行业标准《红外及激光材料用硒化氢》

编制说明书

（讨论稿）

行业标准《红外及激光材料用硒化氢》起草小组

2023年3月12日

《红外及激光材料用硒化氢》行业标准

编制说明

**一、工作简况**

**1.1** **任务来源**

根据工信厅科函[2022]94号、2022-0084T-YS的文件要求，《红外及激光材料用硒化氢》行业标准的制定任务由安徽光智科技公司负责完成，标准修订参与单位为：成都中建材光电材料有限公司、广东先导稀材股份有限公司等，完成年限为2024年。

**1.2 立项目的与意义**

红外及激光材料用硒化氢是生产红外及激光材料硒化锌的基础化工原料，由硒和氢气反应生成制造而得到，然后由硒化氢和锌高温反应得到硒化锌。

目前红外激光技术已广泛应用于医疗、军事、工业、天文观测等领域。CO2激光器是目前输出功率达到最高的一种红外激光器之一，具有广泛的应用。用于制作CO2激光窗口、透镜等激光元件，如窗口、透镜与分光镜等元件对材料的基本要求是：

1）本身不吸收或很少吸收10.6 μm的光；

2)在实际使用的条件下吸收系数随温度的变化尽可能的小;

3）应具有较好的导热性，以便能有效地冷却元件以保障元件正常工作；

4）应具有一定的强度，尤其是窗口。

目前已能够制成CO2激光窗口并获得成功使用的红外透射材料主要有Ge、KCl、GaAs和ZnSe。其中Ge在使用中随着温度的增加吸收系数会明显增大，故不适用于大功率激光器，一般用于医疗用激光器(功率从几瓦到几十瓦)。KCl是吸收系数最小的，但由于Kcl的致命缺点是抗吸潮性差，易潮解而导致窗口迅速破坏，此外它的力学性能较差，这些在极大程度上限制了它的使用，故到目前为止还只是停留在实验室试制阶段。而GaAs的吸收系数较高，折射系数的温度系数又比较大，所以“热透镜效应”比较明显，而且GaAs不透可见光(0．76～0．39μm)，这就很大程度上抑制了它的使用范围。因此，目前使用最成熟的还是ZnSe晶体。

硒化锌主要用于高效发光二极管、8-14um波长红外高透过率光学材料、荧光剂、红外窗口材料、可见光外延光学材料、光通讯、显示器、传感器件、光学镀膜材料、ZnSe薄膜制成金属-半金属或金属-绝缘体-半导体结发光管。红外激光技术广泛应用于医疗、军事、工业、天文观测、电子产品等领域，已具备相当可观的市场规模和潜在的增长空间。随着我国国民经济的不断发展、国力的日益提高和人民物质文化生活水平的增长，必将带动红外激光技术的进一步普及应用，特别是在医疗保健、激光加工技术、先进武器装备等领域。因此，可以预计红外激光技术的发展将对ZnSe晶体材料的市场需求保持持续的增长。据国际权威机构预测，利用ZnSe晶体制作的远红外全反射镜，半反射镜，扩束镜，平场透镜，中红外镜片，平凸透镜，凸凹月牙切割透镜，镀金反射镜，圆偏振镜，扩束镜，平场透镜等光学部件的市场规模可达数十亿美元。我国正在从世界制造业大国向制造业强国转变，大量先进的工业制造技术，如激光切割、焊接以及红外测控等技术将不断推广应用。面对日益复杂多变的周边国际局势，亟需提升我国的国防装备技术水平，其中红外晶体材料制备和加工技术是一项重要的基础保障。

生产硒化锌时的原料为硒化氢和锌，其中锌是一种常规产品，而硒化氢则是一种生产难度和质量要求均很高的产品，可以说硒化锌的产品质量完全取决于硒化氢的生产能力。在以前我国长期不能规模化生产高质量的硒化锌的原因就是因为不能规模化生产高质量的硒化氢。随着我国的社会发展和科技进步，我国已成为全球可以规模化生产高质量硒化氢的国家之一，甚至随着我国切入该领域，我国已成为全球最大的硒化氢生产国家。

在国家标准委《2022年全国标准化工作要点》中提出：国家标准委开展国家高端装备标准化试点，制定高端装备和关键零部件基础共性标准，优化制造业高端化标准体系，分领域实施新产业标准领航工程，进一步健全战略性新兴产业标准体系，重点在生物技术、新能源、新材料、增材制造、基础化工原料和高端专用化学品等领域研制一批领航标准，规范和引领新产业健康发展。红外及激光材料用硒化氢既是是一种基础化工原料，同时也是一种高科技新材料。红外及激光材料用硒化氢的生产能力、技术水平、质量水平的高低决定了硒化锌生产技术水平的高低，在一定程度上也决定了我国在红外及激光技术领域的技术水平。

制定《红外及激光材料用硒化氢》产品行业标准，是配合国家发布的《信息产业科技发展“十一五”规划和2020年中长期规划纲要》（以下简称《纲要》），提出来重点发展电子技术材料和光电探测技术”的发展要求，红外及激光材料用硒化氢产业的发展，符合国家的政策导向，将对国家工业转型导向的调整起到良好的示范作用，制定《红外及激光材料用硒化氢》国家标准，可以从标准层规范指导红外及激光材料用硒化氢的生产与销售，能给供需双方在贸易过程中发生质量异议时提供仲裁依据。

安徽光智科技有限公司是激光材料用硒化氢的主要供应商也是红外及激光材料硒化锌的生产商，安徽光智科技有限公司有条件和能力完成该国家标准的制定工作。

**1、3 项目承担单位概况**

1.3.1安徽光智科技有限公司

安徽科技有限公司成立于2018年12月，注册资金9亿元人民币，是上市公司光智科技[300489]的控股公司，位于安徽省滁州市琅琊区，占地面积110亩。主要从事红外光学材料及元器件、激光材料和元器件、探测器芯片及无器件、晶体材料和医疗探测元器件等产品研制、生产、技术服务和销售，广泛应用于红外热成像、激光雷达、输助驾驶、航空器、边防安防、工业加工等领域。其中红外、激光材料主要包括锗、硒化锌、硫化锌、硫系玻璃、硅、红外级砷化镓、LYSO晶体、YAG晶体、CZT晶体和BGO晶体，各类产品均可按客户要求定制。公司产品应用于镜头、红外传感器、辐射探测器、激光器、等产品的全产业生产技术，涉及生物医疗、车载、安防监控、人工智能等诸多领域；公司拥有硒化氢完整的制备技术，公司有效专利申请472项，其中获得授权专利186项，包括发明专利25项，实用新型专利157项，外观设计专利4项。

1.3.2 成都中建材光电材料有限公司

1.3.3 广东先导稀材股份有限公司

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，公司有多项产品如半导体砷化镓、ITO靶材、碲锌镉靶材均是填补了国家战略新型材料空白的产品。

**1.4 主要工作过程**

**1.4.1 预研阶段**

硒化锌和硒化氢均是安徽光智科技公司的生产产品，其产量均据全球领先地位。硒化锌产品标准已由安徽光智科技公司制定，对规范市场和促进行业升级和腾飞起到了很好的促进作用；与此同时，在进行硒化氢的生产和贸易中，起草单位也深刻认识到制定《红外及激光材料用硒化氢》的重要性，公司总结归纳了硒化氢的应用和市场要求，对制定《红外及激光材料用硒化氢》标准的必要性及标准的相关内容和要求及政策支持等做了预先的策划，确定了安徽光智科技公司向有关部门申请制定《红外及激光材料用硒化氢》标准的工作思路和目标要求。

**1.4.2 标准立项**

2021年12月，半导体材料及设备标准化技术委员会年会在昆明召开，安徽光智科技公司在会上提交了行业标准《红外及激光材料用硒化氢》的制定申请，在会上提交了标准项目提交全体委员会议讨论，经过充分的讨论和认证，同意由安徽光智科技公司起草制定该标准，并上报工业与信息化部申请立项，2022年4月工信部以工信厅科函〔2020〕263号2020-1513T-YS的文件同意安徽光智科技公司起草制定《红外及激光材料用硒化氢》。

**1.4.3 起草阶段**

2022年5月，安徽光智科技公司召开《红外及激光材料用硒化氢》行业标准起草制定第一次工作会议，成立了《红外及激光材料用硒化氢》行业标准制定工作小组，确认了小组成员和各自的工作职责，形成了标准制定工作的初步认识。2022年7月，行业标准制定工作小组进行了第二次工作会议，对依据各自整理收集归纳的与标准制定相关的资料和内容形成的草案进行了充分的讨论，在此基础上最终形成了征求意见稿。

**1.4.4 征求意见阶段**

标准制定工作小组将征求意见稿发送给了相关的单位，发送的单位有有色金属技术经济研究院、广东科学院工业分析中心、韩国xx公司、清远先导科技有限公司等，工作小组根据意见，对标准进行修改和完善，形成了《红外及激光材料用硒化氢》标准（讨论稿）及《红外及激光材料用硒化氢》编制说明（讨论稿）。

**二、标准修订编制原则**

**2.1** 红外及激光材料用硒化氢产品的主要用途为生产制造硒化锌，所以该标准的制定内容主要要围绕硒化氢的生产要求及民族生产硒化锌的生产要求而进行。而且在标准制定过程中不仅仅满足这些要求，还要充分体现行业的特点如产品及产品应用端的高端材料特性、危险品气体的产品特性、测试要求的特性、绿色生产硬性要求等

**2.2** 《红外及激光材料用硒化氢》标准是推荐性行业标准，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。

**2.3** 《红外及激光材料用硒化氢》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，准确反映国内外硒化锌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硒化锌提供规范的市场和生产标准要求。

**2.4** 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，国际上还没有该产品的类似标准，除了民用领域外，该产品是现代科技尤其是军事军工领域不可或缺的高科技产品，对军队全天候战场感知和信息获取都起重要作用，该标准的制定天然具备国际先进水平属性，争取该标准完成后可以达到国际先进水平。

**三、 标准制定的主要内容和制定订依据**
**3.1 技术要求的主要内容及制定的依据：**

**3.1.1 本标准的主要技术内容**

本标准结合我国行业内硒化氢的实际生产和使用情况，考虑硒化氢的发展和行业现状制定而成。本标准内容涵盖硒化氢的技术要求、测试方法、检验规则等方面内容。其应用包括红外及激光材料用硒化氢气体要求。综合考虑当前国内硒化氢的生产水平和用户使用要求的变化，化繁就简，抓主要关键指标，以追求经济合理性和可操作性，同时力图客观准确地反映出近几年国内产品技术水平和应用水平的提高。本标准的最主要技术指标如下表1：

表1 技术要求（单位：%）

|  |  |
| --- | --- |
| 硒化氢(H2Se)纯度（体积分数）/10-2 | 99.995 |
| 氧（O2)含量(体积分数)/10-6， | 5 |
| 氮（N2）含量(体积分数)/10-6 | 5 |
| 一氧化碳含量(体积分数)/10-6 | 5 |
| 二氧化碳含量(体积分数)/10-6 | 5 |
| 总烃（以甲烷计）含量(体积分数)/10-6 | 1 |
| 硫化氢（H2S）含量(体积分数)/10-6 | 10 |
| 水（H2O）含量(体积分数)/10-6 | 10 |

**3.1.2 技术内容制定依据**

3.1.2.1制定氧（O2)含量的要求的依据时因为在生产硒化氢的过程中氧气是生产过程中的环境影响因素，在产品使用生产硒化锌是，氧气会和锌反应生成氧化锌，造成硒化锌的杂质的引入甚至从根本上影响硒化锌的生产，使用制度了氧气的限量要求，根据生产实际情况，以低于5\*10-6为宜。

3.1.2.2 制定氮气的限量要求是因为空气中含有大量的氮气，氮气是生产硒化氢时的环境气体，而且在生产硒化锌时氮气会对沉积物产生脆性和颜色的很大影响，虽然在生产硒化氢时有严格环境隔离措施和要求，但也需要在产品制定相应的要求，根据生产实际情况，以低于5\*10-6为宜。

3.1.2.3 一定量的一氧化碳和二氧化碳会在生产硒化锌时对产品有严重影响，会产生置换反应的碳，而碳对硒化锌沉积物产品有重大质量影响，所以需要制定相应的要求，根据实际情况制定要求为小于5\*10-6。

3.1.2.4标准中的总烃（以甲烷计）含量(体积分数)规定为小于1\*10-6，是因为一定量的有机物（以烃类计）的存在会在生产硒化锌时导致硒化锌沉积物的碳析和龟裂，对硒化锌晶粒尺寸影响也很大，也会影响透射率及折射率等光学性能的要求，对物理性能如硬度影响也较大。所以产品对总烃做了严格的限量要求，其要求按照测试要求的检出限量1\*10-6为产品质量要求。

3.1.2.5 标准中规定硫化氢的限量要求为10\*10-6，之所以规定相关要求是因为硫化氢在生产硒化锌时会生成硫化锌，虽然硫化锌也是红外材料，但硒化锌中含有一定量的硫化锌杂质是对产品的各项性能指标均会产生较大影响，如对硒化锌光吸收系数的影响就非常大，因此在标准中对该指标做了相关要求。

3.1.2.6 标准中对水分也做了相关要求，是因为产品中含有一定量的水分会在生产硒化锌产品时高温水分子会和锌蒸汽反应，导致产品的性能受到严重影响，，根据实际情况制定要求为小于10\*10-6。

**3.2 试验方法的主要内容及制定依据**

**3.2.1 试验方法的主要内容**

3.2.1.1硒化氢中氧气、氮气、总烃（以甲烷计） 、一氧化碳、二氧化碳、硫化氢的测定方法：

测试仪器 采用配备氦离子化检测器的气相色谱仪 检测限：0.1 × 10-6（体积分数）

测试原理 ；以高纯氦经净化后作载气，采用配备氦离子化检测器的气相色谱仪，色谱柱利用各杂质气体在流动相和固定相的两相间分配系数的不同，先后洗脱进入DID检测器，DID检测器通过高能光激发He分子，使其变为具有较高能级的He+离子。然后由氦离子与来自色谱柱的载气以及已经分离的杂质分子发生碰撞，产生了与浓度成正比的电流，对应电流信号被极化电极集，经过色谱工作站处理后得到相应的谱峰，通过外标法定量形成分析报告并输出。

 测试项目和条件：

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  测试项目测试条件 | 氮气 | 氧气 | 总烃（以甲烷计） | 一氧化碳 | 二氧化碳 | 硫化氢 |
| 载气 | He | He | He | He | He | He |
| 辅助气 | N2 | N2 | N2 | N2 | N2 | N2 |
| 色谱柱 | 同总烃 | 同总烃 | 1MX1/8不锈钢管材质的SILICA GEL柱子，3MX1/8不锈钢管材质的MOL-SIEVE 5A柱子、1MX1/8不锈钢管材质的HAYESEP D柱子 | 同总烃 | 同总烃 | 1MX1/8不锈钢管材质的HAYESEP D柱子 |
| 气体标准样品 | 1.5x10-65.0x10-6 | 1.5x10-65.0x10-6 | 2.0x10-65.0x10-6 | 2.0x10-65.0x10-6 | 2.0x10-65.0x10-6 | 5.0x10-610.0x10-6 |

3.2.1.2 水分含量的测定方法：

测试仪器：露点仪MICHELL MDM300（防爆型）完成对硒化氢中水含量的测定，仪器检测限：0.1x10-6（体积分数）。

测试原理：MICHELL陶瓷基底的氧化铝湿度传感器采用亲水性材料或憎水性材料作为介质，构成电容或者电阻，在含水分的气体流经后，介电常数或电导率发生相应变化，测出当时的电容或者电阻，就能知道当时的水分含量。

**3.2.2 试验方法的制定依据：**

 以上测定方法是相应气体杂质及水分测定的行业通行要求，在生产实际和贸易实际中得到认可和供需双方的确认，满足行业要求。

**3.3 安全警示的主要内容及制定依据**

**3.3.1 安全警示的主要内容**

 本标准有和一般标准不含有的安全警示内容，其内容见标准文本。

**3.3.2 制定安全警示的依据**

硒化氢在常温常压下为无色有毒气体，在干燥空气中稳定，于160℃分解成H2和Se；在潮湿空气中可分解成硒；在空气中燃烧时发出青色火焰，并生成SeO2白色粉末；如果空气供给不充分，则析出单体硒；与硝酸激烈反应，也和氧化物猛烈反应，且有火灾及爆炸的危险；与烷基卤化物形成复盐；能与橡胶中的硫磺作用使橡胶变质；自催化性强，一旦分解形成金属覆盖膜，则急速分解。所以硒化氢的容器、管道的内表面应清洁平滑；能溶于水、二硫化碳和光气；溶于水形成化合物，水溶液呈弱酸性，形成较大毒性的硒离子溶液。

鉴于硒化氢的以上特点，所以在标准文本中特别加以安全警示及内容要求。

**四、标准中涉及专利的情况**

本标准中未涉及专利问题。

**五、预期达到的社会效益等情况**

本标准作为我国红外及激光材料用硒化氢起草的行业标准，其中的内容主要确定了硒化氢纯度、氮含量、氧含量、一氧化碳含量、二氧化碳含量、总烃含量、硫化氢含量、水含量、等性能指标。在标准制定过程中，调研了我国主要的硒化氢生产企业，参照国内其他行业的标准，进一步规范了国内硒化氢的产品技术指标，使制定的标准具有充分的先进性、科学性、广泛性和应用性，完全满足国内外客户、市场及我国硒化氢产品进出口需求，有利于提高我国硒化氢产品的国际竞争力。

**六、采用国际标准和国外先进标准的情况**

本标准制定过程中未采用国际标准或国外先进标准。

**七、与现行相关法律、法规、规章及相关标准协调配套情况**

本标准属于红外及激光材料标准体系中的标准，本标准制定时，要求全面、准确、科学、合理。标准的格式和表达方式等方面完全执行了现行的国家标准和有关法规，符合GB/T 1.1—2020的有关要求。本标准与现行的相关法律、法规、规章及相关标准协调一致。

**八、重大分歧意见的处理经过和依据**

无。

**九、标准性质的建议说明**

本标准建议作为推荐性行业标准发布实施。

**十、贯彻标准的要求和措施建议**

1、首先应在实施前保证标准文本发布后链接渠道畅通，使每个硒化氢生产企业、供应厂家及客户都能及时获得本标准，这个是保证标准贯彻实施的基础。

2、本次制定的《红外及激光材料用硒化氢》标准，不仅与材料生产企业有关，而且与相关科研院所、检测机构有关。对于标准使用过程中出现的疑问，起草单位有义务进行解释。

3、可以针对标准使用的不同对象，有侧重点的进行标准培训和宣贯，以保证标准的贯彻实施。

**十一、废止现行有关标准的建议**

无。

**十二、其它应予说明的事项**

无。

**行业标准 《红外及激光材料用硒化氢》编制小组**

 **2023.3.12**