

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXX—202X

高纯五氧化二钒

High-pure vanadium pentoxide

(讨论稿)

××××-××-××发布

××××-××-××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。

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。

本标准起草单位：

本标准主要起草人：

产品为橘黄色粉末，产品无目视可见夹杂物。

表1 产品化学成分

%

产品牌号		FV ₂ O ₅ -04	FV ₂ O ₅ -035	FV ₂ O ₅ -03
主成分（质量分数），不小于	V ₂ O ₅	99.99	99.95	99.9
低价钒（质量分数），不大于	V ₂ O ₄	0.2	0.5	1.0
杂质元素（质量分数），不大于	Al	0.0005	0.003	0.005
	As	0.0001	0.0002	0.0005
	B	0.002	0.005	0.01
	Ba	0.00002	0.00003	0.0002
	Ca	0.0002	0.005	0.001
	Co	0.00001	0.00002	0.00005
	Cr	0.001	0.001	0.002
	Cu	0.0001	0.0005	0.001
	Fe	0.0001	0.0005	0.001
	K	0.00005	0.005	0.01
	Mg	0.0001	0.001	0.002
	Mn	0.00005	0.0005	0.002
	Mo	0.00005	0.001	0.002
	Na	0.005	0.01	0.02
	Ni	0.00005	0.0005	0.001
	P	0.0005	0.001	0.002
	Pb	0.00001	0.00003	0.0001
	Pt	0.00002	0.00003	0.00005
	S	0.002	0.005	0.01
	Sb	0.001	0.001	0.001
	Si	0.001	0.005	0.01
	Sn	0.0001	0.0005	0.001
	Ti	0.0003	0.0005	0.0005
	W	0.00005	0.0005	0.001
	Zn	0.00005	0.0001	0.0005

6 试验方法

- 6.1 产品的杂质元素分析方法按附录 A 规定进行。
- 6.2 产品的 V₂O₄ 分析方法按附录 B 规定进行。
- 6.3 产品的 S 元素分析方法按附录 C 规定进行。
- 6.4 产品的粒度分析方法按 GB/T 21524 规定进行。
- 6.5 产品的松装密度分析方法按 GB/T 1479.1 规定进行。
- 6.6 产品的比表面积分析方法按 GB/T 13390 规定进行。
- 6.7 产品的外观质量用目视检查。

7 检验规则

7.1 检查和验收

7.1.1 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。

7.1.2 需方有权按规定对产品质量进行检验，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。

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及外观的检验。

7.4 取样

化学成分、粒度、松装密度、比表面积及外观质量检验用试样的采取按 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 400g 左右，分装 3 袋，1 份做供方检测用，1 份做需方检测用，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）。取样器及取样方法参照 GB/T 6679。

7.5 检验结果判定

7.5.1 化学成分不合格时，判定该批不合格。

7.5.2 外观检验不合格时，判定该批不合格。

8 标志、包装、运输、贮存及质量证明书

8.1 标志

8.1.1 每批产品的包装外应注明：

- a) 生产厂名称；
- b) 产品名称和等级；
- c) 批号；
- d) 本标准编号。

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

8.2 包装、运输、贮运

产品的包装形式、运输和贮运应符合《危险化学品安全管理条例》（中华人民共和国国务院令 591 号）及其他相关危险品管理规定的要求。

8.3 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）。

9 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) 规格要求；
 - c) 净重；
 - d) 本标准编号；
 - e) 其他需协商的内容。
-

附录 A (规范性附录)

杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体质谱法

A.1 范围

本附录规定了高纯五氧化二钒中杂质元素含量的测定方法。

本附录适用于高纯五氧化二钒中钾、钠、铝、硅、磷、铅、铁、钼、钨、钙、镁、铬、锰、硼、钛、铜、镍、砷、钡、钴、锌、铂、铈、锡的测定。测定范围：0.00001%~0.0010%。

A.2 方法提要

试剂用氨水、过氧化氢分解，加入硝酸酸化，以内标校正法进行校正。于电感耦合等离子体质谱仪直接测定，按工作曲线法计算各元素含量，以质量浓度表示测定结果。

A.3 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯试剂。

A.3.1 水，GB/T 6682，二级。

A.3.2 硝酸， ρ 1.42 g/mL。

A.3.3 氨水。

A.3.4 过氧化氢。

A.3.5 硝酸(1+4)。

A.3.6 混合标准贮存溶液，推荐浓度：钾、磷、钠、铝、硅、铅、铁、钼、钨、钙、镁、铬、锰、硼、钛、铜、镍、砷、钡、钴、锌、铂、铈、锡(20 $\mu\text{g/mL}$)，有证标准溶液。

A.3.6.1 混合标准溶液：移取0.50 mL混合标准溶液(A.3.6)于50 mL容量瓶中，用硝酸(A.3.5)稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含钾、磷、钠、铝、硅、铅、铁、钼、钨、钙、镁、铬、锰、硼、钛、铜、镍、砷、钡、钴、锌、铂、铈、锡各0.1 μg 。

A.3.7 铈标准贮存溶液，有证标准溶液，质量浓度为1000 $\mu\text{g/mL}$ 。

A.3.7.1 铈标准溶液A，移取1.00 mL铈标准溶液(A.3.7)，于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含铈10 μg 。

A.3.7.2 铈标准溶液B，移取0.20 mL铈标准溶液(A.3.7.1)，于100 mL容量瓶中，用硝酸(A.3.6)稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含铈0.02 μg 。

A.4 仪器设备

A.4.1 电感耦合等离子体质谱仪。

A.4.2 各元素推荐的同位素质量数见表1。

表1 各元素推荐的同位素质量数

元素	Al	As	B	Ba	Ca	Co	Cr	Cu	Fe
同位素质量数	27	75	11	137	43	59	52	63	56
元素	K	Mg	Mn	Mo	Na	Ni	P	Pb	Pt
同位素质量数	39	24	55	95	23	60	31	208	195
元素	S	Sb	Si	Sn	Ti	W	Zn	In	
同位素质量数	28	121	28	118	48	184	66	115	

A.5 试验步骤

A.5.1 试料

称取 0.20 g 试料，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 150 mL 烧杯中，用少量水冲洗杯壁，加 1 mL 氨水 (A.3.3)，补水至约 20 mL，加热溶解，如有不溶物，则逐滴加入双氧水，至其完全溶解，再加入 10 mL 硝酸 (A.3.5)，加热回溶，冷却，移至 50 mL 容量瓶中，以水定容至刻度，混匀。内标溶液 (A.3.7.2) 在线方式加入，加入方式与标准系列溶液保持一致。

A.5.5 标准系列溶液的制备

分别移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL 混合标准溶液 (A.3.6.1) 于 50 mL 容量瓶中，用硝酸 (A.3.5) 稀释至刻度，混匀。

内标溶液 (A.3.7.2) 在线方式加入。

A.5.6 测定

A.5.6.1 于电感耦合等离子体质谱仪上，在仪器运行稳定后，在选定的仪器工作条件下，按表 1 推荐的同位素质量数，测定标准系列溶液 (A.5.5)，以待测元素的质量浓度为横坐标，待测元素与内标元素信号强度的比值为纵坐标，绘制标准工作曲线，各元素工作曲线相关系数应大于 0.997。

A.5.6.2 依次测定空白试液 (A.5.3) 及分析试液 (A.5.4)。仪器根据工作曲线，自动进行数据处理，计算并输出空白试液及分析试液中各元素的质量浓度。

A.6 试验数据处理

各元素含量以质量分数 w_i 计，按公式 (1) 计算：

$$w_x = w_y - w_0 \dots \dots \dots (1)$$

式中：

w_y —— 自工作曲线查得的分析试液中被测元素的质量分数；

w_0 —— 自工作曲线查得的空白试液中被测元素的质量分数。

计算结果表示至小数点后四位。

附录 B (规范性附录)

四氧化二钒含量的测定 高锰酸钾电位滴定法

B.1 范围

本附录规定了高纯五氧化二钒中四氧化二钒含量的测定方法。

本附录适用于高纯五氧化二钒中四氧化二钒含量的测定。测定范围：0.20%~1.0%。

B.2 方法提要

试料使用硫酸进行溶解，加入适量磷酸，采用电位滴定仪，以高锰酸钾标准滴定溶液滴定至电位突跃点，根据对应消耗的高锰酸钾标准溶液体积计算四氧化二钒的含量。

B.3 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯试剂。

B.3.1 水，GB/T 6682，二级。

B.3.2 硫酸， ρ 1.83 g/mL。

B.3.3 磷酸， ρ 1.70 g/mL。

B.3.4 硫酸（3+1）。

B.3.5 高锰酸钾标准滴定溶液 [$c_{\text{KMnO}_4} \approx 0.03 \text{ mol/L}$]，其配置和标定按以下步骤进行：

- 配制：称取13.0 g高锰酸钾，溶于3 L水中，加热至沸腾并保持微沸1 h，冷却至室温，再用水补至3 L。于暗处放置两周，采用在同样浓度的高锰酸钾溶液中缓缓煮沸5 min的砂芯漏斗过滤。滤液于棕色试剂瓶中置于暗处常温保存。
- 标定：称取0.08 g（精确至0.0001 g）于105℃~110℃烘箱中干燥至恒重的草酸钠基准试剂溶解于60 mL硫酸（8+92），再用水补至150 mL，在水浴锅中加热至65℃，采用电位滴定仪中的“动态”模式下以高锰酸钾标准滴定溶液趁热滴定至电位突跃点。同时做空白试验。高锰酸钾标准滴定溶液的浓度以摩尔浓度 c_{KMnO_4} 计，数值以mol/L表示，按公式（1）计算：

$$c_{\text{KMnO}_4} = \frac{0.4 \times m \cdot P \times 10^3}{M \cdot (V_1 - V_0)} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

0.4——高锰酸钾与草酸钠反应摩尔比；

m ——称取草酸钠基准试剂的质量，单位为克（g）；

P ——草酸钠基准试剂的质量分数；

M ——草酸钠的摩尔质量 133.998，单位为克每摩尔（g/mol）；

V_1 ——标定过程消耗高锰酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_0 ——空白试验消耗高锰酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

计算结果表示至小数点后五位。

B.4 仪器设备

电位滴定仪：配有铂环复合电极。

B.5 试验步骤

B.5.1 试料

称取 2.0 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(5.1)置于250 mL烧瓶中,沿杯壁加入约10 mL水冲洗杯壁并润湿样品,加入30 mL硫酸(A.3.4),5 min超声处理,再置于电热板上低温加热至全部溶解,不得冒硫酸烟。

B.5.4.2 冷却后,加水至100 mL,再加8 mL磷酸(A.3.3),摇匀后,补水至200 mL,在水浴锅中加热至70℃。

B.5.4.3 采用电位滴定仪中“动态”模式下以高锰酸钾标准滴定溶液趁热滴定至电位突跃点,记录对应消耗的高锰酸钾标准滴定溶液体积。

B.6 试验数据处理

四氧化二钒含量以质量分数 w 计,按公式(2)计算:

$$w = \frac{C \times (V - V_0) \times 2.5 \times 16.588}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

C ——高锰酸钾标准滴定溶液浓度,单位为mol/L;

V ——分析试验消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积,单位为mL;

V_0 ——空白试验消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积,单位为mL;

m ——试料质量,单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后三位。

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 范围

本附录规定了高纯五氧化二钒中硫含量的测定方法。

本附录适用于高纯五氧化二钒中硫含量的测定。测定范围：0.0010%~0.010%。

C.2 方法提要

试料在助熔剂和氧气流存在下，于高频感应炉中燃烧，生产的二氧化硫由氧气载至红外线检测池进行检测。

C.3 试剂或材料

C.3.1 标准物质：两个与待测试料硫含量相近的标准样品，不是同一个标准样品。

C.3.2 助熔剂：难熔金属碳硫分析专用助溶剂。

C.3.3 陶瓷坩埚：900℃~1000℃灼烧 2 h，冷却后保存于干燥器中备用。

C.3.4 氧气：体积分数≥99.95%。

C.4 仪器

高频感应-红外吸收碳硫仪。

C.5 试验步骤

C.5.1 试料

称取 0.20 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 空白试验

见 C.5.4.3。

C.5.4 仪器准备

C.5.4.1 仪器预热：仪器分析前要充分预热，使仪器处于正常稳定状态。

C.5.4.2 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.5.4.3 空白试验：称取 2 g 助溶剂（C.3.2）于陶瓷坩埚（C.3.3）内，钳取坩埚置于炉台座上，按仪器说明书操作，进行分析。重复足够次数值得到低而比较稳定的读数，极差不大于 0.0002%，取三次计算平均值，并对空白进行校准。

C.5.4.4 仪器校准：称取标准物质（C.3.1）进行测定，以此作单点校准，取另一标准物质（C.3.1）验证校准，测得结果应在认定值的不确定度范围内，否则应找出原因并重新校准。

C.5.5 测定

C.5.5.1 在陶瓷坩埚中加入 2 g 助溶剂（C.3.2），钳坩埚置于炉台座上，开始分析并由计算机自动给出结果。