



团 体 标 准

T/CEATEC XXXX—XXXX

半导体制造用高纯金属钪技术规范

Technical specification for high-purity metal hafnium used in semiconductor
manufacturing

（征求意见稿）

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

中国欧洲经济技术合作协会 发 布

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 分类 1

5 技术要求 1

 5.1 化学成分 1

 5.2 铅锭 错误！未定义书签。

 5.3 铅棒 3

 5.4 铅粉 3

6 试验方法 4

7 检验规则 4

 7.1 检查和验收 4

 7.2 组批 4

 7.3 检验项目及取样 4

 7.4 检验结果的判定 5

8 标志、包装、运输、贮存及随行文件 5

 8.1 标志 5

 8.2 包装 5

 8.3 运输与贮存 5

9 订货单内容 5

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。

本文件由江苏易初铅铅新材料有限公司提出。

本文件由中国欧洲经济技术合作协会归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

半导体制造用高纯金属铪技术规范

1 范围

本文件规定了半导体制造用高纯金属铪的分类、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及随行文件、订货单内容。
本文件适用于半导体制造用高纯金属铪。

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 1479.1 金属粉末 松装密度的测定 第1部分：漏斗法
- GB/T 4162—2022 锻轧钢棒超声检测方法
- GB/T 5162 金属粉末 振实密度的测定
- GB/T 21524 无机化工产品中粒度的测定 筛分法
- YS/T 568（所有部分） 氧化锆、氧化铪化学分析方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

半导体制造用高纯金属铪 high purity hafnium for semiconductor manufacturing

以金属铪为主要成分，经多次真空熔炼、深度提纯、精密加工制备，满足半导体制造对痕量杂质、组织均匀性要求的高纯金属材料。

4 分类

产品分类及适用范围见表1。

表 1 产品分类及适用范围

产品类别	形态	适用范围
溅射靶材	铪铸锭、铪棒	栅极材料、扩散阻挡层薄膜
前驱体	铪粉	ALD/CVD铪基前驱体

5 技术要求

5.1 化学成分

- 5.1.1 产品的化学成分应符合表 2 的规定。需方对化学成分有特殊要求时，由供需双方协商，并在订货单中注明。
- 5.1.2 锆含量为必检项目，不应按伴生元素豁免检测，每批次产品应出具全元素分析报告。
- 5.1.3 同一熔炼批次的材料，化学成分均匀性应满足：主元素含量波动≤0.0001%，杂质元素含量波动不超过表 2 限值的 10%。

表 2 化学成分

项目		化学成分（质量百分比%）		
产品名称		Hf-01	Hf-02	Hf-03
Hf+Zr，不小于		99.99	99.95	99.90
Zr/（Hf+Zr），不大于		0.010	0.050	0.2
杂质元素含量，不大于	Al	0.001	0.001	0.001
	C	0.005	0.010	0.010
	Ca	0.0001	0.001	0.001
	Cd	0.0001	0.001	0.001
	Cl	0.0005	0.001	0.001
	Co	0.001	0.001	0.001
	Cu	0.001	0.001	0.001
	Fe	0.0050	0.0080	0.0300
	Mg	0.001	0.002	0.002
	Mn	0.0005	0.001	0.001
	Mo	0.001	0.002	0.002
	N	0.001	0.001	0.005
	Na	0.0001	0.001	0.001
	Nb	0.001	0.001	0.001
	Ni	0.001	0.004	0.004
	O	0.010	0.010	0.010
	P	0.0005	0.001	0.001
	Pb	0.0005	0.001	0.001
	Pt	0.001	0.001	0.001
	S	0.001	0.001	0.001
	Sb	0.0005	0.001	0.001
	Sc	0.0005	0.001	0.001
	Si	0.001	0.003	0.003
	Sn	0.0005	0.001	0.001
	Ta	0.001	0.001	0.001
	Th	0.0001	0.0005	0.0005
	Ti	0.0001	0.001	0.001
	U	0.0001	0.001	0.001
	V	0.0005	0.001	0.001
	W	0.001	0.001	0.001
	Zn	0.0001	0.001	0.001
	H	0.010	0.010	0.010

5.2 铅铸锭

5.2.1 材料

铅铸锭应经过不少于两次电子束熔炼或(和)真空自耗电弧炉熔炼。

5.2.2 外观尺寸

产品外形为圆柱形，直径为90mm~160mm（220mm），长度为300mm~1300mm。需方对外观尺寸有特殊要求时，可由供需双方协商确定，在合同中注明。

5.2.3 内部质量

内部质量采用超声波探伤，质量等级宜达到GB/T 4162—2022中规定的AA级。需方如对内部质量有特殊要求时，可由供需双方商定，并在合同中注明。

5.2.4 外观质量

产品表面应光洁，不应分层、夹杂、氧化和颗粒附加物等缺陷。
(产品应以机加表面交付，经机加后的产品表面应光滑、平整，可保留机加中心孔。
产品头、尾两端的棱角应进行倒角处理，倒角应不小于10mm。
产品圆周面上不应残留氧化、冷隔、结疤及肉眼可见的气孔等缺陷，不应存在机加台坎。可采用机械加工方式的方法清除局部缺陷，清理部位应圆滑过渡，深宽比不大于1:8，清理深度不应大于10mm。
产品表面粗糙度 Ra 应不大于6.3 μm 。)

5.3 铅棒

5.3.1 材料

铅棒应使用经电子束熔炼或(和)真空自耗电弧炉熔炼的铸锭进行生产，铸锭熔炼次数应不少于2次。

5.3.2 外观尺寸

产品外形为圆柱形，直径为9.5mm~25mm，长度为300mm~4000mm。需方对外观尺寸有特殊要求时，可由供需双方协商确定，在订货合同中注明。直径允许偏差符合表3的要求。

表 3 直径及允许偏差

直径	允许偏差
1~4.8	± 0.05
$>4.8\sim 16$	± 0.08
$>16\sim 19$	± 0.10
$>19\sim 25$	± 0.13

5.3.3 高、低倍组织

铅棒横向低倍上不应有裂纹、折叠、气孔、偏析、缩尾、金属或夹杂及其他目视可见的缺陷。
需方要求并在合同中注明时，铅棒可进行高倍组织检查，其验收指标由供需双方协商确定。

5.3.4 外观质量

铅棒表面应清洁、无夹杂，表面不应有横向裂纹和纵向劈裂，允许深度不超过尺寸允许偏差之半的划痕、压痕和麻点。

5.4 铅粉

5.4.1 粒度与分布

铅粉的粒度范围应符合供需合同约定，粒度分布应均匀，D50、D90值偏差不超过约定值的5%，不得有团聚、结块现象，超细粉占比 $\leq 5\%$ 。

5.4.2 流动性

粒度 $\geq 45\mu\text{m}$ 的铅粉流动性应 $\leq 25\text{s}/50\text{g}$ 。

5.4.3 松装密度

应符合供需合同约定，偏差不超过 $\pm 0.05\text{g}/\text{cm}^3$ 。

5.4.4 振实密度

应符合供需合同约定，振实密度与松装密度比值不超过1.5。

5.4.5 外观质量

铅粉中不得混入外来杂质，不得有氧化结块、油污、水分超标现象，非金属夹杂物含量 $\leq 0.005\%$ ，不得有磁性异物。

6 试验方法

- 6.1 化学成分的测定按 YS/T 568（所有部分）的规定进行，或由供需双方协商确定。
- 6.2 外形尺寸采用游标卡尺测量，长度采用钢卷尺测量。
- 6.3 粒度测定按照 GB/T 21524 的规定进行。
- 6.4 松装密度测定按 GB/T 1479.1 的规定进行，或由供需双方协商确定。
- 6.5 振实密度测定按 GB/T 5162 的规定进行。
- 6.6 超声检测按 GB/T 4162—2022 的规定进行。
- 6.7 外观质量用目视检查。

7 检验规则

7.1 检查和验收

- 7.1.1 产品应由供方或第三方进行检验，保证产品符合本文件及订货单规定。
- 7.1.2 需方可对收到的产品按本文件的规定进行检验。如检验结果与本文件或订货单规定不符时，应在收到产品之日起三个月内向供方提出，由供需双方协商解决。如仲裁，应由供需双方在需方共同取样或协商确定。

7.2 组批

产品应成批提交验收，每批应由采用同一原料生产的同一品级、同一粒度的产品组成。

7.3 检验项目及取样

检验项目及取样应符合表4的规定。每批产品出厂前应进行化学成分、粒度分布和外观质量的检测。

表 4 检验项目及取样

检验项目	取样规定	试验方法对应章条号
化学成分	产品10袋以内应全部取样，每袋取约20g；10袋及以上随机抽取20%进行取样，但不能少于10袋，每袋取约20g，混匀后采用四分法缩分，封存样不小于50g样品。 产品10瓶以内任取1瓶，10瓶~20瓶任取2瓶，20瓶以上任取4瓶，每瓶取样量不少于20g，混合均匀后检验	6.1
外观尺寸		6.2
粒度		6.3
松装密度		6.4
振实密度		6.5
超声检测		6.6

外观质量	逐袋（瓶）	6.7
------	-------	-----

7.4 检验结果的判定

- 7.4.1 粒度分布检验结果不合格时, 10 袋以内或 20 瓶以内不复检, 判该批产品不合格; 10 袋以上或 20 瓶以上允许从同一批产品中加倍取样进行复检, 如仍有任一检验结果不合格时, 则判该批产品不合格。
- 7.4.2 外观质量不合格时, 则判该袋(或瓶)产品不合格。
- 7.4.3 其他检验结果不合格时, 允许从同一批产品中加倍取样, 对不合格项目进行复检, 如仍有检验结果不合格, 则判该批产品不合格。

8 标志、包装、运输、贮存及随行文件

8.1 标志

- 每袋(或瓶)产品外标签上应注明:
- a) 供方名称;
 - b) 产品名称;
 - c) 品级;
 - d) 粒度规格;
 - e) 毛重和净重;
 - f) 批号;
 - g) 包装日期。

8.2 包装

- 8.2.1 产品袋装时应内用塑料袋密封包装。瓶装时以塑料瓶密封包装。袋装时每袋重 $25\text{kg} \pm 0.05\text{kg}$, 瓶装时每瓶重 $1\text{kg} \pm 0.01\text{kg}$ 。
- 8.2.2 需方对包装有特殊要求时, 由供需双方另行协商。

8.3 运输与贮存

- 8.3.1 产品在运输过程中应防止包装袋或包装瓶的破损并注意防潮。
- 8.3.2 产品应存放于阴凉、干燥、通风的库房。

8.3.3 随行文件

- 每批产品应附有随行文件, 其中除应包括供方信息、产品信息、本文件编号、出厂日期或包装日期外, 还宜包括以下内容。
- a) 产品质量保证书, 内容如下:
 - 1) 产品的主要性能及技术参数;
 - 2) 对产品质量所负的责任。
 - b) 产品获得的质量认证及带供方技术监督部门检印的各项分析检验结果产品合格证, 内容如下:
 - 1) 检验项目及其结果或检验结论;
 - 2) 批量或批号;
 - 3) 检验日期;
 - 4) 检验员签名或盖章。
 - c) 产品质量控制过程中的检验报告及成品检验报告。
 - d) 产品使用说明: 正确搬运、使用、贮存方法等。
 - e) 其他。

9 订货单内容

- 订购本文件所列产品的订货单内应包括以下内容:
- a) 产品名称;

T/CEATEC XXXX—XXXX

- b) 品级；
 - c) 净重和袋数(或瓶数)；
 - d) 本文件编号；
 - e) 其他。
-