



中华人民共和国国家标准

GB/T xxxx. 4-20XX
代替GB/T 22661. 4-2008

氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾化学分析 方法 第4部分：镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of potassium fluotitanate, potassium
fluoborate and potassium fluozirconate—
Part 4: Determination of magnesium content—
Flame atomic absorption spectrometry

(预审稿)

20××-××-××发布

20××-××-××实施

国家市场监督管理总局 发布
中国国家标准化管理委员会

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 XXXX《氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾化学分析方法》的第4部分。GB/T XXXX 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 火焰原子吸收光谱法；
- 第7部分：钠含量的测定 电热原子吸收光谱法；
- 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 硝酸汞容量法或离子色谱法；
- 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 22661.4-2008，与 GB/T 22661.4-2008 相比，除结构性调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了被测试样，由“氟硼酸钾”修改为“氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾”（见1，GB/T 22661.4-2008年版的1）；
- b) 更改了方法范围，将镁的测定范围由“ $\leq 0.50\%$ ”修改为“ $0.010\% \sim 0.050\%$ ”（见1，GB/T 22661.4-2008年版的1）；
- c) 更改了称样量（见8.1，GB/T 22661.4-2008年版的7.1）
- d) 更改了溶样方法（见8.4.1和8.4.2，GB/T 22661.4-2008年版的7.4.1）；
- e) 更改了进样体积（见8.4.1和8.4.2，GB/T 22661.4-2008年版的7.4.2）；
- f) 更改了工作曲线的绘制（见8.5，GB/T 22661.4-2008年版的7.5）；
- g) 更改了试验数据处理（见9，GB/T 22661.4-2008年版的8）
- h) 删除了“允许差”，增加了“再现性”（见10.2，GB/T 22661.4-2008年版的9.2）。

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：XXXX、XXXX、XXXX、XXXX、XXXX、XXXX。

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。

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 XXXX《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）并新增氟锆酸钾化学分析方法，整合后拟由14个部分构成：

- 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 火焰原子吸收光谱法；
- 第7部分：钠含量的测定 电热原子吸收光谱法；
- 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 硝酸汞容量法或离子色谱法；
- 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。

火焰原子吸收光谱法具有选择性高，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、氟锆酸钾产品中镁元素的准确测定，方法快速、准确，对促进氟化盐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4部分：镁含量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本文件描述了采用火焰原子吸收光谱法测定氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾中镁含量的方法。

本文件适用于氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾中镁含量的测定。测定范围：0.010%~0.050%。

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

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

试料以盐酸溶解，加入饱和硼酸溶液络合氟，以氯化镧溶液作释放剂，于火焰原子吸收光谱仪波长285.2 nm处，以空气-乙炔火焰进行镁含量的测定。

5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯及以上的试剂和符合GB/T 6682规定的二级水。

5.1 盐酸（ $\rho=1.19$ g/mL）。

5.2 盐酸（1+1）。

5.3 饱和硼酸溶液。

5.4 氯化镧溶液（100 g/L）。

5.5 镁标准贮存溶液（1000 $\mu\text{g/mL}$ ）：优先使用有证标准溶液，或按5.5.1制备。

5.5.1 称取1.0000 g镁（ $w_{\text{Mg}}>99.99\%$ ）置于400 mL烧杯中，盖上表面皿，加入40 mL盐酸（5.2），缓慢加热至完全溶解，冷却，将溶液移入1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1000 μg 镁。

5.6 镁标准溶液（10 $\mu\text{g/mL}$ ）：分别移取1.00 mL镁标准贮存溶液（5.5）于100 mL容量瓶中，加入2 mL

盐酸（5.1），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 μg镁。

6 仪器设备

原子吸收光谱仪，附镁空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

——特征浓度：在与测量溶液的基体相一致的溶液中，镁的特征浓度应不大于 0.02 μg/mL。

——最小稳定性：用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的 1%；用最低浓度的标准溶液（不是“零”浓度标准溶液）测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

——工作曲线线性：将标准曲线按浓度等分成五段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比，应不小于0.7。

7 样品

样品为粉状。

8 试验步骤

8.1 试料

按表 1 称取样品（7），精确至 0.0001 g。

表 1 试料量和定容体积

样品种类	试料量 /g	定容体积 /mL
氟钛酸钾	0.10	100
氟硼酸钾	0.10	100
氟锆酸钾	0.10	200

8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 将试料（8.1）置于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，用少量水润湿试样，加入2 mL盐酸（5.1），盖上表面皿，于电热板上加热溶解完全，取下冷却至室温。

8.4.2 向烧杯中加入2 mL饱和硼酸溶液（5.3），按表1转移至塑料容量瓶中，加入2 mL氯化镧溶液（5.4），用水稀释至刻度，混匀。

8.4.3 于火焰原子吸收光谱仪上波长285.2 nm处，用空气-乙炔火焰，以水调零，测定镁的吸光度，将所测试液吸光度减去试料所做的空白吸光度后，从工作曲线上查得相应的镁的质量浓度。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 分别移入0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL镁标准溶液（5.6）于一组100 mL容量瓶中，加入2 mL盐酸（5.1）和2 mL氯化镧溶液（5.4），以水稀释至刻度，混匀。

8.5.2 于火焰原子吸收光谱仪上波长 285.2 nm 处，用空气-乙炔火焰，以水调零，测定镁的吸光度，将所测试液吸光度减去试料所做的空白吸光度后，以质量浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。工作曲线线性相关系数应不小于 0.999。

9 试验数据处理

镁元素含量以待测元素质量分数 w_{Mg} 计，按公式（1）计算：

$$w_{\text{Mg}} = \frac{(\rho_x - \rho_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ_x ——分析试液中镁元素的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

ρ_0 ——空白试液中镁元素的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——试液总体积，单位为毫升（mL）；

m ——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果小数点后保留 2 位有效数字。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 1 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 1 数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验原始数据见附录 A。

表 1 重复性限（ r ）

氟钛酸钾	$w/\%$	0.013	0.023	0.043
	$r/\%$	0.001	0.001	0.001
氟硼酸钾	$w/\%$	0.010	0.019	0.047
	$r/\%$	0.001	0.001	0.002
氟锆酸钾	$w/\%$	0.010	0.030	0.050
	$r/\%$	0.001	0.002	0.002

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 2 数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验原始数据见附录 A。

表 2 再现性限（ R ）

氟钛酸钾	w /%	0.013	0.023	0.043
	R /%	0.002	0.002	0.002
氟硼酸钾	w /%	0.010	0.030	0.050
	R /%	0.001	0.002	0.004
氟锆酸钾	w /%	0.013	0.023	0.043
	R /%	0.001	0.002	0.003

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。