T/CNIA

中 国 有 色 金 属 工 业 协 会

 中 国 有 色 金 属 学 会 发布

200×-××-××实施

200×-××-××发布

锗镓富集物

Germanium-gallium concentrate

**（送审稿**）

T/CNIA xxx —201x

中国有色金属工业协会标准

ICS73.060

D42

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。
本标准起草单位：广东先导稀材股份有限公司、成都中建材光电材料有限公司。

本标准主要起草人：

**锗镓富集物**

**1 范围**

本标准规定了锗镓富集物的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存、质量证明书及订货单（或合同）等内容。

本标准适用于有色金属冶炼中富集提取的锗镓富集物，用于生产锗和镓。

**2 规范性引用文件**

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GBT 23513.1 锗精矿化学分析方法 第1部分：锗量的测定 碘酸钾滴定法

**3 要求**

**3.1 产品分类**

按照产品的含量将产品分为2个牌号：FGeGa-1、FGeGa-2

**3.2 化学成分**

表1 锗镓富集物化学成分

|  |  |
| --- | --- |
| 牌号 | 化学成分（质量分数）/% |
| Ge | Ga | Zn(不大于) | Pb (不大于) | S（不大于） |
| FGeGa-1 | ≥0.3～0.5 | ≥0.4 | 20 | 10 | 15 |
| FGeGa-2 | ≥0.5 | ≥0.4 | 20 | 10 | 15 |

**3.3 水分要求**

锗镓富集物中水分含量不大于45%。

**3.4 外观质量**

锗镓富集物为灰白色或灰褐色粉泥料，不应有可见夹杂物。

**4 试验方法**

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

**4.1水分的测定**

4.1.1仪器设备

4.1.1.1搪瓷盘：400mm×300mm；

4.1.1.1电热恒温干燥箱。

4.1.2试验步骤

将按照5.3.1条制取的试样全部置于已在105℃±5℃下烘干至质量恒定的搪瓷盘中，置于电热恒温干燥箱中，开启鼓风，在105℃±5℃下干燥至质量恒定。

4.1.3试验数据处理

水分以质量分数*w* 计，按公式（1）计算：

-----------------(1)

式中：

*m*1——干燥前搪瓷盘和试样的质量的数值，单位为克(g)；

*m*2——干燥后搪瓷盘和试样的质量的数值，单位为克(g)；

*m*——试样质量的数值，单位为克(g)。

**4.2锗含量的测定**

4.2.1原理

试料以氢氧化钠熔融，用磷酸及高锰酸钾抑制砷、锑、锡等的蒸馏逸出，在3 mol／L磷酸及4．5 mol／L盐酸中，以次亚磷酸钠还原四价锗为二价，以淀粉为指示剂，在室温条件下，用碘酸钾标准溶液滴定。

4.2.2试剂或材料

4.2.2.1碘化钾

4.3.2.2无水碳酸钠

4.2.2.3氢氧化钠

4.2.2.4次亚磷酸钠

4.3.2.5高锰酸钾

4.2.2.6盐酸(p1．19 g／mL)

4.2.2.7磷酸(p1．69 g／mL)

4.2.2.8盐酸(1+2)

4.2.2.9硫酸(2+1)

4.2.2.10磷酸(3+1)

4.2.2.11碳酸氢钠饱和溶液

4.2.2.12淀粉溶液(1g／L)

4.2.2.13碘酸钾标准溶液：称取0.9000g预先在130℃下烘干至恒重的基准碘酸钾于500 mL烧杯中，加入20 g碘化钾(4.3.2.1)、0.5g无水碳酸钠(4.3.2.2)、200 mL水，搅拌至完全溶解后，移人l000 mL容量瓶中，用水定容，混匀，放置24h后使用，此碘酸钾标准溶液浓度c(1/6 KIO3)为0.02524mol／L。

4.2.3分析步骤

在镍坩埚中加入3g氢氧化钠（4.2.2.3），置于马弗炉中650℃熔融后冷却，然后称取预先在105 ℃±5 ℃下烘干2h的试样1.5g（精确到0.0001g）于镍坩埚内，加入3g氢氧化钠(4.2.2.3)和3g无水碳酸钠(4.2.2.2)覆盖试料，置于马弗炉中，缓慢升温至800℃，在800℃熔融20min后，取出冷却至室温。余下操作同GB/T23513.1之5.1.1.2～5.1.1.6

4.2.4分析结果的计算与表述

按公式（2）计算锗的质量分数：

 （2）

式中：

*ω（Ge）*--锗的质量分数；

c——(1/6KIO3)标准溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol／L)；

V——碘酸钾标准溶液之用量，单位为毫升(mL)；

V。——空白试验时碘酸钾标准溶液之用量，单位为毫升(mL)；

*m*一分析试料的质量，单位为克(g)。

检测结果保留至小数点后三位数，平行测定结果不大于0.01%。

**4.3铅含量、锌含量、硫含量的测定**

4.3.1原理

在酸性介质中，采用电感耦合等离子体原子发射光谱仪在相应波长处测定待测元素（铅、锌、硫），根据相应的工作曲线法得到待测元素的含量。

4.3.2试剂或材料

4.3.2.1盐酸(*p*1.19 g／mL)。

4.3.2.2硝酸(*p*1.48 g／mL)。

4.3.2.3硝酸溶液：1＋10。

4.3.2.4铅标准溶液：1 mL溶液含有铅1.0 mg，按GB/T 602配制的铅标准溶液，该溶液现用现配。

4.3.2.5锌标准溶液：1 mL溶液含有锌1.0 mg，按GB/T 602配制的锌标准溶液，该溶液现用现配。

4.3.2.6硫标准溶液：1 mL溶液含有锌1.0 mg，按GB/T 602配制的硫标准溶液，该溶液现用现配。

4.3.2.7仪器设备

电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

4.3.3试验步骤

4.3.3.1工作曲线的绘制

分别移取0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL铅、锌、硫标准溶液置于100 mL容量瓶中，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。导入电感耦合等离子体原子发射光谱仪进行测定，测定波长见表3所示。以标准溶液的质量浓度（μg/mL）为横坐标，对应的发射强度值为纵坐标，绘制工作曲线。

表3 待测元素测定波长

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 待测元素 | 铅 | 锌 | 硫 |
| 测定波长/nm | 220.353 | 213.856 | 180.73 |

4.3.3.2试料测定

称取0.50g试样，精确至0.0002g，置于200mL烧杯中，加15 mL盐酸，5 mL硝酸溶解试样，低温加热溶解样品，冷却后，移入250mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀；移取10.00mL溶液于100mL容量瓶中，用硝酸（4.3.2.3）稀释至刻度，摇匀。导入电感耦合等离子体原子发射光谱仪，按照4.3.3.1相同条件测定相应待测元素的发射强度值。在工作曲线上查出试样溶液中待测元素的质量浓度。随同试料做空白试验。

4.3.4试验数据处理

待测元素（铅、锌、硫）的含量分别以待测元素（Pb、Zn、S）的质量分数*w*i计，单位为毫克每千克（mg/kg），按公式（3）计算：

------------(3)

式中：

*ρ*i——从工作曲线上查出的稀释后的试验溶液中待测元素的质量浓度的数值，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*ρ*0——从工作曲线上查出的空白试验溶液中待测元素的质量浓度的数值，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*m*——试料质量的数值，单位为克（g）。

**4.4 镓含量的测定**

4.4.1原理

样品经盐酸-硝酸混酸溶解，制备成待测溶液，用钇做内标元素，用电感耦合等离子体发射仪进行检测，进而计算样品中待测元素的质量分数。

4.4.2试剂及材料

4.4.2.1 硝酸（1.41 g/ml)；

4.4.2.2 盐酸（1.20 g/ml）；

4.4.2.3 钇内标溶液：称取0.2515g氧化钇，加入10mL盐酸(4.4.2.2)溶解样品，稍冷，转移至2000mL容量瓶中，此溶液每mL含钇100ug。

4.4.2.4 镓标准溶液：称取0.2g镓（4N），分别加入15mL盐酸（4.4.2.2）、硝酸5mL（4.4.2.1），置于电热板上加热溶解，取下冷却，转移定容于100容量瓶中，此溶液每mL含镓200ug。

4.4.3 试验步骤

4.4.3.1称取预先在105 ℃±2 ℃下烘干2h的试样0.50g（精确到0.0001g）于250mL烧杯中，加入15mL盐酸（4.4.2.2）、5mL硝酸（4.4.2.1），置于电热板上加热溶解约1h左右，取下冷却，转移于容量瓶中，加入0.5mL钇标准溶液（4.4.2.3），用水定容。随同试料做空白试验。

4.4.3.2 标准工作溶液的配制：分别移取0.00、1.00、2.00、5.00、10.00mL镓标准溶液（4.4.2.4）于5个100mL容量瓶中，加入10mL盐酸（4.4.2.2）、5mL硝酸（4.4.2.1），加入0.5mL钇标准溶液（4.4.2.3），用水定容。

4.4.3.3 于电感耦合等离子发射光谱仪上，使用内标法测试标准溶液（4.4.3.2）及样品溶液（4.4.3.1），仪器自动给出检测结果。

4.4.3.4 检测结果保留小数点后3位效数字，平行测定镓结果允许差不超过0.005%。

**5 检验规则**

**5.1 检查和验收**

5.1.1 锗镓富集物由供方质量检验部门按本标准或订货单（或合同）的规定进行检验，供方应保证产品质量符合本标准或订货单（或合同）的规定，并填写质量证明书。

5.1.2 需方应对收到的产品按本标准的规定进行检验，如检验结果与本标准（或定货合同）的具体规定不符时，应在30天内向供方提出，由供需双方协商解决。如需仲裁，由供需双方在需方共同进行。

**5.2 组批**

锗镓富集物应成批提交检验，每批应由同一牌号的产品组成，批重不大于20t；或由供需双方协商确定批重。

**5.3 取样和制样**

5.3.1 锗镓富集物取样按照双方约定的取样方法或参照GB/T 6679的规定进行取样，每个包装单元必须取样，将从包装单元取到的样品先用孔径4mm的筛网全部过筛，混匀，然后缩分出准备测试水分的样品，每份水分分析样品不少于1200g，然后按照4.2步骤进行水分测试。

5.3.2 将完成水分测定后的样品磨碎，磨碎后的样品应全部通过孔径0.15mm筛网，再分取或缩分出4份分析试样，每份分析试样不少于100g。

**5.4 检验结果判定**

5.4.1 检验结果的数值修约及判定按GB/T 8170中的规定进行。

5.4.2 化学成分、水分和外观质量与本标准或订货单（或合同）不相符时，判该批产品不合格。

**6 标志、包装、运输、贮存、和质量证明书**

**6.1 标志**

锗镓富集物应外贴标签，并注明：

a)产品名称；

b)牌号；

c)产品重量；

d)出厂日期。

**6.2 包装**

 锗镓富集物为吨袋装方式，或者由供需双方协商包装方式。

**6.3 运输**

锗镓富集物在运输过程中不得与带腐蚀性物质混装，应防渗、防晒、防雨淋，避免碰撞导致包装破损。

**6.4 贮存**

锗镓富集物的贮存场地应防腐蚀、防渗漏，不应与其它化学物质混贮。

**6.5 质量证明书**

每批产品应附有质量证明书，其上注明：

a) 供方名称；

b) 产品名称；

c) 分析检验结果及检验部门印记；

d) 重量；

e) 出厂日期；

f) 本标准编号。

**7 订货单（或合同）**

本标准所列产品的订货单（或合同）应包括下列内容：

a)产品名称；

b)牌号；

c)化学成分的特殊要求；

e)重量；

f)本标准编号；

d)其他。