

ICS 77.150.99
CCS H 66

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXXX-XXXX

粗氢氧化镓

Crude gallium hydroxide

(预审稿)

202×-××-××发布

202×-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前言

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。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TCxxx）提出并归口。

本文件起草单位：深圳市中金岭南有色金属股份有限公司丹霞冶炼厂。

本文件参加起草单位：深圳市中金岭南有色金属股份有限公司丹霞冶炼厂、广东先导稀材股份有限公司、矿冶科技集团、广东省科学院资源利用与稀土开发研究所、江西理工大学，广州华储有色金属有限公司、江西恩凯金属科技有限公司、成都先进金属材料产业技术研究院股份有限公司。

本文件主要起草人： 。

粗氢氧化镓

1 范围

本文件规定了粗氢氧化镓的分类、技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存及随行文件和订货单内容。

本文件适用于从各种原料中提取的粗氢氧化镓。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅注日期对应的版本适用于本文件；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。

YS/T 1526-2022 镓镁合金 附录 A 镓镁合金中镓含量的测定：一般要求和样品溶解

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 6284-2006 化工产品中水分测定的通用方法 干燥减量法

YS/T 1658.5-2023 粗氢氧化镍钴化学分析方法 第 5 部分：水分含量的测定 重量法。

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

3.1 粗氢氧化镓 crude gallium hydroxide

含镓的伴生矿物在加工冶炼过程中被逐步富集，通过浸出、萃取、中和沉淀等工艺得到的镓富集物。

4 分类

产品根据主含量分为两个品级：一级品、二级品。

5 技术要求

5.1 化学成分

粗氢氧化镓化学成分应符合表 1 的规定。需方如对产品的化学成分有特殊要求时，可由供需双方协商确定并在订货单中注明。

表1 化学成分（质量分数%）

品级	Ga 含量	杂质元素含量				
		As	Cu	Zn	Al	Fe
一级品	≥30.0	≤0.2	≤0.08	≤0.0005	≤10	≤0.8
二级品	≥15.0	≤1.0	—	—	—	—

5.2 水分

产品的水分含量由供需双方协商确定。

5.3 外观质量

产品呈灰白、土黄色块状，颜色均匀，无目视可见夹杂物。

6 试验方法

6.1 产品化学成分的测定按附录 A 的规定进行。

6.2 产品水分含量的测定按附录 B 规定进行。

6.3 产品外观质量采用目视法检验。

7 检验规则

7.1 检验和验收

7.1.1 产品由供方和第三方进行检验，保证产品质量符合本文件及订货单的规定，并填写随行文件。

7.1.2 需方可对收到的产品按本文件的规定进行检验。如检验结果与本文件或订货单的规定不符时，应在收到产品之日起一个月内向供方提出，由供需双方协商解决。如需仲裁，仲裁取样应由供需双方在需方共同进行。

7.2 组批

产品应成批提交验收。每批应由同一品级的产品组成，每批重量不大于 10t。

7.3 检验项目、取样规定

产品应进行化学成分、水分、外观质量的检验，具体详见表 2。

表 2 取样规定

检验项目	取样规定	要求的章节号	检验的章节号
化学成分	逐袋采样。用长度适配产品包装袋的取样钎进行取样。打包装后，用取样钎从中心及周边四点，随机均匀分布，从上往下垂直插至袋底部，取样混匀成饼状，再用插钎随机均匀抽取 2 个不少于 1000g 样品。1 份封存备用，1 份测定水分。将烘干的样品破碎至过 0.15mm 筛网，再分为三份，每份不少于 50g。	5.1	6.1
水分		5.2	6.2
外观质量	逐袋	5.3	6.3

7.4 检验结果判定

7.4.1 化学成分检验结果不合格时，判定该批产品不合格。

7.4.2 水分不合格时，判该批产品合格。

7.4.3 外观质量检验不合格时，判该袋产品不合格。

8 标志、包装、运输、贮存和随行文件

8.1 标志

产品外包装上宜附有以下内容：

- a) 产品名称；
- b) 批号；
- c) 净重；
- d) 供方名称；
- e) 产地；
- f) 出厂日期
- g) 其他。

8.2 包装、运输与贮存

8.2.1 产品采用内衬塑料袋、外层编织袋的方式包装。需方对包装有特殊要求时，由供需双方协商确定。

8.2.3 运输及贮存过程中，不应与酸、碱等化学品混运或混贮。

8.3 随行文件

每批产品应附有随行文件，其中除应包括供方信息、产品信息、出厂日期或包装日期外，还宜包括：

- a) 质量证明书：
 - 检验项目及其结果或检验结论；
 - 批号；
 - 检验日期；
 - 检验员签名或盖章。
- b) 产品使用说明：正确搬运、使用、贮存方法等；
- c) 其他。

9 订货单内容

- a) 需方可根据自身的需要，在订购本文件所列产品的订货单内，列出如下内容：
- b) 产品名称；
- c) 本文件编号；
- d) 品级；
- e) 化学成分的特殊要求；
- f) 数量；
- g) 其他。

附录A
(规范性)

粗氢氧化镓中镓含量的测定 络合反滴定法

警示—使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

A.1 范围

本文件规定了粗氢氧化镓中镓含量的测定方法。

本文件适用于粗氢氧化镓中镓含量的测定。测定范围：15.00%~40.00%。

一般要求，有关仪器、取样、试样溶解、计算和试验报告的一般要求见 IS07530-I。

A.2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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。

YS/T 1526-2022 镓镁合金 附录 A 镓镁合金中镓含量的测定：一般要求和样品溶解。

GB/T6682 分析实验室用水规格和试验方法。

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定。

A.3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

A.4 原理

试料用盐酸、硝酸、硫酸消解，用氟化铵做掩蔽剂掩蔽干扰元素铝，加入过量的 Na_2EDTA 标准滴定溶液，通过加热使之与镓离子充分络合，加入硼酸溶液屏蔽过量的 F 使溶液变澄清，在 pH 为 5.5-5.6 六次甲基四胺缓冲溶液中，以二甲酚橙为指示剂，用锌标准滴定溶液返滴定，测得结果为镓铁含量，减去铁量，即为镓量。

A.5 试剂

A.5.1 盐酸 ($\rho=1.19\text{g/mL}$)。

A.5.2 硝酸 ($\rho=1.42\text{g/mL}$)。

A.5.3 硫酸 ($\rho=1.84\text{g/mL}$)。

A.5.4 氟化铵溶液 (150g/L)，贮存于塑料瓶中。

A.5.5 盐酸溶液 (1+1)。

A.5.6 氨水溶液 (1+1)。

A.5.7 硼酸溶液 (30g/L)。

A.5.8 六次甲基四胺缓冲溶液 (pH5.5~5.6)：称取400 g 六次甲基四胺于1000 mL 烧杯中，加600mL 水溶解，加入80 mL 盐酸 (A.5.1)，用水稀释至1000 mL，充分混匀。用盐酸 (A.5.1) 和氨水溶液 (A.5.6) 调节溶液pH为5.5~5.6。

A.5.9 锌标准滴定溶液(3.3000mg/mL): 准确称取 6.6000g 金属锌 ($\omega_{\text{Zn}} \geq 99.99\%$, 精确至 0.0001 g), 置于 400 mL 烧杯中, 低温溶于 120 mL 盐酸溶液(A.5.5)中, 溶解完全后取下冷却至室温, 加一滴甲基橙指示剂(A.5.13), 用氨水溶液(A.5.6)调黄, 再用盐酸溶液(A.5.5)调至恰好变红, 移入 2000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

A.5.10 镓标准溶液(5 mg/mL)。

称取 1.6803g Ga_2O_3 ($\omega_{\text{Ga}_2\text{O}_3} \geq 99.99\%$, 精确至 0.0001 g) 于 250 mL 烧杯中。加入 30 mL 盐酸(A.5.1), 15 mL 硝酸(A.5.2), 盖上表面皿, 之于电热板上加热溶解。待完全溶解后, 用水冲洗表面皿及烧杯壁, 冷却后移入 250 mL 容量瓶中。用水稀释至刻度, 混匀, 此溶液 1 mL 含 5 mg 镓。

A.5.11 乙二胺四乙酸($\text{Na}_2\text{EDTA} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 简写作 EDTA) 溶液 ($c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}) \approx 0.05\text{mol/mL}$)。

A.5.11.1 配制: 称取 37.2 g 乙二胺四乙酸二钠, 溶于 1000 mL 水中, 混匀。放置 3 天后标定。

A.5.11.2 标定:

A.5.11.2.1 移取 30.00mL Na_2EDTA 标准滴定溶液置于 400 mL 烧杯中, 加入 10 mL 氟化铵溶液(A.5.4), 3 滴溴甲酚绿指示剂(A.5.12), 用盐酸(A.5.5)将溶液调至亮黄色, 再用氨水(A.5.6)调至蓝色并过量 3 滴, 加入 8 mL 硼酸溶液(A.5.7), 用 pH 计将溶液 pH 值调至 5.5~5.6, 然后加入 15 mL 六次甲基四胺缓冲溶液(A.5.8), 用少量水吹洗杯壁, 然后按 A.7.4.3 操作。

按公式(A.1)计算 Na_2EDTA 标准滴定溶液与锌的校准因子 t :

$$t = \frac{V_1}{V_2} \dots \dots \dots \text{(A.1)}$$

式中:

V_1 ——移取 Na_2EDTA 标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL) (30mL);

V_2 ——滴定消耗锌标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

平行标定 4 次, 结果保留 4 位有效数字, 其极差值不超过 0.0010 时, 取其平均值。否则重新标定。

A.5.11.2.2 移取 10.00 mL 镓标准溶液(5.11)置于 300 mL 烧杯中, 加入 2 mL 硫酸(5.3), 盖上表面皿, 在电热板上冒硫酸烟至近干, 取下冷却, 用水吹洗表面皿及杯壁, 加水至 50 mL 并煮沸, 以下按 A.7.4.2~A.7.4.3 进行。随同标定做空白试验。

按公式(A.2)计算 Na_2EDTA 标准滴定溶液与镓的校准因子 f :

$$f = \frac{\rho_1 \times V_3}{(V_4 - V_5)} \dots \dots \dots \text{(A.2)}$$

式中:

ρ_1 ——镓标准溶液的质量浓度, 单位为毫克每毫升 (mg/mL);

V_3 ——移取镓标准溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

t ——A.5.11.2.1 中测定的 Na_2EDTA 标准滴定溶液与锌的校准因子;

V_4 ——空白标定中, 滴定过量的 Na_2EDTA 所消耗的锌标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

V_5 ——标定时镓与 Na_2EDTA 络合后, 滴定过量的 Na_2EDTA 所消耗的锌标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

YS/T ××××—××××

平行标定4份，结果保留4位有效数字，其极差值不超过0.02 mg/mL时，取其平均值。否则重新标定。

A. 5.12 溴甲酚绿指示剂（1g/L）：称取0.1 g 溴甲酚绿于250 mL 烧杯中，加入100 mL 无水乙醇溶液进行溶解。

A. 5.13 甲基橙指示剂（0.5g/L）。

A. 5.14 二甲酚橙指示剂（10g/L），限2周内使用。

A. 6 取样和样品制备

取样和样品制备应按照商定的正常程序进行，如有争议，应按适当的国家或国际标准进行。

A. 7 试验步骤

A. 7.1 试料

称取试料0.2g，精确至0.0001g。

A. 7.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

A. 7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

A. 7.4 测定

A. 7.4.1 将试料（A.7.1）置于400 mL 烧杯中，用少量水打散，加入15 mL 盐酸（A.5.1），盖上表面皿，置于电热板上加热溶解1 min~3 min，加入5 mL 硝酸（A.5.2），2 mL 硫酸（A.5.3），继续置于电热板上加热冒硫酸烟至湿盐状，取下冷却。用水吹洗表面皿及杯壁，并加水至50 mL左右，置于电热板上加热溶解盐类，完全溶解后取下冷却至室温。

A. 7.4.2 向溶液中准确加入30.00 mL Na₂EDTA 标准滴定溶液（A.5.11），搅拌均匀，然后加入10 mL 氟化铵溶液（A.5.4），用少量水冲洗杯壁。加入3滴溴甲酚绿指示剂（A.5.12），用盐酸（A.5.5）将溶液调至亮黄色，再用氨水（A.5.6）调至蓝色并过量3滴，加入8 mL 硼酸溶液（A.5.7），用pH计将溶液pH值调至5.5~5.6，然后加入15 mL 六次甲基四胺缓冲溶液（A.5.8），置于电热板上加热微沸2~3 min，取下冷却。

A. 7.4.3 用少量水吹洗杯壁，加入2滴二甲酚橙指示剂（A.5.14），溶液呈蓝黄色，用锌标准滴定溶液滴定过量的Na₂EDTA，溶液由蓝黄色变为暗红色即为终点。

A. 8 试验数据处理

按公式（A.3）计算试料中被测元素的含量，以质量分数 ω_{Ga} 计，数值以%表示：

$$\omega_{Ga} = \frac{t \times (V_7 - V_6) \times f \times 10^{-3}}{m} \times 100 - \omega_{Fe} \times 1.294 \dots \dots \dots (A.3)$$

式中：

V_6 ——滴定试样溶液中过量的 Na_2EDTA 所消耗的锌标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_7 ——滴定空白溶液中过量的 Na_2EDTA 所消耗的锌标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

t ——A.5.11.2.1 中测定的 Na_2EDTA 标准滴定溶液与锌的校准因子;

f ——A.5.11.2.2 中测定的 Na_2EDTA 标准滴定溶液与镓的校准因子,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m ——试料的质量,单位为克(g);

1.249——铁量换算成镓量的系数。

ω_{Fe} ——样品中铁的质量分数,采用电感耦合等离子体原子发射光谱法或原子吸收光谱法测定。

所得结果应表示至小数点后两位。

A.9 精密度

A.9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测定结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过5%,重复性限(r)按表 A.1 数据采用线性内插法或外延法求得:

表 A.1 重复性限

$W_{\text{Ga}}/\%$				
$r/\%$				

A.9.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测定结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测定结果的绝对差值不超过再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过5%,再现性限(R)按表 A.2 数据采用线性内插法或外延法求得:

表 A.2 再现性限

$W_{\text{Ga}}/\%$				
$R/\%$				

A.10 试验报告

试验报告至少给出以下几个方面内容:

- 试样;
- 使用的文件 YS/TXXX-202X;
- 使用的方法;
- 分析结果及其表示;
- 与基本试验步骤的差异;
- 测定中观察到的异常现象;
- 试验日期。

附录B
(规范性)

粗氢氧化镓 水分含量的测定 重量法

警示—使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

B.1 范围

本文件规定了粗氢氧化镓中水分的测定方法。

本文件适用于粗氢氧化镓中水分的测定。测定范围：0.00%~80.00%。

一般要求，有关仪器、取样、计算和试验报告的一般要求见 IS07530-I。

B.2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6284-2006 化工产品中水分测定的通用方法 干燥减量法。

YS/T 1658.5-2023 粗氢氧化镍钴化学分析方法 第5部分：水分含量的测定 重量法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定。

B.3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

B.4 原理

将一定量的试料置于烘箱内，在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 下加热烘干至恒重，测定干燥后试料减少的质量，计算水分的含量。

B.5 仪器设备

B.5.1 电子天平：量程不小于2000g，精度不低于0.1g。

B.5.2 电热恒温干燥箱：温度可控制在 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 。

B.5.3 盛样盘：表面光滑、清洁不锈钢金属盘或搪瓷盘。

B.6 取样和样品制备

取样和样品制备应按照商定的正常程序进行，如有争议，应按适当的国家或国际标准进行。

B.7 试验步骤

B.7.1 试料

称取试料 1000g~1500g，精确至 0.1g。

B.7.2 平行试验

平行做三份试验，取其平均值。

B.7.3 测定

B.7.3.1 迅速将测试部分 (B.7.1) 平铺于已干燥恒重的盛样盘 (m_1) 中。记录盛样盘和试料的总质量 (m_2)。

B.7.3.2 将盛有试料的盛样盘置于 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 电热恒温干燥箱 (B.5.2) 中烘干 8h。

B.7.3.3 取出后稍冷，用电子天平 (B.5.1) 称量，再放入电热恒温干燥箱 (B.5.2) 中烘干 0.5h，反复操作，直至恒重，记录盛样盘和试料总质量 (m_3)。

B.8 试验数据处理

按公式 (B.1) 计算试料中被测元素的含量，以质量分数 $\omega_{\text{水}}$ 计，数值以 % 表示：

$$\omega_{\text{水}} = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \dots \dots \dots \text{(B.1)}$$

式中：

m_2 --干燥前试料和盛样盘的总质量，单位为克 (g)；

m_3 --干燥后试料和盛样盘的总质量，单位为克 (g)；

m_1 --已恒重的盛样盘的质量，单位为克 (g)。

计算结果应表示至小数点后两位。

B.9 精密度

B.9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测定结果的绝对差值不超过重复性限 (r)，超过重复性限 (r) 的情况不超过 5%，重复性限 (r) 按表 B.1 数据采用线性内插法或外延法求得：

表 B.1 重复性限

$W_{\text{水}}/\%$				
$r/\%$				

B.9.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测定结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测定结果的绝对差值不超过再现性限 (R)，超过再现性限 (R) 的情况不超过 5%，再现性限 (R) 按表 B.2 数据采用线性内插法或外延法求得：

表 B.2 再现性限

$W_{\text{水}}/\%$				
$R/\%$				

B.10 测试报告

试验报告至少给出以下几个方面内容：

- 试样；
 - 使用的文件 YS/TXXX-202X；
 - 分析结果及其表示；
 - 与基本试验步骤的差异；
 - 测定中观察到的异常现象；
 - 试验日期。
-

YS/T ××××—××××