

ICS 31.030
CCS L 90

团 体 标 准

T

T/TMAC ×××—202X

光刻胶制备方法

Photoresist preparation method

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

已授权的专利证明材料为专利证书复印件或扉页，已公开但尚未授权的专利申请证明材料为专利公开通知书复印件或扉页，未公开的专利申请的证明材料为专利申请号和申请日期。

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中国技术市场协会 发布

中国技术市场协会（TMAC）是科技领域内国家一级社团，以宣传和促进科技创新，推动科技成果转移转化，规范交易行为，维护技术市场运行秩序为使命。为满足市场需要，做大做强科技服务业，依据《中华人民共和国标准化法》《团体标准管理规定》，中国技术市场协会有序开展标准化工作。本团体成员和相关领域组织及个人，均可提出修订 TMAC 标准的建议并参与有关工作。TMAC 标准按《中国技术市场协会团体标准管理办法》《中国技术市场协会团体标准工作程序》制定和管理。TMAC 标准草案经向社会公开征求意见，并得到参加审定会议多数专家、成员的同意，方可予以发布。

在本文件实施过程中，如发现需要修改或补充之处，请将意见和有关资料反馈至中国技术市场协会，以便修订时参考。

本作品著作权归中国技术市场协会所有。除了用于国家法律或事先得到中国技术市场协会正式授权或许可外，不许以任何形式复制本文件。第三方机构依据本文件开展认证、评价业务，须向中国技术市场协会提出申请并取得授权。

中国技术市场协会地址：北京市海淀区复兴路甲 23 号城乡华懋大厦 12 层 1217。

邮政编码：100036 电话：010-68270447 传真：010-68270453

网址：www.ctm.org.cn 电子信箱：136162004@qq.com

目 次

前 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理与系统构成	2
4.1 原理	2
4.2 系统构成	2
5 基本要求	2
5.1 环境要求	2
5.2 原材料要求	2
6 控制要求	3
6.1 原料预处理	3
6.2 配料混合	3
6.4 溶解分散	3
6.5 过滤净化	4
6.6 真空脱泡	4
6.7 成品调制	4
6.8 除菌过滤与灌装	5
6.9 成品要求	5
7 试验方法	5
7.1 成品要求试验方法	5
7.2 计算公式	6
8 检验规则	7
8.1 检验分类	7
8.2 出厂检验	7
8.3 型式检验	7
8.4 判定规则	7
9 安全与环保要求	7
9.1 安全要求	7
9.2 环保要求	8

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。

本文件由中国技术市场协会提出并归口。

本文件起草单位：无锡理奇智能装备股份有限公司、北京中研博采技术服务有限公司、北京六只猫创意科技有限公司、北京彬诚科技有限公司、郑州桐晟技术服务有限公司。

本文件主要起草人：孙振德、乐志斌、夏卫彬、杨笛、乐佳雨。

光刻胶制备方法

1 范围

本文件规定了光刻胶制备的原理与系统构成、基本要求、控制要求、试验方法、检验规则、安全与环保要求。

本文件适用于以树脂、感光剂、溶剂为核心原料，通过溶液混合法制备光刻胶的制备过程，包括研发、生产实施、质量控制等环节，其他制备方法可参照执行。

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 2828.1 计数抽样检验程序 第1部分：按接收质量限（AQL）检索的逐批检验抽样计划

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 8978 污水综合排放标准

GB/T 11175 合成树脂乳液试验方法

GB/T 19077 粒度分析 激光衍射法

GB/T 30701 表面化学分析 硅片工作标准样品表面元素的化学收集方法和全反射X射线荧光光谱法（TXRF）测定

GB/T 43793.1 平板显示用彩色光刻胶测试方法 第1部分：理化性能

GB/T 43793.2 平板显示用彩色光刻胶测试方法 第2部分：光学性能

GB 50457 医药工业洁净厂房设计标准

3 术语和定义

GB/T 43793.1、GB/T 43793.2界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

光刻胶 photoresist

一种对光敏感的高分子材料，在光刻工艺中经曝光、显影后可形成特定图形的功能性材料。

3.2

固含量 solid content

光刻胶中除去溶剂后剩余固体成分（树脂、感光剂、添加剂等）占总质量的百分比。

3.3

粒径分布 particle size distribution

光刻胶中分散颗粒的粒径大小及其所占比例的分布状态，以粒径分布跨度（D90-D10）/D50表示。

3.4

感光灵敏度 photosensitivity

光刻胶在特定曝光光源下，达到规定显影效果所需的最小曝光剂量。

注：感光灵敏度的单位为 mJ/cm^2 。

3.5

捕获纯化 capture purification

在光刻胶制备的精制阶段，通过特定分离技术快速捕获目标体系中的有效成分，同时去除大部分杂质的过程。

4 原理与系统构成

4.1 原理

在可控环境下，将树脂、感光剂、添加剂等固体原料按特定比例加入溶剂中，通过搅拌、溶解、分散、过滤、脱泡等单元，制备得到均匀稳定的光刻胶溶液。

4.2 系统构成

光刻胶制备系统应至少包括以下单元：

a) 上料/配料单元：用于原料的精确称量、投料及初步混合，配备高精度电子天平、配料釜及搅拌装置；

b) 溶解分散单元：核心单元，包含控温搅拌釜、高速分散机或球磨机，实现原料的充分溶解与均匀分散；

c) 过滤单元：配备多级过滤装置，去除体系中的杂质颗粒；

d) 脱泡单元：采用真空脱泡机或超声脱泡设备，去除光刻胶中的气泡；

e) 环境控制单元：提供并维持生产、制备所需的洁净环境（洁净度 \geq Class 1000）、温度及湿度条件；

f) 储存单元：使用惰性气体保护的密封储罐，用于储存制备完成的光刻胶产品；

g) 在线监测单元：用于实时监测光刻胶的固含量、黏度、粒径分布等关键参数；

h) 除菌过滤单元：配备 $0.22\ \mu\text{m}$ 或更小孔径的除菌级滤膜及过滤装置，用于成品的除菌处理。

5 基本要求

5.1 环境要求

光刻胶制备全过程应在环境温度 $23\ \text{℃} \pm 2\ \text{℃}$ ，相对湿度 $45\% \pm 5\%$ 的洁净室内进行，洁净度 \geq Class 1000。关键操作区域（配料混合、过滤净化、成品调制、除菌过滤与灌装）应达到Class 1000洁净区要求，静压差符合GB 50457规定，不同洁净级别区域之间静压差不小于 $5\ \text{Pa}$ ，洁净区与室外静压差不小于 $10\ \text{Pa}$ 。

5.2 原材料要求

5.2.1 树脂

树脂应符合表1规定。

表1 树脂技术要求

项目	技术要求	试验方法
纯度	$\geq 99.5\%$	GB/T 43793.1
玻璃化转变温度 (T_g)	按产品设计要求 $\pm 5\ \text{℃}$	差示扫描量热法 (DSC)
分子量分布 (PDI)	≤ 2.5	凝胶渗透色谱法 (GPC)
水分含量	$\leq 3 \times 10^{-4}$	卡尔费休容量法

5.2.2 感光剂

感光剂应满足下列要求：

- a) 纯度 $\geq 99.0\%$ ，经高效液相色谱（HPLC）检测无明显杂质峰；
- b) 感光波长与曝光光源匹配，偏差 $\leq \pm 10$ nm；
- c) 在光刻胶溶剂中的溶解度 ≥ 50 g/L（25 °C）；
- d) 稳定性良好，制备及储存条件下无明显分解。

5.2.3 溶剂

溶剂应符合以下要求：

- a) 纯度 $\geq 99.9\%$ ，水分含量 $\leq 1 \times 10^{-4}$ ；
- b) 甲醇、乙醛、苯、甲苯等易挥发有机杂质，经气相色谱（GC）检测单杂含量 $\leq 0.05\%$ ；
- c) 符合GB/T 6682中一级水相关溶剂要求，不与树脂、感光剂发生化学反应；
- d) 毒性符合国家相关安全标准。

5.2.4 添加剂

添加剂（如分散剂、稳定剂等）应满足：

- a) 添加量不超过光刻胶总质量的5%；
- b) 与体系相容性良好，无分层、沉淀现象；
- c) 不影响光刻胶的感光性能及显影效果；
- d) 符合相关行业的安全与环保标准。

6 控制要求

6.1 原料预处理

6.1.1 固体原料预处理

固体原料预处理应符合下列规定：

- a) 树脂：使用前在60 °C \pm 5 °C真空干燥箱中干燥4 h~6 h，去除水分及挥发性杂质，干燥后立即密封保存；
- b) 感光剂：结块时用高速粉碎机粉碎，过200目筛，确保颗粒均匀；
- c) 添加剂：按产品特性进行干燥或提纯处理。

6.1.2 液体原料预处理

溶剂使用前经0.2 μ m滤膜过滤，水分超标时需蒸馏脱水。

6.2 配料混合

6.2.1 配料要求

配料要求应符合下列规定：

- a) 配料前清洁设备，确保无残留杂质，残留物 ≤ 10 μ g/cm²；
- b) 按配方精确称量原料，固体原料精度 ± 0.01 g，液体原料 ± 0.1 mL；
- c) 严格按照规定投料顺序操作，严禁颠倒或遗漏；
- d) 配料过程持续搅拌，转速200 r/min~300 r/min，确保初步混合均匀。

6.2.2 混合控制

混合控制应符合下列规定：

- a) 混合过程环境温度维持23 °C \pm 2 °C，避免温度波动影响溶解性；
- b) 混合时间不少于30 min，直至形成均匀混合体系；
- c) 实时监测体系状态，出现分层、沉淀等异常立即停止并排查原因。

6.3 溶解分散

6.3.1 溶解控制

溶解控制应符合下列规定：

- a) 溶解温度逐步升高，升温速率 ≤ 5 °C/h，避免局部过热；
- b) 搅拌转速根据溶解状态调整，初始300 r/min~500 r/min，后期500 r/min~800 r/min；
- c) 溶解时间以体系完全透明、无肉眼可见颗粒为准，最长不超过8 h；
- d) 通入惰性气体（如氮气）保护，防止原料氧化。

6.3.2 分散处理

分散处理应符合下列规定：

- a) 对难溶解原料或团聚体系，采用高速分散机或球磨机处理，转速800 r/min~1500 r/min，时间1 h~2 h；
- b) 球磨分散时，研磨介质直径0.1 mm~0.5 mm，球料比3:1~5:1；
- c) 控制体系温度不超过80 °C，必要时采取降温措施。

6.4 过滤净化

6.4.1 过滤要求

过滤应符合下列规定：

- a) 采用三级过滤制度，分别使用1 μm 、0.5 μm 、0.2 μm 滤芯；
- b) 滤芯材质与光刻胶体系相容，不发生化学反应、不释放有害物质；
- c) 每级过滤前通过气泡点试验验证滤芯完整性；
- d) 控制过滤压力和流速，避免滤芯破损，流速5 L/h~10 L/h。

6.4.2 过滤后处理

过滤后处理应符合下列规定：

- a) 过滤完成后用少量溶剂冲洗系统；
- b) 过滤后物料立即转入下一工序，暂存时间不超过2 h，密封并通过惰性气体保护；
- c) 每批产品过滤后清洁设备，残留物含量 ≤ 10 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 。

6.5 真空脱泡

6.5.1 脱泡控制

脱泡控制应符合下列规定：

- a) 脱泡前将物料温度调整至30 °C~50 °C；
- b) 真空度逐步升高，升压速率 ≤ 10 kPa/h，最终控制在10 kPa~30 kPa；
- c) 脱泡过程保持轻微搅拌，转速50 r/min~100 r/min；
- d) 脱泡时间1 h~3 h，直至无肉眼可见气泡。

6.5.2 脱泡后检验

脱泡完成后，显微镜下（放大20倍）观察，无直径 ≥ 5 μm 气泡方可进入下一道工序，超标则延长脱泡时间或重新处理。

6.6 成品调制

6.6.1 性能调整

性能调整应符合下列规定：

- a) 根据中间产品检验结果，通过补加溶剂或浓缩调整固含量至标称值 $\pm 0.2\%$ ；
- b) 感光灵敏度、显影对比度不达标时，可适量补加感光剂或调整添加剂比例，补加量不超过原配方量的5%；
- c) 调整过程充分搅拌，时间不少于1 h，确保体系均匀。

6.6.2 稳定性处理

稳定性处理应符合下列规定：

- a) 调制完成后在 $23\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下静置 $2\text{ h}\sim 4\text{ h}$ ，观察无分层、沉淀、变色等异常；
b) 储存时间超过6个月产品应加入适量稳定剂，添加量不超过光刻胶总质量的0.5%。

6.7 除菌过滤与灌装

6.7.1 除菌过滤

除菌过滤应符合下列规定：

- a) 对无菌产品要求采用 $0.22\text{ }\mu\text{m}$ 除菌级滤膜过滤；
b) 过滤前做气泡点试验，过滤后做扩散流试验，确保滤膜完整性；
c) 过滤在Class 100洁净环境下进行，压力 $0.1\text{ MPa}\sim 0.2\text{ MPa}$ ，流速均匀；
d) 过滤后物料立即灌装，避免二次污染。

6.7.2 灌装要求

灌装应符合下列要求：

- a) 灌装容器经清洗、灭菌处理，灭菌后无菌落生长；
b) 控制灌装速度，避免产生气泡，灌装量误差 $\leq \pm 1\%$ ；
c) 灌装后立即密封，采用惰性气体保护密封或真空密封；
d) 每批灌装时留存样品，样品量不少于每瓶产品的10%。

6.8 成品要求

制备完成的光刻胶应符合表2要求。

表2 光刻胶成品技术要求

项目	技术要求
固含量	标称值 $\pm 0.5\%$
黏度（ $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ ）	$5\text{ mPa}\cdot\text{s}\sim 50\text{ mPa}\cdot\text{s}$ （按产品规格）
粒径分布（D90）	$\leq 0.5\text{ }\mu\text{m}$
粒径分布跨度	≤ 1.2
感光灵敏度	标称值 $\pm 10\%$
显影对比度	≥ 2.5
膜厚均匀性（ $1\text{ }\mu\text{m}$ 膜）	$\leq 3.0\%$
表面平整度（Ra）	$\leq 5\text{ nm}$
储存稳定性（ $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，6个月）	无分层、沉淀，性能变化 $\leq 10\%$
水分含量	$\leq 5\times 10^{-4}$
金属杂质含量（单种）	$\leq 10\text{ ppb}$

7 试验方法

7.1 成品要求试验方法

光刻胶成品要求试验方法应符合表3规定。

表3 成品要求试验方法

项目	试验方法	执行标准
固含量	重量法：精确称取约 2 g 样品（ m_1 ，精确至 0.0001 g ），置于已恒重的铝制称量皿中（ m_0 ）， $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘箱干燥 4 h 后，取出置于干燥器中冷却至室温，称量其质量（ m_2 ），平行测定3次取平均值	GB/T 11175
黏度（ $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ ）	旋转黏度计法：样品置于 $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒温水浴中平衡 30 min ，选择合适的转子和转速（使扭矩在 $30\%\sim 70\%$ 范围内），待仪器稳定后读数，平行测定3次取平均值	GB/T 11175
粒径分布（D90）	激光粒度仪法：样品用相应溶剂稀释至激光遮光率 $10\%\sim 30\%$ ，超声分散 5 min 后测试，读取D90值，平行测定3次取平均值	GB/T 19077.1
粒径分布跨度	基于激光粒度仪测试结果，读取D10、D50、D90值，平行测定3次取平均值	GB/T 19077.1
感光灵敏度	按规定的曝光—显影流程测试，确定达到规定显影效果所需的最小曝光剂量	GB/T 43793.2
显影对比度	按规定方法获取曝光剂量与残留膜厚的关系，计算显影对比度	GB/T 43793.2

膜厚均匀性 (1 μm膜)	旋涂法制备薄膜 (转速3000 r/min, 时间30 s), 椭圆偏振仪在薄膜上均匀选取10个测试点 (横向5点, 纵向2点), 计算相对标准偏差	本文件
表面平整度 (Ra)	原子力显微镜 (AFM) 直接测定样品表面粗糙度	本文件
储存稳定性 (25 °C, 6个月)	加速老化试验: 样品置于25 °C、相对湿度60%±5%环境下存放6个月, 定期取样检测各项成品要求指标, 对比初始性能	本文件
水分含量	卡尔费休容量法: 取适量样品, 加入卡尔费休试剂滴定池, 搅拌均匀后进行滴定, 直至达到滴定终点, 记录消耗试剂体积, 计算水分含量	GB/T 6283
金属杂质含量 (单种)	电感耦合等离子体质谱法 (ICP-MS): 样品微波消解后定容, 通过ICP-MS仪测定, 与标准曲线比对计算结果	GB/T 30701

7.2 计算公式

7.2.1 固含量

固含量按公式 (1) 计算:

$$S = \frac{m_2 - m_0}{m_1} \times 100\% \quad (1)$$

式中:

S ——固含量, %;

m_0 ——空称量皿质量, 单位为克 (g);

m_1 ——样品初始质量, 单位为克 (g);

m_2 ——干燥后样品与称量皿总质量, 单位为克 (g)。

7.2.2 粒径分布跨度

粒径分布跨度按公式 (2) 计算:

$$Span = \frac{D_{90} - D_{10}}{D_{50}} \quad (2)$$

式中:

$Span$ ——粒径分布跨度, 无量纲

D_{10} ——累积体积分数为10%对应的粒径, 单位为微米 (μm);

D_{50} ——累积体积分数为50%对应的粒径, 单位为微米 (μm);

D_{90} ——累积体积分数为90%对应的粒径, 单位为微米 (μm)。

7.2.3 膜厚均匀性

膜厚均匀性按公式 (3) 计算:

$$RSD = \frac{\sigma}{\bar{X}} \times 100\% \quad (3)$$

式中:

RSD ——相对标准偏差, %;

σ ——10个测试点膜厚的标准偏差, 单位为微米 (μm);

\bar{X} ——10个测试点膜厚的算术平均值, 单位为微米 (μm)。

7.2.4 显影对比度

显影对比度按公式 (4) 计算:

$$\gamma = \frac{\log_{10} E_{th2} - \log_{10} E_{th1}}{T_1 - T_2} \quad (4)$$

式中:

γ ——显影对比度, 无量纲;

E_{th1} ——残留膜厚为初始膜厚90%时的曝光剂量, 单位为毫焦每平方厘米 (mJ/cm²);

E_{th2} ——残留膜厚为初始膜厚10%时的曝光剂量, 单位为毫焦每平方厘米 (mJ/cm²);

T_1 ——90%初始膜厚对应的归一化膜厚, 取90;

T_2 ——10%初始膜厚对应的归一化膜厚, 取10。

7.2.5 水分含量

水分含量按公式（5）计算：

$$W = \frac{V \times T}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中：

- W ——水分含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
- V ——卡尔费休试剂消耗体积，单位为毫升（mL）；
- T ——卡尔费休试剂的滴定度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；
- m ——样品质量，单位为克（g）。

8 检验规则

8.1 检验分类

产品检验分为出厂检验和型式检验。同一批次连续生产的同一规格光刻胶为一检验批。

8.2 出厂检验

每批产品出厂前检验，合格并附合格证方可出厂。检验项目包括：固含量、黏度、粒径分布、感光灵敏度、表面质量、水分含量、微生物限量（非无菌产品），其中水分含量、微生物限量按批次抽检，抽样比例 $\geq 5\%$ 。

8.3 型式检验

型式检验项目为本文件规定的全部项目。有下列情况之一时进行型式检验：

- a) 新产品投产或老产品转厂的试制定型鉴定；
- b) 正式生产后，材料、工艺有较大改变可能影响产品性能时；
- c) 正常生产时，每年至少进行一次；
- d) 产品停产半年以上，恢复生产时；
- e) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；
- f) 用户提出型式检验要求时；
- g) 国家相关监管部门要求时。

8.4 判定规则

从每批产品中随机抽取3个样品。所有检验项目符合要求则判定合格；有不合格项时，加倍抽样复检，复检合格则判定合格，复检仍不合格则判定该批产品不合格。抽样方法按GB/T 2828.1规定执行。

9 安全与环保要求

9.1 安全要求

安全要求应符合下列规定：

- a) 操作人员经过专业培训，熟悉原料特性和应急处理流程，上岗佩戴防护口罩、手套、护目镜等防护用品；
- b) 生产区域通风良好，配备可燃气体浓度监测报警装置，溶剂储存及使用区域严禁明火，设置防火防爆标识；
- c) 所有设备、管道可靠接地，防止静电积累，设备定期检查避免泄漏；
- d) 生产区域配备干粉灭火器、二氧化碳灭火器等应急物资，设置应急冲洗装置和洗眼器，定期检查确保有效；
- e) 原料及成品密封避光分类存放，远离氧化剂、酸碱等腐蚀性物质，储存温度 $5\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度 $\leq 60\%$ ；

f) 原料泄漏时，立即停止作业，疏散无关人员，吸附棉或沙土吸收泄漏物，按危险废物处理并通风换气；

g) 操作人员定期进行健康检查。

9.2 环保要求

环保要求应符合下列规定：

a) 生产过程遵守国家环境保护相关法律法规；

b) 废气经活性炭吸附或冷凝回收装置处理，达到排放标准后方可排放；

c) 生产废水处理达到GB 8978要求后排放或回用；

d) 固体废物分类收集，危险废物交由有资质单位处置并建立记录；

e) 节约能源和资源，减少废弃物产生，采用环保型原料；

f) 每季度至少监测1次生产区域环境质量；

g) 每月进行 1 次常规巡检维护，每季度开展 1 次全面检修校准维护保养环保设施，不得擅自停运、拆除或闲置。
