|  |
| --- |
|  |
| 石英晶体谐振器用导电胶 |
| 编制说明 |
| （征求意见稿） |
| 2020年12月 |

**一、工作简况**

1、任务来源

根据中国电子元件行业协会 《关于下达2020年第一批中国电子元件行业协会团体标准制定项目计划的通知》（中电元协2020第(004)号），《石英晶体谐振器用导电胶》 团体标准项目已于2020年3月9日立项，任务计划编号为YX202003002。

2、编制单位

本标准参与编制的单位有：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、武汉海创电子股份有限公司、成都晶宝时频技术股份有限公司共计11家单位。

本标准牵头单位是上海腾烁电子材料有限公司，负责本标准相关资料的搜集和调研、标准框架编制、标准内容起草、反馈意见整理等工作；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、武汉海创电子股份有限公司、成都晶宝时频技术股份有限公司负责验证试验、补充完善标准内容。

3、主要工作过程

团体标准项目任务下达后，承办单位中电元协压电晶体分会组织和落实了本标准编制组成员。经过牵头单位的资料收集、标准起草，于2020年12月10日已完成标准工作组内部征求的第三次讨论意见稿。经过了三次的集中讨论和意见稿的征集，一共征求到70条修改建议，共采纳56条建议，未采纳14条建议。未采纳的建议已经与相关单位逐一沟通，也得到各企业的认同答复，详见附件一 工作组讨论稿意见汇总处理表。

于12月10日前已经完成全部征求意见。

**二、标准编制原则和确定主要内容的论据及解决的主要问题**

1、编制原则

本标准为新制定标准，规定了石英晶体谐振器用导电胶的技术要求，如外观、表面粘度、触变指数、有机硅导电胶环体含量、导电胶粘接剂挥发性有机化合物限量、可操作时间以及固化、导电胶的贮存、导电胶固化后的表面硬度、剪切强度、导电胶体积电阻率、固化物热失重率的相关内容。

在制定本标准内容时，主要参考了国家军用标准和国际主流厂商的技术规格书，包括：

GB/T 35494.1-2017 各向同性导电胶通用测试方法；

日本三键化工3301F的技术规格书；

日本三键化工3303N的技术规格书。

2、确定主要内容的依据

本标准按照GB/T 1.1－2020给出的规则起草，主要章节包括术语和定义、技术要求、试验方法、包装、标志、储存和运输。

其中，技术要求和试验方法的主要内容参考了新修订的国标GB/T 35494.1-2017 ，以及行业内标杆企业的产品规格书。主要检验项目：外观、物理性能、粘接性能、环保要求。在国家标准GB/T 35494.1-2017 各向同性导电胶通用测试方法中对导电胶的要求及相应检测方法，包括：粘度、触变指数、固化物表面硬度、固化物与基材之间的剪切强度等内容。具体见附表一和附表二，附表一中主要介绍导电胶检测项目、技术要求、试验方法；附表二主要介绍技术要求的依据、国外导电胶的水平。

3、编制过程中解决的主要问题

1. 石英晶体谐振器用导电胶在电子元件行业已得到广泛应用，本标准的制定将结束行业内该产品标准空白的状态，有利于行业内形成共识。
2. 结合当前下游市场的客户要求，在技术指标、检测方法等方面与国际领先厂商的产品技术规格书进行接轨，提高本标准的先进性，使其适应产品最新的发展趋势要求。

**三、主要试验情况分析**

本标准中所列举的质量判定标准、检测方法等内容来自于标准牵头起草单位上海腾烁电子材料有限公司自2014年晶体谐振器导电胶量产以来所积累的技术及质量经验积累，其中的检测项目和检测方法已与其下游的国内外客户以及参与制定标准的导电胶生产企业形成较为一致的意见。

**四、知识产权情况说明**

在标准中无涉及专利的技术内容。

**五、产业化情况、推广应用论证和预期达到的经济效果**

1、产业化情况

为满足当今以智能手机、平板电脑为代表的便携式通信终端产品向轻、薄、短小、各种苛刻的使用条件的要求，对导电胶要求越来越高，高性能导电胶的需求越来越多。同时国际对国内科技行业的封锁越来越严重，导电胶作为晶体谐振器的关键核心材料，国产化越来越迫切。

2、标准推广应用

随着5G产业的飞速发展，万物互联概念越来越趋于现实化，所有这些都需要用晶振来实现，这给晶振行业一个很大的发展空间。导电胶作为晶体谐振器产品必不可少的重要原材料，品质的稳定性对晶振性能的影响极为关键，而本产品在国内及国际上存在标准空白，因此有必要制定本标准，以在行业内进行推广应用。

3、标准应用的预期效果

这就需要形成一个完善的、规范化的质量标准体系，用于规范各类导电胶的技术指标、检测要求、交付要求、使用标准等。标准应用后，这就形成一个完善的、规范化的质量标准体系，用于规范各类导电胶的技术指标、检测要求、交付要求、使用标准等。导电胶能适用于各种晶体谐振器产品，可以促进压电晶体行业导电胶品质的保障和行业的规范。

**六、采用国际标准和国外先进标准情况**

本标准目前尚无对应的国际标准，参考了日本三键、日本藤仓等同类产品标杆厂家的产品标准，对本标准进行了制定。

**七、与现行相关法律、法规、规章及相关标准的协调性**

本标准与我国有关的现行法律、法规和规章无冲突。无相关的强制性国家标准，与同类标准和标准体系中其他标准的协调，无矛盾。

**八、重大分歧意见的处理经过和依据**

征求各方意见中，如有再进行补充。经过多次的讨论和意见稿的征集，目前各参与单位已经达成了一致的意见。

**九、贯彻标准的要求和措施建议**

建议本标准在应用过程中，根据具体产品在应用中的具体情况，对产品的技术要求、技术指标和试验及测量方法等内容在编制产品规范时进行增减和调整。

**十、其它应予说明的事项**

无。

团体标准《石英晶体谐振器用导电胶》

编制工作组

2020年12月28日

附表一 导电胶检测项目、技术要求、试验方法

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 项目 | 技术要求 | 试验方法 |
| 外观 | 银白色或者银灰色、无外来杂质、无团聚的均匀液体 | 按照GB/T 20967-2007的规定进行 |
| 表观粘度 | 环氧导电胶表观粘度指标应在6400mPa•s～10000mPa•s范围内，机硅导电胶表观粘度指标应在16500mPa•s～25000mPa•s范围内，指标也可为供需双方合同要求范围内。 | 按照GB/T 35494.1-2017中6.3条款的测试方法进行。ASTM D4287 用椎板/平板粘度计测定高剪切粘度的试验方法（Standard Test Method for High-Shear Viscosity Using a Cone/Plate Viscometer）。 |
| 触变指数 | 环氧导电胶触变指数指标应在4.5～7范围内；有机硅导电胶触变指数指标应在1.5～5范围内。 | 按照GB/T 35494.1-2017中6.4条款的测试方法进行。 |
| 比重 | 环氧导电胶比重指标应在2.8～3.5范围内；有机硅导电胶比重指标为应在2.9～3.5范围内。 | 按照GB/T 13354-1992 液体胶黏剂密度的测试方法比重杯法。 |
| 有机硅环体含量 | 有机硅导电胶环体含量指标为小于200ppm。 | 《化学工程与装备》杂志 2009 年 第 8期 《**GC-MS** 测定涂料原料二甲基环体硅氧烷》 |
| 挥发性有机化合物限量 | 符合GB 33372-2020中5.2条表1中其他应用的VOC含量限量要求，挥发性有机化合物限量≤250克/升。 | 按照GB 33372-2020中5.2规定的溶剂型胶粘剂VOC含量限量。 |
| 可操作时间 | 表观粘度与初始表观粘度的变化应不超过10%，可使用时间不低于4小时。 | 按照GB/T 35494.1-2017中6.3条款规定的表观粘度测试方法，将垂直放置的针筒内导电胶，在装进针筒时及4小时后分别测试表观粘度。 |
| 固化 | 固化：环氧导电胶固化条件：160度恒温2小时；  有机硅导电胶固化条件：隧道炉内固化，180度固化40分钟升温到280度固化40分钟（氧气含量不超过50ppm）  导电胶粘剂固化条件，可按产品供应商提供的条件进行。 | 按照GB/T 35494.1-2017中6.3条款规定的表观粘度测试方法，将垂直放置的针筒内导电胶，在装进针筒时及4小时后分别测试表观粘度。 |
| 贮存 | 环氧导电胶避光密闭在-20℃～5℃温度范围下贮存；有机硅导电胶避光密闭在-40℃～5℃温度范围下贮存。贮存期遵守导电胶粘剂厂家的规定。贮存期内表观粘度与初始表观粘度的变化应不超过10%。 | 按照GB/T 35494.1-2017中6.3条款的测试方法进行。 |
| 表面硬度 | 环氧导电胶固化后表面硬度指标应在HB～7H范围内；有机硅导电胶表面硬度指标为比6B软。 | 按照GB/T 6739-2006规定，用铅笔硬度测试仪测量。 |
| 剪切强度 | 环氧导电胶剪切强度应≥5MPa；有机硅导电胶剪切强度应≥2.5MPa。 | 引用日本三键的导电胶推力测试方式(3TS-4180-002)。 |
| 体积电阻率 | 环氧导电胶固化后体积电阻率指标为≤4.5×10-4Ω∙cm；有机硅导电胶体积电阻率指标为≤7×10-4Ω∙cm。 | 按照GB/T 35494.1-2017中的8.7条款的规定进行测试。 |
| 固化物热失重 | 环氧导电胶固化后从室温升温到260℃时失重≤1%；有机硅导电胶固化后从室温升温到300℃时失重≤0.2%。 | 按照GBT 27761-2011，测试导电胶固化物的热失重。 |

附表二 技术要求的依据、国外导电胶的水平

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 项目 | 依据 | 国外水平 |
| 外观 | 1. 参考上海腾烁导电胶的检测报告 | 日本三键的测试方式：3TS-201-02（未阐明） |
| 表观粘度 | 1、参考上海腾烁导电胶的检测报告   1. 参考日本导电胶的粘度范围标准和我司检测的日本导电胶的数据（包含日本三键与日本藤仓） | 测试日本三键3301F环氧导电胶粘度在7000～9000mPa•s；日本三键3303N\3303R\3303G粘度都在18000～25000mPa•s。  三键的测试方法：3TS-210-10 |
| 触变指数 | 1、参考上海腾烁导电胶的检测报告  2、参考日本导电胶的粘度范围标准和我司检测的日本导电胶的数据（包含日本三键与日本藤仓） | 测试日本三键3301F环氧导电胶触变指数在5.5～6.5范围内。有机硅导电胶3303N/3303R/3303G  触变指数在2.5～4范围内。  藤仓有机硅导电胶5940/5600-200/670  触变指数在1.5～2.5范围内。  三键的测试方式：3TS-210-10 |
| 比重 | 1、参考上海腾烁导电胶的检测报告  2、参考日本导电胶的粘度范围标准和我司检测的日本导电胶的数据（包含日本三键与日本藤仓）  导电胶的比重与导电胶的银含量成正比关系。比重越低银含量越少，导电胶的本体电阻越大。 | 测试日本三键3301F环氧导电胶比重在2.9～3.2范围内。  有机硅导电胶3303N/3303R/3303G  比重在3.0～3.3范围内。  测试藤仓有机硅导电胶5940/5600-200/670  比重在3.1～3.3范围内。 |
| 有机硅环体含量 | 有机硅导电胶环体含量指标为小于200ppm。实验测试：超过200ppm，导电胶固化完还会有残留物残留，长时间通电后环体会造成晶振频率的负偏差。 |  |
| 挥发性有机化合物限量 | 符合GB 33372-2020中5.2条表1中其他应用的VOC含量限量要求。 | 中国国内环保要求，日本无此要求。 |
| 可操作时间以及固化 | 1、参考上海腾烁导电胶的检测报告  经过测试，导电胶粘度变化超过10%，点胶会出现拉胶现象。 | 三键3301F的TDS中有说明。  三键330N的TDS中有说明。 |
| 贮存 | 1、参考上海腾烁导电胶的检测报告  2、参考日本三键、日本藤仓导电胶的TDS | 三键3301F的TDS中有说明。  三键330N的TDS中有说明。 |
| 表面硬度 | 1、参考上海腾烁导电胶的检测报告  2、参考日本三键、日本藤仓导电胶的TDS  实验验证：有机硅导电胶硬度太高，比6B硬，用于晶振中时，晶振的抗跌性就很差，没法满足客户的跌落要求。 | 晶振应用中，最软的环氧导电胶是日本藤仓的5002B，铅笔硬度HB，最硬的是日本三键33J-053C,铅笔硬度7H。  晶振行业内用的所有有机硅导电胶铅笔硬度都比6B软。  三键测试方法：3TS-215-05 |
| 剪切强度 | 1、参考上海腾烁导电胶的检测报告  2、参考日本三键、日本藤仓导电胶的TDS  环氧导电胶目前市面上产品的剪切强度都高于5MPa；  试验验证：有机硅导电胶的剪切强度如果低于2.5MPa，做出晶振的抗跌落效果差，无法满足晶振企业的要求 | 参考日本三键导电胶推力的测试方法(3TS-4180-002)/3TS-310-02  经过测试：3301F 剪切强度为14MPa  5002B 测试剪切强度为5MPa  3303N 剪切强度为2.5MPa |
| 体积电阻率 | 1、参考上海腾烁导电胶的检测报告  2、参考日本三键、日本藤仓导电胶的TDS  晶振中导电胶体现的电阻R=导电胶与基座的接触电阻+导电胶本体电阻+导电胶与晶片的接触电阻。  经过实验证明：导电胶本体电阻过大，对导电胶在晶振中的电阻也会提升  经测试标准中体积电阻率的范围可以满足晶振企业的要求 | 通过测试：日本三键3301F的体积电阻率为：3×10-4Ω∙cm  日本三键3303N的体积电阻率为：4.3×10-4Ω∙cm  三键的测试方法：3TS-401-03 |
| 固化物热失重 | 1、参考上海腾烁导电胶的检测报告  2、参考日本三键、日本藤仓导电胶的TDS  导电胶固化后在晶振内耐的最高温就是回流焊温度260℃。经过实验证明：回流焊温度260℃下恒温5分钟，环氧导电胶热失重不能超过1%，超过后，晶振就会出现大范围负偏差。  有机硅导电胶需要经过辊焊工艺，导电胶需要承受300℃高温。实验证明：有机硅导电胶在300℃下热失重不超过0.2%对晶振基本没有影响。 | 日本三键3301F  在260℃热失重0.8%；日本三键3303N，在300℃热失重0.16% |