ICS 77.100

H 42

|  |
| --- |
|  |

T/HBAS

湖北省标准化学会团体标准

T/HBAS XXX—XXXX

|  |
| --- |
|  |

高纯度五氧化二钒

 High purity vanadium pentoxide

|  |
| --- |
| （征求意见稿）（本稿完成日期：2021-11-16） |
|  |

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

湖北省标准化学会   发布

目  次

[前言 III](#_Toc86760136)

[1 范围 1](#_Toc86760137)

[2 规范性引用文件 1](#_Toc86760138)

[3 术语和定义 1](#_Toc86760139)

[4 技术要求 1](#_Toc86760140)

[4.1 牌号和化学成分 1](#_Toc86760141)

[4.2 物理状态 2](#_Toc86760142)

[5 试验方法 2](#_Toc86760143)

[5.1 取样和制样 2](#_Toc86760144)

[5.2 化学分析 2](#_Toc86760145)

[6 检验规则 3](#_Toc86760146)

[7 包装、标志、储存、运输和质量证明书 3](#_Toc86760150)

[7.1 包装 3](#_Toc86760151)

[7.2 标志、储存、运输和质量证明书 3](#_Toc86760152)

[附录 A（规范性）硫酸亚铁铵滴定法测定五氧化二钒含量 4](#_Toc86760153)

[A.1 范围 4](#_Toc86760156)

[A.2 方法提要 4](#_Toc86760157)

[A.3 试剂与材料 4](#_Toc86760158)

[A.4 试样 5](#_Toc86760167)

[A.5 空白试验 5](#_Toc86760171)

[A.6 分析步骤 5](#_Toc86760172)

[A.7 分析结果的计算 5](#_Toc86760173)

[A.8 允许差 5](#_Toc86760174)

[附录 B（资料性）高锰酸钾电位滴定法测定全钒及四氧化二钒含量 6](#_Toc86760175)

[B.1 范围 6](#_Toc86760178)

[B.2 原理 6](#_Toc86760179)

[B.3 试剂和材料 6](#_Toc86760180)

[B.4 仪器设备 7](#_Toc86760181)

[B.5 分析步骤 7](#_Toc86760182)

[B.6 结果计算 7](#_Toc86760183)

[B.6 允许差 8](#_Toc86760184)

[附录 C（规范性）差减法测定四氧化二钒含量 9](#_Toc86760185)

[C.1 范围 9](#_Toc86760188)

[C.2 试验原理 9](#_Toc86760189)

[C.3 试剂与材料 9](#_Toc86760190)

[C.4 试样 9](#_Toc86760196)

[C.5分析步骤 10](#_Toc86760201)

[C.6 结果的计算 10](#_Toc86760205)

[附录 D（规范性）电感耦合等离子体原子发射光谱法测定高纯度五氧化二钒中硅、铁等17种杂质元素 11](#_Toc86760206)

[D.1 范围 11](#_Toc86760209)

[D.2 方法提要 11](#_Toc86760210)

[D.3 试剂 11](#_Toc86760211)

[D.4 标准储备液的制备 11](#_Toc86760215)

[D.5 仪器 13](#_Toc86760233)

[D.6 试样 13](#_Toc86760238)

[D.7 分析步骤 13](#_Toc86760242)

[D.8 分析结果及其表示 14](#_Toc86760247)

[D.9 允许差 14](#_Toc86760248)

[附录 E（规范性）红外线吸收法测定高纯度五氧化二钒中碳、硫含量 15](#_Toc86760249)

[E.1 范围 15](#_Toc86760252)

[E.2 试验原理 15](#_Toc86760253)

[E.3 试剂和材料 15](#_Toc86760254)

[E.4 仪器及设备 15](#_Toc86760265)

[E.5 高频感应炉 17](#_Toc86760270)

[E.6 控制系统 17](#_Toc86760271)

[E.7 测量系统 17](#_Toc86760274)

[E.8 试样 18](#_Toc86760275)

[E.9 分析步骤 18](#_Toc86760276)

[E.10 允许差 18](#_Toc86760283)

[附录 F（规范性）原子吸收分光光度法测定高纯度五氧化二钒中氧化钠和氧化钾 19](#_Toc86760286)

[F.1 范围 19](#_Toc86760289)

[F.2 方法提要 19](#_Toc86760290)

[F.3 试剂 19](#_Toc86760291)

[F.4 仪器 19](#_Toc86760299)

[F.5 分析步骤 20](#_Toc86760302)

[F.6 测定 20](#_Toc86760307)

[F.7 分析结果及其表示 21](#_Toc86760311)

[F.8 允许差 21](#_Toc86760312)

[F.9试验报告 22](#_Toc86760313)

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。

本文件由湖北崇阳钒业集团有限公司提出。

本文件由湖北省标准化学会归口。

本文件起草单位：湖北崇阳钒业集团有限公司、湖北省标准化与质量研究院、崇阳钒业协会、湖北崇阳启创钒产业技术研究院有限公司、崇阳县远洋高纯钒有限责任公司、湖北晶洋科技有限公司、崇阳县市场监督管理局。

本文件主要起草人: 张大委、柳滟滨、全喆、王亚池、张良秋、罗自立、戴朝娟、夏平、李睿琪、张凯。

本文件实施应用中的疑问，可咨询湖北崇阳钒业集团有限公司，联系电话：13707243177，邮箱：543193658@qq.com；对本文件的有关修改意见建议请反馈至湖北崇阳钒业集团有限公司，联系电话：13707243177，邮箱：543193658@qq.com。

高纯度五氧化二钒

1. 范围

本文件规定了煅烧法生产的粉状高纯度五氧化二钒的技术要求、试验方法、检验规则和包装、标志、储存、运输及质量证明书。

本文件适用于钒电池电解液、化工、特种钒合金材料用高纯度五氧化二钒。

1. 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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 3650 铁合金验收、包装、储运、标志和质量证明书的一般规定

GB/T 9725 化学试剂 电位滴定法通则

1. 术语和定义

以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

高纯五氧化二钒high purity vanadium pentoxide

五氧化二钒含量≥99.5%的粉状五氧化二钒。

1. 技术要求
	1. 牌号和化学成分
		1. 产品按五氧化二钒品位分为四个牌号，其化学成分应符合表1的规定。

表1 化学成分

|  |  |
| --- | --- |
| 化学成分% | 牌号 |
| V2O599.5-A | V2O599.5-B | V2O599.9-A | V2O599.9-B |
| V2O5 | ≥99.50 | ≥99.50 | ≥99.90 | ≥99.90 |
| V2O4 | ≤1.000 | ≤1.000 | ≤0.500 | ≤0.800 |
| Al | ≤0.010 | ≤0.030 | ≤0.005 | ≤0.005 |
| As | ≤0.005 | ≤0.010 | ≤0.003 | ≤0.003 |
| Ti | ≤0.010 | ≤0.030 | ≤0.005 | ≤0.005 |
| C | ≤0.010 | ≤0.030 | ≤0.005 | ≤0.005 |

表1（续）

|  |  |
| --- | --- |
| 化学成分% | 牌号 |
| V2O599.5-A | V2O599.5-B | V2O599.9-A | V2O599.9-B |
| Cr | ≤0.030 | ≤0.050 | ≤0.020 | ≤0.040 |
| Cu | ≤0.010 | ≤0.030 | ≤0.005 | ≤0.005 |
| Fe | ≤0.050 | ≤0.100 | ≤0.020 | ≤0.030 |
| Ca | ≤0.080 | ≤0.100 | ≤0.010 | ≤0.010 |
| Mn | ≤0.080 | ≤0.120 | ≤0.010 | ≤0.010 |
| Mo | ≤0.020 | ≤0.050 | ≤0.005 | ≤0.005 |
| Ni | ≤0.010 | ≤0.030 | ≤0.005 | ≤0.005 |
| P | ≤0.010 | ≤0.020 | ≤0.005 | ≤0.005 |
| Si | ≤0.050 | ≤0.080 | ≤0.020 | ≤0.030 |
| Na2O+K2O | ≤0.100 | ≤0.300 | ≤0.040 | ≤0.050 |
| S | ≤0.010 | ≤0.030 | ≤0.005 | ≤0.005 |
| B | ≤0.003 | ≤0.010 | ≤0.002 | ≤0.002 |
| Mg | ≤0.150 | ≤0.200 | ≤0.050 | ≤0.050 |
| Pb | ≤0.050 | ≤0.100 | ≤0.010 | ≤0.010 |
| W | ≤0.010 | ≤0.015 | ≤0.003 | ≤0.003 |
| Y | ≤0.002 | ≤0.003 | ≤0.001 | ≤0.001 |
| 注：五氧化二钒含量由全钒含量换算而成。 |

* + 1. 标中成分V2O5、V2O4、As、Fe、P、Si、Na2O+K2O、S、Cr、Cu、Ca、Mn、Ni、Mg、Pb为常规检验项，需方有要求时，供方应提供其它元素的检验数据。
		2. 牌号为V2O599.9的五氧化二钒品位用扣除杂质含量总和的方法计算而得，杂质总量不超0.10$\%$。
	1. 物理状态

高纯度五氧化二钒以分解后自然粉状，呈红棕色。

1. 试验方法
	1. 取样和制样

每批在不少于25$\%$的包装桶中随机取样，在料桶中心插钎至料层厚度的一半以上，分别钎取大致等量的份样，将全部份样合并为大样后缩分出所需试样；当每批批量少于5个包装桶时，应先在每个包装桶内各抽取一个份样，再随机在任意包装桶内取份样，补足5个份样，其总量不少于1 kg。将所取试样1 kg充分混匀后四分法缩取60 g，用玛瑙研钵研细，先用试样洗研钵三次以上，试样应全部通过0.125 mm筛孔。

将制取的试样分装两袋，一袋做分析用，一袋封存备查。分析用试样放入烘箱烘干后，保存在干燥器中。

* 1. 化学分析
		1. 五氧化二钒的测定应按附录A的规定执行。
		2. 四氧化二钒的测定宜按附录B的规定执行，或按照附录C的规定执行。
		3. 硅、铁、磷、砷、铝、钛、钙、镁、锰、钼、镍、铜、铬、硼、铅、钨、钇含量的测定按附录D的规定。
		4. 碳、硫含量的测定按附录E的规定执行。
		5. 氧化钾与氧化钠含量的测定按附录F的规定执行。
		6. 化验室配备测定高纯五氧化二钒专用玻璃器皿，所用计量器具计量检定应为A级。所用药品应优级纯以上。所用水为超纯水，电阻率≥18.2MΩ·cm。
1. 检验规则
	1. 高纯度五氧化二钒的应按照4.1.2的常规检验项目进行出厂检验。需方有权要求供方提供第三方出具的元素检测报告，或按规定对产品质量进行复验。如有异议，应在到货后30天内提出。
	2. 高纯度五氧化二钒应按批检验和交货，每批由同牌号的产品组成，每批重量应不大于5000 kg。重量≥1000 kg的高纯度五氧化二钒组批应经过专用混合设备混合均匀，并再取样检验。
	3. 检验结果不符合要求时，可取双样进行复验。复验结果如果仍然不符合要求，则判该批产品不合格。
2. 包装、标志、储存、运输和质量证明书
	1. 包装

产品应采用铁桶包装，内衬聚乙烯塑料袋。每桶净重10 kg、50 kg，或由供需双方商定。

* 1. 标志、储存、运输和质量证明书

产品标志、储运和质量证明书应执行GB/T 3650的规定。

附 录 A

（规范性附录）

硫酸亚铁铵滴定法测定五氧化二钒含量

A.1 范围

本附录规定了硫酸亚铁铵滴定法测定五氧化二钒含量的方法提要、试剂、试样、分析步骤、分析结果的计算和允许误差。

本附录适用于高纯五氧化二钒中主元素五氧化二钒含量的测定，测定范围（质量分数）：五氧化二钒含量>99.50$\%$。

A.2 方法提要

试样以硫酸分解，微冒硫酸烟，在适当硫酸酸度下，用高锰酸钾将钒氧化至五价，在尿素存在下，以亚硝酸钠还原过量的高锰酸钾，以苯代邻氨基苯甲酸为指示剂，用硫酸亚铁铵标准溶液滴定，测定钒量。

A.3 试剂与材料

* + 1. 硫酸：1+1；
		2. 磷酸：$ρ$约1.7 g/mL；
		3. 高锰酸钾：3$\%$溶液；
		4. 硫酸亚铁铵：10$\%$溶液（称取10 g硫酸亚铁铵[(NH4)2Fe(SO4)2·6H20]，溶于100.0 mL硫酸(5+95)中）；
		5. 亚硝酸钠：1$\%$溶液；
		6. 尿素：8$\%$溶液；
		7. N－苯基邻氨基苯甲酸指示剂：0.2 g指示剂加入0.2$\%$碳酸钠溶液100.0 mL溶解；
		8. 硫酸亚铁铵标准溶液：0.03 mo1/L：

——称取60 g硫酸亚铁铵[(NH4)2Fe(SO4)2·6H20]，溶于5000.0 mL硫酸(5+95)中，移入5000 mL试剂瓶中，用时标定。

——标定：称取0.2000 g预先在105 $℃$～110$℃$烘2小时并在干燥器中冷却至室温的五氧化二钒（纯度＞99.99$\%$）三份，分别置于400 mL烧杯中。随同标定做空白试验。以下同分析步骤。三份被滴定溶液所消耗的硫酸亚铁铵标准溶液体积的极差值不超过0.05 mL时，取其平均值，否则应重新标定。

——硫酸亚铁铵标准溶液对五氧化二钒的滴定度按公式（A.1）计算：

$$T=\frac{m}{V\_{1}-V\_{0}}……………………………………………………（A.1）$$

式中：

$T $——硫酸亚铁铵标准溶液相当于五氧化二钒的量，g/mL；

$m $——称取五氧化二钒的质量，g；

$V\_{1} $——被滴定溶液所消耗的硫酸亚铁铵标准溶液的体积，mL；

$V\_{0} $——滴定所做空白试验溶液时所消耗的硫酸亚铁铵标准溶液的体积，mL。

A.4 试样

* + 1. 试样应全部通过0.125 mm筛孔。
		2. 试样预先在105$℃$～110$℃$烘干1 h，置于干燥器中冷却至室温。
		3. 称取约0.2000 g试样。

A.5 空白试验

随同试样做空白试验。

A.6 分析步骤

称取试样0.2000 g于500 mL三角瓶中，加入硫酸（A.3.1）40.0 mL，磷酸(A.3.2)5.0 mL于电炉上加热溶解完全至冒硫酸烟，取下冷却1 min～2 min加70.0 mL水，冷却至室温。加硫酸亚铁铵(A.3.4)至溶液呈翠绿色，滴加高锰酸钾(A.3.3)溶液至溶液呈稳定红色，5分钟内不褪色，加入尿素(A.3.6)10.0 mL，滴加亚硝酸钠(A.3.5)至红色褪去，并过量1滴。静置片刻，加入苯代邻氨基苯甲酸(A.3.7)2滴，以硫酸亚铁铵(A.3.4)0.03 mo1/L标准溶液滴定至溶液由紫红色变为亮绿色为终点。

A.7 分析结果的计算

五氧化二钒的百分含量按公式（A.2）计算：

$$W\left(V\_{2}O\_{5}\%\right)=\frac{T×\left(V-V'\_{0}\right)}{M}×100……………………………………（A.2）$$

式中：

$T $——硫酸亚铁铵标准溶液相当于五氧化二钒的量，g/mL；

$V $——滴定消耗硫酸亚铁铵标准溶液体积，mL；

$V'\_{0} $——滴定空白消耗硫酸亚铁铵标准溶液体积，mL；

$M$——试样重量，g。

A.8 允许差

同一试样两次测定结果的差值如不大于允许差，取其算术平均值作为分析结果，允许差按表A.1执行。

表A.1 允许差

|  |  |
| --- | --- |
| 五氧化二钒（$\%$） | 允许差（$\%$） |
| >99.00 | 0.40 |

附 录 B

（资料性附录）

高锰酸钾电位滴定法测定全钒及四氧化二钒含量

B.1 范围

本附录规定了高锰酸钾电位滴定法测定全钒及四氧化二钒含量的方法提要、试剂、试样、分析步骤、分析结果的计算和允许误差。

本附录适用于高纯五氧化二钒中全钒及四氧化二钒含量的测定，测定范围（质量分数）：全钒含量>99.00$\%$，其中V2O4≤1.00$\%$。

B.2 原理

高纯五氧化二钒溶解得到的钒溶液中存在两种相邻价态钒离子（V4+、V5+）。以高锰酸钾和低价钒之间的氧化还原反应为基础，在磷酸缓冲溶液中，采用高锰酸钾标准滴定溶液滴定高纯钒溶液样品，将低价钒离子逐步氧化直至正五价，每一个电位的突跃对应一次钒价态的变化。根据电位突跃点对应的高锰酸钾标准溶液消耗体积，计算得到各价态钒离子以及全钒的含量。

B.3 试剂和材料

* + 1. 试验中所需标准滴定溶液、制剂和制品，在没有注明其他要求时，均按GB/T601、GB/T603规定制备。
		2. 草酸钠：基准工作试剂。
		3. 硫酸：8+92。
		4. 高锰酸钾标准滴定溶液：c($\frac{1}{5}$KMnO4)约0.15 mol/L。

——配制。称取4.0 g高锰酸钾（优级纯）溶于1 L水中，加热至沸腾，并保持微沸1 h，冷却，补水至1 L。于暗处放置两周，用处理过的3#砂芯漏斗过滤，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。砂芯漏斗的处理是指砂芯漏斗在同样浓度的高锰酸钾溶液中缓慢煮沸5 min。

——标定。准确称取0.08 g于105 $℃$~110 $℃$电烘箱中干燥至恒重的草酸钠基准试剂(B.3.1)于250 mL烧杯中，加入60.0 mL硫酸(B.3.2)，补加少量水使其溶解，补水至150 mL左右，在水浴锅中加热至65 $℃$，使用电位滴定设备(B.4.1)，趁热用高锰酸钾标准滴定溶液(B.3.5)滴定至终点，同时做空白试验。滴定终点按照GB/T 9725相关规定判断。高锰酸钾标准滴定溶液的浓度[c($\frac{1}{5}$KMnO4)]，单位为摩尔每升(mol/L)表示，按式(B.1)计算：

$$c\left(\frac{1}{5}KMnO\_{4}\right)=\frac{m×1000}{M\left(V\_{1}-V\_{2}\right)}………………………………（B.1）$$

式中:

*m*——草酸钠的质量的准确数值，g；

*V1*——滴定消耗高锰酸钾标准滴定溶液(B.3)的体积的数值，mL；

*V2*——空白试验消耗高锰酸钾标准滴定溶液(B.3)的体积的数值，mL；

*M*——草酸钠的摩尔质量的数值，g/mol，([M($\frac{1}{2}$Na2C2O4)=66.999]。

* + 1. 硫酸：1+1。
		2. 磷酸:$ρ$=1.70 g/mL。
		3. 硫酸亚铁铵溶液：40 g/L。

B.4 仪器设备

* + 1. 电位滴定测定装置的指示电极使用铂电极，参比电极使用饱和甘汞电极。电位计测定精度为±0.1 mV。
		2. 称量使用分析天平精度为0.0001 g。
		3. 其他仪器和设备使用一般实验室仪器及设备。

B.5 分析步骤

* + 1. 称取试样0.2000 g于500 mL三角瓶中，加入硫酸（B.3.5）40.0 mL，磷酸(B.3.6)5.0 mL于电炉上加热溶解完全至冒硫酸烟，取下冷却1 min～2 min加50.0 mL水，冷却至室温，移入100 mL容量瓶中，用水定容，得到待测钒液。准确移取5.00 mL待测钒液于100 mL容量瓶中，加入硫酸（B.3.5）30.0 mL，用水定容，摇匀。
		2. 向250 mL烧杯中加入10.0 mL磷酸(B.3.6)，加水至150.0 mL左右。
		3. 准确移取10.00 mL稀释后待测钒液(B.5.1)于烧杯(B.5.2)中。
		4. 用少量水冲壁。
		5. 采用高锰酸钾标准滴定溶液（B.3.4），利用电位滴定测定装置（B.4.1）进行滴定至先后出现两个突跃终点，突跃终点按照GB/T 9725相关规定判断。按照突跃终点出现的时间先后顺序，对应消耗高锰酸钾标准滴定液(B.3.3)的体积为V3及V4。
		6. 根据式（B.2）、式（B.3）及式（B.4）计算相应钒离子浓度。

B.6 结果计算

全钒含量及不同价态钒离子含量，按式（B.2）、式（B.3）及式（B.4）计算:

$$c\left(V^{4+}\right)=\frac{c\left(\frac{1}{5}KMnO\_{4}\right)V\_{3}}{0.5}…………………………（B.2）$$

式中：

*c(V4+)——*钒溶液中正四价钒离子含量,单位为摩尔每升(mol/L)；

$c\left(\frac{1}{5}KMnO\_{4}\right)$*——*高锰酸钾标准滴定溶液(B.3.3)的含量，单位为摩尔每升(mol/L)；

*V3——*第一个突跃终点消耗高锰酸钾标准滴定溶液(B.5.5)总体积)，mL；

0.5*——*样品体积，单位为毫升(mL)。

$$c\left(V\_{TV}\right)=\frac{c\left(\frac{1}{5}KMnO\_{4}\right)\left(V\_{4}-V\_{3}\right)}{0.5}…………………………（B.3）$$

式中：

$c\left(V\_{TV}\right)$*——*钒溶液中全钒含量，单位为摩尔每升(mol/L)；

$c\left(\frac{1}{5}KMnO\_{4}\right)$*——*高锰酸钾标准滴定溶液(B.3.3)的含量，单位为摩尔每升(mol/L)；

*V3——*第一个突跃终点消耗高锰酸钾标准滴定溶液(B.5.5)总体积)，mL，

*V4——*第二个突跃终点消耗高锰酸钾标准滴定溶液(B.5.5)总体积)，mL，

0.5*——*样品体积，单位为毫升(mL)。

$$c\left(V^{5+}\right)=c\left(V\_{TV}\right)-c\left(V^{4+}\right)…………………………（B.4）$$

式中：

*c(V4+)——*钒溶液中正四价钒离子含量,单位为摩尔每升(mol/L)；

*c(V5+)——*钒溶液中正五价钒离子含量,单位为摩尔每升(mol/L)；

$c\left(V\_{TV}\right)$*——*钒溶液中全钒含量，单位为摩尔每升(mol/L)。

B.6 允许差

平行测定结果之差的绝对值，不应大于0.02 mol/L。

附 录 C

（规范性附录）

差减法测定四氧化二钒含量

C.1 范围

本附录规定了差减法测定高纯度五氧化二钒中四氧化二钒含量。

本附录适用于高纯度五氧化二钒中四氧化二钒含量的测定。测定范围（质量分数）：0.50$\%$～6.00$\%$。

C.2 试验原理

试料用NaOH分解，在酸性介质中用硫酸亚铁铵标准溶液滴定V5+；另一份试料测定全钒。根据试料中全钒和V5+的测定结果计算四氧化二钒含量。

C.3 试剂与材料

* + - 1. 氢氧化钠，10 g/L、60 g/L；分别称取10 g和60 g氢氧化钠溶于蒸馏水中并稀释至1 L。
			2. 硫酸，1+1。
			3. 磷酸，1+1。
			4. N—苯代邻氨基苯甲酸溶液，2 g/L。称取0.2 g N—苯代邻氨基苯甲酸溶于100.0 mL微热的碳酸钠(2 g/L)溶液中，混匀。硫酸亚铁铵标准溶液，$C\_{\left[\left(NH\_{4}\right)\_{2}Fe\left(SO\_{4}\right)\_{2}·6H\_{2}O\right]}$约0.045 mol/L。
			5. 硫酸亚铁铁标准溶液，0.030 mol/L。称取60 g硫酸亚铁铵[(NH4)2Fe(SO4)2·6H20]，溶于适量硫酸(5+95)中，移入5000 mL试剂瓶中，用时标定。标定：称取0.2000 g预先在105$℃$～110$℃$烘2 h并在干燥器中冷却至室温的五氧化二钒（纯度＞99.99$\%$）三份，分别置于400 mL烧杯中。随同标定做空白试验。以下同分析步骤。三份被滴定溶液所消耗的硫酸亚铁铵标准溶液体积的极差值不超过0.05 mL时，取其平均值，否则应重新标定。硫酸亚铁铵标准溶液对五氧化二钒的滴定度按式（C.1）计算：

$$T=\frac{m}{V\_{1}-V\_{0}}………………………………………………（C.1）$$

式中：

$T $——硫酸亚铁铵标准溶液相当于五氧化二钒的量，g/mL；

$m $——称取五氧化二钒的质量，g；

$V\_{1} $——被滴定溶液所消耗的硫酸亚铁铵标准溶液的体积，mL；

$V\_{0} $——滴定所做空白试验溶液时所消耗的硫酸亚铁铵标准溶液的体积，mL。

C.4 试样

* + - 1. 试样应全部通过0.125 mm筛孔。
			2. 试样预先在105$℃$～110$℃$烘干1 h，置于干燥器中冷却至室温。
			3. 试样量：称取约0.2000 g试样。
			4. 空白试验：随同试样做空白试验。

C.5分析步骤

* + - 1. 测定次数

对同一试样，应至少独立测定2次。

* + - 1. 测定
			2. 全钒(以V2O5计)的测定

取试料一份（C.4.3）按照附录A的规定测定全钒(以V2O5计)的含量。

* + - 1. V5+ (以V2O5计)的测定

将另一份试料（C.4.3）置于500 mL锥形瓶中，加入60g/L的氢氧化钠（C.3.1）50.0 mL，低温加热煮沸并不断摇动，沸后15 min，取下冷却，加50.0 mL水，冷却至室温。用定量滤纸过滤（或离心分离），用10 g/L的热氢氧化钠溶液（C.3.1）洗涤锥形瓶及滤纸各3次～5次，弃去残渣，将滤液和洗液合并，加入50.0 mL硫酸（C.3.2）酸化，以水稀释至体积约120.0 mL，加入10.0 mL磷酸（C.3.3），加入3滴～5滴N—苯代邻氨基苯甲酸溶液（C.3.4），用硫酸亚铁铵标准溶液（C.3.5）滴定至溶液由紫红色变成亮绿色即为终点。五氧化二钒的百分含量按式(C.2)计算：

$$W\left(V^{5+}\right)=\frac{T×\left(V-V'\_{0}\right)}{M}×100……………………………………（C.2）$$

式中：

$T $——硫酸亚铁铵标准溶液相当于五氧化二钒的量，g/mL；

$V $——滴定消耗硫酸亚铁铵标准溶液体积，mL；

$V'\_{0} $——滴定空白消耗硫酸亚铁铵标准溶液体积，mL；

$M$——试样重量，g。

* + - 1. 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于0.40 $\%$。

C.6 结果的计算

按式（C.3）计算V2O4的含量WV2O4（质量分数），数值以$\%$表示。

$$W\_{V\_{2}O\_{4}}=\left(W\_{TV}-W\_{V5+}\right)×0.912………………………………（C.3）$$

式中：

*WTV* ——测得的全钒(以V2O5计)含量，($\%$)；

*WV5+*——测得的V5+(以V2O5计)含量，($\%$)；

0.912——V2O5换算为V2O4的系数。

附 录 D

（规范性附录）

电感耦合等离子体原子发射光谱法测定高纯度五氧化二钒中硅、铁等17种杂质元素

D.1 范围

本附录适用于高纯度五氧化二钒中17种杂质元素硅、铝、铁、钼、铬、镍、铜、铅、砷、磷、锰、钙、镁、钛、钇、硼、钨含量的测定，各元素测定范围（质量分数）：0.0005$\%$～0.50$\%$。

D.2 方法提要

试料先以盐酸和少量硝酸在微波消解仪中消解后，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上进行测定，再根据标准曲线计算出被测组分含量。

D.3 试剂

* + - 1. 五氧化二钒，V2O5≥99.99$\%$。
			2. 盐酸。
			3. 硝酸。

D.4 标准储备液的制备

* + - 1. 硅标准储备溶液，1 mg/mL

准确称取2.1392 g的高纯SiO2(预先经1000 $℃$灼烧1 h，置于干燥器中，冷却至室温)，置于加有3 g无水碳酸钠的铂金坩埚中，搅拌均匀，上面再覆盖（1 g～2 g）无水碳酸钠，先置于马弗炉内低温加热，然后升温至950$℃$高温熔融至透明，继续加热熔融3 min～5 min，取出、冷却。移入盛有冷水的聚四氟乙烯烧杯中浸取，低温加热至熔块完全溶解。取出坩埚，仔细洗净，冷却至室温，将溶液转移到1000 mL容量瓶中用水稀释至刻度，混匀，贮存于聚四氟乙烯试剂瓶中。

* + - 1. 铝标准储备溶液，1 mg/mL

准确称取1.0000 g的高纯金属铝置于500 mL烧杯中，加入盐酸(D.3.2)100.0 mL加热至溶解完全，冷却至室温后转移到1000 m容量瓶，并以水稀释至刻度，混匀。

* + - 1. 铁标准储备溶液，1 mg/mL

准确称取1.0000 g的高纯金属铁粉置于500 mL烧杯中，加入盐酸(D.3.2)100.0 mL加热至溶解完全，冷却至室温后转移到1000 m容量瓶，并以水稀释至刻度，混匀。

* + - 1. 铬标准储备溶液，1 mg/mL

准确称取1.0000 g的高纯金属铬粉置于500 mL烧杯中，加入盐酸(D.3.2)100.0 mL加热溶解完全，冷却至室温后转移到1000 mL容量瓶，并以水稀释至刻度，混匀。

* + - 1. 镍标准储备溶液，1 mg/mL

准确称取1.0000 g的高纯金属镍粉置于500 mL烧杯中，加入硝酸(D.3.3)50.0 mL加热溶解完全，冷却至室温后转移到1000 mL容量瓶，并以水稀释至刻度，混匀。

* + - 1. 铜标准储备溶液，1 mg/mL

准确称取1.0000 g的高纯金属铜粉置于500 mL烧杯中，加入硝酸(D.3.3)50.0 mL加热溶解完全，冷却至室温后转移到1000 mL容量瓶，并以水稀释至刻度，混匀。

* + - 1. 铅标准储备溶液，1 mg/mL

准确称取1.0000 g的高纯金属铅粉置于500 mL烧杯中，加入硝酸(D.3.3)50.0 mL加热溶解完全，冷却至室温后转移到1000 mL容量瓶，并以水稀释至刻度，混匀。

* + - 1. 砷标准储备溶液，1 mg/mL

准确称取1.0000 g的高纯砷粉置于500 mL烧杯中，加入硝酸(2+1)50.0 mL低温加热溶解完全，冷却至室温后转移到1000 mL容量瓶，并以水稀释至刻度，混匀。

* + - 1. 磷标准储备溶液，1 mg/mL

准确称取4.3936 g的高纯磷酸二氢钾（KPH2PO4）(预先经105 $℃$灼烧1 h，置于干燥器中，冷却至室温)置于500 mL烧杯中，加入适量水加热煮沸溶解完全，冷却至室温后转移到1000 ml容量瓶，并以水稀释至刻度，混匀。

* + - 1. 锰标准储备溶液，1 mg/mL

准确称取1.0000 g的高纯金属锰粉于500 mL烧杯中，加入硝酸(1+2)50.0 mL加热溶解完全，煮沸驱尽氮氧化物，冷却至室温后转移到1000 mL容量瓶，并以水稀释至刻度，混匀。

* + - 1. 钙标准储备溶液，1 mg/mL

准确称取1.4000 g的高纯氧化钙（CaO）于500 mL烧杯中，加入盐酸(D.3.2)100.0 mL加热溶解完全，冷却至室温后转移到1000 mL容量瓶，并以水稀释至刻度，混匀。

* + - 1. 镁标准储备溶液，1 mg/mL

准确称取1.0000 g的高纯金属镁粉于500 mL烧杯中，加入盐酸(D.3.2)100.0 mL加热溶解完全，冷却至室温后转移到1000 mL容量瓶，并以水稀释至刻度，混匀。

* + - 1. 钛标准储备溶液，1 mg/mL

准确称取1.0000 g的高纯金属钛粉于500 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入5.0 mL氢氟酸和5.0 mL硝酸加热溶解完全，冷却后加入20 mL硫酸低温加热蒸发至冒硫酸烟，冷却至室温后用稀硫酸（5+95）转移到1000 mL 容量瓶，并稀释至刻度，混匀。

* + - 1. 钇标准储备溶液，1 mg/mL

准确称取2.5399 g的高纯Y2O3置于100 mL烧杯中，加入硝酸（1+4）适量和少量双氧水溶解至清，转入500 mL容量瓶中，加硝酸（1+4）20.0 mL，用纯水稀释至刻度，摇匀。

* + - 1. 钨标准储备溶液，1 mg/mL

准确称取1.7941 g的高纯Na2WO4·2H2O置于500 mL烧杯中加入水溶解完全，并以水稀释至1 L。

* + - 1. 钼标准储备溶液，1 mg/mL

准确称取2.0425 g的高纯(NH4)2MoO4置于500 mL烧杯中，加入水溶解完全，转移到1 L容量瓶，并以水稀释至刻度，混匀。

* + - 1. 硼标准储备溶液，1 mg/mL

准确称取0.5720 g的高纯H2BO3溶解于1000.0 mL去离子水中，储存于聚乙稀瓶中。

注：以上标准储备溶液也可以用国家钢铁材料测试中心钢铁研究总院生产的标准溶液代替。

D.5 仪器

* + - 1. 电感耦合等离子体原子发射光谱仪

可以使用任何型号的电感耦合等离子体原子发射光谱仪，本方法采用美国热电生产的ICP6300型电感耦合等离子体原子发射光谱仪，根据样品及仪器特性通过试验确定以下仪器参数。

表D.1 元素波长表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 波长（nm） | 元素 | 波长（nm） | 元素 | 波长（nm） |
| Al | 396.152 | Ca | 317.933 | Mn | 293.930 |
| Si | 251.611 | As | 189.042 | Cu | 324.754 |
| Fe | 239.562 | Ni | 231.604 | Pb | 220.353 |
| Cr | 283.583 | P | 178.284 | Ti | 334.941 |
| Mg | 280.270 | B | 249.678 | Mo | 204.598 |
| W | 207.911 | Y | 360.073 | -- | -- |

表D.2 仪器参数

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| RF 功率(W) | 观测高度（mm） | 辅助气流量（L/min） | 泵速（rpm） | 积分时间(s) | 雾化器压力（MPa） |
| >260nm | <260nm |
| 1150 | 12.0 | 0.5 | 50 | 15 | 20 | 0.20 |

* + - 1. 光谱仪的实际分辨率

计算每条使用的分析谱线的带宽，带宽必须小于0.03 nm。

* + - 1. 校准曲线的线性

相关系数要求不小于0.999。

* + - 1. 微波快速消解仪

本方法使用的是WX-8000型微波消解仪，应根据试验确定合理的单步或多步运行方案从而达到样品完全消解的目的。因本样品较易溶解故采用单步运行，可以使用不同型号的消解仪进行消解，但需根据相应的仪器说明规范操作以保证安全。

D.6 试样

* + - 1. 试样应通过0.125 mm的筛孔，在105$℃$±5$℃$烘1 h，置于干燥器中冷却至室温。同一试样，应称取2份试料进行测定。
			2. 试料量：称取0.2000 g试料，准确至0.0001 g。
			3. 空白试验随同试料做空白试验。

D.7 分析步骤

* + - 1. 试液的制备

将试料（D.6.2）置于消解罐中加入盐酸（D.3.2）10.0 mL，硝酸（D.3.3）3.0 mL，消解运行方案是:温度200$℃$，压力20 atm，保持时间20分钟，功率1800 W.注意待温度显示降至100$℃$以下压力显示降至0.5 atm以下才可将标准框架罐从炉内拿出，在通风橱内将放气螺丝松开，待罐内气体释放完毕后再松开顶丝从框架上取下开罐取样，将样品转移于100 mL容量瓶中并以水稀释到刻度定容摇匀备用。

* + - 1. 校准曲线溶液的制备

称取0.2000 g高纯度五氧化二钒（D.3.1）6份，分别置于消解罐中，按照（D.7.1）消解方法消解处理后，作为基体匹配溶液，将各种标准储备液逐级稀释后按表D.3要求，分别加入基体匹配溶液中，定容至100 mL容量瓶中，配制成不同浓度的系列待测元素混合标准溶液。

表D.3 储备液稀释要求

|  |  |
| --- | --- |
| 系列 | 硅、铝、铁、铬、镍、铜、铅、磷、钙、砷、镁、锰、钛、钼、硼、钨、钇 |
| 序号 | 浓度(mg/mL) | 体积(mL) | 对应含量($\%$) |
| 1 | 0.00 | 0.00 | 0.000 |
| 2 | 0.01 | 2.00 | 0.010 |
| 3 | 0.01 | 6.00 | 0.030 |
| 4 | 0.10 | 2.00 | 0.100 |
| 5 | 0.10 | 6.00 | 0.300 |
| 6 | 0.10 | 10.00 | 0.500 |

* + - 1. 仪器的检查确认

首先按照仪器操作规程开启等离子体光谱仪及其附属设备，点燃等离子体，进行测量前至少稳定运行15 min。

优化仪器工作条件，从五氧化二钒成品杂质含量及其生产工艺等方面进行综合分析，然后根据谱线强度和背景的轮廓确定元素的分析线。然后调节设定等离子体原子发射光谱仪的功率、载气流速、雾化器压力、蠕动泵速度等仪器工作条件。

* + - 1. 校准曲线的绘制

仪器稳定后，分别依次测量系列校准溶液的强度，每次测量之间吸入水冲洗，试液至少应重复测量3次。

试样的测定:测量（D.7.1）试液的强度，每次测量之间吸入10$\%$～20$\%$稀盐酸溶液冲洗，试液至少应重复测量3次。

D.8 分析结果及其表示

试样各元素含量由仪器自动报出.分析结果应修约至与允许差小数相同位数。

D.9 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

表D.4 允许差

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 成分 | 含量 $\%$ | 允许差 $\%$ |
| 硅、铝、铁、铬、镍、铜、铅、磷、钙、砷、镁、锰、钛、钼、硼、钨、钇 | 0.0005～0.001 | 0.0005 |
| ＞0.001～0.005 | 0.001 |
| ＞0.005～0.010 | 0.003 |
| ＞0.010～0.050 | 0.005 |
| ＞0.050～0.100 | 0.008 |
| ＞0.100～0.500 | 0.020 |

附 录 E

（规范性附录）

红外线吸收法测定高纯度五氧化二钒中碳、硫含量

E.1 范围

本附录规定了红外线吸收法测定碳、硫含量。

本附录适用于高纯度五氧化二钒中碳、硫含量的测定。测定范围（质量分数）：C:0.001$\%$～0.05$\%$。S:0.001$\%$～0.1$\%$。

E.2 试验原理

试料于高频感应炉的氧气流中加热燃烧，硫生成二氧化硫，并由氧气载至红外线分析器的测量室，二氧化硫吸收某特定波长的红外能，所吸收能量的大小与其浓度成正比，据此可测得硫的含量。碳将生成二氧化碳，并由氧气流载至红外线分析器的测量室，二氧化碳将吸收特定波长的红外能，所吸收能量的大小与其浓度成正比，据此可测得碳的含量。

E.3 试剂和材料

* + - 1. 高氯酸镁：无水、粒状；
			2. 碱石棉：粒状；
			3. 玻璃棉；
			4. 钨粒：S<0.0008$\%$，C<0.0005$\%$，粒度0.8 nm～1.4 nm；
			5. 纯铁：S<0.0005$\%$，C<0.0005$\%$；
			6. 锡粒：S<0.0005$\%$，C<0.0005$\%$；
			7. 氧气：纯度大于99.95$\%$；
			8. 动力气源：氮气或压缩空气，其杂质（水和油）含量小于0.5$\%$；
			9. 素质坩埚：Φ23 nm $×$23 nm或25 nm $×$25 nm在高于1200$℃$的高温加热炉中灼烧4 h或通氧灼烧至空白值为最低；
			10. 坩埚钳。

E.4 仪器及设备

* + - 1. 红外吸收碳硫仪（灵敏度为0.00001$\%$），其装置连接图如图E.1和图E.2。



标引序号说明：

1——氧气瓶；

2——两级压力调节器；

3——洗气瓶；

4，9——干燥管；

5——压力调节器；

6——高频感应炉；

7——燃烧管；

8——除尘器；

10——流量控制器；

11——一氧化碳转化为二氧化碳的转化器；

12——除硫器；

13——二氧化碳红外检测器。

图E.1 红外吸收定碳仪装置连接图



标引序号说明：

1——氧气瓶；

2——两级压力调节器；

3——洗气瓶；

4，9——干燥管；

5——压力调节器；

6——高频感应炉；

7——燃烧管；

8——除尘器；

10——流量控制器；

11——二氧化硫红外检测器。

图E.2 红外吸收定硫仪装置连接图

* + - 1. 洗气瓶（3）：内装碱石棉（E.3.2）。
			2. 干燥管（4、9）：内装高氯酸镁（E.3.1）。
			3. 气源。载气系统包括氧气容器、两级压力调节器及保护提供合适压力和额定流量的时序控制部分。动力气源包括动力气（氮气或压缩空气）、两级压力调节器及保证提供合适压力和额定流量的时序控制部分。

E.5 高频感应炉

应满足试样熔融温度的要求。

E.6 控制系统

* + - 1. 微处理机系统包括中央处理机、存储器、键盘输入设备、信息中心显示屏、分析结果显示屏及分析结果打印机等。
			2. 控制功能包括自动装卸坩埚和炉台升降、自动清扫、分析条件选择设置、分析过程的监控和报警中断、分析数据的采集、计算、校正及处理等。

E.7 测量系统

主要由微处理机控制的电子天平（感量不大于1.0 mg）红外线分析器及电子测量元件组成。

E.8 试样

试样应全部通过0.125 mm筛孔。

E.9 分析步骤

* + - 1. 试料

称取试样0.1500 g，精确至0.0001 g。

* + - 1. 测定次数

对同一样品，至少独立测定2次。

* + - 1. 空白试验

称取0.4 g纯铁（E.3.5）、0.12 g锡粒(E.3.6)和1.5 g钨粒(E.3.4)置于坩埚中（E.3.9），于同一通道，按（E.9.6）进行测定。重复测定直到得到低而比较一致的读数。记录最小的三次读数，计算平均值。

* + - 1. 分析准备
			2. 按仪器使用说明调试检查仪器（主要进行漏气检查），使仪器处于正常稳定状态。
			3. 选择设置最佳分析条件。
			4. 校正试验
			5. 根据待测试样的碳、硫含量，选择相应的通道，并选择2个以上标样（待测样品含量应落在所选标样含量的范围内）。依次进行校正，测得结果的波动应在允许差范围内，以确认系统的线性，否则应按仪器说明书进行较正。
			6. 不同量程或通道，应分别测空白值并校正。
			7. 当分析条件变化时，如仪器尚未预热到1 h，氧气源、坩埚或助熔剂的空白值已发生改变时，都要求重新测定空白并校正。
			8. 测定

将试料（E.9.1）置于坩埚（E.3.9）内，覆盖0.4 g纯铁(E.3.5)、012 g锡粒(E.3.6)和1.500 g钨粒（E.3.4），把坩埚放到炉台坩埚座上，按仪器说明书操作，开始测量并读取结果。

E.10 允许差

* + - 1. 碳的允许差执行见表E.1。

表E.1 碳的允许差

|  |  |
| --- | --- |
| 碳的含量 $\%$ | 允许差 $\%$ |
| 0.001～0.005 | 0.0007 |
| ＞0.005～0.050 | 0.0010 |

* + - 1. 硫的允许差执行见表E.2。

表E.2 硫的允许差

|  |  |
| --- | --- |
| 硫的含量硫 $\%$ | 允许差 $\%$ |
| 0.001～0.020 | 0.0007 |
| ＞0.020～0.100 | 0.0050 |

附 录 F

（规范性附录）

原子吸收分光光度法测定高纯度五氧化二钒中氧化钠和氧化钾

F.1 范围

本附录规定了用原子吸收分光光度法法测定高纯度五氧化二钒中氧化钾、氧化钠的含量。

本附录适用于高纯五氧化二钒中氧化钾、氧化钠的测定。氧化钾测定范围（质量分数）：0.01 $\%$～ 0.50 $\%$；氧化钠测定范围（质量分数）：0.01 $\%$～1.0$\%$。

F.2 方法提要

试料用盐酸分解完全后，将试液稀释至规定体积，于原子吸收分光光度计上进行测定，以对应校准曲线的回归方程式计算被测组分在试液中的浓度，再换算为试料中的组分含量。

F.3 试剂

* + - 1. 盐酸。
			2. 盐酸，1+1，用盐酸（F.3.1）稀释。
			3. 五氧化二钒，V2O5≥99.99$\%$。
			4. 氧化钾标准储备溶液，1 mg/Ml。称取1.5829 g氯化钾（基准，预先于500$℃$～600$℃$灼烧1 h，并于干燥器中冷却至室温）置于烧杯中，溶于约100.0 mL水中，移入1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度、混匀，此溶液1 mL含1000 μg氧化钾。
			5. 氧化钠标准储备溶液，1 mg/mL。称取1.8858 g预先经500$℃$灼烧0.5 h，置于干燥器中冷却至室温的基准氯化钠，溶于水中，移入1000 m容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，移入干塑料瓶中备用，此溶液1 ml含1000 μg氧化钠。
			6. 氧化钾标准溶液，100 μg/mL。准确移取氧化钾标准溶液（F.3.4）10.00 mL至100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。
			7. 氧化钠标准溶液，100 μg/mL。准确移取氧化钠标准溶液（F.3.5）10.00 mL至100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

注：以上标准储备溶液也可以用国家钢铁材料测试中心钢铁研究总院生产的标准溶液代替。

F.4 仪器

* + - 1. 原子吸收分光光度仪

本实验采用TAS-990型原子吸收分光光度仪进行测试。根据不同元素选择最佳测量参数确定分析谱线，见表F.1。

表F.1 推荐分析谱线

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元素 | K | Na |
| 分析谱线（nm） | 766.490 | 589.592 |

* + - 1. 光谱仪的实际分辨率。计算每条使用的分析谱线的带宽，带宽必须小于0.03 nm。
			2. 短期稳定性。较短时间内连续测量待测元素的校准曲线的最高浓度的绝对强度或相对强度11次，计算测量的绝对强度或相对强度的相对标准偏差不应超过0.5$\%$。
			3. 长期稳定性。每隔20 min测量待测元素的校准曲线的最高浓度的绝对强度或相对强度11次，计算测量的绝对强度或相对强度的相对标准偏差不应超过1$\%$。
			4. 校准曲线的线性通过计算相关系数进行检查，相关系数要求必须大于0.999。
			5. 容量瓶、移液管、吸量管应经过较准为合格品。
			6. 试样

试样应通过0.125 mm的筛孔，在105 $℃$±5 $℃$烘1 h，置于干燥器中冷却至室温。

F.5 分析步骤

* + - 1. 测定次数

同一试样，应称取2～4份试料进行测定。

* + - 1. 试料量

称取0.1000 g试料，准确至0.0001 g。

* + - 1. 空白试验

随同试料做空白试验，所用试剂须取自同一试剂瓶。

* + - 1. 验证试验

随同试样分析同类型标样。

F.6 测定

* + - 1. 五氧化二钒溶液试液的制备

称取1.000 g高纯度五氧化二钒，溶于40.0 mL盐酸（1＋1）中，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度、混匀，此溶液1 mL含10 mg五氧化二钒。

* + - 1. 校准曲线溶液的制备

根据试样含量加入五氧化二钒试液见表F.2，按表F.3规定的体积分别加入氧化钾标准溶液（F.3.6）或氧化钠标准溶液（F.3.7）后，定容配制成氧化钾和氧化钠不同浓度的系列校准溶液。如氧化钾<0.5$\%$，则不需要稀释。

表F.2 试样加入五氧化二钒试液表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 氧化钠量（mL） | 氧化钾量（mL） | 分取试样体积（mL） | 绘制工作曲线补加盐酸(1+9)体积（mL） | 加入五氧化二钒溶液体积（mL） |
| ≤1.00 | ≤1.00 | 10.00 | 2.00 | 1.00 |
| >1.00 | >1.00 | 5.00 | 1.00 | 0.50 |

表F.3 系列校准溶液

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 系列序号 | K2O | Na2O |
| 标液体积（mL） | 浓度（μg/mL） | 对应含量（$\%$） | 标液体积（mL） | 浓度（μg/mL） | 对应含量（$\%$） |
| 1 | 0 | 0.00 | 0.000 | 0 | 0.00 | 0.000 |
| 2 | 1 | 1.00 | 0.100 | 3 | 3.00 | 0.300 |
| 3 | 3 | 3.00 | 0.300 | 6 | 6.00 | 0.600 |
| 4 | 5 | 5.00 | 0.500 | 9 | 9.00 | 0.900 |
| 5 | 7 | 7.00 | 0.700 | 12 | 12.00 | 1.200 |
| 注：根据生产实际可以调整曲线各点浓度及曲线点数，但曲线点数不少于5点。 |

* + - 1. 仪器的准备和确认

首先按照仪器操作规程开启原子吸收分分光光度计及其附属设备，初始化波长、灯位、进行仪器优化，预热30 min后，点火，先测空白，曲线，后测样品。

F.7 分析结果及其表示

根据校准曲线的回归方程中分别计算各自的浓度值，按（F.1）式计算被测元素M的含量，以质量百分数表示：

$$W\_{M}=\frac{\left(c-c\_{0}\right)×V×10^{-6}}{m}×100…………………………（F.1）$$

式中：

*WM* ——待测元素含量，$\%$；

*c*——试液中待测元素浓度值，μg/mL；

*c0*——空白试液中待测元素浓度值，μg/mL；

*V*——被测试液的体积，mL；

*m*——试料质量，g。

F.8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

表F.4

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 成分 | 含量范围 $\%$ | 允许差 $\%$ |
| 氧化钾 | 0.010～0.050 | 0.007 |
| ＞0.050～0.100 | 0.015 |
| ＞0.100～0.500 | 0.020 |
| 氧化钠 | 0.010～0.050 | 0.007 |
| ＞0.050～0.200 | 0.010 |
| ＞0.200～1.000 | 0.040 |

F.9试验报告

试验报告应包括下列内容：

1. 鉴别试料、实验室和分析日期等资料；
2. 遵守本附录规定的程度；
3. 分析结果及其表示；
4. 测定中观察到的异常现象。
5. 对分析结果可能有影响而本附录未包括的操作，或者任选的操作。