国 家 标 准

《高能射线探测及成像材料用碲锌镉多晶》

编制说明书

（预审稿）

国家标准《高能射线探测及成像材料用碲锌镉多晶》

起草小组

2021年7月2日

《高能射线探测及成像材料用碲锌镉多晶》国家标准

编制说明

**一、任务来源**

根据国标委发〔2020〕48号20203666-T-610文件要求，《高能射线探测及成像材料用碲锌镉多晶》国家标准的制定任务由广东先导稀材股份有限公司负责完成，标准修订参与单位为：成都中建材光电材料有限公司，完成年限为2021年。

**二、工作简况**

**1、标准修订项目的和意义**

1.1碲锌镉晶体是高能射线探测与成像用材料，是国家《重点新材料首批次应用示范指导目录（2018年版）》之四“先进无机非金属材料”之（四）“人工晶体”明确示范的先进材料，也是国办发{2015}89号文《国家标准化体系建设发展规划（2016-2020）》明确提出的要重点开展制定标准工作的新材料，碲锌镉多晶材料是生产碲锌镉晶体的原料。

1.2碲锌镉晶体主要应用于高能射线探测和成像方面，碲锌镉探测器作为对γ射线的探测和相应的应用，它可在室温下工作，并具有可靠的探测效率，碲锌镉探测器可应用于以下诸多方面：

A、是可对上百种元素进行探查识别的便携式（掌上）谱仪系统的核心窗口材料；

B、应用于对放射性核素（钚、铀）进行监控侦查的探测系统；

C、应用于反恐、防恐的核保障探测系统；

D、运用于工业CT和安全检查的核成像系统（如集装箱、行李包的自动监测系统，用于反毒和缉毒等对人体进行的X射线成像系统）；

E、在核医学上，由于碲锌镉阵列探测器可构成人体X射线成像，特别是胸部和乳房的X射线照相，口腔的X射线照相。另外可构成便携式小视野γ相机，单光子发射（SPE）CT和正电子湮没CT（PET）；以及用碲锌镉探测器构成的骨密度仪，γ-CBF（Regional Cerebra Blood Flow），和用于肿瘤前哨淋巴结探测的γ射线探针等。

F、作为新一代半导体材料，它电阻率高、分辨率好、平均原子序数高，因此单位体积的探测效率高，同时体积小、重量轻，适于做成便携式核辐射探测器；

1.3 正因为碲锌镉晶体材料有如此广泛的应用，特别是和国计民生及国家安全有密切相关的功能作用，国家将这种材料作为国家重点优先发展的材料，CZT晶体应用会越来越广。碲锌镉多晶是碲锌镉单晶体的原材料，而碲锌镉多晶材料还没有相应的产品国家标准或行业标准，需要制定高能射线探测及成像材料用碲锌镉多晶国家标准。

**2 申报单位简介**

广东先导稀材股份有限公司成立于2003年5月，坐落在山清水秀的清远市清新区禾云镇工业区，紧邻清连高速，距广州市区仅90分钟车程，地理位置环境优越，交通便利。是一家集硒、碲、铋、镓、铟、锗等稀有金属及其化合物的研发、生产、销售为一体的大型高新技术企业，产品广泛应用于玻璃、陶瓷、电解锰、饲料、电子、通讯、光电半导体材料、热成像、探测器及太阳能光伏材料等行业。稀散金属硒、碲、铟、镓、锗等以金属量计占全球35%以上的市场份额。

广东先导稀材股份有限公司是国家高新技术企业，是国家工程技术中心的所在单位，公司有多项产品如高能射线探测及成像材料用碲锌镉多晶红外激光材料和镜片、半导体砷化镓、ITO靶材、碲锌镉靶材、碲锌镉晶体窗口材料等均是填补了国家战略新型材料空白的产品，并且产品质量和产量均和中国的发展趋势一般节节攀升。

 公司注册资金约1000万美元，占地面积1000余亩，建筑面积50000余平方米，大型生产设备500余台，员工3000余人，其中专业技术人员600多名，配有等离子体发射光谱仪、等离子质谱仪、辉光放电质谱仪、电子扫描电镜、原子吸收光谱仪、测氧仪、粒度仪、差热仪、X衍射仪、X荧光仪、红外光谱仪、高效气相质谱仪、液相质谱仪、离子色谱仪等先进的检测仪器，可进行多种化学元素的分析检测，公司的产品检测能力在国内外处于领先水平。公司先后通过了ISO9001质量管理体系认证，欧盟饲料添加剂FAMI-QS认证，并建立了ISO14001环境管理体系，OHSAS l8001职业健康管理体系，GMP良好操作规范和ISO22000食品安全管理体系。

**3 主要工作过程**

3.1 高能射线探测及成像材料用碲锌镉多晶产品标准是配套2019年批准下达的典型稀贵材料国家质量基础设施关键技术体系（NQI）的配套标准项目，该标准在2019年10月泰安召开的中国有色金属标准化委员会的年会上认可通过，由秘书处组织委员网上投票，投票通过后转报国标委，并挂网向社会公开征求意见。随后国家标准化管理委员会下达了制定《碲锌镉多晶》国家标准的任务，最终完成年限为2021年。

3.2 有色金属标准化技术委员会在2021年2月召开了网络任务落实会议，会议确定标准的制定要求及相关参与制定单位。

3.3 本项目在下达计划之日起，在公司内部成立了标准编制组,召开了关于标准起草的工作会议，布置了标准起草的相关工作，产品测试和数据收集有序展开。2021年3月完成标准标准讨论稿及编制说明，预计该标准在2021年底前完成审定和报批。

3.4 2021年4月在贵阳进行了国家标准《高能射线探测及成像材料用碲锌镉多晶》的标准讨论会议，会上对标准讨论稿进行了热烈的讨论，提出了很多宝贵意见，根据标准讨论会议的建议，在此基础上提出来《高能射线探测及成像材料用碲锌镉多晶》预审稿。

**三、标准修订编制原则**

**1、**《高能射线探测及成像材料用碲锌镉多晶》标准是推荐性国家标准，应按照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》的规定起草，有色金属标准化技术委员会针对最新版的标准起草要求做了深入的培训，按照培训要求及编写实力、示例编写本标准。

**2**、《高能射线探测及成像材料用碲锌镉多晶》是国家明确发展的一种先进材料，制定该标准应突出其先进性和实用性，制定的标准的要求和内容，要统一考虑国际、国内两个市场的供需情况，准确反映国内外高能射线探测及成像材料用碲锌镉多晶产品的最新市场需求和生产实际情况，为我国红外光学高新技术产品高能射线探测及成像材料用碲锌镉多晶提供规范的市场和生产标准要求。

**3、**《高能射线探测及成像材料用碲锌镉多晶》标准的制定尽量采用国际国外先进标准的规范要求进行制修订，与国际接轨，制定出的标准既可以给行业提供执行和规范要求并且执行和使用清晰明了，现今国际及国内还没有该产品的类似标准，有相关的下游产品标准，在制定过程中应争取该标准完成后可以达到国际先进水平。

**四、 标准制定的主要内容和制定依据**
**1 标准的主要技术内容**

1.1化学成分

高能射线探测及成像材料用碲锌镉多晶的化学成分应符合表1的规定。

表1 高能射线探测及成像材料用碲锌镉多晶杂质成分要求

|  |
| --- |
| 化学成分（质量分数）/% |
| Cd | Zn | Te | 杂质含量，不大于(\*10-4) |
| 42.99±0.40 | 2.78±0.15 | 54.23±0.30 | Al | Si | S | Fe | Cu | Ca |
| 0.02 | 0.02 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 |
|  |
| Co | Mg | Na | Ni | Pb | 杂质总和 |
| 0.01 | 0.005 | 0.01 | 0.01 | 0.005 | 0.1 |

注：高能射线探测及成像材料用碲锌镉多晶的杂质总和为所列但不限于表中所列杂质元素实测值总和。

1.2物理规格

1.2.1碲锌镉多晶毛坯料具有无规则的形状和随机尺寸分布,其线性尺寸最大为100mm。

1.2.2碲锌镉块状多晶料的具体尺寸要求可由供需双方协商确定。

1.2.3碲锌镉柱状多晶料以Φ75mm×50mm的规格供货，其直径允许偏差≤5%。直径及长度如有其它要求，可由供需双方确定。

1.3

结构碲锌镉多晶料不允许片状或线状单质夹杂，可允许少量点状单质夹杂。夹杂平均数量应少于2个/cm2

1.4外观质量

1.4.1碲锌镉多晶料结构应致密、无裂纹。

1.4.2碲锌镉多晶料的外观应无色斑、变色及可见的污染物。

1.4.3碲锌镉多晶料外观为灰黑色，经过腐蚀后颜色亮白。

1.5试验方法

1.5.1碲锌镉多晶料化学成分碲量、锌量、镉量的仲裁分析方法参考GB/T xxxx 及YS/T 1227.1执行。

1.5.2碲锌镉多晶杂质成分的测定参考YS/T917 执行。

1.5.3碲锌镉多晶料的块状、棒状的尺寸及允许偏差用相应精度的量具测量。

1.5.4碲锌镉多晶料的表面质量用目视法。

1.5.5碲锌镉多晶料单质夹层可通过目视平整断面的方法检验，单质夹杂物为白色亮点。

1.5.6 碲锌镉多晶料经过腐蚀后的颜色评定的腐蚀方法： 使用UP级盐酸和硝酸配制成王水，将碲锌镉多晶料放入王水中腐蚀，直至表面白亮，取出后迅速用纯水冲洗干净。

**2** 主要的技术内容的制定依据

2.1 牌号的确认

根据讨论会议的建议，因为只有一种牌号，不对产品做牌号的规定。

2.1 化学成分的制定依据

2.1.1 高能射线探测及成像材料用碲锌镉多晶是用碲与镉、锌合成的，是碲化镉和碲化锌的混合物，其混合物的摩尔数构成式为Cd（1-x）ZnxTe,其中x=0.1±0.004。该构成形成碲锌镉晶体材料是最优性能高能射线探测及成像材料的晶体片。将材料中的摩尔数比换算成质量分数为Cd%=42.99%±0.20%、Zn%=2.78%±0.1%、Te%=54.23±0.15%，考虑到不能克服的检测误差，就形成如表1的Te、Zn、Cd的质量分数Cd%=42.99%±0.30%、Zn%=2.78%±0.15%、Te%=54.23±0.30%。

2.1.2 杂质成分的确定

碲锌镉多晶是由高纯碲、高纯镉、高纯锌合成的，对于高能射线探测及成像材料的窗口材料来说，材料的纯度越高越好，但受制于原材料纯度的获得及检测方面限制，特别是在由多晶进一步提纯为单晶时杂质成分会大部分被进一步除去，因而在物料中允许一定量的杂质存在是必要的、也是满足终端产品的质量要求的。在标准文本中之所以对Al、Si、Cu、S、Fe、Ca、Co、Mg、Tl、Ni、Pb做规定，主要是从四个方面予以考虑：A、因为该杂质的分凝系数和主体料的分凝系数接近1，如Al、Cu、Tl等杂质元素，通过拉晶很难有效去除的元素B、环境因素易带来的杂质如Ca、Fe、Mg、Si、Na等杂质元素，C、原料易带来的不易控制的杂质元素，如Co、Pb、Ca、Fe等元素，比如高纯镉碲中Pb相对为较难控制的杂质元素，D、对材料特性会有显著影响的杂质，如Li、Na、Mg、Si、S、Ca、Mn、Cu、Cr、Ga、Ag等元素对终端窗口产品的电阻率特性等均有显著影响。

在产品标准中对这些元素进行控制，如果这些元素达到了质量指标要求，其他的杂质元素自然就更可以满足要求。对这些元素进行控制，对相应的生产碲锌镉多晶的高纯碲、高纯镉、高纯锌进行了控制。尤其是规定了杂质要求对生产难度较大的高纯锌（6N以上）同样也提出来要求。再综合考虑某些杂质元素如Li、Ga不易的特点以及在拉晶时易于除去的特点，所以制定了如文本中的杂质要求。下表2是先导公司2020年生产的碲锌镉多晶料的典型杂质含量。

 表2 先导公司2020年多批碲锌镉多晶料杂质成分统计

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 单位 | 最小值 | 最大值 | 元素 | 单位 | 最小值 | 最大值 |
| Li | ppbw | <1 | <1 | Sr | ppbw | <1 | <1 |
| Be | <1 | <1 | Y | <1 | <1 |
| B | <1 | 2 | Zr | <1 | <1 |
| Na | <1 | 6 | Nb | <1 | <1 |
| Mg | 1 | 20 | Ru | <1 | <1 |
| Al | 9 | 18 | Mo | <1 | 2 |
| Si | <1 | 11 | Ag | <1 | 5 |
| P | 1 | 8 | In | <1 | 5 |
| S | <1 | 13 | Sn | <1 | 5 |
| K | <1 | 4 | Sb | <1 | 9 |
| Ca | <1 | 20 | Cs | <1 | <1 |
| Sc | <1 | <1 | Ba | <1 | 3 |
| Ti | <1 | <1 | La | <1 | <1 |
| V | <1 | <1 | Ce | <1 | <1 |
| Cr | 1 | <1 | Hf | <1 | <1 |
| Mn | 5 | 23 | W | <1 | <1 |
| Fe | 1 | 36 | Pt | <1 | <1 |
| Co | <1 | 1 | Au | <1 | 2 |
| Ni | <1 | 9 | Hg | <1 | 3 |
| Cu | <1 | <1 | Tl | <1 | 5 |
| Ga | <1 | <1 | Pb | <1 | 9 |
| As | 1 | 4 | Bi | <1 | 3 |
| Se | <1 | 3 | Th | <1 | <1 |
| Rb | <1 | <1 | U | <1 | <1 |

2.1.3 已发布的国家标准GB/T39160-2020《薄膜太阳能能电池用碲锌镉靶材》中将薄膜太阳能电池用碲锌镉靶材的杂质要求规定见下表3

 表3 薄膜太阳能用碲锌镉靶材化学成分要求

|  |  |
| --- | --- |
| 牌号 | 杂质含量，不大于（%） |
| BCZT-1 | Ag | Al | B | Bi | Ca | Cr | Fe | Mg |
| 0.0005 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 |
|  |  |  |  |
| Mn | Na | Ni | Pb | Se | Si | Sn | 杂质总和 |
| 0.0005 | 0.001 | 0.0005 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.01 |
| 注：表中杂质总和为包括且不限于表中所列杂质元素实测值之和。 |

2.2 结构要求的依据

 在文本中规定：碲锌镉多晶料应无氧化夹层和单质夹杂。因为碲锌镉多晶是有单质碲、单质镉、单质锌在高温条件下合成的，如果生产工艺或生产条件不满足要求，可能会出现氧化的现象或金属单质合成不完全的现象，所以要对这种材料的氧化夹层和单质夹杂的问题予以规定。之所以规定为无氧化夹层和无单质夹杂，是因为物料一旦有该缺陷，材料的特性是不能满足要求的。而且在生产条件及工艺控制中这种要求还是容易实现，并不是很苛刻的工艺和质量要求。

2.3 物理规格的确认依据

按照后端单晶的要求，对碲锌镉块状多晶料的物理规格做如下规定：具有无规则的形状和随机尺寸分布 ,最大为100mm，这些规格是多晶生产的主体规格状态，而这些状态都可以满足单晶制备的特征要求。市场主体所见的规格尺寸为块碎料和柱状料，其中柱状料的常见尺寸为Φ75mm×50mm，偏差是在供需双方商定的前提下提出的要求，5%的尺寸偏差是满足需求。也见一些无具体尺寸要求的柱状料需求，所以规格中加上“直径及长度如有其它要求，可由供需双方确定”。

2.4 外观质量的确认依据

2.4.1 碲锌镉多晶料是由单质碲、锌、镉气相合成沉积而生产获得的，也就是形成了碲化镉与碲化锌的熔融混合物，最后沉积而成了一种多晶料，其正常工艺生产的多晶料的产品特点是结构应致密、无裂纹、外观应无色斑、变色及可见的污染物，所以在标准文本中对此做了规定。

2.4.2 碲锌镉多晶料经过腐蚀后颜色应该亮白，因为该特征可以体现合格物料的致密性、均匀性，如果物料的两相构成分布有差异，腐蚀后的创面上会因为结构及组分的不均匀性而出现色差，不能完整的体现亮白的特征。因而在外观质量上加入此控制要求，可以更直观的体现多晶料的致密性和均匀性。

* 1. 试验方法的确认

2.5.1因为碲锌镉多晶料中化学成分碲量、锌量、镉量是材料的重要基础数据，所以要规定检测方法，文本中的仲裁分析方法参考GB/T xxxx 执行，该方法就是配套碲锌镉多晶料的主体成分测试方法而申请立项的。

2.5.2碲锌镉多晶杂质成分的测定参考YS/T917 执行，该方法是高纯镉的杂质辉光放电质谱法。完全满足碲锌镉多晶料中杂质成分的检测要求。

2.5.3碲锌镉多晶料的块状、棒状的尺寸及允许偏差用相应精度的量具测量，因为这些质量要求是一种宽尺度的要求，相应的量具满足测试要求。

2.5.4碲锌镉多晶料单质夹层可通过目视平整断面的方法检验，单质夹杂物为白色亮点，该方法可以直观发现单质夹层的存在。

2.5.5 碲锌镉多晶料经过腐蚀后的颜色评定的腐蚀方法： 使用UP级盐酸和硝酸配置成王水，将碲锌镉多晶料放入王水中腐蚀，直至表面白亮，取出后迅速用纯水冲洗干净，此方法是我公司在长时间的科技攻关中获得的经验方法，该方法可以很好的展现合格物料和不合格物料的基础特性差别。

* 1. 取制样的确认

2.6.1 碲锌镉多晶料化学分析仲裁样的采取和制备方法由供需双方商定，之所以规定为仲裁样由供需双方商定是因为在先导公司的实际工作中有锗类要求。

2.6.2 碲锌镉多晶料表面质量逐块（件）检验，这样的逐块（件）检验是一种很繁琐的检验手段，但碲锌镉多晶料的高要求及生产特性决定了在实际工作必须采用该方法检验。

2.6.3 晶料结构的检测按块（件）随机抽取10%样品，但不少于1片（件），用于测定，10%的取样量有足够的的代表性。

**五 标准水平**

本产品无类似的国际标准或国内标准，有两个与碲锌镉多晶料相关的下游产品标准《GJB 2652A-2004 红外探测器用碲锌镉单晶材料规范》及《GB T39123-2020 X射线和γ射线探测器用碲锌镉单晶材料规范》，还有一个同样是碲锌镉材料范围的国家标准GB/T39160-2020《薄膜太阳能能电池用碲锌镉靶材》。在标准评定中薄膜太阳能碲锌镉靶材标准评定达到国家先进水平，而在材料特性上评价，仅仅从杂质成分的比较，通过表1和表3的比较，高能射线探测及成像材料用碲锌镉多晶的要求是非常高的，这也体现了这种产品的特性的高要求，可以判断，整体上本标准的内容与要求达到国际先进水平。

**六、与现行相关法律、法规、规章及相关标准的协调性**

与现行相关法律、法规、规章及相关强制推荐的标准没有冲突。

**七、重大分歧意见的处理经过和依据**

无。

**八、作为强制性国家标准的建议**

 本标准建议不作为强制性标准，而建议作为推荐性国家标准。

**九、废止现行有关标准的建议**

 无。

**十、其它应予说明的事项**

无。