



中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.13—2008
代替 GB/T 6987.13—2001

铝及铝合金化学分析方法 第 13 部分：钒含量的测定 苯甲酰苯肼分光光度法

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys—
Part 13: Determination of vanadium content—
N-benzoyl-Nphenylhydroxylamine spectrophotometric method

2008-03-31 发布

2008-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》是对 GB/T 6987—2001《铝及铝合金化学分析方法》的修订,本次修订将原标准号 GB/T 6987 改为 GB/T 20975。

GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》分为 25 个部分:

- 第 1 部分:汞含量的测定 冷原子吸收光谱法
- 第 2 部分:砷含量的测定 钼蓝分光光度法
- 第 3 部分:铜含量的测定
- 第 4 部分:铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法
- 第 5 部分:硅含量的测定
- 第 6 部分:镉含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 7 部分:锰含量的测定 高碘酸钾分光光度法
- 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 火焰原子吸收光谱法
- 第 12 部分:钛含量的测定
- 第 13 部分:钒含量的测定 苯甲酰苯胍分光光度法
- 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 火焰原子吸收光谱法
- 第 18 部分:铬含量的测定
- 第 19 部分:钴含量的测定
- 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 火焰原子吸收光谱法
- 第 22 部分:铍含量的测定 依莱铬氰兰 R 分光光度法
- 第 23 部分:锑含量的测定 碘化钾分光光度法
- 第 24 部分:稀土总含量的测定
- 第 25 部分:电感耦合等离子体原子发射光谱法

本部分为第 13 部分。对应于 ASTM E34—2002《铝及铝合金化学分析方法》中钒含量测定的部分,一致性程度为修改采用。

本部分代替 GB/T 6987.13—2001《铝及铝合金化学分析方法 苯甲酰苯胍光度法测定钒量》。

本部分与 GB/T 6987.13—2001 相比主要变化如下:

- 增加了“8.1 重复性”条款;
- 增加了“9 质量保证与控制”条款。

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归口。

本部分由东北轻合金有限责任公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分起草单位:中国铝业股份有限公司郑州研究院。

GB/T 20975.13—2008

本部分主要起草人：石磊、孟福海、吴豫强、张洁、席欢、葛立新、范顺科。

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。

铝及铝合金化学分析方法

第 13 部分:钒含量的测定

苯甲酰苯胍分光光度法

1 范围

本部分规定了铝及铝合金中钒含量的测定方法。

本部分适用于铝及铝合金中钒含量的测定。测定范围:0.000 5%~0.50%。

2 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胍形成的黄色络合物。于分光光度计波长 440 nm 处,测量其吸光度。

六价铬的干扰用亚硫酸钠将其还原至低价而消除。

3 试剂

3.1 磷酸(ρ 1.69 g/mL)。

3.2 过氧化氢(ρ 1.10 g/mL)。

3.3 氢氧化钠溶液(200 g/L,贮存于聚乙烯瓶中)。

3.4 硫酸(1+1)。

3.5 亚硫酸钠溶液(30 g/L,用时配制)。

3.6 高锰酸钾溶液(1 g/L)。

3.7 尿素溶液(200 g/L)。

3.8 亚硝酸钠溶液(5 g/L)。

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

3.10 钒标准贮存溶液:称取 0.178 5 g 已预先在 110℃ 烘干 1 h 并在干燥器中冷却至室温的五氧化二钒($\geq 99.99\%$)置于 300 mL 烧杯中,加入 5 mL 氢氧化钠溶液(3.3)及 20 mL 水,微热至溶解完全,加入 10 mL 硫酸(3.4)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。

3.11 钒标准溶液:移取 25.00 mL 钒标准贮存溶液(3.10)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 仪器

分光光度计。

5 试样

将试样加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

钒的质量分数/ %	试料/ g	氢氧化钠溶液 (3.3)体积	硫酸(3.4) 体积	试液总体 积	移取试液 体积	补加硫酸(3.4) 体积
		mL				
0.000 5~0.001	2.00	30	35	—	全部	0
>0.001~0.010	1.00	20	25	—	全部	0
>0.010~0.050	0.20	10	15	—	全部	0
>0.050~0.50	0.20	10	15	100	10.00	10

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做试剂空白。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 300 mL 烧杯中,按表 1 加入氢氧化钠溶液(3.3),盖上表皿,缓慢加热分解,加入数滴过氧化氢(3.2),继续加热至完全分解。

6.4.2 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(3.5),摇匀。按表 1 将试液移入 200 mL 分液漏斗中,补加相应量的硫酸(3.4),冷却至室温。加水使试液体积为 90 mL~100 mL。

注:对于铜的质量分数大于 0.1% 的铝合金试样,用以下方法代替 6.4.1 和 6.4.2 进行:将试料(6.1)置于 300 mL 聚四氟乙烯烧杯中,按表 1 加入氢氧化钠溶液(3.3),盖上表皿,缓慢加热分解,分次加入 3 mL 过氧化氢(3.2),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(3.2)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粘附在聚四氟乙烯烧杯壁上,可加入少量硫酸(3.4)及几滴亚硫酸钠溶液(3.5)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(3.5)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(3.4),冷却至室温。加水使体积为 90 mL~100 mL。

6.4.3 在摇动下滴加高锰酸钾溶液(3.6)至呈稳定的微红色,摇匀,放置 10 min。加入 5 mL 尿素溶液(3.7),在不断摇动下滴加亚硝酸钠溶液(3.8)至微红色消失。激烈振荡 10 s,分解过量的亚硝酸钠。于分液漏斗中加入 3 mL 磷酸(3.1),摇匀。加入 10.00 mL 苯甲酰苯胺溶液(3.9),振荡 3 min,静置分层。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,以随同试料所做的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量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 于一组 200 mL 分液漏斗中各加入 50 mL 水,10 mL 硫酸(3.4),冷至室温。分别加入 0、2.00、4.00、8.00、12.00、16.00、20.00 mL 钒标准溶液(3.11),加水使体积为 90 mL~100 mL。以下按 6.4.3 进行。

6.5.2 以试剂空白溶液(不加钒标准溶液者)为参比,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。

7 分析结果的计算

按式(1)计算钒的质量分数(%):

$$w(V) = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m_0 \times \frac{V_1}{V_0}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得试样溶液的钒量,单位为毫克(mg);

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试样的质量,单位为克(g);

V_1 ——移取试液的体积,单位为毫升(mL)。

8 精密度

8.1 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)按以下数据采用线性内插法求得。

钒的质量分数/%:	0.000 50	0.006 0	0.030 1	0.401
重复性限 r /%:	0.000 070	0.000 30	0.001 4	0.010

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表 2

钒的质量分数/%	允许差/%
0.000 5~0.002 0	0.000 2
>0.002 0~0.005 0	0.000 5
>0.005 0~0.010	0.001
>0.010~0.020	0.003
>0.020~0.050	0.005
>0.05~0.10	0.01
>0.10~0.50	0.02

9 质量控制与保证

分析时,用标准样品或控制样品进行校核,或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

中华人民共和国
国家标准
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
GB/T 20975.13—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字
2008年6月第一版 2008年6月第一次印刷

*

书号：155066·1-31664

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话：(010)68533533



GB/T 20975.13-2008