

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

(送审稿)

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) 更改了产品范围，增加了由含钒废催化剂制得的偏钒酸铵（见第1章，2015年版的第1章）；
- b) 更改了产品分类（见第4章，2015年版的3.1）；
- c) 更改了产品的化学成分，更改了偏钒酸铵、钾、钠、硅、钼、硫、砷、镁、铬质量分数范围（见5.1.1，2015年版的3.2）；删除了氯元素及质量分数范围（见5.1.1，2015年版的3.2）；增加了锰、铜、镍元素及质量分数范围（见5.1.1）；
- d) 增加了 NH_4VO_3 -3产品的技术要求（见5.1.2、5.2、5.3）；
- e) 增加了产品化学成分检测的试验方法（见6.1）；
- f) 更改了产品检验规则，更改了检验和验收（见7.1，2015年版的5.1）；更改了组批（见7.2，2015年版的5.2）；更改了检验结果判定（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（见第8、9章，2015年版的第6、7章）。

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、攀钢集团钒钛资源股份有限公司、芜湖人本合金有限责任公司、承德钒钛新材料有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、攀钢集团研究院有限公司、成都先进金属材料产业技术研究院股份有限公司、大连东泰资源再生有限公司、铁岭贵鑫环保科技有限公司、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。同时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，新增含钒废催化剂资源化制备偏钒酸铵的相关技术内容，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，可为不同原料来源的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，保障产品质量安全，助力钒资源循环利用产业规范化发展，对引导行业技术迭代升级、推动钒产业绿色低碳、可持续高质量发展具有重要意义。

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。

本标准适用于以各种方法制备的偏钒酸铵。

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 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第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

产品按化学成分分为三个牌号： NH_4VO_3 -1、 NH_4VO_3 -2、 NH_4VO_3 -3。

5 技术要求

5.1 化学成分

5.1.1 NH_4VO_3 -1、 NH_4VO_3 -2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

%

产品牌号		NH_4VO_3 -1	NH_4VO_3 -2
主成分（质量分数），不小于	NH_4VO_3	99.50	99.00
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
	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	0.0005	-
	Cu	0.0005	-
	Ni	0.0005	-

5.1.2 NH_4VO_3 -3 的化学成分应符合表 2 的规定。

表 2 产品化学成分

%

产品牌号		NH_4VO_3 -3
主成分（质量分数），不小于	NH_4VO_3	85.00
500℃下焙烧2h后得到的五氧化二钒含量（质量分数），不小于	V_2O_5	98.00
杂质含量（质量分数），不大于	P	0.04

5.2 水分含量

NH_4VO_3 -1、 NH_4VO_3 -2 的水分含量应不大于 0.5%， NH_4VO_3 -3 的水分应不大于 15%。

5.3 粒度

NH_4VO_3 -1、 NH_4VO_3 -2 的粒度应不大于 0.5 mm， NH_4VO_3 -3 的粒度不做要求。

5.4 外观质量

产品为白色或淡黄色粉末，无目视可见夹杂物。

6 试验方法

6.1 化学成分

6.1.1 NH_4VO_3 -1、 NH_4VO_3 -2 的 NH_4VO_3 含量检测按照附录 A 规定进行。

6.1.2 NH_4VO_3 -1、 NH_4VO_3 -2 的磷含量检测按照附录 B 规定进行。

6.1.3 NH_4VO_3 -1、 NH_4VO_3 -2 的其他杂质含量检测按照附录 C 规定进行。

6.1.4 NH_4VO_3 -3 的 V_2O_5 含量检测按 YB/T 5328-2009 的规定进行。

6.1.5 NH_4VO_3 -3 的磷含量检测按 YB/T 4219-2010 规定进行，称取 0.25 g 试料。

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

NH_4VO_3 -1、 NH_4VO_3 -2 的粒度检测按照 GB/T 21524 的规定进行，采用机械法，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查。

7 检验规则

7.1 检验和验收

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

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、水分和粒度的异议，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，每批应由同一牌号的产品组成。每批的重量不超过5吨。

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。每批产品的质量一致性检验应符合表3的规定。

表3 产品检验规定

检验项目	取样的章条号	要求的章条号	试验方法的章条号
化学成分	7.4	5.1	6.1
水分含量	7.4	5.2	6.2
粒度	7.4	5.3	6.3
外观质量	7.4	5.4	6.4

7.4 取样

产品的取样按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。样品袋上应贴上写有规定内容的标签(按GB/T 6678的规定)。取样器和取样方法按GB/T 6679的规定。

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：

- 供方名称；
- 产品名称和牌号；
- 批号、净重；
- 本文件编号或订单编号。

8.1.2 产品包装上应注明GB 190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》。

8.2.2 需方对包装有特殊要求时，由供需双方另行协商。

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；
 - 牌号、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应包括下列内容：

- a) 产品名称；
- b) 牌号；
- 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)
偏钒酸铵含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法

A.1 原理

试料以热水溶解,在硫酸介质中,偏钒酸铵中的五价钒与硫酸亚铁铵发生定量氧化还原反应。以N-苯基邻氨基苯甲酸为指示剂,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色突变为亮绿色为终点。根据消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积和浓度,计算偏钒酸铵的质量分数。

A.2 试剂或材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯及以上的试剂。

A.2.1 水,GB/T 6682,二级。

A.2.2 硫酸, $\rho=1.84\text{ g/mL}$ 。

A.2.3 硫酸, 1+1。

A.2.4 苯基邻氨基苯甲酸-乙醇溶液(1 g/L):称取0.1 g苯基邻氨基苯甲酸,溶于乙醇($\varphi=95\%$),用乙醇(95%)稀释至100 mL。

A.2.5 高锰酸钾标准滴定溶液: $c(1/5\text{ KMnO}_4)=0.1\text{ mol/L}$

A.2.5.1 配制:称取3.3 g高锰酸钾,溶于1050 mL水中,缓缓煮沸15 min,冷却,于暗处放置2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。

A.2.5.2 标定:称取0.25 g已于105℃~110℃电烘箱中干燥至恒量的工作基准试剂草酸钠,溶于100 mL硫酸(8+92)中,用配制的高锰酸钾溶液滴定,近终点时加热至约65℃,继续滴定至溶液呈粉红色,并保持30 s,同时做空白试验。平行标定($\text{CR}_{0.95}(4)r<0.15\%$)。

高锰酸钾标准滴定溶液的浓度以摩尔浓度 $c(1/5\text{ KMnO}_4)$ 计,数值以mol/L表示,按公式(A.1)计算:

$$c(1/5\text{ KMnO}_4) = \frac{m_1 \times 1000}{M_1(V_1 - V_0)} \quad (\text{A.1})$$

式中:

m_1 ——草酸钠质量,单位为克(g);

M_1 ——草酸钠的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol) [$M(1/2\text{ Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)=66.999$];

V_1 ——高锰酸钾标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验消耗高锰酸钾标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

计算结果表示至小数点后四位。数值修约按GB/T 8170的规定执行。

A.2.6 硫酸亚铁铵标准滴定溶液: $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2]=0.1\text{ mol/L}$

A.2.6.1 配制:称取40 g六水合硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$,溶于300 mL硫酸($\omega=20\%$)中,加700 mL水,摇匀。

A.2.6.2 标定:量取35.00 mL~40.00 mL配制的硫酸亚铁铵溶液,加25 mL无氧的水,用高锰酸钾标准滴定溶液(A.2.4)滴定至粉红色,并保持30 s,同时做空白试验。平行标定($\text{CR}_{0.95}(4)r<0.15\%$)

硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度以摩尔浓度 $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2]$ 计,数值以 mol/L 表示,按公式(A.2)计算:

$$c = \frac{(V_3 - V_2)c_{(1/5 \text{ KMnO}_4)}}{V_4} \dots\dots\dots (\text{A. 2})$$

式中:

- V_3 ——高锰酸钾标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);
 - V_2 ——空白试验消耗高锰酸钾标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);
 - $c_{(1/5 \text{ KMnO}_4)}$ ——高锰酸钾标准滴定溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 - V_4 ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);
- 计算结果表示至小数点后四位。数值修约按 GB/T 8170 的规定执行。

A.3 仪器设备

实验室常规仪器。

A.4 样品

试料取样和制样应按 GB/T 6679 进行,并在 $(67 \pm 2)^\circ\text{C}$ 下烘干 4 h。

A.5 试验步骤

A.5.1 试料

称取 0.40 g 样品,精确至 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(A.5.1)做空白试验。

A.5.4 测定

将试料(A.5.1)溶于 50 mL 热水中,缓缓加入 30 mL 硫酸(A.2.3),冷却,加 4 滴苯基邻氨基苯甲酸-乙醇溶液(A.2.4),用硫酸亚铁铵标准滴定溶液(A.2.6)滴定至溶液由紫红色变为亮绿色。

A.6 试验数据处理

偏钒酸铵的含量以质量分数 $\omega_{\text{NH}_4\text{VO}_3}$ 计,按公式(A.3)计算:

$$\omega_{\text{NH}_4\text{VO}_3} = \frac{VcM}{m \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (\text{A. 3})$$

式中:

- V ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);
 - c ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 - M ——偏钒酸铵的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), $[M(\text{NH}_4\text{VO}_3) = 117.0]$;
 - m ——样品的质量,单位为克(g);
- 计算结果保留小数点后两位,数值修约按 GB/T 8170 的规定执行。

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，两个测试结果的绝对差值不超过0.10%。精密度试验数据统计结果见附录D。

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，两个测试结果的绝对差值不超过0.14%。精密度试验数据统计结果见附录D。

附 录 B
(规范性)
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， $\rho=1.19\text{ g/mL}$ ，优级纯。

B.2.3 硝酸， $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ，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 $\mu\text{g/mL}$ ，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，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含砷1 μg 。

B.3 仪器

原子荧光光谱仪。仪器参考条件，负高压：270 V；砷空心阴极灯电流：50 mA~90mA；载气：氩气；载气流速：500 mL/min；屏蔽气流速：800 mL/min；测量方式：荧光强度；读数方式：峰面积。

B.4 样品

试料取样和制样应按GB/T 6679 进行，并在 $(67\pm 2)^\circ\text{C}$ 下烘干4 h。

B.5 试验步骤

B.5.1 试料

称取0.40 g 试料，精确至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（B.5.1）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，加入10 mL硝酸（B.2.4），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。

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、0.05 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_{As} 计,按公式(B.1)计算:

$$\omega_{\text{As}} = \frac{(\rho - \rho_0) V_1 V_3 \times 10^{-9}}{V_2 m} \times 100\% \quad \text{..... (B.1)}$$

式中:

ω_{As} ——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)

杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

C.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、硫元素的光谱强度,用工作曲线法计算各分析元素的质量分数。

C.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。

C.2.1 水,GB/T 6682,二级。

C.2.2 盐酸, $\rho = 1.19 \text{ g/mL}$ 。

C.2.3 硝酸, $\rho = 1.42 \text{ g/mL}$ 。

C.2.4 盐酸, 1+1。

C.2.5 硝酸, 1+1。

C.2.6 钾、磷、钠、铝、硅、铅、铁、钼、钨、钙、镁、铬、锰、铜、镍的多元素混合标准贮存溶液: 1000 ug/mL 。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。

C.2.7 硅标准贮存溶液: 1000 ug/mL 。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。

C.2.8 硫标准贮存溶液: 1000 ug/mL 。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。

C.2.9 混合标准溶液: 移取 2.00 mL 多元素混合标准贮存液 (C.2.6) 至 100 mL 容量瓶中,以硝酸 (5+95) 稀释至刻度,混匀,定容,此溶液 1 mL 含待测元素 20 ug 。

C.2.10 硅标准溶液: 移取 2.00 mL 硅标准贮存溶液 (C.2.7) 至 100 mL 容量瓶中,以硝酸 (5+95) 稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含硅 20 ug 。

C.2.11 硫标准溶液: 移取 2.00 mL 硫标准贮存溶液 (C.2.8) 至 100 mL 容量瓶中,以硝酸 (5+95) 稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含硫 20 ug 。

C.2.12 高纯五氧化二钒, $\omega_{\text{V}} \geq 99.99\%$, $\omega_{\text{x}} \leq 0.001\%$, x 代表待测元素。

C.3 仪器设备

C.3.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

C.3.2 推荐使用分析线列于表 C.1。

表 C.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	178.229	220.353	239.562	202.095
元素	W	Ca	Mg	Cr	Mn	Cu	Ni	S
分析谱线 (nm)	239.709	396.847	279.553	206.149	257.611	224.700	231.604	182.034

C.4 样品

试料取样和制样应按 GB/T 6679 进行,并在 $(67 \pm 2)^\circ\text{C}$ 下烘干 4 h 。

C.5 试验步骤

C.5.1 试料

称取 0.40 g 样品，精确至 0.0001 g。

C.5.2 平行试验

平行做两份试验。

C.5.3 空白试验

随同试料（C.5.1）做空白试验。

C.5.4 分析试液的制备

将试料（C.5.1）置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 6 mL 硝酸（C.2.5）和 4 mL 盐酸（C.2.4）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。

C.5.5 工作曲线溶液的配制

C.5.5.1 称取 0.3221 g 高纯五氧化二钒（C.2.12）6 份于一系列 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，随同试料按 C.5.4 进行操作，待溶解完全后将溶液转入 6 个 100 mL 容量瓶中，分别移取 0 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL 混合标准溶液（C.2.9）于相应的容量瓶中，加入 6 mL 硝酸（C.2.5）和 4 mL 盐酸（C.2.4），用水稀释至刻度，混匀。

C.5.5.2 称取 0.3221 g 高纯五氧化二钒（C.2.12）6 份于一系列 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，随同试料按 C.5.4 进行操作，待溶解完全后将溶液转入 6 个 100 mL 容量瓶中，分别移取 0 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL 硅标准溶液（C.2.10）于相应的容量瓶中，加入 6 mL 硝酸（C.2.5）和 4 mL 盐酸（C.2.4），用水稀释至刻度，混匀。

C.5.5.3 称取 0.3221 g 高纯五氧化二钒（C.2.12）6 份于一系列 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，随同试料按 C.5.4 进行操作，待溶解完全后将溶液转入 6 个 100 mL 容量瓶中，分别移取 0 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL 硫标准溶液（C.2.11）于相应的容量瓶中，加入 6 mL 硝酸（C.2.5）和 4 mL 盐酸（C.2.4），用水稀释至刻度，混匀。

C.5.6 测定

C.5.6.1 于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，在仪器运行稳定后。在选定的仪器工作条件下，按表 2 推荐分析谱线波长，测定系列标准溶液（C.5.5），以系列标准溶液（C.5.5）中各元素的质量浓度为横坐标，强度值为纵坐标，绘制工作曲线。工作曲线的线性相关系数应不小于 0.999。

C.5.6.2 依次测定空白试液（C.5.3）及分析试液（C.5.4）。仪器依据工作曲线，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。

C.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（C.1）计算：

$$\omega_x = \frac{(\rho - \rho_0) V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \text{..... (C.1)}$$

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 D
(资料性)
精密度试验数据统计

本附录据精密度数是由4个实验室对偏钒酸铵含量的5个不同水平样品进行共同试验确定的,每个实验室对每个水平的偏钒酸铵、钾、磷、钠、铝、硅、铅、铁、钼、钨、钙、镁、铬、锰、铜、镍、硫、含量在重复性条件下独立测定3次。数据统计结果表D.1。

表 D.1 精密度试验数据统计结果

水平	可接受实验室个数	可接受数据个数	平均值 %	重复性标准 差 (S_r) %	重复性限 (r) %	再现性标准 差 (S_R) %	再现性限 (R) %
1	4	12	99.93	0.017	0.020	0.05	0.06
2	4	12	99.83	0.019	0.018	0.06	0.06
3	4	12	99.81	0.020	0.019	0.06	0.06
4	4	12	99.16	0.026	0.048	0.08	0.14
5	4	12	99.20	0.034	0.047	0.10	0.14