**稀土行业标准《闪烁晶体用高纯无水稀土溴化物》预审稿**

**编制说明**

**一、工作简况**

**（一）任务来源**

根据国家标准委、工业和信息化部下达的有关标准制修订计划的通知，以及2023 年稀土标委会工作安排，2023年第四次稀土标准工作会议正式下达《闪烁晶体用高纯无水稀土溴化物》行业标准制定项目计划，标准计划号为2023-0087T-XB，完成年限为2025年。本文件由全国稀土标准化技术委员会（SAC/TC 229）提出并归口，由有研稀土新材料股份有限公司、天津包钢稀土研究院有限责任公司、雄安稀土功能材料创新中心有限公司、包头稀土研究院，北京玻璃研究院有限公司、江苏布拉维光学科技有限公司、厦门中烁光电科技有限公司、国合通用测试评价认证股份有限公司、哈尔滨工业大学、厦门稀土材料研究所、赣州稀土矿业有限公司、国瑞科创稀土功能材料（赣州）有限公司、内蒙古中科蒙稀新材料有限责任公司等多家单位共同参与起草。

**（二）****主要参加单位和工作成员及其所做的工作**

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”）负责组织标准调研、验证、标准起草、预审、审定报批工作。有研稀土是2001年由中国有研科技集团有限公司（原北京有色金属研究总院）作为主发起人对“稀土国家工程研究中心”进行整体改制而设立的股份公司，有研稀土新材料股份有限公司（简称有研稀土）隶属于中央企业中国有研科技集团有限公司，是国家高新技术企业、国家企业技术中心，拥有国内稀土领域唯一的国家工程研究中心：稀土国家工程研究中心。其前身1952年开始稀土研究，是我国最早从事稀土研究开发的单位之一，也是我国稀土工业技术的主要发源地。有研稀土一直积极参与标准的制修订工作，牵头/参与制定了《高纯金属铽》、《高纯金属镝》、《高纯金属镱》、《金属钬》、《氟化镝》、《氟化钕》、《稀土术语-稀土金属及合金》、《稀土术语-稀土矿产品及化合物》、《快淬钕铁硼永磁粉》、《粘结钕铁硼永磁材料》、《钕铁硼速凝薄片合金》等多项稀土国际标准/国家标准/行业标准。多次参与制修订国务院新闻办《中国的稀土状况与政策》白皮书，工信部《稀土行业发展规划（2016-2020年）》、《稀土行业规范条件》、科技部《稀土化合物及金属技术发展战略研究报告》，中国工程院科技咨询项目《稀土功能材料及应用发展战略研究》等稀土政策以及重点报告，为稀土行业发展献言献策。

标准参与起草单位由天津包钢稀土研究院有限责任公司、雄安稀土功能材料创新中心有限公司、包头稀土研究院，北京玻璃研究院有限公司、江苏布拉维光学科技有限公司、厦门中烁光电科技有限公司、国合通用测试评价认证股份有限公司、哈尔滨工业大学、厦门稀土材料研究所、赣州稀土矿业有限公司、国瑞科创稀土功能材料（赣州）有限公司、内蒙古中科蒙稀新材料有限责任公司等多家单位组成，涵盖了国内闪烁晶体用高纯无水稀土溴化物生产、应用优势单位，为本标准的制定提供了良好的技术内容支撑。

本标准共同起草单位及参与标准制定人的情况见表1。

表1 主要起草人及工作职责

| 单位名称 | 工作职责 |
| --- | --- |
| 有研稀土新材料股份有限公司 | （1）牵头制定《闪烁晶体用高纯无水稀土溴化物》行业标准，负责项目任务的组织管理、落实和执行等；（2）成立《闪烁晶体用高纯无水稀土溴化物》行业标准项目编制小组，组织标准技术内容讨论；（3）收集汇总各标准参与单位和行业内容各专家代表的意见，负责编制《闪烁晶体用高纯无水稀土溴化物》标准征求意见稿、编制说明等文件；（4）调研闪烁晶体用高纯无水稀土溴化物的应用情况及其技术要求；（5）负责完成标准报批文件。 |
| 天津包钢稀土研究院有限责任公司、雄安稀土功能材料创新中心有限公司、包头稀土研究院，北京玻璃研究院有限公司、江苏布拉维光学科技有限公司、厦门中烁光电科技有限公司、国合通用测试评价认证股份有限公司、哈尔滨工业大学、厦门稀土材料研究所、赣州稀土矿业有限公司、国瑞科创稀土功能材料（赣州）有限公司、内蒙古中科蒙稀新材料有限责任公司 | （1）提供各单位有关闪烁晶体用高纯无水稀土溴化物的生产情况、产品技术指标，以及产品的应用情况；（2）参与标准技术内容的讨论并给出技术意见反馈；（3）积极参与稀土标委会组织的预审会、审定会，协助标准牵头单位共同完成标准的预审、审定和报批工作。 |

**（三）研制背景**

**1、项目的必要性简述**

以LaBr3:Ce、CeBr3、Cs2LiLaBr6:Ce（CLLB）为代表的新型高性能稀土卤化物闪烁晶体是当前无机闪烁材料的发展前沿，具有重要的应用价值和良好的市场前景，特别是在国防军工、深海深空探测前沿科学工程领域具有重大应用，入选重点新材料首批次应用示范指导目录（2019版）。法国Saint-Gobain公司、德国Hellma Materials公司在国际上实现了LaBr3:Ce、CeBr3、CLLB晶体的量产，并占据了绝大部分市场份额。国内北京玻璃研究院、河北华凯龙科技有限公司等近年来也先后推出了相应的LaBr3:Ce、CeBr3晶体产品，市场整体处于快速发展阶段，对晶体生长用溴化镧、溴化铈等高纯无水稀土溴化物原料的需求逐年增加。由于稀土溴化物极易潮解，晶体生长用高纯无水原料的制备较为困难，过去长期依赖进口。有研稀土于2016年国内率先突破闪烁晶体用高纯无水溴化镧、溴化铈等多种稀土卤化物的批量制备技术，并建成首条中试生产线。相关产品自2017年起实现了批量生产和销售，累计已实现销售超过2吨，获得了国内外客户的广泛认可。但目前行业内对于闪烁晶体用高纯无水溴化镧、溴化铈没有统一的产品标准，对其产品质量的认定特别是微量水、氧杂质的检测也没有统一的方法，造成市场上稀土卤化物产品质量良莠不齐，阻碍了LaBr3:Ce、CeBr3等稀土卤化物闪烁晶体新材料产业的健康发展，亟待予以规范。

目前LaBr3:Ce、CeBr3、CLLB晶体主要用于国防军工、尖端科学仪器等高端领域，全球市场规模约3000万美元，国内市场约3000万元。随着LaBr3:Ce、CeBr3、CLLB晶体生长技术的进一步成熟和下游应用的扩展，其有望替代NaI:Tl、CsI:Tl、BGO、LYSO等传统闪烁晶体，在PET、SPECT等核医学领域以及安全检查、环境监测、石油测井等诸多领域获得应用，推动相关领域的技术升级和高质量发展，具有显著的经济价值。同时，由于LaBr3:Ce、CeBr3、CLLB晶体主要利用La、Ce等轻稀土资源，其发展也将有力促进我国稀土资源的平衡利用和轻稀土资源的高值化利用。

我国虽然是稀土资源大国，但在高性能稀土闪烁晶体领域一直与欧美发达国家存在较大差距。当前，我国在以LaBr3:Ce、CeBr3为代表的新一代高性能稀土卤化物闪烁晶体材料领域已经建立了较完整的产业链，基本打通了从高纯无水原料制备、大尺寸单晶生长到下游应用器件的关键技术通道，业已具备制订相关产品标准的条件。制订本标准将有助于规范、引导我国闪烁晶体用高纯无水LaBr3、CeBr3原料的生产和应用，从而支持、推动我国LaBr3:Ce、CeBr3、CLLB等高性能稀土卤化物闪烁晶体材料及其下游应用产业的发展，缩小与国际领先水平的差距。

**2、项目的可行性简述**

项目牵头单位和参与单位涵盖了国内主要的闪烁晶体用高纯无水稀土溴化物生产单位和使用单位，建立了闪烁晶体用高纯无水稀土溴化物的完整生产工艺及生产线，同时为闪烁晶体用高纯无水稀土溴化物建立了较完善的工艺操作制度和分析检测制度，为标准技术指标的合理设定提供了良好的基础。此外，项目牵头单位有研稀土新材料股份有限公司成立20多年来一直积极参与标准的制修订工作，牵头/参与制定了《氟化镝》、《氟化钕》、《稀土术语-稀土金属及合金》、《稀土术语-稀土矿产品及化合物》、《快淬钕铁硼永磁粉》、《粘结钕铁硼永磁材料》、《钕铁硼速凝薄片合金》、《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，具备承担标准制修订任务的能力。

**（四）主要工作过程**

**1、起草阶段**

根据任务落实会议精神，有研稀土牵头组建了《闪烁晶体用高纯无水稀土溴化物》编制工作组，建立了相应工作交流群，成员涵盖了项目牵头单位和参与单位生产部门、质管办、市场部技术人员。主要进行了如下工作。

1. 确立了《闪烁晶体用高纯无水稀土溴化物》行标起草遵循的基本原则；
2. 对生产、使用厂家进行调研取样、收集资料；
3. 查阅相关标准；
4. 确定产品主要技术内容；
5. 确定建立仲裁方法；
6. 对产品进行分析测试；
7. 根据测试数据确定技术指标取值范围；
8. 编写征求意见稿等文件。
9. 咨询生产厂家及用户，认真听取了用户和专家对产品的意见，汇总后编写征求意见稿。

**2、征求意见阶段**

2023年9月，牵头单位通过邮件、微信工作群等方式向标准参与起到单位及其他相关单位发出《闪烁晶体用高纯无水稀土溴化物》征求意见稿。本标准发送《征求意见稿》的单位数16个，回函的单位数14个，函并有建议或意见的单位数7个。具体意见见汇总表。

**3、预审阶段**

 **。。。**

**4、审定阶段**

 **。。。**

**5、报批阶段**

二、标准编制原则、主要内容及其确定依据

1、本标准起草过程中遵循以下原则

（1）本标准是根据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》和GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的要求进行编写的；

（2）充分满足市场要求的原则；

（3）避繁就简的原则；

（4）有利于创新发展的原则。

2、主要技术内容及其确定的依据

2.1主要技术内容

（1）范围

本文件规定了闪烁晶体用高纯无水稀土溴化物的技术要求、试验方法、检测规则与包装、标志、运输、贮存和质量证明书。

本文件适用于高纯无水稀土溴化物的生产和使用，主要用于闪烁晶体材料领域。

（2）产品分类

高纯无水稀土溴化物主要分为高纯无水溴化镧和高纯无水溴化铈。高纯无水溴化镧产品按化学成分分为LaBr3-4N-SC、LaBr3-5N-SC两个牌号，高纯无水溴化铈产品按化学成分分为CeBr3-4N-SC、CeBr3-5N-SC两个牌号，牌号中的“SC”字母为闪烁晶体英文名称Scintillation Crystal的首字母缩写，代表产品应用领域为闪烁晶体领域。牌号表示方法应符合GB/T 17803的规定。

（3）技术要求

高纯无水溴化镧、溴化铈产品的化学成分应分别符合表1和表2的规定。需方如有特殊要求，供需双方可另行协议。

**表1 高纯无水溴化镧化学成分**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 产品牌号 | LaBr3-4N-SC | LaBr3-5N-SC |
| 化学成分（质量分数）/% | La2O3/REO | ≥99.99 | ≥99.999 |
| 稀土杂质/REO  | Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu、Sc、Y | 总量≤0.01，各单一稀土≤0.001 | 总量≤0.001，各单一稀土≤0.0002 |
| 非稀土金属杂质 | Li、Na、K、Rb、Cs、MgCa、Sr、Ba、Al | 总量≤0.002，各单一杂质≤0.001 | 总量≤0.001，各单一杂质≤0.0005 |
| Ga、In、Ge、Sn、Pb、Ti、V、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、Zn、W、Cd | 总量≤0.001，各单一杂质≤0.0005 | 总量≤0.0005，各单一杂质≤0.0002 |
| 非金属杂质 | F、Cl、I、Si、S、P | 总量≤0.002，各单一杂质≤0.001 | 总量≤0.001，各单一杂质≤0.0005 |
| 水、氧杂质 | H2O | ≤0.001 | ≤0.001 |
| O | ≤0.01 | ≤0.005 |

**表2 高纯无水溴化铈化学成分**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 产品牌号 | CeBr3-4N-SC | CeBr3-5N-SC |
| 化学成分（质量分数）/% | CeO2/REO | ≥99.99% | ≥99.999% |
| 稀土杂质/REO  | La、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu、Sc、Y | 总量≤0.01，各单一稀土≤0.001 | 总量≤0.001，各单一稀土≤0.0002 |
| 非稀土金属杂质 | Li、Na、K、Rb、Cs、MgCa、Sr、Ba、Al | 总量≤0.002，各单一杂质≤0.001 | 总量≤0.001，各单一杂质≤0.0005 |
| Ga、In、Ge、Sn、Pb、Ti、V、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、Zn、W、Cd | 总量≤0.001，各单一杂质≤0.0005 | 总量≤0.0005，各单一杂质≤0.0002 |
| 非金属杂质 | F、Cl、I、Si、S、P | 总量≤0.002，各单一杂质≤0.001 | 总量≤0.001，各单一杂质≤0.0005 |
| 水、氧杂质 | H2O | ≤0.001 | ≤0.001 |
| O | ≤0.01 | ≤0.005 |

外观质量上，产品为白色粉末或沙状颗粒，粒径均匀，洁净，无目视可见的夹杂物。

（4）试验方法

稀土总量（REO）的分析参照GB/T 14635的规定进行。稀土杂质含量的分析参照GB/T 18115.1和GB/T 18115.2的规定进行。非稀土杂质（水、氧杂质除外）含量的分析参照GB/T 12690的规定进行。

水杂质的分析参照GB/T 11133的规定，使用卡式炉联用的卡尔费休库仑法滴定仪，采用水分蒸发器间接滴定法进行。精确称量1-2g高纯无水稀土溴化物样品于专用密封安培瓶中，放入卡式炉中加热，加热温度为240±5℃，样品所释放的水分通过干燥惰性载气导入滴定池进行库仑滴定。分析设备整体或进样系统应置于惰性气氛环境（水、氧含量不高于0.0001%）中，所用密封安培瓶、载气管路保持充分干燥，同时所有称量、进样操作均在该惰性气氛环境中进行。

氧杂质的分析参照GB/T 12690.4的规定进行，氧分析设备整体或进样系统应置于惰性气氛环境（水、氧含量不高于0.0001%）中，同时所有称量、进样操作均在该惰性气氛环境中进行。

2、主要技术依据

闪烁晶体广泛应用于核医学、高能物理、安全检查、环境监测、石油测井、地质勘探、工业检测等领域，具有重要的社会和经济价值。全球每年需求超过300吨，价值约4亿美元，带动下游产值超千亿元。LaBr3:Ce、CeBr3、Cs2LiLaBr6：Ce（CLLB）等晶体是新一代高性能稀土闪烁晶体的代表，具有高光产额、高能量分辨率、快衰减等优异性能，CLLB晶体还可实现中子-伽马的多模探测，性能全面优于传统的NaI:Tl、CsI:Tl等晶体，因而在核医学等各种领域都有极佳的应用前景，是当前国际无机闪烁晶体材料领域的产业发展重点。高性能稀土卤化物闪烁晶体的发展，对LaBr3、CeBr3等高纯无水稀土溴化物原料产生了迫切需求，但由于LaBr3、CeBr3原料本身极易吸潮，其制备十分困难。过去晶体用高纯无水原料主要由美国Sigma-aldrich和美国APL公司垄断，国内长期依赖高价进口。

本标准起草单位通过技术开发、产品分析、对标分析与市场调研相结合的手段，科学确定了闪烁晶体用高纯无水稀土溴化物的关键特性和关键参数，规范了指标评价体系。一是对其化学成分进行了详细规定，除规定稀土含量、非稀土杂质等基本参数外，重点结合单晶生长实际应用要求，严格限定了稀土溴化物的水含量和氧含量。二是对各种杂质的化学分析方法进行了规范，特别是针对水、氧微量杂质的分析困难，重点对其定量分析方法进行了明确。水杂质分析方面，采用经典的卡尔费休库仑滴定法进行水含量测定，但由于稀土溴化物与卡尔费休试剂存在副反应，直接进样无法得到测试终点，项目组选择使用卡式炉联用的卡尔费休库仑法滴定仪，采用水分蒸发器间接滴定法进行分析，并基于实验优化，确定样品使用量以1-2g为宜，以兼具测试精密度和效率；确定卡式炉加热温度为240±5℃，即保证结晶水充分脱除，又有效避免样品水解造成测试偏差。氧杂质的分析采用惰气熔融红外吸收法，但对进样环境进行了明确，氧分析设备整体或进样系统应置于惰性气氛环境（水、氧含量不高于0.0001%）中，同时所有称量、进样操作均在该惰性气氛环境中进行，以有效避免进样过程中样品暴露空气所带来的测试误差。

三、预期达到的社会效益

本标准方法的建立可有效规范闪烁晶体用高纯无水稀土溴化物原料的生产，指导促进其产品质量的提升，进而有力支撑LaBr3:Ce、CeBr3、CLLB等高性能稀土卤化物闪烁晶体产业的发展，具有显著的社会和经济效益。

《闪烁晶体用高纯无水稀土溴化物》标准为首次制定，规定了闪烁晶体用高纯无水稀土溴化物的分类、技术要求、试验方法、检验规则等内容，其技术指标已达到国际先进水平，满足了闪烁晶体应用要求。本文本起草单位包含了国内闪烁晶体用高纯无水稀土溴化物的优势生产单位和主要应用单位，内容全面、详实，条款清晰，可操作性强，有效提升了我国在高纯无水稀土卤化物基础材料领域的国际竞争力，可为我国高性能稀土闪烁晶体等新材料产业的发展提供坚实的物质保障，对促进我国经济发展和科技进步具有现实和长远的战略意义。

四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况

欧美国家在高性能稀土卤化物闪烁晶体材料及其高纯原料方面长期占据国际主导地位，技术水平领先我国10年以上。法国Saint-Gobain公司、德国Hellma Materials公司基本垄断了LaBr3:Ce、CeBr3、CLLB晶体的国际市场，晶体尺寸和性能指标遥遥领先。美国Sigma-Aldrich公司、APL公司等则基本垄断了闪烁晶体用高纯无水LaBr3、CeBr3等原料的国际市场，其产品纯度可达5N。国内北京玻璃研究院、河北华凯龙科技有限公司、江苏布拉维光学科技有限公司等近年来先后实现了LaBr3:Ce、CeBr3晶体的产业化，技术水平得到了快速提升，相关产品在国防安全、深空探测等重大工程实现了规模应用，虽然产品指标离Saint-Gobain最高水平仍有一定差距，但总体技术水平已达到国际先进水平，国内市场占有率达到60%以上。闪烁晶体用高纯无水稀土溴化物原料方面，有研稀土于2016年国内率先突破其批量制备技术并建成首条中试生产线，相关产品自2017年起实现了批量生产和销售，产品纯度达到进口同等水平，迄今累计已实现销售超过2吨，获得了国内外客户的广泛认可。天津包钢稀土研究院有限责任公司等企业也实现了相关产品的产业化。目前国产高纯无水稀土溴化物原料已获得下游晶体生产企业的充分认可，国内市场占有率达到80%以上，整体技术水平达到国际先进水平。

五、采标情况，以及是否合规引用或采用国际国外标准

经查，本标准的制订与现有的标准及制订中的标准协调配套，无重复交叉现象。

六、与有关法律、法规的关系

本标准本文件按照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。本标准与现行法律、法规和相关标准相协调、无冲突。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

无重大分歧。

八、涉及专利的有关说明

本标准未涉及相关知识产权。

九、贯彻标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议

发布后需要撰写宣贯推广材料，可以选择公众号、网站或其他方式进行宣贯推广。

十、其他应当说明的事项

无。

《闪烁晶体用高纯无水稀土溴化物》标准编制工作组

2024年 3月 7 日