**《锆及锆合金化学成分分析取制样方法》标准**

**（送审稿）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2020年。

* 1. 立项的目的和意义

近年来国家大力发展核电产业，核电“走出去”已成为国家“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”战略的重要实施，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。

本项目参与起草单位包括西安汉唐分析检测有限公司、宝鸡钛业股份有限公司、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行业锆及锆合金化学成分分析取制样工作，在该领域具有丰富的经验，对标准编制及编制水平的提高起到了积极的推动作用。

* 1. 主要工作过程

1. 起草阶段

2018年5月在接到标准制定任务后，西部新锆核材料科技有限公司立即成立了标准编制工作组，对目标任务进行了分解，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》草案稿Ι，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、西部超导材料科技股份有限公司、西部金属材料股份有限公司、宝钛集团有限公司、重庆大学、上海大学共10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，对草案稿Ι进行修改，完善编制说明，形成草案稿Ⅱ。

2019年3月27日在株洲召开的有色金属标准工作会议（工作会第二次会议），会上西安汉唐分析检测有限公司、宝钛集团有限公司、宝鸡钛业股份有限公司、西部金属材料股份有限公司、国核宝钛锆业股份公司、金堆城钼业股份有限公司等单位的专家代表，对本标准、编制说明的草案稿Ⅱ进行了认真、细致的讨论，会后编制组进行补充完善，对草案稿Ⅱ进行修改，形成征求意见稿。

1. 征求意见阶段

2019年6月编制组通过发函、中国有色金属标准质量信息网上公开，会议等形式对《锆及锆合金化学成分分析取制样方法》（征求意见稿）征询意见。

2019年7月24日在大理召开的有色金属标准工作会议（工作会第三次会议），会上西安汉唐分析检测有限公司、宝钛集团有限公司、宝鸡钛业股份有限公司、西部金属材料股份有限公司、国核宝钛锆业股份公司、金堆城钼业股份有限公司等单位的专家代表，对本标准、编制说明的征求意见稿进行了认真、细致的讨论，并形成如下主要修改意见：

1. 将3.4中a)条“在搅拌条件下浸泡1min以上”修改为“在搅拌或超声条件下浸泡1min以上”。
2. 将4.2.2.1条“在搅拌的条件下”修改为“在搅拌或超声的条件下”。

会后编制组按照会议讨论结果，对征求意见稿进行修改，形成标准送审稿。

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ASTM E88《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. 样品要求

2.1 基本要求

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，故在标准中对样品要求进行了规定。

2.2 样品数量

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，本标准根据锆合金行业生产经验，给出了一个参考量，见表1。

根据行业生产经验，O、N、H气体元素受分析方法、检测设备因素，采用块状样品进行分析；对于C、S元素，考虑锆及锆合金产品要求及样品清洁度要求，宜采用块状样品。块状样主要是采用机械方式，从铸锭、加工产品等样件上制备的截面尺寸不大于3 mm×3mm的块状样品。对应的屑状样品指从样件上制备的细小且均匀的线状样品，应注意加工过程中产生的粉屑不可作为试验样品进行送检。

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 | 宜为屑状 | 宜为块状，截面尺寸不大于3mm×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。 |

* 1. 取样要求

3.1 取样位置及数量

对于铸锭，氧化层会对铸锭化学成分结果造成一定影响，通常需要扒皮去除表面的氧化层，再进行取样；同时为验证铸锭的成分均匀性，保证铸锭化学成分满足技术要求，需在铸锭不同位置至少取一份样，具体的取样位置依据合同（或订货单）执行。对于加工产品，考虑任何加工方式都会对最终产品化学成分产生影响，尤其是对气体元素的影响。为确保样品具有代表性，应在所有热加工、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取样控制

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：铸锭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，应对样品进行初步清洗处理，以确认样品是否可以代表该批产品的质量程度。

3.5样品信息传递

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明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单位。因此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. 制样要求

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判定。如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

针对来样，首先应根据试验方法和检测设备的要求，将样品剪切成所需要的尺寸。为保证样品最终无外来污染，保证分析结果的准确性，在进行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。样品清洗完毕后，应尽快使其干燥，根据行业经验，冷风吹干或烘干均可快速完成样品的干燥处理，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。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。

4.3样品保管

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

本标准根据行业锆及锆合金化学成分分析取制样情况首次制定。在制定过程中，通过文献检索，网上查询，美标ASTM E88《standard practice for sampling nonferrous metals and alloys in cast form for determination of chemical composition》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

2020年3月