**《锆及锆合金化学成分分析取制样方法》标准**

**（征求意见稿第二稿）编制说明**

1. 工作简况
   1. 任务来源及计划要求

根据工信部《工业和信息化部办公厅关于印发2018年第二批行业标准制修订计划的通知》（工信厅科[2018]31号）的文件精神，由西部新锆核材料科技有限公司负责起草《锆及锆合金化学成分分析取制样方法》有色行业标准。计划编号：2018-0560T-YS，项目完成年限为2019年。

* 1. 立项的目的和意义

国家大力发展核电产业，核电“走出去”是国家“一带一路”战略构架中非常重要的一个板块。推进我国自主知识产权的“华龙一号”核电技术，是践行核电“走出去”战略的实施，也是开启中国核电“一带一路”战略的布局。随着核电自主化的发展，用户对锆及锆合金化学成分取制样的要求越来越严格，为进一步规范其化学成分分析取制样方法，保证现有运行标准和市场相接轨，使生产商和用户有据可依，制订一份系统、全面的锆及锆合金化学成分分析取制样方法标准尤为重要。

锆及锆合金化学成分分析取制样标准建立后，可完善锆合金从原料、取样、分析到最终产品整个系列标准，解决国内标准在该方面的缺失，弥补国外标准在锆及锆合金领域方面关于化学分析取制样方面的具体要求。

* 1. 起草单位情况

西部新锆核材料科技有限公司（以下简称西部新锆）成立于2013年4月，是以发改委、工信部、财政部三部委批准的“自主化先进压水堆燃料组件用锆合金结构材料产业化”项目为推动成立的独立法人公司。公司的首要目标是建设核用锆、铪材自主化科研生产基地，搭建世界一流的国家级核用特种金属材料研发、评价、性能分析、检测、中试和工业化生产为一体的创新平台，整合核用材料优势资源，推进重大科技成果的产业化和产业聚集发展。具有雄厚的锆及锆合金研发实力，曾获得过国家科学技术进步奖等国家级奖项3项，省部级奖项9项，主持或参与制、修订国家标准、行业标准十余项，现行2007版GB/T 21183标准的主要制定人目前均在本公司任职，公司在国内、国际锆、铪等稀有难熔金属及其合金的研发方面拥有较高的知名度。目前拥有各项发明专利16项，拥有自主知识产权的合金牌号如N36、N18、C7等，并掌握其全部金属压力加工技术，所研制、生产的合金性能优异，达到了国外M5、Zirlo锆合金水平，产品广泛应用于国防、核工业和民用领域。2018年11月我国首次实现自主品牌N36锆合金工业化规模生产，西部新锆公司顺利交付20个组件的N36锆合金管材，这些锆管将应用于我国首座“华龙一号”核电站，意味着我国开始向核大国迈向核强国。

本项目参与起草单位还包括西安汉唐分析检测有限公司、国核宝钛锆业股份公司等，各单位均是锆及锆合金研制及生产领域的资深企业，一直从事和承担本单位或外单位的锆及锆合金化学成分分析取制样工作。

* 1. 主要工作过程

2018年5月在接到标准制定任务后，成立了标准编制工作组，确定了各成员的工作职能和任务，制订了工作计划和进度安排，填写了“推荐性行业标准项目任务书”。

2018年8月在银川召开的有色金属标准工作会议（工作会第一次会议）对本标准任务进行了落实。

2018年12月编制工作组完成相应的调研，收集、整理相关文献资料，形成了《锆及锆合金化学成分分析取制样方法》征求意见稿第一稿，发往西北有色金属研究院、西部超导材料科技股份有限公司、中核建中核燃料元件有限公司、中核北方核燃料元件有限公司、西安诺博尔稀贵金属有限公司、宝钛集团有限公司、国核宝钛锆业有限公司、重庆大学、上海大学共9家单位。

2019年2月编制工作组陆续收到各单位的反馈意见，对反馈的意见进行汇总处理，对征求意见稿第一稿进行修改，完善实验报告与编制说明，形成征求意见稿第二稿。

1. 标准编制原则
   1. 标准制定的原则

本标准在国内外三代锆及锆合金的研究成果上，分析锆及锆合金的各种化学元素的取制样特点，制订了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）根据国内外锆及锆合金生产企业生产的具体情况，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。

* 1. 遵守标准

本标准遵守下列基础标准：

GB/T 1.1-2009 标准化工作导则第1部分：标准的结构和编写

1. 标准主要内容的确定依据
   1. 概况

本标准参照了ASTME88《standard practice for sampling nonferrous metals and alloys in cast form for determination of chemical composition》，国标GB/T 8767-2010 《锆及锆合金铸锭》及其它产品标准，经过调研并考虑生产实际水平进行制定。

* 1. 样品

2.1 样品要求

作为样品第一要求就是要具有代表性，要能代表整批产品的实际情况。因此，样品取样位置、取样量等均是控制的重要环节；同时由于取样过程中容易造成样品污染，污染后的样品对分析结果会造成很大影响，因此样品的清洁度控制非常重要。所以在标准中提出“样品应具有代表性，均匀无其他金属和非金属夹杂，表面无油污、氧化等影响分析结果的各种外来物。”

2.2 样品量

通常情况，受试验方法、实验室分析仪器、设备、分析元素数量、分析人员的经验等因素影响，试验用试验量会有差异，很难总结归纳出统一的标准用量。但是为了在分析检测时有一个初步的送样量判断，本标准根据行业生产经验，给出了一个参考量。

由于ONH气体元素分析时采用块状样品，因此在标准中将块状样品要求单独提出。

表1 化学成分分析取样样品要求

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 分析元素 | 锡、铁、镍、铬、铝、铜、锰、钴、镁、钨、钼、硅、铅、  铀、硼、氯、镉、钒、钛、铪、铌、钠、钾、锂、磷、钽、钙 | 氧、氮、氢、碳、硫 |
| 样品形状 | 屑状 | 块状，截面尺寸不大于3mm |
| 取样量 | 单元素分析时：重量≥2g/单元素；  多元素同步分析时：重量≥10g/多元素。 | 单元素分析时：重量≥1g/单元素；  多元素同步分析时：重量≥5g/多元素。 |

2.3 样品几何形状

样品的几何形状主要是考虑满足试验方法要求进行分类的，不同试验方法对检测来样要求不一，故在本标准中提出了不同样品几何尺寸的基本要求。主要包括屑状样品和块状样品。

1. 屑状样品：采用机械方式从铸锭、加工产品等样件上制备细小线状样品，样品应细小且均匀。注意加工过程中产生的粉屑不作为试验进行送检，在送样时应去除干净。
2. 块状样品：采用机械方式从铸锭、加工产品等样件上制备的截面尺寸不大于3mm的块状样品。块状样品表面应光洁，无油污。
   1. 取样

3.1 取样位置和取样数量

各种产品化学成分分析的取样位置和数量，应符合产品标准中的规定。当产品标准没有规定时，按下列规定执行。

1. 铸锭：由于铸造产品通常需要扒皮等其他方式处理，这些方式有可能对铸件的化学成分造成一定的影响，因此需要在这些工序完成后再进行取样；对于“不同位置”说法，在GB/T 8767《锆及锆合金铸锭》中有详细的说明，因此本标准规定“在扒皮完成后的成品上进行取样，每批不同位置至少一份”。
2. 加工产品：考虑任何加工方式都会对加工产品化学成分有一定影响，尤其是气体元素的影响。为确保样品具有代表性，本标准规定“在所有热加工、冷加工后的成品上进行取样，每批至少一份。”

3.2取样工具

取样工具是否合适，对样品的选取代表性都有直接的影响，因此应针对不同的产品形式采取恰当的取样方式。就目前行业中可用于直接取样的设备较多，因此本标准没有对具体的设备和装置进行规定，只是给出了基本原则，规定“可采用车床、锯床、刨床、取样盘等加工设备和方式进行样品制备”。但是，要注意两点：一是在设备用刀具的选择上，要避免在加工过程中刀具材质和磨损污染样品；另一个是要在取样前，对设备及刀具进行清理，保持取样工具洁净。

3.3取样要求

针对不同的产品形式，其取样时的控制要求有所差异，本标准对各种取样过程进行了统一和汇总，规定了通用性要求和特殊性要求，具体如下。

1. 通用性要求：取样前被取样件的洁净度要求；

取样过程中样品的洁净度要求（转速、冷却剂、遗落样品等因素）；

锆屑属于易燃物品，取样过程中应尽可能减缓取样速度，保持取样场

所通风，避免发生火灾等事故。

1. 特殊性要求：铸造产品和加工产品表面均有一定的污染层，为确保样品的代表性，

通常需要去除表面一定深度后，露出金属本色后再进行取样。

3.4样品初步处理

由于样品的质量直接影响分析结果，因此，作为送样单位应对样品进行初步处理，以确认样品是否可以代表该批产品的质量程度。为保证样品质量，本标准规定需要进行下列步骤的初步处理。

1. 采用无水乙醇、丙酮或四氯化碳清洗样品，在搅拌条件下浸泡3min以上。
2. 用镊子将样品取出、干燥、装入样品袋中，样品干燥时应避免样品氧化。
3. 对于块状样品，取出前可采用小毛刷逐一刷洗，以除去样品加工痕上附着的顽固油污。

3.5样品信息的传递

样品信息的准确传递有助于检验人员对分析方法的选择和试验过程的控制，并且要能反映检验报告中需要表面的相关检测结果诉求，因此需要将相关信息准确无误的传递给检测部门。因此本标准规定：样品袋上应对样品名称、牌号、分析项目、技术标准要求等信息进行填写。

* 1. 制样

制样过程的质量控制是非常关键的，样品大小、表面质量等均会对最终分析结果有直接影响，因此，制样过程需要严格控制。本标准从以下几个方面对制样过程进行了控制。

4.1来样检查

检验检测机构应对送检样品的形状、外观质量以及送样信息等情况进行检查和核实，以对来样的准确性、试验条件的成熟程度等情况进行初步判定。但送检样品无法满足检测要求时，应及时向送样单位进行说明和确认，尤其是对样品结果准确性有可能造成重大影响的因素应尽可能告知送样单位。

4.2制样

4.2.1 剪样

根据试验方法和检测设备的要求，采用适当的工具剪切成所需要的尺寸。

4.2.2清洗和干燥

通过清洗可以确保用于检测分析的样品最终无外来污染，保证分析结果的准确性。因此在最终分析前需要对样品进行清洗，清洗方法和清洗液以及清洗的程度是清洗环节的重要控制点。因此本标准规定“所有样品应用无水乙醇、丙酮或四氯化碳溶液进行浸泡和清洗处理，在搅拌的条件下，浸泡3min以上，并进行冲洗，以确保清洗后样品尽可能呈现金属本色，尽可能去除可能影响分析结果的各类污染”。

样品清洗完毕后，应尽快使其干燥。本标准规定“可采用冷风吹干或烘干的方式进行干燥处理”。但需注意：烘干温度不宜过高，以防止样品受高温氧化。

清洗和干燥的目的是保证样品最终无外来污染，但如何保证此过程不会对样品造成二次污染是重要的控制点。因此本标准规定“清洗和干燥过程中，操作人员应尽量避免徒手接触样品，若确需接触样品，必须佩戴洁净的手套。清洗和干燥过程中所使用的设备和工具应保持洁净，避免对样品造成污染。”

4.2.3保管和使用

制样结束后，达到分析检测要求的样品应采取必要的防护措施，以保证质量满足检测要求，因此本标准在正文中对保持方式、保存时间及取用要求进行了规定。

1. 标准水平分析

本标准是首次制定的锆及锆合金化学成分分析取制样方法专用标准，本标准在制定过程中，通过文献检索，网上查询，目前仅有美标ASTME88《standard practice for sampling nonferrous metals and alloys in cast form for determination of chemical composition》，该标准主要对有色金属的铸造产品和坯料样品制备做了说明，未专门针对锆合金做详细说明；国内标准GB/T 8767-2010 《锆及锆合金铸锭》及其它产品标准只是对化学成分分析样品要求简单提及，并未系统深入阐述锆及锆合金化学成分分析取制样的要求及方法步骤。本标准在编制过程中结合我国锆及锆合金化学成分分析取制样几十年的行业科研生产经验，考虑了目前科研院所及生产企业的实际情况，补充了ASTM标准及国内标准未涵盖内容，首次对锆及锆合金化学成分分析取制样方法制定了标准，确定该标准总体水平为国内领先水平。

1. 与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准协调配套情况

本标准的制定与现行标准没有冲突，且符合我国目前法律、法规的规定。

1. 标准中如涉及专利，应有明确的知识产权说明

本标准无涉及专利情况。

1. 重大分歧意见的处理经过和依据

无。

1. 标准作为强制性或推荐性国家（或行业）标准的建议

建议该标准为推荐性行业标准。

1. 贯彻标准的要求和措施建议，包括：

本标准是首次制定标准，建议标准发布实施后，组织对国内锆及锆合金生产企业、科研院所及核电设计单位进行宣贯，大力推荐标准的技术要求，扩大标准的知悉范围，促进我国核电用锆及锆合金化学成分分析取制样的规范性、统一性、标准性，共同推进国家自主化锆合金的产品质量。

1. 废止现行有关标准的建议

无。

1. 其他应予说明的事项

无。

1. 预期效果

本标准充分考虑了我国锆及锆合金科研院所、生产与加工企业、使用企业的实际情况。本标准颁布执行后，有利于规范锆及锆合金化学成分分析取制样方法，可进一步做好国产自主化锆合金的产品质量控制，保证标准要求和市场相接轨，使生产商和用户有据可依，更好地服务用户。

锆及锆合金化学成分分析取制样方法编制工作组

2019年2月