

ICS 77.140.11

CCS H40

团体标准

T/CISA XXXXX—202X

航空级片状五氧化二钒

AeroSpace Fused Vanadium Pentoixide Flake

(征求意见稿)

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 实施

中国钢铁工业协会

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》和GB/T 20001.10—2014《标准编写规则第10部分：产品标准》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。

本文件由全国钒钛磁铁矿综合利用标准化技术委员会(SAC/TC 579)归口。

本文件起草单位：承德钒钛新材料有限公司、中国科学院过程工程研究所、攀西钒钛检验检测院、冶金工业信息标准研究院。

本文件主要起草人：

航空级片状五氧化二钒

1 范围

本文件规定了航空级片状五氧化二钒的技术要求、试验方法、检验规则、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航空级片状五氧化二钒。

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 3650 铁合金验收、包装、储运、标志和质量证明书的一般规定
- 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 4248 五氧化二钒 四氧化二钒含量的测定 差减法
- 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
- YB/T 5329 五氧化二钒 硅含量的测定 硅钼蓝分光光度法
- YB/T 5335 五氧化二钒 氧化钾和氧化钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法

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 牌号

按化学成分含量分为99%-A、99%-B两个牌号。

4.2 化学成分

产品化学成分应符合表1的规定。

表 1 化学成分

含量	化学成分	类别和牌号	
		99%-A	99%-B
主含量	V ₂ O ₅	≥99%	≥99%
	V ₂ O ₄	≤8%	≤8%
杂质元素含量不大于	As	0.005%	0.01%
	Fe	0.10%	0.15%
	P	0.01%	0.01%
	Si	0.10%	0.20%
	Cr	0.02%	0.05%
	Mo	0.01%	0.01%
	Na ₂ O+K ₂ O	0.30%	0.30%
	B	0.002%	0.003%
	C	0.01%	0.02%

表1 化学成分（续）

含量	化学成分	类别和牌号	
		99%-A	99%-B
杂质元素含量不大于	Cu	0.01%	0.01%
	S	0.01%	0.01%
	Pb	0.002%	0.01%
	Mn	0.01%	0.05%
	Ni	0.01%	0.02%
	N	0.03%	0.05%
	W	0.01%	0.02%
	Cd	0.005%	0.005%
	Sb	0.01%	0.01%
	Bi	0.005%	0.005%
	Ti	0.02%	0.05%
	Zn	0.01%	0.01%
	Sn	0.01%	0.01%
	Y	0.005%	0.005%
	V ₂ O ₅ 、V ₂ O ₄ 、As、Fe、P、Si、Cr、Mo、Na+K为交货必检项目，其他元素按需方要求提供检测结果。		

4.3 物理状态

产品呈片状，其尺寸范围为不大于25 mm×2 mm×3 mm，需方对产品尺寸有特殊要求的，由供需双方协商确定。

5 试验方法

5.1 取样和制样

- 5.1.1 产品采用吨袋包装，每袋随机取两点分别铲取数量大致相等的份样，其总量应不小于 200 g，当产品的包装方式改变时，其取样方法由供需双方商定。
- 5.1.2 将两份份样合并后破碎，任意维度尺寸不大于 1 mm，粉碎或研磨至全部通过筛孔尺寸为 0.125 mm 的试验筛。分装为两袋，一袋供化学分析用，另一袋封存备查。

5.2 化学分析方法

- 5.2.1 航空级片状五氧化二钒中五氧化二钒的测定按 YB/T 5328 的要求执行。
- 5.2.2 航空级片状五氧化二钒中四氧化二钒的测定按 YB/T 4248 的要求执行。
- 5.2.3 航空级片状五氧化二钒中磷、砷和铁含量的测定按 YB/T 4200 的要求执行。
- 5.2.4 航空级片状五氧化二钒中硅含量的测定按 YB/T 5329 的要求执行。
- 5.2.5 航空级片状五氧化二钒中氧化钾和氧化钠含量的测定按 YB/T 5335 的要求执行。
- 5.2.6 航空级片状五氧化二钒中钛、铜、铬、锰、钼、镍、硼、铅、钨、钇、镉、铈、铋、铟、锡的测定按附录 A 的规定执行。
- 5.2.7 航空级片状五氧化二钒中碳和硫的测定按附录 B 的规定执行。
- 5.2.8 航空级片状五氧化二钒中氮含量的测定按 GB/T 24583.2 的规定执行。

5.3 物理状态测量

产品的外观质量采用目视检测，尺寸采用量具测量。

6 检验规则

6.1 检验项目

每批产品应进行化学成分、外观质量及几何尺寸检验，其他检验项目由供需双方约定。

6.2 组批规则

产品应组批检验。每批由相同生产工艺生产的同牌号产品组成。

6.3 判定规则

产品的化学成分检验不合格时，允许从该批次产品中加倍取样对不合格项目进行重复检验，若重复检验仍有一个结果不合格时，判定该批产品不合格。

7 包装、标志、储存、运输和质量证明书

7.1 包装

包装要求包括但不限于以下内容：

- a) 产品应以洁净的吨袋为容器单元，包装过程中严格控制包装操作流程避免污染；
- b) 产品包装重量为 1 t/袋，也可以根据需方需要进行包装。

7.2 标志

7.2.1 产品包装袋上应标注生产厂名称和厂址、产品名称、牌号、生产批号、粒度范围、毛重、净重、包装日期、产品标准号等。

7.2.2 产品包装袋上应标注“易燃”“防火”“防潮”“向上”“禁止翻滚”等标识。包装储运图示标志应符合 GB/T 191 的规定。

7.3 储存

产品应储存在通风、干燥、阴凉、无腐蚀性侵蚀的环境中，叠放高度小于等于两层。不应与氧化剂、酸类、碱类一起存放，并避免阳光直晒。

7.4 运输

产品运输要求包括但不限于以下内容：

- a) 产品应在有遮盖物的环境下进行运输；
- b) 搬运过程应轻装轻卸、切勿倒置；
- c) 运输过程应防止雨淋受潮、剧烈碰撞和机械挤压。

7.5 质量证明书

7.5.1 每批出厂的产品应附有质量证明书。

7.5.2 产品的质量证明书应符合 GB/T 3650 的要求。

附录 A (规范性)

航空级片状五氧化二钒 铬、钼、硼等 15 种元素的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

A.1 目的

本附录给出的方法目的在于测定航空级片状五氧化二钒中铬、钼、硼等15种杂质元素。测定范围(质量分数): 铬、钼、铜、锰、镍、钨、铈、铋、钛、锡、钇含量0.002%~0.50%; 硼、铅、镉、锌含量0.001%~0.50%。

A.2 方法提要

试料用盐酸低温溶解, 在盐酸介质中, 将试液稀释至一定体积, 将雾化溶液引入电感耦合等离子体原子发射光谱仪, 测量各元素的光谱强度, 根据校准曲线计算待测元素在试样中的组分含量。

A.3 试剂

A.3.1 分析中除另有说明, 所用试剂为优级纯及以上, 所用水电阻率不小于 $18\text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ (25℃)。

A.3.2 五氧化二钒, $\text{V}_2\text{O}_5\geq 99.99\%$ 。

A.3.3 盐酸, 2+1。

A.3.4 盐酸, 1+2。

A.4 标准储备溶液的制备

A.4.1 铬标准储备溶液, 1.0 mg/mL

称取1.0000 g的金属铬粉(纯度不低于99.99%), 置于500 mL烧杯中, 加入100 mL盐酸(1+1)加热至溶解完全, 冷却至室温后移入1000 mL容量瓶, 加水稀释至刻度, 混匀。

A.4.2 钼标准储备溶液, 1.0 mg/mL

称取2.0425 g的钼酸铵((NH_4)₂MoO₄纯度不低于99.99%), 置于500 mL烧杯中, 加水溶解完全, 移入1000 mL容量瓶, 加水稀释至刻度, 混匀。

A.4.3 硼标准储备溶液, 1.0 mg/mL

称取5.7197g的硼酸(H_3BO_3 纯度不低于99.99%), 置于500 mL烧杯中, 加入适量水, 温热溶解完全, 移入1000 mL容量瓶中, 加水稀释至刻度, 混匀, 贮存于聚四氟乙烯试剂瓶中。

A.4.4 铜标准储备溶液, 1.0 mg/mL

称取1.0000 g的金属铜粉(纯度不低于99.99%), 置于500 mL烧杯中, 加入50 mL硝酸(1+1)加热至溶解完全, 冷却至室温, 移入1000 mL容量瓶, 加水稀释至刻度, 混匀。

A.4.5 铅标准储备溶液, 1.0 mg/mL

称取1.0000 g的金属铅粉(纯度不低于99.99%), 置于500 mL烧杯中, 加入50 mL硝酸(1+2)加热至溶解完全, 冷却至室温, 移入1000 mL容量瓶中, 加水稀释至刻度, 混匀。

A.4.6 锰标准储备溶液, 1.0 mg/mL

称取1.0000 g的金属锰(纯度不低于99.99%), 置于500 mL烧杯中, 加入50 mL硝酸(1+2)加热至溶解完全, 煮沸驱尽氮氧化物, 冷却至室温, 移入1000 mL容量瓶, 加水稀释至刻度, 混匀。

A.4.7 镍标准储备溶液, 1.0 mg/mL

称取1.0000 g的金属镍粉(纯度不低于99.99%), 置于500 mL烧杯中, 加入50 mL硝酸(1+1)加热至溶解完全, 冷却至室温, 移入1000 mL容量瓶, 加水稀释至刻度, 混匀。

A. 4. 8 钨标准储备溶液，1. 0 mg/mL

称取1. 7941 g的钨酸钠（ $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 纯度不低于99. 99%），置于500 mL烧杯中，加水至溶解完全，移入1000 mL容量瓶中，加水稀释至至刻度，混匀。

A. 4. 9 镉标准储备溶液，1. 0 mg/mL

称取1. 0000 g金属镉（纯度不低于99. 99%），置于500 mL烧杯中，加入20 mL盐酸（1+1），加热至溶解完全，冷却至室温，移入1000 mL容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。

A. 4. 10 铈标准储备溶液，1. 0 mg/mL

称取0. 5000 g纯铈（纯度不低于99. 99%），置于100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（1+3）和5 g酒石酸（纯度不低于99. 5%），水浴加热至溶解完全，冷却至室温，移入500 mL容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。

A. 4. 11 铋标准储备溶液，1. 0 mg/mL

称取0. 5000 g金属铋（纯度不低于99. 99%），置于250 mL烧杯中，加入40 mL硝酸（1+1），盖上表面皿加热至溶解完全，冷却至室温，移入500 mL容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀后置于冰箱冷藏保存。

A. 4. 12 钛标准储备溶液，1. 0 mg/mL

称取1. 0000g的金属钛粉（纯度不低于99. 99%），置于500mL聚四氟乙烯烧杯中，加入5 mL氢氟酸（ $\rho \approx 1. 16 \text{ g/mL}$ ）和5 mL硝酸（ $\rho \approx 1. 40 \text{ g/mL}$ ）加热至溶解完全，冷却后加入20 mL硫酸（ $\rho \approx 1. 84 \text{ g/mL}$ ），60℃-70℃加热蒸发至冒硫酸烟，冷却至室温，移入1000 mL容量瓶，加稀硫酸（5+95）稀释至刻度，混匀。

A. 4. 13 锌标准储备溶液，1. 0 mg/mL

称取1. 000 g金属锌（纯度不低于99. 99%），置于250 mL烧杯中，加入30 mL盐酸（1+1），加热至溶解完全，冷却至室温，移入1000 mL容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。

A. 4. 14 锡标准储备溶液，1. 0 mg/mL

称取0. 1000 g 金属锡（纯度不低于99. 99%），置于150 mL小烧杯中，加10 mL硫酸（ $\rho \approx 1. 84 \text{ g/mL}$ ），盖上表面皿加热至溶解完全，移去表面皿，继续加热至冒出浓白烟，冷却后缓慢加入50 mL水，移入100 mL容量瓶中，并用稀硫酸（5+95）多次洗涤烧杯，洗液并入容量瓶，最后用硫酸溶液（5+95）定容，混匀。

A. 4. 15 钇标准储备溶液，1. 0mg/mL

称取1. 2699 g的优级纯三氧化二钇（ Y_2O_3 ），置于500 mL烧杯中，加入50 mL硝酸（1+2）和少量双氧水（ $\rho \approx 1. 11 \text{ g/mL}$ ），溶解完全，移入1000 mL容量瓶中，加入20 mL硝酸（1+2），加水稀释至刻度，混匀。

A. 4. 16 以上标准储备溶液可使用市售标准溶液。

A. 5 仪器与设备

A. 5. 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，根据制造商的建议和实验室定量分析操作来初始调节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见表 A. 1。

表 A. 1 仪器参数

RF功率/W	观测高度/mm	辅助气流量 /L · min ⁻¹	泵速 /r · min ⁻¹	积分时间/s		雾化器压力 /MPa
				≥260nm	<260nm	
1150	12. 0	0. 5	50	15	20	0. 20

A.5.1.1 光谱仪的实际分辨率

每条使用的分析谱线的带宽，带宽应小于0.03 nm。

A.5.1.2 校准曲线的线性

校准曲线的线性通过计算相关系数进行检查，相关系数应不小于0.999。

A.5.2 容量瓶和吸量管

分析中所用的容量瓶、吸量管应分别符合GB/T 12806、GB/T 12807、GB/T 12808的要求。

A.5.3 铂坩埚

30 mL。

A.6 试样

A.6.1 取制样

按照5.1的要求取制样。试样在105℃±5℃烘1 h，置于干燥器中冷却至室温。

A.6.2 试料

称取试样0.20 g试料，精确到0.0001 g。

A.6.3 空白试验

称取0.2000 g五氧化二钒（A.3.2），随同试料进行空白试验。

A.7 分析步骤

A.7.1 试液的制备

将试料（A.6.2）置于100 mL锥形瓶中，加入30 mL盐酸（A.3.3），低温加热至试样溶解完全，并浓缩体积至近干（残余体积约1 mL~2 mL）取下，加入15 mL盐酸（A.3.4）、30 mL水，加热至盐类完全溶解，冷却至室温，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

A.7.2 校准曲线溶液的制备

A.7.2.1 称取6份0.2000 g五氧化二钒（A.3.2）分别置于100 mL锥形瓶中，按照（A.7.1）步骤消解后，分别移入100 mL容量瓶中，作为基体溶液，并编号。

A.7.2.2 将某一元素标准储备溶液（A.4）稀释成浓度为0.10 mg/mL和0.01 mg/mL的两种标准溶液备用。

A.7.2.3 将标准溶液（A.7.2.2）按表A.2的要求加入对应容量瓶（A.7.2.1）中，定容混匀。

表 A.2 某一待测元素标准溶液的加入量

序号	浓度/mg·mL ⁻¹	体积/mL	对应含量（质量分数）/%
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

A.7.3 仪器准备

调节性能参数（见A.5.1），达到最优测试条件。

A.7.4 分析谱线波长

仪器运行状态稳定后，选择相应的元素分析谱线(见表A. 3)，依次吸入标准工作溶液(见A. 7. 2)，每次测量之间吸入水冲洗，试液应至少重复测量3次，以测出的光谱强度值作为纵坐标，对应元素的浓度值作为横坐标绘制校准曲线，检查相关系数应符合A. 5. 1. 2。

表 A. 3 推荐分析线

元素	波长/nm	元素	波长/nm	元素	波长/nm
Cr	283. 583	Sb	206. 834	Pb	220. 353
Mo	204. 598	Bi	223. 061	Cd	214. 438
Cu	324. 754	Ti	334. 941	Zn	206. 200
Mn	293. 930	Sn	189. 927	—	
Ni	231. 604	Y	371. 030		
W	207. 911	B	249. 678		

A. 7. 5 试液的测定在与A. 7. 4相同条件下，将空白试液和分析试液依次引入电感耦合等离子体原子发射光谱仪进行测量，每次测量之间吸入10%~20%稀盐酸溶液冲洗，试液应至少重复测量3次。计算机采集所测定的试样溶液中待测元素分析谱线的净强度信号，然后通过所建立的校准曲线自动计算出元素在溶液中的含量。

A. 8 分析结果的计算及表示

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。

A. 9 精密度

A. 9. 1 允许差

同一试样两次独立分析结果差值的绝对值应不大于表A. 4规定的允许差，取算术平均值作为分析结果。如果两次独立分析结果差值的绝对值大于允许差，则按附录C的规定追加测量次数并确定分析结果。

表 A. 4 允许差

成分	含量（质量分数）	允许差
铬、钼、铜、锰、镍、钨、铈、铋、钛、锡、钇、硼、铅、镉、锌	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

A. 10 试验报告

试验报告应包括但不限于下列内容：

- 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标准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)

航空级片状五氧化二钒 碳、硫含量的测定 红外线吸收法

B.1 目的

本附录给出的方法目的在于测定航空级片状五氧化二钒中碳、硫含量。测定范围(质量分数): 碳含量0.001%~0.05%; 硫含量0.001%~0.1%。

B.2 方法提要

试料于高频感应炉的氧气流中燃烧, 碳、硫氧化物生成相应的氧化物, 经处理后, 载有碳、硫氧化气体的气流被送入红外检测器, 根据碳、硫氧化物吸收特定红外波长的强度与其浓度成正比, 测得碳、硫含量。

B.3 试剂和材料

B.3.1 高氯酸镁, 无水、粒状。

B.3.2 碱石棉, 粒状。

B.3.3 玻璃棉。

B.3.4 钨粒, $\omega(\text{C}) < 0.0008\%$, $\omega(\text{S}) < 0.0005\%$, 粒度0.8 mm~1.4 mm。

B.3.5 纯铁, $\omega(\text{C}) < 0.0005\%$, $\omega(\text{S}) < 0.0005\%$ 。

B.3.6 锡粒, $\omega(\text{C}) < 0.0005\%$, $\omega(\text{S}) < 0.0005\%$, 粒度0.4 mm~0.8 mm。

B.3.7 氧气, 纯度大于99.95%。

B.3.8 动力气源, 氮气或压缩空气, 其杂质(水和油)含量(质量分数)小于0.5%。

B.3.9 碳标样, 碳含量范围0.05%~0.10%。

B.3.10 硫标样, 硫含量范围0.10%~0.15%。

B.4 仪器与设备

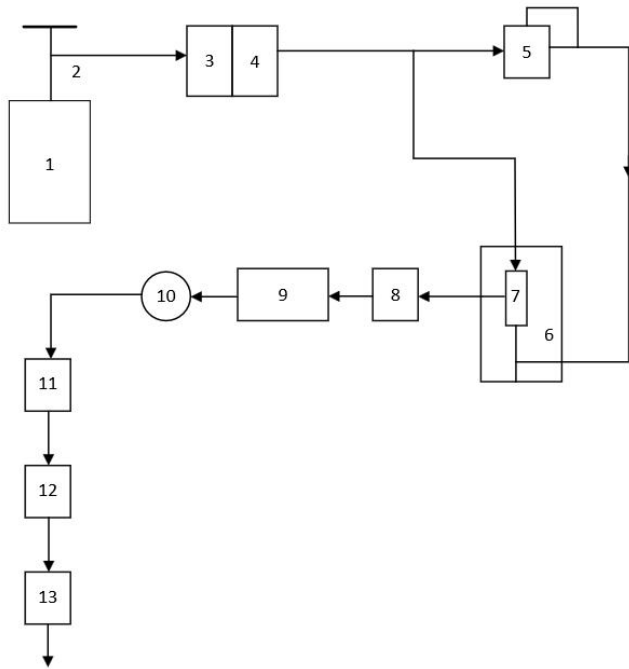
B.4.1 天平: 精度0.001 g。

B.4.2 坩埚, $\phi 23 \text{ mm} \times 23 \text{ mm}$ 或 $\phi 25 \text{ mm} \times 25 \text{ mm}$, 并在高于1200 °C的高温加热炉中灼烧4h或通氧灼烧至空白值为最低。

B.4.3 马弗炉(300 °C~1600 °C)

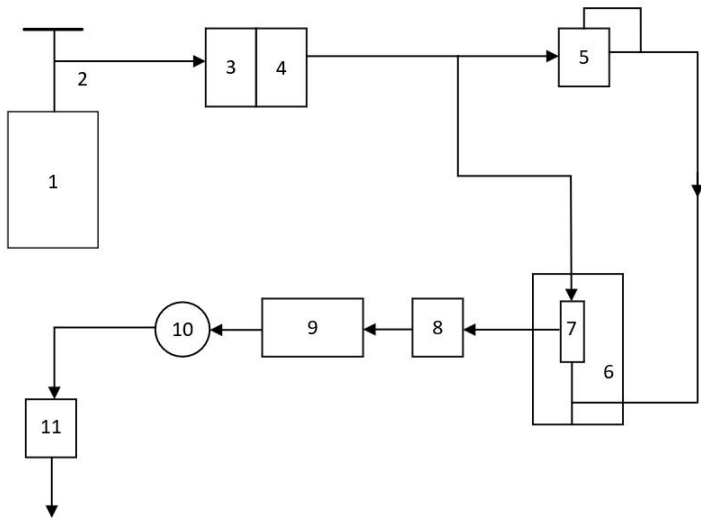
B.4.4 电热干燥箱(50 °C~250 °C)

B.4.5 红外线吸收碳硫仪(灵敏度为 $\mu\text{g/g}$, 其装置连接图见图B.1和图B.2。



- 标引序号说明：
- 1——氧气瓶；
 - 2——两级压力调节器；
 - 3——洗气瓶（内装碱石棉）；
 - 4, 9——干燥管（内装高氯酸镁）；
 - 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——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 B. 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 B. 2 红外吸收定硫仪装置连接图

B. 5 试样

- B. 5. 1 按照5. 1要求执行取制样。
- B. 5. 2 试样在105 ℃±5℃的电热干燥箱中干燥1 h后，置于干燥器中冷却至室温。

B. 6 分析步骤

B. 6. 1 分析准备

检查调试仪器至最佳分析状态。

B. 6. 2 试料

称取0. 150g试料（B. 5. 2）。

B. 6. 3 测定次数

对同一试料应至少独立测定两次。

B. 6. 4 空白试验

称取0. 400 g纯铁（B. 3. 5）、0. 120 g锡粒（B. 3. 6）和1. 500 g钨粒（B. 3. 4）置于坩埚中（B. 4. 2），于同一通道重复测定3次以上，取最小的3次测定结果，计算平均值。

B. 6. 5 工作曲线的校正

选取3个及以上碳或硫的标准样品（标样含量范围至少包含试样的测定范围）依次测定空白值校正，根据测定结果确认系统的线性，单点测定结果应在允许差范围内，且当氧气源、坩埚或助熔剂等分析条件变化时，重新测定空白并校正。

B. 6. 6 测定

将试料（B. 6. 2）置于坩埚（B. 4. 2）内，覆盖0. 400 g纯铁（B. 3. 5）、0. 120 g锡粒（B. 3. 6）和1. 500 g钨粒（B. 3. 4），选择相应的通道，测量并读取结果。

B. 7 允许差

同一试样两次独立分析结果差值的绝对值应不大于表B. 1规定的允许差，取算术平均值作为分析结果。如果两次独立分析结果差值的绝对值大于允许差，则按附录C的规定追加测量次数并确定分析结果。

表 B. 1 允许差

成分	含量（质量分数）	允许差
碳	0. 001%~0. 005%	0. 001%
	>0. 005%~0. 020%	0. 003%
	>0. 020%~0. 50%	0. 005%
硫	0. 001%~0. 005%	0. 001%
	>0. 005%~0. 020%	0. 003%

表 B.1 允许差（续）

成分	含量（质量分数）	允许差
硫	>0.020%~0.050%	0.005%
	>0.050%~0.100%	0.010%

附录 C
(规范性)
试样分析结果接受流程图

试样分析结果接受流程图如图C.1所示。

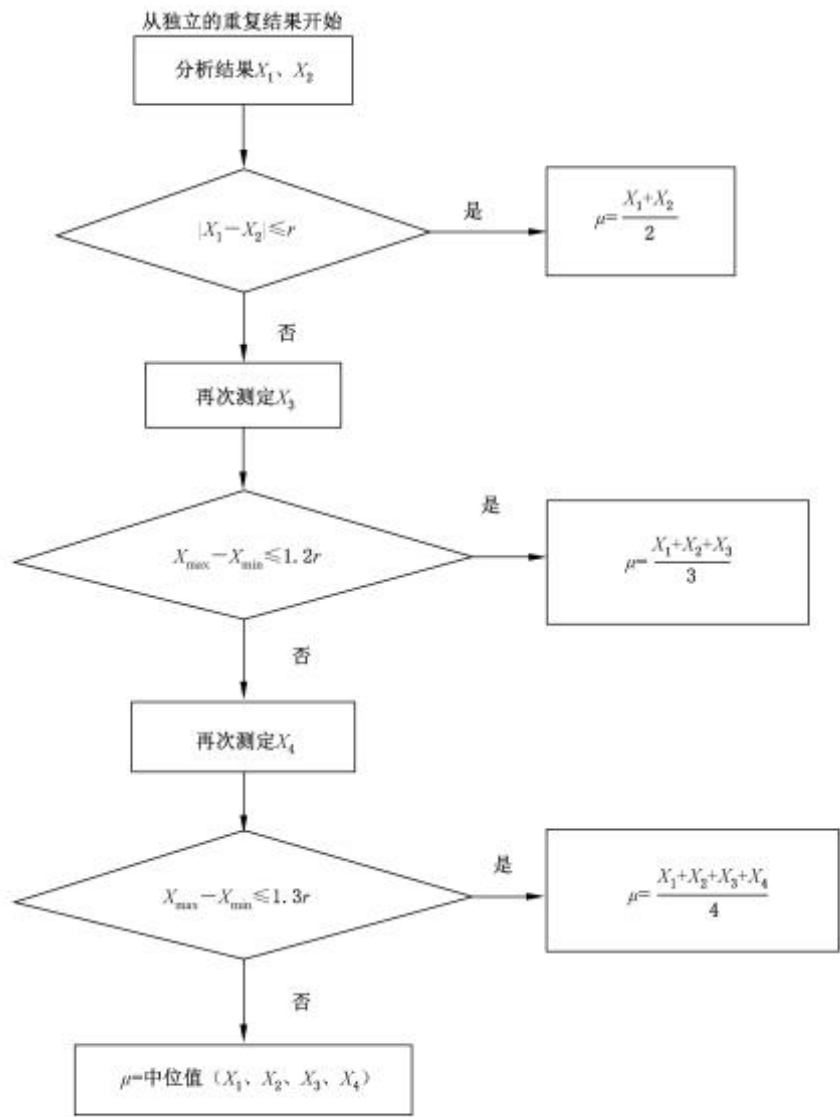


图 C.1 试样分析结果接受流程图