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

编制说明

（送审稿）

广东省科学院工业分析检测中心

2026 年 9 月

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
编制说明

一、工作简况

（一）任务来源

根据《国家标准委关于下达 2025 年第七批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》（国标委发〔2025〕43 号）、《工业和信息化部办公厅关于印发 2025 年第三批行业标准制修订和外文版项目计划的通知》（工信厅科函〔2025〕294 号）文件要求，《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》修订项目由全国有色金属标准化技术委员会负责归口，由广东省科学院工业分析检测中心负责起草，项目计划编号为 20253843-T-610，项目周期为 16 个月。

（二） 项目编制组单位

编制组成员单位包括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、中铝检测科技（郑州）有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、国标（北京）检验认证有限公司、九鼎氟化工有限公司。

（三 ）主要参加单位和工作组成员及其所作的工作

1、主要参加单位情况

标准制定计划任务正式下达后，广东省科学院工业分析检测中心立即成立了标准编制组，并落实起草任务，确定标准的主要起草人，拟定该标准的工作推进计划。编制组成员单位包括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、中铝检测科技（郑州）有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、国标（北京）检验认证有限公司、九鼎氟化工有限公司，其中九鼎氟化工有限公司负责提供氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾样品。广东省科学院工业分析检测中心主要负责试验方案制定，试验样品收集和分发，分析方法研究，试验结果处理，标准文本、试验报告和编制说明撰写等工作。内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司、中铝检测科技（郑州）有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、国标（北京）检验认证有限公司主要负责对试验方案中的条件实验进行验证，提供精密度和准确度测试数据，并对标准文本提出修改意见和建议。

本标准主编单位广东省科学院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、主要工作成员所负责的工作情况

本标准主要起草人及工作职责见表 1 所示：

表 1 各起草人及其工作职责

序号	单位	起草人	工作职责
1	广东省科学院工业分析检测中心	王芳，周明俊，许洁瑜	主编人员，负责试验方案制定、试验样品收集和分发，分析方法研究，试验结果处理，标准文本、试验报告和编制说明撰写等。
2	内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司	张燕	参编，承担一验的主要工作，包括试验方案验证、提供精密度和准确度测试数据、对标准文本提出修改意见和建议。
3	内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司扎哈淖尔分公司、	姚永峰	参编，承担一验的主要工作，包括试验方案验证、提供精密度和准确度测试数据、对标准文本提出修改意见和建议。
4	国标（北京）检验认证有限公司	胡梦桥	参编，承担二验的主要工作，包括提供精密度测试数据、对标准文本提出修改意见和建议。
5	中铝检测科技（郑州）有限公司	高凯凯	参编，承担二验的主要工作，包括提供精密度测试数据、对标准文本提出修改意见和建议。
6	福建省漳平市九鼎氟化工有限公司	徐远锋	参编，负责提供试验样品

（四） 主要工作过程

1 预研阶段

1.1 第一次工作会议

全国有色金属标准化技术委员会发文[2024]11 号，于 2024 年 3 月 5 号-8 号在云南省普洱市召开第一次标准工作会议。会议确定了氟盐酸钾系列产品标准和方法标准的整合思路及整合后的标准名称。确定了氟盐酸钾系列分析方法标准的整合思路及任务分工。

会议确定了《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》由广东省科学院工业分析检测中心为标准主编单位，内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司、中铝检测科技（郑州）有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、九鼎氟化工有限公司为参编单位。

广东省科学院工业分析检测中心接到任务后立即组织技术人员成立了标准编制组，开展企业调研、资料收集，对国内氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾的市场情况、发展情况及相关产品中铁元素的含量情况进行了详细的调研，主要工作有：了解国内目前已有的氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾相关产品标准及检测依据的应用情况，调研目前实际生产和应用领域相关产钠元素含量的分布范围，通过与相关企业技术交流，起草单位发现原系列标准中钠含量测定存在主要问题包括：

1、氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾产品对钠参数均有技术要求，原系列标准中只有 GB/T 22661.7-2008《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》，无氟钛酸钾和氟锆酸钾中钠含量的测定方法，不能满足氟钛酸钾和氟锆酸钾的生产检测需求，需增加氟锆酸钾钠含量的测定方法，因此将标准 GB/T 22661.7-2008 修订为测定氟硼酸钾、氟钛酸钾、氟锆酸钾产品中的钠含量。

2、原《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》GB/T 22661.7-

2008 钠含量的测量范围表述不规范(≤0.5%)，未给出测定方法的检测下限范围。

3、原标准的标准曲线仅有四个有效浓度点（不含零点），需进行优化。

通过与企业技术人员深入讨论标准的具体技术要求，对目前现行的技术标准进行深入剖析，寻找改进和优化的方向，起草单位初步确定了试验方案和修订思路，并于 2024 年 4 月提交了《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》的标准项目建议书、项目申报书、《征求意见稿 1》等材料。

1.2 第二次标准工作会议

全国有色金属标准化技术委员会发文[2024]35 号，于 2024 年 4 月 24 号-27 号在湖南省长沙市召开第二次标准工作会议。全国有色金属标准化技术委员会轻金属分技术委员会委员对标准标准项目建议书、项目申报书、《征求意见稿 1》进行论证。委员一致同意继续完善预研。会后根据专家委员会意见，进一步完善试验方案，修改形成《征求意见稿 2》。

1.3 第三次标准工作会议

全国有色金属标准化技术委员会发文[2024]70 号，于 2024 年 7 月 24 号-27 号在山西省大同市召开第三次标准工作会议。与会专家对《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》试验报告进行认真、细致的讨论。会后主编单位进一步完善方法试验，包括样品溶解方法研究，共存元素干扰试验等试验研究，以及精密度试验和正确度试验，同时组织内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司开展一验工作。主编单位对试验数据进行统计和分析，形成《标准征求意见稿 3》等材料。

2 立项阶段

2024 年 10 月，广东省科学院工业分析检测中心向全国有色金属标准化技术委员会轻金属分技术委员会（SAC/TC243/SCC5）提交了《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》标准制订的项目建议书、标准草案和立项报告等材料，经全体委员论证同意立项。

2025 年 8 月全国有色金网标准化技术委员会《关于转发 2025 年第二批有色金国家标行业标准制(修)订项日计划及征集起草单位的通知》(有色标委[2025]68 号)下达的有关标准制(修)订计划的要求，项目得到立项批准，计划编号:20253843-T-610，项目间期为 16 个月，完成年限为 2026 年 6 月。

3 起草阶段

3.1 第一次工作会议

全国有色金属标准化技术委员会发文[2025]72 号，于 2025 年 9 月 24 日-9 月 27 日在陕西省西安市召开有色标准讨论会，与会代表对标准文本、编制说明、试验数据进行了进一步的讨论，对存在的问题提出了合理的建议。会后按工作计划启动后续试验验证工作。2025 年 11 月初各复验单位陆续返回试验报告，根据试验验证情况，主编单位进行了汇总整理，形成了方法研究报告及标准文本和编制说明的讨论稿。

3.2 第二次工作会议

全国有色金属标准化技术委员会发文[2025]98 号，于 2025 年 12 月 1 日-12 月 4 日在福建省厦门市召开有色标准讨论会，与会代表对标准文本、编制说明、试验数据进行了讨论，对存在的问题提出建议，需补充完善试验条件数据，低含量段精密度数据需重新进行验证，编制说明应按最新模板进行完善等。会后按重新进行了相关试验，补充了相关试验数据，完善了编制说明相关内容，形成了方法研究报告及标准文本和编制说明的预审稿。

3.3 第三次工作会议

全国有色金属标准化技术委员会发文[2025]111 号，于 2026 年 1 月 19 日-1 月 21 日在广东省珠海市召开有色标准讨论会，与会代表对标准文本、编制说明、试验数据进行了讨论，对存在的问题提出建议，需补充完善试验条件数据，剔除离群验证数据，编制说明应按最新模板进行完

善等。会后按重新进行了相关试验，补充了相关试验数据，完善了编制说明相关内容，形成了方法研究报告及标准文本和编制说明的征求意见稿。

3.4 第四次工作会议

全国有色金属标准化技术委员会发文[2026]54 号，于 2026 年 7 月 6 日-7 月 9 日在贵州省贵阳市召开有色标准讨论会，与会代表对标准文本、编制说明、试验数据进行了审定，对存在的问题提出建议，需补充完善标准中钠含量测定范围的修订依据、称样量修订说明、酸度条件试验数据、样品溶解器皿比对条件试验及共存元素干扰试验数据，剔除离群验证数据，编制说明应按最新模板进行完善等，修改文本。会后按重新进行了相关试验，补充了相关试验数据，完善了编制说明相关内容，形成了方法研究报告及标准文本和编制说明的送审。

1.4.4 征求意见阶段

1.4.5 审查阶段

二、标准编制原则

1、符合性：本标准严格按照 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》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》等文件的要求编写，并按照 GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第 2 部分：确定标准测试方法重复性与再现性的基本方法》的要求进行试验数据的统计和分析，以及重复性限和再现性限的计算。

2、适用性和先进性：本标准在充分调研国内外氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾相关产品标准及行业内氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾分析检测实际需求的基础上，明确了待测元素的测定范围、测定方法、试验操作等技术内容，并开展了方法的精密度试验和正确度试验，建立了更加科学完善的氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾中钠含量测定的技术规范，完善了氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾的标准体系，同时又体现了行业内对氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾化学成分分析的技术水平，满足行业内的检测需求，具有先进性、可操作性和适用性。

三、标准主要内容的确定依据及主要试验和验证情况分析

3.1 确定依据及主要修订点

与前版标准 GB/T 22661.7-2008 相比，本次修订主要内容是：标准适用范围、测定范围、测定步骤、精密度等，新旧标准在主要内容方面的变化见表 2。

表 2 新旧标准技术对比表

序号	项目	新标准	旧标准
1	标准编号和名称	GB/T 22661.7-202x《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》。	GB/T 22661.7-2008《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》。
2	规范性引用文件	增加 GB/T 6682 及 GB/T 8170 的引用。	仅引用 GB/T 22661.1-2008。
3	测定范围	氟硼酸钾、氟钛酸钾、氟锆酸钾钠含量 0.0050%～0.20%	氟硼酸钾中钠含量≤0.5%
4	试剂	不加氯化锶释放剂。	加入氯化锶释放剂。
5	试剂	测定介质用盐酸代替硝酸。	测定介质为硝酸。
6	称样量	0.20g	0.50g
7	仪器	样品溶解器皿可使用铂皿或聚四氟乙烯烧杯。	样品溶解器皿仅使用铂皿。

8	测定	根据试料中钠含量的质量分数，全量测定或分取、稀释后进行测定。	测定均需要稀释。
9	测定	标准曲线有五个有效浓度点（不含零点），同时增加了相关系数的要求。	原标准的标准曲线仅有四个有效浓度点（不含零点）。
10	分析结果的计算	测定值减去空白值后进行计算。	原标准是在测定过程中减去“零溶液/空白溶液”的吸光度值后再进行计算。
11	精密度	重复性和再现性。	重复性和允许差。

3.2 主要试验和验证情况分析

3.2.1 标准适用范围的确定

本次标准修订依据检测同一种元素，方法相同进行合并的原则，对 GB/T 22661.7-2008《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》进行修订，同时增加氟钛酸钾和氟锆酸钾中钠含量的测定方法，因此将原标准题目《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》修改为《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》。

GB/T 22667-2008《氟硼酸钾》中产品技术要求钠含量不大 0.15%，GB/T 22668-2008《氟钛酸钾》中没对钠含量作技术要求，但通过与生产企业进行交流后发现，目前市场上氟钛酸钾和氟锆酸钾对钠含量也有限值要求，其中限值最低的是氟钛酸钾 PFT-1 和氟锆酸钾 PFZ-1（钠含量不大于 0.05%）。因此，根据目前市场产品技术要求以及技术发展的前瞻性，本标准将测定范围下限确定为该值的 10%，即 0.0050%；此外，将测定范围上限定为 0.20%，略高于 GB/T 22667-2008《氟硼酸钾》中钠含量的上限值（0.15%），修改后的变化能够支持标准中新的测定范围（0.0050%~0.20%）。

3.2.2 样品溶解条件试验

3.2.2 1 样品溶解用酸的选择

原子吸收光谱法测定钠元素的含量，存在以下几个问题：氟离子的存在会导致管路腐蚀，需除去氟离子；高氯酸冒烟赶氟后，钛及锆会水解并可能对钠产生吸附作用。而硫酸冒烟也可赶氟，因为硫酸在 250℃~280℃时开始冒烟，氟在温度大于到 120℃~140℃时就会大量挥发，当硫酸冒烟并保持 15 min 将溶液蒸发至近干后，氟已完全挥发逸出。因此，样品的前处理选择用硫酸冒烟后，再用盐酸和水溶解。

3.2.2 2 样品前处理时硫酸用量的影响

按照实验方法，在聚四氟乙烯烧杯中，按表 3 加入不同体积的钠标准溶液（10μg/mL），同时加入不同体积的硫酸（1+1），加热至冒白烟，继续加热蒸发至近干，取下冷却。加入 10 mL 盐酸（1+1）、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。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，测定试液的吸光度。结果见表 3。

表 3 标准溶液硫酸用量试验（起草单位）

硫酸用量（mL）	不同浓度的钠标准溶液吸光度/Abs		
	0.5μg/mL	1.5μg/mL	2.5μg/mL
0	0.1180	0.3461	0.5638
0.5	0.1178	0.3458	0.5616

1.0	0.1177	0.3454	0.5610
1.5	0.1179	0.3339	0.5607
2.0	0.1177	0.3330	0.5557

按照实验方法，选取“FB-2”、“FT-2”、“FZ-2”加入不同体积的硫酸，用电炉加热至冒白烟，继续加热蒸发至硫酸烟冒干，取下，稍冷，加入 10 mL 盐酸（1+1），定容至 100 mL 塑料瓶，分别测定其吸光度，结果见表 4。

表 4 样品硫酸用量试验（起草单位）

硫酸用量（mL）	不同种类样品试液吸光度/Abs		
	FB-2	FT-2	FZ-2
0	0.1467	0.1614	0.4953
0.5	0.1469	0.1613	0.4972
1.0	0.1471	0.1624	0.5004
1.5	0.1471	0.1609	0.4929
2.0	0.1477	0.1624	0.4946

由表 3、表 4 可知，随着硫酸用量的增加，钠的吸光度无明显变化，硫酸用量对钠的测定基本没有影响，加热至近干后硫酸用量对钠的测定影响将进一步减少。综合以上试验，选择加入 2 mL 硫酸（1+1）加热至冒烟处理样品。

验证单位内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司对硫酸用量影响试验的验证结果与起草单位一致。验证数据见表 5、表 6。

表 5 标准溶液硫酸用量试验（一验单位）

硫酸用量（mL）	不同浓度的钠标准溶液吸光度/Abs		
	0.5μg/mL	1.5μg/mL	2.5μg/mL
0	0.1395	0.3928	0.6234
0.5	0.1435	0.3887	0.6199
1.0	0.1413	0.3885	0.6063
1.5	0.1428	0.3838	0.6012
2.0	0.1409	0.3856	0.5999

表 6 样品硫酸用量试验（一验单位）

硫酸用量（mL）	不同种类样品试液吸光度/Abs		
	FB-2	FT-2	FZ-2
0	0.1680	0.1773	0.5061

0.5	0.1693	0.1695	0.4949
1.0	0.1638	0.1689	0.4974
1.5	0.1653	0.1689	0.4980
2.0	0.1671	0.1728	0.4906

3.2.3 称样量的确定

原 GB/T 22661.7-2008《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》中的称样量为 0.5g，如称取 0.50g 的氟钛酸钾进行试验，氟钛酸钾冒烟后会大量水解，故本标准拟将称样量修订为 0.2g。为考察修订后的称样量是否能满足氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾中钠含量测定的要求，以氟硼酸钾 1#、氟钛酸钾 1#和氟锆酸钾 1#作为考察对象，分别称取 0.2 g、0.5 g、1.0 g 样品各两份，并按表 7 在其中一份样品中加入一定体积的钠标准溶液 10μg/mL，按试验方法对以上样品进行处理，按试验方法制备成分析试液，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，测定试液的吸光度。结果见表 7。

表 7 基体对测定元素的干扰

样品名称	称样量/g	加入的钠标准溶液体积/mL	试液中钠标准溶液浓度/μg/mL	吸光度/Abs	抑制率/%
钠标准溶液	-	0	0.0	0.0000	-
	-	0	1.0	0.2410	
FB-1	0.2	0	0.0	0.0007	1.8
		10.00	1.00	0.2374	
	0.5	0	0.0	0.0014	19.1
		10.00	1.00	0.1963	
	1.0	0.0	0.0	0.0016	39.9
		10.00	1.00	0.1465	
FT-1	0.2	0.0	0.00	0.0663	2.4
		10.00	1.0	0.3014	
	0.5	0.0	0.0	0.1238	16.1
		10.00	1.00	0.3259	
	1.0	0.0	0.0	0.1954	33.2
		10.00	1.00	0.3563	
FZ-1	0.2	0.0	0.0	0.1943	4.3
		10.00	1.00	0.4250	

	0.5	0.0	0.0	0.3984	18.0
		10.00	1.00	0.5961	
	1.0	0.0	0.0	0.4771	37.8
		10.00	1.00	0.6271	

结果表明，当称样量大于 0.2g 时，钠测定的抑制率大于 10%，不能满足钠的准确测定要求，所以本标准将称样量确定为 0.2g。

验证单位内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司对基体对测定元素的干扰试验的验证结果与起草单位一致。验证数据见表 8。

表 8 基体对测定元素的干扰（一验单位）

样品名称	称样量/g	加入的钠标准溶液体积/mL	试液中钠标准溶液浓度/μg/mL	吸光度/Abs	抑制率/%
钠标准溶液	-	0	0.0	0.0000	-
	-	0	1.0	0.2192	
FB-1	0.2	0	0.0	0.0333	-2.05
		10.00	1.00	0.2570	
	0.5	0	0.0	0.0398	14.19
		10.00	1.00	0.2279	
	1.0	0.0	0.0	0.0513	21.58
		10.00	1.00	0.2232	
FT-1	0.2	0.0	0.00	0.0228	7.90
		10.00	1.0	0.2247	
	0.5	0.0	0.0	0.0253	14.87
		10.00	1.00	0.2119	
	1.0	0.0	0.0	0.0261	17.84
		10.00	1.00	0.2062	
FZ-1	0.2	0.0	0.0	0.2205	9.15
		10.00	1.00	0.4196	
	0.5	0.0	0.0	0.4878	29.01
		10.00	1.00	0.6434	
	1.0	0.0	0.0	0.8783	69.11

		10.00	1.00	0.9460	

3.2.4 酸度对测定的影响

本次修订将原 GB/T 22661.7-2008 氟硼酸钾中钠测定的硝酸介质改为盐酸介质，因此酸度条件试验为针对硝酸-盐酸介质比对试验，及盐酸用量试验开展。分别称取 0.20 g FB-2、FT-2、FZ-2 置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中，用少量水润湿，加入 2 mL 硫酸（1+1），加热至冒白烟，继续加热蒸发至近干，取下冷却。按表 6 加入不同体积的酸、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。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，测定试液的吸光度，计算钠元素含量，结果见表 9。若试液浑浊，则静置试液至沉淀完全后测定上层清液的吸光度。

表 9 酸度实验的实验现象及试液吸光度（起草单位）

样品名称	复溶方式	实验现象	测定结果（%）
FB-2	不加酸	样品完全溶解，试液澄清	0.0463
	2mL 硝酸（1+1）（原 GB/T 22661.7-2008 中的酸度条件）	样品完全溶解，试液澄清	0.0553
	6mL 硝酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.0556
	10mL 硝酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.0560
	15mL 硝酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.0512
	2mL 盐酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.0526
	6mL 盐酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.0555
	10mL 盐酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.0562
	15mL 盐酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.0498
FT-2	不加酸	试液浑浊	0.0492
	2mL 硝酸（1+1）	试液浑浊	0.0491
	6mL 硝酸（1+1）	试液浑浊	0.0499
	10mL 硝酸（1+1）	试液浑浊	0.0505
	15mL 硝酸（1+1）	试液浑浊	0.0523
	2mL 盐酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.0536
	6mL 盐酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.0548
	10mL 盐酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.0560
	15mL 盐酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.0558
FZ-2	不加酸	样品完全溶解，试液澄清	0.1191
	2mL 硝酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.1238
	6mL 硝酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.1274
	10mL 硝酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.1280
	15mL 硝酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.1292
	2mL 盐酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.1258
	6mL 盐酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.1285
	10mL 盐酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.1294
	15mL 盐酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.1296

由表 9 可知，该条件试验采用硫酸溶样、冒烟的方式对样品进行前处理后，加入硝酸及盐酸复溶盐类，以对比不同种类的酸及浓度对测定结果的影响。氟硼酸钾中钠含量的测定试验，3%-

5%盐酸浓度和 1%以上硝酸浓度的测定结果一致；当盐酸浓度大于 5%后，钠的测定结果偏低。氟锆酸钾中钠含量的测定试验，5%-7.5%硝酸浓度和 3%以上盐酸浓度的测定结果一致；而 1%-3%硝酸浓度及 3%盐酸浓度中，钠的测定结果偏低。氟钛酸钾中钠含量的测定试验，当用硝酸复溶盐类时，氟钛酸钾样品的试液浑浊，且硝酸介质测定结果均低于盐酸介质的测定结果，可能是水解产物吸附钠离子导致测定结果偏低；另外，1%及 7.5%的盐酸浓度中，钠的结果低于 3%-5%的盐酸浓度中钠的测定结果。

综上，考虑到试验方法需能满足以上三种产品中钠含量的测定，故不采用硝酸复溶的方式，而采用盐酸复溶盐类。另外，当盐酸浓度为 5%时，可同时满足氟硼酸钾、氟钛酸钾、氟锆酸钾中钠含量的准确测定，所以选择 5%的盐酸酸度作为样品和标准溶液的实验酸度，即加入 10mL 盐酸（1+1）。

验证单位内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司对酸度实验的验证结果与起草单位一致。验证数据见表 10。

表 10 酸度实验的实验现象及试液吸光度（一验单位）

样品名称	复溶方式	实验现象	测定结果（%）
FB-2	不加酸	样品完全溶解，试液澄清	0.0527
	2mL 硝酸（1+1）（原 GB/T 22661.7-2008 中的酸度条件）	样品完全溶解，试液澄清	0.0526
	6mL 硝酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.0541
	10mL 硝酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.0542
	15mL 硝酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.0557
	2mL 盐酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.0521
	6mL 盐酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.0504
	10mL 盐酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.0534
	15mL 盐酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.0477
FT-2	不加酸	试液浑浊	0.0544
	2mL 硝酸（1+1）	试液浑浊	0.0584
	6mL 硝酸（1+1）	试液浑浊	0.0593
	10mL 硝酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.0645
	15mL 硝酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.0677
	2mL 盐酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.0590
	6mL 盐酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.0567
	10mL 盐酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.0571
	15mL 盐酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.0547
FZ-2	不加酸	样品完全溶解，试液澄清	0.1413
	2mL 硝酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.1434
	6mL 硝酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.1475
	10mL 硝酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.1495
	15mL 硝酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.1518
	2mL 盐酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.1424
	6mL 盐酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.1398
	10mL 盐酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.1444
	15mL 盐酸（1+1）	样品完全溶解，试液澄清	0.1315

3.2.5 消电离剂的影响

火焰原子吸收光谱法测定钾、钠含量时易发生电离效应，现行标准采用在试液中加入氯化锶作为消电离剂。试验分别以 FB-2、FT-2 和 FZ-2 作为考察对象，按试验方法对以上样品进行预处理，在试液中加入不同体积的氯化锶溶液（100 g/L），用水稀释至刻度，混匀，测量其吸光度，数据见表 11。

表 11 氯化锶加入量的影响（起草单位）

氯化锶溶液加入量（mL）	不同种类样品试液吸光度/Abs		
	FB-2	FT-2	FZ-2
0	0.1692	0.1793	0.5172
1	0.1705	0.1833	0.5189
2	0.1725	0.1862	0.5186
3	0.1754	0.1892	0.5169
5	0.1772	0.1901	0.5185

由表 11 可知，氯化锶加入量对曲线吸光值以及样品吸光度值影响较小，说明氯化锶加入量对钠元素测定的影响较小，故不加入氯化锶溶液对钠的测定无影响，且可以简化操作步骤。

相同的，试液中加入氯化铯作为消电离剂。试验分别以 FB-2、FT-2 和 FZ-2 作为考察对象，按试验方法对以上样品进行预处理，在试液中加入不同体积的氯化铯溶液（25 g/L），用水稀释至刻度，混匀，测量其吸光度，数据见表 12。

表 12 氯化铯加入量的影响（起草单位）

氯化铯溶加入量（mL）	不同种类样品试液吸光度/Abs		
	FB-2	FT-2	FZ-2
0	0.1146	0.1519	0.3244
1	0.1157	0.1521	0.3244
2	0.1131	0.1517	0.3269
3	0.1160	0.1511	0.3298
5	0.1137	0.1523	0.3276

由表 12 可知，氯化铯加入量对曲线吸光值以及样品检测值影响较小，说明氯化铯加入量对钠元素测定影响较小，故不加入氯化铯溶液对钠的测定无影响，且可以简化操作步骤。

验证单位内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司对消电离剂用量试验的验证结果与起草单位一致。验证数据见表 13、表 14。

表 13 氯化锶加入量的影响（一验单位）

氯化锶溶液加入量（mL）	不同种类样品试液吸光度/Abs		
	FB-2	FT-2	FZ-2

0	0.0628	0.0521	0.1543
1	0.0585	0.0525	0.1584
2	0.0594	0.0542	0.1567
3	0.0603	0.0534	0.1576
5	0.0598	0.0565	0.1639

表 14 氯化铯加入量的影响（一验单位）

氯化铯溶液加入量（mL）	不同种类样品试液吸光度/Abs		
	FB-2	FT-2	FZ-2
0	0.0628	0.0948	0.2101
1	0.0612	0.0965	0.2112
2	0.0634	0.1012	0.2233
3	0.0640	0.1123	0.2310
5	0.0665	0.1243	0.2354

3.2.6 基体干扰试验

称取 0.20g 的氟硼酸钾 1#、氟钛酸钾 1#、氟锆酸钾 1#样品，并依次加入 0 mL、2 mL、4 mL、6 mL、8 mL 钠标准溶液（10μg/mL），置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中，用少量水润湿，加入 2 mL 硫酸（1+1），加热至冒白烟，继续加热蒸发至近干，取下冷却。加入 10 mL 盐酸（1+1）、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。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，测定试液的吸光度。测定结果见表 15。

表 15 基体浓度对测定的影响（起草单位）

基体类型	钠标液加入量/mL	试液吸光度/ABS	K	K 平均值	基体干扰（%）
无基体	0	0.0000		0.755	/
	2.0	0.1344	0.744		
	4.0	0.2660	0.752		
	6.0	0.3922	0.765		
	8.0	0.5276	0.758		
氟硼酸钾基体	0	0.0076		0.704	6.71
	2.0	0.1541	0.682		
	4.0	0.2947	0.697		
	6.0	0.4281	0.713		
	8.0	0.5601	0.724		
氟钛酸钾基体	0	0.0034		0.708	6.24
	2.0	0.1499	0.683		

	4.0	0.2880	0.703		
	6.0	0.4183	0.723		
	8.0	0.5574	0.722		
氟锆酸钾基体	0	0.1798		0.720	4.63
	2.0	0.3219	0.704		
	4.0	0.4599	0.714		
	6.0	0.5905	0.730		
	8.0	0.7268	0.731		

由表 15 数据可知，在氟硼酸钾、氟钛酸钾和氟锆酸钾三种基体存在下，钠的测定均受到一定程度的影响，基体干扰率分别为 6.83%、6.19%和 4.60%。所有基体干扰率均低于 10%，符合方法适用性判定标准。当称样量为 0.20g 时，标准溶液无需进行基体匹配。

验证单位内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司对样品酸度试验的验证结果与起草单位一致。验证数据见表 16。

表 16 基体浓度对测定的影响（一验单位）

基体类型	钠标液加入量/mL	试液吸光度/ABS	K	K 平均值	基体干扰（%）
无基体	0	0.0046		0.630	/
	2.0	0.1657	0.621		
	4.0	0.3233	0.628		
	6.0	0.4746	0.638		
	8.0	0.6368	0.633		
氟硼酸钾基体	0	0.0137		0.587	6.83
	2.0	0.1893	0.569		
	4.0	0.3577	0.581		
	6.0	0.5176	0.595		
	8.0	0.6758	0.604		
氟钛酸钾基体	0	0.0087		0.591	6.19
	2.0	0.1842	0.570		
	4.0	0.3497	0.587		
	6.0	0.5059	0.603		
	8.0	0.6726	0.603		
氟锆酸钾基体	0	0.2200		0.601	4.60
	2.0	0.3903	0.587		
	4.0	0.5557	0.596		
	6.0	0.7122	0.610		
	8.0	0.8755	0.610		

3.2.7 共存元素干扰实验

根据产品标准的规定，氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟钛酸钾、氟锆酸钾中主要共存元素有 Si、Fe、Ca、Pb、Mg。各产品中共存元素的最大含量分别为：Si<0.30 %，Fe<0.10 %，Ca<0.10 %，Pb<0.10 %（氟钛酸钾）；Si<0.40 %，Mg<0.10 %，Ca<0.10 %（氟硼酸钾）；Si<0.20 %，Fe<0.10 %，Ca<0.05 %（氟锆酸钾）。

而 Si 在样品分解时几乎转化为 SiF_4 逸出，因此本实验对铁、钙、铅、镁进行单元素及综合元素干扰试验。分别称取 0.20 g FB-2、FT-2、FZ-2 置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中，分别按照产

品中共存离子的最大质量分数及其 5 倍含量，添加单元素及综合元素进行干扰试验，按实验方法及选定的仪器工作条件测定试液的吸光度，计算其干扰率，负数为抑制率，结果见表 17。

表 17 共存元素干扰实验（起草单位）

样品名称	共存元素	加入量/μg	吸光度/Abs	未加入共存元素时吸光度 Abs	干扰率/%
FB-2	Ca	200	0.2027	0.2087	-2.9
		1000	0.2031	0.2087	-2.7
	Mg	200	0.2032	0.2087	-2.6
		1000	0.1859	0.2087	-10.9
	Ca+Mg	Ca200+Mg200	0.2067	0.2087	-1.0
		Ca1000+Mg1000	0.2036	0.2087	-2.4
FT-2	Fe	200	0.2023	0.2038	-0.7
		1000	0.2028	0.2038	-0.5
	Ca	200	0.2027	0.2038	-0.5
		1000	0.2023	0.2038	-0.7
	Pb	200	0.2027	0.2038	-0.5
		1000	0.2067	0.2038	1.4
	Fe+Ca+Pb	Fe200+Ca200+Pb200	0.2013	0.2038	-1.2
		Fe1000+Ca1000+Pb1000	0.2009	0.2038	-1.4
FZ-2	Fe	200	0.6019	0.5913	1.8
		1000	0.6071	0.5913	2.7
	Ca	100	0.5896	0.5913	-0.3
		500	0.5794	0.5913	-2.0
	Fe+Ca	Fe200+Ca100	0.5925	0.5913	0.2
		Fe1000+Ca500	0.5933	0.5913	0.3

由表 17 可知，当氟硼酸钾中镁含量达到 0.5%时，镁离子对吸光度的抑制率为 10.9%，但此时镁含量已是产品最大限值的 5 倍，出现的可能性极低，不影响产品的测定。除此以外，共存离子对吸光度的干扰率为-2.9%~2.7%，可忽略不计。因此，氟硼酸钾、氟钛酸钾、氟锆酸钾中的共存元素对钠的测定无影响。

验证单位内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司对共存元素干扰实验的验证结果与起草单位一致。验证数据见表 18。

表 18 共存元素干扰实验（一验单位）

样品名称	共存元素	加入量/μg	吸光度/Abs	未加入共存元素时吸光度 Abs	干扰率/%
FB-2	Ca	200	0.0705	0.0723	-2.5
		1000	0.0706	0.0723	-2.4
	Mg	200	0.0703	0.0723	-2.7
		1000	0.0688	0.0723	-4.9
	Ca+Mg	Ca200+Mg200	0.7	0.0723	-3.2
		Ca1000+Mg1000	0.0653	0.0723	-9.7

FT-2	Fe	200	0.0683	0.0691	-1.2
		1000	0.0681	0.0691	-1.4
	Ca	200	0.0679	0.0691	-1.7
		1000	0.0676	0.0691	-2.1
	Pb	200	0.0685	0.0691	-0.9
		1000	0.0678	0.0691	-1.9
	Fe+Ca+Pb	Fe200+Ca200+Pb200	0.0676	0.0691	-2.1
		Fe1000+Ca1000+Pb1000	0.0674	0.0691	-2.5
FZ-2	Fe	200	0.2192	0.2234	-1.9
		1000	0.2183	0.2234	-2.3
	Ca	100	0.2178	0.2234	-2.5
		500	0.2174	0.2234	-2.7
	Fe+Ca	Fe200+Ca100	0.2163	0.2234	-3.2
		Fe1000+Ca500	0.2131	0.2234	-4.6

3.2.8 样品溶解器皿条件试验

本次修订将原 GB/T 22661.7-2008 氟硼酸钾中钠测定的消解器具增加聚四氟乙烯烧杯，因此消解器具条件试验为针对铂金坩埚-聚四氟乙烯烧杯比对试验开展。称取 0.20 g FB-2、FT-2、FZ-2 置于铂金坩埚和 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中，用少量水润湿，加入 2 mL 硫酸（1+1），加热至冒白烟，继续加热蒸发至近干，取下冷却。加入 10 mL 盐酸（1+1）、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。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，测定试液的吸光度，计算钠元素含量，结果见表 19。

表 19 消解器具条件试验（起草单位）

样品名称	消解器具	测定结果（%）
FB-2	铂金坩埚	0.0562
	聚四氟乙烯烧杯	0.0557
FT-2	铂金坩埚	0.0591
	聚四氟乙烯烧杯	0.0598
FZ-2	铂金坩埚	0.1277
	聚四氟乙烯烧杯	0.1304

由表 19 可知，使用铂金坩埚和聚四氟乙烯烧杯消解氟硼酸钾、氟钛酸钾、氟锆酸钾对钠的测定没有明显影响，所以可选择铂金坩埚或聚四氟乙烯烧杯消解样品。

验证单位内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司对消解器具条件试验的验证结果与起草单位一致。验证数据见表 20。

表 20 消解器具条件试验（一验单位）

样品名称	消解器具及加热设备	测定结果（%）
FB-2	铂金皿—沙浴	0.0540
	聚四氟乙烯烧杯—电热板	0.0530
FT-2	铂金皿—沙浴	0.0575
	聚四氟乙烯烧杯—电热板	0.0582
FZ-2	铂金皿—沙浴	0.1445
	聚四氟乙烯烧杯—电热板	0.1430

3.2.9 特征浓度试验

分别配制浓度为 0 μg/mL、 0.20 μg/mL、0.40 μg/mL、0.60 μg/mL、0.80 μg/mL、1.00 μg/mL 钠标准溶液。与试料测定相同的条件，以试剂空白为参比，分别测量 10 次标准溶液，得到对应浓度吸光度，对测定结果进行数理统计，计算特征浓度，测定结果见表 21。

表 21 特征浓度（起草单位）

钠浓度 /μg/mL	Abs	平均值	标准偏差	特征浓度
0.00	0.0001、-0.0001、-0.0001、0.0002、-0.0004、-0.0002 、0.0002、0.0003、-0.0001、0.0001	0.0000	0.00023	-
0.20	0.0871、0.0868、0.0878、0.0863、0.0871、0.0872、0.0866、0.0863、0.0879、0.0874	0.0870	0.00055	0.0101
0.40	0.1706、0.1712、0.1707、0.1704、0.1700、0.1698、0.1698、0.1716、0.1711、0.1712	0.1706	0.00062	0.0103
0.60	0.2534、0.2541、0.2537、0.2530、0.2536、0.2529、0.2536、0.2527、0.2540、0.2539	0.2535	0.00049	0.0104
0.80	0.3297、0.3294、0.3294、0.3307、0.3287、0.3288、0.3298、0.3297、0.3298、0.3304	0.3296	0.00061	0.0107
1.00	0.4059、0.4058、0.4061、0.4061、0.4056、0.4055、0.4052、0.4061、0.4054、0.4065	0.4058	0.00040	0.0108

本方法中的特征浓度均可满足特征浓度应不大于 0.04μg/mL 的要求。

验证单位内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司对特征浓度试验的验证结果与起草单位一致。验证数据见表 22。

表 22 特征浓度（一验单位）

钠浓度 /μg/mL	Abs	平均值	标准偏差	特征浓度
0.00	0.0136、0.0129、0.0133、0.0137、0.0127、0.0122、0.0119、0.0134、0.0130、0.0125、0.0123	0.01286	0.00059	-
0.20	0.0450、0.0453、0.0448、0.0452、0.0450、0.0454、0.0457、0.0453、0.0450、0.0451	0.04518	0.000257	0.0195
0.40	0.0751、0.0755、0.0752、0.0756、0.0752、0.0757、0.0761、0.0752、0.0751、0.762	0.07549	0.000407	0.0233
0.60	0.1045、0.1049、0.1050、0.1051、0.1053、0.1055、	0.10499	0.000307	0.0251

	0.1046、0.1048、0.1050、0.1052			
0.80	0.1374、0.1372、0.1380、0.1378、0.1382、0.1375、0.1378、0.1381、0.1372、0.1377	0.13769	0.000355	0.0256
1.00	0.1680、0.1687、0.1678、0.1680、0.1681、0.1682、0.1676、0.1682、0.1678、0.1677	0.16801	0.000327	0.0262

3.2.10 最小稳定性

依据火焰原子吸收光谱法通则 GB/T 7728 规定，测量最高校准溶液的吸光度 10 次，并计算其吸光度平均值和标准偏差。该标准偏差不应超过该吸光度平均值的 1.5%。测量最低校准溶液（不是“零”校准溶液）的吸光度 10 次，并计算其标准偏差。该标准偏差不应超过最高校准溶液平均吸光度的 0.5%。

用最高浓度 1.00μg/mL 和最低浓度 0.20μg/mL 钠标准溶液各测量 10 次，结果见表 23。

表 23 工作曲线精密度要求（起草单位）

钠浓度/μg/mL	吸光度/Abs	平均值/Abs	标准偏差	最小稳定性/%
0.20	0.0871、0.0869、0.0871、0.0868、0.0871、0.0872、0.0868、0.0869、0.0869、0.0874	0.0870	0.00019	0.22
1.00	0.4059、0.4058、0.4061、0.4061、0.4056、0.4055、0.4052、0.4061、0.4054、0.4065	0.4058	0.00040	0.10

最高浓度标准溶液吸光度的标准偏差不超过其平均吸光度的 1.0%，通过计算得出 0.00019/0.0870×100% = 0.22% < 1.0%；

最低浓度标准溶液吸光度的标准偏差不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%，通过计算得出 0.00040/0.4058×100% = 0.10% < 0.5%。

即最高和最低吸光度值精密度均满足最小精密度要求。

验证单位内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司对工作曲线精密度试验的验证结果与起草单位一致，最高和最低吸光度值精密度均满足最小精密度要求。验证数据见表 24。

表 24 工作曲线精密度要求（一验单位）

钠浓度/μg/mL	吸光度/Abs	平均值/Abs	标准偏差	最小稳定性/%
0.20	0.0451、0.0451、0.0450、0.0453、0.0454、0.0449、0.0452、0.0450、0.0454、0.0453	0.04517	0.000176	0.39
1.00	0.1681、0.1679、0.1680、0.1678、0.1680、0.1680、0.1681、0.1683、0.1684、0.1677	0.16800	0.0002116	0.13

3.2.11 工作曲线线性

标准曲线按浓度等分成五段，最高浓度标准溶液和次高浓度标准溶液吸光度读数的差值与次低浓度标准溶液和最低浓度标准溶液吸光度差值应大于 0.8 倍。以最小二乘法计算各元素量与吸光度之间的线性回归方程式。结果见表 25。

表 25 工作曲线线性及最小稳定性（起草单位）

标准溶液，μg/mL	0.00	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
吸光度	0.0000	0.0870	0.1706	0.2535	0.3296	0.4058
工作曲线线性	y=0.0797x+0.0104 R^2=0.9994					
特征浓度	0.010					
最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比	0.91					

验证单位内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司对样品酸度试验的验证结果与起草单位一致。验证数据见表 26。

表 26 工作曲线线性及最小稳定性（一验单位）

标准溶液，μg/mL	0.00	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
吸光度	0.0136	0.0450	0.0751	0.1049	0.1372	0.1678
工作曲线线性	y=0.15392x+0.0137 R^2=0.9999					
特征浓度	0.0286					
最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比	1.084					

3.2.12 方法检出限及方法定量限

按国际理论与应用化学家联合会（IUPAC）规定，用样品空白溶液在所选条件下测定 11 次，计算其标准偏差，用 3 倍的标准偏差作为方法的检出限，以被测元素浓度标准偏差的 10 倍作为被测元素的测定下限，结果见表 27。

表 27 方法检出限（起草单位）

空白溶液检测值 /μg/mL	标准偏差/μg/mL	方法检出限/μg/mL	方法定量限/μg/mL
0.005、0.009、0.009、0.009、0.007、0.002、0.005、0.008、0.001、0.003、0.001	0.0032	0.0097	0.032

由表 27 可知，钠标准偏差为 0.0032 μg/mL，3 倍的标准偏差计该方法的检测限为 0.0097 μg/mL，满足方法检测要求。

验证单位内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司对样品酸度试验的验证结果与起草单位一致。验证数据见表 28。

表 28 方法检出限（一验单位）

空白溶液检测值 /μg/mL	标准偏差/μg/mL	方法检出限/μg/mL	方法定量限/μg/mL
0.011、0.011、0.010、0.009、0.003、0.007、0.007、0.010、0.008、0.003、0.007	0.0029	0.0087	0.029

3.2.13 加标回收试验

根据试样中钠的含量，按照试验方法进行样品溶解，分别加入不同量的钠标准溶液测定其结果，计算加标回收率。见表 29。

表 29 加标回收试验（起草单位）

编号	含量/%	称样量/g	本底值/μg	加标量/μg	测得值/μg	回收率/%
FB-1	0.0089	0.2048	18.23	30.00	46.93	97.3
		0.2012	17.91	50.00	69.40	102.2
		0.2033	18.09	80.00	92.99	94.8
FB-2	0.0559	0.2005	112.08	50.00	157.06	96.9
		0.2018	112.81	100.00	213.66	100.4
		0.2001	111.86	300.00	419.27	101.8
FB-3	0.1088	0.2044	222.39	100.00	306.59	95.1
		0.2015	219.23	300.00	516.63	99.5
		0.2026	220.43	600.00	808.94	98.6
FT-1	0.0100	0.2037	20.37	10.00	29.43	96.9
		0.2012	20.12	20.00	40.92	102.0
		0.2030	20.30	50.00	68.54	97.5
FT-2	0.0597	0.2019	120.53	50.00	174.96	102.6
		0.2044	122.03	100.0	220.03	99.1
		0.2000	119.40	300.0	394.66	94.1
FT-3	0.1114	0.2056	229.04	100.0	317.19	96.4
		0.2017	224.69	300.0	490.58	93.5
		0.2030	226.14	600.0	779.05	94.3
FZ-1	0.0293	0.2006	58.78	50.00	105.19	96.7
		0.2037	59.68	100.0	155.05	97.1
		0.2011	58.92	200.0	242.61	93.7
FZ-2	0.1291	0.2025	261.43	100.0	370.83	102.6
		0.2022	261.04	300.0	536.35	95.6
		0.2018	260.52	700.0	938.43	97.7
FZ-3	0.1698	0.2052	348.43	200.0	522.10	95.2
		0.2039	346.22	500.0	793.75	93.8
		0.2042	346.73	900.0	1185.64	95.1

由表 29 可以知，钠的加标回收率在 93.5 %～102.6%之间，满足方法检测要求。

验证单位内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司对加标回收试验的验证结果为：回收率在93.3 %～110.0%之间，满足方法检测要求。验证数据见表 30。

表 30 加标回收试验（一验单位）

编号	含量/%	称样量/g	本底值/μg	加标量/μg	测得值/μg	回收率/%
FB-1	0.0116	0.2000	23.2	30	54.2	103.3
		0.2000	23.2	50	77.2	108.0
		0.2000	23.2	80	105.2	102.5
FB-2	0.053	0.2000	106.0	50	155.9	99.8
		0.2000	106.0	100	206.0	100.0
		0.2000	106.0	300	415.9	103.3
FB-3	0.111	0.2000	222.0	100	312.0	90.0
		0.2000	222.0	300	531.9	103.3
		0.2000	222.0	600	822.0	100.0
FT-1	0.009	0.2000	18.0	10	28.5	105.0
		0.2000	18.0	20	40.0	110.0
		0.2000	18.0	50	66.0	96.0
FT-2	0.057	0.2000	114.0	50	164.0	100.0
		0.2000	114.0	100	224.0	110.0
		0.2000	114.0	300	393.9	93.3
FT-3	0.116	0.2000	232.0	100	322.0	90.0
		0.2000	232.0	300	552.1	106.7
		0.2000	232.0	600	848.2	102.7
FZ-1	0.030	0.2000	60.0	50	110.0	100.0
		0.2000	60.0	100	160.0	100.0
		0.2000	60.0	200	270.0	105.0
FZ-2	0.149	0.2000	298.0	100	408.0	110.0
		0.2000	298.0	300	577.9	93.3
		0.2000	298.0	700	1018.3	102.9
FZ-3	0.201	0.2000	402.0	200	622.0	110.0

		0.2000	402.0	500	932.0	106.0
		0.2000	402.0	900	1331.7	103.3

3.2.14 方法精密度

本方法通过计算相对标准偏差验证方法的精密度。按照试验方法处理后进行测定，其中，“FB-1”为向氟硼酸钾（低含量）样品中加入 1.0mL 钠标准溶液（10μg/mL）合成所得。结果见表 31。结果表明，方法精密度的相对标准偏差在 2.15%～8.04%之间。

表 31-1 各验证单位的钠含量精密度数据（实验室 1 广东省科学院工业分析检测中心）

样品名称	测定值	平均值	标准偏差/%	相对标准偏差
FB-1	0.0100、0.0087、0.0096、0.0095、0.0081、0.0088、0.0082、0.0080、0.0088、0.0098、0.0084	0.0089	0.07	8.04
FB-2	0.0543、0.0543、0.0543、0.0543、0.0553、0.0506 0.0545、0.0537、0.0505、0.0541、0.0530	0.0534	0.32	2.94
FB-3	0.163、0.163、0.156、0.157、0.166、0.157、0.155、0.152、0.153、0.150、0.168	0.158	0.59	3.71
FT-1	0.0097、0.0100、0.0100、0.0092、0.0106、0.0113、0.0091、0.0097、0.0095、0.0106、0.0108	0.0100	0.07	6.97
FT-2	0.0589、0.0638、0.0547、0.0572、0.0614、0.0606、0.0602、0.0595、0.0638、0.0608、0.0556	0.0593	0.30	4.96
FT-3	0.155、0.164、0.159、0.167、0.157、0.152、0.162、0.167、0.165、0.160、0.146	0.159	0.67	4.22
FZ-1	0.0301、0.0294、0.0279、0.0302、0.0293、0.0299、0.0283、0.0292、0.0301、0.0285、0.0300	0.0292	0.08	2.72
FZ-2	0.134、0.134、0.1270、0.134、0.124、0.125、0.124、0.126、0.134、0.130、0.129	0.128	0.41	3.19
FZ-3	0.174、0.168、0.164、0.173、0.173、0.168、0.171、0.174、0.166、0.172、0.165	0.169	0.36	2.15

表 31-2 内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司

样品名称	测定值	平均值	标准偏差/%	相对标准偏差
FB-1	0.0123、0.0112、0.0112、0.0114、0.0115、0.0117、0.0119、0.0116、0.0121、0.0116、0.0118	0.0117	0.04	2.98
FB-2	0.054、0.055、0.048、0.057、0.048、0.058、0.060、0.054、0.054、0.053、0.047	0.0535	0.43	8.11
FB-3	0.163、0.160 、0.157 、0.155 、0.164、0.161、0.165、0.159、0.158、0.153、0.161	0.160	0.0027	1.69
FT-1	0.0090、0.0077、0.0097、0.0085、0.0090、0.0091、0.0087、0.0085、0.0092、0.0087、0.0098	0.0089	0.60	6.74
FT-2	0.055、0.057、0.058、0.054、0.060、0.055、0.058、0.058、0.059、0.061、0.055	0.0573	0.23	4.04
FT-3	0.170、0.166、0.164、0.171、0.163、0.163、0.165、0.171、0.165、0.169、0.164	0.166	0.003	1.82
FZ-1	0.029、0.031、0.028、0.030、0.029、0.029、0.031、0.031、0.028、0.030、0.030	0.0296	0.11	3.67
FZ-2	0.146、0.153、0.143、0.142、0.146、0.147、0.146、0.150、0.156、0.157、0.157	0.149	0.56	3.76
FZ-3	0.206、0.207、0.204、0.200、0.204、0.200、0.204、0.201、0.196、0.202、0.190	0.201	0.49	2.44

表 31-3 国标（北京）检验认证有限公司

样品名称	测定值	平均值	标准偏差	相对标准偏差
FB-1	0.0087、0.0091、0.0084、0.0084、0.0091、0.0094、0.0084、0.0087、0.0084、0.0081、0.0084	0.0086	0.00040	4.57
FB-2	0.051、0.049、0.049、0.053、0.056、0.055、0.056、0.055、0.054、0.056、0.053	0.0534	0.00269	5.07
FB-3	0.150 、0.150、0.147、0.149、0.156、 0.152、0.154 、0.150、 0.150、0.151、0.155	0.151	0.00267	1.77
FT-1	0.0093、0.0095、0.0093、0.0097、0.0091、0.0092、0.0095、0.0094、0.0097、0.0098、0.0093	0.0094	0.00025	2.66
FT-2	0.061、0.058、0.060、0.061、0.060、0.059、0.060、0.062、0.062、0.060、0.059	0.0602	0.00125	2.07
FT-3	0.157、0.155、0.149、0.157、0.146、0.154、0.146、0.156、0.146、0.148、0.152	0.151	0.00454	3.00
FZ-1	0.028、0.026、0.026、0.025、0.025、0.024、0.028、0.027、0.025、0.025、0.026	0.0259	0.00123	4.76
FZ-2	0.13、0.11、0.12、0.11、0.12、0.13、0.12、0.13、0.12、0.12、0.12	0.121	0.00525	4.33
FZ-3	0.15、0.17、0.17、0.17、0.16、0.15、0.16、0.15、0.17、0.15、0.16	0.160	0.00705	4.39

表 31-4 中铝检测科技（郑州）有限公司

样品名称	测定值	平均值	标准偏差/%	相对标准偏差
FB-1	0.0102、0.0098、0.0104、0.0094、0.0101、0.0089、0.0098、0.0110、0.0103、0.0095、0.0092	0.0099	0.06	6.13
FB-2	0.0542、0.0546、0.0502、0.0514、0.0555、0.0512、0.0543、0.0541、0.0564、0.0531、0.0522	0.0534	0.19	3.62
FB-3	0.148、0.146、0.132、0.128、0.143、0.148、0.136、0.154、0.155、0.147、0.146	0.144	0.86	5.96
FT-1	0.0098、0.0086、0.0095、0.0102、0.0104、0.0112、0.0098、0.0096、0.0102、0.0101、0.0097	0.0099	0.06	6.5
FT-2	0.0566、0.0531、0.0562、0.0552、0.0571、0.0532、0.0544、0.0578、0.0572、0.0554、0.0541	0.0555	0.16	2.95
FT-3	0.163、0.154、0.164、0.164、0.162、0.161、0.159、0.155、0.157、0.155、0.156	0.159	0.39	2.43
FZ-1	0.027、0.028、0.028、0.027、0.026、0.028 、0.028、0.030、0.029、0.031、0.030	0.0284	0.15	5.29
FZ-2	0.159、0.164、0.158、0.156、0.155、0.168、0.162、0.171 、0.161、0.164、0.151	0.161	0.58	3.63
FZ-3	0.189、0.192、0.188、0.195、0.183、0.171、0.188、0.182、0.189、0.174、0.176	0.184	0.78	4.22

3.2.15 方法的重复性和再现性

按照 GB/T 6379.2-2004 的技术要求，对收到的数据进行了统计分析，确定标准测量方法的重复性和再现性。

表 32 起草、验证单位编号及名称

实验室编号	单位名称
1	广东省科学院工业分析检测中心

2	内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司
3	国标（北京）检验认证有限公司
4	中铝检测科技（郑州）有限公司

3.2.15.1 格拉布斯检验

采用格拉布斯法对经柯克伦检验后的精密度数据进行进一步组间离群值检验，对于一个离群观测值（最大值/最小值）情形，当统计量 G 小于显著性水平 α =0.05 下的临界值时，则判定为正确值；当 G 大于显著性水平 α =0.05 下的临界值，且小于显著性水平 α =0.01 下的临界值时，则判定为歧离值（用单星号（*）标出），此时该测量值若非技术错误导致，则仍可计入后续统计；当 G 大于显著性水平 α =0.01 下的临界值时，则判定为离群值，（用双星号（**）标出），予以剔除。当 p=4，α =0.05 时临界值为 1.463，α =0.01 时临界值为 1.492，统计结果见表 33~表 35。

表 33 氟硼酸钾样品的格拉布斯单个离群值检验结果

实验室	水平 1	水平 2	水平 3
1	0.0089	0.0535	0.158
2	0.0117	0.0535	0.160
3	0.0086	0.0534	0.151
4	0.0099	0.0534	0.144
Max/%	0.0117	0.0535	0.160
Min/%	0.0086	0.0534	0.144
$\bar{x}$	0.0098	0.053	0.15
Gmax	1.383	0.952	0.881
Gmin	0.822	1.052	1.294
检验结果	无离群值	无离群值	无离群值

表 34 氟钛酸钾样品的格拉布斯单个离群值检验结果

实验室	水平 1	水平 2	水平 3
1	0.0100	0.0593	0.159
2	0.0089	0.0573	0.166
3	0.0094	0.0602	0.151
4	0.0099	0.0555	0.159
Max/%	0.0100	0.060	0.166
Min/%	0.0089	0.055	0.151
$\bar{x}$	0.0096	0.058	0.16
Gmax	0.903	1.016	1.200
Gmin	1.296	1.224	1.248
检验结果	无离群值	无离群值	无离群值

表 35 氟锆酸钾样品的格拉布斯单个离群值检验结果

实验室	水平 1	水平 2	水平 3
1	0.0292	0.128	0.169
2	0.0296	0.149	0.201
3	0.0259	0.121	0.160

4	0.0284	0.161	0.184
Max/%	0.0296	0.161	0.201
Min/%	0.0259	0.121	0.160
$\bar{x}$	0.028	0.14	0.18
Gmax	0.823	1.139	1.254
Gmin	1.423	1.018	1.028
检验结果	无离群值	无离群值	无离群值

3.2.15.2 **重复性和再现性计算**

钠元素的重复性、再现性计算结果见表 36 和表 37。

表 36 重复性限

样品类型	w_{Na}/%	r/%
氟硼酸钾	0.0098	0.0015
	0.053	0.007
	0.15	0.02
氟钛酸钾	0.0096	0.0016
	0.058	0.007
	0.16	0.01
氟锆酸钾	0.028	0.003
	0.14	0.02
	0.18	0.02

表 37 再现性限

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

	0.18	0.05

四、标准中涉及专利的情况

本标准未涉及相关专利。

五、预期达到的社会效益等情况

（一）项目的必要性

氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾均属于无机氟化盐，是重要的化工原料。氟硼酸钾可用作热焊和铜焊的助熔剂；在铝镁浇筑生产时，可用作生产含硼合金的原料；也可用于电化学过程和试剂；可用于低铬酸镀铬及铅锡合金电解液中；亦可用于铝合金的纹理蚀刻及钛、硅片的蚀刻；在熔接和融合银、金、不锈钢时，能提净轻金属的渣滓；氟硼酸钾在用树脂作磨料黏合剂的重型磨轮中用作填充料；同时氟硼酸钾也是制三氟化硼和其他氟盐的原料。氟钛酸钾主要用于制造铝钛硼合金或铝加工晶型细化剂，还可用作有机合成催化剂，或用于制造钛酸和金属钛。氟锆酸钾主要用于生产金属锆和其他锆化合物的原料，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。

钠元素作为氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾中的杂质元素，其含量直接影响了产品的品质，受到供应商和客户的关注。因此，准确测定氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾中钠的含量对于改进制备工艺、把控产品质量具有十分重要的支撑作用。通过调研，目前现行的国家标准为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》只是针对氟硼酸钾，并且氟钛酸钾和氟锆酸钾中钠含量无相关测试方法标准，不能满足目前行业需求。因此，修订 GB/T22661.4-2008《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》具有很强的必要性。

（二）项目的可行性

火焰原子吸收光谱法是测定钠元素的一种常用的分析方法，具有灵敏度相对较高、操作简便等优点。原国家标准 GB/T22661.4-2008《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》即采用火焰原子吸收光谱法测定氟硼酸钾中钠元素含量，表明该方法具有较强的可行性。本项目主编单位广东省科学院工业分析检测中心已牵头起草了多项化学分析方法系列标准，也牵头或参与起草了多项关于火焰原子吸收光谱法的分析方法标准，具有较强的技术水平和丰富的实践经验，编制组内其他参编单位也均为有色金属行业内的骨干单位，可以为本文件项目的修订提供技术保障。

（三）标准的先进性、创新性、标准实施后预期产生的社会效益和经济效益

本标准是在大量的市场调研与交流的基础上，通过大量试验研究和验证而建立的。方法采用常用试剂，绿色环保，易于掌握，准确度高，能很好的满足企业与检测机构的日常检测要求。本标准的测定范围覆盖了目前行业内常规生产和应用的氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾中钠元素的含量水平，规定了测定方法和分析步骤，并且给出了该标准方法的精密度水平，具有较高的适用性、先进性和可操作性，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了一个统一、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，增强氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾及其下游产品在相关领域的应用，产生较大的社会效益和经济效益。

六、采用国际标准和国外先进标准的情况

经查，未检索到氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾中钠含量测定相关国际标准。

七、与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准协调配套情况

本标准符合现行法律、法规的要求，并与其他同类国家标准、行业标准无冲突、重叠和不协调之处。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

暂无。

九、标准性质的建议说明

建议该标准为推荐性行业标准。

十、贯彻标准的要求和措施建议

1、组织措施：建议相关部门组织贯彻本标准的实施，采取有效措施向氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾的使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。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、相关官网上发布等。

2、技术措施：通过专家培训、技术交流等措施进行宣贯执行。对于标准使用过程中容易出现的疑问，起草单位有义务进行必要的解释。

3、过渡办法：建议本标准批准发布 6 个月后实施。

十一、废止现行相关标准的建议

本标准实施之日起，代替 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》。

十二、其他应予以说明的事项

无。

《氟钛酸钾、氟硼酸钾、氟锆酸钾化学分析方法第 7 部分》编制组

2026 年 9 月