

# 《高纯钛溅射环》行业标准

## 编制说明

(**预审稿**)

《高纯钛溅射环》标准起草小组

2023年**8**月

## 一、工作简况

### 1.1 任务来源

根据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英文版项目计划的通知》（工信厅科函〔2022〕94 号）的要求，下达了行业标准《高纯钛溅射环》（标准项目号为 2022-0051T-YS）的制定任务，技术归口单位为全国有色金属标准化技术委员会，标准起草单位为有研亿金新材料有限公司、宁波江丰电子材料股份有限公司，项目起止时间为 2022 年~2024 年。

### 1.2 标准制定的必要性

高纯钛作为电子信息领域重要的功能薄膜材料，近年来随着我国集成电路、平面显示、太阳能等产业的快速发展需求量快速上升。磁控溅射技术（PVD）技术是制备薄膜材料的关键技术之一，金属 Ti 及 TiN 薄膜通常采用磁控溅射高纯钛靶材与高纯钛溅射环配套来制备，钛环在配合钛靶材使用时，可以在环件中心形成磁场，修正钛原子的运动轨迹，迫使其尽可能垂直到达衬底；同时，钛环具有较好的黏着力，能及时有效地承接并吸附靶材溅射时边缘掉落的较大钛颗粒，避免落在衬底上影响钛金属层布线质量。因此钛溅射靶材及高纯钛溅射环的性能直接影响到镀膜电阻率、薄膜厚度均匀性、膜层择优取向等关键性能。因此，钛靶材及高纯钛溅射环的性能指标是微电子镀膜行业关注的焦点。

从市场需求上来看，随着我国微电子信息产业的飞速发展，我国已逐渐成为电子薄膜材料需求最大的国家，中国的高纯钛溅射环市场也将随之日益扩大，高纯钛溅射靶材及高纯钛溅射环更多地应用在中高端产线，包含 8 英寸及 12 英寸产线，大陆客户群体如中芯国际（SMIC）、厦门士兰集科、华润上华、和舰科技等；高纯钛溅射环在台湾半导体市场需求量逐渐增加，如台湾力积电（PSMC）；同时，国外市场也有大量应用，如 Microchip、Atmel 等。通常高纯钛溅射环由国外厂家供应，近年来国内研发和生产的高纯钛溅射环质量不断提升，已经可以替代国外进口产品。

在集成电路制备过程中，溅射靶材用于制备互联线薄膜和阻挡层薄膜。目前集成电路制造用的最多的互联线材料是 Al 及 Al 合金，相应的阻挡层金属是 Ti 或 WTi。因此高纯钛溅射环产品市场广阔，全球年使用量达到 2 万件/年，随着我国高端集成电路生产线的大规模投入使用，我国高纯钛溅射环市场将快速增加，预计年增速可达 40%以上，经济效益和社会效益可观。迄今为止，市场上已有多家企业可提供该产品，但由于未对高纯钛溅射环制定相应的标准，也未检索到相应的国际标准或国外先进标准，因此严重制约了国内外高纯钛溅射环用户对高纯钛溅射环制造商的产品实力、技术成熟度的评判。因此需要建立我国高纯钛溅射环行业标准，促进现有产品质量的提高，确保产品生产、检验和验收的规范和统一。

高纯钛溅射环的产品标准的建立，将树立我国自主知识产权的标准，补充我国在高纯钛溅射环领域标准的缺失，填补国内空白，建立符合我国的高纯钛供应产业链，补齐我国在该领域的短板，实现国产高纯钛溅射环的自主可控。

### 1.3 标准项目的可行性及拟解决的问题

高纯钛环主要应用于金属 Ti 及 TiN 薄膜制备，属于发展前景比较广阔、市场需求较大的生产研究领域。经查询相关国内外文献资料，未检索到相关国际标准。

随着科技发展，对存储芯片的功能要求及数量需求日益增加，其导电层的布线质量要求越来越

越高。高纯钛环具有产生磁场，约束溅射钛原子的运动轨迹并吸附较大钛颗粒，部分参与高纯钛靶材溅射，提高钛导电层的铺设质量，满足芯片的功能使用要求，具有较为广阔的市场应用前景。国内以有研亿金新材料有限公司为代表的靶材制造工厂，已逐渐突破了靶材及其配套使用部件制造的产业化关键技术，打破了国外垄断局面（主要生产企业分布欧洲、日本、美国），可以批量供应各种制造用溅射靶材及配套环件，得到国内外主流客户的认证，达到了国际先进水平。但是，国内高纯钛环的标准化工作还属于空白，没有相关国家及行业标准。

通过本标准文件的制定，能够促进现有产品质量的统一与提高，确保高纯钛溅射环的检测规范统一，符合统一标准，满足市场应用需求。

本标准文件规定了高纯钛溅射环的分类、技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存及随行文件和订货单内容。

#### 1.4 项目编制组成员及其所作工作

本项目的编制组由有研亿金新材料有限公司、宁波江丰电子材料股份有限公司等单位组成。

##### 1.4.1 编制单位的技术基础

**牵头起草单位有研亿金新材料有限公司**成立于 2000 年，现为有研新材料股份有限公司全资子公司。为国家技术创新示范企业、国家火炬计划重点高新技术企业、北京市高纯金属溅射靶材工程技术研究中心、北京市企业技术中心、中关村国家自主创新示范区“十百千工程”企业、上海黄金交易所综合类会员。

有研亿金主要研发、生产、销售微电子光电子用薄膜新材料、贵金属材料及制品，并开展稀有及贵金属材料信息咨询、技术服务和套期保值等业务。有研亿金是国内规模宏大、门类齐全、技术能力一流的高纯金属溅射靶材制造企业，也是国内屈指可数具备从超高纯原材料到溅射靶材、蒸发膜材垂直一体化研发和生产的产业化平台。产品涵盖电子信息行业用的全系列高纯金属材料、溅射靶材和蒸发膜材。公司产品广泛应用于电子、信息、化工等领域，是现代工业不可或缺的重要材料，在国民经济、国防建设及现代化信息化社会中起着极其重要的战略意义，发展前景广阔。

公司现有职工 280 余人，汇聚了稀有和贵金属领域内众多一流的科研生产精英，专业技术人员超过员工总数 50%，高学历、高级职称人才比例高达 40%，同时拥有一支技术过硬经验丰富的技术工人队伍。

有研亿金历年承担国家级、省部级科技开发项目近百项，获部级奖 56 项，国家专利 81 项，国家科技进步奖 3 项，国家发明奖 9 项，全国科学大会奖 2 项，国家科技进步奖特等奖子项奖 1 项。“十一五”、“十二五”期间，公司承担了国家 02 专项、国家国际重点合作项目、国家高技术产业化项目以及国家科技支撑项目，863 项目等 36 项国家重点项目，为我国新材料产业的发展起到巨大支撑作用。

**参与单位宁波江丰电子材料股份有限公司**成立于 2005 年，是由国家海外高层次引才计划专家姚力军博士领导的海外高层次归国留学人员组成的创业团队所创立的一家高科技企业，是 A 股创业板上市公司（股票代码 300666），专业从事集成电路、平板显示器和太阳能用超高纯材料及溅射靶材研发、生产和销售。公司先后承担了国家 02 重大专项、863 计划、稀土专项、彩电专项、工信部电子发展基金工业强基等国家级科研及产业化项目，连续参加了“十一五”、“十二五”、

“十三五”国家科技创新成就展。江丰电子研发的超大规模集成电路用溅射靶材填补了我国的空白，结束了我国依赖进口的历史，产品在国内中芯国际 14nm 技术节点进入量产，在国际先端的 FinFET (FF+) 5nm 技术进入量产应用，达到国际先进技术水平。

公司团队中拥有国家“千人计划”专家 4 人、国家“万人计划”专家 1 人、浙江省“千人计划”专家 4 名，浙江省“万人计划”专家 1 名，美国和日本专家 6 人，拥有国家企业技术中心、博士后科研工作站、院士专家示范工作站，浙江省重点实验室、浙江省级企业研究院、浙江省高新技术企业研究开发中心等研发平台，与中芯国际、浙江大学、哈尔滨工业大学、重庆大学、京东方等多家单位形成产学研用联盟，在国际市场中占有一席之地。江丰电子拥有覆盖 Al、Ti、Cu、Ta 等多种金属材料及靶材全工艺流程的完整自主知识产权，截止 2021 年 9 月，累计授权专利 409 项（其中发明 268 项，实用新型 141 项），填补了国内的技术空白，被认定为国家知识产权优势企业。

公司产品和技术先后荣获“国家战略性创新产品”、“国家技术发明二等奖”、“浙江省技术发明一等奖”、“浙江省标准创新优秀贡献奖”、“中国有色金属工业协会一等奖”、“中国半导体创新产品和技术奖”、“宁波市科技进步一等奖”等多项奖项。公司创始人姚力军博士荣获“国家科技重大专项突出贡献奖”、“全国杰出专业技术人才”、“浙江省科学技术重大贡献奖”、“宁波市科技创新特别奖”等荣誉称号。

#### 1.4.2 编制单位起草人所作工作

本标准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

序号	起草人姓名	职责及分工
1	张晓娜	负责高纯钛溅射环标准方案制定、产品情况调研、资料搜集、数据采集与汇总、主持标准条款编写、标准技术内容的理论指导和审核等。
2	张延宾、丁照崇	参与方案制定、组织协调产品的调研、技术参数的确定、为项目提供保障等。
3	肖彤、曹晓萌	协助收集本标准中产品情况调研、客户使用情况等资料收集。
4	王绍帅	协助本标准方案中技术资料讨论，数据收集。

### 1.5 主要工作过程

#### 1.5.1 预研阶段

2019 年初，有研亿金新材料有限公司作为主编单位对国内做高纯钛溅射环市场情况、生产情况及使用情况进行了详细的调研，主要工作有：了解国内高纯钛溅射环生产的技术水平、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。高纯钛溅射环可以在高纯钛靶溅射过程中用来调整修正钛原子的运动轨迹，同时又可以及时有效地承接并吸附靶材溅射时边缘掉落的较大钛颗粒，进而保证了衬底上金属 Ti 及 TiN 薄膜层的布线质量。通过与相关产品制造企业技术交流，同时也考虑了国内生产、加工能力和分析水平等实际情况，由主编单位整理并编制形成了《高纯钛溅射环》标准项目建议书、标准草案及标准立项说明等材料。根据此次调研情况，由主编单位整理并完善形成了本标准的讨论稿。主要工作过程经过以下几个阶段：

#### 1.5.2 立项阶段

2021年04月，有研亿金新材料有限公司向全体委员会议提交了《高纯钛溅射环》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行业标准立项。

2022年4月29日，工业和信息化部办公厅下达了制定《高纯钛溅射环》行业标准的任务，计划编号为2022-0051T-YS完成年限为2024年，技术归口单位为全国有色金属标准化技术委员会。

### 1.5.3 起草阶段

2021年04月成立标准编制组，并明确了工作的职能和任务。

2021年04月~2023年03月对高纯钛溅射环的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，核实相关技术标准及要求，形成了《高纯钛溅射环》的讨论稿。

### 1.5.4 征求意见阶段

**标准征求意见会议：**2023年03月13日~15日在海南省海口市召开了《高纯钛溅射环》有色金属行业标准征求意见会，来自有研亿金新材料有限公司、宁波江丰电子股份有限公司、厦门钨业股份有限公司等20多家单位的专家参加了会议，参会专家对标准的征求意见稿进行了认真的讨论，提出了一些意见和建议，起草单位整理汇总了意见和建议（详见征求意见稿意见汇总处理表）。编制小组根据会议汇总意见，并采纳了以上专家意见。起草单位根据征求意见对标准进行修改、补充、完善，并提交标委会标准征求意见终稿。

## 二、标准编制原则

本标准起草单位自接受起草任务后，成立了本系列标准编制工作组负责收集生产统计、检验数据、市场需求及客户要求等信息。初步确定了《高纯钛溅射环》标准起草所遵循的基本原则和编制依据：

- 1) 查阅相关标准和国内外客户的相关技术要求；
- 2) 根据国内外高纯钛溅射环使用企业具体情况，力求做到标准的合理性与实用性；
- 3) 广泛适用，操作可行的原则；
- 4) 有利于创新发展与国际接轨的原则。

## 三、标准主要内容的依据

### 3.1 适用范围

本文件规定了高纯钛溅射环的分类、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及随行文件和订货单内容。

本文件适用于高纯钛溅射环。引用了推荐性国家标准5项，推荐性行业标准2项。

### 3.2 技术要求

#### 3.2.1 产品分类

(1) 钛环按照**杂质元素**含量不同分为：4N5-Ti与5N-Ti两种牌号。

(2) 产品按照尺寸规格分为两种：

a) 适用于200mm硅片镀膜的磁控溅射环，表面滚花，环体两端开口为直边，环体与凸体拼接使用。

b) 适用于300mm硅片镀膜的磁控溅射环，表面无滚花，环体两端开口为S形，环体与凸体焊接成一体型。

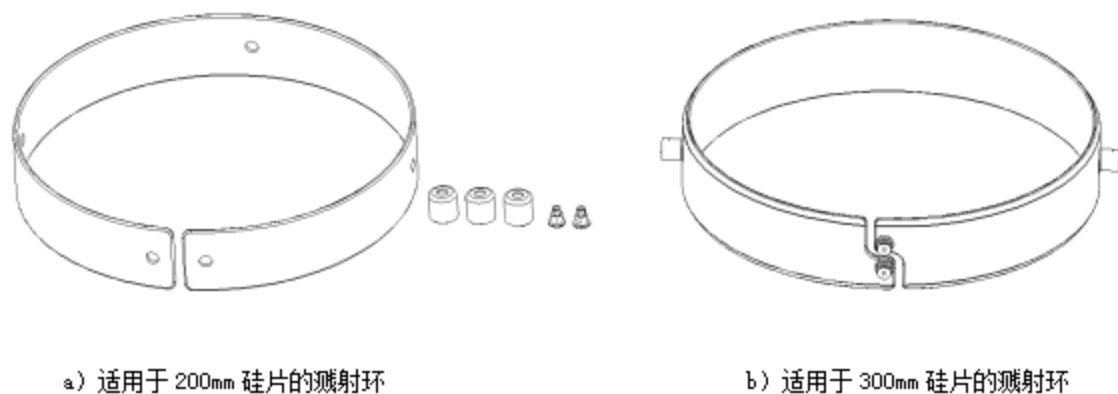


图1 溅射环结构示意图

### 3.2.2 化学成分

本标准根据配合使用的高纯钛靶材溅射镀膜要求不同，可以由供需双方协商对合金中某些特殊元素进行控制。参照国内外标准和客户要求，对一些已知的存在危害的杂质元素含量给出了明确控制要求，这些元素主要包括金属元素 Fe、Ni、Cr、Al、Co、Si 等。

金属（Fe、Ni、Cr、Al、Co、Si 等）离子会影响到靶材溅射后产生界面漏电及氧元素增加等等，因此须对环件原材料中该类元素进行控制。结合目前市场上要求以及试验验证，明确了产品的纯度要求，要求如表 2：

表2 高纯钛溅射环化学成分表

牌号		4N5-Ti	5N-Ti
Ti 质量分数/%，不小于		99.995	99.999
金属杂质质量分数/ $\times 10^{-4}\%$ ，不大于	Ag	0.2	0.2
	Al	5.0	2
	B	0.1	0.1
	Ca	2.0	1.0
	Co	1.0	0.1
	Cr	5.0	1.0
	Cu	2.0	1.0
	Fe	15.0	7.0
	K	0.1	0.1
	Li	0.1	0.1
	Mg	1.0	0.1
	Mn	1.0	0.3
	Mo	4.0	0.5
	Na	0.2	0.1
	Ni	5.0	0.5
	Pb	2.0	0.1
	Si	5.0	2.0
	Sn	2.0	1.0
Th	0.001	0.001	
U	0.001	0.001	

	V	1.0	1.0
	W	1.0	0.5
	Zn	1.0	0.5
	Zr	5.0	1.0
气体元素质量分数/ $\times 10^{-4}\%$ ，不大于	C	50	40
	H	10	10
	N	50	50
	O	300	250
	S	10	10
注：钛的质量分数为 100%减去表中金属杂质实测质量分数总和的余量（不包含 C、N、O、S、H）			

### 3.2.3 晶粒度

在靶材溅射过程中，环件也有部分会参与到溅射中，因此环件晶粒尺寸对靶材溅射薄膜的制备和性能存在一定的影响。多项试验研究表明，随着环件晶粒尺寸的增加，薄膜的均匀性变差。当晶粒尺寸大小变化在合适的范围内时，参与到部分溅射的环件使用时等离子体阻抗较低，薄膜的沉积速率高，并且均匀性较好。因此，为了提高环件的使用性能，其晶粒尺寸必须严格控制。结合调研资料，本标准对环件晶粒尺寸提出了明确要求。因环件为钛靶配套使用，因此平均晶粒度 100~600 $\mu\text{m}$ ，最大晶粒不超过 1000 $\mu\text{m}$ ，若需方有特殊要求，经双方确认后，方可生产。

### 3.2.4 表面粗糙度

环件最重要的功能之一是能及时有效地承接并吸附靶材溅射时边缘掉落的较大钛颗粒，避免落在衬底上影响钛金属层布线质量。环件表面合适的粗糙度会有更好的黏附性能。本标准文件要求产品表面粗糙度 Ra 值如下表 3 所示，若客户有特殊要求时，需按照客户要求生产。

表3 高纯钛溅射环表面粗糙度

表面滚花粗糙度/ $\mu\text{m}$	表面无滚花粗糙度/ $\mu\text{m}$
20~28	$\leq 0.8$

### 3.2.5 外形尺寸

环件的尺寸及偏差应符合厂商的溅射机台，否则环件不能安装。本标准中环件尺寸偏差参照客户所提供图纸，并有国内先进设备保证加工精度，对尺寸偏差进行加严控制。当客户有新的要求时，双方须进行协商确认后，方可生产，环件几何尺寸测量需选取合适工具。

### 3.2.6 焊接质量

根据安装使用要求，部分高纯钛环需要在环体上焊接凸台。凸台的焊接质量直接影响到环件安装的稳定性，若焊接质量差，会导致环件安装不稳定，在较高温度的机台腔体中产生变形，环件功能失效，对生产造成重大损失。同时若焊接处存在缺陷，会导致使用过程中出现 Arcing 等异常。因此本标准对环件焊接质量提出了明确要求

结合环件实际加工与用户反馈信息，对焊接质量提出如下要求：焊接处无气孔、孔洞、缝隙

等缺陷。

### 3.2.7 外观质量

本标准文件要求产品表面应清洁光滑，无指痕、油污和锈蚀，无颗粒附加物和其他沾污，无凹坑、划伤、裂纹、凸起等影响使用的缺陷。

### 3.2.8 检验规则与试验方法

根据实际检测需要和客户要求，协商后进行检验。

### 3.2.9 包装、运输、储存要求

确保产品不在包装、运输、储存过程中有二次污染，可靠运输，与用户协商确定。

## 3.3 试验验证

### 3.3.1 成分验证

经过实验验证与客户反馈，若杂质及气体元素含量过大时，用户端使用效果会明显变差。表4是成分结果。

表4 成分结果

牌号	4N5					5N				
编号	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
Ti 含量/%	99.99887	99.99922	99.99889	99.99909	99.99895	99.99915	99.99955	99.99943	99.99953	99.99957
杂质含量 /10 <sup>-6</sup>	Ag	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.005	0.05	0.05	0.05
	Al	0.53	0.19	1.1	0.43	0.5	0.45	0.13	0.12	0.093
	B	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
	Ca	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
	Co	0.013	0.0058	0.0066	0.0055	0.008	0.005	0.005	0.005	0.005
	Cr	0.59	0.76	0.98	0.8	0.98	0.67	0.54	0.42	0.22
	Cu	0.17	0.15	0.26	0.29	0.37	0.23	0.19	0.18	0.15
	Fe	8.1	5.1	6.7	5.8	6.6	5.4	2.4	3.5	2.8
	K	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
	Li	0.005	0.005	0.005	0.0005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005
	Mg	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05
	Mn	0.032	0.032	0.015	0.032	0.027	0.042	0.035	0.02	0.0051
	Mo	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05
	Na	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
	Ni	0.22	0.28	0.38	0.28	0.21	0.25	0.019	0.048	0.044
	Pb	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
	Si	0.52	0.22	0.43	0.22	0.39	0.28	0.15	0.24	0.21
	Sn	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05
Th	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	
U	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	
V	0.11	0.11	0.13	0.23	0.14	0.11	0.061	0.04	0.038	
W	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	



	Zn	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05
	Zr	0.51	0.46	0.55	0.54	0.72	0.52	0.5	0.65	0.62	0.62
杂质总含量/ $10^{-6}$		11.301	7.8138	11.0576	9.129	10.451	8.463	4.491	5.729	4.6911	4.252
气体杂质元素含量/ $10^{-6}$	C	20	12	11	10	11	10	10	10	10	10
	H	2.1	1.5	1.6	1	1	1	1	1	1	1
	N	17	10	14	11	11	10	10	10	11	10
	O	290	240	270	210	250	190	100	100	120	110
	S	5.3	5.4	5	6.8	5.3	5	5	5.1	5	5

### 3.3.2 晶粒度试验

通过试验发现，钛溅射环平均晶粒度小于  $100\mu\text{m}$  或者大于  $600\mu\text{m}$  或者最大晶粒大于  $1000\mu\text{m}$  时，用户端使用效果会明显变差，主要体现为影响到配套靶材的溅射试用效果，如溅射速率异常、膜厚均匀性差。根据客户不用的使用要求，高纯钛溅射环晶粒度试验结果如下表 5 所示。

表 5 晶粒度试验结果

编号	晶粒度 ( $\mu\text{m}$ )	
	平均值	最大值
<u>1</u>	<u>183</u>	<u>288</u>
<u>2</u>	<u>197</u>	<u>302</u>
<u>3</u>	<u>177</u>	<u>295</u>
<u>4</u>	<u>180</u>	<u>278</u>
<u>5</u>	<u>156</u>	<u>295</u>
<u>6</u>	<u>198</u>	<u>332</u>
<u>7</u>	<u>273</u>	<u>442</u>
<u>8</u>	<u>255</u>	<u>334</u>
<u>9</u>	<u>305</u>	<u>384</u>
<u>10</u>	<u>302</u>	<u>383</u>
<u>11</u>	<u>219</u>	<u>394</u>
<u>12</u>	<u>323</u>	<u>496</u>
<u>13</u>	<u>403</u>	<u>578</u>
<u>14</u>	<u>456</u>	<u>595</u>
<u>15</u>	<u>468</u>	<u>602</u>
<u>16</u>	<u>473</u>	<u>642</u>
<u>17</u>	<u>455</u>	<u>634</u>
<u>18</u>	<u>505</u>	<u>684</u>
<u>19</u>	<u>502</u>	<u>683</u>
<u>20</u>	<u>422</u>	<u>590</u>
<u>21</u>	<u>505</u>	<u>687</u>
<u>22</u>	<u>380</u>	<u>565</u>
<u>23</u>	<u>417</u>	<u>493</u>
<u>24</u>	<u>508</u>	<u>688</u>
<u>25</u>	<u>577</u>	<u>790</u>
<u>26</u>	<u>515</u>	<u>739</u>