

行业标准《氢化铅粉》

## 编制说明

（预审稿）

行业标准《氢化铅粉》标准起草小组

2023.7

# 《氢化铪粉》编制说明

## （征求意见稿）

### 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《氢化铪粉》有色金属行业标准，项目计划编号为2022-0459T-YS，计划完成年限为2023年。

本标准适用于铪金属经氢化后制取的氢化铪粉。目前国内外没有氢化铪粉产品国际标准、国家标准和行业标准。氢化铪粉主要用于航空发动机涡轮叶片耐高温热障涂层、火箭发动机耐高温热障涂层、核反应堆控制材料、耐高温合金、粉末冶金等。研究制定氢化铪粉技术标准，确定氢化铪粉的要求、检验内容和试验方法，不仅为氢化铪粉产品质量管理提供依据，促进氢化铪粉生产发展，而且有利于扩展其在航空航天、兵器工业、核反应堆控制材料、新型耐高温合金、高性能粉末冶金材料及其他领域的应用。

#### 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、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、北京科技大学、…。

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《氢化铪粉》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氢化铪粉的单位，自2000年以来，有研总院开始致力于碘化法制备氢化铪粉生产设备和技术的研发，并建设了氢化铪粉生产线，目前氢化铪粉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，公司致力于先进锆铪冶金技术和新材料研究，研发高效、节能、环境友好的锆铪冶金技术及锆铪新材料，并与合作单位合作建设了氢化铪粉生产线，所生产的氢化铪粉纯度达到 $Hf+Zr \geq 99.5\%$ ，应用于航空发动机涡轮叶片耐高温热障涂层、火箭发动机耐高温热障涂层、核反应堆控制材料、耐高温合金、粉末冶金等领域。

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，拥有陕西省省级重点实验室，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，经营范围包括锆铪金属制品、海绵锆、海绵铪、锆铪制品、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铪、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。

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：罗远辉、江洪林、尹延西、胡志方、袁学韬、王晨阳、施一鸣、…。

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
罗远辉	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
江洪林	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
王晨阳	国核宝钛锆业股份公司	产品生产及应用调研、技术参数的确定、标准条款编制
施一鸣	南京佑天金属科技有限公司	标准相关资料的调研、技术指标试验验证
陈怀浩	南京佑天金属科技有限公司	产品生产及应用调研、技术要求的确定、试验方法验证

## 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）有限公司在落实标准修订任务后，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，了解氢化铪粉产品的生产状况、技术指标、应用现状及生产、检验和应用技术研发发展趋势。

### 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、国合宝钛铝业股份公司、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，提出了修改意见。编制组根据会议汇总意见，对本征求意见稿进行了修改和完善，形成了《氢化铪粉》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，规定了氢化铪粉产品的分类、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氢化铪粉产品的质量要求。充分考虑生产和应用单位对氢化铪粉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

随着航空航天、核工业、及粉末冶金等行业领域的快速发展，氢化铪粉产品作为重要的基础原料愈益受到重视。目前国内氢化铪粉生产企业不断改进生产工艺，开发出杂质含量更低、产品质量更稳定的氢化铪粉，其制备的复合材料技术性能一致性好，有效提高了相关零部件耐高温、耐腐蚀的性能要求和粉末冶金制品的应用技术性能。基于国内生产、检验、应用技术基础及发展趋势，研究制定氢化铪粉产品标准，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牌号：HfH<sub>2</sub>-1、HfH<sub>2</sub>-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 产品的化学成分

%（质量分数）

产品牌号	HfH <sub>2</sub> -1	HfH <sub>2</sub> -2
化		
Zr+Hf含量，不小于	98	96

学 成 分	H含量, 不小于		0.5	0.2
	杂 质 含 量, 不 大 于	Zr	1	3
		Al	0.015	0.050
		Cr	0.010	0.050
		Mg	0.080	-
		Mn	0.003	-
		Cu	0.005	-
		Fe	0.050	0.075
		Ni	0.005	-
		Pb	0.001	-
		Sn	0.005	-
		Ti	0.010	0.050
		Si	0.002	0.050
		P	0.002	-
		Cl	0.030	0.050
		O	0.120	0.130
C	0.010	0.025		
N	0.005	0.015		
(Zr+Hf)的含量为100%减去包括但不限于表中所列杂质元素含量的总和(不含Zr、C、H、N、O)的余量。				

生产氢化铪粉的原料是海绵铪, 氢化铪中 Al、Mg、Fe 等杂质需控制在 0.1% 以下 ( $\text{HfH}_2-2$ ) 或更低 ( $\text{HfH}_2-1$ ), C、N、O 等杂质需降低到低于 0.13%。应用试验表明, 氢化铪粉中的杂质如 Al、Mg、Fe、Cu 等元素含量不能超过限量规定, 当杂质元素超过限量, 不能满足航空发动机涡轮叶片耐高温热障涂层、火箭发动机耐高温热障涂层的要求, 会导致所制备的热障涂层与基材结合力下降、出现微裂纹等问题。Al、Cr、Mg 等元素含量不能超过限量规定, 否则会导致核反应堆控制部件变形, 性能下降。

Al、Mg、Fe、C、N、O 等杂质含量超标的氢化铪粉, 用作耐高温、耐腐蚀合金及粉末冶金添加剂时, 会导致制成的零部件出现质量缺陷, 耐高温、耐腐蚀性能下降, 降低使用寿命。

### 3.1.3 物理性能的规定

根据生产质量控制和产品应用实践, 产品的物理性能应符合表 3 的规定。

表 3 产品的粒度分布

粒度规格, $\mu\text{m}$	$\leq 48$	$\leq 75$
粒度分布	$>48 \mu\text{m}$ 不大于 5%	$>75 \mu\text{m}$ 不大于 5%

产品的粒度分布主要根据用户的需求确定, 目前主要有小于  $48 \mu\text{m}$  和小于  $75 \mu\text{m}$  两种产品。

需方对产品的平均粒径、松装密度、比表面积等物理性能有要求时, 供方应提供实测数据。

### 3.1.4 外观质量的规定

根据生产实践, 氢化铪粉产品为灰黑色粉末, 无目视可见的夹杂物。



图1 氢化铪粉

### 3.1.5 试验方法规定

根据生产、检验和应用实践，产品的化学成分按 YS/T 1467（所有部分）、YS/T 1347 的规定测定，或按供需双方商定的方法分析。产品的粒度分布测定按 GB/T 1480 的规定进行。产品的平均粒径测定按 GB/T 3249 的规定进行。产品的松装密度测定按 GB/T 1479.1 的规定进行，或按供需双方协商的方法进行。产品的比表面积测定按 GB/T 13390 的规定进行。产品的外观质量用目视检查。

### 3.1.5 其他内容

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。规定了标志、包装、运输和贮存、质量证明书和订货单等内容。

## 四、验证情况

本标准所规定的技术指标及检验项目符合氢化铪粉产品生产、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、5、6。

表 3 典型产品的化学成分分析结果

%（质量分数）

产品牌号	HfH-1	HfH-2	HfH-1	HfH-2	HfH-1	HfH-2		
试验编号	1	1	2	2	3	3		
化 学 成 分	Zr+Hf含量	98.62	96.33	98.56	96.92	98.75	96.10	
	H含量	0.83	0.37	0.84	0.45	0.79	0.38	
	杂 质 含 量 ， 不 大	Zr	0.56	0.93	0.63	1.07	0.68	1.26
		Al	0.010	0.040	0.013	0.046	0.011	0.039
		Cr	0.007	0.036	0.005	0.034	0.008	0.042
Mg		0.072	-	0.068	-	0.076	-	

于	Mn	0.002	-	0.002	-	0.001	-
	Cu	0.004	-	0.003	-	0.003	-
	Fe	0.039	0.072	0.045	0.067	0.037	0.071
	Ni	0.003	-	0.002	-	0.003	-
	Sn	0.003	-	0.003	-	0.004	-
	Ti	0.008	0.045	0.007	0.042	0.006	0.043
	Si	0.001	0.046	0.001	0.047	0.0009	0.036
	P	0.001	-	0.0008	-	0.0009	-
	Cl	0.023	0.038	0.026	0.044	0.021	0.037
	O	0.083	0.10	0.10	0.11	0.008	0.11
	C	0.007	0.014	0.008	0.022	0.005	0.019
	N	0.003	0.010	0.002	0.013	0.003	0.012

表 4 典型产品的化学成分分析结果

% (质量分数)

产品牌号	HfH <sub>1</sub> -1	HfH <sub>1</sub> -2	HfH <sub>1</sub> -1	HfH <sub>1</sub> -2	HfH <sub>1</sub> -1	HfH <sub>1</sub> -2		
试验编号	4	4	5	5	6	6		
化学 成分	Zr+Hf含量	98.87	96.59	98.38	96.22	98.75	96.23	
	H含量	0.79	0.41	0.77	0.35	0.73	0.36	
	杂质 含量, 不大 于	Zr	0.57	0.91	0.64	1.16	0.66	1.37
		Al	0.013	0.038	0.012	0.046	0.014	0.037
		Cr	0.006	0.034	0.004	0.031	0.006	0.040
		Mg	0.071	-	0.065	-	0.072	-
		Mn	0.002	-	0.001	-	0.002	-
		Cu	0.003	-	0.002	-	0.002	-
		Fe	0.036	0.069	0.043	0.065	0.036	0.068
		Ni	0.002	-	0.003	-	0.003	-
		Sn	0.003	-	0.002	-	0.003	-
		Ti	0.006	0.044	0.005	0.040	0.005	0.041
		Si	0.001	0.044	0.001	0.045	0.0008	0.034
		P	0.0006	-	0.0007	-	0.0007	-
		Cl	0.021	0.035	0.024	0.041	0.020	0.036
		O	0.081	0.008	0.007	0.10	0.007	0.12
C	0.005	0.011	0.007	0.022	0.008	0.023		
N	0.002	0.021	0.001	0.018	0.004	0.023		

表 5 典型产品的物理性能

粒度规格/ $\mu\text{m}$	$\leq 48$	$\leq 75$
---------------------	-----------	-----------

试验编号	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
粒度规格	>48 $\mu\text{m}$					>75 $\mu\text{m}$				
粒度分布/%	2.97	2.68	3.46	3.12	3.28	3.25	2.85	2.94	3.25	3.21
费氏粒度/ $\mu\text{m}$	22.65	23.48	23.34	22.67	23.13	30.03	31.75	32.57	32.86	32.16
松装密度, $\text{g}/\text{cm}^3$	3.89	3.76	4.06	4.39	4.72	3.88	4.06	4.14	4.24	4.35
比表面积, $\text{m}^2/\text{g}$	14.36	13.87	12.63	13.24	13.53	11.37	11.08	11.66	12.34	12.75

## 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

氢化铪粉用于航空发动机涡轮叶片耐高温热障涂层、火箭发动机耐高温热障涂层、核反应堆控制材料、粉末冶金、耐高温合金等，经过多年研究开发，国内生产工艺和设备稳定成熟，生产企业正不断改进生产工艺，提升产品质量，开拓国内外消费市场。研究制定氢化铪粉产品质量标准，确定其要求、检验内容和试验方法，可为产品生产质量保障提供依据，促进生产和应用发展。

### 6.2 标准的预期作用

目前国外、国内尚无氢化铪粉标准，《氢化铪粉》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氢化铪粉生产、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

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，将为氢化铪粉产品生产、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，对于促进氢化铪粉生产和应用技术进步、规范市场、促进产业有序发展及应用发展进步具有积极作用。

《氢化铪粉》标准编制组

2023 年 7 月