



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 22661.6-202X

代替 GB/T 22661.6-2008、GB/T 22662.4-2008

## 氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾 化学分析方法 第6部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法

Methods for chemical analysis  
of potassium fluotitanate, potassium fluoborate and potassium fluozirconate -  
Part 6: Determination of silicon content -  
Molybdenum blue photometric method

(预审稿)

202×-××-××发布

202×-××-××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

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》的规定起草。

本文件是GB/T 22661《氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾化学分析方法》的第6部分。GB/T 22661《氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾化学分析方法》共15部分：

- 第1部分：试样的制备和贮存；
- 第2部分：湿存水含量的测定 重量法；
- 第3部分：氟硼酸钾含量的测定 氢氧化钠容量法；
- 第4部分：镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第5部分：钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第6部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第7部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第8部分：游离硼酸含量的测定 氢氧化钠容量法；
- 第9部分：氯含量的测定 硝酸汞容量法和离子色谱法；
- 第10部分：五氧化二磷含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第11部分：铁含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第12部分：铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第13部分：氟钛酸钾含量的测定 硫酸高铁铵容量法；
- 第14部分：氟锆酸钾含量的测定 EDTA 容量法；
- 第15部分：杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。

本文件代替GB/T 22661.6-2008《氟硼酸钾化学分析方法 第6部分 硅含量的测定 钼蓝分光光度法》和GB/T 22662.4-2008《氟钛酸钾化学分析方法 第4部分 硅含量的测定 钼蓝分光光度法》。与GB/T 22661.6-2008《氟硼酸钾化学分析方法 第6部分 硅含量的测定 钼蓝分光光度法》和GB/T 22662.4-2008《氟钛酸钾化学分析方法 第4部分 硅含量的测定 钼蓝分光光度法》相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了氟钛酸钾、氟锆酸钾中总硅含量的测定方法（见第1章，2008年版的第1章）；
- b) 增加了氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾可溶硅测定方法（见第4章，2008年版的第3章）
- c) 更改了测定范围（见第1章，2008年版的第1章）；
- d) 更改了测定波长（见第4章，2008年版的第3章）；
- e) 更改了硅标准溶液的浓度（见5.8，2008年版的4.8）；
- f) 更改了称样量（见8.1，2008年版的7.1）；
- g) 更改了无水碳酸和硼酸熔剂和溶样盐酸的加入量（见8.4.1，2008年版的7.4.1）；
- h) 更改了碱熔样温度（见8.4.1，2008年版的7.4.1）；

- i) 更改了所用容量瓶的材质（见 8.4.1，2008 年版的 7.4.1）；
- j) 更改了试液的分取量和所用移液管的材质（见 8.4.2，2008 年版的 7.4.2）；
- k) 更改了显色剂和还原剂的加入量及反应时间（见 8.4.3，2008 年版的 7.4.2）；
- l) 更改试验数据处理（见 9，2008 年版的第 8 章）；
- m) 更改了精密度（见第 10 章，2008 年版的第 9 章）。

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。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本文件起草单位：内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司、国标（北京）检验认证有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、九鼎氟化工有限公司、中铝郑州有色金属研究院有限公司、东氟新材料有限公司。

本文件主要起草人：XXX、XXX、XXX、XXX、XXX、XXX、XXX、XXX。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

本文件首次发布于 2008 年，本次为第一次修订，修订时并入了 GB/T 22662. 4-2008《氟钛酸钾化学分析方法 第 4 部分 硅含量的测定 钼蓝分光光度法》。

## 引 言

氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾属于无机氟化盐，是重要的化工原料。氟钛酸钾主要用于铝钛硼合金制造、铝加工和轻金属熔炼的添加剂以及聚丙烯合成的催化剂等。氟硼酸钾主要用作制铝钛硼合金、热焊和铜焊的助熔剂，也用作电化学及阻燃材料等。氟锆酸钾主要用于生产金属锆和其他锆化合物的原料及镁铝合金，也可用于电器材料、耐火材料、电真空技术材料、陶瓷和玻璃的生产等。

结合标准体系优化工作的要求，GB/T 22661-202X《氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾化学分析方法》系列标准旨在整合GB/T 22661-2008《氟硼酸钾化学分析方法》（共10个部分）和GB/T 22662-2008《氟钛酸钾化学分析方法》（共9个部分）并新增“氟锆酸钾含量的测定”及“杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法”，整合后拟由15个部分构成：

- 第1部分：试样的制备和贮存；
- 第2部分：湿存水含量的测定 重量法；
- 第3部分：氟硼酸钾含量的测定 氢氧化钠容量法；
- 第4部分：镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第5部分：钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第6部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第7部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第8部分：游离硼酸含量的测定 氢氧化钠容量法；
- 第9部分：氯含量的测定 硝酸汞容量法和离子色谱法；
- 第10部分：五氧化二磷含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第11部分：铁含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第12部分：铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第13部分：氟钛酸钾含量的测定 硫酸高铁铵容量法；
- 第14部分：氟锆酸钾含量的测定 EDTA 容量法；
- 第15部分：杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。

钼蓝分光光度法具有选择性高，操作简单，灵敏度高等优点，已广泛应用于有色金属及其化合物中杂质元素的测定。本文件所描述方法可实现氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾产品中总硅元素和可溶硅元素的准确测定，方法快速、准确，为氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾产品的生产、贸易提供技术支撑，对促进氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾产品的生产与贸易具有重要意义。



# 氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾化学分析方法

## 第6部分：硅含量的测定

### 钼蓝分光光度法

#### 1 范围

本文件描述了氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾中硅元素含量的测定方法。方法为钼蓝分光光度法。本文件适用于氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾中硅元素含量的测定(总硅含量测定和可溶硅含量的测定)。测定范围(质量分数)0.010%~0.50%。

#### 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 22661.1 氟硼(钛、锆)酸钾化学分析方法 试样制备和贮存

#### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

#### 4 方法概述

总硅含量测定的试料用碳酸钠和硼酸混合熔剂熔融,盐酸溶解。可溶硅含量测定的试料加入硼酸络合氟,用硫酸溶解。试料溶解后,在pH值为0.85~0.90范围内,硅与钼酸铵形成黄色硅钼杂多酸。在硫酸介质中,经抗坏血酸还原成硅钼蓝,于分光光度计波长815 nm处测量其吸光度。

#### 5 试剂或材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合GB/T 6682规定的二级水。

- 5.1 无水碳酸钠,优级纯。
- 5.2 硼酸,优级纯。
- 5.3 盐酸(3mol/L)。
- 5.4 硫酸(1+1)。
- 5.5 硫酸(1+4)。
- 5.6 硼酸(40g/L)。
- 5.7 钼酸铵溶液(100 g/L):称取100 g四水合钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{MO}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ ,用少量水溶解,再

用水稀释至1L，混匀。此溶液贮存于聚乙烯瓶中。

5.8 抗坏血酸溶液（25g/L），用时现配。

5.9 硅标准贮存溶液（500g/L）：优先使用有证标准溶液或称取0.5000g研细的二氧化硅（基准试剂，预先在1000℃灼烧1h，并在干燥器中冷却至室温，置于铂坩埚中，加入5g无水碳酸钠（优级纯），混匀，置于950℃高温炉中熔融10min，取出冷却，加入热水，慢慢加热至完全溶解，冷却至室温。将溶液移入1L聚乙烯容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含0.500mg二氧化硅。

5.10 硅标准溶液（20g/L）：移取10.00mL硅标准贮存溶液（5.9）于250mL聚乙烯容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含0.020mg二氧化硅。用时现配。

## 6 仪器设备

6.1 铂坩埚：平底，50 mL，带铂盖。

6.2 高温炉：能控制温度在 860℃±20℃。

6.3 分光光度计。

6.4 聚乙烯容量瓶、聚乙烯移液管。

## 7 样品

按 GB/T 22661.1 进行制备和贮存试样，试样应符合 GB/T 22661.1 中 3.3 的要求。

## 8 试验步骤

### 8.1 样品

称取质量（ $m_0$ ）为 0.25g 的样品（7），精确至 0.0001g。

### 8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

### 8.3 空白试验

随同试料（8.1）做空白试验。

### 8.4 测定

8.4.1 总硅含量测定：将试料（8.1）置于铂坩埚中（6.1），加入1.3g无水碳酸钠（5.1）和0.3g硼酸（5.2），混匀。置于860℃的高温炉（6.2）中熔融 20 min，取出，稍冷。按表1加入盐酸（5.3），待剧烈反应后，放置于电炉上加热至熔块完全溶解，取下冷却至室温，移入100mL聚乙烯容量瓶中，洗净器皿，用水稀释至刻度，混匀，按表1分取试液置于100mL聚乙烯容量瓶中。

8.4.2 可溶硅含量测定：将试料（8.1）置于100mL聚乙烯容量瓶中，加入40mL硼酸（5.6），按表1加入

硫酸（5.5），以少许水将瓶壁上的试料洗入瓶底，盖紧瓶盖，充分摇动溶清试料，用水稀释至刻度，混匀，按表1用聚乙烯移液管分取试液置于100mL聚乙烯容量瓶中。

8.4.3 用水稀释（8.4.1）或（8.4.2）分取的试液至60mL~70mL，加入10mL钼酸铵溶液（5.7），混匀，放置15min~20min。加入10mL硫酸（5.4）、5mL抗坏血酸溶液（5.8），用水稀释至刻度，混匀，放置15min。

8.4.4 将部分溶液（8.4.3）移入1 cm 比色皿中，以水为参比，于分光光度计（6.3）波长 815 nm处测量其吸光度。分别在工作曲线上查得随同试料所作的空白试验溶液的二氧化硅质量（ $m_1$ ），试液的二氧化硅质量（ $m_2$ ）。

表 1 溶样酸的加入量及测试液分取量

硅的质量分数 %	总硅含量测定		可溶硅含量测定	
	盐酸（5.3）加入 量 mL	分取试液（8.4.1） 体积 $V_1$ mL	硫酸（5.5）加入 量 mL	分取试液（8.4.2） 体积 $V_1$ mL
0.010~0.050	20	25	5	25
>0.050~0.50	40	10	13	10

## 8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、硅标准溶液（5.10）分别置于一组 100mL 容量瓶中，加入 3.5mL 盐酸（1.3），以下按分析步骤（8.4.3）进行操作。

8.5.2 将部分溶液（8.5.1）移入 1 cm 比色皿中，以水为参比，于分光光度计（6.3）波长 815nm 处测量其吸光度。以硅质量分数为横坐标，减去试剂空白后的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

## 9 试验数据处理

硅含量以待测元素质量分数  $w_{si}$  计，按公式（1）计算：

$$w_{si} = \frac{(m_2 - m_1 + m_3) \cdot V_0 \times 0.4674 \times 10^{-3}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$m_2$ ——自工作曲线上查得的试液的二氧化硅质量，单位为毫克（mg）；

$m_1$ ——自工作曲线上查得的随同试料所作的空白试验溶液的二氧化硅质量，单位为毫克（mg）；

$m_3$ ——自工作曲线上查得的工作曲线空白溶液的二氧化硅质量，单位为毫克（mg）；

$V_0$ ——试液总体积，单位为毫升（mL）；

0.4674——二氧化硅换算成硅的系数；

$m_0$ ——试料的质量，单位为克（g）；

$V_1$ ——分取试液体积，单位为毫升（mL）。

硅含量  $w_{Si} < 0.10\%$  时，计算结果表示至小数点后三位；硅含量  $w_{Si} \geq 0.10\%$  时，计算结果表示至小数点后两位。数值修约按照 GB/T 8170 规定执行。

## 10 精密度

### 10.1 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，在表 2 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（ $r$ ）按照表 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2 重复性限（ $r$ ）

总硅含量测定的重复性限（ $r$ ）					
氟钛酸钾	$w_{Si}$ %	0.0122	0.0697	0.121	0.200
	$r$ %	0.002	0.005	0.010	0.014
氟硼酸钾	$w_{Si}$ %	0.0124	0.189	0.301	0.559
	$r$ %	0.002	0.014	0.018	0.031
氟锆酸钾	$w_{Si}$ %	0.0114	0.0299	0.0984	0.198
	$r$ %	0.002	0.003	0.009	0.013
可溶硅含量测定的重复性限（ $r$ ）					
氟钛酸钾	$w_{Si}$ %	0.0137	0.0680	0.122	0.199
	$r$ %	0.002	0.003	0.005	0.011
氟硼酸钾	$w_{Si}$ %	0.0122	0.180	0.298	0.453
	$r$ %	0.001	0.011	0.014	0.026
氟锆酸钾	$w_{Si}$ %	0.0112	0.0299	0.101	0.196
	$r$ %	0.002	0.003	0.007	0.010

## 10.2 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（ $R$ ）按照表 3 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 3 再现性限（ $R$ ）

总硅含量测定的再现性限（ $R$ ）					
氟钛酸钾	$w_{\text{si}}$ %	0.0122	0.0697	0.121	0.200
	$R$ %	0.002	0.011	0.013	0.014
氟硼酸钾	$w_{\text{si}}$ %	0.0124	0.189	0.301	0.559
	$R$ %	0.0006	0.018	0.019	0.042
氟锆酸钾	$w_{\text{si}}$ %	0.0114	0.0299	0.0984	0.198
	$R$ %	0.002	0.005	0.012	0.014
可溶硅含量测定的再现性限（ $R$ ）					
氟钛酸钾	$w_{\text{si}}$ %	0.0137	0.0680	0.122	0.199
	$R$ %	0.004	0.005	0.008	0.012
氟硼酸钾	$w_{\text{si}}$ %	0.0122	0.180	0.298	0.453
	$R$ %	0.0007	0.012	0.018	0.037
氟锆酸钾	$w_{\text{si}}$ %	0.0112	0.0299	0.101	0.196
	$R$ %	0.003	0.004	0.008	0.010

## 11 试验报告

试验报告应包括以下内容：

——试验对象；

- 本文件编号；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 观测到的异常现象；
- 试验日期。

