**行业标准《****高纯锆锭》**

编制说明（预审稿）

1. **工作简况**

**1.1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2020年第一批行业标准制修订项目计划的通知》（工信厅科函[2020]114号），由国核宝钛锆业股份公司负责制定《高纯锆锭》行业标准，项目计划编号2020-0047T-YS，计划完成年限2021年。

**1.2本标准涉及的产品简介**

锆铪在自然界中伴生，且两者理化性能接近，因此高纯锆的制备核心技术为锆铪分离，在制备出铪含量较低的锆原料（海绵锆或晶条锆，通常称为核级锆）后，通过碘化、电子束熔炼等方式去除其余杂质元素，制得高纯锆。高纯锆锭主要用于制备光学镀膜、半导体镀膜材料、空气等离子切割机电极、电极支架、栅板材料和耐高温合金等。

目前比较成熟的锆铪分离技术主要有：分步结晶法、离子交换法、溶剂萃取分离法、氯化物选择性还原法、熔盐精馏法，广泛应用的包括溶剂萃取分离法（根据萃取剂的类型主要包括MIBK-HCNS萃取分离法TBP-HNO3萃取分离法、N235-H2SO4萃取分离法）和熔盐精馏法，其中美国、英国、俄罗斯等国的部分核级锆材生产厂家多数使用MIBK萃取法。

国核锆业采用了MIBK-HCNS萃取分离技术，国内其他企业，包括北京有色金属研究总院采用TBP-HNO3萃取技术和N235-H2SO4萃取分离技术。

提纯工艺方面，国内外普遍采用碘化提纯、电子束熔炼技术，工艺相对成熟，可对物料进行提纯，对O、C、Si、Fe、Cr等元素提纯效果明显，制备杂质含量满足要求的高纯锆锭。

**1.3起草单位情况**

国核宝钛锆业股份公司（简称"国核锆业"）由国家核电技术公司和宝钛集团有限公司于2007年11月共同出资组建，归口国家电力投资集团公司管理。注册资金26亿元人民币。

公司是集生产制造、科技研发和理化检测为一体的高科技领军企业，连续10年获得高新技术企业称号，拥有中国首条完整的锆材产业链，包括海绵锆生产、锆合金熔炼和锻造、坯料制备、管棒板材、带材成品制造及返回料综合处理，年产量可满足100台百万千瓦级核电机组用核级锆材的需要及石油化工、醋酸及精细化等行业对工业级锆材的需求。同时，公司顺利通过"检验检测机构资质认定证书（CMA）"和"中国合格评定国家认可委员会认证（CNAS）"，已成为国家认可的锆合金产品专业检测机构。

**1.4主要工作过程**

1.4.1起草阶段

根据任务落实会议精神,国核锆业成立了《高纯锆锭》标准编制小组，依据高纯锆锭生产现状、质量检测水平、市场需求、应用状态等形成了本标准意见征集稿。

1.4.2征求意见阶段

2021年4月，编制组通过发函，将标准发送有色金属技术经济研究院、宝钛集团有限公司、金堆城钼业股份有限公司等单位征求意见。

2021年5月26日～28日，标委会在浙江省杭州市召开了第一次标准工作会，单位有来自有色金属技术经济研究院、宝钛集团有限公司、金堆城钼业股份有限公司、西部金属材料股份有限公司、西部超导材料科技股份有限公司、新疆湘润新材料科技有限公司等多家单位专家代表，会上对《焊管用锆带》（讨论稿）及研究报告进行了讨论，与会专家积极提出了宝贵意见，会议结束后，标准编制小组根据讨论结果，对讨论稿进行修改完善，形成了《高纯锆锭》预审稿。

1. **标准编制原则和确定标准主要内容的论据**

2.1 标准编制原则

本标准是按照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》的规定进行编写的。

本标准都在编制过程中，主要通过对我国高纯锆锭生产及使用情况进行了分析和归纳，以近年来高纯锆锭的加工水平和相关企业的技术协议，企业标准，形成了该行业标准。

目前国内外均无高纯锆锭标准，高纯锆锭大部分按供需双方技术协议执行，基于目前现状，制定本行业标准，确定高纯锆锭的要求、检验内容和试验方法，不仅可为高纯锆锭产品质量保证提供依据，促进高纯锆锭生产、市场和贸易发展，而且有利于扩展其在光学器件、半导体器件、电极材料及其他领域的应用。

 主要技术内容包括：1．产品适用范围。 2．技术要求：包括外形尺寸、化学成分、内部质量和外观质量。 3．试验方法 4．检验规则 5．标志、包装、运输、贮存和随行文件。

2.2 主要技术内容的论据

2.2.1 适用范围及产品规格的规定

鉴于目前国内技术水平和需求情况，规定高纯锆中Zr质量分数不小于99.95，规定高纯锆产品为圆锭，直径为50mm～220mm，长度为100mm～900mm。根据需求也可由供需双方商定。

2.2.2 化学成分的规定

高纯锆锭的化学成分是在经锆铪分离制得的核级海绵锆原料的基础上，通过碘化提纯、电子束熔炼技术，可对物料进行提纯，对O、C、Si、Cr、Sn等元素提纯效果明显，制备杂质含量满足要求的高纯锆锭。高纯锆锭化学成分应符合表1要求，其中锆含量为100%减去所列杂质元素（不含Cl、 C、 H 、N、 O）的余量。需方如对产品的化学成分有特殊要求时，可由供需双方商定。

表1 高纯锆锭的化学成分

|  |  |
| --- | --- |
| 元素 | 质量分数/% |
| 主元素，不小于 | Zr a | 99.95 |
| 杂质元素，不大于 | Hf | 0.005 |
| Al | 0.001 |
| Ca | 0.001 |
| Co | 0.001 |
| Cr | 0.001 |
| Cu | 0.001 |
| Fe | 0.005 |
| Mg | 0.001 |
| Mn | 0.001 |
| Mo | 0.001 |
| Na | 0.001 |
| Ni | 0.001 |
| Pb | 0.001 |
| Si | 0.002 |
| Sn | 0.001 |
| Ti | 0.001 |
| V | 0.001 |
| W | 0.001 |
| Cl | 0.001 |
| C | 0.01 |
| H | 0.002 |
| N | 0.005 |
| O | 0.01 |
| a：锆含量为100%减去所列杂质元素（不含Cl、 C、 H 、N、 O）的余量。 |

2.2.3超声检验的规定

电子束熔炼是在高真空下，利用高速电子束流轰击金属端面，高速电子束流的动能转换为热能使金属熔化，并通过调节功率和熔炼速率使熔池保持较高的温度，在高温高压下使熔体充分发生脱气、除杂反应，最终冷凝成纯度较高金属锭的一种真空熔炼方法，为确保铸锭内部质量。通常采用超声波脉冲入射接触法检测材料内部缺陷。要求产品质量等级应达到GB/T 34485-2017中规定的AA级。

2.2.4外观质量的规定

为确保产品满足交付使用要求，规定铸锭表面应光洁，不应有分层、夹杂、氧化、玷污等宏观缺陷。允许采用机加工等方法处理表面缺陷，清理处应平滑过渡。需方如对产品的外观质量有特殊要求时，可由供需双方商定。

1. 主要实验（或验证）情况分析

本标准以前期工作为基础，规定的技术要求已经稳定性批量生产检验和实际应用水平验证，部分产品的主要验证数据见表2。

表2 主要验证数据情况

| 铸锭 | 熔炼次数 | 外形尺寸/mm | 化学成分 | 超声检测 | 外观质量 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 2 | φ180×879 | 合格 | 内部质量采用超声波检测，质量等级达到GB/T 34485-2017中规定的AA级。 | 合格 |
| 2 | 2 | φ180×850 | 合格 | 合格 |
| 3 | 2 | φ180×839 | 合格 | 合格 |
| 4 | 2 | φ180×867 | 合格 | 合格 |
| 5 | 2 | φ180×950 | 合格 | 合格 |
| 6 | 2 | φ180×841 | 合格 | 合格 |
| 9 | 2 | φ180×884 | 合格 | 合格 |
| 10 | 2 | φ180×813 | 合格 | 合格 |

1. 标准水平分析

4.1 采用国际标准和国外先进标准的程度

据查，本标准没有对应的国际标准或国外先进标准。生产高纯锆的国家主要有美国、法国、日本、英国和俄罗斯等，各国生产企业根据生产和应用需求实际制定相应的企业标准。

4.2 国家同类标准水平的对比分析

国内没有高纯锆锭国家或行业标准。相类似的有GB/T 8767-2010《锆及锆合金铸锭》，此标准是中间产品标准，其铸锭经过锻造、挤压、轧制等工序生产适用于一般工业用途和核工业用途的管、板、棒等产品，涉及的Zr-1、Zr-3、Zr-5及Zr-0、Zr-2、Zr-4牌号涵盖了锆材最主要的两类用途，在国际上属于工业领域中典型的常规材料。而高纯锆锭着重于化学成分，作为靶材使用，后续仅需仅需适当的尺寸切割。GB/T 8767-2010中涉及的产品在制造工艺上也与高纯锆锭有很大的区别，其熔炼工艺采用了真空自耗方法，直接将海绵锆熔炼成纯锆锭或通过添加合金熔炼成相应牌号的锆合金，过程中无需经过提纯过程。

1. 与有关的现行法律、法规和强制性国家标准关系

本标准的制定过程、技术指标的 选定、检测项目的设置复合现行法律、法规和强制性国家标准的规定。

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的建议

本标准规范了高纯锆锭的主要技术指标，在执行时，也可以根据设计或用户要求，对一些指标等方面需要做出进一步特殊要求，因此建议本标准作为推荐性行业标准发布实施。

1. 贯彻标准的要求和措施建议

建议标准发布后及时组织相关单位开展标准宣贯，并向设计和制造单位大力推广使用本标准，以便更好的推广高纯锆锭的国产化进程，促进行业的健康发展，进一步提高和完善我国高纯锆锭的生产、装备、技术水平。

1. 废止现有有关标准的建议

无

1. 其它应与说明的事项

无

1. 预期成果

本标准发布，将有力的推动国内高纯锆锭制造的发展，同时，本标准的发布实施，将推进高纯锆锭的国产化进程；为国内高纯锆锭质量控制提供指导；同时可促进该行业的健康、可持续发展、进一步提高和完善我国高纯锆锭的生产、装备、技术水平。

高纯锆锭标准编制组

2021年8月