

行业标准《结晶锆》

编制说明

（预审稿）

行业标准《结晶锆》标准起草小组

2023.07

《结晶锆》编制说明

（预审稿）

一、工作简况

1.1 任务来源

根据工信厅科函【2022】94号《工业和信息化部办公厅关于印发2022年第一批行业标准制修订和英文版项目计划的通知》的要求，由有研资源环境技术研究院（北京）有限公司负责起草制定《结晶锆》有色金属行业标准，项目计划编号为2022-0227T-YS，计划完成年限为2023年。

随着电子信息工业的发展，高纯锆的用途日益增加，主要应用于制备高纯锆、光学或集成电路镀膜材料、等离子切割材料、耐高温及耐腐蚀合金等领域，对化学纯度、杂质元素的稳定控制、产品收率以及生产线的产能是高纯锆材料研制的关键控制因素。在光学及集成电路领域，金属锆产品的纯度对其产品的性能影响巨大，对终端产品的性能起决定性作用。高纯锆靶材中的杂质会在溅射沉积过程中进入薄膜，个别杂质元素对半导体集成电路存在着不利的影 响，同时会造成薄膜均匀性不佳等问题，如Cr、Cu、Fe、Mn等杂质超标时，在同样工况条件下的抗激光损伤阈值可降低10倍以上，一些杂质如镁、钠、锡、锌等会导致镀膜生产过程不稳定，影响镀膜质量，膜层出现粗糙、膜色异常等情况。

高纯金属锆主要采用碘化结晶锆进行熔炼制备，结晶锆的纯度对高纯锆产品的质量以及性能产生直接的影响。碘化法制备的结晶锆棒具有纯度高（可达99.95%以上）、气体含量小、加工性能好等诸多优点，随着生产工艺和设备的改进，开发出杂质含量更低、产品质量更稳定的结晶锆，以其制备成的镀膜材料镀膜过程中放气小，蒸发工艺稳定性好，产品膜层一致性好，而且材料在多次充填后组分不发生变化，有效提高了镀膜设备的使用效率。

1.2 主要参加单位、工作成员及其所作的工作

本文件起草单位：有研资源环境技术研究院（北京）有限公司、中国有研科技集团有限公司、国核宝钛锆业股份公司、南京佑天金属科技有限公司、有色金属技术经济研究院有限责任公司、中南大学、中船重工黄冈贵金属有限公司、…。

2017年12月，原“北京有色金属研究总院”改制为有研科技集团有限公司。2019年6月，有研科技集团有限公司将稀有金属冶金材料研究所和生物冶金国家工程实验室实施分立，成立有研资源环境技术研究院（北京）有限公司，为有研科技集团有限公司的全资子公司。原稀有金属冶金材料研究所和生物冶金国家工程实验室的相关业务转移至有研资源环境技术研究院（北京）有限公司。由有研资源环境技术研究院（北京）有限公司负责起草制定《结晶锆》有色金属行业标准。

北京有色金属研究总院（以下简称：有研总院）创建于1952年11月，是我国有色金属行业规模最大的综合性研究开发机构，现为国务院国资委管理的中央企业和国家首批百家创新型企业。在半导体材料、有色金属复合材料、稀土材料、生物冶金、材料制备加工、分析测试等领域拥有12个国家级研究中心和实验室，目前承担了一批国家重大科技专项研究课题和国家战略性新兴产业开发项目。

有研总院从1950年代开始研究锆铪冶金、锆铪材料制备及加工，是国内最早开始锆铪冶金、材料制备和加工研究的单位，也是国内最早开始研制和生产高纯结晶锆的单位，自2000年以来，有研总院开始致力于碘化法制备结晶锆的装

备和技术的研究开发，并建设了结晶锆生产线，目前结晶锆产品的生产和研发由有研资源环境技术研究院（北京）有限公司承担，公司致力于先进锆钎冶金技术和新材料研究，研发高效、节能、环境友好的锆钎冶金技术及锆钎新材料，并与合作单位建设了高纯结晶锆的生产线。

国核宝钛锆业股份公司是国家能源局首批 16 家国家能源研发（实验）中心之一，是省级重点实验室，也是国家电投“核级锆材企业技术研究中心”，公司拥有国内首条完整的核级锆材产业链，形成海绵锆生产、锆合金熔炼、坯料制备、管棒板带材成品制造及返回料处理的综合能力，经营范围包括锆钎金属制品、海绵锆、海绵钎、锆钎制品、稀有金属、有色金属材料深加工等制品，现已形成海绵锆生产、锆合金熔炼、坯料制备、管棒板带材成品制造及返回料处理的综合能力。

南京佑天金属科技有限公司是一家专业从事稀有金属钎、锆材料及其下游产品（板、棒、丝、管、箔、靶）的研发、生产、加工和销售的高新技术企业，产品广泛应用于航空航天、化工设备、光学镀膜、等离子切割、非晶材料及硬质合金等领域。现有多个专项生产车间，包括电子束熔炼、拉丝、轧管以及机加，配备了 200 多台套专业生产设备，建立了江苏省稀有金属新材料工程技术研究中心，配备了 10 多台套专业研发设备和先进的检验检测设备，结晶锆纯度为 $Hf+Zr \geq 99.95\%$ ，直径 20-40mm，用于锆基非晶、半导体镀膜、光学镀膜等领域。

主编单位有研资源环境技术研究院（北京）有限公司负责项目的总体策划和组织实施，积极主动收集国内外相关技术资料，征求了多家生产、研发、检验和应用单位的修改意见，带领编制组完成了标准的编制工作。在编制过程中，各参编单位积极参加标准调研工作，为标准编写提供了真实有效的实测数据，针对标准的征求意见稿和讨论稿提出修改意见，并对标准中的技术指标进行严格审核，对标准中的技术要求、试验方法和检验规则进行严格核验。

本文件主要起草人：江洪林、尹延西、胡志方、…。

本标准主要起草人及其工作职责见表 1。

表 1 主要起草人及工作职责

起草人	单位	工作职责
江洪林	有研资源环境技术研究院（北京）有限公司	标准编制工作组织协调，标准编制方案制定，标准技术要求及主要内容的试验、验证和确定
尹延西	有研资源环境技术研究院（北京）有限公司	标准编制工作组织协调，标准技术指标及主要内容的试验、验证和确定
胡志方	有研资源环境技术研究院（北京）有限公司	标准技术指标及主要内容的试验、验证和确定
罗远辉	有研资源环境技术研究院（北京）有限公司	技术指标试验验证、标准条款编制，意见征集
袁学韬	有研资源环境技术研究院（北京）有限公司	标准技术指标及主要内容的试验、验证
...		

1.3 主要工作过程

1.3.1 起草阶段

有研资源环境技术研究院（北京）有限公司在接到标准修订任务后，召开了标准项目编制工作会议，对标准编写工作进行了部署和分工。编制组组织专门人

员调研相关资料及国内外厂家的产品技术指标和技术条件，了解结晶锆产品的生产状况、技术指标及应用发展趋势。

1.3.2 征求意见阶段

2023年3月13日-15日，由全国有色金属标准化技术委员会主持，在海南省海口市召开标准工作会议，来自有色金属技术经济研究院有限责任公司、宝鸡钛业股份有限公司、国合宝钛锆业股份公司、西北有色金属研究院、湖南湘投金天钛金属股份有限公司等单位的专家代表参加了会议。会上与会专家和代表对本标准讨论稿进行了认真、细致的讨论，并提出了如下修改意见：

- (1) 结晶锆编制说明中加入标准的编制背景；
- (2) 说明海绵锆、核级锆、高纯锆锭及靶材的关系，突出结晶锆的必要性；
- (3) 确认产品的直径和尺寸，形状增加 U 型棒，同时增加结晶锆直棒的照片”；
- (4) 删除标准稿中 7.3.1、7.3.2 条款；
- (5) 核对表 3、表 4 数据，以及海绵锆中 Hf 含量。
- (6) 删除 8.1 条款中“商标”，8.3.1 条款增加“保持”。

编制组根据会议汇总意见，对本标准征求意见稿进行了修改和完善，形成了《结晶锆》预审稿及编制说明。

二、标准编制原则

2.1 符合性

本文件按照 GB/T1.1-2020《标准化工作导则第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的要求进行编写，内容规范，规定了结晶锆产品的分类、要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存等。

2.2 合理性

本文件在参照国内外同类产品生产技术水平的基础上，体现了国内大多数生产和应用企业对结晶锆产品的质量要求。充分考虑生产和应用单位对结晶锆产品性能及质量检测方法等的意见和建议，做到符合生产和应用实际，具有可操作性，能够被生产、检验和应用单位普遍接受。

2.3 先进性

随着光学及集成电路领域的快速发展，结晶锆产品作为重要的原料愈益受到重视。目前国内结晶锆生产企业不断改进生产工艺，开发出杂质含量更低、产品质量更稳定的结晶锆，其制备的镀膜材料镀制过程中放气小，蒸发工艺稳定性好，产品膜层一致性好，有效提高了镀膜设备的使用效率。基于国内生产、检验及应用技术基础，研究制定结晶锆产品标准，确定其要求、检验内容和试验方法，可为产品质量保障提供依据，促进生产和应用发展。

三、确定标准主要内容的依据及验证情况

3.1 确定标准主要内容的依据

3.1.1 产品分类的规定

产品按纯度分为两个级别：JZr-1、JZr-2。

3.1.2 产品化学成分的规定

标准的关键内容是确定产品的化学成分，依据用户对产品的使用要求，根据生产和使用单位抽样检验结果及用户使用效果，研究确定了产品的化学成分，通过对合格产品进行分析检验确定了需要检测的元素及其含量。

根据生产工艺控制和产品使用的要求，产品的化学成分应符合表 2 的规定。需方如对产品的化学成分有特殊要求时，则可由供需双方商定。

表 2 化学成分 % (质量分数)

牌号	JZr-1	JZr-2	
(Zr+Hf)的含量, 不小于	99.95	99.9	
杂质元素含量, 不大于	Hf	0.010	0.010
	Al	0.001	0.003
	Cl	0.0005	0.001
	Co	0.001	0.002
	Cr	0.001	0.005
	Cu	0.001	0.010
	Fe	0.008	0.050
	Mg	0.001	0.002
	Mn	0.0005	0.002
	Mo	0.001	0.002
	Ni	0.001	0.010
	Pb	0.0005	0.001
	Si	0.001	0.005
	Sn	0.0005	0.001
	Ti	0.001	0.002
	V	0.0005	0.001
	W	0.001	0.002
	C	0.002	0.010
	H	0.001	0.0015
	O	0.015	0.050
N	0.002	0.010	
(Zr+Hf)的含量为100%减去表中所列杂质元素含量总和(不含Hf、C、H、N、O)的余量。			

海绵锆按照品质和用途不同分为核级、工业级、火器级三个级别, 通常采用金属镁直接还原四氯化锆制备工业级海绵锆, 通过锆铪萃取分离, 可制备铪含量小于 0.010% 的核级海绵锆, 核级海绵锆中的杂质如铝、铜、铬、铁等含量超过限量规定, 不能作为制备高纯锆的原料, 不能满足制备镀膜材料的要求, 会导致镀膜出现质量问题, 镀膜抗激光损伤阈值降低, 不能满足激光信号传输要求。通常采用碘化技术进一步提纯制备结晶锆, 碘化提纯技术可以有效降低锆金属中碳、氮、氧等气体杂质以及在一定温度下不与碘发生反应、或与碘发生反应但生成物不分解的杂质, 如各类碳化物、氮化物、氧化物等杂质, 结晶锆产品中 C、H、N、O 含量降低到低于 0.05%, W、Mo、Si 等杂质含量可降低至低于 0.01%, 结晶锆经电子束熔炼制备高纯锆锭、高纯锆蒸发料和高纯锆靶材。

3.1.3 外形尺寸的规定

外形尺寸一般根据用户的需求确定, 典型产品的直径为 (15~50)mm ± 2mm, 长度为 (500~1000) mm ± 5mm, 其他外形尺寸及允许偏差可根据供需双方协商确定并在订单中注明。

3.1.4 外观质量的规定

产品外形为棒条状, 外观为锆金属光泽, 应光洁, 无目视可见的夹杂物。

3.1.5 其他内容

本标准规定了产品试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存、质量证明书和订货单等内容。

产品的化学成分分析按 GB/T 13747（所有部分）规定的方法测定，或按供需双方协商的方法测定。

规定了产品检验规则，包括检验项目、取样规定以及检验结果的判定。

四、验证情况

本标准所规定的技术指标及检验项目符合结晶锆产品生产、检验及应用要求，产品技术指标及检验项目经过多个生产批次的验证，主要验证结果列于表 3、4。

表 3 典型产品的化学成分分析结果

%（质量分数）

牌号		JZr-1				
批号		1	2	3	4	5
(Zr+Hf)的含量		99.98	99.98	99.98	99.98	99.98
杂质元素含量	Hf	0.0052	0.0076	0.0058	0.0088	0.0075
	Al	0.0010	0.0008	0.0005	0.0005	0.0009
	Cl	<0.0005	<0.0005	<0.0005	<0.0005	<0.0005
	Co	0.0005	0.0007	0.0005	0.0003	0.0008
	Cr	0.0003	0.0005	0.0005	0.0006	0.0005
	Cu	0.0008	0.0003	0.0005	0.0002	0.0003
	Fe	0.0085	0.0051	0.0065	0.0076	0.0064
	Mg	0.0008	0.0005	0.0003	0.0001	0.0002
	Mn	0.0001	0.0002	0.0002	0.0001	0.0001
	Mo	0.0008	0.0005	0.0007	0.0006	0.0005
	Ni	0.0005	0.0003	0.0006	0.0002	0.0008
	Pb	0.0002	0.0003	0.0005	0.0002	0.0001
	Si	0.0006	0.0005	0.0008	0.0003	0.0006
	Sn	0.0001	0.0001	0.0002	0.0001	0.0003
	Ti	0.0005	0.0008	0.0010	0.0005	0.0004
	V	0.0002	0.0004	0.0005	0.0002	0.0003
	W	0.0003	0.0005	0.0006	0.0005	0.0007
	C	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002
H	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	
O	0.0072	0.0055	0.0079	0.0081	0.0058	
N	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	

表 4 典型产品的化学成分分析结果

%（质量分数）

牌号		JZr-2				
批号		1	2	3	4	5
(Zr+Hf)的含量，不小于		99.94	99.93	99.93	99.92	99.93
杂质元素含量	Hf	0.0081	0.0090	0.0076	0.0086	0.0065

	Al	0.0021	0.0023	0.0020	0.0018	0.0015
	Cl	0.0006	0.0008	0.0005	0.0010	0.0005
	Co	0.0012	0.0015	0.0013	0.0018	0.0014
	Cr	0.0034	0.0042	0.0039	0.0040	0.0037
	Cu	0.0054	0.0065	0.0066	0.0078	0.0082
	Fe	0.023	0.034	0.029	0.041	0.035
	Mg	0.0015	0.0011	0.0012	0.0006	0.0014
	Mn	0.0008	0.0013	0.0020	0.0015	0.0009
	Mo	0.0013	0.0015	0.0010	0.0009	0.0011
	Ni	0.0085	0.0054	0.0062	0.0063	0.0076
	Pb	0.0008	0.0010	0.0005	0.0004	0.0006
	Si	0.0036	0.0044	0.0033	0.0040	0.0021
	Sn	0.0006	0.0007	0.0005	0.0006	0.0009
	Ti	0.0007	0.0011	0.0012	0.0015	0.0010
	V	0.0005	0.0008	0.0004	0.0005	0.0007
	W	0.0015	0.0013	0.0012	0.0015	0.0016
	C	0.0035	0.0026	0.0021	0.0034	0.0030
	H	0.0010	0.0013	0.0008	0.0012	0.0011
	O	0.032	0.025	0.022	0.041	0.034
	N	0.0053	0.0032	0.0045	0.0051	0.0035

表5 典型产品的外形尺寸、外观质量

产品品级	JZr-1				
批号	1	2	3	4	5
外形尺寸 (mm)	Φ35.9×500	Φ27.9×800	Φ20.3×1000	Φ22.5×600	Φ28.6×600
外观质量	合格	合格	合格	合格	合格

表6 典型产品的外形尺寸、外观质量

产品品级	JZr-2				
批号	1	2	3	4	5
外形尺寸 (mm)	Φ36.5×500	Φ21.0×500	Φ26.3×600	Φ24.7×1000	Φ26.5×800
外观质量	合格	合格	合格	合格	合格



图 1 碘化法制备的结晶锆

五、标准中涉及专利的情况

本文件不涉及专利问题。

六、预期达到的社会效益等情况

6.1 标准的必要性

结晶锆主要用于光学和集成电路的镀膜材料，1990 年代以前，结晶锆杂质含量较高，镀膜时放气较大，蒸发不稳定。2000 年代以来，随着生产工艺和设备的改进，结晶锆产品中的杂质不断降低、产品质量更稳定，以其制备成的镀膜材料在镀制过程中放气小、蒸发工艺稳定性好，产品膜层一致性好，而且材料在多次充填后组分不发生变化，有效提高了镀膜设备的使用效率。经过多年研究开发，国内结晶锆生产工艺和设备稳定成熟，生产企业仍在不断改进生产工艺，提升产品质量，开拓国内外消费市场。研究制定结晶锆产品标准，确定其要求、检验内容和试验方法，可为产品生产质量控制提供依据，促进生产和应用发展。

6.2 标准的预期作用

目前国外、国内尚无结晶锆标准，《结晶锆》行业标准属于首次制定，该标准填补了国内空白。本标准的制定充分考虑了国内外结晶锆生产、应用和质量检验的现状与发展趋势，适应产品生产与应用技术发展的需要，反映了生产及应用技术的新成果。产品市场需求不断扩大，本标准的制定、发布和实施，可规范生

产和应用的质量要求，为生产管理和市场监管提供质量依据，对于促进生产和应用技术进步、促进产业有序发展具有积极作用。

七、采用国际标准和国外先进标准的情况

7.1 采用国际标准和国外先进标准的程度

经检索，国外无相同类型的标准。

7.2 国际、国外同类型标准水平的对比分析

经检索，国外无相同类型的国际标准。

八、与现行的法律、法规、强化性国家标准及相关标准协调配套情况

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。

九、重大分歧意见的处理和依据

编制组严格按照既定编制原则进行编写，本文件起草过程中未发生重大分歧意见。

十、标准作为强制性或推荐性标准的建议

本标准建议作为推荐性行业标准，供相关组织参考采用。

十一、贯彻标准的要求和措施建议，包括（组织措施、技术措施、过度办法）

（1）确保本标准实施的广泛性和普遍性，使尽可能多的制造厂商、使用厂家、检测机构等企业能够及时获取本标准，这是保证本标准贯彻实施的基础。本标准在发布和实施的过渡期间，生产企业可以组织宣贯会，以及通过销售部门向采购单位和使用单位提供本标准，保证本标准能够得到及时推广和应用。

（2）在本标准的实施过程中，有必要针对不同的制造厂商、使用厂家、检测机构进行有侧重点的宣贯和培训，针对各章条内容，进行答疑和解释，确保实施顺畅，沟通无误。

（3）标准在贯彻实施过程中，注意收集制造厂商、使用厂家、检测机构的反馈意见，做好沟通，交流。

（4）建议本标准批准发布 6 个月后予以实施，以促进提升产品质量，规范市场行为。

十二、废止现行有关标准的建议

本文件为新制定文件，无废止其他标准的建议。

十三、其他应予说明的事项

本标准的制定，将为生产、使用和市场监管提供基本的技术依据，对产品生产管理和市场贸易具有较强的规范和指导作用，本标准的发布实施对于促进结晶锆生产和应用技术进步、规范市场、促进产业有序发展具有积极作用。

《结晶锆》标准编制组

2023 年 7 月