国家标准《钼及钼合金管靶》

 编制说明（讨论稿）

一、**工作简况**

（一）任务来源

1.1根据2021年4月30日，国家标准化管理委员会关于下达《2021年第一批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》（国标委发[2021]12号）的要求，国家标准《钼及钼合金管靶》制订项目由全国有色金属标准化技术委员会归口，计划编号：20210819-T-610，项目周期为24个月，完成年限为2023年5月，由金堆城钼业股份有限公司、株洲硬质合金有限公司、安泰天龙钨钼科技有限公司、洛阳科威钨钼有限公司等进行编制。

1.2 项目编制组单位变化情况

技术审查会前，依据标准编制工作任务量，重新调整了编制组构成，具体为金堆城钼业股份有限公司、福建阿石创新材料股份有限公司、株洲硬质合金有限公司、宁波江丰电子材料股份有限公司、常州苏晶电子材料有限公司、安泰天龙钨钼科技有限公司、洛阳科威钨钼有限公司。

1. **立项依据**

钼及钼合金管靶是以粉末冶金法制备的大直径钼管坯料，通过后续挤压、锻造或热等静压加工而成的一大类高附加值和高技术含量的钼金属深加工产品。因其具有高熔点、高电导率、较低的比阻抗、较好的耐腐蚀性以及良好的环保性能，可在各类基材上形成薄膜，广泛应用于电子部件和电子产品，如目前广泛应用的TFT-LCD（薄膜半导体管-液晶显示器）、等离子显示屏、薄膜太阳能电池、隔热屏等。近年来，钼及钼合金管靶在国内外市场的需求不断增长，仅2015年统计需求量为2200吨，到2017年全球钼及钼合金管溅射靶材的市场需求量达到4000吨左右。随着平面显示器LCD行业仍将保持一个增长阶段，太阳能电池行业的迅猛发展，将极大地带动了钼溅射靶材的市场需求量。

该领域主要被国外钼加工企业如奥地利的普兰西（Plansee）、德国的斯达克(H.C Starck)和贺力氏(Heraeus)、日本Tosho公司、日本的日立金属(HitachMetal)等垄断。目前，国内少数企业如金堆城钼业股份有限公司、洛阳科威钨钼有限公司等也掌握了该产品的生产技术，均处于批量化生产上升阶段，产品的未来发展趋势良好。但各企业产品标准不同，产品的型号、规格等差异较大，导致客户选择产品没有针对性，产品使用效果差异很大。因此制订统一规范的钼及钼合金管靶国家标准对其生产、使用、贮存和运输具有重要的指导意义。同时，本标准的制定满足钼金属材料由原料供应商向终端产品供应商发展的客观需求，而且为TFT-LCD（薄膜半导体管-液晶显示器）、等离子显示屏、薄膜太阳能电池、隔热屏等领域的材料选用提供质量规范，对引领钼金属加工业及其相关产业的发展，具有重要的指导意义。此外，奥地利、日本、美国、德国、中国等钼及钼合金管靶的主要生产、使用区域尚未形成规范的国际、国家或行业标准，也未发现相关专利报道。因此，本标准不会与其他国内外标准形成技术冲突和知识产权纠纷。

1. **主要参加单位和工作组成员及其所作的工作**

**3.1 主要参加单位情况**

标准主编单位金堆城钼业股份有限公司在标准的编制过程中，充分收集、认真研究国内外相关技术标准资料，结合生产实际条件和本标准方法的技术特点，负责项目的总体实施，带领编制组成员单位到现场了解实际情况，收集实测数据，编制实测数据统计表，认真细致修改标准文本，征求多家企业意见，带领编制组完成标准的编制工作。

福建阿石创新材料股份有限公司、株洲硬质合金有限公司为本标准提供理论研究基础，并为国内外钼及钼合金管靶标准研究工作提供有力支持。

宁波江丰电子材料股份有限公司、常州苏晶电子材料有限公司为本标准提供钼及钼合金管靶的具体要求、客户使用反馈等基础资料，为钼及钼合金管靶标准研究工作提供有力支持。积极配合编制组开展现场取样及试验验证工作，承担了标准中第三方的试验验证工作，主要完成了钼及钼合金管靶验证数据的对比，为标准技术要求部分提供有力保障。

安泰天龙钨钼科技有限公司、洛阳科威钨钼有限公司积极参加标准调研工作，配合主编单位开展大量的现场调研、开展各种试验工作，为标准编写提供了真实有效的实测数据，针对标准的讨论稿和征求意见稿提出修改意见。

**3.2 主要工作成员所负责的工作情况**

本标准主要起草人及工作职责见表1。

1. 主要起草人及工作职责

|  |  |
| --- | --- |
| 起草人 | 工作职责 |
| XXX | 负责标准的工作指导、标准的编写及组织协调 |
| XXX | 负责标准中相关技术要求内容的编写及把关 |
| XXX | 负责试验方案确定，标准编写材料的收集 |
| XXX | 负责标准中相关技术要求内容的审验 |
| XXX | 负责提供企业的现场调研及配合标准编写开展现场试验验证及数据积累 |
| XXX | 提供理论支撑，并对国内外钼管材标准对比提供支持 |
| XXX | 提供第三方的检测服务，指导企业现场检验的规范化并编写标准试验验证数据的对比分析 |
| XXX | 提供技术指导 |

1. **工作过程**

**4.1 预研阶段**

2019年10月至2020年10月，由金堆城钼业股份有限公司、福建阿石创新材料股份有限公司对国内钼及钼合金管靶的生产现状进行了现场调研，具体内容为：了解国内钼及钼合金管靶的制备技术水平、检测及应用情况，与企业技术人员深入讨论技术标准的具体技术要求，参观企业现场生产情况，根据调研情况，整理并编制形成了《钼及钼合金管靶》标准项目建议书、标准草案及标准立项说明等材料。

**4.2 立项阶段**

2020年11月，金堆城钼业股份有限公司向全体委员会议提交了《钼及钼合金管靶》的标准项目建议书、标准草案及标准立项说明等材料，全体委员会议论证结论为同意国家标准立项。2020年12月到2021年1月由秘书处组织委员网上投票，并挂网向社会公开征求意见，投票获通过率较高。

2021年4月30日，国家标准化管理委员会下达了制定国家标准《钼及钼合金管靶》的任务，计划编号为：20210819-T-610，项目周期为24个月，完成年限为2023年5月，技术归口单位为全国有色金属标准化技术委员会。

**4.3 起草阶段**

本标准为新制定标准，在起草阶段进行了大量的数据收集，同时兼顾全国钼及钼合金管靶生产厂家的现状。

1）2021年10月，成立标准编制组，初步制定了工作计划和进度安排，明确了各参与单位的工作职能和任务。

2）2021年10月～2021年12月，编制小组对钼及钼合金管靶使用状况进行了相关资料的收集和总结，并对相关的技术资料进行了对比分析。

3）2022年1月～2022年5月，根据编制小组对钼及钼合金管靶的相关资料进行分析和总结，并对相关牌号的国外标准进行调研，对产品牌号、化学成分等一系列相关问题逐一进行了重新核实，经修改，形成了《钼及钼合金管靶》的讨论稿。并进行了广泛的征求意见工作。

4）第一次标准工作会：

1. **标准编制原则**

**1.原则性**

本着与时俱进、切合实际、合理利用资源、促进科技进步、促进产业升级与产品结构调整、满足市场需要和供需双方公平受益、获取最大社会综合效益的基本原则。标准的制定格式严格按照GB/T 1.1《标准化工作导则第一部分：标准的结构与编写规则》的规定进行。

**2.适应性**

当前国内外钼及钼合金管靶的生产单位主要有金堆城钼业股份有限公司、洛阳科威钨钼有限公司、奥地利Plansee公司、德国HC Starck公司等。国内外厂家生产的钼及钼合金管靶的型号和尺寸依据市场的需求基本相似，基本上均采用粉末冶金烧结钼管坯为原料、经挤压、锻造或热等静压加工生产溅射靶材用钼及钼合金管。目前国内不同厂家产品的区别在于各企业产品的型号、规格等差异较大，导致客户选择产品没有针对性，产品使用效果差异很大。在对生产厂家和适用领域的充分调研的基础上，制定的本标准充分反映了当前国内钼行业各生产企业的技术水平，便于生产、贸易，宜于应用。

**3.先进性**

通过本标准的制定，促使国内生产企业和相关行业的技术进步以及钼资源的充分利用起到积极作用。

1. **标准主要内容的确定依据及主要试验和验证情况分析**
2. **确定标准主要内容的论据**

经过广泛调研后根据钼及钼合金管靶的材质确定本标准的产品类型，对市场的要求

和钼及钼合金管靶的实际质量水平，从而制定本标准。

**1.1化学成分**

（1）关于钼及钼合金管靶化学成分中钼含量的确定：靶材的纯度对溅射薄膜的性能影响很大，靶材的纯度越高，溅射薄膜的性能越好。一般工业用靶材对纯度并不苛求，而半导体、显示器件等领域用靶材对纯度的要求较高。随着LCD行业玻璃基板尺寸的不断增大，要求配线的长度延长、线宽变细，为了保证薄膜的均匀性以及布线的质量，钼溅射靶材的纯度也相应提高。关于最低钼含量的确定，根据GB/T3461《钼粉》的实物质量水平，结合国内金属烧结和压力加工装备水平，经过广泛调研后最终确定除了合金成分外，钼的纯度Mo≥99.95%。

（2）关于杂质元素含量的确定：靶材作为溅射中的阴极源，固体中的杂质和微气孔中的氧气和水是沉积薄膜的主要污染源。不同用途靶材对单个杂质含量也有不同的要求，如半导体电极布线用的Mo靶材对U，Th等放射性元素的含量要求低于3×10-9（很难检测）；等离子显示器中，碱金属离子(Na+、K+)会成为可移动性离子而降低元器件性能，铁、镍离子会产生界面漏电及氧元素增加等。因此，在钼及其合金溅射靶材的制备过程中，需要严格控制这些杂质元素，最大程度的降低其在靶材中的含量。考虑到钼及钼合金管靶主要用作TFT-LCD、等离子显示屏、薄膜太阳能电池、隔热屏等领域，靶材溅射薄膜的质量直接影响产品的使用寿命，通过客户的不同需求和长期的生产实践，杂质含量总体要求≤0.05%，具体见表2的规定。由于W为Mo原生矿的伴生元素，且W和Mo为无限固溶同族元素，在湿法冶金工艺阶段和粉末冶金工艺阶段难以降低或去除，所以本标准对W元素含量未作要求。

（3）关于合金元素含量的确定：合金元素的添加与管靶的应用领域密切相关，Mo-20W合金材料，由于其具有极佳的电阻率、良好的加工性、很强的抗腐蚀性和优良的刻蚀性能，用作液晶显示的靶和薄膜，能大大提高液晶显示的灵敏度和可靠性。资料显示：日本东芝公司和Plansee生产的钼钨合金溅射靶材，用于平面显示器行业。随着平面显示器的大型化和高精度化，钼已经成为较为理想的平面显示器、薄膜太阳能电池的电极和配线材料及半导体的阻挡层材料，但应用中发现钼在耐腐蚀性（变色）和密着性（膜的剥离）方面仍存在问题，加入10wt%左右钽的钼钽合金可使溅射后薄膜的比阻抗、应力、耐蚀性等各种性能达到均衡，能满足TFT-LCD、PDP平板显示和封装制造要求。Mo-Na和Mo-K合金产品的主要应用领域是太阳能薄膜电池。研究表明，K、Na能提高CIGS电池的能量转化效率，钼钾和钼钠在提升CIGS性能方面的原理不同，同时使用有加成效果，其中钠、钾含量要求越来越高，从初期的1wt%左右到目前的4.3wt%不等。用作隔热屏的钼铌合金，在铌含量10%左右显示了优良的高温屈服强度，资料显示，添加6wt%Nb的钼铌合金，高温屈服强度比纯钼几乎增加了一个数量级。低于10wt%Nb含量的钼铌合金为Mo和Nb的固溶体，当Nb含量在15wt%甚至20wt%时，就会出现氧化铌相和碳化铌相，组织粗化，所以目前使用比较广泛的钼铌合金，其Nb含量在5-10wt%。

产品化学成分应符合表2的规定。

 表2 钼及钼合金管靶化学成分

|  |  |
| --- | --- |
| 元素 | 含量，% |
| FGMo | FGMoW | FGMoTa | FGMoNa | FGMoNb |
| C | ≤0.0020 | ≤0.0020 | ≤0.0030 | ≤0.0030 | ≤0.0050 |
| O | ≤0.0020 | ≤0.0030 | ≤0.020 | ≤7.0 | ≤0.3 |
| N | ≤0.0010 | ≤0.0010 | ≤0.0010 | ≤0.0010 | ≤0.0010 |
| Fe | ≤0.0020 | ≤0.0020 | ≤0.0020 | ≤0.0020 | ≤0.0020 |
| Ni | ≤0.0010 | ≤0.0010 | ≤0.0010 | ≤0.0010 | ≤0.0010 |
| Si | ≤0.0020 | ≤0.0020 | ≤0.0020 | ≤0.0020 | ≤0.0020 |
| Al | ≤0.0020 | ≤0.0020 | ≤0.0020 | ≤0.0020 | ≤0.0020 |
| Cu/Mn | ≤0.0005 | ≤0.0005 | ≤0.0005 | ≤0.0005 | ≤0.0005 |
| Ca | ≤0.0010 | ≤0.0010 | ≤0.0010 | ≤0.0010 | ≤0.0010 |
| Mg | ≤0.0005 | ≤0.0005 | ≤0.0005 | ≤0.0005 | ≤0.0005 |
| Cr | ≤0.0010 | ≤0.0010 | ≤0.0010 | ≤0.0010 | ≤0.0010 |
| Co/Zn | ≤0.0010 | ≤0.0010 | ≤0.0010 | ≤0.0010 | ≤0.0010 |
| W | - | 3～50 | - | - | - |
| Ta | - | - | 5～20 | - | - |
| Na | - | - | - | 1～5 | - |
| Nb | - | - | - | - | 5～20 |
| Mo | 余量 | 余量 | 余量 | 余量 | 余量 |
| 注：其它元素含量由供需双方协商确定 |

**1.2产品规格**

依据国内外钼及钼合金靶材的应用领域及工装现状，目前采用挤压或锻造的钼管外径尺寸最小为80mm，最大在200mm，长度从400mm到4000mm不等，允许尺寸偏差根据不同规格有相应的要求。本标准为提高产品规格的通用性，根据客户已有需求，明确产品推荐的公称尺寸；依据产品规格和实际生产控制水平，明确其允许偏差。产品规格应符合表3。

表3 钼及钼合金管靶尺寸规格

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 外径 | 壁厚/mm | 长度/mm |
| 6～10 | 10～20 | 〉20 |
| 尺寸/mm | 允许偏差/mm | 内径允许偏差/mm |
| 80～120 | ±1.0 | ±1.0 | ±1.5 | ±1.0 | 400～4000mm，允许偏差为长度≤1 000mm±2mm，长度＞1000mm±5mm |
| 120～160 | ±2.0 | ±2.0 | ±2.0 | ±1.5 |
| 160～200 | ±3.0 | ±3.0 | ±3.0 | ±2.0 |

注：钼及钼合金管靶加工状态为去应力退火态；钼及钼合金管靶成分为纯钼管与钼合金管，钼合金管为Mo-W、Mo-Ta、Mo-Na、Mo-Nb及其他钼合金管。

**1.3****密度**

根据需方要求，并在合同中注明，钼及钼合金管可逐根进行密度测试。由于钼溅射靶材对产品密度有较高要求，一般根据客户要求可以进行排水法测量，密度检验应按GB/T4196检验。

**1.4表面粗糙度**

一般，钼及钼合金管产品外表面的表面粗糙度应不大于Ra1.25μm，内表面的表面粗糙度应不大于Ra2.5μm。内外表面的粗糙度可以通过珩磨或其它加工方式得到提高，但表面精度要求过高，会导致加工成本显著增加。

当需方对钼管表面有粗糙度特殊要求时，应在合同中注明，并由供需双方协商。

**1.5表面质量**

产品的外观质量直接决定着钼及钼合金管靶的溅射速率、薄膜均匀性和产品的使用安全性。根据长期的生产实践和客户的不同需求，确定产品的外观质量要求如下：

产品的内外表面应光滑，无裂纹，局部凹坑、擦伤和细小划道的深度均应不超过0.08mm。这些缺陷处钼管的实际壁厚应符合表3。

产品内外表面的其他缺陷可用适当的方法清除，清除后钼管的实际壁厚应符合表2。

钼及钼合金管靶材不应有分层、疏松、夹杂和气孔等内部质量缺陷。

1. **主要试验（或验证）情况分析**

1、针对钼及钼合金管靶，按本标准规定的方法，对主要技术指标化学成分进行了验证，验证数据结果见表4。

表4 钼及钼合金管靶化学成分验证试验

|  |  |
| --- | --- |
| 元素 | 含量，% |
| 材料牌号 |
| FMo | FMW | FMT | FMNa | FMNb |
| C | 0.0017 | 0.0012 | 0.0021 | 0.0025 | 0.0030 |
| O | 0.0018 | 0.0022 | 0.020 | 2.5 | 0.1 |
| N | 0.0005 | 0.0004 | 0.0005 | 0.0006 | 0.0008 |
| Fe | 0.0014 | 0.0013 | 0.0016 | 0.0016 | 0.0016 |
| Ni | 0.0003 | 0.0002 | 0.0005 | 0.0008 | 0.0007 |
| Si | 0.0012 | 0.0008 | 0.0012 | 0.0012 | 0.0014 |
| Al | 0.0012 | 0.0006 | 0.0008 | 0.0008 | 0.0013 |
| Cu/Mn | 0.0003 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0002 |
| Ca | 0.0005 | 0.0003 | 0.0006 | 0.0006 | 0.0008 |
| Mg | 0.0003 | 0.0002 | 0.0004 | 0.0002 | 0.0002 |
| Cr | 0.0008 | 0.0005 | 0.0006 | 0.0006 | 0.0007 |
| Co/Zn | 0.0007 | 0.0004 | 0.0005 | 0.0006 | 0.0006 |
| W | - | 30 | - | - | - |
| Ta | - | - | 10 | - | - |
| Na | - | - | - | 1.6 | - |
| Nb | - | - | - | - | 10 |
| Mo | 余量 | 余量 | 余量5 | 余量 | 余量 |

2、针对客户需求，并经协商，按本标准对钼管进行表面粗糙度验证，见表5。

 表5 钼及钼合金管靶表面粗糙度

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 牌号 | 物料批次 | 钼管外表面Raμm | 钼管内表面Raμm |
| FGMo | M-1-1102-2020 | 0.8 | 1.25 |
| FGMoW | MW-2-1111-2020 | 0.8 | 1.25 |
| FGMoTa | MT-3-1112-2020 | 0.8 | 1.25 |
| FGMoNa | MNa-4-1114-2020 | 0.8 | 1.25 |
| FGMoNb | MNb-5-1115-2020 | 0.8 | 1.25 |
| 标准值 （不大于） | 1.25 | 2.5 |
| 检测标准 | GB/T 1031 | GB/T 1031 |

从表5的数据分析，标准中规定的钼管表面粗糙度是科学合理的。

**四、标准中涉及专利的情况**

本标准不涉及专利问题。

**五、预期达到的社会效益等情况**

1. **项目的必要性简述**
2. 本标准修订符合《国家标准化体系建设发展规划（2016-2020年）》（国办发[2015]89号），三、重点领域，（一）加强经济建设标准化，支撑转型升级，专栏2、工业标准化重点，材料中完善钢铁、有色金属等原材料工业标准，加快标准制修订工作，充分发挥标准上下游协同作用的要求。

目前，国内各企业生产的钼及钼合金管靶产品标准不同，型号、规格等差异较大，导致客户选择产品没有针对性，产品使用效果差异很大。因此制订统一规范的钼及钼合金管靶国家标准对其生产、使用、贮存和运输具有重要的指导意义。

1. **项目的可行性简介**
2. 随着我国钼工业的快速发展，已成功研制出钼及钼合金管靶，其化学成分、密度、内外表面质量、粗糙度等指标参数可满足TFT-LCD（薄膜半导体管-液晶显示器）、等离子显示屏、薄膜太阳能电池、隔热屏等领域对钼及钼合金管靶的需求。
3. 近几年来，对钼及钼合金管靶进行了大量推广应用，已积累大量真实可靠的产品技术条件参数、性能测试数据和应用数据，现制定《钼及钼合金管靶》的行业标准技术条件已成熟，具备充实的制定条件和恰当的制定时机。
4. **标准的先进性、创新性、标准实施后预期产生的经济效益和社会效益。**

**3.1标准先进性、创新性分析**

1. 本标准根据我国钼及钼合金管靶的生产情况首次制定，填补了国内钼金属加工行业的一项空白，其技术指标符合用户要求，先进合理。本标准在编制过程中进行了大量的数据收集和试验测试工作，同时兼顾了国内大部分钼及钼合金管靶生产厂家的现状。
2. 通过文献检索，网上查询，国内没有关于钼及钼合金管靶相关标准。目前钼及钼合金管靶生产技术非常成熟，且国内及国外已得到大规模普及，因此迫切需要制定该产品行业标准，对钼及钼合金管靶供应作出规范。
3. 综上所述，本标准的主要技术指标均达到国外钼及钼合金管靶生产企业质量水平，综合水平达到国内先进水平。

**3.2预期效益**

1. 本标准的制定，可及时解决产品牌号表述不一致、最新研制产品无标准可依。通过本标准的制定，可使我国钼及钼合金管靶的技术要求更加先进、合理，使我国钼及钼合金管靶的整体质量水平达到国际先进水平，对促进我国钼及钼合金管靶生产应用的有序化和规范化将产生积极作用，对推广我国钼及钼合金管靶的发展将产生重要影响，并将有力的推动我国钼行业产品快速健康的发展。

**六、采用国际标准和国外先进标准的情况**

1. 无

**七、与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性国家标准的协调配套情况**

1. 本标准《钼及钼合金管靶》从技术上保证了产品使用的安全性和可靠性，条文精炼表述清楚，技术要求全面、准确、科学、合理；标准的格式和表达方式等方面完全执行了现行的国家标准和有关法规，符合GB/T 1.1-2020的有关要求。

**八、重大分歧意见的处理经过和依据**

1. 暂无重大分歧意见。

**九、标准性质的建议说明**

1. 鉴于本标准规定的热电偶钼管，不涉及人身及设备安全的内容，其属产品标准，不属于安全性标准。依据标准化法和有关规定，建议本标准的性质为推荐性国家标准。

**十、贯彻标准的要求和措施建议**

1. 1、首先应在实施前保证标准文本的充足供应，使每个制造厂、设计单位以及检测机构等都能及时获取本标准文本，这是保证新标准贯彻实施的基础。
2. 2、本次修订的《钼及钼合金管靶》，不仅与生产企业有关，而且与设计单位、检测机构等相关。对于标准使用过程中容易出现的疑问，起草单位有义务进行必要的解释。
3. 3、可以针对标准使用的不同对象，如制造厂、质量监管等相关部门，有侧重点地进行标准的培训和宣贯，以保证标准的贯彻实施。
4. 4、建议本标准批准发布6个月后实施。

**十一、废止现行有关标准的建议**

1. 无

**十二、其他应予说明的事项**

本标准是我国钼金属制品系列标准之一，不仅规范了国内钼及钼合金管靶的生产和使用，完善了钼金属制品标准体系，而且以我国新材料产业“十三五”发展规划中的“稀有金属材料”高技术含量深加工材料为基础，体现客户利益。标准制定时充分考虑了国内外相关生产企业实际质量水平，具有充分的先进性、科学性、普遍性、广泛性和适用性，其综合水平达到国际先进水平，完全满足国内外用户、市场及我国产品进出口的需求，更有利于提高我国钼管产品的国际竞争力。

通过推广采用该标准，对钼金属加工领域实施“中国制造”或“中国创造”的飞速发展，提升产品质量，促进产业发展，具有极大的政治意义、社会效益和经济效益。

1. 本标准发布实施后，将使我国钼及钼合金管靶的整体质量水平可以完全达到国际先进水平，在满足国内需求的同时提高了在国际市场上的竞争实力，对促进我国钼及钼合金管靶的发展将产生深远的影响。

编制组

2022年6月8日