



中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.13—2020
代替 GB/T 20975.13—2008

铝及铝合金化学分析方法 第 13 部分：钒含量的测定

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys—
Part 13: Determination of vanadium content

2020-11-19 发布

2021-10-01 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

GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》分为 37 部分：

- 第 1 部分：汞含量的测定；
- 第 2 部分：砷含量的测定；
- 第 3 部分：铜含量的测定；
- 第 4 部分：铁含量的测定；
- 第 5 部分：硅含量的测定；
- 第 6 部分：镉含量的测定；
- 第 7 部分：锰含量的测定；
- 第 8 部分：锌含量的测定；
- 第 9 部分：锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：锡含量的测定；
- 第 11 部分：铅含量的测定；
- 第 12 部分：钛含量的测定；
- 第 13 部分：钒含量的测定；
- 第 14 部分：镍含量的测定；
- 第 15 部分：硼含量的测定；
- 第 16 部分：镁含量的测定；
- 第 17 部分：锶含量的测定；
- 第 18 部分：铬含量的测定；
- 第 19 部分：锆含量的测定；
- 第 20 部分：镓含量的测定 丁基罗丹明 B 分光光度法；
- 第 21 部分：钙含量的测定；
- 第 22 部分：铍含量的测定；
- 第 23 部分：铈含量的测定；
- 第 24 部分：稀土总含量的测定；
- 第 25 部分：元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 26 部分：碳含量的测定 红外吸收法；
- 第 27 部分：铈、镧、钪含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 28 部分：钴含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 29 部分：钼含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 30 部分：氢含量的测定 加热提取热导法；
- 第 31 部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 32 部分：铋含量的测定；
- 第 33 部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 34 部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 35 部分：钨含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 36 部分：银含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 37 部分：铌含量的测定。

本部分为 GB/T 20975 的第 13 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 20975.13—2008《铝及铝合金化学分析方法 第 13 部分：钒含量的测定 苯甲酰苯胺分光光度法》。与 GB/T 20975.8—2008 相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 增加了标准使用安全警示；
- 修改了苯甲酰苯胺分光光度法的测定范围，由 0.000 5%~0.50% 修改为 0.000 5%~1.00%（见第 1 章，2008 年版的第 1 章）；
- 增加了“规范性引用文件”（见第 2 章）；
- 增加了“术语和定义”（见第 3 章）；
- 增加了分析使用试剂和水的要求（见 4.2 和 5.2）；
- 修改了苯甲酰苯胺分光光度法的精密度（见 4.7，2008 年版的第 8 章）；
- 增加了“硫酸亚铁铵滴定法”（见第 5 章）；
- 增加了“试验报告”（见第 6 章）。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位：中铝郑州有色金属研究院有限公司、广东省工业分析测试中心、有色金属技术经济研究院、东北轻合金有限责任公司、长沙矿冶研究院有限责任公司、贵州省分析测试研究院、内蒙古锦联铝材有限公司、中铝矿业有限公司、河北四通新型金属材料股份有限公司、山东兖矿轻合金有限公司、中铝山西新材料有限公司、山东南山铝业股份有限公司。

本部分主要起草人：刘静、黄葡英、雷维松、席欢、寇帆、张永进、傅饶、吴庆春、熊晓燕、杨增平、周兵、晏唯真、王红伟、鞠大方、崔军峰、刘艳花、李永卉、霍艳。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6987.13—1986、GB/T 6987.13—2001；
- GB/T 20975.13—2008。

铝及铝合金化学分析方法

第 13 部分:钒含量的测定

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分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。

1 范围

GB/T 20975 的本部分规定了苯甲酰苯胺分光光度法和硫酸亚铁铵滴定法测定铝及铝合金中钒含量。

本部分适用于铝及铝合金中钒含量的仲裁测定。苯甲酰苯胺分光光度法测定范围:0.000 5%~1.00%。硫酸亚铁铵滴定法测定范围:>1.00%~12.00%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 8005.2 铝及铝合金术语 第 2 部分:化学分析

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

GB/T 8005.2 界定的术语和定义适用于本文件。

4 苯甲酰苯胺分光光度法

4.1 方法提要

试料用氢氧化钠和过氧化氢分解。用硫酸酸化,在硫酸-磷酸介质中,用高锰酸钾将钒氧化为五价状态。在尿素存在下,以亚硝酸钠还原过剩的高锰酸钾。用三氯甲烷萃取钒与苯甲酰苯胺形成的黄色络合物。于分光光度计波长 440 nm 处,测量其吸光度,以此测定钒含量。

六价铬的干扰用亚硫酸钠将其还原至低价而消除。

4.2 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

4.2.1 磷酸($\rho=1.69$ g/mL)。

4.2.2 过氧化氢($\rho=1.10$ g/mL)。

4.2.3 氢氧化钠溶液(200 g/L),贮存于聚乙烯瓶中。

4.2.4 硫酸(1+1)。

4.2.5 亚硫酸钠溶液(30 g/L),用时配制。

4.2.6 高锰酸钾溶液(1 g/L)。

4.2.7 尿素溶液(200 g/L)。

4.2.8 亚硝酸钠溶液(5 g/L)。

4.2.9 苯甲酰苯胺溶液(2 g/L):称取 0.2 g 苯甲酰苯胺溶解于 20 mL 无水乙醇和 80 mL 三氯甲烷混合液中。

4.2.10 钒标准贮存溶液:称取 0.178 5 g 已预先在 110 °C 烘干 1 h 并在干燥器中冷却至室温的五氧化二钒[$w(V_2O_5) \geq 99.99\%$]置于 300 mL 烧杯中,加入 5 mL 氢氧化钠溶液(4.2.3)及 20 mL 水,微热至溶解完全,加入 10 mL 硫酸(4.2.4)酸化,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.10 mg 钒。

4.2.11 钒标准溶液:移取 25.00 mL 钒标准贮存溶液(4.2.10)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.005 mg 钒。

4.3 仪器

分光光度计。

4.4 试样

将样品加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

4.5 分析步骤

4.5.1 试料

按表 1 称取质量 m_0 的试样(4.4),精确至 0.000 1 g。

表 1

钒的质量分数 w_V %	试料质量 m_0 g	氢氧化钠溶液 (4.2.3)体积	硫酸(4.2.4) 体积	试液体积 V_1	分取试液体积 V_2	补加硫酸(4.2.4) 体积
		mL				
0.000 5~0.001	2.00	30	35	—	全部	—
>0.001~0.010	1.00	20	25	—	全部	—
>0.010~0.050	0.20	10	15	—	全部	—
>0.050~0.50	0.20	10	15	100	10.00	10
>0.50~1.00	0.20	10	15	100	5.00	10

4.5.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

4.5.3 空白试验

随同试料(4.5.1)做空白试验。

4.5.4 测定

4.5.4.1 将试料(4.5.1)置于 300 mL 烧杯中,按表 1 加入氢氧化钠溶液(4.2.3),盖上表皿,缓慢加热分解,加入数滴过氧化氢(4.2.2),继续加热至完全溶解。加入 30 mL 水,按表 1 加入硫酸酸化,加热至盐

类完全溶解,冷却至室温,加入 3 滴亚硫酸钠溶液(4.2.5),摇匀。按表 1 将试液移入 200 mL 分液漏斗中,补加相应体积的硫酸(4.2.4),冷却至室温。加水使试液体积为 90 mL~100 mL。

4.5.4.2 若试料中铜质量分数大于 0.1%时,将试料(4.5.1)置于 300 mL 聚四氟乙烯烧杯中,按表 1 加入氢氧化钠溶液(4.2.3),盖上表皿,缓慢加热分解,分次加入 3 mL 过氧化氢(4.2.2),用少量水冲洗表皿及杯壁,加热蒸发至糊状(防止溅出),如有必要,可用过氧化氢(4.2.2)进行反复处理,冷却。用 30 mL 温水冲洗杯壁,缓慢加热至盐类完全溶解,冷却。将碱性溶液移入盛有硫酸(见表 1)的 300 mL 烧杯中,用温水洗涤聚四氟乙烯烧杯[如有氧化锰水合物析出黏附在聚四氟乙烯烧杯壁上,可加入少量硫酸(4.2.4)及几滴亚硫酸钠溶液(4.2.5)使其溶解,用温水洗入烧杯中]。加热煮沸使溶液澄清,必要时加数滴亚硫酸钠溶液(4.2.5)使氧化锰水合物完全溶解。煮沸 1 min~2 min,冷却。按表 1 将溶液移入 200 mL 分液漏斗中,补加相应量的硫酸(4.2.4),冷却至室温。加水使体积为 90 mL~100 mL。

4.5.4.3 在摇动下滴加高锰酸钾溶液(4.2.6)至呈稳定的微红色,摇匀,放置 10 min。加入 5 mL 尿素溶液(4.2.7),在不断摇动下滴加亚硝酸钠溶液(4.2.8)至微红色消失。激烈振荡 10 s。于分液漏斗中加入 3 mL 磷酸(4.2.1),摇匀。加入 10.00 mL 苯甲酰苯胺溶液(4.2.9),振荡 3 min,静置分层。

4.5.4.4 用干滤纸卷擦干漏斗颈,填塞干滤纸或脱脂棉,将有机相过滤于 1 cm 吸收池中,以空白试验溶液为参比,于分光光度计波长 440 nm 处,测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的钒质量(m_1)。

4.5.5 工作曲线的绘制

4.5.5.1 于一组 200 mL 分液漏斗中各加入 50 mL 水,10 mL 硫酸(4.2.4),冷至室温。分别加入 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、12.00 mL、16.00 mL、20.00 mL 钒标准溶液(4.2.11),加水使体积为 90 mL~100 mL。以下按 4.5.4.3 进行。

4.5.5.2 用干滤纸卷擦干漏斗颈,填塞干滤纸或脱脂棉,将有机相过滤于 1 cm 吸收池中,以空白溶液(不加钒标准溶液者)为参比,于分光光度计波长 440 nm 处,测量其吸光度。以钒量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

4.6 试验数据处理

钒含量以钒质量分数 w_V 计,按式(1)计算:

$$w_V = \frac{m_1 V_1 \times 10^{-3}}{m_0 V_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得试液的钒量,单位为毫克(mg);

V_1 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

V_2 ——分取试液体积,单位为毫升(mL)。

钒质量分数 $\leq 0.001\%$ 时,计算结果保留一位有效数字;钒质量分数 $\geq 0.001\%$ 时,计算结果保留两位有效数字。数值修约执行 GB/T 8170—2008 中 3.2、3.3。

4.7 精密度

4.7.1 重复性

在重复性条件下获得的两个独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限 r ,超过重复性限 r 的情况不超过 5%,重复性限 r 按表 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2

$w_V/\%$	0.000 3	0.001 2	0.012	0.031	0.41	0.86
$r/\%$	0.000 05	0.000 2	0.001	0.003	0.01	0.02

4.7.2 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,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限 R ,超过再现性限 R 的情况不超过 5%,再现性限 R 按表 3 数据采用线性内插法或者外延法求得。

表 3

$w_V/\%$	0.000 3	0.001 2	0.012	0.031	0.41	0.86
$R/\%$	0.000 07	0.000 3	0.002	0.004	0.02	0.03

5 硫酸亚铁铵滴定法



5.1 方法提要

试料经硫酸-硝酸-磷酸溶解,冒硫酸烟后,在适当的硫酸酸度下,用高锰酸钾将钒氧化至高价,在尿素的存在下,用亚硝酸钠分解过量的高锰酸钾,以 N -苯代邻氨基苯甲酸作指示剂,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液进行滴定,以此测定钒含量。

5.2 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室三级水。

5.2.1 磷酸($\rho=1.69$ g/mL)。

5.2.2 硫酸($\rho=1.84$ g/mL)。

5.2.3 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

5.2.4 硫酸(1+1)。

5.2.5 高锰酸钾溶液(25 g/L)。

5.2.6 尿素溶液(100 g/L)。

5.2.7 亚硝酸钠溶液(10 g/L),用时现配。

5.2.8 钒标准溶液($c_1=0.019\ 63$ mol/L):称取 2.296 2 g 已预先在 100 °C~105 °C 烘干 2 h 并在干燥器中冷却至室温的偏钒酸铵[$w(\text{NH}_4\text{VO}_3)\geq 99.99\%$]置于 400 mL 烧杯中,加入约 10 mL 水,100 mL 硫酸(5.2.4),加热溶解完全并微冒硫酸烟,取下冷却,加入 200 mL 水,加热溶解盐类,取下冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钒。

5.2.9 硫酸亚铁铵标准滴定溶液($c\approx 0.02$ mol/L):

——配制:称取 7.8 g 硫酸亚铁铵于 500 mL 烧杯中,加入 300 mL 硫酸(5+95),搅拌溶解。移入 1 000 mL 容量瓶中,以硫酸(5+95)稀释至刻度,混匀。放置过夜。

——标定:移取 15.00 mL 钒标准溶液(V_3)3 份,分别置于 300 mL 锥形瓶中(随同做空白试验),加入 5 mL 磷酸(5.2.1)和 30 mL 硫酸(5.2.4),混匀。加水至 100 mL,冷却至室温。加 5 mL 硫酸亚铁铵标准滴定溶液(5.2.9),摇匀,滴加高锰酸钾溶液(5.2.5)至出现微红色不消失再过量

2 滴,充分混匀,放置 5 min 红色不退去。加入 10 mL 尿素溶液(5.2.6),滴加亚硝酸钠溶液(5.2.7)至红色恰好消失并过量 1 滴,充分混匀,放置 3 min。滴加 3 滴 *N*-苯代邻氨基苯甲酸指示剂(5.2.10),用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定溶液由紫红色到亮绿色,即为终点。3 份被滴定钒标准溶液所消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积的极差值不大于 0.10 mL 时,取其体积平均值(V_4),否则,应重新标定。

——计算:按照式(2)计算硫酸亚铁铵标准滴定溶液的实际浓度 c :

$$c = \frac{c_1 V_3}{V_4 - V_0} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- c_1 ——钒标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_3 ——移取钒标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_4 ——滴定钒标准溶液消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_0 ——空白试验溶液消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留四位有效数字。数值修约执行 GB/T 8170—2008 中 3.2、3.3。

5.2.10 *N*-苯代邻氨基苯甲酸指示剂(2 g/L):称取 0.2 g *N*-苯代邻氨基苯甲酸溶解于 100 mL 碳酸钠溶液中(2 g/L),混匀。

5.3 试样

将样品加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

5.4 分析步骤

5.4.1 试料

称取质量(m)为 0.50 g 的试样(5.3),精确至 0.000 1 g。

5.4.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

5.4.3 空白试验

随同试料(5.4.1)做空白试验,记录消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液(5.2.9)的体积(V_5)。

5.4.4 测定

5.4.4.1 将试料(5.4.1)置于 250 mL 烧杯中,加入 5 mL 磷酸(5.2.1)、30 mL 硫酸(5.2.4)和 0.5 mL 硝酸(5.2.3),待剧烈反应停止后,加热至试料全部溶解,蒸发至冒硫酸烟。取下,冷却至室温。移入 100 mL 容量瓶(V_6)中,用水稀释到刻度,混匀。

5.4.4.2 按表 4 移取试液(5.4.4.1)于 300 mL 锥形瓶中,加入适量的硫酸(5.2.4),加水至 100 mL,冷却至室温。

表 4

钒的质量分数 w_V %	移取试液体积 V_7 mL	加入硫酸(5.2.4)体积 mL
1.00~6.00	全量	—
>6.00~12.00	50.00	15

5.4.4.3 加入 5 mL 硫酸亚铁铵标准滴定溶液(5.2.9),摇匀,滴加高锰酸钾溶液(5.2.5)至出现微红色不消失,再过量 2 滴,充分混匀,放置 5 min 红色不褪去。

5.4.4.4 加入 10 mL 尿素溶液(5.2.6),滴加亚硝酸钠溶液(5.2.7)至红色恰好消失并过量 1 滴,充分混匀,放置 3 min。

5.4.4.5 滴加 3 滴 *N*-苯代邻氨基苯甲酸指示剂(5.2.10),用硫酸亚铁铵标准滴定溶液(5.2.9)滴定溶液由紫红色到亮绿色为终点,记录消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液(5.2.9)的体积(V_8)。

5.5 试验数据处理

钒含量以钒的质量分数 w_V 计,按式(3)计算:

$$w_V = \frac{c(V_8 - V_5)V_6 \times 50.94 \times 10^{-3}}{mV_7} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中:

c ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_8 ——滴定试液所消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_5 ——滴定空白试验溶液所消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_6 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

50.94——钒的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

m ——试料的质量,单位为克(g);

V_7 ——移取试液体积,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后两位。数值修约执行 GB/T 8170—2008 中 3.2、3.3。

5.6 精密度

5.6.1 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,在以下给出的平均值范围内,两个测试结果的绝对差值不超过重复性限 r ,超过重复性限 r 的情况不超过 5%。重复性限 r 按表 5 数据采用线性内插法求得。

表 5

$w_V/\%$	1.00	5.00	12.00
$r/\%$	0.08	0.34	0.37

5.6.2 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,在以下给出的平均值范围内,两个测试结果的绝对差值不大于再现性限 R ,超过再现性限 R 的情况不超过 5%。再现性限 R 按表 6 数据采用线性内插法求得。

表 6

$w_V/\%$	1.00	5.00	12.00
$R/\%$	0.09	0.36	0.39

6 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 本部分编号、名称及所用的方法；
- b) 关于识别样品、实验室、分析日期、报告日期等所有的必要的信息；
- c) 以适当的形式表达试验结果；
- d) 试验过程中出现的异常现象；
- e) 审核、批准等人员的签名。

