

ICS XX. XX. XX

CCS X XX

CPCIF

中国石油和化学工业联合会团体标准

T/CPCIF XXXX—20XX

集成电路用电子级 *N*-甲基甲酰胺

Electronic grade *N*-methylformamide for integrated circuit

20XX-XX-XX 发布

20XX-XX-XX 实施

中国石油和化学工业联合会 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。

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专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由中国石油和化学工业联合会标准化工作委员会归口。

本文件起草单位：XXXX、XXXX、XXXX。

本文件主要起草人：XXX、XXX、XXX。

集成电路用电子级 *N*-甲基甲酰胺

警示——本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

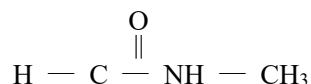
1 范围

本文件规定了集成电路用电子级 *N*-甲基甲酰胺的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于以甲酸甲酯和一甲胺合成的集成电路用电子级 *N*-甲基甲酰胺。

分子式：C₂H₅NO

结构式：



相对分子质量：59.07（按2018年国际相对原子质量计）

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 191 包装储运图示标志
- GB/T 325.1 包装容器 钢桶 第1部分：通用技术要求
- GB/T 601 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法（Hazen 单位铂-钴色号）
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6680 液体化工产品采样通则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则
- GB/T 11446.1 电子级水
- GB/T 13508 聚乙烯吹塑容器
- 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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

集成电路用电子级 N-甲基甲酰胺的技术要求应符合表 1 的规定。

表1 技术要求

项 目	指 标		
	E3	E2	E1
外观	无色透明液体，无可见杂质		
N-甲基甲酰胺, w_i / %	\geq	99.70	99.70
甲醇, w_i / %	\leq	0.050	0.050
二甲基甲酰胺, w_i / %	\leq	0.100	0.100
色度(铂-钴)/号	\leq	5	5
水分, w_2 / %	\leq	0.050	0.050
游离碱(以一甲胺计), w_3 / %	\leq	0.005	0.005
铁(Fe) / ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	\leq	10	20
钠(Na) / ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	\leq	10	20
镁(Mg) / ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	\leq	10	20
铝(Al) / ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	\leq	10	20
钾(K) / ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	\leq	10	20
钙(Ca) / ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	\leq	10	20
镉(Cd) / ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	\leq	10	20
锰(Mn) / ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	\leq	10	20
钴(Co) / ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	\leq	10	20
镍(Ni) / ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	\leq	10	20
铜(Cu) / ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	\leq	10	20
锌(Zn) / ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	\leq	10	20

5 试验方法

警示：试验方法规定的一些过程可能会导致危险情况。操作者应采取适当的安全和防护措施。

5.1 一般规定

除非另有规定，本文件所用的试剂和水，均指分析纯试剂和符合GB/T 6682规定的三级水。本标准所用标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按照GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603之规定制备。

5.2 外观的测定

取 100ml 样品置于 100ml 比色管中，在自然光或日光灯下目视观察。

5.3 N-甲基甲酰胺及其杂质含量的测定

5.3.1 方法提要

采用气相色谱法，在选定的工作条件下，将试样气化后通过色谱柱，使待测定的各组分分离，用氢火焰离子化检测器（FID）检测，采用校正面积归一化法计算各组分含量。需对 GB/T 6283 测定的水分进行归一化处理。

5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 空气：经硅胶及分子筛干燥、净化。

5.3.2.2 氢气：纯度不低于 99.99%（体积分数），经硅胶及分子筛干燥、净化。

5.3.2.3 氮气：纯度不低于 99.99%（体积分数），经硅胶及分子筛干燥、净化。

5.3.3 仪器和设备

5.3.3.1 气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器（FDI），并能按表 2 条件操作的气相色谱仪。整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 的有关规定。

5.3.3.2 记录装置：色谱工作站。

5.3.3.3 微量进样器：容量 1 μ L。

5.3.4 操作条件

推荐的色谱柱及典型色谱操作条件见表2，典型色谱图见附录A.1，各组分保留时间见附录A.2。其他能达到同等分离效果的色谱柱和操作条件均可使用。

表2 推荐的色谱柱和典型操作条件

项 目	参 数
色谱柱	聚乙二醇（PEG-20M）毛细管柱 MEGABORE DB-WAX (0.53 mm \times 1 μ m \times 30m)
柱长 \times 主内径 \times 液膜厚度	30 m \times 0.53 mm \times 1 μ m
柱箱温度 / $^{\circ}$ C	130
汽化室温度 / $^{\circ}$ C	250
检测器温度 / $^{\circ}$ C	220
氮气流量 / (mL/min)	30
氢气流量 / (mL/min)	40
空气流量 / (mL/min)	400
尾吹气 (N ₂) 流量 / (mL/min)	30
进样量 / μ L	0.4
分流比	10: 1

5.3.5 分析步骤

5.3.5.1 相对校正因子的测定

相对校正因子的测定方法见附录A.3。

5.3.5.2 样品测定

按仪器说明书开启色谱仪，按表 2 中的色谱条件设定仪器的操作参数，待仪器稳定后，用微量进样器将 0.4μL *N*-甲基甲酰胺试样注入色谱仪，记录各色谱峰的保留时间和峰面积，采用校正面积归一化法定量，计算结果。

5.3.6 结果计算

N-甲基甲酰胺的有效含量，用 w_i 表示，数值以%表示，按式（1）计算。

$$w_i = \frac{A_i f_i}{\sum A_i f_i} \times (1 - w_{\text{水}}) \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A_i —— 试样中组份*i*的峰面积；

f_i —— 试样中组份*i*的相对校正因子；

$w_{\text{水}}$ —— 本文件 5.5 中测试的 *N*-甲基甲酰胺水分含量，%。

取两次重复测定结果的算术平均值为结果，按GB/T 8170的规定进行修约，*N*-甲基甲酰胺含量（质量分数）精确至0.01%，各杂质含量（质量分数）精确至0.001%。

5.4 色度的测定

按GB/T 3143的规定进行测定。

5.5 水分的测定

按GB/T 6283的规定进行测定。取两次重复测定结果的算术平均值为结果。两次平行测定结果之差不超过平均值的20%。

5.6 游离碱的测定

5.6.1 方法提要

以溴百里酚兰为指示剂，在非水条件下用盐酸标准滴定溶液，滴定试样中游离的碱性物质来测定其中碱含量。

5.6.2 试剂和材料

5.6.2.1 溴百里酚兰指示剂：1g/L。

5.6.2.2 盐酸标准滴定溶液：C(HCl) = 0.01mol/L。

5.6.3 仪器和设备

酸式滴定管：容量为10.00mL，分度值为0.05mL。

5.6.4 操作步骤

移取25mL *N*-甲基甲酰胺样品于100mL锥形瓶中，加入2滴溴百里酚兰指示剂；用0.01mol/L盐酸标准滴定溶液滴定至由蓝色变为黄色并保持30s不变为终点，记录消耗盐酸标准滴定溶液体积。

5.6.5 结果计算

样品中游离碱含量（ w_3 ），数值以%表示，按式（2）计算：

$$w_3 = \frac{C \times V \times 31.06}{25 \times 1.01 \times 1000} \times 100\% \dots \dots \dots (2)$$

式中：

C —— 盐酸标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V —— 滴定所消耗盐酸标准滴定溶液的体积，mL；

31.06 —— 甲胺摩尔质量，g/mol；

1.01 —— *N*-甲基甲酰胺的密度。

取两次平行测定结果的算术平均值为结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于其算术平均值的30%。

5.7 金属离子的测定

5.7.1 方法提要

采用电感耦合等离子体-质谱法，以标准加入法检测金属离子含量。

5.7.2 试剂和材料

5.7.2.1 水：符合 GB/T 11446.1 中的电子级水 I 级水。

5.7.2.2 超纯硝酸：金属离子含量不大于 1μg/L。

5.7.2.3 硝酸溶液（2+98）。

5.7.2.4 硝酸溶液（5%）。

5.7.2.5 多元素标准溶液：符合 SJ/T 11637-2016 中 5.3 的规定。

5.7.2.6 高纯氩气、高纯氨气：纯度大于 99.999%，或其他仪器要求的气体。

5.7.3 仪器设备

5.7.3.1 电感耦合等离子体光谱质谱仪：应符合 JJF 1159 的规定。

5.7.3.2 电子天平：精度 0.1mg/0.01mg。

5.7.3.3 精密微量移液器及洁净的聚丙烯（pp）吸头：量程：10μL~100μL，100μL~1000μL。

5.7.3.4 全氟烷氧基树脂（PFA）瓶。

5.7.4 分析步骤

5.7.4.1 样品前处理

称取50g样品，精确至0.0001g，置于蒸发皿，蒸发至干，用硝酸（2+98）转移至100mL容量瓶中，定容至刻度，混匀。

注：取样量可根据试样中待测元素含量和方法的检出限进行调整。

5.7.4.2 测定

按GB 50073规定，推荐在洁净度为3级的制样净化房中，称取5份前处理后样品，每份样品为10g，精确至0.0001g，分别置于6个100mL的全氟烷氧基树脂（PFA）瓶中，依次加入0mL、0.05mL、0.1mL、0.2mL、0.3mL、0.4mL多元素标准溶液，用硝酸溶液（2+98）稀释至100mL，摇匀。在规定的仪器条件下，分别

测定相应的强度值，以加入的标准溶液质量浓度为横坐标，对应的强度值为纵坐标，绘制曲线，将曲线反向延长于横轴相交，交点的绝对值即为待测元素的质量浓度或根据回归方程计算出待测元素质量浓度。

注：测定铂（Pt）金属时选用镍锥测试系统。

表3 混合金属元素标准工作液制备

瓶 号	1#	2#	3#	4#	5#	6#
标准混合溶液浓度 / (μg/kg)	0	5	10	20	30	40
移取工作液体积/mL	0	0.05	0.1	0.2	0.3	0.4

5.7.4.3 结果计算

按照仪器操作规程，调好仪器工作条件，以零点为空白测定金属离子含量；线性相关系数不得低于0.995。

N-甲基甲酰胺中金属离子的浓度以 w_3 计，按照公式（3）计算：

$$w_3 = C \times \frac{m}{m_0} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

w_3 —— 试样中被测元素含量，单位为微克每千克（μg/kg）

C —— 曲线外延与横轴相交的截距的绝对值，单位为微克每千克（μg/kg）；

m —— 试样溶液质量的数值，单位为克（g）；

m_0 —— 样品质量的数值，单位为克（g）。

6 检验规则

6.1 出厂检验

本文件表1中所列项目均为出厂检验项目，出厂检验每批进行一次。

6.2 规则

本品以一次投料生产的、包装完好的产品为一批，或以一个产品储罐、一个槽罐车内的产品量为一批。

6.3 采样

产品采样应按GB/T 6678、GB/T 6680的规定进行，所抽样品的总量不少于500mL。将所取的试样混匀，分装入两个清洁、干燥的试样瓶中，密封，粘贴标签，注明名称、等级、批号、取样日期和采样人

等信息，一瓶由质量检验部门检验，另一瓶保存备查。特殊要求时，可以根据情况适当增加取样量或延长保存时间。

6.4 判定

检验结果的判定采用GB/T 8170规定的修约值比较法进行。检验结果全部符合本文件的技术要求时，则判定该批产品合格。检验结果中，如有一项指标不符合本文件要求时，应重新自两倍量的包装单元中取样进行复验。复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求，则判该批产品为不合格。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

产品包装桶外应有牢固的标志¹⁾，内容包括：生产厂家名称、厂址、产品名称、等级、批号、净含量、本文件编号等内容，并符合GB/T 191的规定。

7.2 包装

产品应采用符合GB/T 325.1要求的钢桶或符合GB/T 13508要求的聚乙烯桶包装，每桶净重1000kg、200kg；或在符合安全要求的条件下，根据客户的要求进行包装。

7.3 运输

运输过程中应确保容器不泄露、不倒塌、不坠落、不损坏。搬运时应轻装轻卸，防止包装容器损坏，并禁止与强氧化剂、强酸等腐蚀性物品混装。运输过程中应防止阳光直晒、雨淋、防火和防止静电产生火花，远离高温区域。

7.4 贮存

产品在贮存过程中应避免阳光直射，远离热源、火源。贮存于阴凉、通风、干燥处。库温不宜超过30℃，应与氧化剂、酸类、碱类分开存放。

1) 集成电路用电子级 *N*-甲基甲酰胺安全部分内容参见附录 B。

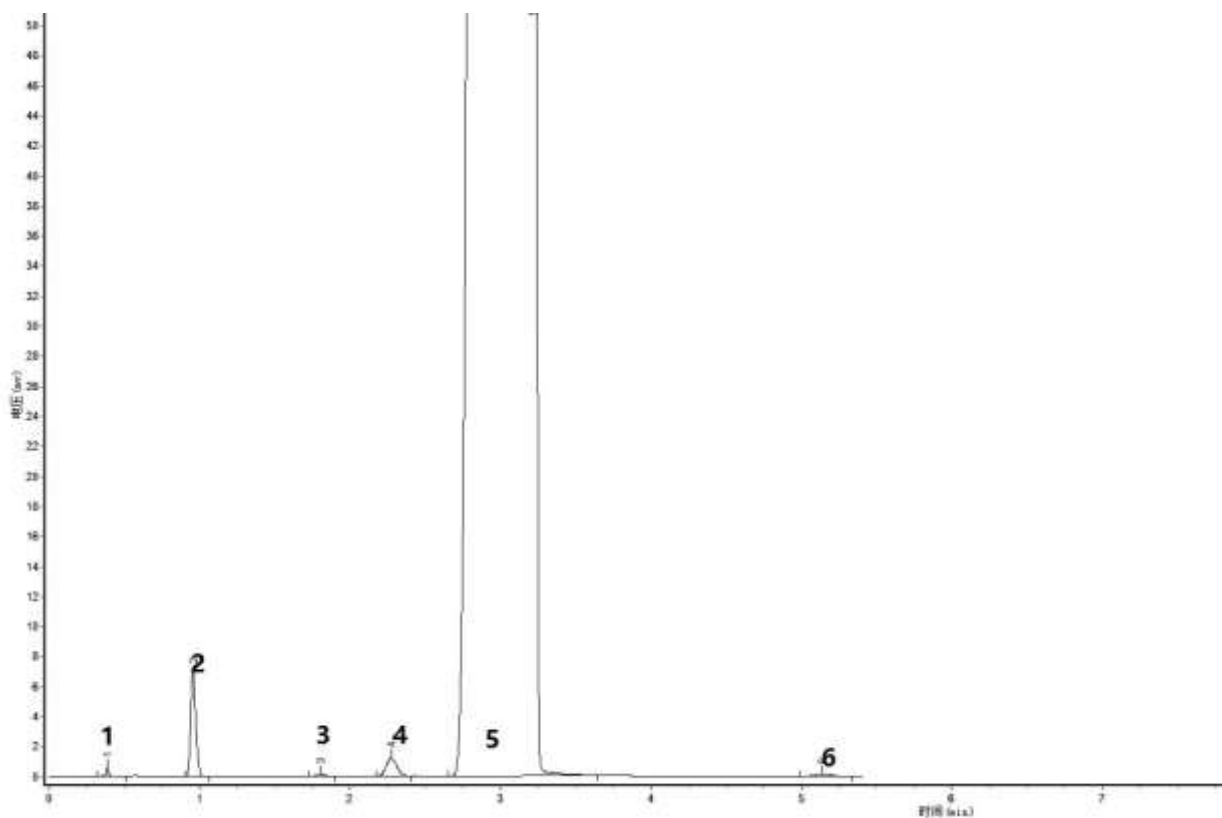
附录 A

(规范性)

集成电路用电子级 N-甲基甲酰胺典型色谱图、各组分保留时间和相对质量校正因子

A.1 集成电路用电子级 N-甲基甲酰胺的典型色谱图

典型色谱图见图 A.1。



- 1——甲醇；
 2——二甲基甲酰胺；
 3——甲基乙基；
 4——二甲基乙酰胺；
 5——N-甲基甲酰胺；
 6——甲酰胺。

图 A.1 集成电路用电子级 N-甲基甲酰胺典型色谱图

A.2 各组分保留时间和相对校正因子

表 A.2 各组分保留时间和相对校正因子

序号	组分名称	保留时间/min	相对校正因子
1	甲醇	0.35	0.56
2	二甲基甲酰胺	1.1	0.60

3	甲基乙基甲酰胺	1.85	0.58
4	二甲基乙酰胺	2.30	0.58
5	N-甲基甲酰胺	3.3	1
6	甲酰胺	5.4	7.8

A.3 相对校正因子的测定

A.3.1 试剂

A.3.1.1 N-甲基甲酰胺：用作配制标样，纯度应不低于99.9%（质量分数），甲醇的质量分数≤0.0001%，重组分的质量分数≤0.001%。当杂质含量不符合要求时，应扣除本底。

A.3.1.2 甲醇：色谱纯。

A.3.1.3 二甲基甲酰胺：色谱纯。

A.3.1.4 二甲基乙酰胺：色谱纯。

A.3.1.5 甲基乙基甲酰胺：色谱纯。

A.3.1.6 甲酰胺：色谱纯。

A.3.2 测定步骤

A.3.2.1 用准确称量的方法，在清洁干燥、可以密封的具塞玻璃瓶中依次加入A.3.1中的标准品，配制与样品中各组分含量相近的校正用标准试样，充分摇匀，以上称量均精确至0.0001g，充分混匀，得到校准试液。所配制的校准试液A的杂质含量均应与待测试样相近。加入的标准品中若存在其他干扰杂质时，应扣除本底予以修正。

A.3.2.2 按表2设定仪器的操作参数，待仪器稳定后，分别准确抽取0.4 μL的N-甲基甲酰胺标准品和校准混合溶液注入色谱仪，重复测定3次以上，各组分峰面积 A_i 。各组分峰面积相对误差应小于2%，取3次测定的算术平均值为测定结果，根据所得的峰面积及杂质组分含量，计算各组分的相对校正因子 f_i 。

A.3.3 相对校正因子的计算

按式（A.1）计算各组分相对于N-甲基甲酰胺的质量校正因子。

$$f_i = \frac{\omega_i \times A_s}{\omega_s \times A_i} \dots \dots \dots (A.1)$$

式中：

A_s ——校准试液中N-甲基甲酰胺的峰面积；

A_i ——校准试液中杂质i的峰面积；

ω_i ——校准试液中杂质i的质量分数；

ω_s ——校准试液中N-甲基甲酰胺的质量分数。

A.4 校正因子的定期测定

校正因子应实际测定，并应定期进行校验。

附 录 B
(资料性)
安全

B.1 安全警告

集成电路用电子级 N-甲基甲酰胺是一种透明、易燃、低毒、高沸点的有机溶剂，其蒸气或烟雾对眼睛、皮肤、粘膜和呼吸道有刺激作用，在包装、采样、使用时，操作者应遵守可燃危险品的一般安全防护措施，佩戴好安全防护用具。

B.2 安全措施

集成电路用电子级 N-甲基甲酰胺泄露时应迅速撤离泄露污染区人员至安全区，并进行隔离，严格限制出入，切断火源；建议应急人员戴自给正压呼吸器，穿防静电工作服，应避免 N-甲基甲酰胺与皮肤、眼睛接触，若皮肤接触，脱去污染的衣着，用流动清水冲洗至少 15min；若眼睛接触，立即提起眼睑，用大量流动清水彻底冲洗至少 15min，就医；若吸入，迅速脱离现场至空气新鲜处，保持呼吸道通畅，必要时进行人工呼吸，就医；如食入，误服者给饮大量温水，催吐，就医。

灭火时可选用雾状水、泡沫、二氧化碳、干粉灭火、砂土进行灭火。
