



中华人民共和国国家标准

GB/T 40301—2021

三 氧 化 二 钒

Vanadium trioxide

2021-08-20 发布

2022-03-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 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。

本文件由中国钢铁工业协会提出。

本文件由全国生铁及铁合金标准化技术委员会(SAC/TC 318)归口。

本文件起草单位：河钢股份有限公司承德分公司、河钢承德钒钛新材料有限公司、湖南众鑫新材料科技股份有限公司、青岛博信达科技有限公司、河北津西国际贸易有限公司、攀钢集团有限公司、中国环境科学研究院、冶金工业信息标准研究院。

本文件主要起草人：耿立唐、张振全、白瑞国、李兰杰、卢明亮、宋波、章伟、张春雨、刘雅健、栗金刚、刘超、高明磊、张渤林、刘丽颖、豆长宏、张苏新、祁健、李九江、邢然、胡志伟、李京霖、周开著、韩雪松、张倩、卢春生。

三 氧 化 二 钒

1 范围

本文件规定了三氧化二钒的牌号、技术要求、试验方法、检验规则以及包装、标志、储存、运输和质量证明书。

本文件适用于以钒渣或其他含钒物料为原料制得的三氧化二钒。

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/T 191 包装储运图示标志
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- YB/T 4200 五氧化二钒 硫、磷、砷和铁含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法
- YB/T 4218 五氧化二钒 五氧化二钒含量的测定 过硫酸铵氧化-硫酸亚铁铵滴定法
- YB/T 5328 五氧化二钒 五氧化二钒含量的测定 高锰酸钾氧化-硫酸亚铁铵滴定法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1 化学成分

三氧化二钒分为 $V_2O_3 66$ 、 $V_2O_3 64$ 、 $V_2O_3 62$ 、 $V_2O_3 60$ 四个牌号，其化学成分应符合表 1 的规定。

表 1 化学成分

产 品 名 称	牌 号	化 学 成 分 (质 量 分 数)				
		%				
		V	Na ₂ O+K ₂ O	C	P	S
V ₂ O ₃	V ₂ O ₃ 66	≥66.0	≤1.50	≤0.10	≤0.05	≤0.06
	V ₂ O ₃ 64	64.0≤V<66.0				
	V ₂ O ₃ 62	62.0≤V<64.0		≤0.20		
	V ₂ O ₃ 60	60.0≤V<62.0				
注：用户对其他杂质元素有要求时可按合同执行。						

4.2 物理状态

4.2.1 三氧化二钒通常为自然粉状。

4.2.2 用户有特殊要求的,双方协商并在合同中注明,可按合同要求执行。

5 取样和制样

5.1 在每批产品中随机抽取不低于 10%且不少于 10 个包装件,于每个包装件料面中心扦插至料层深度的一半以上或包装件侧面上中下部位扦插至超过中心线,分别扦取数量大致相等的份样,其总质量应不小于 1 kg。当包装件少于 10 件时,应随机均匀抽取补足份样。

5.2 将全部份样合并充分混匀后缩分,缩取 100 g 试样,研磨至全部通过筛孔尺寸为 0.125 mm 的试验筛。分装为两袋,一袋供化学分析,另一袋封存备查。

6 分析方法

6.1 钒含量的测定方法按 YB/T 5328 或 YB/T 4218 执行。

6.2 氧化钾和氧化钠含量的测定方法按附录 A 执行。

6.3 磷含量的测定方法按附录 B 执行。

6.4 碳含量的测定方法按附录 C 执行。

6.5 硫含量的测定方法按附录 D 执行。

6.6 钒含量、氧化钾含量、氧化钠含量、碳含量、硫含量的测定方法也可由供需双方商定。

6.7 物理状态的检验方法采用目测。

7 检验规则

7.1 产品应按批交货,每批由同牌号的产品组成,每批应不大于 10 t。

7.2 产品检验结果如有不合格项,可重新取样进行复验,复验结果如仍有不合格项,该批产品判为不合格品。

8 包装、标志、储存、运输和质量证明书

8.1 包装

8.1.1 产品包装采用塑编袋、桶装。袋装时采用压膜塑编袋,桶装时采用内衬防水防潮塑料袋。

8.1.2 产品采用袋装时,每袋重量可以采用 50 kg、100 kg、500 kg、1 000 kg 规格。

8.1.3 采用桶装时,每桶净重可采用 50 kg、100 kg、150 kg 规格。

8.1.4 需方对产品的包装有特殊要求的,经供需双方协商并在合同中注明,可按合同要求执行。

8.2 标志

8.2.1 产品包装袋/桶上应标明生产厂名称和厂址、产品名称、牌号、本文件编号、批号、净含量、生产日期等。

8.2.2 包装储运标识应符合 GB/T 191 的规定。

8.3 储存

8.3.1 产品应储存在通风、干燥的专用库房内,并做好防雨、防潮、防火措施。

8.3.2 如使用袋装,堆放层数不应超过两层;如使用桶装,堆放层数不应超过四层。

8.4 运输

8.4.1 产品在运输中应注意轻拿轻放,防雨、防潮、防火。

8.4.2 不应重压和剧烈碰撞,确保产品包装无损坏、变形。不应与其他产品混运。

8.5 质量证明书

8.5.1 每批出厂的产品均应附有质量证明书。

8.5.2 质量证明书内容包括生产厂名称和厂址、产品名称、合同号、牌号、本文件编号、批号、批量(件数和总重量)以及产品质量检验结果。

附 录 A

(规范性)

三氧化二钒 氧化钾、氧化钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法

警示——使用本附录的人员应有正规实验室工作的实践经验。本附录并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

A.1 通则

本附录规定了用火焰原子吸收光谱法测定三氧化二钒中氧化钠、氧化钾的含量。

本附录适用于三氧化二钒中氧化钠和氧化钾含量的测定。测定范围(质量分数):氧化钠:0.10%~2.0%;氧化钾:0.05%~0.80%。

A.2 原理

试料用盐酸、硝酸分解,在一定酸度下,于原子吸收光谱仪波长 589.0 nm、766.5 nm 处,用空气-乙炔火焰测量氧化钠和氧化钾的吸光度,通过校准曲线计算试料中氧化钠和氧化钾的含量。

A.3 试剂和材料

分析中除另有说明外,仅使用认可的优级纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级及二级以上蒸馏水或与其纯度相当的水。

A.3.1 高纯五氧化二钒,纯度不低于 99.99%。

A.3.2 盐酸, $\rho=1.19$ g/mL。

A.3.3 硝酸, $\rho=1.42$ g/mL。

A.3.4 盐酸,1+1。

A.3.5 硝酸,1+4。

A.3.6 氧化钠标准溶液,按照下列操作配置:

- 称取 0.188 6 g 预先经 500 °C 灼烧 0.5 h,于干燥器中冷却至室温的基准氯化钠,置于 300 mL 烧杯中,加入 100 mL 水,5 mL 盐酸(A.3.4),搅拌溶解完全,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,移入干塑料瓶中储存备用。此溶液 1 mL 含 100 μ g 氧化钠。
- 移取 20.00 mL 氧化钠标准溶液[A.3.6 a)]于 200 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 氧化钠。

A.3.7 氧化钾标准溶液,按照下列操作配置:

- 称取 0.158 3 g 预先经 500 °C 灼烧 0.5 h,于干燥器中冷却至室温的基准氯化钾,置于 300 mL 烧杯中,加入 100 mL 水,5 mL 盐酸(A.3.4),搅拌溶解完全,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。移入干塑料瓶中储存备用。此溶液 1 mL 含 100 μ g 氧化钾。
- 移取 20.00 mL 氧化钾标准溶液[A.3.7 a)]于 200 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 氧化钾。

A.4 仪器与设备

A.4.1 原子吸收光谱仪精密度的要求

用最高浓度的校准溶液,测量 11 次吸光度,并计算其吸光度平均值和标准偏差。该标准偏差应不超过该吸光度平均值的 1.0%。

用最低浓度的校准溶液(不是零校准溶液),测量 11 次吸光度,并计算其标准偏差。该标准偏差应不超过最高浓度的校准溶液的平均吸光度值的 0.5%。

A.4.2 原子吸收光谱仪特征浓度

氧化钠的特征浓度应不大于 0.015 μg/mL、氧化钾的特征浓度应不大于 0.05 μg/mL。

A.4.3 原子吸收光谱仪检出限

氧化钠、氧化钾的检出限应不大于 0.05 μg/mL。

A.4.4 原子吸收光谱仪校准曲线的线性

校准曲线按浓度等分为五段,最高段的吸光度值与最低段的吸光度差值之比不应小于 0.9。

A.5 取制样

A.5.1 按本文件要求取制样,试样应通过 0.125 mm 的筛孔。

A.5.2 试样应预先在温度 105℃~110℃下烘干 2 h,并在干燥器中冷却至室温。

A.6 分析步骤

A.6.1 试料量

称取 0.100 0 g 试料,精确至 0.000 1 g。

A.6.2 空白试验

随同试料做空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶。

A.6.3 测定

A.6.3.1 将试料(A.6.1)置于 150 mL 烧杯中,以适量水冲洗杯壁并润散,加入 10 mL 硝酸(A.3.5),10 mL 盐酸(A.3.4),低温加热溶解,溶解过程中用水冲洗杯壁,使溶液体积保持在 20 mL 左右,溶解完全后取下,冷却至室温。移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

A.6.3.2 按表 A.1 分取试液(A.6.3.1),置于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

表 A.1 试液分取体积

氧化钠量 %	氧化钾量 %	分取试液体积 mL
0.10~1.00	—	10.00
>1.00~2.00	—	5.00
—	0.050~0.30	50.00
—	>0.30~0.80	25.00
注:随同试料空白溶液的分取量和试液一致。		

A.6.3.3 将上述溶液(A.6.3.2)于原子吸收光谱仪波长 589.0 nm 和 766.5 nm 处,在空气-乙炔火焰中,选择仪器最佳工作条件,以水调零,分别测量氧化钠和氧化钾的吸光度(每个试液至少测量 3 次,取其平均值),从校准曲线上查出试样和随同空白相应的氧化钠、氧化钾的质量浓度。

A.6.4 校准曲线的绘制

A.6.4.1 基体溶液的制备:按 A.6.4.2 和 A.6.4.3 基体溶液所需份数分别称取 0.114 3 g 两组高纯五氧化二钒(A.3.1),置于 150 mL 烧杯中,以适量水冲洗杯壁并润散,加入 10 mL 硝酸(A.3.5),10 mL 盐酸(A.3.4),低温加热溶解,溶解过程中用水冲洗杯壁,使溶液体积保持在 20 mL 左右,溶解完全后取下,冷却至室温。移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,分别作为氧化钠和氧化钾测定的基体溶液。

A.6.4.2 氧化钠校准曲线的绘制:按表 A.1 规定分取一组氧化钠基体溶液于 100 mL 容量瓶中,分别加入 0、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 氧化钠标准溶液[A.3.6 b)],以水稀释至刻度,混匀。按 A.6.3.3 同样条件分别测量其吸光度,减去零浓度标准溶液的吸光度,以氧化钠的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制氧化钠校准曲线。

A.6.4.3 氧化钾校准曲线的绘制:按表 A.1 规定分取一组氧化钾基体溶液于 100 mL 容量瓶中,分别加入 0、3.00 mL、6.00 mL、9.00 mL、12.00 mL、15.00 mL 氧化钾标准溶液[A.3.7 b)]。以水稀释至刻度,混匀。按 A.6.3.3 同样条件分别测量其吸光度,减去零浓度标准溶液的吸光度,以氧化钾的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制氧化钾校准曲线。

A.7 分析结果的计算

按式(A.1)计算试样中氧化钠或氧化钾含量(质量分数) $w(\text{Na}_2\text{O}, \text{K}_2\text{O})$,数值以%表示:

$$w(\text{Na}_2\text{O}, \text{K}_2\text{O}) = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times V_0}{m \times V_1 \times 10^6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

ρ ——自校准曲线上查得的试料溶液中氧化钠(氧化钾)的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——自校准曲线上查得的随同试料空白溶液中氧化钠(氧化钾)的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——最终测量试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——试料溶液最初的体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试料质量,单位为克(g)。

A.8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 A.2 所列允许差。

表 A.2 允许差

组分	含量(质量分数) %	允许差(质量分数) %
Na_2O	0.10~1.00	0.06
	>1.00~2.00	0.07
K_2O	0.05~0.30	0.02
	>0.30~0.80	0.03

A.9 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 实验室名称和地址；
- b) 试验报告发布日期；
- c) 本文件编号；
- d) 样品识别必要的详细说明；
- e) 分析结果；
- f) 结果的测定次数；
- g) 测定过程中存在的任何异常特性以及本文件中未规定而可能对试样或认证标样的分析结果产生影响的任何操作。

附 录 B

(规范性)

三氧化二钒 磷含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

警示——使用本附录的人员应有正规实验室工作的实践经验。本附录并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

B.1 通则

本附录规定了电感耦合等离子体原子发射光谱法测定三氧化二钒中磷的含量。

本附录适用于三氧化二钒中磷含量的测定,测定范围(质量分数):0.008%~0.10%。

B.2 原理

试料用盐酸、硝酸低温溶解。在电感耦合等离子体发射光谱仪上,测量磷元素特征谱线光谱强度,通过校准曲线计算其含量。

B.3 试剂

分析中除另有说明外,仅使用认可的优级纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级及二级以上蒸馏水或与其纯度相当的水。

B.3.1 五氧化二钒,纯度大于 99.99%。

B.3.2 盐酸, $\rho=1.19\text{ g/mL}$ 。

B.3.3 硝酸, $\rho=1.42\text{ g/mL}$ 。

B.3.4 盐酸,1+1。

B.3.5 硝酸,1+4。

B.3.6 磷标准储备液,1.0 mg/mL。准确称取 4.394 1 g 基准磷酸二氢钾(KH_2PO_4),已预先在 105 °C 烘干并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 1 L 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 磷。

B.3.7 磷标准溶液,30 $\mu\text{g/mL}$ 。移取 15 mL 磷标准储备液(B.3.6)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含磷 30 μg 。

B.4 仪器与设备

B.4.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪一般要求

按制造商的建议和实验室定量分析操作来初始调节 ICP 光谱仪,按 YB/T 4200 进行仪器性能试验,检查仪器性能。

B.4.2 电感耦合等离子体原子发射光谱仪短时稳定性和长时稳定性

B.4.2.1 短期精密度的要求:较短时间内连续测量待测元素的校准曲线的最高浓度溶液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标准偏差不应超过绝对或相对强度平均值的 0.5%。

B.4.2.2 长期精密度的要求:每隔 20 min 测量待测元素的校准曲线的最高浓度溶液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标准偏差不应超过绝对或相对强度平均值的 1%。

B.4.3 电感耦合等离子体原子发射光谱仪背景等效浓度和检出限

通过计算含有磷溶液的元素分析谱线(178.287 nm)得出的背景等效浓度(BEC)和检出限(DL)应

分别低于 0.01 $\mu\text{g/mL}$ 和 0.05 $\mu\text{g/mL}$ 。

B.4.4 电感耦合等离子体原子发射光谱仪校准曲线的线性

校准曲线的相关系数应大于 0.999。

B.4.5 电感耦合等离子体原子发射光谱仪分析线

不特定指定分析线，本附录推荐分析线见表 B.1。

表 B.1 推荐的分析线

元 素	谱线 nm
P	178.284, 185.891

B.5 取制样

B.5.1 按本文件要求取制样，试样应通过 0.125 mm 的筛孔。

B.5.2 试样应预先在温度 105 $^{\circ}\text{C}$ ~ 110 $^{\circ}\text{C}$ 下烘干 2 h，并在干燥器中冷却至室温。

B.6 分析步骤

B.6.1 试料量

称取试样 0.250 0 g，精确至 0.000 1 g。

B.6.2 空白试验

称取 0.285 6 g 高纯五氧化二钒(B.3.1)打底，随同试料进行空白试验，所用试剂应取自同一试剂瓶。

B.6.3 溶液的制备

B.6.3.1 样品溶液的制备。将试料(B.6.1)置于 150 mL 小烧杯中，以适量水冲洗杯壁并润散，加入 10 mL 硝酸(A.3.5)，10 mL 盐酸(A.3.4)，低温加热溶解，溶解过程中用水冲洗杯壁，使溶液体积保持在 20 mL 左右，溶解完全后取下，冷却至室温。移入 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

B.6.3.2 校准曲线溶液的制备。称取 0.285 6 g 高纯五氧化二钒(B.3.1)六份分别置于 150 mL 小烧杯中，以适量水冲洗杯壁并润散，加入 10 mL 硝酸(A.3.5)，10 mL 盐酸(A.3.4)，低温加热溶解，溶解过程中用水冲洗杯壁，使溶液体积保持在 20 mL 左右，溶解完全后取下，冷却至室温。分别转移至六个 100 mL 容量瓶中，作为校准曲线的基体溶液。然后依次加入 0、2 mL、4 mL、6 mL、8 mL、10 mL 磷标准溶液(B.3.7)，用水稀释至刻度，混匀。相当于试样中磷质量分数为：0.00%，0.024%，0.048%，0.072%，0.096%，0.12%。

B.6.4 仪器的准备和确认

按照仪器说明书开启等离子体光谱仪，直至仪器稳定运行。根据仪器制造商所提供的操作程序和指南，为待测元素选择和设置仪器工作参数。

B.6.5 测量

B.6.5.1 校准曲线的绘制。仪器稳定后，在确定的仪器工作条件下，依次测量校准曲线系列溶液

(B.6.3.2)的谱线强度,分别减去空白零浓度溶液的谱线强度,为谱线净强度。以净强度为纵坐标,校准溶液的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)或质量分数为横坐标绘制校准曲线。

B.6.5.2 试液的测定。在与 B.6.5.1 相同条件下,将空白试液(B.6.2)和待测试液(B.6.3.1)依次引入 ICP 光谱仪进行测量谱线强度,减去空白溶液的谱线强度即为净强度,通过所建立的校准曲线计算出元素在溶液中的质量浓度或质量分数。

B.7 分析结果的计算

按式(B.1)计算试样中磷的含量(质量分数) $w(\text{P})$,数值以%表示。

$$w(\text{P}) = \frac{(\rho - \rho_0) \times V}{m \times 10^6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (\text{B.1})$$

式中:

ρ ——试样溶液中待测元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——空白试验中待测元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——校正和试验溶液的最终体积,单位为毫升(mL);

m ——试料质量,单位为克(g)。

B.8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 B.2 所列允许差。

表 B.2 允许差

磷含量(质量分数) %	允许差(质量分数) %
0.008~0.020	0.003
>0.020~0.040	0.004
>0.040~0.100	0.006

B.9 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- 实验室名称和地址;
- 试验报告发布日期;
- 本文件编号;
- 样品识别必要的详细说明;
- 分析结果;
- 结果的测定次数;
- 测定过程中存在的任何异常特性以及本文件中未规定而可能对试样或认证标样的分析结果产生影响的任何操作。

附录 C

(规范性)

三氧化二钒 碳含量的测定 红外线吸收法

警示——使用本附录的人员应有正规实验室工作的实践经验。本附录并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

C.1 通则

本附录规定了用红外线吸收法测定三氧化二钒中碳含量。

本附录适用于三氧化二钒中碳含量的测定。测定范围(质量分数):0.010%~0.30%。

C.2 原理

试料于高频感应炉的氧气流中加热燃烧,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,二氧化碳将吸收某特定波长的红外能,所吸收能的大小与其浓度成正比,据此可测得碳的含量。

C.3 试剂和材料

分析中除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级及二级以上蒸馏水或与其纯度相当的水。

C.3.1 丙酮,蒸发后的残余物碳含量小于 0.000 5%。

C.3.2 高氯酸镁,无水、粒状。

C.3.3 烧碱石棉,粒状。

C.3.4 玻璃棉。

C.3.5 纯钨助熔剂,碳含量小于 0.000 8%,粒度 0.8 mm~1.4 mm。

C.3.6 锡助熔剂,碳含量小于 0.000 8%,粒度 0.4 mm~0.8 mm,必要时用丙酮清洗表面,并在室温下干燥。

C.3.7 纯铁助熔剂,碳含量小于 0.000 5%。

C.3.8 氧气,纯度大于 99.95%,其他纯度级别的氧气若能获得低而一致的空白时,也可以使用。

C.3.9 动力气源,氮气或压缩空气,其杂质(水和油)含量小于 0.5%。

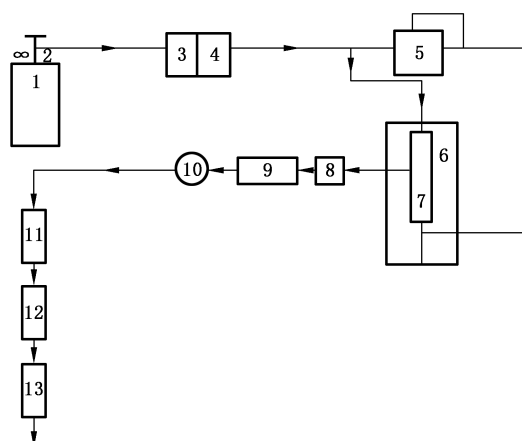
C.3.10 碳硫坩埚,直径×高度,23 mm×23 mm 或 25 mm×25 mm,并在高于 1 200 °C 的高温加热炉中灼烧 4 h 或通氧灼烧至空白值为最低。

C.3.11 坩埚钳。

C.4 仪器和设备

C.4.1 红外吸收定碳仪

红外吸收定碳仪装置连接如图 C.1。



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 C.1 红外吸收定碳仪装置连接图

C.4.2 洗气瓶

洗气瓶内装烧碱石棉(C.3.3)。

C.4.3 干燥管

干燥管内装高氯酸镁(C.3.2)。

C.4.4 气源

C.4.4.1 载气系统包括氧气容器、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。

C.4.4.2 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。

C.4.5 高频感应炉

应满足试样熔融温度的要求。

C.4.6 控制系统

C.4.6.1 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、分析结果打印机等。

C.4.6.2 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。

C.4.7 测量系统

主要由微处理机控制的电子天平(感量 0.1 mg)、红外线分析器及电子测量元件组成。

C.5 取制样

C.5.1 按本文件要求取制样,试样应通过 0.125 mm 的筛孔。

C.5.2 试样应预先在温度 105 ℃~110 ℃下烘干 2 h,并在干燥器中冷却至室温。

C.6 分析步骤

C.6.1 分析准备

按仪器使用说明书调试检查仪器,使仪器处于正常稳定状态,并选用最佳分析条件。

C.6.2 试料量

称取试样 0.20 g,精确至 0.000 1 g。

C.6.3 空白试验

随同试料做空白试验,重复足够次数,记录最小的、比较稳定一致的三次读数,计算平均值并输入到仪器中,在测定试样时仪器会自动扣除空白值。

C.6.4 校准曲线的绘制

根据待测试料的碳含量,选择相应的量程或通道,并选择三个同类型有证标准物质(待测试样碳含量应落在所选三个有证标准物质碳含量的范围内)依次进行校正,以确认系统的线性。校正后测得有证标准物质的结果波动应在允许差范围内。

C.6.5 测定

将试料(C.6.2)置于预先盛有 0.5 g 纯铁助熔剂(C.3.7)和 0.2 g 锡助熔剂(C.3.6)的坩埚(C.3.10)内,均匀覆盖 1.5 g 纯钨助熔剂(C.3.5),进行分析测定,由校准曲线(C.6.4)查得分析结果。

C.7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 C.1 所列的允许差。

表 C.1 允许差

碳含量(质量分数) %	允许差(质量分数) %
0.010~0.050	0.006
>0.050~0.10	0.008
>0.10~0.30	0.015

C.8 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 实验室名称和地址；
- b) 试验报告发布日期；
- c) 本文件编号；
- d) 样品识别必要的详细说明；
- e) 分析结果；
- f) 结果的测定次数；
- g) 测定过程中存在的任何异常特性以及本文件中未规定而可能对试样或认证标样的分析结果产生影响的任何操作。

附录 D

(规范性)

三氧化二钒 硫含量的测定 红外线吸收法

警示——使用本附录的人员应有正规实验室工作的实践经验。本附录并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

D.1 通则

本附录规定了用红外线吸收法测定三氧化二钒中硫含量。

本附录适用于三氧化二钒中硫含量的测定。测定范围(质量分数):0.005%~0.20%。

D.2 原理

试料于高频感应炉的氧气流中加热燃烧,生成二氧化硫由氧气流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,其吸收能与硫的浓度成正比,根据检测器接受能量的变化可测得硫含量。

D.3 试剂和材料

分析中除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级及二级以上蒸馏水或与其纯度相当的水。

D.3.1 丙酮,蒸发后的残余物硫含量小于 0.000 5%。

D.3.2 高氯酸镁,无水、粒状。

D.3.3 烧碱石棉,粒状。

D.3.4 玻璃棉。

D.3.5 纯钨助熔剂,硫含量小于 0.000 5%,粒度 0.8 mm~1.4 mm。

D.3.6 锡助熔剂,硫含量小于 0.000 5%,粒度 0.4 mm~0.8 mm,必要时用丙酮清洗表面,并在室温下干燥。

D.3.7 纯铁助熔剂,硫含量小于 0.000 5%。

D.3.8 氧气,纯度大于 99.95%,其他纯度级别氧气若能获得低而一致空白时,也可以使用。

D.3.9 动力气源,氮气或压缩空气,其杂质(水和油)含量小于 0.5%。

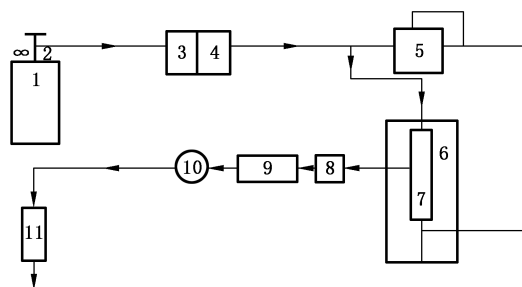
D.3.10 碳硫坩埚,直径×高度,23 mm×23 mm 或 25 mm×25 mm,并在高于 1 200 °C 的高温加热炉中灼烧 4 h 或通氧灼烧至空白值为最低。

D.3.11 坩埚钳。

D.4 仪器和设备

D.4.1 红外吸收定硫仪

红外吸收定硫仪装置连接如图 D.1。



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 D.1 红外吸收定硫仪装置连接图

D.4.2 洗气瓶

洗气瓶内装烧碱石棉(D.3.3)。

D.4.3 干燥管

干燥管内装高氯酸镁(D.3.2)。

D.4.4 气源

D.4.4.1 载气系统包括氧气容器、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。

D.4.4.2 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。

D.4.5 高频感应炉

应满足试样熔融温度的要求。

D.4.6 控制系统

D.4.6.1 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、分析结果打印机等。

D.4.6.2 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。

D.4.7 测量系统

主要由微处理机控制的电子天平(感量不大于 0.1 mg)、红外线分析器及电子测量元件组成。

D.5 取制样

- D.5.1 按本文件要求取制样,试样应通过 0.125 mm 的筛孔。
- D.5.2 试样应预先在温度 105 °C ~110 °C 下烘干 2 h,并在干燥器中冷却至室温。

D.6 分析步骤

D.6.1 分析准备

按仪器使用说明书调试检查仪器,使仪器处于正常稳定状态,并选用最佳分析条件。

D.6.2 试料量

称取试样 0.20 g,精确至 0.000 1 g。

D.6.3 空白试验

随同试料做空白试验,重复足够次数,记录最小的、比较稳定一致的三次读数,计算平均值并输入到仪器中,在测定试样时仪器会自动扣除空白值。

D.6.4 校准曲线的绘制

根据待测试料的硫含量,选择相应的量程或通道,并选择三个同类型有证标准物质(待测试样硫含量应落在所选三个有证标准物质硫含量的范围内)依次进行校正,以确认系统的线性。校正后测得有证标准物质的结果波动应在允许差范围内。

D.6.5 测定

将试料(D.6.2)置于预先盛有 0.5 g 纯铁助熔剂(D.3.7)和 0.2 g 锡助熔剂(D.3.6)的坩埚(D.3.10)内,均匀覆盖 1.5 g 纯钨助熔剂(D.3.5),进行分析测定,由校准曲线(D.6.4)查得分析结果。

D.7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 D.1 所列的允许差。

表 D.1 允许差

硫含量(质量分数) %	允许差(质量分数) %
0.005~0.020	0.002
>0.020~0.070	0.006
>0.070~0.120	0.010
>0.12~0.20	0.015

D.8 试验报告

- 试验报告应包括下列内容:
- a) 实验室名称和地址;
 - b) 试验报告发布日期;
 - c) 本文件编号;

- d) 样品识别必要的详细说明；
 - e) 分析结果；
 - f) 结果的测定次数；
 - g) 测定过程中存在的任何异常特性以及本文件中未规定而可能对试样或认证标样的分析结果产生影响的操作。
-