

ICS 77.150.99

H 63

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 1022—202X

代替YS/T 1022-2015

偏钒酸铵

Ammonium metavanadate

(讨论稿)

202X-XX-XX发布

202X-XX-XX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。

本文件代替YS/T 1022-2015《偏钒酸铵》。与YS/T 1022-2015相比,除结构调整和编辑性改动外,主要技术变化如下:

- a) 更改了偏钒酸铵、钾、钠、硅、钼、硫、砷、镁、铬质量分数范围(见5.1,2015年版的3.2);
- b) 删除了氯元素及质量分数范围(见5.1,2015年版的3.2);
- c) 增加了锰、铜、镍元素及质量分数范围(见5.1);
- d) 增加了杂质元素含量检测的试验方法(见6.1.2、6.1.3、6.1.4);
- e) 更改了产品的检验和验收(见7.1,2015年版的5.1);
- f) 更改了产品的检验结果判定(见7.5,2015年版的5.5);
- g) 更改了产品的标志、包装、运输、贮存及随行文件(见8.1、8.2、8.3,2015年版的6.1、6.2、6.3)。

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。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)提出并归口。

本文件起草单位:大连融科储能集团股份有限公司、攀钢集团研究院有限公司、攀钢集团钒钛资源股份有限公司、承德钒钛新材料有限公司、芜湖人本合金有限责任公司、西安汉唐分析检测有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、大连朗德金属材料有限公司。

本文件主要起草人:xxx

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为:

- 2015年首次发布;
- 本次为第一次修订。

引 言

偏钒酸铵在化工、冶金等领域有着广泛的应用，是一种重要的化学原料。它可用作催化剂参与有机化合物的氧化反应。同时也是钒原料市场流通的主要产品之一，主要应用于生产各类钒化学品的关键中间体。YS/T 1022-2015《偏钒酸铵》的发布实施为行业规范与高质量发展提供了重要支撑。随着全钒液流电池用电解液产业的规模化发展以及下游应用对原料要求的不断提高，对偏钒酸铵产品的化学纯度、关键杂质含量控制及批次稳定性提出了更为严格和精细的要求。原标准部分技术指标已难以适配现行生产工艺与质量控制水平。本次修订在原有标准基础上，对技术内容进行了系统优化和补充完善，并且依据行业发展需求对于产品的检验要求进行严格规范，建立更细致、统一的标准化检测方法。

本文件的发布实施，旨在为偏钒酸铵产品的生产、检验、验收与使用提供统一协调的技术依据，对保障产品质量安全、引导行业技术进步和产业持续发展具有重要意义。

偏钒酸铵

1 范围

本标准规定了偏钒酸铵的分类、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及随行文件和订货单内容。

本标准适用于以含钒矿物焙烧、浸出、沉淀、烘干制得的偏钒酸铵。

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 190—2009 危险货物包装标志
- GB/T 6284 化工产品中水分测定的通用方法 干燥减量法
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- 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
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 21524 无机化工产品中粒度的测定 筛分法
- HG/T 3445 化学试剂 偏钒酸铵
- 危险化学品安全管理条例（中华人民共和国国务院令591号）

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 产品分类

偏钒酸铵按化学成分分为2个等级：一级品，二级品。

5 技术要求

5.1 化学成分

产品的化学成分应符合表1的规定。需方如对产品的化学成分有特殊要求时，可由供需双方商定。

表1 产品化学成分

等级		一级品	二级品
NH ₄ VO ₃ 含量（质量分数），不小于，%		99.5	99.0
杂质含量（质量分数），不大于，%	K	0.015	0.020
	Na	0.015	0.020
	Al	0.010	0.020
	Si	0.020	0.020
	P	0.0050	0.0050
	Pb	0.0030	0.0030
	Fe	0.0050	0.010

	Mo	0.0050	0.0050
	W	0.0020	0.0050

表 1 产品化学成分 (续)

等级		一级品	二级品
杂质含量 (质量分数), 不大于, %	S	0.050	0.080
	As	0.0005	0.0050
	Ca	0.0050	0.010
	Mg	0.0010	0.0050
	Cr	0.0050	0.010
	Mn	0.0003	—
	Cu	0.0003	—
	Ni	0.0003	—

5.2 水分含量

一级品及二级品的水分含量应不大于 0.5%。

5.3 粒度

产品粒度应不大于 0.5 mm。

5.4 外观质量

产品为白色粉末, 无目视可见夹杂物。

6 试验方法

6.1 化学成分

6.1.1 产品中 NH_4VO_3 含量检测按照 HG/T 3445 的规定进行。

6.1.2 产品中钾、钠、铝、硅、磷、铅、铁、钼、钨、钙、镁、铬、锰、铜、镍含量检测按照附录 A 规定进行。

6.1.3 产品中砷含量检测按照附录 B 规定进行。

6.1.4 产品中硫含量检测按照附录 C 规定进行。

6.1.5 产品中化学成分按供方现行方法进行分析, 如有异议, 供需双方协商解决。

6.2 水分含量

产品中水分含量检测按照 GB/T 6284 的规定进行, 其中物料烘干温度为 $(67 \pm 2)^\circ\text{C}$, 烘干时间 4h。

6.3 粒度

产品粒度检测按照 GB/T 21524 的规定进行, 粉末干燥温度不应高于 70°C 。

6.4 外观质量

产品的外观质量采用目视检验。

7 检验规则

7.1 检验和验收

7.1.1 产品由供方或第三方进行检验, 保证产品质量符合本文件及订货单的规定。

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及订货单的规定不符时，应以书面的形式向供方提出，由供需双方协商解决。属于外观质量的异议，应在收到产品之日起10日内提出；属于化学成分的异议，应在收到产品之日起30日内提出。如需仲裁，应由供需双方在需方共同取样或协商确定。

7.2 组批

产品应成批提交验收，每批应由同一等级的产品组成。每批的重量不限。

7.3 检验项目

每批产品应进行化学成分、水分含量、粒度及外观质量的检验。

7.4 取样

产品的取样规定应符合表2的规定。

表2 产品取样规定

检验项目	取样规定	要求的章条号	试验方法的章条号
化学成分	按GB/T 6678规定确定采样单元数，从选出包装中，用取样器插入物料取样，取出的试样用四分法缩分至400 g左右，分装3袋，1份做供方检验用，1份做需方检验用，1份密封保存备查。样品袋上应贴有写有规定内容的标签（按GB/T 6678规定）。取样器及取样方法应符合GB/T 6679的规定。	5.1	6.1
水分含量		5.2	6.2
粒度		5.3	6.3
外观质量		5.4	6.4

7.5 检验结果判定

7.5.1 化学成分检验不合格时，则从同一批产品中加倍取样，对不合格项目进行重复检验，如仍有一个检验结果不合格时，则判该批产品为不合格。

7.5.2 水分含量检验不合格时，则判该批产品不合格。

7.5.3 粒度检验不合格时，则判该批产品不合格。

7.5.4 外观质量量检验不合格时，则判该批产品不合格。

8 标志、包装、运输、贮存及随行文件

8.1 标志

8.1.1 每批产品的包装外应注明：

- a) 供方名称；
- b) 产品名称和等级；
- c) 批号、净重；
- d) 本文件编号或订单编号。

8.1.2 产品包装上应注明GB 190—2009中规定的“毒性物质”标志。

8.2 包装、运输、贮存

8.2.1 产品的包装形式、运输和贮存应符合《危险化学品安全管理条例》及其他相关危险品管理规定的要求。

8.2.2 需方对包装有特殊要求时，由供需双方另行协商。

8.2.3 产品在运输过程中应注意防潮和防止包装破损。

8.2.4 产品应存放于通风干燥处，防雨，防渗漏。

8.3 随行文件

每批产品应附有随行文件，包括产品质量证明书、产品合格证和其他有关资料：

- a) 产品质量证明书：
 - 产品名称；
 - 等级、批号；
 - 净重；
 - 主要技术指标的检验结果及供方技术监督部门印记；
 - 对产品质量所负的责任；
 - 出厂（或包装）日期；
 - 本文件编号。
- b) 产品合格证：
 - 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；
 - 本文件编号。
- c) 产品的使用说明：正确搬运、使用、贮存方法等。
- d) 其他。

9 订货单内容

本文件所列产品的订货单（或合同）应包括下列内容：

- a) 产品名称；
- b) 等级；
- c) 净重；
- d) 交货日期；
- e) 本文件编号；
- f) 其他需要协商的内容。

附 录 A
(规范性附录)

杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

A.1 原理

试料用硝酸溶解，采用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钾、钠、铝、硅、磷、铅、铁、钼、钨、钙、镁、铬、锰、铜、镍元素的光谱强度，用工作曲线法计算各分析元素的质量分数。

A.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯及以上的试剂。

A.2.1 水，GB/T 6682，二级。

A.2.2 硝酸， $\rho=1.42\text{ g/mL}$ 。

A.2.3 硝酸，1+4。

A.2.4 钾、磷、钠、铝、硅、铅、铁、钼、钨、钙、镁、铬、锰、铜、镍的标准贮备液： $1000\ \mu\text{g/mL}$ ，可选用单元素或多元素混合标准贮存液。可采用国家或行业标准认可方法进行配制或者使用有证标准物质。

A.2.5 钾、磷、钠、铝、硅、铅、铁、钼、钨、钙、镁、铬、锰、铜、镍的混合标准工作溶液： $20\ \mu\text{g/mL}$ ，吸取适量单元素标准贮备液或多元素混合标准贮存液（A.2.4），用硝酸溶液（5+95）逐级稀释配成 $20\ \mu\text{g/mL}$ 混合标准溶液，也可使用有证标准物质。

A.3 仪器设备

A.3.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪及其他实验室常用仪器。

A.3.2 本标准不指定特殊的分析线，推荐使用分析线列于表1。

表1 各元素推荐分析谱线

元素	K	Na	Al	Si	P	Pb	Fe	Mo
分析谱线 (nm)	766.491	589.592	396.152	251.612	177.495	220.353	239.562	202.095
元素	W	Ca	Mg	Cr	Mn	Cu	Ni	
分析谱线 (nm)	239.709	396.847	279.553	206.149	257.611	224.700	231.604	

A.4 样品

试料应按 GB/T 6679 进行取样和制样，在 $(105\pm 5)\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，烘干时间 1 h。

A.5 试验步骤

A.5.1 试料

称取 0.40 g 样品，准确至 0.0001 g。

A.5.2 平行试验

平行做两份试验。

A.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

A.5.4 分析试液的制备

将试料 (A.5.1) 置于 250 mL 烧杯中, 加入 10 mL 硝酸 (A.2.3), 用少量水冲洗杯壁, 加水至 40 mL, 低温加热使样品溶解完全, 取下, 冷却至室温, 移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

A.5.5 工作曲线溶液的配制

分别移取 0 mL、0.05 mL、0.10 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL 混合标准溶液 (A.2.5) 至 100 mL 容量瓶中, 加入 10 mL 硝酸 (A.2.3), 用水稀释至刻度, 混匀。

A.5.6 测定

A.5.6.1 启动电感耦合等离子体发射光谱仪, 调整仪器各项参数, 按照仪器使用说明书使仪器最优化。将工作曲线溶液 (A.5.5) 引入电感耦合等离子体发射光谱仪中, 在表 A.1 推荐的波长处测定待测元素的光谱强度, 以待测元素的质量浓度为横坐标, 光谱强度为纵坐标绘制工作曲线, 工作曲线的线性相关系数应不小于 0.996。

A.5.6.2 将空白试验溶液 (A.5.3)、分析试液 (A.5.4) 引入电感耦合等离子体原子发射光谱仪中, 测定各元素的光谱强度, 依据工作曲线法计算出各元素的质量浓度。

A.6 试验数据处理

待测元素的含量以质量分数 ω_x 计, 按公式 (A.1) 计算:

$$\omega_x = \frac{(\rho_x - \rho_0) V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

- ω_x —— 试料中待测元素的质量分数;
- ρ_x —— 自工作曲线上查得的分析试液中各元素的质量浓度, 单位为毫克每升 (mg/L);
- ρ_0 —— 自工作曲线上查得的空白溶液中各元素的质量浓度, 单位为毫克每升 (mg/L);
- V —— 待测溶液的体积, 单位为毫升 (mL);
- m —— 试料质量, 单位为克 (g)。

当被测元素质量分数小于 0.001 % 时, 计算结果表示至小数点后四位; 当被测元素质量分数不小于 0.001 % 时, 计算结果保留两位有效数字。数值修约按 GB/T 8170 的规定执行。

附 录 B
(规范性附录)
砷含量的测定 原子荧光光谱法

B.1 原理

试料经酸溶解后,在酸性介质中,以硫脲、抗坏血酸为预还原剂,采用原子荧光光谱法,将砷元素还原生成砷化氢,原子化后测定其荧光强度,依据工作曲线法计算砷的质量分数。

B.2 试剂或材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯及以上的试剂。

B.2.1 水,GB/T 6682,二级。

B.2.2 盐酸, $\rho=1.19$ g/mL,优级纯。

B.2.3 硝酸, $\rho=1.42$ g/mL,优级纯。

B.2.4 硝酸,1+4。

B.2.5 抗坏血酸,10 g/L。

B.2.6 硫脲,10 g/L。

B.2.7 盐酸,5+95。

B.2.8 氢氧化钠,0.5 g/L。

B.2.9 硼氢化钾,1 g/L。

B.2.10 氩气,体积分数不小于99.99%。

B.2.11 砷标准贮存液:质量浓度为1000 ug/mL,有证标准物质。

B.2.12 砷标准溶液:移取0.10 mL砷标准贮存液(B.2.11)于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含砷1 ug。

B.3 仪器

原子荧光光谱仪及其他实验室常用仪器。仪器参考条件,负高压:270v;砷空心阴极灯电流:50-90mA;载气:氩气;载气流速:500mL/min;屏蔽气流速:800mL/min;测量方式:荧光强度;读数方式:峰面积。

B.4 样品

试料应按GB/T 6679进行取样和制样,在 (105 ± 5) °C,烘干时间1 h。

B.5 试验步骤

B.5.1 试料

称取0.40 g试料,准确至0.0001 g。

B.5.2 平行试验

平行做两份试验。

B.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

B.5.4 测定

B.5.4.1 将试料 (B.5.1) 置于250 mL烧杯中,用少量水冲洗杯壁,加水至40 mL,加热溶解,冷却后移至100 mL容量瓶中,加入10 mL硝酸 (B.2.4),用水稀释至刻度,混匀。

B.5.4.2 移取10.00 mL试料溶液 (B.5.4.1) 于50 mL的容量瓶中,加入10 mL抗坏血酸 (B.2.5), 10 mL 硫脲 (B.2.6), 10 mL盐酸 (B.2.2), 用水稀释至刻度,混匀。室温下放置30 min。

B.5.4.3 在原子荧光光谱仪上,以盐酸 (B.2.7)为载流计,氢氧化钠 (B.2.8), 硼氢化钾溶液 (B.2.9) 为还原剂,以砷空心阴极灯为激发光源,测量砷的荧光强度,从标准工作曲线上查得相应的砷浓度。

B.5.5 工作曲线的绘制

B.5.5.1 移取0 mL、0.050 mL、0.1 mL、0.2 mL、0.3 mL、0.4 mL、0.5 mL对应浓度为: 0 $\mu\text{g/L}$ 、0.5 $\mu\text{g/L}$ 、1.0 $\mu\text{g/L}$ 、2.0 $\mu\text{g/L}$ 、3.0 $\mu\text{g/L}$ 、4.0 $\mu\text{g/L}$ 、5.0 $\mu\text{g/L}$ 的砷标准溶液 (B.2.12) 于一组100 mL容量瓶中,分别加入20 mL抗坏血酸 (B.2.5), 20 mL硫脲 (B.2.6), 20 mL盐酸 (B.2.2), 用水稀释至刻度,混匀。室温下放置30 min。

B.5.5.2 在原子荧光光谱仪上,与测试试液相同的条件下测量标准溶液 (B.5.5.1) 的荧光强度,以砷的质量浓度为横坐标,以荧光强度为纵坐标,绘制工作曲线。

B.6 试验数据处理

砷的含量以质量分数 ω_x 计,按公式 (B.1) 计算:

$$\omega_x = \frac{(\rho - \rho_0) V_1 V_3 \times 10^{-6}}{V_2 m} \times 100 \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

ω_x ——试料中砷元素的质量分数;

ρ ——自工作曲线上查得的分析试液中砷的质量浓度,单位为毫克每升 ($\mu\text{g/L}$);

ρ_0 ——自工作曲线上查得的空白溶液中砷的质量浓度,单位为毫克每升 ($\mu\text{g/L}$);

V_1 ——试液总体积,单位为毫升 (mL);

V_2 ——分取试液体积,单位为毫升 (mL);

V_3 ——测定试液体积,单位为毫升 (mL);

m ——试料质量,单位为克 (g)。

当砷元素质量分数小于0.001 %时,计算结果表示至小数点后四位;当砷元素质量分数不小于0.001 %时,计算结果保留两位有效数字。数值修约按 GB/T 8170 的规定执行。

附 录 C
(规范性附录)
硫含量的测定 高频燃烧红外吸收法

C.1 原理

试料与助熔剂混合后,置于高频感应炉中,在氧气氛围下进行高频感应加热,使样品充分燃烧分解。样品中的硫元素被完全氧化,转化为二氧化硫气体,该气体随载气进入红外吸收检测系统。二氧化硫对特定波长的红外光具有选择性吸收,其吸收强度与气体浓度遵循朗伯-比尔定律,通过检测红外光的吸收信号强度,根据标准曲线计算硫含量。

C.2 试剂或材料

- C.2.1 硫有证标准物质,与待测试料硫含量相近。
- C.2.2 助熔剂:难熔金属碳硫分析专用助溶剂。
- C.2.3 坩埚钳。
- C.2.4 陶瓷坩埚:使用前在高温炉中于 900℃~1000℃高温灼烧 2 h,冷却后保存于干燥器中备用。
- C.2.5 硫质量控制样品或硫有证标准物质(不同于 C.2.1)。
- C.2.6 氧气:体积分数不小于 99.95%。

C.3 仪器

- C.3.1 高频感应-红外吸收碳硫仪。
- C.3.2 箱式高温电阻炉。

C.4 样品

试料应按 GB/T 6679 进行取样和制样,在 (105 ± 5) ℃,烘干时间 1 h。

C.5 试验步骤

C.5.1 试料

称取 0.50 g 试料,准确至 0.0001 g。

C.5.2 平行试验

平行做两份试验。

C.5.3 仪器准备

- C.5.3.1 仪器预热:分析测试前,仪器要充分预热,调试检查仪器,使仪器处于正常稳定状态。
- C.5.3.2 仪器检漏:利用仪器检漏程序或其他辅助设备确定仪器无漏气现象。

C.5.4 空白试验

称取 2 g 助熔剂(C.2.2)于陶瓷坩埚(C.2.4)内,钳取坩埚置于炉台座上,按仪器说明书操作,进行分析。重复测定至空白值稳定,三次结果的极差不大于 0.0002%,取其平均值作为仪器空白值。

C.5.5 仪器校准

- C.5.5.1 称取 0.50 g 硫有证标准物质(C.2.1),精确至 0.0001 g。
- C.5.5.2 置于已预先装有 1.0 g 助熔剂(C.2.2)的陶瓷坩埚(C.2.4)内,覆盖 1.0 g 助熔剂(C.2.2)。钳取坩埚置于炉台座上,开始分析,仪器自动计算结果。

C.5.5.3 标准物质测定的不确定度或允许偏差应符合标准物质证书的要求，平行测定 3 次，计算硫含量的平均值，进行系统校正。再称取一份硫质量控制样品或硫有证标准物质（C.2.5）进行分析，以确认系统处于正常稳定状态。

C.5.6 测定

C.5.6.1 将试料（C.5.1）置于陶瓷坩埚中，放置在箱式高温电阻炉中于 280℃ 下烘干 3 h。取出陶瓷坩埚，冷却至室温。

C.5.6.2 向陶瓷坩埚（C.5.6.1）中加入 2.0 g 助熔剂（C.2.2）。钳取坩埚置于炉台座上，开始分析，仪器自动计算结果。结果保留两位有效数字，数值修约按 GB/T 8170 的规定执行。