



中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.37—2020

铝及铝合金化学分析方法 第 37 部分：铌含量的测定

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys—
Part 37: Determination of niobium content

2020-07-21 发布

2021-06-01 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 个部分：

- 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 37 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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:国标(北京)检验认证有限公司、有色金属技术经济研究院、有研亿金新材料有限公司、通标标准技术服务(天津)有限公司、长沙矿冶研究院有限责任公司、中铝材料应用研究院有限公司、忠世高新材料股份有限公司、山东南山铝业股份有限公司、东北轻合金有限责任公司、河南特润科技服务有限公司。

本部分主要起草人:李甜、佟伶、席欢、孙海峰、刘丽媛、宋玉芳、刘朝方、杨宇红、王春林、张金娥、单丽萍、刘晶、易嘉、周兵、吕超、邹德玲、杨永刚、程堆强、杨琛、刘应涛、杨炳红、苏玉龙、刘英、张煦、陈雄飞、刘美玲。

铝及铝合金化学分析方法

第 37 部分：铈含量的测定

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 的本部分规定了纸上色层分离重量法和电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铝及铝合金中铈含量。

本部分适用于铝及铝合金中铈含量的仲裁测定。纸上色层分离重量法的测定范围:15.00%~90.00%;电感耦合等离子体原子发射光谱法的测定范围:0.050%~15.00%。

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 纸上色层分离重量法

4.1 方法提要

试料用氢氟酸溶解,将溶液涂在色层纸上,以 4-甲基-2-戊酮—丁酮—氢氟酸—硝酸作展开剂,铈元素将随展开剂移动至色层纸中上部,而其他杂质停在原处不动或移动很小从而达到分离,用单宁酸溶液喷在色层纸上显色。剪下铈色带,重量法测定铈含量。

4.2 试剂与材料

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。

4.2.1 氢氟酸($\rho=1.14\text{ g/L}$)。

4.2.2 硝酸($\rho=1.42\text{ g/L}$)。

4.2.3 氢氟酸(1+1)。

4.2.4 单宁酸溶液(2%):称取 2 g 单宁酸溶解于水中,稀释至 100 mL。

4.2.5 展开剂:将 4-甲基-2-戊酮—丁酮—氢氟酸—硝酸按照 60+20+15+5 的比例配制,混匀。

4.2.6 色层纸:层析定性滤纸,切成 20 cm×26 cm 的长方形。

4.2.7 色层箱:直径约 30 cm,高约 35 cm 的圆柱形塑料桶,附盖。

4.2.8 中和器:大干燥器筛板下盛深度 1 cm~2 cm 的氨水。

4.2.9 塑料喷壶:50 mL。

4.3 仪器

高温炉。

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

称取质量(m)为 0.10 g 的试样(4.4),精确至 0.000 1 g。

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)置于铂坩埚中,沿壁吹入少量水,加入 2 mL~3 mL 氢氟酸(4.2.1),剧烈反应停止后,滴加硝酸(4.2.2)至试料完全溶解,置于电热板上加热,体积蒸至 1 mL~2 mL,取下,冷却至室温。

4.5.4.2 用塑料移液管移取全部试液(4.5.4.1),平行涂于距色层纸(4.2.6)底部 2 cm~3 cm 处,尽量保持均匀细直。试液涂完后,将铂坩埚用约 1 mL 氢氟酸(4.2.3)洗 2 次,约 0.5 mL 水洗 1 次,洗液也均匀涂于色层纸上。低温烘干后,卷成圆筒形,以曲别针固定。

4.5.4.3 将涂有试液的色层纸放入盛有展开剂(4.2.5)、液层厚度约 1 cm 的色层箱(4.2.7)中,密闭展开约 6 h。取出,烘干,置于中和器(4.2.8)内,放置 15 min,取出,烘干。

4.5.4.4 用塑料喷壶(4.2.9)将单宁酸溶液(4.2.4)均匀喷于色层纸上,烘干。中上部呈橙红色色带为铌,剪下铌色带并置于已恒重的铂坩埚(m_2)中,灰化后,900 °C 灼烧 60 min,取出,置于干燥器中冷却至室温,称量(m_1)。

4.6 试验数据处理

铌含量以铌质量分数 w_{Nb} 计,按式(1)计算:

$$w_{Nb} = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m} \times 0.699\ 1 \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- m_1 ——铂坩埚和 Nb_2O_5 的质量,单位为克(g);
- m_2 ——铂坩埚的质量,单位为克(g);
- m_3 ——铂坩埚和随同试样空白的质量,单位为克(g);
- m_4 ——随同试样空白的铂坩埚质量,单位为克(g);
- m ——试料的质量,单位为克(g);
- 0.699 1 —— Nb_2O_5 换算为 Nb 的系数。

计算结果表示至小数点后两位,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 1 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 1

$w_{Nb}/\%$	15.03	30.04	50.17	58.00	74.01	83.97
$r/\%$	0.32	0.36	0.42	0.45	0.54	0.57

4.7.2 再现性

在再现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 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2

$w_{Nb}/\%$	15.03	30.04	50.17	58.00	74.01	83.97
$R/\%$	0.35	0.40	0.45	0.48	0.56	0.65

5 电感耦合等离子体原子发射光谱法

5.1 方法提要

试料用盐酸、硝酸和氢氟酸溶解,在稀酸介质中,采用工作曲线法,使用电感耦合等离子体原子发射光谱仪,于波长 295.0 nm 分析线处测定铌的发射强度,按工作曲线计算铌含量。

5.2 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和实验室二级水。

5.2.1 纯铝($w_{Al} \geq 99.99\%$, $w_{Nb} \leq 0.001\%$)。

5.2.2 氢氟酸($\rho = 1.16 \text{ g/mL}$)。

5.2.3 硝酸($\rho = 1.42 \text{ g/mL}$)。

5.2.4 盐酸($\rho = 1.19 \text{ g/mL}$)。

5.2.5 盐酸(1+1)。

5.2.6 铌标准贮存溶液:准确称取 0.100 0 g 金属铌($w_{Nb} \geq 99.99\%$),置于 200 mL 聚四氟乙烯烧杯中,缓慢加入 5 mL 氢氟酸、3 mL 硝酸,低温加热至溶解完全,冷却,移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铌。

5.2.7 铌标准溶液:移取 10.00 mL 铌标准贮存溶液(5.2.6)于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铌。

5.2.8 铝溶液 A(10 mg/mL):称取 1.00 g 纯铝(5.2.1)置于 300 mL 烧杯中,盖上表面皿,分次加入总

量为 30 mL 盐酸(5.2.5),待剧烈反应停止后,缓慢加热至完全溶解,然后加入数滴过氧化氢,煮沸数分钟,分解过量的过氧化氢,冷却,将溶液移入 100 mL 的容量瓶中,用水稀释到刻度,摇匀。

5.2.9 铝溶液 B(1 mg/mL):称取 0.10 g 纯铝(5.2.1)置于 300 mL 烧杯中,盖上表面皿,分次加入总量为 10 mL 盐酸(5.2.5),待剧烈反应停止后,缓慢加热至完全溶解,然后加入数滴过氧化氢,煮沸数分钟,分解过量的过氧化氢,冷却,将溶液移入 100 mL 的容量瓶中,用水稀释到刻度,摇匀。

5.3 仪器

5.3.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪,仪器应满足下列条件:

- 仪器的实际分辨率:200 nm 处光谱分辨率应小于 0.01 nm。
- 仪器的短期稳定性:测量 10 次最高浓度的标准溶液的净光强,计算其标准偏差,其相对标准偏差应小于 1%。
- 配耐氢氟酸系统。

5.3.2 铈元素的推荐分析线为 295.0 nm。

5.4 试样

将样品加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

5.5 分析步骤

5.5.1 试料

按表 3 称取质量(m)为 0.10 g 的试样(5.4),精确至 0.000 1 g。

表 3

铈的质量分数 $w_{Nb}/\%$	定容体积 V_1/mL	分取试液体积 V_2/mL	补加氢氟酸(5.2.2)体积/mL
0.050~1.00	100	—	—
>1.00~15.00	100	10.00	2.0

5.5.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

5.5.3 空白试验

称取 0.10 g 纯铝(5.2.1),精确至 0.000 1 g,代替试料(5.5.1),随同试料做空白试验。

5.5.4 分析试液的制备

将称取的试料(5.5.1)置于 150 mL 聚四氟乙烯烧杯中,分批加入总量为 20 mL 盐酸(5.2.4),后再加入 2 mL 硝酸(5.2.3)、2 mL 氢氟酸(5.2.2),摇匀,于电热板上低温加热至试料完全溶解,取下,冷却至室温。移入 100 mL 塑料容量瓶(V_1)中,用水稀释至刻度,混匀。按表 3 分取部分溶液于 100 mL 塑料容量瓶(V_3)中,补加氢氟酸(5.2.2),用水稀释至刻度,混匀。

5.5.5 工作曲线的绘制

5.5.5.1 根据铈质量分数,工作曲线系列标准溶液的制备分为两种:

- a) 铈质量分数为 0.050%~1.00%时:移取 0 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL 铈标准溶液(5.2.7),于一系列塑料容量瓶中,依次加入 10.00 mL 铝溶液 A(5.2.8),用水稀释至刻度,混匀。
- b) 铈质量分数为>1.00%~15.00%时:移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL 铈标准溶液(5.2.7),于一系列塑料容量瓶中,依次加入 10.00 mL 铝溶液 B(5.2.9),用水稀释至刻度,混匀。

5.5.5.2 将系列标准溶液(5.5.5.1)引入电感耦合等离子体原子发射光谱仪中,选择仪器合适的分析条件,在选定的波长处,测量系列标准溶液中铈元素的强度。以铈质量浓度为横坐标,相应的强度值为纵坐标,绘制工作曲线。

5.6 试验数据处理

铈量以铈质量分数 w_{Nb} 计,按式(2)计算:

$$w_{Nb} = \frac{(\rho - \rho_0)V_3V_1}{mV_2} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- ρ ——自工作曲线上查得测定试液中铈元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- ρ_0 ——自工作曲线上查得空白溶液中铈元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V_3 ——测定试液体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——试液定容体积,单位为毫升(mL);
- m ——试料的质量,单位为克(g);
- V_2 ——试液分取体积,单位为毫升(mL)。

铈质量分数<1.00%时,计算结果保留两位有效数字;铈质量分数≥1.00%时,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、3.2。

5.7 精密度

5.7.1 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 4 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 4

$w_{Nb}/\%$	0.11	1.01	5.01	15.01
$r/\%$	0.01	0.03	0.10	0.13



5.7.2 再现性

在再现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 5 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 5

$w_{Nb}/\%$	0.11	1.01	5.01	15.01
$R/\%$	0.02	0.10	0.15	0.25

6 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 本部分编号、名称及所使用方法；
- 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。

