

DB 13

河北省地方标准

DB 13/T 6141—2025

高纯度钨部件性能评价方法

2025 - 05 - 27 发布

2025 - 06 - 03 实施

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。

本文件由邯郸市市场监督管理局提出。

本文件起草单位：中船（邯郸）派瑞特种气体股份有限公司、中国船舶集团有限公司第七一八研究所。

本文件主要起草人：王亚峰、彭立培、刘跃旭、薄林、裴佳莹、李丹丹、林坤、郑艺。

高纯度钨部件性能评价方法

1 范围

本文件规定了半导体制造用高纯度钨部件化学成分、物理性能的评价方法，包括检测原理、试剂或材料、仪器设备、样品、测定步骤及结果处理等。

本文件适用于半导体制造用高纯度钨部件的金属杂质元素和物理性能的评价。

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 6394 金属平均晶粒度测定方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 化学成分评价

4.1 原理

利用辉光放电源作为离子源与质谱仪器联接进行质谱测定的分析方法。在GDMS的离子源中，辉光等离子体光源的阴极是表面平整的待分析样品。在两极之间充入压力约为10 Pa~1000 Pa的惰性气体（通常是氩气）。在高电压的作用下，惰性气体被电离，形成等离子体。这些等离子体中的电子和正离子在电场作用下加速，撞击样品表面，使其发生溅射。溅射产生的样品原子进入等离子体中，进一步离子化。这个过程在靠近样品表面的“阴极暗区”和靠近阳极的“负辉区”两个不同的区域内进行，这使得基体效应大为降低。离子化的样品原子被送入质谱分析器进行分离和检测。

4.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂。

——水：GB/T 6682，一级。

——无水乙醇：密度为 0.789 g/mL。

——硝酸：含量不小于 99.9% (质量分数)。

——氢氟酸：含量不小于 99.9% (质量分数)。

——背景监控样品：利用纯度不低于 99.99%（质量分数）的钨样品或内部质控样品作为背景监控样品，检背景空白。

——样品：钨含量不低于 99.9999%（质量分数）。

——氮气：含量不小于 99.99% (体积分数)。

——氩气：含量不小于 99.999% (体积分数)。

4.3 仪器设备

辉光放电质谱仪：中分辨模式下质量分辨率大于3500，高分辨模式下分辨率大于9000。

半定量分析时，根据仪器软件中的“典型相对灵敏度因子”可用作被测元素的相对灵敏度因子。

在相同测试条件下对高纯钨标准物质/样品进行独立测定，获得相应的相对灵敏度因子，按YS/T 901规定的公式（1）得出被测元素相对灵敏度因子。

4.4 测定步骤

4.4.1 测定前准备

样品应制备成规则形状，分析面应平坦光滑，尺寸应能放入辉光放电离子源内。

4.4.2 样品预处理

样品先经机械切割加工成尺寸合适的块状样品，接着用无水乙醇清洗其表面油污，之后用水清洗，再用硝酸、氢氟酸进行腐蚀清洗，随后用水反复冲洗，在分析前用氮气吹干待测。

4.4.3 仪器准备

对辉光放电条件进行优化，调节仪器的相关参数，以获取分析时所需的质量分辨率（中分辨率达到3500，高分辨率达到9000），合适的信号强度以及合适的基体质量扫描峰形状。对仪器背景监控样品进行测定，观察被测元素的背景状况。

4.4.4 样品测定

按照下列步骤进行样品测定：

- 将制备好的试样装入到辉光放电质谱仪离子源中，开启辉光放电；
- 在正式采集数据前，选择适当的电流进行一定时间的预溅射，以清除样品表面的污染；
- 将辉光放电离子源溅射条件调节到分析所需的条件，在氩气气氛条件下，进行测量。待信号稳定后，同一溅射点连续采集的三个测量数据，精密度满足表 1 所列相对允许差的要求时，取其平均值作为测量结果。

表1 待测元素质量数和测定分辨率

元素	质量数	分辨率	元素	质量数	分辨率	元素	质量数	分辨率
Li	7	中分辨	As	75	高分辨	Sm	147	中分辨
Be	9	中分辨	Se	77	高分辨	Eu	153	中分辨
B	11	中分辨	Br	79	高分辨	Gd	157	中分辨
F	19	中分辨	Rb	85	中分辨	Tb	159	中分辨
Na	23	中分辨	Sr	88	中分辨	Dy	163	中分辨
Mg	24	中分辨	Y	89	中分辨	Ho	165	中分辨
Al	27	中分辨	Zr	90	中分辨	Er	166	中分辨
Si	28	中分辨	Nb	93	中分辨	Tm	169	中分辨
P	31	中分辨	Mo	95	中分辨	Yb	172	中分辨
S	32	中分辨	Ru	101	中分辨	Lu	175	中分辨
Cl	35	中分辨	Rh	103	中分辨	Hf	178	中分辨
K	39	高分辨	Pd	105	中分辨	Ta	181	中分辨
Ca	44	中分辨	Ag	107	中分辨	Re	187	高分辨
Sc	45	中分辨	Cd	111	中分辨	Os	189	中分辨
Ti	47	中分辨	In	115	中分辨	Ir	193	中分辨
V	51	中分辨	Sn	118	中分辨	Pt	194	高分辨
Cr	52	中分辨	Sb	121	中分辨	Au	197	高分辨
Mn	55	中分辨	Te	127	中分辨	Hg	202	高分辨
Fe	56	中分辨	I	128	中分辨	Tl	205	中分辨
Co	59	中分辨	Cs	133	中分辨	Pb	208	中分辨
Ni	60	中分辨	Ba	137	中分辨	Bi	209	中分辨
Cu	63	中分辨	La	139	中分辨	Th	232	中分辨
Zn	66	中分辨	Ce	140	中分辨	U	238	中分辨
Ga	69	中分辨	Pr	141	中分辨	—	—	—
Ge	72	高分辨	Nd	146	中分辨	—	—	—

4.5 结果处理

被测元素含量以mg/kg表示，分析结果由计算机直接给出。含量小于0.010 mg/kg时，保留一位有效数字；含量不小于0.010 mg/kg时，保留两位有效数字。数值修约按GB/T 8170的规定执行。

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按照相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的相对偏差不超过表2所列的重复性条件下的相对偏差。

表2 重复性条件下的相对偏差

含量范围 mg/kg	相对偏差 %
0.001~0.050	130
>0.05~0.50	90
>0.50~5.0	40
>5.0~50	20

5 物理性能评价

5.1 原理

浸在液体中的物体受到向上的浮力，浮力的大小等于物体排开液体所受的重力，利用样品完全浸没到液体中（通常为水）后的质量以及排开液体的体积，再结合样品在空气中的质量，通过密度公式来对样品的密度进行评估。

5.2 试剂或材料

采用去离子水作为排水法中的液体介质。

采用烧杯盛放去离子水，其大小应能完全容纳钨部件，且有足够的空间让部件浸没。

采用细线用于悬挂钨部件，要求细线的质量和体积可忽略不计，一般可选用极细的尼龙线等。

5.3 仪器设备

采用分析天平用于精确测量钨部件在空气中和浸没在水中时的质量，精度不低于0.001 g。

5.4 测定步骤

5.4.1 测定前准备

按密度天平说明书将分析天平进行调平、校准，达到测定条件，待仪器稳定后即可测定。

5.4.2 样品预处理

将待测样品表面用无水乙醇（分析纯）擦拭干净，待酒精挥发后作为检测样品。

5.4.3 仪器准备

在使用前，按照天平的操作手册，使用标准砝码对天平进行校准，确保测量质量的准确性。校准过程中要注意环境的稳定性，避免振动、气流等因素干扰。

5.4.4 样品测定

样品测定步骤如下：

- 首先用镊子小心地将钨部件放在天平托盘上，测量并记录其在空气中的质量 m_1 ；
- 在烧杯中装入适量的去离子水，确保钨部件完全浸没时水不会溢出，将装有水的烧杯放在天平托盘上，记录此时的质量 $m_{(杯+水)}$ ；
- 用细线将钨部件悬挂起来，缓慢地将其完全浸没在烧杯的水中，注意不要让钨部件接触烧杯壁和底部，且确保没有气泡附着在部件表面。此时测量并记录天平的示数 $m_{总}$ 。那么钨部件浸没在水中时的质量 $m_2 = m_{总} - m_{(杯+水)}$ 。重复上述步骤 b~c 至少 3 次，取平均值作为测量结果。

5.5 结果处理

按公式（1）计算出钨部件浸没在水中的质量 m_2 ，再代入公式（2）计算出样品体积 V ，再将样品体积 V 的结果代入公式（3）计算样品的密度值 $\rho_{\text{样品}}$ 。

$$m_2 = m_{\text{总}} - m_{(\text{杯}+\text{水})} \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$V = \frac{m_1 - m_2}{\rho_{\text{水}} g} \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$\rho_{\text{样品}} = \frac{m_1}{V} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- m_2 —— 钨部件浸没在水中的质量；
- $m_{\text{总}}$ —— 样品放入装有水的烧杯总重量；
- $m_{(\text{杯}+\text{水})}$ —— 装有水的烧杯重量；
- V —— 样品体积；
- $\rho_{\text{样品}}$ —— 样品密度；
- $\rho_{\text{水}}$ —— 水的密度；
- m_1 —— 样品在空气中的质量；
- g —— 重力加速度常数， 9.8 m/s^2 。

6 晶粒度的测定

按照GB/T 6394中8.3规定的方法进行测定

7 精密度和准确度

高纯度钨部件中杂质的检测结果的相对标准偏差参照文中表2。