 周期检验的试验项目

周期检验应由表 2 规定的检验项目组成。

表2 周期检验项目一览表

| 序号 | 试验项目 | 技术要求 | 试验方法 |
|----|------------------|---------|---------|
| 1 | 外观 | 5.1.1 | 5.1.2 |
| 2 | 粘度 | 5.2.1 | 5.2.2 |
| 3 | 触变指数 | 5.3.1 | 5.3.2 |
| 4 | 比重 | 5.4.1 | 5.4.2 |
| 5 | 有机硅环体含量 (D4-D10) | 5.5.1 | 5.5.2 |
| 6 | 可操作时间 | 5.6.1.1 | 5.6.1.2 |
| 7 | 固化 | 5.6.2.1 | 5.6.2.2 |
| 8 | 贮存 | 5.7.1 | 5.7.2 |
| 9 | 表面硬度 | 5.8.1 | 5.8.2 |
| 10 | 剪切强度 | 5.9.1 | 5.9.2 |
| 11 | 体积电阻率 | 5.10.1 | 5.10.2 |
| 12 | 固化物热失重 | 5.11.1 | 5.11.2 |

6.5.2 周期检验要求

正常生产时至少每3个月进行一次周期检验。

有下列情况之一也应进行周期检验：

- a) 新产品或老产品转厂生产的试制；
- b) 正常生产后，如材料、工艺有较大改变，可能影响产品性能时；
- c) 产品停产超过3个月，恢复生产时；
- d) 逐批检验结果与上次周期检验有较大差异时；
- e) 国家质量监督机构提出周期检验的要求。

6.5.3 抽样方案

按照4.3的规定分别抽样如下：

- a) 剪切强度试验：在同一批次产品中随机抽取10份样品，每份不少于1g。
- b) 其余试验项目：在同一批次产品中随机抽取3份样品，每份不少于1g。

6.5.4 结果判定

结果分别判定如下：

- a) 剪切强度试验：10个结果数据中，去掉一个最大值和一个最小值后，取平均值即为最终结果，允许不合格数为2。若不合格数大于2，则判定为该批不合格。
- b) 其余试验项目：在抽取的3份样品中，取1份样品按照本文件的规定进行测试。如果所有项目的检测结果都合格，则判定为该批合格。

如果有一项检测结果不合格，应对余下的 2 份样品进行复验。如果复验结果合格，则判定为该批合格，如果仍有 1 份样品不合格，则判定为该批不合格。

7 包装、标志、贮存和运输

7.1 包装

产品应存装入专用的导电胶粘剂容器内，避免泄漏造成污染。

产品应在 GB/T 25915.1 中空气洁净度 ISO 3 级~ISO 5 级的车间中进行防潮包装。

7.2 标志

每个产品包装应有标志。

产品标志内容如下：

- a) 名称和商标；
- b) 生产单位名称和地址；
- c) 生产批号或者生产日期；
- d) 贮存期以及贮存说明。

7.3 运输与贮存

7.3.1 运输与贮存前检验

导电胶粘剂产品运输与贮存前，应先验明包装容器完整、不漏。

7.3.2 运输注意事项

运输、装卸导电胶粘剂产品时，应轻拿轻放。

7.3.3 运输及贮存要求

导电胶粘剂的贮存有不同的温度、湿度、避光、通风等要求。环氧导电胶粘剂避光密闭贮存在 -20°C ~ 5°C 温度下；有机硅导电胶粘剂避光密闭贮存在 -40°C ~ 5°C 温度下。运输过程需要用冰袋或者干冰运输，运输全过程需要保持在 5°C 以下。

附录 A

(规范性)

有机硅导电胶粘剂环体含量的测试方法

A.1 标准溶液

先配制质量分数为 400ppm 的 D4 正己烷标准溶液，随后用逐级稀释法分别配制质量分数为 200ppm、100ppm、50ppm 以及 10ppm 的标准溶液。以浓度由低到高的顺序将各标准溶液注入气相色谱-质谱联用仪 (GC-MS) 内分析，绘制标准曲线。

A.2 样品

称取约 0.4g 有机硅导电胶粘剂产品 (精确至 0.1mg) 按照有机硅导电胶粘剂固化条件固化，得到固化产物。

A.3 样品测试

将样品置于 50mL 称量瓶中，加 10g 正己烷，室温下密闭磁力搅拌机搅拌 24h。由于浸泡后有机硅溶胀，环体不参与反应，残留在溶液里。使用 0.45 μm 的膜滤纸过滤，随后取出滤液，移取 1 μL 注入 GC-MS 分析。使用 Agilent 7890A-5975C 气质联用仪 (GC-MS)。色谱条件：毛细管柱 HP-5MS 30×0.25×0.25，氦气为载气，柱流量 1.0ml/min，分流比 40，进样口温度 280℃，初始温度 50℃，保持 1min，以 10℃/min 升至 220℃，再以 30℃/min 升至 280℃，保持 50min。质谱条件：离子源温度 280℃，EI (+) 电离方式，电离能量 70eV，气质接口温度 280℃，扫描质量数范围 46~800m/z。

A.4 试验数据处理

每一个样品测定三次，取其平均值。根据 D₄ 标准溶液曲线图分别测定 D₄~ D₁₀ 的含量，最后用式 (2) 计算含量总和。

$$D = D_4 + D_5 + D_6 + D_7 + D_8 + D_9 + D_{10} \dots \dots \dots (A.1)$$

式中：

D ——有机硅环体含量总和；

D_i ——含 i 个 Si 元素的有机硅环体。