

DZ

中华人民共和国地质矿产行业标准

DZ/T XXXXX—XXXX

高纯石英用硅质原料评价工作指南

Guidelines for the evaluation of siliceous material for high-purity quartz

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(报批稿)

(本草案完成时间：2023.08)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国自然资源部 发布

目 次

前言 II

引言 III

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 目标和工作条件 2

5 基本程序 2

6 工作内容 3

7 报告编制 6

附录 A（资料性） 高纯石英用硅质原料评价报告编写提纲 7

参考文献 9

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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中华人民共和国自然资源部提出。

本文件由全国自然资源与国土空间规划标准化技术委员会（SAC/TC93）归口。

本文件起草单位：中国地质科学院郑州矿产综合利用研究所、自然资源部矿产资源保护监督司、中国地质调查局、连云港福东正佑照明电器有限公司、中国建筑材料工业地质勘查中心。

本文件主要起草人：张海啟、张亮、刘磊、谭秀民、朱黎宽、武秋杰、张生辉、陈丛林、王利、郭理想、刘广学、马亚梦、张宏丽、谭琦、郭峰、陈军元、于海军。

引 言

高纯石英被广泛应用于半导体、光伏、光纤通信、光学、电光源等领域，是新一代信息技术产业、高端装备制造产业、新能源产业等战略性新兴产业的关键基础材料，高纯石英用硅质原料是世界稀缺、我国短缺的战略性矿物资源。GB/T 13908《固体矿产地质勘查规范总则》、DZ/T 0207《矿产地质勘查规范 硅质原料类》等标准能够有效指导我国硅质原料的勘查评价工作，但由于高纯石英应用领域的特殊性，其对石英矿物的杂质含量、包裹体含量、羟基含量、粒度等有严格要求，致使高纯石英用硅质原料的矿床成因、矿石类型及特征、评价方法和内容等与常规硅质原料有明显区别，因此，亟需制定相应的评价指南，指导相关从业者科学正确的开展相关工作，保障我国高纯石英原料资源的安全供给。

鉴于高纯石英用硅质原料勘查评价为新兴的主题和相关标准的需求的紧迫性，因此制定本指南，并与GB/T 13908《固体矿产地质勘查规范总则》、DZ/T 0207《矿产地质勘查规范—硅质原料类》等标准配套使用，指导高纯石英用硅质原料评价工作。

高纯石英用硅质原料评价工作指南

1 范围

本文件提供了高纯石英用硅质原料评价工作的目标和工作条件、基本程序、工作内容、报告编制等方面的指导。

本文件适用于高纯石英用硅质原料评价工作。

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 3284 石英玻璃化学成分分析方法
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 13908 固体矿产地质勘查规范总则
- GB/T 25283 矿产资源综合勘查评价规范
- GB/T 25915.1 洁净室及相关受控环境第1部分：按粒子浓度划分空气洁净度等级
- GB/T 32650 电感耦合等离子体质谱法检测石英砂中痕量元素
- GB/T 33444 固体矿产勘查工作规范
- DZ/T 0207 矿产地质勘查规范 硅质原料类
- DZ/T 0340 矿产勘查矿石加工选冶技术性能试验研究程度要求
- DZ/T 0429 固体矿产勘查采样规范
- JC/T 2027 高纯石英中杂质含量的测定方法—电感耦合等离子体原子发射光谱法
- SJ/T 10380 工业用酸洗石英砂

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

高纯石英 high-purity quartz

指以花岗伟晶岩、脉石英或水晶等岩石中石英矿物为原料，经加工后SiO₂含量>99.99%，杂质含量、包裹体含量、羟基含量以及粒度等达到半导体、光纤通信、光伏、光学、电光源等相关领域应用要求的石英产品。

注：通常高纯石英中主要杂质元素含量Al<30 μg/g, Ti<10 μg/g, Na<8 μg/g, K<8 μg/g, Li<5 μg/g, Ca<5 μg/g, Fe<3 μg/g, P<2 μg/g, B<1 μg/g, Mg<3 μg/g, Mn<1 μg/g, Ni<1 μg/g, Cr<1 μg/g, Cu<1 μg/g, Zn<1 μg/g, Zr<2 μg/g, Co<1 μg/g, 且所有杂质元素总含量<100 μg/g；粒度在50 μm-500 μm之间。

3.2

潜力原料 potential sample

指经过工艺矿物学研究后，具有制备高纯石英（3.1）潜力的硅质原料。

3.3

选矿除杂 beneficiation and impurity removal

采用重选、磁选、浮选等物理化学方法，去除原料中单体脉石矿物、矿物连生体等矿物杂质，获得单体石英矿物的过程。

3.4

化学提纯 deep chemical purification

采用煅烧水淬、化学浸出、氯化焙烧等方法，去除样品中物理分选无法脱除的杂质元素、包裹体，获得高纯石英产品的过程。

4 目标和工作条件

4.1 目标

通过工艺矿物学研究、选矿除杂研究、化学提纯研究、分析测试等手段，评价工作区花岗伟晶岩、脉石英或水晶等获得高纯石英的可能性，提出加工技术途径的初步建议，为高纯石英用硅质原料找矿和评价工作提供依据。

4.2 工作条件

4.2.1 选矿除杂、化学提纯单位具备承担相关工作的经验与能力，分析测试单位具有检验检测机构资质。

4.2.2 具备开展高纯石英化学提纯、产品分析测试作业的无尘工作环境。

4.2.3 开展工艺矿物学研究、选矿除杂、化学提纯、分析测试过程中避免样品污染。

4.2.4 试验过程中产生的废液、废气等需进行净化处理，避免造成环境污染。

5 基本程序

5.1 工作步骤

通常采用资料收集分析、样品采集、工艺矿物学研究、选矿除杂研究、化学提纯研究、分析测试、总体评价、报告编写的步骤开展评价工作。

5.2 工作流程图

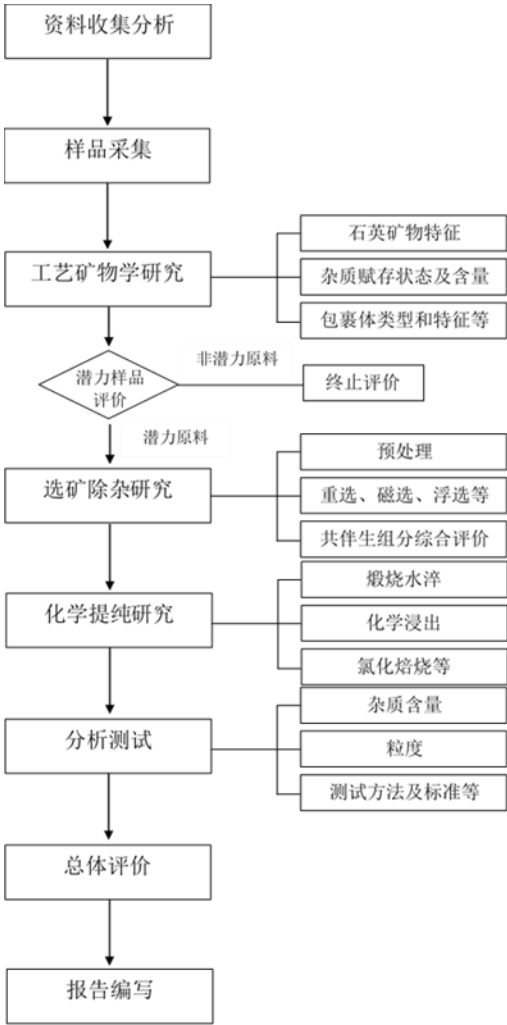


图1 工作流程图

6 工作内容

6.1 资料收集分析

- 6.1.1 收集工作区与目标矿床（矿点或矿化点）相关的地质勘查、选矿除杂、化学提纯、分析测试、开发利用等资料。
- 6.1.2 初步了解工作区成矿地质条件、矿床特征、矿石质量特征及工作程度等。
- 6.1.3 在资料综合分析的基础上，制定评价工作的方案。
- 6.1.4 地质调查、勘查工作可执行 GB/T 13908，GB/T 33444，DZ/T 0207 中相关规定。

6.2 样品采集

- 6.2.1 结合矿体地质特征、工艺矿物学研究、选矿除杂研究、化学提纯研究等制定采样方案，确定采样方法、采集样品数量、采样位置、样品质量要求等内容，部署采样工程。样品采集执行 GB/T 33444，DZ/T 0429 中相关规定。
- 6.2.2 样品采集时充分利用工作区已有的勘查工程采样。
- 6.2.3 样品单独编号、包装、存放，避免污染是至关重要的。
- 6.2.4 宜根据矿体不同部位石英矿物透明度变化进行粗略分级，结合矿床类型和矿体特征，从矿体不

同部位采集具有代表性的样品。

6.2.5 板状、倾斜脉状矿体宜沿矿体走向和倾斜方向在地表浅部、深部有采样点；等轴状矿体宜在矿体边部、中心，顶部、底部有采样点；柱状矿体宜沿矿体走向在矿体两端和中部有采样点。

6.2.6 矿体中石英透明度较好的部位宜单独采样。

6.2.7 对于平均厚度 $\geq 10\text{m}$ 时，建议加密取样。

6.3 工艺矿物学研究

6.3.1 目的和流程

6.3.1.1 通过工艺矿物学研究，确定样品中杂质的赋存状态及含量、包裹体特征、共伴生矿物特征、石英的嵌布粒度及与其他矿物的空间嵌布关系，初步评价样品通过加工制备高纯石英精矿产品潜力，并为选矿除杂和化学提纯研究提供工艺矿物学参数。

6.3.1.2 可利用光学显微镜(OM)、矿物自动化定量分析系统(如TIMA, MLA)、扫描电子显微镜(SEM)、激光剥蚀电感耦合等离子质谱仪(LA-ICP-MS)、阴极荧光光谱分析系统(SEM-CL)、激光拉曼光谱仪(LRS)及电子探针分析仪(EPMA)等仪器开展工艺矿物学研究。

6.3.1.3 宜按照手标本特征-石英矿物特征-石英中包裹体特征-石英中杂质赋存状态及含量的顺序，从宏观到微观逐步开展研究。

6.3.2 手标本特征研究

6.3.2.1 观察矿石手标本颜色、结构构造、蚀变特征、矿物组成及含量等。

6.3.2.2 观察矿石手标本中石英矿物透明度，光泽，粒度，结晶情况等。

6.3.3 石英矿物特征研究

6.3.3.1 利用光学显微镜(OM)观测样品薄片，确定样品的结构构造、矿物组成、石英与其他矿物嵌布关系、石英矿物颗粒本身光性特征、裂隙发育程度等。花岗伟晶岩型矿石样品可利用矿物自动化定量分析系统(TIMA 或 MLA)，进一步确定矿物组成及含量、矿物粒度、矿物结构构造、矿物嵌布关系、石英的单体解离度以及其中微细粒矿物包裹体种类及含量等。

6.3.3.2 利用阴极荧光光谱分析系统(SEM-CL)测定石英矿物的结构变化、形成期次等。

6.3.4 石英中包裹体特征研究

6.3.4.1 利用光学显微镜(OM)观察石英中包裹体的类型、形态、大小、数量等特征，分析石英颗粒中微细粒包裹体发育情况和包裹体分布密度。

6.3.4.2 利用扫描电镜(SEM)、电子探针(EPMA)及激光剥蚀电感耦合等离子质谱仪(LA-ICP-MS)观测石英中包裹体的分布特征，测定熔融包裹体和矿物包裹体等的成分。

6.3.4.3 利用激光拉曼光谱仪(LRS)和激光剥蚀电感耦合等离子质谱仪(LA-ICP-MS)分析流体包裹体的化学成分。

6.3.5 石英中杂质赋存状态及含量研究

6.3.5.1 利用激光剥蚀电感耦合等离子质谱仪(LA-ICP-MS)测定石英矿物中Al、Ti、Na、K、Li、Ca、Fe、P、B、Mg、Mn、Ni、Cr、Cu、Zn、Zr、Co等杂质含量，分析检测时分析位置附近不应含微细粒包裹矿物。

6.3.5.2 可利用Al和Ti含量初步定性判断晶格间杂质含量。

6.3.6 潜力原料评价

6.3.6.1 综合样品的手标本特征、石英矿物特征、包裹体特征和类型、杂质赋存状态及含量等特征，判断样品所代表的矿石能否成为潜力原料。

6.3.6.2 通常花岗伟晶岩型矿石手标本中石英矿物呈现无色透明至半透明，表面干净，晶粒完整，标本中黑云母等暗色矿物含量少或没有；脉石英型矿石手标本中石英矿物呈现无色透明至半透明块状，肉眼观察无杂质矿物，矿物组成简单，结晶粒度好；水晶矿石手标本石英矿物呈现无色透明，肉眼观察无杂质矿物，矿物组成简单，结晶度好。

6.3.6.3 通常高纯石英潜力原料中石英矿物显微镜下颗粒表面光滑，透明度高，矿物构造裂隙少，微细粒矿物包裹体极少，石英解离度好。

6.3.6.4 当石英矿物阴极发光（CL）图像呈现出明暗相间的多生长期次特征和蓝色高亮度特征时，通常很难加工成高纯石英，建议不进行后续评价工作。

6.3.6.5 石英中包裹体以矿物包裹体、气液两相包裹体为主（超过包裹体总数量 50%），且视域内所有包裹体面积比率 $>10\%$ 时，通常很难加工成高纯石英，建议不进行后续评价工作。

6.3.6.6 当石英中包裹体以微细粒包裹体为主（尺寸 $<10\mu\text{m}$ ，超过包裹体总数量 50%），且视域内所有包裹体面积比率 $>5\%$ 时，通常很难加工成高纯石英，建议不进行后续评价工作。

6.3.6.7 当石英矿物中杂质元素 $\text{Al}>50\mu\text{g/g}$ 或 $\text{Ti}>15\mu\text{g/g}$ 时，通常很难加工成高纯石英，建议不进行后续评价工作。

6.4 选矿除杂研究

6.4.1 目的和流程

6.4.1.1 通过选矿除杂，去除脉石矿物等杂质，获得纯度较高的石英精矿，为化学提纯提供样品。

6.4.1.2 通常按照预处理-选矿除杂的顺序，对样品进行预处理后再开展选矿除杂工作。

6.4.2 预处理

6.4.2.1 通过预处理，预先富集石英矿物并综合回收长石、云母等伴生矿物。

6.4.2.2 脉石英型、水晶型矿石通常建议破碎至 $2\text{cm}-8\text{cm}$ ；花岗伟晶岩型矿石，可根据矿物的嵌布粒度，破碎至 $20\text{mm}-15\text{mm}$ 、 $15\text{mm}-10\text{mm}$ 、 $10\text{mm}-5\text{mm}$ 或 $5\text{mm}-2\text{mm}$ 不等的窄级别颗粒料。

6.4.2.3 破碎分级过程中，宜遵循阶段破碎阶段分级原则，减少过粉碎现象。

6.4.2.4 根据脉石矿物的种类、粒度等采用适当的方法进行预处理是十分必要的。可选择煅烧水淬方法处理脉石英，煅烧温度一般控制在 $500^{\circ}\text{C}-1000^{\circ}\text{C}$ 。可采用光电色选、X 射线分选方法处理花岗伟晶岩型矿石，初步去除样品中的粗粒长石、深色脉石矿物等；可采用风选方法初步分离回收云母等片状矿物。

6.4.3 选矿除杂

6.4.3.1 综合应用擦洗、重选、磁选、浮选等选矿方法除去铁氧化物、云母、长石等矿物杂质。

6.4.3.2 评价过程中执行 GB/T 25283 相关规定，对共伴生矿产进行综合评价。

6.4.3.3 矿产勘查各阶段选矿除杂研究程度执行 DZ/T 0340 相关要求。

6.5 化学提纯研究

6.5.1 对选矿除杂获得的精矿产品开展化学提纯工作，进一步去除石英中裂隙及矿物类、气液包裹体类及晶格类杂质，降低杂质含量。

6.5.2 综合运用煅烧水淬、化学浸出、氯化焙烧等方法开展化学提纯工作。必要时，可辅助使用超声波、微波等方法进一步提升样品纯度。

6.5.3 在无尘工作环境中开展化学提纯工作是十分必要的。

6.5.4 宜使用电导率 $<2\mu\text{S/cm}$ 的纯水作为化学提纯的试验用水。

6.5.5 与石英精矿接触的设备及连接内衬、容器等建议使用聚四氟乙烯材料或高纯石英材料。相关材料使用前需用稀硝酸溶液浸泡后洗涤至纯净。

6.6 分析测试

- 6.6.1 可采用 GB/T 3284, GB/T 32650, JC/T 2027 等规定方法进行高纯石英中杂质测定。
- 6.6.2 粒度建议按照 SJ/T 10380 的规定进行测定。
- 6.6.3 通常检测精矿产品中 Al、Ti、Na、K、Li、Ca、Fe、P、B、Mg、Mn、Ni、Cr、Cu、Zn、Zr、Co 等杂质含量。
- 6.6.4 宜采用差减法得到高纯石英产品的纯度。
- 6.6.5 分析用氩气纯度建议在 99.999% 以上, 所用化学试剂建议为 MOS 级高纯试剂。
- 6.6.6 分析试验用水符合 GB/T 6682 中实验室用水一级规格, 电阻率宜大于 $18\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ 。
- 6.6.7 分析测试处理环境达到 GB/T 25915.1 规定的 4 级及以上要求, 样品仪器分析区域空气环境质量达到 GB/T 25915.1 规定的 7 级以上要求。

6.7 总体评价

- 6.7.1 综合工艺矿物学研究、选矿除杂研究、化学提纯研究以及分析测试结果, 总结评述工作区硅质原料加工为高纯石英的可能性, 说明初步建议的加工技术途径。
- 6.7.2 对于可加工为高纯石英的硅质原料, 评价其潜在应用领域, 并尝试总结矿床成因、矿石特征、共伴生矿产等成矿地质条件。
- 6.7.3 对于不可加工为高纯石英的硅质原料, 综合评价其他用途和价值。

7 报告编制

- 7.1 高纯石英用硅质原料评价报告编写提纲见附录 A。
- 7.2 评价过程中所采用选矿除杂方法、化学提纯方法、分析测试方法、测试条件等内容宜重点说明。
- 7.3 报告中附图、附表、附件规范齐全是十分必要的。

附录 A

(资料性)

高纯石英用硅质原料评价报告编写提纲

XX省(市、自治区)XX县(市、区、旗)XX高纯石英用硅质原料矿评价报告

1. 摘要

简述工作单位、工作时间，工作区位置、勘查程度，主要成果、存在的主要问题及建议。

2. 研究概况

2.1 目的任务

2.2 研究单位与人员工作背景及工作过程

2.3 研究依据及技术方法

2.4 基础资料评价

3 矿床特征简况及样品采集

3.1 成矿地质背景及地质条件

3.2 矿区地质特征

3.3 矿体、矿石特征

3.4 采样设计及样品采集

4 工艺矿物学研究

4.1 手标本特点

4.2 石英矿物特征

4.3 杂质元素赋存状态及含量

4.4 包裹体类型及特征

4.5 潜力原料评价

5 选矿除杂

5.1 预处理

5.2 选矿除杂

5.3 综合评价

6 化学提纯

7 分析测试

8 总体评价

9 工作方法及质量评述

9.1 样品采集

9.2 工艺矿物学研究

9.3 选矿除杂

9.4 化学提纯

9.5 分析测试

10 结论

10.1 主要结论

10.2 存在问题

11 参考文献

参 考 文 献

- [1] GB/T 32649 光伏用高纯石英砂
 - [2] GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
 - [3] DZ/T 0275 岩矿鉴定技术规范
 - [4] DZ/T 0130.13 地质矿产实验室测试质量管理规范 第13部分 矿石加工选冶性能试验
-