



中华人民共和国国家标准

GB/T 22661.7-202X

代替 GB/T 22661.7-2008

氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾 化学分析方法 第7部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of potassium fluotitanate, potassium fluoborate and
potassium fluozirconate –

Part 7: Determination of sodium content—

Flame atomic absorption spectrometric 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7部分。GB/T 22661 共14部分：

- 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 22661.7-2008，与 GB/T 22661.7-2008 相比，除结构性调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了钠含量的测定范围，增加了方法测定下限（见第1章，2008年版的第1章）；
- b) 更改了适用范围，由“氟硼酸钾”修改为“氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾”（见第1章，2008年版的第1章）；
- c) 删除了测定过程中氯化锶的使用（见2008年版的第7章）；
- d) 增加了试液分取的要求（见8.4.2）。

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：

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 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。

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、氟锆酸钾产品中钠元素的准确测定，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7部分：钠含量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本文件描述了氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾中钠含量的测定方法。

本文件适用于氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾中钠含量的测定。测定范围（质量分数）0.0050 %～0.20 %。

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

试料用硫酸溶解，加热至硫酸烟冒尽，用盐酸和水溶解，于火焰原子吸收光谱仪波长589.6 nm处，使用空气-乙炔火焰，测量钠的吸光度，按工作曲线法计算钠含量。

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 规定的一级水。

5.1 硫酸（1+1）。

5.2 盐酸（ $\rho=1.19$ g/mL）。

5.3 钠标准贮存溶液（1000 $\mu\text{g/mL}$ ）：称取2.5421 g经烘干后的基准氯化钠[$w_{\text{NaCl}}\geq 99.99\%$]，置于300 mL聚乙烯烧杯中，缓慢加入100 mL水，盖上表皿，低温溶解，冷却，用水洗涤表皿及杯壁，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。贮存于塑料瓶中。此溶液1mL含1 mg钠。

5.4 钠标准溶液（10 μg/mL）：移取1.00 mL钠标准贮存溶液（5.3）于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。贮存于塑料瓶中。此溶液1 mL含10 μg钠。

6 仪器设备

6.1 火焰原子吸收光谱仪，附钠空心阴极灯。

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：在与测量溶液基体相一致的溶液中，钠的特征浓度应不大于0.04 μg/mL。

——精密性：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1.0%，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为五段，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0.70。

7 样品

样品为粉状。

8 试验步骤

8.1 试料

称取 0.20 g 样品（7），精确至 0.0001 g。

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 将试料(8.1)置于250 mL聚四氟乙烯烧杯中，用少量水润湿，加入2 mL 硫酸（5.1），加热至冒白烟，继续加热蒸发至近干，取下冷却。加入5 mL盐酸（5.2），20 mL水，低温加热至盐类溶解，取下冷却至室温，移入100 mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

8.4.2 按表1分取试液到100 mL塑料容量瓶中并补加5 mL盐酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。空白试液按此法同样操作。

表 1 试液的分取

质量分数 %	分取量 mL
0.0050~0.050	/

>0.050~0.20	25.00
-------------	-------

8.4.3 使用空气-乙炔火焰，于火焰原子吸收光谱仪波长 589.6 nm 处，以水调零，测量试液及空白溶液（8.3）钠的吸光度，自工作曲线上查出相应的钠的质量浓度。

9 工作曲线的绘制

9.1 移取 0 mL, 2.00 mL, 4.00 mL, 6.00 mL, 8.00 mL, 10.00 mL 钠标准溶液（5.4）分别置于一组 100 mL 塑料容量瓶中，加入 5 mL 盐酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。也可以根据实际情况增加或调整工作曲线的校准点，工作曲线应至少包括 1 个空白样和 5 个标准工作溶液。

9.2 在与测量试液（8.4.3）相同条件下，以水调零，测量系列标准溶液的吸光度，以钠的质量浓度为横坐标，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。

10 试验数据处理

钠元素含量以钠质量分数 w_{Na} 计，按公式（1）计算：

$$w_{\text{Na}} = \frac{(\rho - \rho_0)V_1V_3 \times 10^{-6}}{mV_2} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

ρ ——自工作曲线上查得试液中钠的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

ρ_0 ——自工作曲线上查得空白试液中钠的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V_1 ——试液总体积，单位为毫升（mL）；

V_3 ——测定试液体积，单位为毫升（mL）；

m ——试料的质量，单位为克（g）；

V_2 ——分取试液体积，单位为毫升（mL）。

计算结果保留 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 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。精密度试验原始数据见附录 A。

表 2 重复性限（ r ）

氟硼酸钾	$w_{\text{Na}}/\%$	0.0096	0.061	0.11
	$r/\%$	0.0014	0.007	0.01
氟钛酸钾	$w_{\text{Na}}/\%$	0.0098	0.060	0.11
	$r/\%$	0.0016	0.010	0.02
氟锆酸钾	$w_{\text{Na}}/\%$	0.029	0.13	0.18
	$r/\%$	0.001	0.02	0.02

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 ）

氟硼酸钾	$w_{Na}/\%$	0.0096	0.061	0.11
	$R/\%$	0.0038	0.013	0.02
氟钛酸钾	$w_{Na}/\%$	0.0098	0.060	0.11
	$R/\%$	0.0027	0.016	0.03
氟锆酸钾	$w_{Na}/\%$	0.029	0.13	0.18
	$R/\%$	0.004	0.04	0.04

11 试验报告

试验报告至少应给出以下内容：

- 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。