

行业标准《结晶锆》

编制说明

(送审稿)

行业标准《结晶锆》标准起草小组

2023.12

《结晶锆》编制说明

(送审稿)

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外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。

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，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。

1.3.3 审查意见阶段

2023年7月17日-20日，由全国有色金属标准化技术委员会主持，在湖北省十堰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、有研亿金新材料有限公司等单位的专家代表参加了会议。与会代表对《结晶锆》行业标准征求意见稿进行了充分、细致的讨论，并提出了修改意见：

- (1) 建议增加结晶锆与高纯锆的化学成分的衔接关系；
- (2) 建议增加验证数据，数据量应多与参编单位。
- (3) 明确结晶锆的制备方法、使用范围及用途。
- (4) 2规范性引用文件GB/T 13747和6.1条款中去掉“(所有部分)”。
- (5) 7.2组批条款去掉“采用同一原料”。

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》送审稿及编制说明。

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