

行业标准《粗氢氧化镓》编制说明

（预审稿）

一、工作简况

1. 任务来源

根据 2025 年 12 月 12 日，工业和信息化部办公厅工信厅科函（2025）528 号关于印发《2025 年第五批行业标准制修订和英文版项目计划》的要求，有色金属行业标准《粗氢氧化镓》编制项目由全国有色金属标准化技术委员会归口，计划编号：2025—1367T-YS，项目周期为 12 个月，完成年限为 2026 年 12 月，由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等负责起草。

2. 背景

粗氢氧化镓作为重要的稀散金属镓生产的关键中间产物，是当代高新技术产业发展的支撑材料。其主要来源于氧化铝拜耳法碱液吸附回收，以及锌冶炼渣、煤灰（如煤矸石经处理后的煤灰酸浸萃取）等物料综合回收过程。镓在信息通讯、新能源、现代航空、现代军事等高新技术领域具有广泛应用。中国是全球镓资源重要的供给国，2020 年全球原生镓产量 327 t，其中中国生产 317 t，占 97%。随着新能源、新材料等领域快速发展，国内金属镓生产能力日益增强，从各种物料中综合回收镓金属具有重要的战略意义。

粗氢氧化镓是金属镓生产的直接原料，以沉淀物形式从含镓溶液中分离富集，满足镓电积生产需求。无论是铝冶炼过程中碱液吸附制备金属镓，还是从锌冶炼物料、煤灰等中综合回收镓的过程，粗氢氧化镓均为必不可少的中间产品。然而目前在国内外均没有专门针对粗氢氧化镓的产品标准。国家标准《镓》（GB/T 1475-2022）仅规范了金属镓产品，未涉及粗氢氧化镓的质量要求。现有部分企业标准仅针对自主生产，技术内容、范围各不一致，无法形成有效的产品统一规范。以锌冶炼渣为原料的粗氢氧化镓中含有 Fe、Zn、Cu、Al 等杂质，以煤灰为来源的粗氢氧化镓含有 Si、Al、Fe 等杂质，这些杂质含量直接关系到金属镓的品质。2023 年 7 月 3 日，经国务院批准，我国对镓相关物项实施出口管制，更加凸显了建立粗氢氧化镓标准的重要性。

基于此，制定粗氢氧化镓产品标准以规范其产品分类及质量要求，明确化学成分（镓含量及杂质限量）、水分等指标参数及检验方法，符合国家发改委“十四五”战略性矿产资源开发利用，对保障国家资源安全，提高镓资源综合利用率，构建资源综合利用型产业体系具有重要意义。同时，建立健全粗氢氧化镓的质量、试验方法、检验、标志、包装等质量保证体系，对其生产、使用、贮存、运输和应用起到规范作用，进而为金属镓生产提供稳定、合格的原料，对于确保镓产品质量、促进技术进步、提高资源回收利用率、节约镓资源、保护环境、满足出口管制要求以及提升企业经济效益具有重要意义。

3. 主要参建单位和工作组成员及其所做的工作

丹霞冶炼厂是一家以有色金属矿产品、冶炼产品、深加工产品、综合利用产品等的生产、加工、销售为一体的高新技术企业，公司长期致力于锌冶炼及稀贵金属综合回收领域的研发与生产，具有深厚的技术基础。公司拥有独特的锌氧压浸出工艺，引进加拿大 Dynatec 公司先进技术，是国内首家大规模采用该工艺并综合回收镓、锗等稀散金属的环保型锌冶炼企业，具有回收率高、能耗低、环保性能优越的特点；公司已建立成熟的锌冶炼渣综合回收生产线，生产工艺稳定，装备先进，试验检测设备完善，目前锌锭年产能 14.8 万吨、硫黄 4.5 万吨、硫酸 6.1 万吨、硫酸锌晶体 2 万吨，并于 2016 年实现锌冶炼渣综合回收镓、锗、铜、镉金属，渣处理系统年产铅锭 11.58 万吨、粗铜 1182 吨、银锭 120 吨、铅铋合金 158 吨、次氧化锌 4.17 万吨、工业硫酸 25 万吨。综合处理各类危废 28.7 万吨/年，实现含铅原料及危废中有价金属的高效回收，以及烟气、废水的无害化达标排

放，产品质量和技术经济指标处于行业领先水平，工厂拥有专利 80 余项，承担参与国家科研项目 5 项，获得省部级以上科技进步奖 6 项，锌锭产品“南华”牌获“2018 年广东省名牌产品”称号，2017 年入选国家首批绿色制造体系（绿色工厂）示范名单，2021 年被工信部列为符合《铅锌行业规范》企业名单（第一批）。作为标准起草的牵头单位，中金岭南有色金属股份有限公司丹霞冶炼厂在工作前期，对粗氢氧化镓产品类别和现阶段国内外产品现状进行了充分的调研和梳理，制定了系统的研究方案。在标准制定过程中，负责项目的总体实施和策划，积极组织各参编单位收集并认真研究国内外相关技术标准资料，结合生产实际，充分调研和了解现场实际情况，收集实测数据，编制实测数据统计表，认真细致地修改标准文本。

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等负责起草等积极参加标准调研工作，配合主编单位开展大量的现场调研、各种试验工作，为本标准提供国内外客户意见反馈和真实有效的基础数据。

本文件主要起草人及工作职责见表 1。

表 1 主要起草人及工作职责

起草人	工作职责
张伟	负责标准的工作指导、标准的编写、试验方案确定及组织协调
张俊峰	负责标准中相关技术要求内容的编写及把关
高艳芬、郑莉莉	负责试验方案确定，标准编写材料的收集
朱赞芳、汪胜东、姜洋、苗海志、李裕	负责提供企业的现场调研及配合标准编写开展现场试验验证及数据积累
曹洪扬、刘付朋	提供理论支撑，并对国内外粗氢氧化镓相关标准对比提供支持
谢爱城、张珞	提供检测服务，整理实验验证数据的积累和对比分析验证数据的对比分析

4. 工作过程

4.1 预言阶段

2024 年 5 月，深圳市中金岭南有色金属股份有限公司丹霞冶炼厂成立行业标准《粗氢氧化镓》编制小组，对国内粗氢氧化镓的生产及应用现状进行调研，了解国内粗氢氧化镓的制备技术水平、检测及市场应用情况，开展现场试验验证，与企业技术人员、客户深入讨论标准的技术要求。根据调研情况，整理并编制形成了《粗氢氧化镓》行业标准项目建议书、标准草案及标准立项说明等材料。

4.2 立项阶段

(1) 2024 年 10 月，深圳市中金岭南有色金属股份有限公司丹霞冶炼厂向全国有色金属标准化委员会提交《粗氢氧化镓》的标准项目建议书、标准草案及标准立项说明等材料，经全体委员会会议讨论同意《粗氢氧化镓》行业标准立项，由有色金属标准委员会转报上级单位。

(2) 2025 年 12 月，工业和信息化部下达制订《粗氢氧化镓》行业标准的任务，计划编号：2025—1367T-YS，项目周期为 12 个月，完成年限为 2026 年 12 月，技术归口单位为全国有色金属标准化技术委员会。由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、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、矿冶科技集团、广东省科学院资源利用与稀土开发研究所、成都先进金属材料产业技术研究院股份有限公司等负责起草。

4.3 起草阶段

本标准为编制标准，在起草阶段进行了大量的数据收集，同时兼顾全国粗氢氧化镓生产厂家的

现状。

(1) 2025 年 12 月，成立标准编制组，并明确了工作的职能和任务。

(2) 2025 年 12 月~2026 年 1 月，对粗氢氧化镓使用状况进行了相关资料的收集和总结，并对相关的技术资料进行了对比分析。

(3) 2026 年 2 月~2026 年 3 月，根据对粗氢氧化镓的相关资料进行分析和总结，并查阅相关的国内外标准进行调研，对产品化学成分、物理性能等指标参数逐一进行了重新核实，经标准编制工作组汇总及修改，结合产品特性，形成了《粗氢氧化镓》的讨论稿，并进行了广泛的征求意见工作。

(4) 2026 年 4 月根据《粗氢氧化镓》讨论稿征求的意见进行修改完善。

4.4 征求意见阶段

本标准将通过召开专题会议、发送标准邮件、在标委会网站上公开挂网等多种形式和办法进行广泛的征求意见。

二、标准编制原则

1、原则性

本着与时俱进、切合实际、合理利用资源、促进科技进步、促进产业升级与产品结构调整、满足市场需要、使供需双方公平受益、获取最大社会综合效益的基本原则。标准的制定格式严格按照 GB/T 1.1《标准化工作导则第一部分：标准的结构与编写规则》的规定进行。

本标准在制定时主要遵守四大原则：

- (1) 积极采用国际标准和国外先进标准；
- (2) 有利于促进技术进步，提高产品质量；
- (3) 有利于合理利用资源；
- (4) 符合用户要求，保护消费者利益，促进对外贸易。

2、合理性

当前国内粗氢氧化镓的生产单位有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、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正处在试验研究阶段预计 2028 年投入生产。编制小组在对国内外市场应用领域和国内主要生产厂家充分调研的基础上制定本标准，收集对比了大量的实测数据，产品的技术指标均得到了响应和印证，确保合理性。本标准的制定，能够有效统一粗氢氧化镓产品的质量，充分反映了当前国内粗氢氧化镓行业内各企业的技术水平和应用水平，宜以应用。

3、先进性

通过本标准的制定，将对国内粗氢氧化镓生产企业和相关行业的技术进步起到积极作用。本标准涉及内容的技术水平达到国内先进水平。

三、标准主要内容的确定依据及主要试验和验证情况分析

1、确定标准主要内容的论据

本文件是新制定的行业标准。主要在对市场需求和国内粗氢氧化镓的实际生产水平充分调研的基础上，对产品的范围、分类、技术要求等内容进行了规定。

2、标准内容确定的论据

2.1 分类和标记

粗氢氧化镓产品从铝回收工艺，锌冶炼渣，含镓废料回收提纯的工艺中制备，以及工业镓金属制备领域中的应用，对镓含量和杂质含量要求不同，因此，产品根据主含量分为两个品级一级品、二级品，详细分类见表 2。

表2 粗氢氧化镓品级

(质量分数) /%

产品	品级	镓含量	用途
----	----	-----	----

粗氢氧化镓	一级品	≥30.0	生产、提纯镓金属
	二级品	≥15	生产、提纯镓金属

2.2 技术要求

2.2.1 化学成分

化学成分是粗氢氧化镓的关键技术指标，针对不同工艺的实际需求，我们对不同品级的粗氢氧化镓。进行全元素分析，结合生产商、客户和贸易商、分析检测单位等相关方的需求，确定化学成分标准。粗氢氧化镓的化学成分应符合表 3 的规定，未涉及元素含量由供需双方根据实际需求自行协商。

表 3 化学成分及杂质含量（质量分数/%）

品级		一级品	二级品
镓含量	不小于	30	15
杂质含量/不大于	As	0.2	1.0
	Cu	0.08	-
	Zn	0.0005	-
	Al	10	-
	Fe	0.8	-

2.2.2 水分含量

因产品特性，对粗氢氧化镓的水分没有严格要求，但考虑水分过高不利于包装及运输，如有特殊要求，由供需双方协商确定。

2.2.3 外观质量

产品呈块状，颜色均匀，无目视可见夹杂物。

3、主要试验（或验证）情况分析

本文件经过了大量实物供应及数据验证，针对粗氢氧化镓产品，要按本标准规定的方法对主要技术指标进行验证。

3.1 技术要求验证

3.1.1 化学成分验证

针对粗氢氧化镓，按照本标准规定的方法，对技术指标化学分析进行了验证，验证数据表见表 4、表 5。

表 4 一级品 粗氢氧化镓化学成分验证表（质量分数/%）

化学成分	标准	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4	样品 5
Ga 含量	≥30.0	30.29	31.59	31.08	31.28	33.49
杂质元素含量%	As	0.008	0.006	0.005	0.02	0.06
	Cu	0.04	0.027	0.035	0.028	0.031
	Zn	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005
	Al	9.464	8.76	8.9	8.077	10.263
	Fe	0.163	0.47	0.204	0.472	0.221

表 5 二级品 粗氢氧化镓化学成分验证表

化学成分	标准	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4	样品 5
Ga 含量	≥15.0	15.31	18.69	20.12	16.88	18.83
杂质元素含量%	As	0.06	0.02	0.18	0.14	0.005
	Cu	-	-	-	-	-

	Zn	-	-	-	-	-
	Al	-	-	-	-	-
	Fe	-	-	-	-	-

3.1.2 外观质量验证

针对粗氢氧化镓产品，按照本标准规定的方法，对外观质量进行了验证，各生产单位均认为可以达到下列标准：

产品呈块状，颜色均匀，无目视可见夹杂物。

3.2 验证分析结论

综上，粗氢氧化镓产品的化学成分和外观质量稳定，满足本标准要求。本标准对产品主要技术参数的规定是合理可行的，同时产品主要技术参数的实测验证数据稳定，并有一定富余度及可提升空间，规定的产品技术要求科学合理，同时便于生产厂家调整。

四、标准中涉及专利情况

本标准不涉及专利问题。

五、预期达到的社会效益等情况

1、项目的可行性简介

随着科技的进步和产业的发展，镓作为典型的稀散金属，在半导体、光电、新能源等高新技术领域的应用日益广泛，市场需求持续增长，已成为国家战略性矿产资源中非常重要的组成部分。然而，目前粗氢氧化镓作为生产金属镓的关键中间产品，各生产企业存在工艺标准不一致的问题，生产差异较大，造成产品质量参差不齐。加之缺乏统一的国家标准和行业标准，给产品的生产、质量控制以及后续金属镓的电积加工带来了一定的困难。鉴于粗氢氧化镓在镓资源综合回收中的关键作用及其对金属镓品质的直接影响，制定粗氢氧化镓的行业标准对于确保金属镓产品质量、促进技术进步、保护环境和提升资源利用率具有重要意义。标准化可以统一粗氢氧化镓产品性能指标，规范其杂质含量等各项参数，提高生产效率，降低生产成本，提升行业发展水平，同时为镓相关物项的出口管制提供重要依据。

2、标准的先进性、创新性、标准实施后预期产生的经济效益和社会效益。

本标准根据我国情况首次制定，在国家正式文件中明确了粗氢氧化镓的定义，填补了粗氢氧化镓产品标准的行业空白。其技术指标符合用户要求，先进合理。本标准在编制过程中进行了大量的数据收集和试验测试工作，同时兼顾了国内大部分粗氢氧化镓生产厂家的现状。

通过文献检索和网上查询，国内尚无关于粗氢氧化镓的相关国家标准，仅有部分企业标准以满足特定用户的需求，因此迫切需要制定该产品行业标准，对粗氢氧化镓的供应和质量作出规范。

3、预期效益。

本标准的制定，可及时解决粗氢氧化镓产品无标准可依的现状。对粗氢氧化镓的生产、贸易进行规范，提高镓资源综合利用率，保障国家资源安全、提高镓资源综合利用率具有重要意义。

6. 采用国际标准和国外先进标准的情况

无。

7. 与现行相关法律法规、规章及相关标准，特别是强制性国家标准的协调配套情况

本标准《粗氢氧化镓》从技术上保证了产品使用的安全性和可靠性，条文精炼表述清楚，技术要求全面、准确、科学、合理；在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律法规，符合 GB/T 1.1-2020 的有关要求。

8. 重大分歧意见的处理过程和依据

暂无重大分歧意见。

9. 标准性质的建议说明

鉴于本标准规定的粗氢氧化镓，不涉及人身及设备安全的内容，其属于产品标准，不属于安全性标准。依据标准化法和有关规定，建议本标准作为行业标准推广使用。

10. 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的充足供应，使每个制造厂、设计单位以及检测机构 11 等都能及时获取本标准文本，这是保证新标准贯彻实施的基础。

2、本次制订的《粗氢氧化镓》行业标准，不仅与生产企业有关，而且与检测机构等相关。对于标准使用过程中容易出现的疑问，起草单位有义务进行必要的解释。

3、建议本标准批准 6 个月后实施。

11. 废止现有相关标准的建议

无

12. 其他应予说明的事项

标准制定时充分考虑了国内外相关生产企业实际质量水平，具有充分的先进性、科学性、普遍性、广泛性和适用性，其综合水平达到国内领先水平，完全满足国内外用户、市场的需求，助推我国战略金属镓产品产量和质量。

编制组

2026 年 4 月 30 日

行业标准《粗氢氧化镓》

附录A 粗氢氧化镓中镓含量的测定 络合反滴定法编制说明

一、工作简况

1、任务来源

根据 2025 年 12 月 12 日，工业和信息化部办公厅工信厅科函〔2025〕528 号关于印发《2025 年第五批行业标准制修订和外文版项目计划》的要求，由深圳市中金岭南有色金属股份有限公司丹霞冶炼厂负责起草，在第 5 章节 5.1 化学成分中对镓含量有含量限定，但是无合适的标准可引用，因此拟由深圳市中金岭南有色金属股份有限公司丹霞冶炼厂负责起草附录 A 粗氢氧化镓中镓含量的测定。经过充分调研与试验，粗氢氧化镓中镓含量的测定选定为络合反滴定法。

2、背景

制定粗氢氧化镓产品标准以规范其产品分类及质量要求，明确化学成分（镓含量及杂质限量）、水分等指标参数及检验方法，符合国家发改委“十四五”战略性矿产资源开发利用，对保障国家资源安全，提高镓资源综合利用率，构建资源综合利用型产业体系具有重要意义。同时，建立健全粗氢氧化镓的质量、试验方法、检验、标志、包装等质量保证体系，对其生产、使用、贮存、运输和应用起到规范作用，进而为金属镓生产提供稳定、合格的原料，对于确保镓产品质量、促进技术进步、提高资源回收利用率、节约镓资源、保护环境、满足出口管制要求以及提升企业经济效益具有重要意义。

电子信息等领域发展推高金属镓需求，除铝冶金外，从锌冶炼渣等含镓物料中回收镓日益受到关注。现行有效的镓国家标准《GB/T 1475-2022 镓》，规定了 Ga₃N-Ga₅N 工业镓分类和化学成分要求，以及高纯镓 Ga₆N 的化学成分要求。《YS/T742—2010 氧化镓化学分析方法 杂质元素的测定 电感耦合等离子体质谱法》中规定了氧化镓中铜、铅、锌、镉、铁、锡、镍、镁、钴、铬、锰、钛、钼、铋含量的测定方法。国内有多家企业有通过浸出、萃取、中和沉淀等工艺提取得到的镓含量达到一定品位的镓富集物的经验，并具备一定的检测和判断方法。

针对附录 A，自 2006 年起已有相关标准采用 EDTA 络合滴定法进行镓含量的测定，对复杂物料较适用，因此继续保留该法原理，根据粗氢氧化镓品种情况，增加掩蔽剂。

对于附录 B，《GB/T 6284-2006 化工产品中水分测定的通用方法》指明了化工产品中水分测定的通用方法来进行水分含量的测定，对一般物料适用，因此继续保留该法原理。《YS/T 1658.5-2023 粗氢氧化镓化学分析方法 第 5 部分：水分含量的测定 重量法》检测物料与粗氢氧化镓性质类似，根据粗氢氧化镓实际生产情况，进行内容调整。

3、主要参建单位和工作组成员及其所做的工作

深圳市中金岭南有色金属股份有限公司拥有国家级技术中心，设立了“博士后科研工作站”“院士工作站”。公司为国家高新技术企业，拥有享受国务院政府特殊津贴的专家共 19 人。多年来，公司共获得省部级以上科技奖励超 100 项，其中国家级奖励 13 项：科技进步奖一等奖 2 项、二等奖 7 项、三等奖 3 项，技术发明二等奖 1 项。目前，持有自行研究开发所获得的专利近两百项，其中有效发明专利 48 项。拥有世界先进、国内首创的大规模锌氧压浸出生产线，对我国铅锌冶炼生产工艺的改造和技术提升具有示范性的推动作用。

实验室配备了目前世界上诸多高端精密分析仪器，拥有 ICP-AES、ICP-MS、X 射线荧光光谱仪、电子探针、光电直读光谱、原子荧光、原子吸收、分光光度计、高频红外碳硫分析仪等多套设备。具有优良的科研传统和较强的研究能力，开发的分析方法上百种，主编过多项国家标准和行业标准。

本标准主要起草人及工作职责见表 1。

表 1 本标准主要起草人及工作职责

编号	实验室	人员	分工
1	深圳市中金岭南有色金属股份有限公司丹霞冶炼厂		负责调研、负责全过程的标准编制、标准起草、协调工作
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
11			
12			
13			
14			
15			
16			

4. 主要工作过程

同正文

二、标准编写原则和编写格式

符合性：本标准严格根据 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 附录 A：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；并按照 GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度》进行数理统计分析。

适用性和先进性：根据国际标准，确定测定方法及测定范围，提高本标准的适用性。通过充分调研，采用操作简便、灵敏度高、精密度和准确度好且在行业内普及的分析方法，能很好地满足行业对粗氢氧化镓中镓含量的分析测试要求，提高了本标准的可操作性和先进性。

三、标准主要内容的确定依据

附录 A 确定依据：《YS/T 1526-2022 镓镁合金 附录 A 镓镁合金中镓含量的测定 络合反滴定法》：一般要求和样品溶解，试验方法精度—通过实验室间试验测定确定了标准试验方法的重复性和再现性。

附录 B 确定依据：《GB/T 6284-2006 化工产品中水分测定的通用方法》：方法原理。《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》：一般要求及操作。

3.1 附录 A 实验部分

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%~40%。

A.2 引用标准

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 Na₂EDTA 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，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 400g 六次甲基四胺于 1000mL 烧杯中，加 600mL 水溶解，加入 80mL 盐酸（A.5.1），用水稀释至 1000mL，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 400mL 烧杯中，低温溶于 120mL 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 2000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

A.5.10 镓标准溶液（5mg/mL）。

称取 1.6803g Ga₂O₃（ $\omega_{\text{Ga}_2\text{O}_3}\geq 99.99\%$ ，精确至 0.0001 g）于 250mL 烧杯中。加入 30mL 盐酸（A.5.1），15mL 硝酸（A.5.2），盖上表面皿，置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 250mL 容量瓶中。用水稀释至刻度，混匀，此溶液 1mL 含 5mg 镓。

A.5.11 乙二胺四乙酸二钠（Na₂EDTA·2H₂O，简写作 EDTA）溶液 c(C₁₀H₁₄O₈Na₂·H₂O)≈0.05mol/mL）。

A.5.11.1 配制：称取 37.2g 乙二胺四乙酸二钠，溶于 1000mL 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 Na₂EDTA 标准滴定溶液置于 400mL 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 Na₂EDTA 标准滴定溶液与锌的校准因子 t:

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

式中:

V₁——移取 Na₂EDTA 标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL) (30mL);

V₂——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(A.5.11)置于 300 mL 烧杯中, 加入 2 mL 硫酸(A.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 Na₂EDTA 标准滴定溶液与镓的校准因子 f:

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

式中:

ρ₁——镓标准溶液的质量浓度, 单位为毫克每毫升 (mg/mL);

V₃——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 Na₂EDTA 标准滴定溶液与锌的校准因子;

V₄——空白标定中, 滴定过量的 Na₂EDTA 所消耗的锌标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

V₅——标定时镓与 Na₂EDTA 络合后, 滴定过量的 Na₂EDTA 所消耗的锌标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

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 0.1g 溴甲酚绿于 250ml 烧杯中, 加入 100mL 无水乙醇, 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 过程

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 400mL 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 1min~3min，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），置于电热板上加热煮沸 2~3min，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：

$$\omega_{Ga} = \frac{t \times (V_7 - V_6) \times f \times 10^{-3}}{m} \times 100 - \omega_{Fe} \times 1.249 \dots \dots \dots (A.3)$$

式中：

V₆——滴定试样溶液中过量的 Na₂EDTA 所消耗的锌标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V₇——滴定空白溶液中过量的 Na₂EDTA 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 Na₂EDTA 标准滴定溶液与锌的校准因子；

f——A.5.11.2.2 中测定的 Na₂EDTA 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.10 测试报告

3.2 附录 A 结果与讨论

3.2.1 样品的溶解方案的确定

选取2#样品来做相关实验，通过4种不同的溶样方法进行比对，实验现象见表1：

表1 溶样方法的选择

溶样方法	方法一 盐酸	方法二 盐酸+硝酸	方法三 盐酸+硝酸+硫酸	方法四 氢氧化钠溶液
实验现象	样品溶解完全，溶液清亮	样品溶解完全，溶液清亮	样品溶解完全，溶液清亮	有少许不溶物

由表1可，方法一、二、三都可以使样品溶解完全，考虑后期操作中需对试液调节pH，且三价镓容易水解的特性，本试验选择方法二，用盐酸、硝酸、硫酸来溶解样品。

3.2.2 称样量的选择

选取2#样品来做相关实验，通过称量0.1g、0.2g、0.3g样品进行比对，实验现象见表2：

表2 称样量的选择

称样量 (g)	Ga (%)	Ga (%)	Ga (%)
0.1	25.09	25.26	25.02
0.2	25.29	25.34	25.29
0.3	25.41	25.37	25.49

由表2可见三个称样量测的结果偏差不大，考虑锌标准溶液消耗体积及检测上限，本试验选择称样量0.2g左右。

3.2.3 干扰实验

3.2.3.1 掩蔽剂类型的选择

根据样品元素含量分析，粗氢氧化镓中杂质含量较高的是Al元素，EDTA滴定法中Al元素常见掩蔽剂有：柠檬酸、氟化铵、酒石酸、乙酰丙酮、磺基水杨酸、三乙醇胺、钛铁试剂等试剂，其中F⁻和[BF₄]⁻常用于镓的直接滴定法中作为掩蔽剂，柠檬酸和磺基水杨酸只掩蔽小剂量，其他多见于碱性条件下对Al的掩蔽。根据比对，实验选择氟化铵作为掩蔽剂。考虑氟化铵加入过多易和二甲酚橙指示剂作用，导致指示剂封闭，选择加入硼酸与氟离子结合生成更稳定的氟硼酸根离子[BF₄]⁻，保证滴定终点颜色正常。

3.2.3.2 掩蔽剂用量的选择

由于粗氢氧化镓铝含量可高达20%，按称样量0.2000g计，加入最大量干扰元素，通过控制实验条件，选择掩蔽剂氟化铵的用量，实验结果见表3：

表3 氟化铵的用量

加入镓量 (mg)	加入铝量 (mg)	加入氟化铵的量 (ml)	加入硼酸的量 (ml)	测的镓量 (mg)
25	40	0	10	85.16
25	40	5	10	24.71
25	40	10	10	24.71
25	40	15	10	24.71
50	40	0	10	104.5
50	40	5	10	49.12
50	40	10	10	49.41
50	40	15	10	49.41

通过表3的实验结果可以看出，当氟化铵用量为10mL时基本可以掩蔽杂质元素干扰，故选择10mL 氟化铵溶液（150g/L）作为掩蔽剂。

由于试样中铝含量范围跨度较大，当铝含量较低时，掩蔽剂氟化铵呈过量，过量的氟离子易与指示剂二甲酚橙结合，造成指示剂封闭，选择加入一定量硼酸与过量的氟离子络合，保证滴定终点颜色正常，实验结果见表4：

表4 硼酸的用量

加入镓量 (mg)	加入铝量 (mg)	加入氟化铵的量 (ml)	加入硼酸的量 (ml)	称样量 (g)	测的镓量 (mg)	镓回收率 (%)
50	40	10	0	/	48.52	97.04
50	40	10	2	/	48.66	97.32
50	40	10	4	/	48.52	97.04
50	40	10	8	/	48.38	96.76
50	/	10	0	/	49.85	99.70

加入镓量 (mg)	加入铝量 (mg)	加入氟化铵的量 (ml)	加入硼酸的量 (ml)	称样量 (g)	测的镓量 (mg)	镓回收率 (%)
50	/	10	2	/	49.85	99.70
50	/	10	4	/	49.90	99.80
50	/	10	8	/	49.70	99.40
2#	/	10	0	0.2000	49.91	98.36
2#	/	10	2	0.2000	50.11	98.76
2#	/	10	4	0.2000	49.77	98.09
2#	/	10	8	0.2000	49.84	98.23

实验过程中滴定终点颜色突变明显，指示剂无明显封闭情况，通过实验数据可以看出，硼酸的用量对结果影响不大。为保证试样成分不明确时滴定反应顺利进行，仍选择 8mL 硼酸溶液 (30g/L) 作为添加剂，以保证实验正常进行。

3.2.4 精密度试验

3.2.4.1 加标回收试验

选取1#、2#样品来做相关实验，数据见表5

表5 加标回收试验

样品	镓量 (mg)	加入镓量 (mg)	测得镓量 (mg)	回收率 (%)
1	37.18	10	47.20	100.20
1	37.18	10	47.27	100.90
1	37.18	25	61.59	97.64
1	37.18	25	61.66	97.92
2	50.92	10	60.63	97.10
2	50.92	10	60.75	98.30

通过试验可以看出，本方法的回收率在 97%~101%之间，测定结果准确、可行。

3.2.4.2 精密度数据

称取试样，按本文拟定的分析步骤对粗氢氧化镓的3个试验样进行11次独立测定，结果见表6。

表6 精密度试验 (n=11)

样品编号	1#	2#	3#
单次测定结果 %	18.67	25.39	35.35
	18.54	25.39	35.30
	18.51	25.29	35.18
	18.60	25.29	35.16
	18.56	25.33	35.07
	18.54	25.30	35.23
	18.69	25.29	35.02
	18.69	25.49	35.24
	18.51	25.39	35.00
	18.61	25.44	35.18
	18.57	25.46	35.27
平均值/%	18.59	25.37	35.18
RSD	0.068	0.074	0.11
SD	0.36	0.29	0.32

由表6可知，试样的相对标准偏差在0.29~0.40之间，该法精密度好。

3.2.5 附录 A 结论

本文通过试验研究，确定了用Na₂EDTA滴定粗氢氧化镓的镓含量的分析方法，该方法相对标准偏差在0.29~0.40之间，加标回收率在97%~101%之间。试验证明该方法精密度良好，准确度高，可作为行业标准进行推广使用。

3.3 附录 B 实验部分

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 ISO7530-1。

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 ± 2）°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°C ± 2°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（m₁）中。记录盛样盘和试料的总质量（m₂）。

B.7.3.2 将盛有试料的盛样盘置于105°C ± 2°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（m₃）。

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：

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

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.10 测试报告

3.4 附录 B 结果与讨论

3.4.1 精密度数据

称取试样，按本文拟定的分析步骤对粗氢氧化镓的1个试验样进行7次独立测定，结果见表7。

表7 精密度试验（n=11）

样品序号	1#
单次测定结果/%	67.44
	67.36
	67.44
	67.40
	67.35
	67.46
	67.50
均值	67.42
SD值	0.054
RSD值	0.081

由表7可知，试样的相对标准偏差为0.081，该法精密度好。

3.4.2 结论

本文通过试验研究，确定了用重量法测定粗氢氧化镓的水分含量的分析方法，该方法相对标准偏差在0.87~1.50之间。试验证明该方法精密度良好，准确度高，可作为行业标准进行推广使用。

四、标准中涉及专利的情况

本标准不涉及专利和知识产权问题。

五、标准预期达到的社会效益等情况

5.1 标准编写的目的和意义

镓是重要的稀散金属，是当代高新技术产业发展的关键材料，在信息通讯、新能源、现代航空、现代军事等高新技术领域具有广泛应用。无论是铝冶炼过程中碱液吸附制备金属镓，还是从锌冶炼物料、煤灰等物料中综合回收镓的过程，粗氢氧化镓均是生产过程中得到的一个必不可少的产品，是金属镓生产的直接原料。粗氢氧化镓主要以沉淀物从含镓的溶液中分离富集，从而作为金属镓碱性电积的原料，满足镓电积生产的需要。中国镓资源丰富，是全球重要的镓资源供给国。2020年全球原生镓产量327吨，其中中国生产317吨，占97%。随着新能源、新材料、现代航空、现代

军事等高新技术的快速发展，预计在 2025 年，全球镓需求金属量将为 1623.1 吨。

鉴于镓的需求市场的日益扩大，我国国内金属镓的生产能力也将越来越强，根据《中华人民共和国出口管制法》《中华人民共和国对外贸易法》《中华人民共和国海关法》等有关规定，为维护国家安全和利益，2023 年 7 月 3 日，经国务院批准，决定对镓、锗相关物项实施出口管制。当前，经标准查新，国内外无粗氢氧化镓标准分析方法。粗氢氧化镓未建立相关的检测标准，导致现实贸易活动中没有标准可依，因而通过建立粗氢氧化镓化学分析方法，提高粗氢氧化镓产品的价值，有利于贸易结算。

5.2 标准预期的作用和效益

本标准充分考虑了目前国内粗氢氧化镓生产、研发、应用和检测的实际技术水平。本标准颁布执行后，将在国内形成对粗氢氧化镓中镓化学成分的统一的分析测试标准，对于增加各机构检测数据之间的可靠性和可比性，助力我国镓产业的发展发挥着十分重要的作用。

六、采用国际标准和国外先进标准的情况

本标准方法为国内新增方法。

七、与现行法律法规、强制性国家标准及相关标准的关系

本标准属于粗氢氧化镓化学分析方法标准，领域内没有强制性国家标准。本标准与现行法律法规和相关标准相协调、无冲突。

八、重大分歧意见的处理和依据

无重大分歧。

九、标准作为强制性或推荐性国家（或行业）标准的建议

建议本标准为推荐性行业标准，供相关组织参考采用。

十、贯彻标准的要求和措施建议

建议向粗氢氧化镓生产、销售、检测的相关企业和单位积极贯彻本标准的内容。

十一、废止现行有关标准的建议

本标准不涉及相关标准的废止。

十二、其它应予说明的事项

无。

编制组
2026 年 4 月 30 日