、

中华人民共和国工业和信息化部发布

××××-××-××实施

××××-××-××发布

磷酸钒

Vanadium phosphate

（送审稿）

YS/T XXX—200X

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

ICS 77.150.99

H 63

1. 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/TC243）提出并归口。

本标准起草单位:大连博融新材料有限公司。

本标准主要起草人：陈彦博，宋明明，郝玥。

磷酸钒

* 1. 范围

本标准规定了磷酸钒（VPO4）的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存及质量证明书与订货单（或合同）的内容。。

本标准适用于以含钒原料经溶出、沉淀及焙解等工序制得的磷酸钒产品。

* 1. 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，仅所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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

* 1. 技术要求
     1. 产品分类

产品按纯度分为两个等级。

* + 1. 化学成分

产品的化学成分应符合表1的规定，钒：磷（摩尔比）=1±0.02。需方如对产品的化学成分有特殊要求时，在订货单（或合同）中注明。

表1 单位为质量百分含量

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 等级 | V | P | Mg | Fe | Mo | Al | Ca | Cr |
| 一级品 | 34.43~35.43 | 20.73~21.73 | ≤0.005 | ≤0.080 | ≤0.005 | ≤0.010 | ≤0.030 | ≤0.020 |
| 二级品 | ≤0.005 | ≤0.100 | ≤0.015 | ≤0.015 | ≤0.050 | ≤0.040 |

* + 1. 外观

产品为灰白色至灰色固体粉末，无目视可见夹杂物。

* 1. 试验方法
     1. 化学成分
        1. 产品中钒含量分析按照附录A的规定进行。
        2. 磷含量分析按照附录B的规定进行。
        3. Mg、Fe、Mo、Al、Ca、Cr含量分析按照附录C的规定进行。
     2. 外观

产品的外观采用目视检验。

* 1. 检验规则
     1. 检查和验收
        1. 产品应由供方进行检验，保证产品质量符合本标准及订货单（或合同）的规定，并填写质量证明书。
        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及订货单（或合同）的规定不符时，应在收到产品之日起30日内，以书面形式向供方提出，由供需双方协商解决。如需仲裁，仲裁取样由供需双方协商确定。
     2. 组批

产品应成批提交验收，每批应由同一原料、同一工艺、同一混合料组成，每批的重量500kg。

* + 1. 检验项目

每批产品应进行化学成分及外观的检验。

* + 1. 取样
       1. 产品取样件数按表2的规定进行。

表2

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 产品总件数 | 1～10 | 11～49 | 50～64 | 65～81 | ＞81 |
| 取样件数 | 全取 | 11 | 12 | 13 | 15 |

* + - 1. 产品的检验项目应符合表3的规定，取样方法按GB/T 6679进行。

表3

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 检验项目 | 要求的章条号 | 试验方法章条号 |
| 化学成分 | 3.2 | 4.1 |
| 外观 | 3.3 | 4.2 |

取出的试样用四分法缩分至500g左右，分装3袋，1份做供方化学成分检测用，1份做需方化学成分检测用，1份密封保存备查。

* + 1. 检验结果判定
       1. 产品的化学成分指标检测结果如有一项不合格的，则在该批产品中加倍取样对该不合格项进行重复试验，若重复试验结果有一项不合格的，判定该批不合格。若重复试验结果全部合格，则判该批产品为合格。
       2. 外观检验不合格时，判定该批不合格。
  1. 标志、包装、运输、贮存及质量证明书
     1. 标志

每批产品的包装外应注明：

* 1. 生产厂名称；
  2. 产品名称和等级；
  3. 批号；
  4. 本标准编号。
     1. 包装、运输、贮存

产品以50kg铁桶包装，内衬袋宜用聚乙烯薄膜袋，也可根据客户要求采用其它的适宜包装形式。

* + 1. 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、地址、电话、传真；

b) 产品名称和等级；

c) 批号；

d) 净重；

e) 各项分析检验结果和技术监督部门印记；

f) 本标准编号；

g) 出厂日期（或包装日期）。

* 1. 订货单（或合同）内容

本标准所列材料的订货单（或合同）内应包括下列内容：

a) 产品名称；

b) 等级；

c) 规格要求；

d) 净重；

e) 本标准编号；

f) 其它需协商的内容。

**附录A**

**（规范性附录）**

**钒含量的测定方法**

A.1 范围

本附录规定了磷酸钒中钒含量的测定方法，钒含量的测定范围为>30.00%。

A.2 原理

磷酸钒试样经溶解后，在磷酸缓冲溶液中，用过量硫酸亚铁铵溶液将试样中的五价钒还原至四价钒，再采用高锰酸钾标准滴定溶液作为滴定剂，根据电位滴定仪的电位突跃点对应的高锰酸钾标准滴定溶液消耗体积，计算磷酸钒中钒含量。

A.3 试剂和材料

本附录使用的试剂和水，除非另有规定，均使用确认为分析纯的试剂和符合GB/T 6682中三级水要求的水。

A.3.1 硫酸溶液: (8+92)，优级纯。

A.3.2 草酸钠：基准工作试剂。

A.3.3 高锰酸钾标准滴定溶液：约0.15mol/L。

A.3.3.1 配制

称取4.0 g高锰酸钾（优级纯）于1L烧杯中，加热至沸腾，并保持微沸1h，冷却到室温，补水至1L。于暗处放置两周，用3#砂芯漏斗(在同样浓度高锰酸钾溶液中缓慢煮沸5min)过滤，用少量滤液润洗棕色试剂瓶，弃去润洗液，将高锰酸钾滤液移至该试剂瓶中置于暗处常温保存，待标定。

A.3.3.2 标定

准确称取0.08g（精确至0.00001g）于105℃～110℃电烘箱干燥至恒重的草酸钠基准工作试剂（A.3.2）于250 mL烧杯中，加入60 mL硫酸溶液（A.3.1），补加少量水使其溶解，补水至150 mL，在水浴锅中加热至65℃，利用自动电位滴定仪，趁热用高锰酸钾标准滴定溶液（A.3.3）滴定至终点，同时做空白试验，根据滴定终点高锰酸钾标准滴定溶液（A.3.3）消耗体积计算其准确浓度。

A.3.3.3 高锰酸钾标准滴定溶液浓度计算

高锰酸钾标准滴定溶液的浓度[]，单位用mol/L表示，按式（A.1）计算：



式中：

m—草酸钠的质量的准确数值，单位为（g）；

V1—滴定消耗高锰酸钾标准滴定溶液（A.3.3）的体积的数值，单位为（mL）；

V2—空白试样消耗高锰酸钾标准滴定溶液（A.3.3）的体积的数值，单位为（mL）；

M—草酸钠的摩尔质量的数值，单位为（g/mol），（[]）。

A.3.4 硫酸溶液: 3+1，优级纯。

A.3.5高锰酸钾溶液：25g/L。

A.3.6 磷酸：ρ1.70g/mL，优级纯。

A.3.7 硫酸亚铁铵溶液（40g/L）：称取120g六水合硫酸亚铁铵［(NH4）2SO4·FeSO4·6H2O］，溶于300 mL硫酸（4.1.2.5）中，补加2700 mL水，摇匀。

A.3.8 硝酸：分析纯。

A.3.9 高氯酸：优级纯。

A.4 仪器设备

A.4.1 自动电位滴定仪测定装置的电极为氧化还原复合电极，电位计测定精度为±0.1mV。

A.4.2 称量使用分析天平，精度为0.0001g。

A.4.3 其它仪器和设备使用一般实验室仪器及设备。

A.5 实验步骤

A.5.1 准确称取0.3g（精确至0.0001g）样品，置于锥形烧杯中。

A.5.2 沿杯壁加入约10mL水冲洗杯壁并润湿样品。

A.5.3 依次加入5ml硝酸（A.3.8）、5ml高氯酸（A.3.9）、20mL硫酸（A.3.4），加热至微冒硫酸烟1min，冷却。

A.5.4 加入高锰酸钾溶液（A.3.5）至溶液呈微红色，移至250mL烧杯中。

A.5.5冷却至室温，加入10 mL 磷酸（A.3.6）。

A.5.6 加入适量（约20ml-30ml）硫酸亚铁铵溶液（A.3.7），补水至150mL。

A.5.7 置于水浴锅中加热至约70℃。

A.5.8 以高锰酸钾标准滴定溶液（A.3.3）作为滴定剂，利用自动电位滴定仪进行滴定，根据高锰酸钾标准滴定溶液（A.3.3）消耗体积计算样品中钒含量。

A.6 实验数据处理

试样中钒含量，单位用（%）表示，按式（A.2）计算：

****

式中：

V—电位滴定仪第二个突跃点消耗高锰酸钾标准滴定溶液（A.3.3）的体积的数值，单位为（mL）；

C—高锰酸钾标准滴定溶液（A.3.3）的浓度[]，单位为（mol/L）；

m—样品质量的准确数值，单位为（g）。

A.7 精密度

A.7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试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A1数据采用线性内插法求得：

表A1 重复性限 %

|  |  |
| --- | --- |
| Wv | 34.43~35.43 |
| r | 0.32 |

A.7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两次测试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A2数据线性内插法求得：

表A2 再现性限 %

|  |  |
| --- | --- |
| Wv | 34.43~35.43 |
| R | 0.34 |

**附录B**

**（规范性附录）**

**磷含量的测定方法**

B.1 范围

本附录规定了磷酸钒中磷含量的测定方法，磷含量的测定范围为15%～30%。

B.2 原理

磷酸钒试样经溶解后，在硝酸介质中，磷与铋及钼酸铵形成络合物，以抗坏血酸还原成磷钼蓝，于分光光度计700nm处比色，测量其吸光度。

B.3 试剂和材料

本附录使用的试剂和水，除非另有规定，均使用确认为分析纯的试剂和符合GB/T 6682中三级水要求的水。

B.3.1 硝酸：1+1；

B.3.2 硝酸：1+2；

B.3.3 硝酸铋溶液：10g/L；

称取5g硝酸铋溶于硝酸(B.3.2)中，以硝酸(B.3.2)稀释至500mL；

B.3.4 磷显色剂溶液：称取20g酒石酸钾钠和25g钼酸铵溶于水中，稀释至500mL；

B.3.5 抗坏血酸溶液：20g/L；

B.3.6磷标准溶液：1.00 g/L；

B.3.7 磷标准溶液：2ug/mL；

准确移取2.00mL磷标准溶液（4.2.6），置于1000mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀；

B.3.8 硫酸：1+1；

B.3.9硫酸：3+1；

B.3.10 高锰酸钾：25g/L；

B.3.11 硝酸：GR

B.3.12 高氯酸：GR

B.3.13 氢氧化钠：400g/L；

B.3.14 钒溶液：称取0.3g（精确至0.0001g）五氧化二钒（V2O5≥99.9%）于250ml烧杯中，加入约10ml水，滴加氢氧化钠（B.3.13）至溶解，用硝酸（B.3.1）中和至中性，再加入30ml硝酸（B.3.1），定容至1000ml。

B.4 仪器设备

B.4.1 称量使用分析天平，精度为0.0001g。

B.4.2 其它仪器和设备使用一般实验室仪器及分光光度计。

B.5 实验步骤

B.5.1 标准曲线的绘制

B.5.1.1 准确移取0mL、1.00mL、2.00mL、4.00 mL、6.00mL、8.00mL、10.00mL磷标准溶液（B.3.7）两份，分别置于两组50mL的容量瓶中，分别加入2mL钒溶液（B.3.14）。

B.5.1.2 参比溶液

加入5mL硝酸铋溶液(B.3.3)，混匀，加入5mL抗坏血酸溶液(B.3.5)，加水定容至刻度，摇匀，室温放置10min。

B.5.1.3 显色溶液

加入5mL硝酸铋溶液(B.3.3)，混匀，加入5mL磷显色溶液(B.3.4)，混匀，加入5mL抗坏血酸溶液(B.3.5)，加水定容至刻度，摇匀，室温放置10min。

B.5.1.4用3cm比色皿于分光光度计波长700nm处，以参比溶液为参比测定其吸光度。

B.5.1.5 以吸光度为纵坐标，磷含量(ug)为横坐标，绘制标准曲线。

B.5.2 试样的测定

B.5.2.1准确称取0.1g～0.2g（精确至0.0001g）样品，置于锥形烧杯中。

B.5.2.2加入5mL硝酸（B.3.11），5mL高氯酸（B.3.12），加入20ml硫酸（B.3.9）溶解澄清后冷却，转移至250mL容量瓶中，以水定容至刻度。

B.5.2.3 分取5.00mL样品（B.5.2.2）以水定容至250mL容量瓶中。

B.5.2.4 再准确移取5.00mL样品（B.5.2.3）两份，分别于50mL容量瓶中，加入1.5mL硝酸（B.3.1）。

B.5.2.5 按照B.5.1.2～B.5.1.4进行测定。

B.5.2.6同时做空白。

B.6 实验数据处理

试样中磷含量，单位用（%）表示，按式（B.1）计算：

****

式中：

—从标准曲线上查得磷量，单位为（ug）；

E—分取倍数；

—试样质量，单位为（g）；

B.7 精密度

B.7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试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B1数据采用线性内插法求得：

表B1 重复性限 %

|  |  |
| --- | --- |
| Wp | 20.73~21.73 |
| r | 0.50 |

B.7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两次测试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B2数据线性内插法求得：

表B2 再现性限 %

|  |  |
| --- | --- |
| Wp | 20.73~21.73 |
| R | 0.69 |

**附录C**

**（规范性附录）**

**Mg、Fe、Mo、Al、Ca、Cr含量的测定方法**

C.1 范围

本附录规定了磷酸钒中Mg、Fe、Mo、Al、Ca、Cr含量的测定方法。各元素测定范围见表C1。

表C1 各元素测定范围 %

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | w/% | 元素 | w/% |
| Mg | 0.0025～0.015 | Fe | 0.0025～0.15 |
| Mo | 0.0025～0.015 | Ca | 0.0025～0.15 |
| Al | 0.0025～0.015 | Cr | 0.0025～0.15 |

C.2 原理

磷酸钒试样经溶解后，在酸性介质中，用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定Mg、Fe、Mo、Al、Ca、Cr含量。

C.3 试剂和材料

本附录使用的试剂和水，除非另有规定，均使用确认为分析纯的试剂和符合GB/T 6682中二级水要求的水。

C.3.1 硝酸：GR；

C.3.2 硝酸：1+4，GR；

C.3.3 高氯酸：GR；

C.3.4 氨水：工艺超纯；

C.4 仪器设备

C.4.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪，仪器分辨率≤0.008nm（200nm处）。各元素推荐谱线见表C2。

表C2 各元素推荐谱线 单位为纳米

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | Mg | Fe | Mo | Al | Ca | Cr |
| 谱线波长 | 279.50 | 239.56 | 202.03 | 396.15 | 396.85 | 206.15 |

C.4.2 称量使用分析天平，精度为0.0001g。

C.4.3 其它仪器和设备使用一般实验室仪器及设备。

C.5 实验步骤

C.5.1 试样溶解

C.5.1.1 准确称取0.4g（精确至0.0001g）样品，置于烧杯中。

C.5.1.2 依次加入5mL硝酸（C.3.1）、5mL高氯酸（C.3.3），加热至溶液完全消失后，冷却。

C.5.1.3 依次加入30mL～40mL水、2mL氨水（C.3.4），加热使样品（4.1.4.2）完全溶解，再加入20mL硝酸（C.3.2），冷却至室温。

C.5.1.4 样品转移至100mL容量瓶中，以水定容。

C.5.2 标准曲线的绘制

各元素使用有证标准溶液，根据表C3中各元素在标准曲线中浓度要求，稀释适当倍数，加入10.00mL硝酸（C.3.2），以水定容于100mL容量瓶中，摇匀，配制成混合标准溶液。

表C3 各元素在标准曲线中浓度要求 mg/L

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 浓度1 | 浓度2 | 浓度3 | 浓度4 | 浓度5 | 浓度6 |
| Mg/Mo/Al | 0 | 0.1 | 0.2 | 0.3 | 0.4 | 0.6 |
| Fe/Ca/Cr | 0 | 0.1 | 0.5 | 1 | 3 | 6 |

C.5.3 测定

在电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，于选用的分析谱线处，测定试样溶液（C.5.1）及空白溶液。

C.6 实验数据处理

仪器根据工作曲线自动给出检测结果。

C.7 精密度

C.7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试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C4数据采用线性内插法求得：

表C4 重复性限 %

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| WMg | 0.0006 | 0.0040 |
| r | 0.0006 | 0.0013 |
| WFe | 0.0094 | 0.1019 |
| r | 0.0027 | 0.0140 |
| WMo | 0.0010 | 0.0108 |
| r | 0.0005 | 0.0017 |
| WAl | 0.0016 | 0.0068 |
| r | 0.0006 | 0.0015 |
| WCa | 0.0036 | 0.0103 |
| r | 0.0013 | 0.0021 |
| WCr | 0.0009 | 0.0186 |
| r | 0.0003 | 0.0022 |

C.7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两次测试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C5数据线性内插法求得：

表C5 再现性限 %

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| WMg | 0.0006 | 0.0040 |
| R | 0.0007 | 0.0014 |
| WFe | 0.0094 | 0.1019 |
| R | 0.0029 | 0.0140 |
| WMo | 0.0010 | 0.0108 |
| R | 0.0005 | 0.0019 |
| WAl | 0.0016 | 0.0068 |
| R | 0.0006 | 0.0017 |
| WCa | 0.0036 | 0.0103 |
| R | 0.0015 | 0.0022 |
| WCr | 0.0009 | 0.0186 |
| R | 0.0003 | 0.0024 |

────────────