**铝及铝合金化学分析方法**

 **第13部分：钒含量的测定**

编制说明

(送审稿)

《铝及铝合金化学分析方法 第13部分：钒含量的测定》编制组

主编单位：中铝郑州有色金属研究院有限公司

2019年9月

铝及铝合金化学分析方法

第13部分：钒含量的测定

送审稿编制说明

一、工作简况（包括任务来源、协作单位、主要工作过程）

1 任务来源

2015年全国有色金属标准化技术委员会年会会议精神（2015年11月）和2016年8月在河北省邯郸市召开的全国有色金属标准化技术委员会会议精神，确定将GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》和YS/T 807《铝中间合金化学分析方法》等标准进行整合，补充完善GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》标准体系。2016年11月全国有色金属标准化技术委员会会议精神，明确了GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》标准体系中涵盖的测定元素及制修订项目原则。

根据全国有色金属标准化技术委员会于2018年3月在云南省昆明市召开了《铝及铝合金化学分析方法》国家标准任务落实会，来自云南冶金研究院、广东省工业分析测试中心、贵州测试院、东北轻合金有限公司等30余家的50名代表对GB/T20975.13—201X《铝及铝合金化学分析方法 第13部分：钒含量的测定》进行了讨论，并进行了制修订任务落实，会上确定了《铝及铝合金化学分析方法 第13部分：钒含量的测定》的起草基本思路。根据会议讨论安排，由中铝郑州有色金属研究院有限公司负责起草GB/T 20975.13-201X《铝及铝合金化学分析方法 第13部分：钒含量的测定》，将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 苯甲酰苯胲分光光度法》和YS/T 807.13-2012《铝中间合金化学分析方法 第13部分：钒含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法》进行整合，将GB/T 20975.13-2008作为新起草标准中“方法一：苯甲酰苯胲分光光度法”，钒的测定范围为0.0005%～1.0%，由中国铝业郑州有色金属研究院有限公司主起草；YS/T 807.13-2012作为新起草标准中“方法二：硫酸亚铁铵滴定法”，钒的测定范围为1.0%～12.0%，由广东省工业分析测试中心主起草。

全国有色金属标准化技术委员会2017年下达标准制（修）定计划（国标委综合〔2017〕128号），本标准项目计划编号为20173488-T-610，项目完成时间为2019年12月。

2019年6月24日～26日在山东省青岛市召开的GB/T 20975系列标准预审会上，为了与其他部分名称保持一致，会议建议将本部分名称修改为：GB/T 20975.13《铝及铝合金化学分析方法 第13部分：钒含量的测定》。

项目承担单位“中国铝业郑州有色金属研究院有限公司”名称于2019年6月10日变更为“中铝郑州有色金属研究院有限公司”，因此本部分负责单位变更为：中铝郑州有色金属研究院有限公司。

2 项目编制工作组单位简介

根据在云南省昆明市召开的任务落实会议确定情况，本部分方法一：苯甲酰苯胲分光光度法由中铝郑州有色金属研究院有限公司负责起草，由长沙矿冶研究院有限责任公司、贵州省分析测试研究院、中铝矿业有限公司、内蒙古锦联铝材有限公司、中铝山西新材料有限公司等六家单位共同编制。

根据在云南省昆明市召开的任务落实会议确定情况，本部分方法二：硫酸亚铁铵滴定法由广东省工业分析检测中心负责起草，由中铝郑州有色金属研究院有限公司、河北四通新型金属材料股份有限公司、长沙矿冶研究院有限责任公司、山东兖矿轻合金有限公司、南山铝业有限公司、内蒙古锦联铝材有限公司等七家单位共同编制。

**2.1 中铝郑州有色金属研究院有限公司**

 中铝郑州有色金属研究院有限公司（原中国铝业郑州有色金属研究院有限公司）是中国轻金属专业领域唯一的大型科研机构，是我国铝镁工业新技术、新工艺、新材料和新装备的重大、关键和前瞻技术的研发基地，基础研究及原创性技术成果的孵化与转化基地。主要研究领域包括铝土矿综合利用、氧化铝、电解铝、铝用炭素以及轻金属材料。建有世界上最大的氧化铝试验基地、具有世界先进水平的国家大型铝电解工业试验基地、世界上唯一的铝土矿综合利用试验基地，拥有国内唯一的国家铝冶炼工程技术研究中心，中国铝业博士后科研工作站。建立了基础研究、技术开发、扩大试验、工业试验、工程化和产业化完整的铝工业科技创新体系。拥有铝土矿处理、氧化铝工艺、铝用炭素和电解铝工艺、镁冶炼工艺、化学品氧化铝和轻金属材料工艺、轻金属检测等技术领域的研究实验室，具有完善的铝、镁冶炼基础理论研究技术平台，包括TEM、SEM、EDS、XRD、XRF、IC等在内的大型仪器设备80余套。2004年通过了中国质量认证中心(CQC)质量、健康安全、环境三大体系认证。依托研究院设立的国家轻金属质量监督检验中心（郑州轻金属研究院检测实验室）主要负责我国铝镁及其合金12类77种产品的质量监督检验、产品质量评价仲裁等工作，多年来一直为行业提供技术支持服务，承担了铝行业绝大部分分析检测等基础技术标准的具体起草工作，是国际标准化组织ISO/TC226（铝用原材料技术委员会）、ISO/TC79（轻金属及其合金）在国内的技术支持单位，是ISO/TC79/SC5、ISO/TC79/SC12主席单位，是国家工业和信息化部确定的有色金属标准样品定点研制单位，是全国有色金属标准化技术委员会铝用炭素材料工作组长单位。

**2.2 广东省工业分析检测中心**

广东省工业分析检测中心是我国南方从事金属材料、冶金产品、化工产品、再生资源质量检测、欧盟环保（RoHS）指令的有害物质检测、金属材料综合利用检测与咨询、评价以及分析测试技术研究的专业机构。先后隶属于广州有色金属研究院、广东省工业技术研究院（广州有色金属研究院），2015年12月经广东省机构编制委员会批准成为广东省科学院属下的独立事业法人单位。中心是一个检测设备配套齐全、检测技术完备、人员结构合理、管理科学的检测机构。近十年来获得省部级科技进步奖20项。累计申请专利15件，其中授权发明专利5件、授权实用新型专利2件。承担国家、省级各类项目50余项，主持和参与国家、行业标准300余项，发表专著5部，发表论文300余篇。

**2.3 贵州省分析测试研究院**

贵州省分析测试研究院是依法设立的为社会提供公正科学数据的第三方检测机构，是政府财政全额拨款的公益型科研事业单位。创建于1935年9月，是由一批留学德、日等国从海外归国的爱国知识分子在贵州省自然科学领域最早建立的工科研究机构。在1990年通过省级《计量资格认证》（CMA）2700余项省级计量认证，2009年通过了《国家实验室认可》（CNAS资格认可）400多项。拥有HPLC、HPLC-MS、GC、GC-MS、ICP-AES、GPC、TOC、DOC、FTIR等各类仪器设备共计400余台（件），价值近8000万元，实验室面积达20000余平方米。承担并完成国家支撑计划、863课题、国家自然基金等多项国家级、省级科研项目。现有分析测试新方法和新技术研究成果80多项，在国内外重要期刊发表相关研究论文300余篇，参与起草和修订国家标准十余项，获得发明专利15项，出版专著500多篇（部）。

**2.4 长沙矿冶研究院有限责任公司**

 长沙矿冶研究院有限责任公司2003年通过湖南省质量技术监督局计量认证，2011年通过国家实验室认可。为国家金属矿产资源综合利用工程技术研究中心、深海矿产资源开发利用技术国家重点实验室、工信部工业（黑色金属矿冶）产品质量控制与技术评价实验室、国家中小企业公共服务示范平台、铁锰矿产资源高效清洁加工与综合利用国家地方联合工程实验室等国家级实验研发平台提供技术服务支撑；是湖南省金属矿产资源开发利用工程实验室、动力电池材料湖南省工程实验室、贵州省锰业工程技术研究中心等省级实验研发平台重要组成单元，是五矿矿产资源评价实验室的重要组成部分。中心设有化学物相分析实验室、大型仪器分析实验室、综合办公室。现有实验室1500平方米，仪器设备122台套，包括矿物参数自动分析仪、X-射线衍射仪、扫描电子显微镜、电感耦合等离子体发射光谱质谱联用仪、电感耦合等离子体发射光谱等先进大型精密分析仪器设备。

**2.5 山东南山铝业股份有限公司**

 山东南山铝业股份有限公司形成了从能源-热电-氧化铝-电解铝-铝型材、熔铸-热轧-冷轧-箔轧的完整铝加工产业链，成为世界唯一一家短距离内拥有完整产业链的铝加工企业。 南山铝业中心实验室承担山东南山铝业股份有限公司氧化铝、氢氧化铝、铝及铝合金、高精度铝板带箔制品、铝型材、碳素制品、铝土矿、石灰石等产品、原材料的质量检测工作及水、大气、噪声等环境条件的监测。实验室作为氧化铝和铝锭生产控制过程及生产用原材料质量检测的专门机构。

**2.6 山东兖矿轻合金有限公司**

 山东兖矿轻合金有限公司配置熔铸生产线4条、挤压生产线14条，具有最先进的模具加工设备，尤其是进口的150MN双动正向油压挤压机，为目前世界上吨位最大的同类挤压设备，属世界首台，配有目前国内最高的立式淬火炉（30m），最长的时效退火炉（30m）。可生产最大直径为φ800mm铸棒，最大宽度达1100mm的型材，最大外径达700mm的无缝管材，最大直径达450mm的挤压棒材等各种铝合金工业用管、棒、型材，满足不同客户对各类工业铝挤压材的需求。与国内外知名科研院所和公司企业合作，研发新型铝合金制品、探索研究新型工艺技术，不断开发铝合金挤压材的新工艺、新技术、新市场。主编过多项国家标准和行业标准，具有起草本国家标准的基础和条件。

**2.7 内蒙古锦联铝材有限公司**

内蒙古锦联铝材有限公司是以煤电联营、铝电联营为基础，以铝材料深加工为核心的循环性综合型实体企业。质检中心成立于2013年6月，是专门为内蒙古锦联铝材有限公司提供质量检测服务的专业机构。主要对公司的电解铝生产所需的原辅材料、半成品、产品以及发电厂用水、煤、油的理化指标进行检测，主要检测业务包括铝厂大宗原材料氧化铝、氟化铝、冰晶石、预焙阳极炭块的检测工作；电厂入厂煤、入厂柴油、水质的检测化验工作。检测设备包括直读光谱仪、X射线荧光光谱仪、X射线衍射仪、原子吸收分光光度计、紫外可见分光光度计、红外碳硫分析仪、微机控制电子式万能试验机、自动初晶温度测量系统、高频熔样机、金属铣样机、智能超声波清洗机、电位滴定仪、石油产品倾点、凝点、浊点试验器、润滑油液相绣蚀试验器、便携式pH计、卤素水分测定仪、工业分析仪、量热仪、红外碳氢仪微量水分测定仪等检测仪器。

**2.8 中铝矿业有限公司**

中铝矿业有限公司具有年供矿400万吨，年产氧化铝200万吨、碳素制品12万吨、金属镓40吨，年自发电15亿千瓦时的生产能力。拥有铝土矿资源保有储量1.5亿吨。生产指挥保障中心专职从事科技管理、技术开发、分析检测、高纯镓和超细氢氧化铝系列产品开发及生产。主要任务是围绕公司生产经营和科技发展，研究开发新工艺、新技术、新产品，组织科技计划项目的实施，承担进厂原燃料、出厂产品和部分过程样品的质量检测，承担公司大型窑炉的热工测定，负责金属镓深加工及其衍生产品的开发及生产。

**2.9 河北四通新型金属材料股份有限公司**

河北四通新型金属材料股份有限公司专业从事功能性中间合金新材料的研发、制造和销售，是国内最大的中间合金生产企业之一；是国家火炬计划重点高新技术企业、河北省高新技术企业、河北省创新型企业、科技型中小企业和河北省首批“专精特新”企业；通过了ISO9001质量管理体系认证、ISO/TS 16949汽车行业质量管理体系认证、ISO14001环境管理体系认证和CNAS 实验室认证；是中国有色金属工业协会理事单位、钛工业进展常务理事单位、中国材料进展常务理事单位；拥有国家国际科技合作基地、河北省企业技术中心、省级航空航天金属材料工程技术研究中心和省级院士工作站；是“十二五”国家高技术发展计划（863计划）新材料技术领域“新型轻质与高强韧耐蚀合金及其构件精密制备技术”主题项目的牵头单位；国家国际科技合作项目“航空航天用新型铝合金晶粒细化剂制备技术联合研发”的承担单位；国家标准《铝中间合金》（GB/T 27677-XXXX）的起草单位。共拥有6项国家发明专利，15项实用新型专利，14项非专利技术，多项储备和研发产品项目。

**2.10 中铝山西新材料有限公司**

中铝山西新材料有限公司是山西省第一家拥有“矿山-氧化铝-电解铝-铝加工”并配套自备发电机组的完整铝产业链的大型企业，技术研发中心是中铝山西新材料有限公司的技术研发机构。承担着公司新材料、新产品、新技术、新工艺的研发与推广应用工作，负责公司科技管理与知识产权的管理工作，负责研发过程分析检测工作以及分析方法及标准的研究，负责公司的原燃物料和过程样品的分析检测等工作。

3、主要工作过程（征求意见过程，讨论会情况）和工作内容

3.1 征求意见过程

从项目申报开始，中国铝业郑州有色金属研究院有限公司（国家轻金属质量监督检验中心）就组建了GB/T 20975.13-201X《铝及铝合金化学分析方法 第13部分：钒含量的测定》起草项目组。项目组由长期负责标准制修订的教授级高工担任组长，高级工程师、工程师及硕士担任组员。2018年3月全国有色金属标准化技术委员会在昆明市召开了任务落实会，根据会上的讨论，形成征求意见稿，之后广泛征求相关单位意见，再根据各单位意见形成预审稿。

根据任务落实会议精神，广东省工业分析检测中心组建了《铝及铝合金化学分析方法 第13部分：钒量的测定》中方法二标准的起草项目组，由长期负责标准制修订的教授级高工担任组长，数名高级工程师、工程师组成。在立项阶段，项目就开始广泛进行调研，利用华南质检中心承担的铝型材产品质量抽查工作的有利条件，对华南乃至全国多家铝合金生产厂家生产的铝合金产品进行钒含量的分析，同时在接受客户委托铝及铝合金样品分析业务时，积累了铝及铝合金产品、铝中间产品中钒含量的分析数据。为完成此项工作，我们查阅了相关资料，对钒含量测定的方法进行了分析筛选和试验确定。

2012年广州有色金属研究院起草完成了YS/T 807.13-2012《铝中间合金化学分析方法 第13部分：钒含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法》，钒的测定范围为2.00%～12.00%，适用于铝中间合金中AlV2.5、AlV3、AlV4、AlV5、AlV10等牌号中钒含量的测定。项目组经过查询GB/T27677-2017《铝中间合金》、GB/T 8733－2016《铸造铝合金锭》、GB/T 3190－201X《变形铝及铝合金化学成分》、GB/T 1196－2017《重熔用铝锭》、YS/T 275－2008《高纯铝》、YS/T 665－2009《重熔用精铝锭》等相关铝及铝合金产品标准，发现在GB/T27677-2017《铝中间合金》中有AlV2.5、AlV3、AlV4、AlV5、AlV10四个牌号，又为了衔接此标准方法一中钒的测定范围0.0005%～1.0%，于是将此标准方法二的测定范围定为1.0%～12.0%。

3.2 调研和分析工作情况

在当前国家“一带一路”、“中国制造2025”、国际产能和装备制造合作等战略发展形势下，随着国内外铁路、航空、电力和核发展等有力推动，促使轻量化结构材料---铝合金的需求量不断增长。随着铝工业的不断发展，产品质量的提高，用户需求的要求水平提高，出现了许多新增的铝合金广泛应用于航空航天、国防军事装备领域及汽车等民用产品中，如新增了AlV2.5、AlV3、AlV4、AlV5、AlV10等牌号。每个新增牌号都对V的组份有要求，例如AlV2.5牌号要求V含量在2.0%～3.0%，AlV10牌号要求V含量在9.0%～11.0%。

现有的GB/T20975系列 《 铝及铝合金化学分析方法》中没有此范围钒的检测方法。现有的YS/T 807《铝中间合金化学分析方法》中有钒含量在2.0%～12.0%的检测方法，但是没有V含量小于2.0%的检测方法。现有的YS/T 1075《钒铝、钼铝中间合金化学分析方法》中有钒含量在0.01%～0.3%和40.0%～90.0%的检测方法，但是也没有V含量在1.0%～12.0%的检测方法。

高含量钒的测定方法一般用硫酸亚铁铵滴定法。此方法具有测定结果准确度高、操作简便、无需昂贵的分析仪器等特点，目前被国内外实验室广泛采用。我们编制组通过对铝及铝合金中钒的硫酸亚铁铵滴定法测定条件和测定方法进行系统研究，并确定方法的准确度及精密度，最终形成国家标准。为了与GB/T 20975.13《铝及铝合金化学分析方法 第13部分：钒含量的测定》中的方法一相衔接，方法测定范围为1.0%～12.0%。

3.3 讨论会情况

 根据2015年全国有色金属标准化技术委员会年会会议精神（2015年11月11日～11月14日）和2016年8月河北省邯郸会议（有色标委【2016】27号《关于召开有色金属标准复审等工作会议的通知》）会议精神，确定将GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》和YS/T 807《铝中间合金化学分析方法》等标准进行整合，补充完善GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》标准体系。按照任务落实会议要求，广东省工业分析检测中心负责起草GB/T 20975.13-201X《铝及铝合金化学分析方法 第13部分：钒含量的测定》，将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 苯甲酰苯胲分光光度法》和YS/T 807.13-2012《铝中间合金化学分析方法 第13部分：钒含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法》进行整合，将GB/T 20975.13-2008作为新起草标准中“方法一：苯甲酰苯胲分光光度法”，钒的测定范围为0.0005%～1.0%，由郑研院继续负责；YS/T 807.13-2012作为新起草标准中“方法二：硫酸亚铁铵滴定法”，钒的测定范围为1.0%～12.0%，由广东省工业分析测试中心负责。

 2017年12月13日-15日，中国铝业郑州有色金属研究院有限公司在河南省郑州市组织召开了会议，来自广东省工业分析检测中心、东北轻合金有限责任公司、贵州省分析测试研究院等16个单位的26名代表参加会议。会议提出对GB/T 20975.13《铝及铝合金化学分析方法 第13部分：钒含量的测定》保留苯甲酰苯胲分光光度法并作为方法一，同时增加硫酸亚铁铵滴定法并作为方法二，并确认GB/T 20975.13《铝及铝合金化学分析方法 第13部分：钒含量的测定》中的方法二标准由广东省工业分析检测中心负责起草。会议还提出针对GB/T 20975.13《铝及铝合金化学分析方法 第13部分：钒含量的测定》中方法二的修订，扩大检测范围，由2.00%～12.00%修改为1.00%～12.00%，同时修改范围扩大后的精密度要求。

 2018年3月14日-16日，全国有色金属标准化技术委员会在云南省昆明市召开了有色金属标准工作会议，有全国有色金属标准化技术委员会、中国铝业郑州有色金属研究院有限公司、东北轻合金有限责任公司、广东省工业分析检测中心、国标（北京）检验认证有限公司、河北四通新型金属材料股份有限公司、西北有色金属研究院、长沙矿冶研究院有限责任公司、贵州省分析测试研究院、山东兖矿轻合金有限公司、有研亿金新材料有限公司、国家再生有色金属橡塑材料质量监督检验中心、北京有色金属与稀土应用研究所、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、内蒙古锦联铝材有限公司、昆明冶金研究院等多家单位的代表参加了会议。会议对国家标准GB/T 20975.13《铝及铝合金化学分析方法 第13部分：钒含量的测定》进行任务落实，国家标准GB/T 20975.13《铝及铝合金化学分析方法 第13部分：钒含量的测定》中的方法二由广东省工业分析检测中心负责起草，参与起草单位有中国铝业郑州有色金属研究院有限公司、河北四通新型金属材料股份有限公司、长沙矿冶研究院有限责任公司、山东兖矿轻合金有限公司、南山铝业有限公司、内蒙古锦联铝材有限公司。会议确定了国家标准GB/T 20975.13《铝及铝合金化学分析方法 第13部分：钒含量的测定》中方法二中钒的测定范围为1.0%～12.0%。

2018年7月全国有色金属标准化技术委员会在内蒙古自治区省霍林郭勒市召开了GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》系列国家标准中GB/T 20975.28、GB/T 20975.29、GB/T 20975.30、20975.31等4个部分的审定会议，同时对其余部分进行了讨论。

3.4 预审会议情况

2019年6月25日～26日，全国有色金属标准化委员会在青岛召开标准预审会，来自东北轻合金有限责任公司、广州省工业分析检测中心、贵州省分析测试研究院、国标（北京）检验认证有限公司、中铝材料应用研究院有限公司、长沙矿冶研究院有限责任公司、昆明冶金研究院、河北四通新材料有限公司、中铝矿业有限公司等二十多家单位对GB/T 20975.13《铝及铝合金化学分析方法 第13部分：钒含量的测定》等标准进行了预审，经过与会专家认真仔细的讨论，针对标准名称一致性、标准文本格式、计算公式表达、重复性限与再现性限数据处理等内容提出了意见和建议。项目组根据意见和建议，结合国家标准委及全国有色金属标准化委员会对标准制修订的最新要求，编制了《送审稿》和《送审稿编制说明》。

3.5 主要工作过程

从该标准起草项目申报开始，中铝郑州有色金属研究院有限公司（国家轻金属质量监督检验中心）就组建了GB/T 20975.13-201X《铝及铝合金化学分析方法 第13部分：钒含量的测定》起草项目组。项目组由长期负责标准制修订的教授级高工担任组长，高级工程师、工程师及硕士担任组员。2018年3月全国有色金属标准化技术委员会在云南省昆明市召开了GB/T 20975.13-201X《铝及铝合金化学分析方法 第13部分：钒含量的测定》起草第一次工作会议，会上确定了GB/T 20975.13-201X的起草思路。《铝及铝合金化学分析方法 第13部分：钒含量的测定》中方法一：苯甲酰苯胲分光光度法修改采用ASTM E34-2002《铝及铝合金化学分析方法》中钒含量测定的部分，方法原理是“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胲形成的黄色络合物。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。”该方法中钒的测定范围为0.0005%～0.50%，此次修订将钒的测定范围扩大为0.0005%～1.00%。在总结过去工作经验的基础上，认真地进行了条件试验，对共存离子进行了干扰试验，对方法进行了样品分析，在此基础上我们编制完成了《实验报告》，并进行了充实完善。

按照《标准草案》、《试验报告》、《复验报告》、《复核报告》等编制要求，起草项目组和复验、复核单位紧密结合，进行了一系列试验。进行的试验项目如下：溶解方式的选择、酸度介质的选择、硫酸亚铁铵溶液和高锰酸钾溶液加入量的选择、尿素和亚硝酸钠加入量的选择、加入亚硝酸钠后放置时间和指示剂加入量的选择、共存离子的影响试验、方法精密度试验、样品加标回收试验等等。按照《标准文本》和《试验报告》中样品分析步骤，起草项目组对1个铝合金样品和2个模拟样品进行了7次分析，并对分析结果进行了数据统计。通过最佳测定条件的选择，在优化的实验条件下测定铝及铝合金样品，结果样品的加标回收率为98.8%～101%，相对标准偏差在0.59%～3.70%。该方法操作简单、快速，灵敏度和准确度都较高，完全可以满足对铝及铝合金产品中1.0%～12.0%钒含量的测定。

2018年10月，项目组编制了GB/T 20975.13-201X《铝及铝合金化学分析方法 第13部分：钒含量的测定》征求意见稿，通过会议、发函征求了数十家单位对征求意见稿的意见和建议，单位包括长沙矿冶研究院有限责任公司、贵州省分析测试研究院、昆明冶金研究院等科研院所，还包括包头铝业有限公司、中铝矿业有限公司等企业，以及郑州大学、中南大学等高等院校，收集对征求意见稿的反馈信息，汇总、分析意见和建议，与提出建议和意见的实验室充分沟通，完善补充修改征求意见稿。收集到对征求意见稿的反馈信息，汇总、分析意见和建议见下表。

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 标准章条编号 | 意见内容 | 提出单位 | 处理意见 | 备注 |
| 1 | 封面 | 标准封面格式（包括标准分类号、英文名称和发布单位字体及格式等）按GB/T 1.1-2009进行修改。 | 中国有色金属工业标准计量质量研究所 | 采纳 |  |
| 2 | 前言 | GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》分为37部分：每个部分的名称进行重新确认修改。 | 东北轻合金有限公司 | 采纳 |  |
| 3 | 前言 | 增加：——增加了标准使用安全警告；——增加了规范性引用文件（见2）；——增加了术语和定义（见3）；。” | 中国有色金属工业标准计量质量研究所 | 采纳 |  |
| 4 | 1  | 修改为“GB/T 20975的本部分规定了用苯甲酰苯胲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。” | 中国有色金属工业标准计量质量研究所 | 采纳 |  |
| 5 | 3 | 新增加：3 术语和定义 GB/T 20000.1界定的术语和定于适用于本文件。后面的章条号依次增加。 | 中国有色金属工业标准计量质量研究所 | 采纳 |  |
| 6 | 4.5.2和5.4.2 | 平行试验修改为“平行做两份试验。” | 北矿检测技术有限公司 | 采纳 |  |
| 7 | 4.5.1 | 表1中“≥”修改为“＞”；“稀释倍数R” 修改为“稀释倍数T” | 包头铝业有限公司 | 采纳 |  |
| 8 | 4.5.1、4.7.1、4.7.2 | 表格均取消标题 | 东北轻合金有限公司 |  |  |
| 9 | 4.6.2 | 计算结果表示保留两位有效数字，数值修约执行GB/T 8170。 | 东北轻合金有限公司 |  |  |
| 10 | 4.6.3 | 新增： 4.6.3 取两次测试结果的平均值。 | 中金岭南有色金属股份有限公司 |  |  |
| 11 | 5.5.2 | 修改为“计算结果表示至小数点后两位，数值修约执行GB/T 8170。” | 中金岭南有色金属股份有限公司 | 采纳 |  |
| 12 | 5.5.3 | 新增： 5.5.3 取两次测试结果的平均值。 | 中金岭南有色金属股份有限公司 | 采纳 |  |
| 13 | 5.4.3.2、5.6.1、5.6.2 | 表格均取消标题 | 东北轻合金有限公司 | 采纳 |  |
| 14 | 5.4.3.2 | 表3中“≥”修改为“＞” | 中国铝业连城分公司 | 采纳 |  |
| 15 | 4.6、5.7 | 完善精密度数据，补充试验数据。 | 中金岭南有色金属股份有限公司 | 不采纳 | 数据足够，无需要补充。 |
| 16 | 文本格式 | 严格按照最新国家标准编写规范撰写。 | 中国有色金属工业标准计量质量研究所 | 采纳 |  |

2018年10月至2019年6月，标准编制小组与贵州省分析测试研究院、长沙矿冶研究院有限责任公司等验证单位联系，对标准进行复验和复核验证，起草项目组汇总上述意见和建议，结合国家标准委及全国有色金属标准化委员会对标准制修订的最新要求，汇总统计了贵州省分析测试研究院、长沙矿冶研究院有限责任公司等单位的复验、复核结果，以及征求意见并吸纳合理建议的基础上，形成了《预审稿》和《预审稿编制说明》。

二、 标准编制原则

 负责单位组建了《铝及铝合金化学分析方法 第13部分：钒含量的测定》国家标准起草小组、撰写开题报告，落实课题组长及课题成员的任务，确定标准编审原则如下：

1、符合性：该标准按照GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的要求对本部分进行了编写。

2、合理性：以满足我国铝及铝合金产品实际生产和使用的需要为原则，与实际相结合，提高标准的适用性。反映当前国内各生产企业的技术水平，宜于应用，经济上合理，兼顾现有资源的合理配置，提高了标准的可操作性。

3、先进性：该方法操作简便，系统稳定，工作效率高，精密度和准确度好，能很好地满足产品的需要。

三、确定标准主要内容的依据

方法一: 苯甲酰苯胲分光光度法

1 测定范围的选择

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 苯甲酰苯胲分光光度法》中规定钒的测定范围为0.0005%～0.50%，能够满足标准颁布实施时各种牌号铝及铝合金中钒含量分析需求。此次标准起草中，项目小组经过查询GB/T 8733－2016《铸造铝合金锭》、GB/T 3190－201X《变形铝及铝合金化学成分》、GB/T 1196－2017《重熔用铝锭》、YS/T 275－2008《高纯铝》、YS/T 665－2009《重熔用精铝锭》等相关铝及铝合金产品标准，发现在GB/T 3190－201X《变形铝及铝合金化学成分》中“8022”牌号规定钒的质量分数要求在0.40%～0.8%，为了满足该牌号分析钒含量的要求，将钒的测定范围定为0.0005%～1.0%。

2共存离子的影响

标准起草项目组通过对GB/T 8733－2016《铸造铝合金锭》、GB/T 3190－201X《变形铝及铝合金化学成分》、GB/T 1196－2017《重熔用铝锭》、YS/T 275－2008《高纯铝》、YS/T 665－2009《重熔用精铝锭》等相关铝及铝合金产品标准中分析检测钒含量的牌号进行查对，在不考虑高含量Si对钒元素的干扰时，方法需要考虑的铝及铝合金牌号为：20%Ca（AlCa20）对V（0.05%）的影响；16%Ti（AlTi15）对V（0.7%）的影响；7.4%Zn（7278）对V（0.05%）的影响；6.8%Fe（8022）对V（0.50%）的影响；6.8%Cu（2219）对V（0.05%）的影响；3.2%Mg（7278）对V（0.05%）的影响；1.5%Mn（3104）对V（0.05%）的影响；1.7%B（AlTi1.7B1.4）对V（0.05%）的影响；1.3%Li（2050）对V（0.05%）的影响；0.7%Ag（2050）对V（0.05%）的影响；0.40%Cr（3010）对V（0.05%）的影响；0.25%Zr（2021）对V（0.05%）的影响；0.08%Sn（2021）对V（0.05%）的影响；0.20%Cd（2021）对V（0.05%）的影响等14种情况。按照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 苯甲酰苯胲分光光度法》中的规定，不同钒含量采取不同的称样量，见表1。按照表1计算的共存元素最大加入量见表2。

表1

|  |  |
| --- | --- |
| 钒的质量分数/% | 试料量/g |
| 0.0005～0.001 | 2.00 |
| ＞0.001～0.010 | 1.00 |
| ＞0.010～0.050 | 0.20 |
| ＞0.050～0.50 | 0.20 |
| ＞0.50～1.0 | 0.20 |

表2

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 最大量共存元素合金牌号 | 钒的质量分数/% | 试料量/g | 共存元素最大量/mg |
| 20%Ca（AlCa20） | 0.05 | 0.20 | 40 |
| 16%Ti（AlTi15） | 0.7 | 0.20 | 32 |
| 7.4%Zn（7278） | 0.05 | 0.20 | 14.8 |
| 6.8%Fe（8022） | 0.50 | 0.20 | 13.6 |
| 6.8%Cu（2219） | 0.05 | 0.20 | 13.6 |
| 3.2%Mg（7278） | 0.05 | 0.20 | 6.4 |
| 1.5%Mn（3104） | 0.05 | 0.20 | 3 |
| 1.7%B（AlTi1.7B1.4） | 0.05 | 0.20 | 3.4 |
| 1.3%Li（2050） | 0.05 | 0.20 | 2.6 |
| 0.7%Ag（2050） | 0.05 | 0.20 | 1.4 |
| 0.40%Cr（3010） | 0.05 | 0.20 | 0.8 |
| 0.25%Zr（2021） | 0.05 | 0.20 | 0.5 |
| 0.08%Sn（2021） | 0.05 | 0.20 | 0.16 |
| 0.20%Cd（2021） | 0.05 | 0.20 | 0.4 |

按照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 苯甲酰苯胲分光光度法》进行单元素干扰试验，结果见表3。

表3 共存元素干扰试验（60μg钒）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 共存离子 | 共存离子加入量（mg） | 加入形式 | 测得钒量（μg） | 回收率（%） |
| Si4+ | 10 | Na2SiO3 | 60.0 | 100 |
| Fe3+ | 14 | FeCl3 | 59.5 | 99.2 |
| Cu2+ | 14 | CuSO4 | 60.2 | 100.3 |
| Mg2+ | 6.5 | MgSO4 | 60.0 | 100 |
| Mn2+ | 3 | MnSO4 | 60.0 | 100 |
| Zn2+ | 15 | ZnSO4 | 60.1 | 100.2 |
| Ni2+ | 6.5 | NiSO4 | 59.6 | 99.3 |
| Cd2+ | 0.4 | CdSO4 | 59.3 | 98.8 |
| Zr4+ | 0.5 | ZrOCl2 | 60.3 | 100.5 |
| Li+ | 3 | Li2CO3 | 60.0 | 100 |
| Cr6+ | 1 | K2Cr2O7 | 60.3 | 100.5 |
| Ti4+ | 32 | TiOSO4 | 59.5 | 99.2 |
| Ca2+ | 40 | CaCl2 | 60.0 | 100 |
| Ag+ | 1.5 | AgNO3 | 60.0 | 100 |
| B3+ | 3.5 | NaBF4 | 60.0 | 100 |
| Sn2+ | 0.2 | SnCl2 | 60.0 | 100 |

由表3可以看出：试液中10mg硅，14mg铁、铜，1mg铬，40mg钙，3mg锰、锂，32mg钛，6.5mg镁，0.5mg锆，6.5mg镍，3.5mg硼，0.2mg锡，0.4mg镉，1.5mg银，15mg锌（以上非最大量），对60μg钒的测定无干扰。

合金中共存的其他元素含量很低，基本都在微克量级，不干扰测定。

3 样品分析

3.1 分析步骤

3.1.1 按表4称取试料置于300mL烧杯中，按表l加入氢氧化钠溶液(2.1.3)，盖上表皿，缓慢加热分解，加入数滴过氧化氢(2.1.2)，继续加热至完全分解。

表 4

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 钒的质量分数/% | 试料/g | 氢氧化钠溶液（2.1.3）体积 | 硫酸（2.1.4）体积 | 试液总体积 | 移取试液体积 | 补加硫酸（2.1.4）体积 |
| mL |
| 0.0005～0.001 | 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 |
| ＞0.50～1.00 | 0.20 | 10 | 15 | 100 | 5.00 | 10 |

3.1.2 加入30mL水，按表4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(2.1.5)，摇匀。按表1将试液移入200mL分液漏斗中，补加相应量的硫酸(2.1.4)，冷却至室温。加水使试液体积为90mL～100mL。

注：对于铜质量分数大于0.1%的铝合金试样，按以下方法进行：将试料置于300mL聚四氟乙烯烧杯中，按表4加入氢氧化钠溶液(2.1.3)，盖上表皿，缓慢加热分解，分次加入3mL过氧化氢(2.1.2)，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(2.1.2)进行反复处理，冷却。用30mL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5)的300mL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(2.1.4)及几滴亚硫酸钠溶液(2.1.5)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(2.1.5)使氧化锰水合物完全溶解。煮沸lmin～2min，冷却。按表4将溶液移入200mL分液漏斗中，补加相应量的硫酸(2.1.4)，冷却至室温。加水使体积为90mL～100mL。

3.1.3 以下按实验方法进行，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440nm处，测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的钒量。

3.2 工作曲线的绘制

 于一组200mL分液漏斗中各加入50mL水，lOmL硫酸(2.1.4)，冷至室温。分别加入0mL、2.00mL、4.00mL、8.00mL、12.00mL、16.00mL、20.OOmL钒标准溶液(2.1.11)，加水使体积为90mL～lOOmL。以下按实验方法进行，以试剂空白溶液(不加钒标准溶液者)为参比，于分光光度计波长440nm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、对不同含钒量的6个铝及铝合金样品进行独立的11次分析，分析结果见表5。

表5 样品分析及结果对照

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 样品编号 | 测定结果/%  | 平均值/% | SD  | ICP-AES分析结果/% |
| 1 | 纯铝1号 | 0.00031、0.00032、0.00027、0.00030、0.00027、0.00030、0.00031、0.00028、0.00031、0.00032、0.00032 | 0.00030 | 0.00002 | 0.00031、0.00030、0.00031 |
| 2 | G211 | 0.00115、0.00118、0.00121、0.00123、0.00125、0.00131、0.00132、0.00122、0.00117、0.00121、0.00123 | 0.00122 | 0.00005 | 0.00118、0.00121、0.00123 |
| 3 | E6305 | 0.0182、0.0181、0.0180、0.0181、0.0178、0.0180、0.0189、0.0189、0.0180、0.0179、0.0180 | 0.0182 | 0.0004 | 0.0184、0.0179、0.0182 |
| 4 | E6304 | 0.0331、0.0331、0.0336、0.0327、0.0321、0.0340、0.0329、0.0327、0.0325、0.0338、0.0340 | 0.0331 | 0.0006 | 0.0329、0.0333、0.0331 |
| 5 | 模拟样A | 0.404、0.402、0.402、0.398、0.400、0.395、0.398、0.404、0.401、0.408、0.402 | 0.401 | 0.0035 | 0.402、0.404、0.401 |
| 6 | 模拟样B | 0.853、0.845、0.863、0.848、0.855、0.853、0.849、0.860、0.855、0.860、0.863 | 0.855 | 0.0061 | 0.857、0.861、0.852 |

备注：1、模拟样A：0.2000g纯铝+8.00mL钒标准贮存溶液(lmL含0.10mg钒)，理论计算钒质量分数0.40%；2、模拟样B：0.2000g纯铝+17.00mL钒标准贮存溶液(lmL含0.10mg钒)，理论计算钒质量分数0.85%；

方法二: 硫酸亚铁铵滴定法

查阅了相关资料，通过大量的试验确定了《铝及铝合金化学分析方法 第13部分：钒量的测定》中方法二标准中样品的溶解方式的选择、酸度介质的选择、硫酸亚铁铵溶液和高锰酸钾溶液加入量的选择、尿素和亚硝酸钠加入量的选择、加入亚硝酸钠后放置时间和指示剂加入量的选择、共存离子的影响试验、方法精密度试验、样品加标回收试验等等。

按照《标准草案》、《试验报告》、《一验报告》、《二验报告》等编制要求，起草项目组和一验、二验单位紧密结合，进行了下列试验：

1 溶解方式的选择

钒含量的测定方法一般都是硫酸溶解。碳含量高的样品，可加入硝酸帮助溶解，但是硝酸必须冒硫酸盐去除，以免影响后面的氧化还原滴定。为了消除钨的颜色干扰，一般加入磷酸掩蔽钨。于是我们确定加入磷酸、硫酸和硝酸，加热溶解试料至冒硫酸烟。我们发现加入浓硫酸溶解样品时，溶解过程中试液浑浊，且加入硝酸时容易飞溅。所以我们溶样时选择加入硫酸（1+1）。

2 酸度介质的选择

溶样时我们选择加入磷酸、硫酸和硝酸溶解试料。经试验发现：溶样时加入硝酸比不加硝酸，试料溶解较快；硫酸加入量增多，试料溶解也较快些。硫酸（1+1）加入量在20mL以下时，终点颜色突变不明显；硫酸（1+1）加入量在20mL以上时，终点颜色突变明显。对于含钨样品，磷酸的加入可以消除钨的颜色对后面滴定时颜色突变的干扰,但是磷酸加入量太多，冒硫酸烟时容易生成焦磷酸盐，使得溶液不清亮。所以，我们选择加入5mL磷酸、30mL硫酸(1+1)和0.5mL硝酸。

而在YS/T 807.13-2012《铝中间合金化学分析方法 第13部分：钒含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法》中，样品的溶解方式选择加入10mL磷酸、10mL硫酸和2mL硝酸。两个方法相比较，在满足样品溶解较快，溶解后溶液清亮，滴定时终点颜色突变明显等条件下：本方法选择加入30mL硫酸（1+1），滴定时终点突变更明显，使用时也更安全；本方法选择更少的5mL磷酸和0.5mL硝酸，更节省试剂，也更少污染环境。

3 硫酸亚铁铵溶液和高锰酸钾溶液的加入量选择

样品溶解完全并加水至100mL冷却至室温后，为了消除样品中Cr6+的影响，我们在加入高锰酸钾溶液前加入硫酸亚铁铵溶液还原Cr6+，然后再用高锰酸钾将V3+全部氧化至V5+。高锰酸钾氧化钒时，溶液温度不能太高，否则高锰酸钾还会将Cr3+氧化至Cr6+而使结果偏高。还有高锰酸钾用量也要合适，高锰酸钾用量太少则不能完全将钒氧化；高锰酸钾用量太多则亚硝酸钠还原高锰酸钾时放置时间就要延长，还有可能不能将高锰酸钾完全还原。

经试验，我们选择加入5mL硫酸亚铁铵标准滴定溶液（7.8g/L），摇匀，滴加高锰酸钾溶液(25g/L)至出现微红色不消失再过量2滴，充分混匀，放置5min红色不褪去。

4 尿素和亚硝酸钠加入量的选择

尿素的存在使得亚硝酸钠还原高锰酸钾时不会还原V5+，同时可以分解过量的亚硝酸钠。我们选择亚硝酸钠还原过量的高锰酸钾，是由于亚硝酸钠本身具有还原性。本实验是基于氧化还原反应测定结果，因此亚硝酸酸钠的用量会影响到测定结果。

经试验，我们选择加入10mL尿素溶液（100g/L），滴加亚硝酸钠溶液（10g/L）至红色恰好消失并过量1滴，充分混匀。

5 加入亚硝酸钠后放置时间和指示剂加入量的选择

常用于硫酸亚铁铵标准溶液滴定的指示剂有二苯胺、二苯胺磺酸钠、N-苯代邻氨基苯甲酸等，本实验选择N-苯代邻氨基苯甲酸作为指示剂。由于用硫酸亚铁铵标准溶液滴定测定前被测定溶液中过量的亚硝酸钠需要分解完全，所以我们加入亚硝酸钠后有一个放置时间用来分解亚硝酸钠。

经试验，指示剂加入量太少，终点变化不明显；指示剂加入量太多，终点则会延长。标定和试样分析时，要加入相同量的指示剂以消除指示剂带来的测定结果误差，所以我们选择加入N-苯代邻氨基苯甲酸指示剂（2g/L）3滴。由于亚硝酸钠分解需要时间，所以我们选择加入亚硝酸钠后，放置一段时间。我们选择放置3min，最好1h以内滴定完毕。

6 共存离子的影响

标准起草项目组通过对GB/T27677-2017《铝中间合金》、GB/T 8733－2016《铸造铝合金锭》、GB/T 3190－201X《变形铝及铝合金化学成分》、GB/T 1196－2017《重熔用铝锭》、YS/T 275－2008《高纯铝》、YS/T 665－2009《重熔用精铝锭》等相关铝及铝合金产品标准中分析检测钒含量的牌号进行查对，方法需要考虑的铝及铝合金牌号为：AlV2.5、AlV3、AlV4、AlV5、AlV10。我们结合GB/T 20975.13-201X《铝及铝合金化学分析方法 第13部分：钒含量的测定》方法二中的称样量和测定溶液的定容以及分取体积，需要考虑测定溶液中的共存元素和共存元素最大加入量见下表6。

表6

|  |  |
| --- | --- |
| 共存元素 | 共存元素最大加入量/mg |
| Si | 1 |
| Al | 500 |
| Fe | 1.25 |
| Ti | 0.15 |
| B | 0.05 |

按照GB/T 20975.13-201X《铝及铝合金化学分析方法 第13部分：钒含量的测定》方法二进行单元素干扰试验和综合元素干扰试验，结果见表7。

表7

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 加入钒量（mg） | 共存离子 | 共存离子加入量（mg） | 测得钒量（mg） | 回收率（%） |
| 15.00 | Si | 1 | 14.96 | 99.73 |
| 15.00 | Al | 500 | 15.12 | 100.80 |
| 15.00 | Fe | 1.25 | 14.88 | 99.20 |
| 15.00 | Ti | 0.15 | 15.08 | 100.53 |
| 15.00 | B | 0.05 | 15.14 | 100.93 |
| 15.00 | Si+Al+Fe+Ti+B | 1+500+1.25+0.15+0.05 | 15.02 | 100.13 |

由上表可以看出：试液中1mg硅，500mg铝、1.25mg铁、0.15mg钛，0.05 mg硼对15mg钒的测定无干扰。合金中共存的其他元素含量很低，不干扰测定。

7 精密度和准确度试验

 通过对三个不同钒含量铝合金样品（模拟样品1、AlV5、模拟样品2）进行独立的7次分析，分析结果见表8。

表8 样品分析及结果对照

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 测定结果/%  | 平均值/% | RSD/%  | ICP-AES分析结果/% |
| 模拟样品1（0.5g纯铝，加入5mg钒） | 1.06、 0.98、 1.04、 1.02、 0.98、 0.96、 0.98 | 1.00 | 3.70 | 1.01 |
| ALV5 | 4.99、 5.11、 5.04、 5.21、 5.27、 4.85、 5.15 | 5.09 | 2.79 | 5.08 |
| 模拟样品2（0.5gAlV5，加入40mg钒） | 13.01、 13.04、 13.14、 12.98、 13.16、 12.96、 13.08 | 13.05 | 0.59 | 13.02 |

8 加标回收试验

称取0.5g纯铝，加入不同的钒量于锥形瓶中，进行加标回收试验，结果见表9。

表9 加标回收试验

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 称取纯铝/mg | 加入钒量/mg | 测得钒量/mg | 回收率/% |
| 0.5 | 5.00 | 5.05 | 101.00 |
| 0.5 | 10.00 | 9.88 | 98.80 |
| 0.5 | 15.00 | 15.08 | 100.53 |
| 0.5 | 20.00 | 19.88 | 99.40 |

由上表可以看出：该方法的加标回收率在98.8%～101%之间，能满足分析要求。

四、标准的水平分析

1、采用国际标准和国外先进标准的程度（IDT、MOD或NEQ）

GB/T 20975.13-201X《铝及铝合金化学分析方法 第13部分：钒含量的测定》中方法一：苯甲酰苯胲分光光度法，修改采用ASTM E34-2002《铝及铝合金化学分析方法》中钒含量测定的部分，钒的测定范围由0.0005%～0.50%扩大为0.0005%～1.00%。

2、国际、国外同类标准水平的对比分析

GB/T 20975.13-201X《铝及铝合金化学分析方法 第13部分：钒含量的测定》中方法一：苯甲酰苯胲分光光度法，修改采用ASTM E34-2002《铝及铝合金化学分析方法》中钒含量测定的部分。本标准涉及内容全面、条款详细，在制定过程中吸纳了国内、外最新相关技术，达到了国际先进水平。

3、与现有标准及制定中标准协调配套的情况

本标准是GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》系列国家标准中的一部分，与GB/T 1196-2017《重熔用铝锭》、GB/T 8733-2016《铸造铝合金锭》、GB/T 3190-2008《变形铝及铝合金化学成分》等标准相配套，主要应用于分析铝及铝合金产品中锌含量；同时又与GB/T 20975.25《铝及铝合金化学分析方法 第25部分：电感耦合等离子体原子发射光谱法》和GB/T 7999-2015《铝及铝合金光电直读发射光谱分析方法》互相配合，互为补充、衔接配套。

五、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

1、本标准与现行标准属于协调一致标准，锌含量的检测是满足现有产品标准的发展需求而制定，是属于为现有标准服务配套标准。

2、本标不涉及与任何国家法律、法规、规章及强制国家标准冲突问题，标准的制定符合国家相关法律、法规、规章的要求。本标准所引用的规范性文件全部是我国现行有效的国家标准或行业标准，是本标准的一部分，引用这些标准后，使本标准等要求与现行的相关法律、法规、规章及相关标准的关系不矛盾、不冲突，其相互关系非常协调。

六、标准中如涉及专利，应有明确的知识产权说明

本标准不涉及任何专利或知识产权。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

八、标准作为强制性或推荐性的建议

本标准是GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》系列国家标准中的一部分，建议本标准为推荐性国家标准。

九、贯彻标准的要求和措施建议

建议相关部门组织贯彻本标准的实施，采取有效措施向铝及铝合金产品的设计、生产、应用单位以及有关的检测机构宣贯本标准。建议本标准尽快发布，各相关单位及科研院所尽快开始执行本标准。

组织措施：建议由国家标准化管理委员会轻金属标准化委员会组织贯彻本标准的相关活动，利用各种条件，如工作组活动、标委会管理及活动、标准化技术期刊刊登、相关官网网上发布等。

技术措施：通过专家培训、技术交流等措施进行宣贯执行。

过渡办法：无。

十、废止现行有关标准的建议

本标准颁布实施后，建议废止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 苯甲酰苯胲分光光度法》、YS/T 807.13-2012《铝中间合金化学分析方法 第13部分：钒含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法》。

十一、其他应予说明的事项

 本标准遵守下列基础标准：

 GB/T 1.1-2009 标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规则

 GB/T 20001.4-2015 标准编写规则 第4部分：试验方法标准

 GB/T 17433 冶金产品化学分析基础术语 14

 GB/T 11792 测试方法的精密度在重现性或再现性条件下所得测试结果可接受的检查和最终测试结果的确定

 GB/T 3101 有关量、单位和符合的一般原则

 GB/T 3102.8 物理化学和分子物理学的量和单位

 GB/T 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

 GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

十二、预期效果

近些年来，我国有色金属的发展日新月异，产量和质量都得到了极大的提高，其中铝作为主要的有色金属占有及其重要的地位，电解铝的产量已突破4000万吨，牢牢占据世界首位。随着我国经济的快速发展，各种牌号的铝合金产品不断涌现，铝合金的用途也日益广泛，广泛应用于建筑、食品、医药、航空航天、高铁轻轨等方方面面，其质量和分析检测方法也越来越受到多方面的关注。所以就必须有更加科学、准确、快速、更加适用的分析检测方法标准进行技术支撑，以满足各种产品化学成分分析检测。

GB/T 20975-201X《铝及铝合金化学分析方法》是我国铝及铝合金化学成分分析测定的仲裁标准，是我国铝行业基础标准之一，也是目前世界上检测项目最全、技术水平最高的分析方法标准。GB/T 20975.13-201X《铝及铝合金化学分析方法 第13部分：钒含量的测定》是我国铝及铝合金中钒含量测定的主要标准，是我国铝工业中分析检测的基础标准之一。随着我国铝工业的发展，新技术、新工艺的应用，新产品的开发，必须有更加科学、准确、快速、更加适用的分析、检测方法的标准进行技术支撑，以满足各种产品的化学成分分析、检测。

本次修订对原标准做了系统的修改、补充和完善，无论是在分析方法准确性还是在方法的适用性、前瞻性、可操作性上都有了很大的提高和扩充，达到国际先进水平要求。新版标准全面反映了我国铝及铝合金化学检测技术水平，有利于促进国内铝生产企业进一步完善分析检测手段，进一步提升产品质量，提升我国在军工、航空航天、食品、医药等领域的技术水平。能够满足中国铝工业的实际使用和未来发展的需求，为中国铝工业的发展提供了基础性的技术支撑。

《铝及铝合金化学分析方法 第13部分：钒含量的测定》编制组

 2019年9月

**附录1：**

**方法一验证数据汇总**

长沙矿冶研究院有限责任公司按照《试验报告》进行了复验， 对不同含钒量的4个铝及铝合金样品进行独立的11次分析，分析结果见表6。

表6 样品分析及结果对照

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 测定结果/%  | 平均值/% | SD  | ICP-AES分析结果/% |
| 纯铝1号 | 0.00027、0.00031、0.00028、0.00031、0.00029、0.00027、0.00030、0.00031、0.00031、0.00030、0.00030 | 0.00030 | 0.000016 | 0.00030、0.00029、0.00030 |
| G211 | 0.00130、0.00122、0.00130、0.00138、0.00115、0.00133、0.00128、0.00112、0.00119、0.00121、0.00124 | 0.00125 | 0.000079 | 0.00126、0.00133、0.00124 |
| E6305 | 0.0176、0.0179、0.0173、0.0169、0.0174、0.0179、0.0185、0.0180、0.0172、0.0177、0.0170 | 0.0176 | 0.00048 | 0.0178、0.0172、0.0176 |
| E6304 | 0.0322、0.0308、0.0326、0.0330、0.0324、0.0332、0.0322、0.0317、0.0318、0.0328、0.0320 | 0.0322 | 0.00067 | 0.0326、0.0330、0.0320 |

贵州省分析测试研究院按照《试验报告》进行了复验，对不同含钒量的4个铝及铝合金样品以及2个模拟样品进行独立的11次分析，同时采用ICP-AES法进行了分析测定和结果比较，对3个样品进行了标准加入回收试验。分析结果见表7和表8。

表7 样品分析及结果对照

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 测定结果/%  | 平均值/% | SD  | ICP-AES分析结果/% |
| 纯铝1号 | 0.00034、0.00034、0.00033、0.00033、0.00035、0.00036、0.00034、0.00032、0.00031、0.00031、0.00032 | 0.00033 | 0.000016 | 0.00033、0.00032、0.00031 |
| G211 | 0.00129、0.00125、0.00134、0.00132、0.00126、0.00122、0.00121、0.00132、0.00119、0.00130、0.00129 | 0.00127 | 0.00005 | 0.00129、0.00132、0.00122 |
| E6305 | 0.0169、0.0177、0.0167、0.0173、0.0169、0.0167、0.0168、0.0171、0.0174、0.0169、0.0170 | 0.0170 | 0.00031 | 0.0167、0.0173、0.0171 |
| E6304 | 0.0357、0.0351、0.0346、0.0353、0.0354、0.0343、0.0348、0.0377、0.0341、0.0344、0.0335 | 0.0348 | 0.00049 | 0.0348、0.0353、0.0343 |
| 模拟样A | 0.397、0.400、0.396、0.390、0.404、0.395、0.396、0.397、0.390、0.389、0.401 | 0.396 | 0.0048 | 0.402、0.400、0.401 |
| 模拟样B | 0.842、0.855、0.839、0.840、0.835、0.848、0.849、0.850、0.840、0.832、0.829 | 0.842 | 0.0081 | 0.848、0.840、0.839 |

表8 加标回收率试验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 钒含量标准值（%） | 加入量（%） | 测定值（%） | 回收率（%） |
| G211 | 0.00127 | 0.1 | 0.10024 | 98.98 |
| 0.2 | 0.20044 | 99.59 |
| 0.5 | 0.50135 | 100.02 |
| E6305 | 0.0170 | 0.2 | 0.2154 | 99.26 |
| 0.5 | 0.5149 | 99.59 |
| E6304 | 0.0348 | 0.3 | 0.3368 | 100.60 |
| 0.5 | 0.5412 | 101.20 |

中铝矿业有限公司对不同含钒量的6个铝及铝合金样品进行独立的11次分析，分析结果见表9。

表9 样品分析结果

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 测定结果/%  | 平均值/% | SD  |
| 纯铝1号 | 0.00031、0.00028、0.00031、0.00028、0.00030、0.00031、0.00032、0.00032、0.00031、0.00032、0.00028 | 0.00030 | 0.00002 |
| G211 | 0.00125、0.00115、0.00131、0.00118、0.00120、0.00131、0.00117、0.00122、0.00121、0.00125、0.00125 | 0.00123 | 0.0001 |
| E6305 | 0.0181、0.0180、0.0180、0.0182、0.0188、0.0189、0.0180、0.0180、0.0179、0.0179、0.0180 | 0.0182 | 0.00035 |
| E6304 | 0.0337、0.0326、0.0339、0.0321、0.0326、0.0337、0.0329、0.0327、0.0325、0.0338、0.0340 | 0.0331 | 0.00069 |
| 模拟样A | 0.401、0.400、0.396、0.399、0.401、0.407、0.402、0.402、0.404、0.404、0.404 | 0.402 | 0.0030 |
| 模拟样B | 0.854、0.853、0.863、0.846、0.849、0.86、0.863、0.860、0.854、0.862、0.863 | 0.857 | 0.0061 |

备注：1、模拟样A：0.2000g纯铝+8.00mL钒标准贮存溶液(lmL含0.10mg钒)，理论计算钒质量分数0.40%；2、模拟样B：0.2000g纯铝+17.00mL钒标准贮存溶液(lmL含0.10mg钒)，理论计算钒质量分数0.85%；

内蒙古锦联铝材有限公司根据中铝郑州研究院提供的《试验报告》，按照试验步骤，对提供的不同含钒量的4个铝及铝合金样品和2个加标合成不同含量样品进行独立分析，各得到11个数据，分析结果见表10。

表10（%）

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 纯铝1号 | G211 | E6305 | E6304 | 模拟样A | 模拟样B |
| 1 | 0.00028 | 0.00128 | 0.0177 | 0.0322 | 0.401 | 0.851 |
| 2 | 0.00029 | 0.00131 | 0.0179 | 0.0323 | 0.398 | 0.846 |
| 3 | 0.00026 | 0.00135 | 0.0176 | 0.0322 | 0.402 | 0.853 |
| 4 | 0.00027 | 0.00133 | 0.0177 | 0.0326 | 0.397 | 0.846 |
| 5 | 0.00030 | 0.00130 | 0.0175 | 0.0334 | 0.397 | 0.846 |
| 6 | 0.00029 | 0.00134 | 0.0176 | 0.0332 | 0.396 | 0.849 |
| 7 | 0.00030 | 0.00130 | 0.0173 | 0.0338 | 0.398 | 0.853 |
| 8 | 0.00028 | 0.00126 | 0.0175 | 0.0323 | 0.403 | 0.848 |
| 9 | 0.00028 | 0.00133 | 0.0181 | 0.0320 | 0.399 | 0.849 |
| 10 | 0.00025 | 0.00130 | 0.0179 | 0.0319 | 0.396 | 0.850 |
| 11 | 0.00029 | 0.00128 | 0.0177 | 0.0315 | 0.395 | 0.847 |
| 平均值 | 0.00028 | 0.00131 | 0.0177 | 0.0325 | 0.398  | 0.849  |
| 标准偏差S | 0.000016 | 0.000028 | 0.00022 | 0.00070 | 0.0026  | 0.0026  |
| RSD | 5.71 | 2.14 | 1.24 | 2.15 | 0.65 | 0.31  |

注：模拟样A：称取0.2000g纯铝试样+0.8㎎钒；模拟样B：称取0.2000g纯铝试样+1.7㎎钒。

中铝山西新材料有限公司对不同含钒量的6个铝及铝合金样品进行独立的11次分析，分析结果见表11。

表11 样品分析及结果对照

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 纯铝1号 | G211 | E6305 | E6304 |
| 1 | 0.00033 | 0.0012 | 0.0185 | 0.034 |
| 2 | 0.00029 | 0.00123 | 0.0189 | 0.0341 |
| 3 | 0.00031 | 0.00118 | 0.0181 | 0.033 |
| 4 | 0.0003 | 0.00126 | 0.0185 | 0.0329 |
| 5 | 0.00029 | 0.00125 | 0.0179 | 0.0328 |
| 6 | 0.00032 | 0.00126 | 0.0175 | 0.033 |
| 7 | 0.00032 | 0.00119 | 0.0173 | 0.0331 |
| 8 | 0.00028 | 0.00117 | 0.0186 | 0.0327 |
| 9 | 0.00027 | 0.00118 | 0.0183 | 0.0326 |
| 10 | 0.0003 | 0.00119 | 0.0182 | 0.0328 |
| 11 | 0.0003 | 0.00123 | 0.0181 | 0.0329 |
| 平均值/% | 0.00030  | 0.00121 | 0.0182 | 0.033082 |
| SD  | 0.00002  | 0.00003 | 0.0005 | 0.0005 |

表12 重复性限、再现性限计算结果

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 重复性标准差Sr | 0.000017 | 0.000051 | 0.00035 | 0.00097 | 0.00357 | 0.00606 |
| 再现性标准差SR | 0.000023 | 0.000095 | 0.00061 | 0.00127 | 0.00508 | 0.00889 |
| 重复性限r | 0.000050 | 0.00014 | 0.00099 | 0.00274 | 0.0101 | 0.0171 |
| 再现性限R | 0.000065 | 0.00027 | 0.00172 | 0.00359 | 0.0144 | 0.0251 |

**附录2：**

**方法二验证数据汇总**

起草项目组与中国铝业郑州有色金属研究院有限公司、河北四通新型金属材料股份有限公司、长沙矿冶研究院有限责任公司、山东兖矿轻合金有限公司、南山铝业有限公司、内蒙古锦联铝材有限公司联系，对标准进行了复验和复核验证。6家单位按照标准制修订的要求，对本标准分别进行了认真负责的复验、复核，分别提交了复验、复核报告。验证情况汇总如下：

一验样品分析及结果对照（n=7）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 测定结果/%  | 平均值/% | RSD/%  | ICP-AES分析结果/% |
| 模拟样品1（0.5g纯铝，加入5mg钒） | 1.03、 1.05、 0.96、 0.98、 0.97、1.04、 1.02 | 1.01 | 3.56 | 1.01 |
| ALV5 | 5.12、 5.04、 5.03、 5.15、 4.99、 5.11、 5.11 | 5.08 | 1.14 | 5.08 |
| 模拟样品2（0.5gAlV5，加入40mg钒） | 13.14、 13.16、 13.16、 13.01、 13.04、13.08、 13.12 | 13.10 | 0.46 | 13.02 |

一验加标回收试验结果

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 称取纯铝/mg | 加入钒量/mg | 测得钒量/mg | 回收率/% |
| 0.5 | 5.00 | 5.05 | 101.00 |
| 0.5 | 10.00 | 10.05 | 100.50 |
| 0.5 | 15.00 | 14.97 | 99.80 |
| 0.5 | 20.00 | 19.92 | 99.60 |

二验单位钒量的验证结果（%）

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | 模拟样品1（0.5g纯铝，加入5mg钒） | ALV5 | 模拟样品2（0.5gAlV5，加入40mg钒） |
| 河北四通新型金属材料股份有限公司 | 0.98、 1.01、 1.00、 0.98、 1.01、 0.98、 0.99 | 5.26、 5.21、5.05、5.09、 5.24、 4.95、 5.08 | 13.01、 13.11、 12.89、 12.98、 13.15、 13.18、 12.98 |
| 长沙矿冶研究院有限责任公司 | 1.02、0.97、1.04、0.99、 1.03、 0.98、1.00 | 4.95 、5.32、 5.25、4.88、 5.25、 5.00、5.12 | 12.89、12.91、13.35、12.88、13.15、13.28、13.10 |
| 山东兖矿轻合金有限公司 | 0.95、0.98、1.02、1.04、 1.05、1.02、0.99 | 5.13、 5.09、5.04、5.34、 5.28、 5.01、5.22 | 12.87、12.97、12.92、13.12、13.04、13.24、13.09 |
| 南山铝业有限公司 | 0.97、 0.97、 1.00、 1.00、 1.00、 0.98、 0.99 | 5.07、 5.05、 4.94、 5.07、 5.18、 5.14、 5.14 | 12.94、 13.09、 13.02、 13.05、 13.09、 13.09、 13.07 |
| 内蒙古锦联铝材有限公司 | 0.99、1.02、0.98、0.99、 1.00、1.03、0.98 | 5.04、 5.11、5.17、4.98、 5.15、 5.25、4.88 | 13.07、12.98、13.03、12.92、13.01、13.13、12.99 |

 二验单位钒量的平均值（%）

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | 模拟样品1（0.5g纯铝，加入5mg钒） | ALV5 | 模拟样品2（0.5gAlV5，加入40mg钒） |
| 河北四通新型材料有限公司 | 0.99 | 5.13 | 13.04 |
| 长沙矿冶研究院 | 1.00 | 5.11 | 13.08 |
| 山东兖矿轻合金有限公司 | 1.01 | 5.16 | 13.04 |
| 南山铝业有限公司 | 0.99 | 5.08 | 13.05 |
| 内蒙古锦联铝材有限公司 | 1.00 | 5.08 | 13.02 |

二验单位测定结果标准偏差

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | 模拟样品1（0.5g纯铝，加入5mg钒） | ALV5 | 模拟样品2（0.5gAlV5，加入40mg钒） |
| 河北四通材料股份有限公司 | 0.014 | 0.114 | 0.106 |
| 长沙矿冶研究院责任公司 | 0.026 | 0.171 | 0.193 |
| 山东兖矿轻合金有限公司 | 0.035 | 0.125 | 0.127 |
| 南山铝业有限公司 | 0.014 | 0.079 | 0.055 |
| 内蒙古锦联铝材有限公司 | 0.020 | 0.125 | 0.067 |

二验单位测定结果相对标准偏差（RSD/%）

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | 模拟样品1（0.5g纯铝，加入5mg钒） | ALV5 | 模拟样品2（0.5gAlV5，加入40mg钒） |
| 河北四通材料股份有限公司 | 1.41 | 2.22 | 0.81 |
| 长沙矿冶研究院责任公司 | 2.60 | 3.35 | 1.48 |
| 山东兖矿轻合金有限公司 | 3.47 | 2.42 | 0.97 |
| 南山铝业有限公司 | 1.41 | 1.56 | 0.42 |
| 内蒙古锦联铝材有限公司 | 2.00 | 2.46 | 0.51 |