

国家标准《增材制造用锆及锆合金粉》

编制说明（征求意见稿）

一、工作简况

1.1 任务来源

根据《国家标准化管理委员会关于下达2021年第四批推荐性国家标准计划的通知》（国标委发[2021]28号）文件的要求，由西安赛隆增材技术股份有限公司负责制定推荐性国家标准《增材制造用锆及锆合金粉》，项目计划编号为：20214355-T-610。按计划要求，本标准应在2023年完成。

1.2 产品概况

锆及锆合金是一种银白色金属，它具有非常低的热中子吸收截面，还有耐腐蚀，加工和焊接性能好等优点。因其突出的核性能和优良的耐腐蚀性能，锆及锆合金的一个关键应用领域就是原子能工业，它通常用作核反应堆的结构、包覆和控制棒等材料。同时，由于锆及锆合金优良的耐酸、碱及其他介质腐蚀的特点，它也常用来制造耐蚀的反应塔、泵、热交换器、阀门、喷嘴等异性构件。此外，锆还是一种无毒的生物相容性金属。它与目前使用的其他生物相容性金属材料相比，锆及其合金除了具有良好的力学性能和优异的耐腐蚀性外，在骨科和牙科植入物应用中还具有两种独特的性能。一种是在人体环境中形成固有的骨状中间层，另一种是磁化率低。第二种特性对于磁共振成像(MRI)尤为重要。该独特的性能赋予锆及锆合金在人体植入领域的巨大应用基础。以锆及锆合金粉末为原料，在增材制造装备上采用逐层熔化累加粉末来制造实体部件。相对于传统加工技术，增材制造锆及锆合金不仅可以保证锆及锆合金优异的耐蚀、原子性能，而且也可大大缩短零件的加工时间、提高原料的利用率，节省制造费用。此外，可实现任意形状快速制造的增材制造技术可优化目标零件结构设计，减轻重量，减少材料浪费。所以，增材制造金属锆热交换器和阀已开始在石化领域应用，增材制造核级 Zr2 和 Zr4 合金精密部件也已在原子能工业开展考核测试，增材制造生物医用的 Zr2.5Nb 合金植入物也已规模化开展试验评价。

增材制造用锆及锆合金粉是增材制造技术制备上述突出性能锆及锆合金部件的重要原料，采用增材制造技术也可以开展小批量、复杂形状的锆及锆合金零件的开发和研制，并大幅加快新品开发速度和响应时间，促进锆及锆合金在各个领域广泛应用。锆及锆合金具有广阔的市场前景，但目前我国尚未对增材制造用锆及锆合金粉制定相关国家标准以及行业标准，

也没有统一的技术要求和检验验收规范。制定该粉末材料的国家标准旨在引导锆及锆合金的研究和开发有序开展，同时加强供需双方的技术理解和交流，引导和规范该产品的生产和销售，满足市场相关领域的不同需求，对于促进增材制造用锆及锆合金粉的发展具有十分深远的意义。

同时本标准的制定能够有效的对增材制造用锆及锆合金粉末的生产、检验、包装等活动进行规范，有利于提高增材制造用锆及锆合金粉末的产品质量，推进粉末的市场应用。针对不同增材制造工艺的要求，对锆及锆合金粉末的化学成分及物理性能进行了规定，以解决当前增材制造用锆及锆合金粉末无标准可依、粉末性能参差不齐的问题。

1.3 起草单位及主要起草人工作情况

1.3.1 起草单位情况

本标准主持起草单位西安赛隆增材技术股份有限公司（后简称“公司”）成立于2013年，是由西北有色金属研究院（后简称“研究院”）发起并控股，依托金属多孔材料国家重点实验室创新平台，以重点实验室在高品质金属粉末和电子束选区熔化成形增材制造相关领域十余年的研发成果为基础成立的科技型企业。公司专业从事商业化粉末床电子束3D打印（SEBM）技术与装备、等离子旋转电极雾化制粉（PREP）技术与装备的研发、生产、销售和技术服务。公司成立以来，在国内首次推出了满足科研的S型和满足医疗产品制造的Y型国产商业化粉末床电子束3D打印设备，建设了专业生产高品质球形金属粉末生产线，开发了钛及钛合金、钽及钽合金、钨及钨合金、钼及钼合金、锆及锆合金、铌及铌合金、高温合金、脆性金属、贵金属等二十多种材质的球形金属粉末。公司依托金属多孔材料国家重点实验室的平台优势，建立了金属3D打印联合创新中心，是中国增材制造产业联盟理事单位、全国增材制造标准化技术委员会委员单位和中国机械工程学会增材制造分会委员单位。

1.3.2 起草单位及主要起草人工作情况

整个标准起草过程中各参编单位给予了大力的支持和帮助！

西北有色金属研究院、西北工业大学、有研增材技术有限公司积极参与本标准的收集和调研工作；西北有色金属研究院、中国核动力研究设计院、中核北方核燃料元件有限公司、广州赛隆增材制造有限责任公司提供了本单位相应产品的技术参数报告，为标准的编制提供了锆及锆合金产品数据以及相关的测试数据；广东省科学院工业分析检测中心、钢铁研究总院有限公司、江西虔悦新材料有限公司、江苏威拉里新材料有限公司为本标准提供了技术支持以及部分锆及锆合金粉末产品的检测数据审核、验证等工作。同时标准参与单位针对标准

的讨论稿和征求意见稿提出修改意见，确保产品的指标能够满足生产以及实际使用要求。

主要起草人及分工见下表 1。

表 1 分工表

序号	联系人姓名	工作单位	分工
		西安赛隆增材技术股份有限公司	负责全过程的标准编制、起草及组织协调，负责标准关键指标的把控
		西安赛隆增材技术股份有限公司	参与标准起草、资料收集、协调工作
		西北有色金属研究院	参与资料收集、调研，提供部分产品数据
		西北工业大学	参与资料收集、调研
		有研增材技术有限公司	参与资料收集、调研
		中国核动力研究设计院	提供部分产品数据
		中核北方核燃料元件有限公司	提供部分产品数据
		广州赛隆增材制造有限责任公司	提供部分产品数据
		广东省科学院工业分析检测中心	资料、数据审核、辅助验证
		钢铁研究总院有限公司	资料、数据审核、辅助验证
		江西虔悦新材料有限公司	资料、数据审核、辅助验证
		江苏威拉里新材料有限公司	资料、数据审核、辅助验证

1.4 主要工作过程

1.4.1 起草阶段

2022 年 05 月，全国有色金属标准化技术委员会组织召开网络工作会议，西安赛隆增材技术股份有限公司、西北有色金属研究院、北京康普锡威科技有限公司、西安欧中材料科技有限公司、安泰科技股份有限公司、广州赛隆增材制造有限责任公司、有研增材技术有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、国标（北京）检验认证有限公司、中南大学粉末冶金研究院、广东省科学院分析检测中心、钢铁研究总院有限公司、江西虔悦新材料有限公司、江苏威拉里新材料有限公司等单位参加了会议，会议对本项目进行了任务落实。

根据任务落实会议精神，西安赛隆增材技术股份有限公司在接到项目下达的任务后立即组织成立了标准编制工作组，对目标任务进行了分解，明确成员的任务要求，制定工作计划和进度安排。由于该标准为首次制定，项目运行以来，工作组成员查阅了大量的国内外相关文献资料，收集、整理、对比分析了相关企业的技术资料，同时也对公司内部生产的锆及锆合金粉末相关产品检测分析报告、用户使用状况等进行了相关资料的收集整理；对国内从事锆及锆合金粉末制造、研发以及生产单位进行了调研，了解其工艺、产能、规格及质量控制水平等基本情况，并对相应结果进行汇总、分析。结合调研情况和公司近年来在锆及锆合金

粉的生产制造经验，以公司现有相关质量文件和锆及锆合金粉末企业标准为基础，编制并形成标准讨论稿，在编制组及公司内部进行了多次交流，广泛征求意见，对本标准讨论稿进行了认真的修改和完善，最后于 2022 年 8 月形成了该标准的征求意见稿。

二、标准编制原则和确定主要内容的论据

2.1 标准编制原则

1) 本标准按照 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》给出的规则起草。

2) 本标准在编制过程中，主要以国内增材制造用锆及锆合金粉的生产和应用研究为基础，遵循满足市场需求、技术内容合理、检测方法可行的原则，既能够反映国内各生产企业的技术水平，便于生产，又提高可操作性，便于应用。其技术要求中技术指标取值范围根据相关企业技术发展水平及测试数据进行确定。本标准符合增材制造行业的市场应用需求，具有指导作用，并能规范市场。

2.2 确定标准主要内容的论据

锆及锆合金粉末广泛应用于增材制造领域，可通过增材制造工艺实现致密化成形，不同的增材制造工艺对粉末的粒度有不同的要求，而且粉末的化学成分、松装密度、流动性等性能指标不仅会影响增材制造工艺过程，并且也会对最终成形件的显微组织、力学性能、尺寸精度、表面质量等产生影响。因此，本标准对锆及锆合金粉的关键性能指标和工艺性能参数如化学成分、粒度、松装密度、流动性、球形率等指标进行了规定。

2.2.1 化学成分

本标准选取目前应用较为广泛且相对成熟的锆及锆合金粉末，目前批量化生产增材制造用锆及锆合金粉末的牌号主要有 FZr-1, FZr-2, FZr-4, FZr-2.5Nb。化学成分主要依据 GB/T 26314《锆及锆合金牌号及化学成分》、GB/T 21183《锆及锆合金板、带、箔材》、GB/T 26314 ASTM F2384《Standard Specification for Wrought Zirconium-2.5Niobium Alloy for Surgical Implant Applications》。其中 FZr-1 为一般工业用锆及锆合金，参照的标准为 GB/T 26314；FZr-2, FZr-4 为核工业用锆及锆合金，参照的标准为 GB/T 26314 和 GB/T 21183；FZr-2.5Nb 为医用锆及锆合金，参照的标准为 ASTM F2384。

为了确保增材制造目标制件的综合性能达到产品设计要求，依据相应的标准并结合有关厂家关于锆及锆合金粉末的化学成分统计，本标准规定的增材制造用锆及锆合金粉末化学成分报见表 2。

表 2 化学成分要求

质量百分比

牌号		FZr-1	FZr-2	FZr-4	FZr-2.5Nb	
化 学 成 分	主 元 素	Zr	余量	余量	余量	余量
		Zr+Hf	≥99.2	—	—	—
		Sn	—	1.20~1.70	1.20~1.70	—
		Fe	—	0.07~0.20	0.18~0.24	—
		Ni	—	0.03~0.08	—	—
		Nb	—	—	—	2.4~2.8
		Cr	—	0.05~0.15	0.07~0.13	—
		Fe+Ni+Cr	—	0.18~0.38	—	—
		Fe+Cr	≤0.2	—	0.28~0.37	—
	杂 质 元 素	Al	—	≤0.0075	≤0.0075	—
		B	—	≤0.00005	≤0.00005	—
		Cd	—	≤0.00005	≤0.00005	—
		Co	—	≤0.002	≤0.002	—
		Cu	—	≤0.005	≤0.005	—
		Cr	—	—	—	≤0.020
		Fe	—	—	—	≤0.15
		Hf	≤4.5	≤0.010	≤0.010	≤0.010
		Sn	—	—	—	≤0.005
		Ti	—	≤0.005	≤0.005	—
		U	—	≤0.00035	≤0.00035	—
V	—	≤0.005	≤0.005	—		
W	—	≤0.010	≤0.010	—		
Cl	—	≤0.010	≤0.010	—		
C	≤0.050	≤0.027	≤0.027	≤0.027		
N	≤0.025	≤0.0065	≤0.0065	≤0.0080		
H	≤0.005	≤0.0025	≤0.0025	≤0.0025		
O	≤0.10	≤0.16	≤0.16	0.09~0.12		

2.2.2 粒度

锆及锆合金粉主要采用气体雾化法、等离子旋转电极法、等离子球化法等工艺进行制备，不同工艺所制备的锆及锆合金粉的粒度区间有差别，但可通过筛分进行粒度级配。根据选区激光熔融、电子束熔化以及定向能量沉积领域不同工艺技术要求，依据西安赛隆增材技术股

份有限公司及其他厂家提供的产品数据，本标准将锆及锆合金粉粒度分为二类（如表 3 所示）：第I类，适用于选区激光熔融增材制造领域的，粒度范围为 $\leq 63\mu\text{m}$ ，粒度组成： $> 63\mu\text{m}$ 不大于 5%， D_{50} 为 $25\mu\text{m}\sim 53\mu\text{m}$ ，采用此粒度区间的粉末可获得精度高、表面光洁度好的零件；第II类，适用于电子束熔化增材制造领域以及定向能量沉积增材制造领域的，粉末粒度范围为 $45\mu\text{m}\sim 150\mu\text{m}$ ，粒度组成为： $\leq 45\mu\text{m}$ 不大于 5%， $> 150\mu\text{m}$ 不大于 5%， D_{50} 为 $63\mu\text{m}\sim 120\mu\text{m}$ ，电子束能量密度高，可熔化粉末粒径较大的粉末颗粒，且制造效率更高，定向能量沉积通常采用粒径较大的粉末，流动性好，可提供更多的表面积，提高制造效率。

本标准规定的粒度分布指标应符合表 3 的规定。另外也可根据供货双方协商确定。

表 3 粒度要求

类别	粒度范围	粒度组成	粒度分布	用途
I类	$\leq 63\mu\text{m}$	$> 63\mu\text{m}$ 不大于 5%	$25\mu\text{m}\leq D_{50}\leq 53\mu\text{m}$	适用于粉末床熔融（选区激光熔融）增材制造领域
II类	$45\mu\text{m}\sim 150\mu\text{m}$	$\leq 45\mu\text{m}$ 不大于 5%， $> 150\mu\text{m}$ 不大于 5%	$63\mu\text{m}\leq D_{50}\leq 120\mu\text{m}$	适用于粉末床熔融（电子束熔化）增材制造领域、定向能量沉积增材制造领域

2.2.3 松装密度

粉末松装密度是粉末松散填装时单位体积的质量，在增材制造过程粉末相当于自由填充的状态。松装密度是粉末多种性能的综合体现，可以反映出粉末的密度、颗粒形状、颗粒密度和表面状态、粉末的粒度及粒度分布等。粉末颗粒形状越规则、颗粒表面越光滑、颗粒越致密，粉末的松装密度会越大。通常情况，松装密度随颗粒尺寸的减小、颗粒非球状系数的增大以及表面粗糙度的增加而减小。

粉末松装密度大小会影响增材制造零件的致密度，较高的松装密度有利于增材制造工艺的设置和优化，并确保增材制造最终产品的致密度达到目标产品要求。结合实际增材制造工艺要求，根据西安赛隆增材技术股份有限公司及有关厂家提供的锆及锆合金粉末松装密度技术指标统计，本标准规定I类锆及锆合金粉松装密度不小于 $3.2\text{g}/\text{cm}^3$ ；II类锆及锆合金粉松装密度不小于 $3.5\text{g}/\text{cm}^3$ 。

2.2.4 流动性

流动性是粉末通过一个限定孔的性能，通常用 50g 粉末通过一个限定孔所用的时间来表示，主要是指粉末流动的难易程度，流动性单位为 $\text{s}/50\text{g}$ 。通常球形颗粒的粉末流动性最好，而颗粒形状不规则、尺寸小、表面粗糙的粉末，其流动性差。流动性太好，粉末不易混合均匀，且在铺送粉过程中易导致分层、出现偏析；而流动性太差的粉末，铺送粉时易粘附、团

聚，无法混合均匀。而粉末的粒度、湿度、静电以及粉末是否为球形均会影响粉末的流动特性。无论对于铺粉还是送粉的增材制造工艺，粉末的流动性均会影响增材制造过程和制件性能。

为满足增材制造工艺要求，结合西安赛隆增材技术股份有限公司及相关厂家提供的锆及锆合金粉末流动性技术指标。同时考虑到激光选区熔化增材制造工艺的一些设备的铺送粉方式为上送粉，其对粉末（I类）的流动性要求不高，而电子束熔化、定向能量沉积（II类）要求粉末必须具有较好的流动性，所以本标准规定锆及锆合金粉的流动性应符合表4的规定。

表4 粉末流动性要求

物理性能	I类	II类
霍尔流速/(s/50g)	≤28	≤22

2.2.5 球形率

球形率是指球形粉末占总粉末的比率，球形率是表征金属粉末外观质量的最基本且重要参数，是衡量金属粉末能否满足增材制造工艺要求的重要指标。较高球形率粉末具有良好的流动性，打印过程中易铺成薄层进而提高打印零件的表面质量；且球形粉堆积密实，填充量可达到最高，孔隙率低，填充均匀一致，制备的制件产品质量稳定；另外球形粉各向同性性好、应力应变均匀，制件应力集中小，强度高。

结合西安赛隆增材技术股份有限公司及相关厂家提供的锆及锆合金粉末球形率的技术指标，本标准规定锆及锆合金粉末的球形率应≥90%。

2.2.6 外观质量

锆及锆合金粉的外观质量可以直观反映出粉末品质，以及是否因保存不当导致受潮或其他杂物的污染。本标准规定锆及锆合金产品呈银灰色，无结块，无目视可见夹杂物。

2.2.7 标志、包装、运输与贮存和随行文件

锆及锆合金粉在包装、运输和贮存过程中，尤其是小于63μm的细粉会因碰撞、挤压等原因发生起火、爆炸，且容易吸附空气中的氧、氮等气体元素使粉末性能变差，或发生反应使粉末无法使用。此外粉末也易吸附水汽而受潮使粉末品质变差。因此本标准规定：

1) 标志

产品的包装容器上应做如下标志：

- a) 供方名称或商标；
- b) 产品名称；
- c) 牌号和类别；

- d) 生产批号;
- e) 粒度范围;
- f) 净重、毛重;
- g) 包装日期;
- h) 本文件编号;

标注醒目的“易燃”、“防火”、“防潮”、“防撞击”、“禁止翻滚”等安全防护标识。

2) 包装

产品应以洁净且密封性良好的不锈钢/铝合金容器为单元，采取充高纯氩气（纯度不低于99.999%）进行密封包装，包装过程应在充氩气保护的手套箱中实施，严格控制环境避免污染。产品包装重量分为1kg、2kg、5kg三种规格，也可以根据需方需要进行包装。装粉后包装容器应再放入不锈钢密封箱内，箱内填入缓冲材料并冲入高纯氩气（纯度不低于99.999%），包装箱应包含产品名称、数量、随行文件等文件的装箱清单。

3) 运输

产品应在有遮盖物的环境下进行运输，运输过程应防火，防潮、防止腐蚀性物质侵蚀。严禁剧烈碰撞和机械挤压，搬运过程应轻装轻卸，保证堆放稳定性。

4) 贮存

产品应密封贮存在通风、干燥、阴凉、无腐蚀性侵蚀的环境中，严禁与氧化剂、酸类、碱类等腐蚀性物质一起存放，并避免阳光直晒。

5) 随行文件

每批产品应附有随行文件，其中除应包括供方信息、产品信息、本文件编号、出厂日期或包装日期外，还宜包括：

- a) 产品质量保证书，内容如下：
 - 产品的主要性能及技术参数；
 - 产品特点（包括制造工艺及原材料的特点）；
 - 对产品质量所负的责任；
 - 供方技术监督部门检印的各项分析检验结果。
- b) 产品质量控制过程中的检验报告及成品检验报告；
- c) 产品使用说明：正确搬运、使用、贮存方法等；
- d) 其他。

2.3 主要试验（或验证）情况分析

针对本标准涉及锆及锆合金产品（FZr-1，FZr-2，FZr-4，FZr-2.5Nb），按本标准规定的方法，对主要技术指标进行了验证，验证数据如下。

2.3.1 化学成分

西安赛隆增材技术股份有限公司及有关厂家生产的锆及锆合金粉末化学成分结果如表 5 所示。从表中可以看出，西安赛隆增材技术股份有限公司以及其他生产厂家所生产的粉末的化学成分均可满足标准设定值，在本标准指导下，能够保障锆及锆合金粉末产品质量稳定性，标准中规定的化学成分是科学合理的。

表 5 化学成分统计表

质量百分比

牌号	化学成分, % (质量分数)																													
	主元素									杂质元素, 不大于																				
	Zr	Zr+Hf	Sn	Fe	Ni	Nb	Cr	Fe+Ni+Cr	Fe+Cr	Al	B	Cd	Co	Cu	Cr	Fe	Hf	Sn	Ti	U	V	W	Cl	C	N	H	O			
FZr-1	余量	≥ 99.2	—	—	—	—	—	—	≤ 0.2	—	—	—	—	—	—	—	≤ 4.5	—	—	—	—	—	—	≤ 0.050	≤ 0.025	≤ 0.005	≤ 0.10			
单位 1	余量	99.8343	—	—	—	—	—	—	0.06	—	—	—	—	—	—	—	2.0	—	—	—	—	—	—	0.008	0.013	0.0017	0.083			
单位 2	余量	99.8405	—	—	—	—	—	—	0.06	—	—	—	—	—	—	—	1.97	—	—	—	—	—	—	0.007	0.008	0.0015	0.083			
单位 4	余量	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0.01	0.02	0.0011	0.078			
FZr-2	余量	—	1.20~1.70	0.07~0.20	0.03~0.08	—	0.05~0.15	0.18~0.38	—	≤ 0.0075	≤ 0.0005	≤ 0.0005	≤ 0.0002	≤ 0.0005	—	—	≤ 0.010	—	≤ 0.005	≤ 0.00035	≤ 0.0005	≤ 0.0000	≤ 0.0100	≤ 0.0100	≤ 0.0100	≤ 0.0207	≤ 0.0065	≤ 0.0025	≤ 0.16	
单位 1	余量	—	1.44	0.13	0.052	—	0.10	0.282	—	0.0043	< 0.0001	< 0.0005	0.0016	< 0.0001	—	—	0.0034	—	0.0002	< 0.0001	0.0003	0.00063	< 0.0002	0.0002	0.0002	< 0.0002	0.0002	< 0.0002	0.0011	0.049
单位	余量																													

2																											
单位 3	余量	—	1.2 ~1.7	0.07 ~0.20	0.03 ~0.08	—	0.05 ~0.15	0.18 ~0.38	—	0.075	0.005	0.005	0.002	0.005	0.05 ~0.15	0.07 ~0.2	0.010	1.2~ 1.7	0.005	0.0035	0.005	0.01	—	0.027	0.0065	0.0025	—
单位 4	余量																										

FZr-4	余量	—	1.2 0~1.70	0.18 0~0.24	—	—	0.07 ~0.13	—	0.28 ~0.37	≤ 0.075	≤ 0.0005	≤ 0.0005	≤ 0.002	≤ 0.005			≤ 0.010	—	≤ 0.005	≤ 0.0035	≤ 0.005	≤ 0.010	≤ 0.010	≤ 0.027	≤ 0.0065	≤ 0.0025	≤ 0.16
单位 1	余量																										
单位 2	余量																										
单位 3	余量	—	1.2 0~1.70	0.18 ~0.24	0.007	—	0.07 ~0.13	—	0.28 ~0.37	0.075	0.005	0.005	0.002	0.005	0.07 ~0.13	0.18 ~0.24	0.01	1.2~ 1.7	0.005	0.0035	0.005	0.01	—	0.027	0.0065	0.0025	0.09 ~0.16
单位 5	余量		1.43	0.19	0.01	0.01	0.11	0.32	0.30	0.06	0.005	0.004	0.001	0.005	0.11	0.19	0.01	1.43	0.004	0.0035	0.005	0.01	0.01	0.023	0.006	0.002	0.28

FZr-2.5Nb	余量	—	—	—	—	2.4 -2.8	—	—	—	—	—	—	—	—	≤ 0.020	≤ 0.15	≤ 0.010	≤ 0.005	—	—	—	—	—	≤ 0.027	≤ 0.0080	≤ 0.0025	0.09 ~0.12
单位 1	余量	—	—	—	—	2.53	—	—	—	—	—	—	—	—	0.0016	0.034	0.0052	0.0042	—	—	—	—	—	0.003	0.001	0.001	0.1
单位 2	余量	—	—	—	—	2.76	—	—	—	—	—	—	—	—	0.0015	0.04	0.0035	0.0046	—	—	—	—	—	0.007	< 0.00	0.0011	0.097

2.3.2 粒度

西安赛隆增材技术股份有限公司以及有关厂家的锆及锆合金粉末粒度组成如表 6 所示。从表中可以看出，I 类粒度组成中 $>63\mu\text{m}$ 的质量百分比在 0.8~1.1% 之间；II 类粒度组成中 $\leq 45\mu\text{m}$ 的质量百分比在 0.1~1.8% 之间， $>150\mu\text{m}$ 的质量百分比在 0.15~4.2% 之间；本标准规定 I 类锆及锆合金粉末 $>63\mu\text{m}$ 不大于 5%，II 类锆及锆合金粉末 $\leq 45\mu\text{m}$ 不大于 5%， $>150\mu\text{m}$ 不大于 5%，结果显示均满足标准设定值。目前 I 类锆及锆合金粉末粒度指标值数据较少，标准设置的指标值有待后续测试粉末粒度后进行进一步验证及补充。

表 6 筛分粒度统计表

分类	粉末规格 (μm)	牌号	粒度组成				
I类	≤ 63	要求: $>63\mu\text{m}$ 不大于 5%					
			单位 1	单位 2	单位 3	单位 4	单位 5
		FZr-1	$>63\mu\text{m}$: 1.1%				
		FZr-2					
		FZr-4					
		FZr-2.5Nb	$>63\mu\text{m}$: 0.8%				
II类	45~150	要求: $\leq 45\mu\text{m}$ 不大于 5%, $>150\mu\text{m}$ 不大于 5%					
			单位 1	单位 2	单位 3	单位 4	单位 5
		FZr-1	$\leq 45\mu\text{m}$: 0.2%, $>150\mu\text{m}$: 4.2%	$\leq 45\mu\text{m}$: 0.4%, $>150\mu\text{m}$: 2.2%			
		FZr-2	$\leq 45\mu\text{m}$: 1.8%, $>150\mu\text{m}$: 2.3%				
		FZr-4					
		FZr-2.5Nb	$\leq 45\mu\text{m}$: 0.1%, $>150\mu\text{m}$: 2.0%	$\leq 45\mu\text{m}$: 1.8%, $>150\mu\text{m}$: 0.15%			
注: 单位 1-西安赛隆增材技术股份有限公司; 单位 2-西北有色金属研究院; 单位 3-中国核动力研究设计院; 单位 4-广州赛隆增材制造有限责任公司; 单位 5-中核北方核燃料元件有限公司							

西安赛隆增材技术股份有限公司以及有关厂家生产不同粒度范围的锆及锆合金粉末的激光粒度如表 7 所示。从表中可以看出，I 类粉末的 D_{50} 在 30~51.88 μm 之间，II 类粉末的 D_{50} 在 106~109.6 μm 之间，因此不同单位生产的 I 类和 II 类锆及锆合金粉末 D_{50} 符合标准规定要求。

表 7 激光粒度统计表

分类	粉末规格 (μm)	牌号	粒度分布					
			单位 1	单位 2	单位 3	单位 4	单位 5	单位 6
I 类	≤ 63	要求: $25\mu\text{m} \leq D_{50} \leq 53\mu\text{m}$						
		FZr-1						
		FZr-2			$30\mu\text{m} \leq D_{50} \leq 40\mu\text{m}$			
		FZr-4					$D_{50}: 46.53$	
		FZr-2.5Nb	$D_{50}: 51.88$					
		要求: $63\mu\text{m} \leq D_{50} \leq 120\mu\text{m}$						
II 类	45~150	FZr-1	$D_{50}: 106$	$D_{50}: 107.82$				
		FZr-2			$D_{50}: 108.26$			
		FZr-4			$D_{50}: 109.58$			
		FZr-2.5Nb	$D_{50}: 107.13$	$D_{50}: 109.6$				
		注: 单位 1-西安赛隆增材技术股份有限公司; 单位 2-西北有色金属研究院; 单位 3-中国核动力研究设计院; 单位 4-广州赛隆增材制造有限责任公司; 单位 5-中核北方核燃料元件有限公司						

2.3.3 松装密度

西安赛隆增材技术股份有限公司以及有关厂家生产的不同粒度范围锆及锆合金粉末的松装密度统计结果如表 8 所示。根据统计数据, I类锆及锆合金粉末松装密度在 $3.80\sim 3.92\text{ g/cm}^3$ 之间, II类锆及锆合金粉末松装密度在 $3.75\sim 3.94\text{ g/cm}^3$ 之间, 本标准规定二类锆及锆合金粉末松装密度: I类不小于 3.2 g/cm^3 , II类不小于 3.5 g/cm^3 。可以看出, 不同单位生产的不同粒度范围锆及锆合金粉末的松装密度均可满足标准设定值。

表 8 粉末松装密度统计表

分类	粉末规格 (μm)	牌号	松装密度 (g/cm^3)				
			单位 1	单位 2	单位 3	单位 4	单位 5
I类	≤ 63	FZr-1					
		FZr-2					
		FZr-4			3.80		3.80
		FZr-2.5Nb	3.92				
		FZr-1	3.93	3.94			
II类	45~150	FZr-2	3.90	3.86	3.90		
		FZr-4					

		FZr-2.5Nb	3.75	3.82			
注：单位 1-西安赛隆增材技术股份有限公司；单位 2-西北有色金属研究院；单位 3-中国核动力研究设计院；单位 4-广州赛隆增材制造有限责任公司；单位 5-中核北方核燃料元件有限公司							

2.3.4 流动性

西安赛隆增材技术股份有限公司以及有关厂家生产的不同粒度范围的锆及锆合金粉末的流动性统计结果如表 9 所示。根据统计数据，I类锆及锆合金粉末流动性在 15.1~25s/50g 之间，II类锆及锆合金粉末流动性在 17.5~20.4 s/50g 之间，本标准规定二类锆及锆合金粉末流动性：I类不大于 28 s/50g，II类不大于 22s/50g。可以看出，不同单位生产的不同粒度范围锆及锆合金粉末的流动性均可满足标准设定值。

表 9 粉末流动性统计表

分类	粉末规格 (μm)	牌号	霍尔流速 (s/50g)				
			单位 1	单位 2	单位 3	单位 4	单位 5
I类	≤ 63	FZr-1					
		FZr-2					
		FZr-4			18.0		25.0
		FZr-2.5Nb	15.10				
II类	45~150	FZr-1	17.5	17.7			
		FZr-2	17.65		18.0		
		FZr-4					
		FZr-2.5Nb	20.4	20.0			
注：单位 1-西安赛隆增材技术股份有限公司；单位 2-西北有色金属研究院；单位 3-中国核动力研究设计院；单位 4-广州赛隆增材制造有限责任公司；单位 5-中核北方核燃料元件有限公司							

2.3.5 球形率

西安赛隆增材技术股份有限公司以及有关厂家生产的不同粒度范围锆及锆合金粉末的球形率统计结果如表 10 所示。根据统计数据，I类锆及锆合金粉末球形率在 87~94.2%之间，II类锆及锆合金粉末球形率在 92.8~94.5%之间，本标准规定锆及锆合金球形率大于 90%，I类 FZr-4 粉末球形率 $< 90\%$ ，应对其进行再次验证，II类锆及锆合金粉末球形率满足标准设定值。目前关于不同粒度区间不同牌号锆及锆合金粉末球形率的指标数据仍较少，后续还将进一步对不同牌号的粉末球形率进行分析及数据补充，充分验证标准中规定的球形率。

表 10 粉末球形率统计表

分类	粉末规格 (μm)	牌号	球形率 (%)
----	---------------------------	----	---------

			单位 1	单位 2	单位 3	单位 4	单位 5
I类	≤63	FZr-1	93.6				
		FZr-2					
		FZr-4					87
		FZr-2.5Nb	94.2				
II类	45~150	FZr-1	94.5				
		FZr-2					
		FZr-4					
		FZr-2.5Nb	93.8	92.8			
注：单位 1-西安赛隆增材技术股份有限公司；单位 2-西北有色金属研究院；单位 3-中国核动力研究设计院；单位 4-广州赛隆增材制造有限责任公司；单位 5-中核北方核燃料元件有限公司							

三、标准水平分析

3.1 采用国际标准和国外先进标准的程度

在对国内外增材制造用锆及锆合金粉的调研分析过程中，没有查询到相关产品标准。本标准为首次起草的增材制造用锆及锆合金粉的国家标准。

3.2 与国际标准及国外同类标准水平的对比

本标准是国内首次起草的增材制造用锆及锆合金粉国家标准，本标准对产品化学成分、粒度分布、松装密度、流动性、球形率以及外观质量的要求均依据实际工业生产水平，参考了已成熟稳定实施的企业标准和技术协议，标志着我国增材制造用锆及锆合金粉在产品质量上完全可以达到国外甚至超过国外先进的产品质量，可以完全满足我国增材制造用锆及锆合金粉的产品需求。

通过上述综合分析，本标准的制定达到了国内先进水平。

3.3 与现有标准及制定中的标准协调配套情况

本标准的制订与现有的标准及制订中的标准协调配套，无重复交叉现象。

3.4 涉及国内外专利及处置情况

经过检索，本标准不涉及国内外专利。

四、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

本标准与有关的现行法律、法规和强制性国家标准具有一致性，无冲突之处。

五、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

六、标准作为强制性或推荐性国家（或行业）标准的建议

本标准建议作为推荐性国家标准。

七、贯彻标准的要求和措施建议

无。

八、废止现行有关标准的建议

无。

九、其他应予以说明的事项

无。

十、预期效果

本标准实施后，对我国增材制造工业领域所需锆及锆合金粉的要求更加合理规范，这有利于提升增材制造锆及锆合金材料的各项性能指标，使我国锆及锆合金材料的增材制备技术和整体性能达到国际先进水平，实现有标准可查、有据可依，同时可以满足发动机工业、硬质刀具工业、海洋工程、核工业等工业领域的复杂金属零件关键原材料需求，并对推进高性能锆及锆合金材料的发展和应用起到积极的促进作用。

本标准实施后，编制组将积极向国内生产厂家及用户推荐采用本标准。

西安赛隆增材技术股份有限公司
《增材制造用锆及锆合金粉》标准编制组

2022年08月