**行业标准《硅酸钇镥晶体回收料》（预审稿）**

**编制说明**

一、工作简况

1.1 标准项目所涉及的产品或方法[概况和立项目的](file:///D:\2019年科研\标准申请\铈锆复合氧化物\征求意见稿\意见返回\终稿\各单位返回意见\预审稿-提交版\铈锆复合氧化物标准预审材料-稀标委\宁波会材料\审订稿\条款示例\标准概况及立项目的示例.docx)

1.1.1项目的必要性

正电子发射断层扫描成像仪（PET）是当今最先进的医疗诊断设备之一，也是《中国制造2025》重点发展的高性能医疗器械产品。硅酸钇镥闪烁晶体是目前PET用主流商用探测材料，全球年需求量超过60吨，具有重大的经济价值，也是我国宝贵的重稀土资源镥元素的主要应用领域之一。近年来，随着我国高端核医学装备产业的快速发展和国民医疗健康需求的不断增长，国内PET装机量快速增长，对硅酸钇镥晶体产生巨大需求。2018年国家卫健委发布《2018-2020年全国大型医用设备配置规划》，计划到2020年底，全国新增PET类设备共计405台，PET类设备市场发展进入快车道。在此之前，2016年工业和信息化部编制发布的《稀土行业发展规划（2016-2020年）》（工信部规〔2016〕319号）中已明确提出，要“开发高能量和高时间分辨率稀土闪烁晶体……满足PET-CT等应用需求”，同时指出要加强稀土资源的综合利用，“制定相关技术标准和产业规范，回收的稀土元素纳入生产总量控制管理”。PET市场对硅酸钇镥晶体的巨大需求，客观上要求我们进一步加强对宝贵镥资源的集约化高效利用。

PET用硅酸钇镥晶体需要以阵列的形式进行应用，阵列加工过程会产生大量的晶体切削料、研磨料，以及性能不达标的残次品，其构成了当前硅酸钇镥晶体回收料的主体。经测算，硅酸钇镥晶体毛坯只有大约40%能转化为合格的晶体器件产品，还有60%都转化为各种形式的回收料。此外，由于PET设备存在一定的使用寿命，可以预见随着PET市场的发展，基于硅酸钇镥晶体的PET设备生命周期结束后所产生的晶体阵列报废品也将成为未来回收料的重要组成部分。大部分硅酸钇镥晶体回收料中氧化镥的含量可高达80%左右，因此具有极高的回收价值。但由于缺乏相应的标准，目前硅酸钇镥晶体回收料的回收处于无序状态，部分回收料未能得到有效收集，大部分回收料因未进行有效分类而造成回收不完全，造成大量镥资源未能得到有效回收利用。此外，目前硅酸钇镥晶体的生产活动80%在美国、欧洲和日本，这些国家的氧化镥原料全部从我国进口，但所产生的硅酸钇镥回收料基本处于不回收的状态，造成大量的镥资源浪费。因此，制订硅酸钇镥晶体回收料标准，对于促进国内外硅酸钇镥晶体回收料的再生循环利用十分必要。而随着近年来国内硅酸钇镥晶体生产、消费的快速增长，这一需求正变得越来越迫切。

本标准的实施将有力促进国内外硅酸钇镥晶体回收料的再生循环利用，预计每年可回收并再生利用氧化镥20吨以上，节约镥资源价值8000万元以上，对于我国宝贵镥资源的集约化高效综合利用具有重要意义。本标准具有显著的社会和经济效益，已列入2020年工信部有色金属行业工业节能与绿色标准研究项目。

1.1.2适用范围

本标准规定了硅酸钇镥晶体回收料的分类、试验方法、检验规则与包装、标志、运输、贮存及质量证明书。适用于硅酸钇镥晶体及与之成分、用途类似的硅酸镥、硅酸钆镥晶体及相应掺杂晶体生产、加工过程中产生的各类可回收废料的回收、加工与贸易。

1.1.3 可行性

本标准牵头起草单位有研稀土新材料股份有限公司长期从事稀土绿色冶炼分离技术及稀土功能材料的研究和开发。自2017年起开始进行硅酸钇镥晶体生长技术研发及晶体废料回收处理，目前已实现大尺寸硅酸钇镥晶体批量制备，累计为国内硅酸钇镥晶体生产企业处理硅酸钇镥回收料数十吨，为其节省了大量成本，并为社会节约了大量宝贵的氧化镥资源。有研稀土一直积极开展标准的制修订工作，近五年来牵头制定国际标准1项、国家标准4项、行业标准11项、团体标准2项，参与制修订各类标准45项，其中包括绿色制造体系标准4项，2019年成为国家绿色制造系统解决方案供应商。本标准参与起草单位包括了福建省长汀金龙稀土有限公司、虔东稀土集团股份有限公司等国内稀土冶炼分离代表企业和中国电子科技集团第26研究所、上海新漫晶体材料科技有限公司、四川天乐信达光电有限公司等主要的硅酸钇镥晶体生产企业。

1.1.4 拟要解决的主要问题

本标准的主要内容是对硅酸钇镥晶体回收料的分类、化学成分、检测方法、包装规格、运输要求等进行界定和规范，为硅酸钇镥回收料的分类处理和高效回收奠定技术基础。拟主要根据硅酸钇镥晶体的生产流程和成分特征，将回收料分为粉料、晶块料和油泥料三部分。基于不同的分类，可采用不同的具有针对性的处理方法，以提高镥元素的回收率。

1.2 任务来源

根据稀土标委[2020]40号文件，《硅酸钇镥晶体回收料》行业标准计划正式下达，计划号为2020-0463T-XB，完成年限为2020年。根据文件要求，有研稀土新材料股份有限公司填报了《标准制修订项目落实任务书》。本标准制订任务由有研稀土新材料股份有限公司负责牵头起草，参与起草单位包括：有研稀土高技术有限公司、福建省长汀金龙稀土有限公司、中国电子科技集团第26研究所、上海新漫晶体材料科技有限公司、四川天乐信达光电有限公司、虔东稀土集团股份有限公司、赣州科明高技术有限公司、赣州湛海新材料科技有限公司、赣州步莱铽新资源有限公司、宁波虔东科浩光电科技有限公司、中国科学院海西研究院厦门稀土材料研究所、江西泰斯特新材料测试评价中心有限公司、包头稀土研究院、天津包钢稀土研究院有限责任公司。

1.3 标准项目编制单位、起草人及其所作工作

本标准牵头起草单位有研稀土新材料股份有限公司（简称有研稀土）是2001年由北京有色金属研究总院作为主发起人对稀土材料国家工程研究中心进行整体改制而设立的股份公司，是首家在中关村科技园区西城园注册的高新技术企业、中关村国家自主创新示范区“十百千工程”重点培育企业。主要从事稀土资源绿色冶炼分离提纯与高纯稀土金属及化合物、特种合金、稀土磁性材料、发光材料、晶体材料等相关先进稀土功能材料的研究、开发与生产。有研稀土及其前身稀土材料国家工程研究中心、稀土冶金研究所是我国最早从事稀土研究的单位之一，50多年来，共承担国家及省部委等科研项目300余项，获得省部以上科技奖励162项，其中国家技术发明奖、科技进步奖等国家奖励40项。申报发明专利613项，包括国外发明专利160项；获得专利授权306项，包括国外授权发明专利68项，向国内外转让先进技术70余项（160余次），多项专利技术成为稀土行业主流技术，经济效益和社会效益显著。

有研稀土长期致力于开发绿色制造方向的相关工作，近年来开发了一系列具有自主知识产权的先进技术，并取得了显著的成果。如：成功开发出非皂化萃取分离稀土新技术、低碳低盐无氨氮分离提纯稀土新工艺、离子型稀土原矿绿色高效浸萃一体化新技术、碳酸氢镁法冶炼分离包头稀土矿新工艺、4N级超高纯稀土金属制备技术、特种合金及靶材制备技术、稀土合金速凝铸片技术及装备、稀土粘结磁粉连续快淬及晶化氮化连续稳定制备技术、高光效高显色白光LED用稀土发光材料制备技术、闪烁晶体用高纯无水稀土卤化物批量制备技术、大尺寸高性能硅酸钇镥闪烁晶体生长技术等二十余项先进制备技术，解决了一批行业共性关键技术难题，为我国稀土行业绿色、健康、可持续发展提供技术支撑；成功开发出包括（超）高纯稀土金属、高纯稀土金属靶材、高性能稀土合金、高性能稀土永磁材料、特殊物性稀土化合物、高性能稀土发光材料、高性能稀土闪烁晶体材料、储氢材料、催化材料等四十余个先进稀土新产品，丰富了我国高端稀土产品市场，部分产品甚至打破了国内空白，突破了国外技术垄断，显著提高了我国稀土行业在全球的影响力。

有研稀土一直积极参与标准的制修订工作，在稀土领域先后牵头/参与制定了《稀土工业污染物排放标准》、《稀土术语 稀土金属及合金》、《稀土术语 稀土矿产品及化合物》、《钕铁硼速凝薄片合金》、《钇铝合金》、《金属钬》、《高纯金属镝》、《高纯金属铽》等60多项稀土国际标准、国家标准、行业标准。其中，近五年来牵头制定国际标准1项、国家标准4项、行业标准11项、团体标准2项，参与制修订各类标准45项，其中包括绿色制造体系标准4项，2019年成为国家绿色制造系统解决方案供应商。

本标准参与单位中既包括了福建省长汀金龙稀土有限公司、虔东稀土集团股份有限公司等国内稀土冶炼分离代表企业，也包括了中国电子科技集团第26研究所、上海新漫晶体材料科技有限公司、四川天乐信达光电有限公司等主要的硅酸钇镥晶体生产企业，还包括了赣州科明高技术有限公司、赣州湛海新材料科技有限公司、赣州步莱铽新资源有限公司、宁波虔东科浩光电科技有限公司、中国科学院海西研究院厦门稀土材料研究所、包头稀土研究院、天津包钢稀土研究院有限责任公司等稀土功能材料研究单位和江西泰斯特新材料测试评价中心有限公司这样的专业材料测试评价单位。各参与单位及起草人对硅酸钇镥晶体回收料标准的分类标准、化学成分要求、试验方法等提出了大量宝贵意见。

1.4 主要工作过程

2020年8月25日-27日，在浙江宁波召开了“2020年第四次稀土标准工作会议”，会上对硅酸钇镥晶体回收料标准进行了任务落实，确定了参与单位及联系人、起草人等，建立了本标准项目工作联络小组。会上同时就有研稀土前期拟定的《硅酸钇镥晶体回收料》标准草案进行了讨论，各参与单位提出了主要的修改意见。

任务下达后，有研稀土填报了《稀土标准制修订项目落实任务书》，并根据宁波标准会上专家所提修改意见，编制出《硅酸钇镥晶体回收料》标准征求意见稿。征求意见稿于2020年10月9日通过项目工作联络小组进行了意见征集，收到各单位意见34条。有研稀土根据收集到的意见进行了进一步的修改，形成预审稿，并于2020年10月15日提交全国稀土标准化委员会。

二、 标准编制原则

标准牵头起草单位在任务落实会上广泛征求与会专家和代表的意见，会后确定了制订方案、标准起草原则、主要内容框架和依据：

●依据国家相关的法律、法规；

●结合目前国内硅酸钇镥晶体回收料市场交易和回收处理实际情况，与硅酸钇镥晶体生产企业和回收料处理企业密切沟通，突出标准的合理性、实用性和先进性，体现标准的绿色节能特点；

●按照《标准化工作导则》（GB/T 1.1-2009）最新要求进行标准起草和修订。

三、 标准主要内容的确定依据

3.1 标准主要内容

本标准规定了硅酸钇镥晶体回收料的分类、试验方法、检验规则与包装、标志、运输、贮存及质量证明书。

3.2 产品分类及论据

本标准主要根据硅酸钇镥晶体的生产流程和成分特征，将回收料分为粉料、晶块料和油泥料三部分。粉料主要是因各种原因而无法使用的晶体生长原料和晶体生长后清理坩埚残余料时产生的粉状锅底料，其特点是成分接近于硅酸钇镥单晶成分，其特点是镥含量高、杂质少，易于溶解。晶块料主要由晶体生长后坩埚中残留的块状锅底料、晶体生长失败产生的废晶棒、晶体加工时产生的块状切削料，以及经检测性能不合格的晶条组成，其特点是除了成分接近于单晶成分、镥含量高、杂质少之外，还具有极高的化学稳定性，不易破碎、溶解。油泥料主要是晶体切割、研磨、抛光等加工时产生的切削料，其特点是镥含量相对较低、油泥多、杂质多等。由于不同种类的回收料物化特性和杂质含量的不同，处理工序和工艺均有所不同，按照本标准分类对其进行分类回收，有助于降低回收成本并提高镥的回收效率。最终形成的回收料分类见表1。

表1 回收料分类

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 分类 | 品名 | 来源工序 | 特点 | 稀土氧化物总量（REO）参考范围（质量分数/%） |
| 粉料 | 不合格原料 | 原料预处理 | 粉状，以镥、氧、硅为主体元素，杂质含量低 | ≥80 |
| 粉状锅底料 | 晶体生长 |
| 晶块料 | 块状锅底料 | 晶体生长 | 多晶或单晶状块，以镥、氧、硅为主体元素，杂质含量低 | ≥80 |
| 晶块切削料 | 晶体切割加工 |
| 不合格晶棒 | 晶体生长 |
| 不合格晶条 | 晶体加工、阵列组装 |
| 油泥料 | 切削料 | 晶体切割加工 | 泥状，含油、水、玻璃渣、研磨膏、抛光粉等，杂质含量较高 | ≥20 |

3.3 主要技术内容及论据

3.3.1产品化学成分要求

硅酸钇镥晶体回收料中稀土总量特别是氧化镥含量的范围是本标准的一个关键参数。考虑到不同晶体生产企业所采用的硅酸钇镥晶体生长配方和工艺有所区别，对硅酸钇镥晶体回收料中稀土总量和氧化镥含量的要求范围征求了中国电子科技集团第26研究所、上海新漫晶体材料科技有限公司、四川天乐信达光电有限公司等几家国内主要的硅酸钇镥生产企业，以及有研稀土高技术有限公司、福建省长汀金龙稀土有限公司等主要的回收料处理企业的意见。综合各方意见，形成了硅酸钇镥晶体回收料的化学成分要求，其中回收料的组成成分要求见表2，稀土氧化物配分量要求见表3。

表2

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 组成成分 | 回收料种类 | 稀土氧化物总量（REO） | 二氧化硅 | 油和水 | 其它元素 |
| 质量分数/% | 粉料 | ≥80 | ≤20 | ≤1 | ≤1 |
| 晶块料 | ≥80 | ≤20 | ≤1 | ≤1 |
| 油泥料 | ≥20 | ≤20 | ≤20 | ≤40 |

表3

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 稀土氧化物 | Lu2O3/REO | 其它稀土氧化物/REO |
| 质量分数/% | ≥80 | ≤20 |

3.3.2 化学成分实验方法的确定

目前尚没有专门针对硅酸钇镥晶体回收料的化学分析方法标准。考虑到回收料经济价值较高，有必要对其化学分析方法进行明确，以减少未来实际交易过程出现争议。标准工作小组委托福建省长汀金龙稀土有限公司和虔东稀土集团股份有限公司结合实际情况制订了《硅酸钇镥晶体回收料中稀土氧化物总量的测定》和《硅酸钇镥晶体回收料中十五种稀土元素配分量的测定》两个资料性技术附录，对稀土总量和氧化镥配分量的检测方法予以规范。此外，还对二氧化硅、水、油等主要杂质的检测方法进行了规定。

3.3.2其他内容规定

本标准还规定了数值修约、检验规则、标志、包装、运输、贮存及随行文件等。

3.3.3 参考的相关标准和资料

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 12690.2 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 第2部分：稀土氧化物中灼减量的测定 重量法

GB/T 12690.3 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 第3部分：稀土氧化物中水分量的测定 重量法

GB/T 18114.6 稀土精矿化学分析方法 第6部分：二氧化硅量的测定

四、 标准水平分析

无

五、 与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准协调配套情况

无

六、是否涉及专利及知识产权的说明

截至目前，尚未发现与本标准内容相关的知识产权的问题。

七、 重大分歧意见的处理经过和依据

无

八、标准作为强制性或推荐性国家（或行业）标准的建议

无

九、 贯彻标准的要求和措施建议，包括：

无

十、废止现行有关标准的建议

无

**有研稀土新材料股份有限公司**

**2020年10月15日**