行业标准《高纯钨粉》编制说明 (预审稿)

一、工作简况

(一) 任务来源

1.1 根据 2022 年 4 月 26 日,工业和信息化部办公厅关于印发《2022 年第一批行业标准制修订和外文版项目计划》的要求,有色金属行业标准《高纯钨粉》编制项目由全国有色金属标准化技术委员会归口,计划编号: 2022-0052T-YS,项目周期为 24 个月,完成年限为 2024 年 4 月,由厦门虹鹭钨钼工业有限公司、厦门钨业股份有限公司、赣州虹飞钨钼材料有限公司等负责起草。

1.2 项目编制组单位变化情况

依据标准编制工作任务量,调整之后,本文件起草单位:为厦门虹鹭钨钼工业有限公司、厦门钨业股份有限公司、赣州虹飞钨钼材料有限公司、中钨稀有金属新材料(湖南)有限公司、崇义章源钨业股份有限公司、北矿新材料科技有限公司。

(二) 背景

国民经济中,钨广泛应用于交通运输、消费电子、医疗、工程机械、电力工程、半导体工业、航空航天等领域。我国钨资源储量世界第一,经过多年的发展,我国的 APT、钨粉、碳化钨粉、硬质合金刀具、钨丝、钨板等钨制品产销量在国际上名列前茅,有力的支持了国民经济的发展。在半导体工业中,芯片制作过程中需要用到高纯钨靶材、高纯钨钛靶材、高纯钨硅靶材和高纯六氟化钨气体,对芯片来说,这些高纯钨制品是不可或缺的。目前国内还无法供应这些高纯钨产品,每年我们出口上万吨的 APT 和普通纯度钨粉,但是几百吨的高纯钨产品却需要进口,国内的钨产业尚不能有力的支撑半导体工业的发展,间接将影响到国民经济的安全。

随着微电子行业的发展,特别是国内半导体行业的高速发展,作为微电子领域应用的关键基础性材料,高纯度钨粉的需求量与日俱增。当前,国内用于制备半导体行业芯片制程中 CVD 用六氟化钨和制备照明电极的 4N(W含量≥99.99%)~4N5(W含量≥99.995%)纯度的高纯钨粉关键原料,年需求量在 600吨以上;照明行业特种电极(5N~6N)、半导体行业高纯钨靶材(5N~6N)、高纯钨硅靶材(5N~6N)和高纯钨钛靶材(4N5~5N)所需的高纯钨粉关键原料目前用量保守估计 100吨/年以上。其中,4N~4N5 纯度的高纯钨粉国内仅有少数厂商能够批量生产,5N 及以上纯度的高纯钨粉则主要由日本联合材料、日本新金属等公司垄断供应。而我国关于5N 及更高纯度钨粉关键原材料的研究还局限于实验室阶段,相关核心技术和先进加工方法还未突破,目前尚未形成稳定的规模化生产,这严重制约了我国微电子行业的发展,也延缓了"中国制造 2025"的前进步伐。

针对以上问题,中国科技部发布《国家重点研发计划重点基础材料技术提升与产业化重点专项 2017

年度项目》中,厦门虹鹭钨钼工业有限公司作为项目"超高纯稀有/稀贵金属制备技术的研究" (编号: 2017YFB0305400) 参与单位之一,承担了课题"超高纯 W、 Mo、 Ta、 Re 关键制备技术研究"中关于 "超高纯 W 关键制备技术的研究"任务,目前该任务已经基本完成,并顺利实现高纯钨粉的研发与量产, 实现了高纯钨粉关键材料核心技术及关键制备技术的新突破,引领钨粉制造业的发展,推进了制造强国的建设。

围绕国家新一代信息技术、高端装备制造等产业重大需求,高纯钨粉符合《中国制造 2025》关键原材料、电子元器件等重点行业的发展战略任务需要,符合《新材料标准领航行动计划 2018-2020 年》关于瞄准国际标准提高水平、加大先进基础材料及关键战略材料标准的有效供给指导思想和推动构建完善新材料行业标准体系的主要行动,符合《新材料产业发展指南》中突破关键原料、提升新材料产业保障能力的要求,符合国家《国家中长期科学和技术发展规划纲要(2006-2020 年)》和《国民经济和社会发展第十三个五年规划纲要》中重点发展的科技方向。由于高纯钨粉目前暂时没有对应的国家标准,因此制定《高纯钨粉》国家标准,构建和完善先进基础材料、关键战略材料和先进有色金属材料等新材料标准体系,以支持钨产业、高端微电子产业及信息技术的发展,更好的协助实现集成电路制造材料领域的技术突破和供给支撑,打破进口产品"卡脖子"的局面。

(三) 主要参加单位和工作组成员及其所作的工作

厦门虹鹭钨钼有限公司作为标准起草的负责单位,在工作前期,对高纯钨粉产品系列和现阶段国内外产品现状进行了充分的调研和梳理,制定了系统的研究方案。在标准制定过程中,负责项目的总体实施和策划,积极组织各参编单位收集并认真研究国内外相关技术标准资料,结合生产实际,充分调研和了解现场实际情况,收集实测数据,编制实测数据统计表,认真细致地修改标准文本。

厦门钨业股份有限公司、赣州虹飞钨钼材料有限公司、中钨稀有金属新材料(湖南)有限公司、崇义章源钨业股份有限公司、北矿新材料科技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、各种试验工作,为本标准提供国内外客户意见反馈和真实有效的基础数据。

本文件主要起草人:郑艾龙、汤瑾、谭华、、、、

本文件主要起草人及工作职责见表 1。

表1 主要起草人及工作职责

| 起草人 | 工作职责 |
|-----|---------------------------------|
| | 负责标准的工作指导、标准的编写、试验方案确定及组织协调 |
| | 负责标准中相关技术要求内容的编写及把关 |
| | 负责试验方案确定,标准编写材料的收集 |
| | 负责标准中相关技术要求内容的审验 |
| | 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 |
| | 提供理论支撑,并对国内外高纯钨粉相关标准对比提供支持 |

1.3 工作过程

1.3.1 预研阶段

2020年9月,厦门虹鹭钨钼工业有限公司成立行业标准编制小组,对国内高纯钨粉的生产现状进行调研,了解国内高纯钨粉的制备技术水平、检测及市场应用情况,开展现场试验验证,与企业技术人员、客户深入讨论标准的技术要求。根据调研情况,整理并编制形成了《高纯钨粉》行业标准项目建议书、标准草案及标准立项说明等材料。

1.3.2 立项阶段

1) 2020 年 11 月,厦门虹鹭钨钼工业有限公司向全国有色金属标准化委员会提交《高纯钨粉》的标准项目建议书、标准草案及标准立项说明等材料,经全体委员会会议讨论同意《高纯钨粉》行业标准立项,由有色金属标准委员会转报上级单位。

2)2022年4月,工业和信息化部下达制订《高纯钨粉》行业标准的任务,计划编号:2022-0052T-YS,项目周期为24个月,完成年限为2024年4月,技术归口单位为全国有色金属标准化技术委员会。

1.3.3 起草阶段

本标准为编制标准,在起草阶段进行了大量的数据收集,同时兼顾全国高纯钨粉生产厂家的现状。

- 1) 2022 年 04 月成立标准编制组,并明确了工作的职能和任务。
- 2) 2022 年 04 月~2022 年 11 月对高纯钨粉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 11 月~2023 年 03 月根据对高纯钨粉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《高纯钨粉》的讨论稿,并进行了广泛的征求意见工作。
- 4) 2023 年 3 月 14 日由全国有色金属标准化技术委员会主持,在海南省海口市召开了有色金属标准工作会议,来自金堆城钼业股份有限公司、国核宝钛锆业股份有限公司、宁夏东方钽业股份有限公司、西安瑞福莱钨钼有限公司、丰联科光电(洛阳)股份有限公司等多家单位专家对本标准(讨论稿)进行了认真、细致的讨论,提出了修改意见及建议。标准编制组及时对讨论稿进行了修改,形成《高纯钨粉》预审稿,同时,编制组根据征求意见稿规定的性能要求及试验方法启动了验证工作。

二、标准编制原则

2.1 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。

本标准在制定时主要遵守四大原则:

- (1) 积极采用国际标准和国外先进标准;
- (2) 有利于促进技术进步, 提高产品质量;
- (3) 有利于合理利用资源:
- (4) 符合用户要求,保护消费者利益,促进对外贸易。

2.2 合理性

当前国内外高纯钨粉的生产单位有厦门虹鹭钨钼工业有限公司、A. L. M. T. Corp.、日本新金属株式会社。市场上高纯钨粉的基本上国外供应商 A. L. M. T. Corp. 和日本新金属株式会社供应,国内的企业开始起步。制定《高纯钨粉》行业标准,构建和完善先进基础材料、关键战略材料和先进有色金属材料等新材料标准体系,以支持国内钨产业、半导体溅射靶材产业的发展。

2.3 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钨资源的充分利用起到积极作用。

三、标准主要内容的确定依据及主要试验和验证情况分析

(一) 确定标准主要内容的论据

本文件是新制定的行业标准。主要在对市场需求和国内高纯钨粉的实际生产水平充分调研的基础上,对产品的范围、分类、技术要求等内容进行了规定。

1. 范围

随着半导体芯片产业的发展,高纯钨靶材、高纯钨合金靶材、高纯钨器件的需求越来越多,带动了高纯钨粉需求的不断增长。原有的 GB/T 3458-2006《钨粉》标准规定的范围为氢气还原氧化钨制取的钨粉,难以适应行业发展的需求。因此,我们通过制定新的《高纯钨粉》行业标准来解决行业发展过程中遇到的问题。

2. 规范性引用文件

通过对钨类产品分析检测方法的调研结果,对规范性引用文件进行了确定,粒度检测标准为 GB/T 3249《金属及其化合物粉末费氏粒度的测定方法》,化学成分的检测标准为 GB/T 14265《金属材料中 氢、氧、氮、碳和硫分析方法通则》和 YS/T 901《高纯钨化学分析方法 痕量杂质元素的测定 辉光放

电质谱法》,粉末取样标准为GB/T5314《粉末冶金用粉末 取样方法》。

3. 分类和标记

高纯钨粉主要用于制备高纯钨靶材、高纯钨合金靶材和高纯钨器件,是半导体芯片行业不可或缺的高纯材料之一。因此,我们按照纯度对高纯钨粉进行分类。高纯钨粉按钨含量分类见表 1。

表2 高纯钨粉分类

| 产品 | 牌号 | 钨含量(wt%) | 用 途 | | |
|------|------|-----------|-----------------------------|--|--|
| | HW4N | ≥99.99% | 特种钢添加料,六氟化钨原料,照明电极。 | | |
| 高纯钨粉 | HW5N | ≥99.999% | 磁控溅射靶材,特种照明电极,半导体器件。 | | |
| | HW6N | ≥99.9999% | 磁控溅射靶材,特种照明电极,半导体器件,化学分析标样。 | | |

4. 技术要求

1) 化学成分

化学成分是高纯钨粉的关键技术指标,针对不同的分类,我们对高纯钨粉全元素分析,结合生产 商、客户和贸易商、分析检测单位等相关方的需求,确定化学成分标准。高纯钨粉的化学成分应符合 表3规定。

表 3 高纯钨粉的化学成分

| 化学成分 | | | 牌 号 | | |
|----------------------------|-----------|------|--------|---------|----------|
| | 化子成分 | | HW4N | HW5N | HW6N |
| | W含量(w | t%) | ≥99.99 | ≥99.999 | ≥99.9999 |
| | NVR 元素总和 | | ≤100 | ≤10 | ≤1 |
| | | Li | 1 | 0.01 | 0.01 |
| | 碱金属 元素 | Na | 5 | 0.5 | 0.05 |
| NVR元 素最大 | | K | 5 | 0.07 | 0.05 |
| 含量(× 10 ⁻⁶) | 放射性 | U | 0.15 | 0.005 | 0.0005 |
| | 元素 | Th | 0.25 | 0.005 | 0.0005 |
| | Fe | e、Cr | 10 | 0.5 | 0.3 |
| | Mo、Re、Ba | | 10 | 1 | 0.5 |

| | B, Pb, Sb, Be, Bi, | _ | | |
|-------------|--|------|-----|-----|
| | Cd, Ge, Nb, Pt, Mg, Zr, Au, In, Ga, Ag | 2 | 0.1 | 0.1 |
| | P, As, Se, Ca, Si, Cu, Ni, Al, Zn, Sn, Mn, Co, Hg, V | 1 | 0.2 | 0.2 |
| | 其它痕量元素 | 1 | 0.1 | 0.1 |
| | О | 1000 | 500 | 500 |
| 气体元 | N | 50 | 50 | 50 |
| 素最大 含量(× | С | 50 | 30 | 30 |
| 10-6) | S | 50 | 25 | 10 |
| | Н | 50 | 50 | 50 |
| | | 30 | 30 | 30 |

注: W含量=(1-NVR元素总量)×100%。

2) 物理性能

通过调研,结合实际的生产和使用的情况,我们确定高纯钨粉过筛要求和费氏粒度如下:

- 2.1 产品要过 200 目筛。
- 2.2 费氏粒度: 1.0~5.0μm。
- 2.3 松装密度、粒度分布等物理性能由供需双方协商确定。

3) 外观质量

产品的外观质量直接决定后续产品功能性作用和使用寿命,根据长期的生产时间和客户的不同需求,确定产品的外观质量如下:

产品外观呈灰色,颜色应均匀一致,无目视可见的夹杂物。

(二) 主要试验(或验证)情况分析

本文件经过了大量实物供应及数据验证,针对高纯钨粉产品,要按本标准规定的方法对主要技术指标进行验证。

1、技术要求验证

1.1 化学成分验证

针对高纯钨粉,按照本标准规定的方法,对技术指标化学成分进行了验证,验证数据见表 4、表 5、表 6。

表 4 HW4N 高纯钨粉化学成分验证表

| 项目 | | | 企业 A | | 企 | lk B | 企业 C | | | 釵, ppm |
|---------------------------------|--------|--|--|--|-------|-------|--------|--|--|--|
| | 标准 | 样品 1 | 样品 2 | 样品3 | 样品1 | 样品 2 | 样品1 | 样品1 | 样品2 | 样品3 |
| W 含量 (wt%) | ≥99.99 | 99. 995 | 99. 996 | 99. 992 | | | ≥99.99 | | | |
| NVR 元素 总和 | ≤100 | 8. 878 | 1. 324 | 17. 222 | | | ≤100 | 31. 471 | 21.6 | 20. 3 |
| Li | ≤1 | 0.05 | 0.005 | 0.005 | 0.04 | <0.05 | 1 | 0.005 | - | - |
| Na | €5 | 0.01 | 0.06 | 0.16 | 2. 67 | 1. 24 | 5 | 0.08 | 3.6 | 2. 7 |
| K | €5 | 0.14 | 0.04 | 0.04 | 0.05 | 0.2 | 5 | 0. 25 | 0.9 | 0.4 |
| U | ≤0.15 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | <0.01 | 0.15 | 0. 17 | _ | - |
| Th | €0.25 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | <0.01 | 0. 25 | 0.009 | - | - |
| Fe, Cr | ≤10 | 0. 49, 0. 48 | 1. 2, 3. 6 | 0. 0, 0. 06 | 1.2 | 3. 87 | 10 | 0.88, | 2. 0, 1. 4 | 1.9, 1.3 |
| Mo、Re、 Ba | ≤10 | 0.79, 0.05, 0.06 | 0.1, 0.05, 0.39 | 0. 12, 0. 05, 0. 41 | 13 | 4. 01 | 10 | 26, 0.1, 0.04 | 1. 1, -, 0. 2 | 3. 4, -, 0. 1 |
| B, Pb, Sb, Be, Bi, | €2 | 0.005, 0.005, 0.01, 0.005, 0.01 | 0.007, 0.01, 0.01, 0.005, 0.01 | 0.005, 0.005, 0.01, 0.005, 0.001 | 0.05 | 0. 91 | 2 | 0.005, 0.005, 0.01, 0.005, 0.001 | -, 0.2, 0.2, -, 0.1 | -, 0.2, 0.1, -, 0.1 |
| Cd, Ge, Nb, Pt, Mg, | €2 | 0.01, 0.01, 0.01, 0.01, 0.005 | 0.01, 0.01, 0.01, 0.01, 0.005 | 0.01, 0.01, 0.01, 0.01, 0.005 | 0. 36 | 0. 15 | 1 | 0.01, 0.01, 0.01, 0.01, 0.01, | 0. 1, -, 2. 2, -, 0. 6 | 0. 1, -, 2. 2, -, 0. 4 |
| Zr, Au, In, Ga, Ag | €2 | 0.005, 0.01, 0.005, 0.005, 0.001 | 0.005, 0.01, 0.05, 0.05, 0.01 | 0.005, 0.01, 0.05, 0.05, 0.01 | <0.01 | <0.05 | 2 | 0.05, 0.01, 0.005, 0.01, 0.01 | 0. 1, -, -, -, 0. 1 | 0. 1, -, -, -, 0. 1 |
| P, As, Se, Ca, Si | ≤1 | 0. 2, 0. 01, 0. 01, 0. 03, 0. 01 | 0.07, 0.01, 0.01, 0.03, 0.04 | 0.22, 0.01, 0.01, 0.01, 0.04 | 2 | 0. 21 | 1 | 0. 1, 0. 12, 0. 01, 0. 28, 0. 03 | -, 0.3, -, 0.4, | -, 0.4, -, 2.2, |
| Cu, Ni, Al, Zn, Sn, | ≤1 | 0.005, 0.19, 0.02, 0.01, 0.01 | 0.09, 0.23, 0.01, 0.01, | 0.06, 0.007, 0.01, 0.01, 0.01 | 0. 19 | 2. 2 | 1 | 0.005, 0.13, 0.07, 0.01, 0.19 | 1. 0, 0. 4, 0. 8, 0. 6, 0. 1 | 1. 2, 0. 3, 0. 6, 0. 6, 0. 4 |
| Mn, Co, Hg, V | ≤1 | 0.003, 0.007, 0.1, 0.003 | 0. 29, 0. 008, 0. 1, 0. 008 | 0.03, 0.001, 0.1, 0.002 | 0.13 | 0. 23 | 1 | 0.05, 0.006, 1.7, 0.04 | 0.3, 0.1, -, 1.1 | 0.2, 0.1, -, 1 |
| 其它痕 量元素 | ≤1 | <1 | <1 | <1 | - | _ | 1 | Ti0.04 | Ti0.1 | Ti0.2 |
| 0 | ≤1000 | 682 | 461 | 481 | 300 | 300 | 1000 | - | _ | - |
| N | ≤50 | 38 | 31 | 33 | - | - | 50 | - | - | - |
| С | ≤50 | 29 | 22 | 25 | 20 | 30 | 50 | - | - | - |
| S | ≤50 | 27 | 20 | 19 | 5 | 5 | 50 | - | - | - |
| Н | ≤80 | 22 | 39 | 27 | - | - | 50 | _ | _ | - |

表 5 HW5N 高纯钨粉化学成分验证表

| | 1 | 1 | | | | 质量分数,ppm |
|------------------------|---------|---|---|---|----------|--|
| 75 D | 1VA- | | 企业 A | . | 企业 C | 企业 D |
| 项目 | 标准 | 样品1 | 样品 2 | 样品3 | 样品3 | 样品1 |
| W 含量(wt%) | ≥99.999 | 99. 99934 | 99. 99964 | 99. 99991 | 样品1 | - |
| NVR 元素总和 | ≤10 | 0. 656 | 2. 414 | 2. 659 | ≥ 99.999 | 9. 7462 |
| Li | ≤0.01 | 0.005 | 0.009 | 0.005 | ≤ 10 | 0.005 |
| Na | ≤0.5 | 0.01 | 0.08 | 0.01 | 0.01 | 0.01 |
| K | ≤0.07 | 0.04 | 0.01 | 0.01 | 0.5 | 0.05 |
| U | ≤0.0008 | 0.0001 | 0.0002 | 0.001 | 0.07 | 0.0001 |
| Th | ≤0.0008 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.005 | 0.0001 |
| Fe, Cr | ≤0.5 | 0. 03, 0. 07 | 0. 22, 0. 24 | 0.08, 0.1 | 0.005 | 0.37, 0.13 |
| Mo、Re、Ba | ≤1 | 0.05, 0.05, 0.2 | 0. 3, 0. 05, 0. 57 | 0. 2, 0. 05, 0. 36 | 0.5 | 2. 7, 4. 1, 0. 09 |
| B, Pb, Sb, Be, Bi, | ≤0.1 | 0.005, 0.009, 0.01, 0.005, 0.001 | 0.003, 0.004, 0.01, 0.005, 0.005 | 0.05, 0.01, 0.01, 0.005, 0.005 | ≤0.1 | 0.005, 0.005, 0.01, 0.005, 0.001 |
| Cd, Ge, Nb, Pt, | ≤0.1 | 0. 01, 0. 01, 0. 01, 0. 01, 0. 01 | 0. 01, 0. 01, 0. 01, 0. 05, 0. 06 | 0. 01, 0. 01, 0. 01, 0. 05, 0. 06 | ≤0.1 | 0.01, 0.01, 0.01, 0.01, 0.01, |
| Zr, Au, In, Ga, | ≤0.1 | 0.005, 0.01, 0.05, 0.01, 0.01 | 0.005, 0.1, 0.01, 0.01, 0.01 | 0.005, 0.1, 0.01, 0.01, 0.01 | ≤0.1 | 0.05, 0.01, 0.005, 0.01, 0.01 |
| P, As, Se, Ca, Si | ≤0.2 | 0.04, 0.01, 0.01, 0.02, 0.03 | 0. 49, 0. 01, 0. 01, 0. 72, 0. 45 | 0.06, 0.01, 0.01, 0.02, 0.03 | ≤0.1 | 0. 1, 0. 12, 0. 01, 0. 28, 0. 03 |
| Cu, Ni, A1, Zn, Sn, | ≤0.2 | 0.06, 0.02, 0.02, 0.01, 0.01 | 0. 09, 0. 03, 0. 02, 0. 01, 0. 16 | 0.009, 0.007, 0.01, 0.01, 0.01 | ≤0.1 | 0.005, 0.13, 0.04, 0.01, 0.03 |
| Mn, Co, Hg, V | ≤0.2 | 0.04, 0.004, 0.1, 0.001 | 0.006, 0.004, 0.1, 0.002 | 0. 04, 0. 02, 0. 1, 0. 001 | 0.2 | 0.11, 0.004, 1.6, 0.001 |
| 其它痕量元素 | ≤0.1 | - | - | - | 0. 2 | Ti0.04 |
| 0 | ≤500 | 231 | 297 | 263 | 0.1 | 500 |
| N | €50 | 29 | 21 | 30 | 500 | 50 |
| С | €30 | 24 | 23 | 24 | 50 | 30 |
| S | ≤25 | 7 | 5 | 8 | 30 | 25 |
| Н | ≤80 | 18 | 22 | 19 | 25 | 50 |
| *** | 200 | 10 | 22 | 10 | 20 | |

表 6 HW6N 高纯钨粉化学成分验证表

| | | | | 原重分数, ppm 企业 D | |
|------------------------|-----------------|--|---|--|----------|
| 项目 | 标准 | 样品 1 | 样品 2 | 样品3 | 样品3 |
| W 含量(wt%) | ≥99.9999 | 99. 999934 | 99. 99995 | 99. 999968 | ≥ 99.999 |
| NVR 元素 总和 | ≤1 | 0.656 | 0.4094 | 0. 3285 | ≤ 1 |
| Li | ≤ 0. 01 | 0.005 | 0.005 | 0.005 | 0.01 |
| Na | ≤0.1 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.05 |
| K | <0.1 ≤0.05 | 0.04 | 0.07 | 0.05 | 0.054 |
| | | | | | |
| U | ≤0.0005 | 0.0001 | 0.0005 | 0.0005 | 0.001 |
| Th | ≤ 0.0005 | 0.0001 | 0.0001 | 0.00001 | 0.001 |
| Fe、Cr | ≤0.3 | 0.03, 0.07 | 0.06, 0.08 | 0.04, 0.05 | 0.3 |
| Mo、Re、Ba | ≤0.5 | 0.05, 0.05, 0.2 | 0.06, 0.05, 0.06 | 0.05, 0.05, 0.05 | 0.5 |
| B, Pb, Sb, Be, Bi, | ≤0.1 | 0.005, 0.009, 0.01, 0.005, 0.001 | 0.005, 0.01, 0.01, 0.005, 0.005 | 0.005, 0.01, 0.01, 0.01, 0.005 | ≤0.1 |
| Cd, Ge, Nb, Pt, Mg, | ≤0.1 | 0.01, 0.01, 0.01, 0.01, 0.01 | 0.01, 0.01, 0.01, 0.05, 0.005 | 0.005, 0.01, 0.01, 0.05, 0.005 | ≤0.1 |
| Zr, Au, In, Ga, Ag | ≤0.1 | 0.005, 0.01, 0.05, 0.01, 0.01 | 0.005, 0.1, 0.01, 0.01, 0.01 | 0.005, 0.1, 0.01, 0.01, 0.01 | ≤0.1 |
| P, As, Se, Ca, Si | ≤0.2 | 0.04, 0.01, 0.01, 0.02, 0.03 | 0.04, 0.01, 0.01, 0.01, 0.05 | 0.03, 0.01, 0.01, 0.01, 0.04 | ≤0.1 |
| Cu, Ni, Al, Zn, Sn, | ≤0.2 | 0.06, 0.02, 0.02, 0.01, 0.01 | 0.02, 0.005, 0.01, 0.01, 0.01 | 0. 02, 0. 005, 0. 01, 0. 01, 0. 01 | ≤0.1 |
| Mn, Co, Hg, V | ≤0.2 | 0. 04, 0. 004, 0. 1, 0. 001 | 0. 02, 0. 002, 0. 002, 0. 1, 0. 001 | 0.02, 0.002, 0.002, 0.1, 0.001 | ≤0.1 |
| 其它痕量元素 | ≤0.1 | - | _ | _ | ≤0.1 |
| 0 | ≤500 | 236 | 216 | 192 | 500 |
| N | €50 | 25 | 15 | 21 | 50 |
| С | ≤30 | 24 | 21 | 20 | 30 |
| S | ≤10 | 2 | 2 | 3 | 10 |
| Н | ≤80 | 17 | 16 | 21 | 50 |

表 3、表 4、表 5 中部分企业的部分批次某元素含量超标 ,其它企业都满足高纯钨粉要求,故不修 改成分标准。企业有提供了 ICP-MS 的检测数据,不符合 GDMS 的检测方法,因此没有采用这部分的数据。

1.2 外观质量及费氏粒度数据验证

针对高纯钨粉,按照本标准规定的方法,对产品粒度和外观进行了验证,验证结果见表 7。表 7 中,企业 B 的个别批次样品粒度超标,其它企业样品没有超标,可能是测量或者工艺波动引起,因此不修改粒度标准。

表 7 高纯钨粉粒度和外观验证表

| 企业 | 批号 | 样品 | 司 把 時 材 松 浸 れ が か の 表 れ の の ま の ま の ま の ま の ま の ま の ま の ま の ま | 200 目过筛 | 外观 |
|--------|-------|------|---|---------|----|
| | | 样品1 | 2.8 | 正常 | 灰色 |
| | HW4N | 样品2 | 2.82 | 正常 | 灰色 |
| | | 样品3 | 3.21 | 正常 | 灰色 |
| | | 样品1 | 2.72 | 正常 | 灰色 |
| 企业 A | HW5N | 样品2 | 2.83 | 正常 | 灰色 |
| | | 样品3 | 2.67 | 正常 | 灰色 |
| | | 样品1 | 2.72 | 正常 | 灰色 |
| | HW6N | 样品 2 | 2.75 | 正常 | 灰色 |
| | | 样品3 | 2.89 | 正常 | 灰色 |
| A 11 5 | ***** | 样品1 | 3.5 | 正常 | _ |
| 企业 B | HW4N | 样品 2 | 5.05 | 正常 | - |
| | | 样品1 | 3 | 正常 | _ |
| A II a | ***** | 样品 2 | 3.02 | 正常 | _ |
| 企业 C | HW5N | 样品3 | 2.89 | 正常 | - |
| | | 样品4 | 3. 55 | 正常 | - |
| | HW4N | 样品1 | 5 | 正常 | - |
| 企业 D | HW5N | 样品1 | 1 | 正常 | - |
| | HW6N | 样品1 | 1 | 正常 | - |
| | | 样品1 | 4.6 | 正常 | - |
| | | 样品2 | 4. 52 | 正常 | - |
| | | 样品3 | 4. 22 | 正常 | - |
| | HW5N | 样品4 | 4.3 | 正常 | - |
| | | 样品5 | 4.5 | 正常 | - |
| | | 样品6 | 4. 57 | 正常 | - |
| 企业 E | | 样品7 | 4.62 | 正常 | - |
| | | 样品1 | 3.71 | 正常 | - |
| | | 样品 2 | 3.68 | 正常 | - |
| | THUCK | 样品3 | 3.86 | 正常 | - |
| | HW6N | 样品4 | 3. 54 | 正常 | - |
| | | 样品 5 | 3.62 | 正常 | - |
| | | 样品 6 | 3.54 | 正常 | _ |

| | 样品7 | 3.66 | 正常 | _ |
|--|-----|------|----|---|
|--|-----|------|----|---|

2. 验证分析结论

由表 4~表 6 的数据显示,产品的化学成分、粒度和外观质量稳定,满足本标准要求。本标准对产品主要技术参数的规定是合理可行的,同时产品主要技术参数的实测验证数据稳定,并有一定富余度及可提升空间,规定的产品技术要求科学合理,同时便于生产厂家调整。

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

(一) 项目的可行性简介

近几年来,随着钨钼行业加工水平的发展,以及生产厂家技术水平升级,高纯钨粉已积累大量的产品技术条件参数、性能测试数据和应用数据,现制订《高纯钨粉》的行业标准技术条件已成熟,具备充分的修订条件和恰当的修订时机。

(二)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。

本标准根据我国情况首次制定,填补了国内钨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钨粉生产厂家的现状。

通过文献检索,网上查询,国内没有关于高纯钨粉的相关国家标准。目前国外高纯钨粉生产技术相对成熟,且国内开始批量生产,以满足半导体行业 5N 钨靶材和 5N 钨合金靶材的需求,因此迫切需要制定该产品国家标准,对高纯钨粉供应作出规范。

国外某企业提供的高纯钨粉纯度见表 8。

本标准的主要技术指标对标国外先进高纯钨粉生产企业质量水平,其综合水平达到国际先进水平。

(三) 预期效益

本标准的制定,可及时解决高纯钨粉产品无标准可依的现状,通过本标准的制定,可是我国高纯五分的技术要求更加先进、合理,使我国高纯钨粉的整体质量水平达到国际先进水平,对促进我国高纯五分生产应用的有序化和规范化将产生积极作用,对推广我国高纯钨粉的发展将产生重要影响,并将有力推动我国钨行业产品快速健康的发展。

表 8 国外某企业 HW6N 高纯钨粉化学成分

| <i>T</i> = | | 业 HWON 高纯钨树化字成分 国内企业 A | 国外企业 |
|------------------------|---------------|---------------------------|------------|
| 项目 | 标准 - | 样品 | 样品 |
| W 含量 (wt%) | ≥99.9999 | 99. 999934 | 99. 9999 |
| NVR 元素总和 | ≤1 | 0.656 | 无要求 |
| Li | ≤0.01 | 0.005 | <0.005 |
| Na | ≤0.1 | 0.01 | <0.01 |
| K | ≤ 0.05 | 0.04 | <0.01 |
| U | ≤0.0005 | 0.0001 | <0.0001 |
| Th | ≤0.0005 | 0.0001 | <0.0001 |
| Fe, Cr | ≤0.3 | 0.03, 0.07 | 0.07, 0.05 |
| | | 0.05, | <0.01, |
| Mo, Re, Ba | ≤0.5 | 0.05, | <0.05, |
| | | 0.2 | 0.008 |
| | | 0.005 | <0.005, |
| | | 0.005, 0.009, | <0.005, |
| B, Pb, Sb, Be, Bi, | ≤0.1 | 0.01, | <0.01, |
| | | 0.005, | <0.005, |
| | | 0.001 | <0.001 |
| | | | <0.01, |
| | | 0.01, 0.01, | <0.01, |
| Cd, Ge, Nb, Pt, Mg, | ≤0.1 | 0.01, 0.01, 0.01 | <0.01, |
| | | | <0.01, |
| | | | <0.005 |
| | | 0.005 | <0.005, |
| | | 0.005, 0.01, | <0.01, |
| Zr, Au, In, Ga, Ag | ≤0.1 | 0.05, | <0.005, |
| | | 0.01, | <0.01, |
| | | 0. 01 | <0.01 |
| | | | <0.01, |
| | | | <0.01, |
| | | 0.04 | <0.01, |
| D. A., C., C., C. W., | | 0.04, 0.01, | <0.01, |
| P, As, Se, Ca, Si, Mn, | ≤0.2 | 0.01, | 0.01, |
| Co, Hg, V | | 0.02, | 0.009, |
| | | 0.03 | <0.001, |
| | | | <0.1, |
| | | | <0.001 |
| | | 0.06, | <0.005, |
| Cu Ni Al 7n Cn | ≤0.2 | 0.02, | 0.008, |
| Cu, Ni, Al, Zn, Sn, | <0.2 | 0.02, 0.01, | 0.01, |
| | | 0.01 | <0.01, |

| | | | <0.01 |
|--------|------|-----|-------|
| 其它痕量元素 | ≤0.1 | - | ≤0.1 |
| 0 | €500 | 236 | 250 |
| N | €50 | 25 | <10 |
| С | €30 | 24 | €30 |
| S | ≤10 | 2 | ≤10 |
| Н | €80 | 17 | €25 |

六、采用国际标准和国外先进标准的情况

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

本标准《高纯钨粉》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

暂无重大分歧意见。

九、标准性质的建议说明

鉴于本标准规定的高纯钨粉,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行业标准。

十、贯彻标准的要求和措施建议

- 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、本次制订的《高纯钨粉》行业标准,不仅与生产企业有关,而且与检测机构等相关。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、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、建议本标准批准后实施。

十一、废止现行有关标准的建议

无。

十二、其他应予说明的事项

本标准是我国钨金属制品系列标准之一,不仅规范了国内高纯钨粉的生产和使用,完善了钨金属制品标准体系,而且符合原国家质检总局、工信部、发改委、科技部、国防科工局、中科院、中国工程院、国家认监委和国家标准委等九部委联合印发的《新材料标准领航行动计划(2018~2020)》(国质检标联[2018]77号)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、市场的需求,更有利于提高我国高纯钨粉产品的国际竞争力。

通过推广采用该标准,对钨金属加工领域实施"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。