ICS 77.120.01
CCS H 30

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 fluoborite and potassium fluozirconate - Part 7: Determination of sodium content— Flame atomic absorption spectrometric method

（送审稿）

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）更改了适用范围，由适用于氟硼酸钾，更改为适用于氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾，测定范围由≤ 0.5 %更改为 0.0050 %～0.20 %（见第 1 章，GB/T 22661.7-2008 年版的第 1 章）；

b）更改了试剂，删除了“氯化锶”和“硝酸 1+1”（见第 5 章，GB/T 22661.7-2008 的第 4 章）；

c）更改了仪器，增加了“聚四氟乙烯烧杯”（见 6.2，GB/T 22661.7-2008 的第 5 章）；

d）更改了称样量（见 8.1，GB/T 22661.7-2008 的 7.1）；

e）更改了测定方法（见 8.4，GB/T 22661.7-2008 的 7.4）；

f）更改了工作曲线的绘制（见 8.5，GB/T 22661.7-2008 的 7.5）；

g）更改了试验数据处理（见第 9 章，GB/T 22661.7-2008 的第 8 章）；

i）更改了精密度（见第 10 章，GB/T 22661.7-2008 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：广东省科学院工业分析检测中心、内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司、内蒙古霍

煤鸿骏铝电有限责任公司扎哈淖尔分公司、国标（北京）检验认证有限公司、中铝检测科技（郑州）有限公司、福建省漳平市九鼎氟化工有限公司。

本文件主要起草人：王芳、周明俊、许洁瑜、张燕、姚永峰、高凯凯、胡梦桥、徐远锋。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2008 年首次发布为 GB/T22661.7-2008《氟硼酸钾化学分析方法 第 7 部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法》；

——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。

GB/T 22661《氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾化学分析方法》旨在整合 GB/T 22661-2008《氟硼酸钾化学分析方法》和 GB/T 22662-2008《氟钛酸钾化学分析方法》，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，GB/T 22662.1—2008《氟钛酸钾化学分析方法 第1部分：试样的制备和贮存》与 GB/T 22661.1—2008《氟硼酸钾化学分析方法 第 1 部分：试样的制备和贮存》整合并入 GB/T 22668 中。整合后的 GB/T 22661 包括湿存水、氟硼酸钾、镁、钙、硅、钠、游离硼酸、氯、五氧化二磷、铁、铅、氟钛酸钾、氟锆酸钾、杂质元素等指标含量的测定，按照检测对象，拟由 14 个部分构成。

——第 2 部分：湿存水含量的测定　重量法。目的在于给出采用重量法测定氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾试样中湿存水含量的方法。

——第 3 部分：氟硼酸钾含量的测定　氢氧化钠容量法。目的在于给出采用氢氧化钠容量法测定试样中氟硼酸钾含量的方法。

——第 4 部分：镁含量的测定　火焰原子吸收光谱法。目的在于给出采用火焰原子吸收光谱法测定试样中镁含量的方法。

——第 5 部分：钙含量的测定　火焰原子吸收光谱法。目的在于给出采用火焰原子吸收光谱法测定试样中钙含量的方法。

——第 6 部分：硅含量的测定　钼蓝分光光度法。目的在于给出采用钼蓝分光光度法测定试样中硅含量的方法。

——第 7 部分：钠含量的测定　火焰原子吸收光谱法。目的在于给出采用火焰原子吸收光谱法测定试样中钠含量的方法。

——第 8 部分：游离硼酸含量的测定　氢氧化钠容量法。目的在于给出采用氢氧化钠容量法测定试样中游离硼酸含量的方法。

——第 9 部分：氯含量的测定　硝酸汞容量法或离子色谱法。目的在于给出采用硝酸汞容量法或离子色谱法测定试样中氯含量的方法。

——第 10 部分：五氧化二磷含量的测定　钼蓝分光光度法。目的在于给出采用钼蓝分光光度法测定试样中五氧化二磷含量的方法。

——第 11 部分：铁含量的测定　火焰原子吸收光谱法。目的在于给出采用火焰原子吸收光谱法测定试样中铁含量的方法。

——第 12 部分：铅含量的测定　火焰原子吸收光谱法。目的在于给出采用火焰原子吸收光谱法测定试样中铅含量的方法。

——第 13 部分：氟钛酸钾含量的测定　硫酸高铁铵容量法。目的在于给出采用硫酸高铁铵容量法测定试样中氟钛酸钾含量的方法。

——第 14 部分：氟锆酸钾含量的测定　EDTA 容量法。目的在于给出采用硫酸高铁铵容量法测定试样中氟锆酸钾含量的方法。

——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。目的在于给出采用 电感耦合等离子体发射光谱法测定试样中杂质元素含量的方法。

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，操作简单，易于掌握，精密度好，能很好地满足企业与检测机构的日常检测要求。为行业内开展氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾中钠含量的测定提供统一、可靠的标尺，对于提高不同实验室间分析检测结果的可靠性和可比性、消除供应商和客户之间因分析差异造成的纠纷，起到了重要的支撑作用，也有助于进一步推动氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾产业的高质量发展，对促进无机氟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、氟锆酸钾中钠含量的方法。

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 原理

试料用硫酸溶解，加热至冒硫酸烟并保持15 min，再用盐酸和水溶解，于原子吸收光谱仪波长589.6 nm处，以空气-乙炔火焰，测量钠的吸光度，采用标准曲线法计算钠含量。

5 试剂

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 盐酸（ρ=1.19 g/mL）。

5.2 盐酸（1+1）

5.3 硫酸（1+1）。

5.4 钠标准贮存溶液（1000 μg/mL）：称取2.5421 g经烘干后的基准氯化钠[w_{Nacl}≥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。或使用市售有证国家标准溶液。

5.5 钠标准溶液（10 μg/mL）：移取1.00 mL钠标准贮存溶液（5.4）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 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0.04μg/mL。

——精密度：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。

6.2 铂皿或聚四氟乙烯烧杯。

7 样品

样品为粉末状，经 110 ℃±5 ℃烘干，保存于密闭容器中，称样前充分混匀。

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 2 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）置于铂皿或250 mL聚四氟乙烯烧杯中，用少量水润湿，加入2 mL 硫酸（5.3），加热至冒白烟并保持15 min，继续加热蒸发至近干，取下冷却。加入10 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移取试液于100 mL塑料容量瓶中并补加10 mL盐酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。

表 1 试液的分取体积

质量分数/%	移取试液体积/mL
0.0050～0.050	—

＞0.050～0.20	25.00

8.4.3 使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长589.6 nm处，以水调零，测定试液及随同试料所做的空白试验溶液（8.3）的吸光度，从工作曲线上查得相应的钠的质量浓度。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 分别移取0 mL，2.00 mL，4.00 mL，6.00 mL，8.00 mL，10.00 mL钠标准溶液（5.5）分别置于一组100 mL塑料容量瓶中，加入10 mL盐酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。

8.5.2 使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长589.6 nm处，以水调零，分别测量系列标准溶液（8.5.1）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。

9 试验数据处理

钠元素含量以待测元素质量分数 w_{Na} 计，按公式（1）计算：

$$\mathrm{w}_{Na}=\frac{(\rho-\rho_0)\cdot V_0\cdot V_1\times10^{-6}}{m\cdot V_2}\times100\%\,\%\qquad\text{（1）}$$

式中：

ρ——分析试液中钠元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

ρ_0——空白试液中钠元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V_0——被测溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_1——试液总体积，单位为毫升（mL）；

m——试料的质量，单位为克（g）；

V_2——分取试液的体积，单位为毫升（mL）。

计算结果保留两位有效数字。数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

10 精密度

10.1 重复性

在重复性条件下获得的 2 次独立测试结果的测定值，在表 2 给出的平均值范围内，2 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）

试样名称	w_{Na}/%	r%
氟硼酸钾	0.0098	0.0015
	0.053	0.007
	0.15	0.02
氟锆酸钾	0.0096	0.0016

	0.058	0.007
	0.16	0.01
氟钛酸钾	0.028	0.003
	0.14	0.02
	0.18	0.02

10.2 再现性

在再现性条件下获得的 2 次独立测试结果的测定值，在表 3 给出的平均值范围内，2 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）

试样名称	w_{Na}/%	R%
氟硼酸钾	0.0098	0.0041
	0.053	0.007
	0.15	0.03
氟锆酸钾	0.0096	0.0021
	0.058	0.009
	0.16	0.02
氟钛酸钾	0.028	0.006
	0.14	0.05
	0.18	0.05

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。