

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX—XXXX

铝基氮化硼粉末中氮化硼含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Determination of boron nitride content in aluminum-base powder—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

(报批稿)

20××-××-××发布

20××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 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。

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。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：矿冶科技集团有限公司、北矿新材料科技有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、北矿检测技术有限公司、江苏威拉里新材料科技有限公司、安徽相邦复合材料有限公司。

本文件主要起草人：刘海飞、周恒、许贞元、章德铭、胡宇、张康、李甜、田新、张晨、张琳、唐跃跃、许荣玉、王磊、王鹏举。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

铝基氮化硼粉末中氮化硼含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本文件规定了铝基氮化硼粉末中氮化硼含量的测定方法。

本文件适用于不含有机粘接剂的铝基氮化硼粉末中氮化硼含量的测定，测定范围：10.00%~23.00%。

2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料不含钛时，用盐酸溶解。试料含钛时，用盐酸溶解，并加硝酸和硫酸助溶。溶解后的滤渣用无水碳酸钠熔融，酸化后的溶液导入电感耦合等离子体原子发射光谱仪中，于相应波长处测定待测溶液中硼的发射强度，根据校准曲线计算出硼的含量，再由硼的含量计算得出氮化硼含量。

5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂，蒸馏水、去离子水或相当纯度的水。

5.1 盐酸 ($\rho=1.19$ g/mL)。

5.2 硝酸 ($\rho=1.42$ g/mL)。

5.3 硫酸 (1+1)。

5.4 纯铝 ($\geq 99.5\%$)。

5.5 无水碳酸钠。

5.6 硼标准溶液：准确称取 5.719 g 高纯硼酸（于 100 °C 烘 1 h，置于干燥器中冷却至室温）于烧杯中，加入适量水，60 °C 低温加热溶解，冷却，移入 1000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含硼 1000 μ g。

6 仪器设备

电感耦合等离子体原子发射光谱仪：推荐硼分析谱线波长为 249.772 nm。

7 试验步骤

7.1 试料

称取样品 0.10 g，精确至 0.0001 g，记为 m 。

7.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 测定

7.4.1 当试料不含钛时，将试料（7.1）置于 200 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸（5.1），低温加热溶解，直至溶液中不再溢出小气泡为反应完全，此时试液中有大量白色悬浮不溶物。当试料含钛时，将试料（7.1）置于 200 mL 烧杯中，加入 5 mL 盐酸（5.1）、5 mL 硝酸（5.2），加热至试料溶解，煮沸除去氮的氧化物。用少量水冲洗烧杯内壁，加入 10 mL 硫酸（5.3），低温蒸发至冒白烟。

7.4.2 在烧杯中加入 50 mL 去离子水，加热煮沸后用无灰滤纸过滤，用热去离子水清洗沉淀至滤液无酸性。

7.4.3 将洗净的滤渣沉淀连同滤纸放入 30 mL 铂金坩埚中，置于 900 °C 马弗炉中灼烧灰化（约 30 min）后取出，稍冷。加入 0.8 g 无水碳酸钠（5.5），在 900 °C 熔融 30 min 至氮化硼完全熔融，取出。

7.4.4 将冷却后的坩埚外壁和坩埚盖上表面冲洗干净，置于 200 mL 烧杯中，在坩埚内加入 5 mL 去离子水和 5 mL 盐酸（5.1），待熔融物澄清，用热去离子水浸取坩埚，之后将冷却至室温的溶液移入 250 mL 的容量瓶中，体积记为 V ，以水稀释至刻度，摇匀，待测。

7.5 校准曲线的绘制

7.5.1 分别称取 6 份 0.07 g 纯铝（5.4），按 7.4 中步骤操作，在最终定容至 250 mL 前，分别向其中加入 0.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL、25.00 mL 硼标准溶液（5.6）。以去离子水稀释至刻度，摇匀。

7.5.2 在电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，于选定的分析谱线处，测量系列标准溶液中硼的发射强度，根据系列标准溶液的发射强度和相应的浓度绘制校准曲线。硼元素的线性相关系数应大于 0.999。

8 试验数据处理

在分析界面，由软件自动计算样品待测液中硼元素的浓度 ρ 。氮化硼含量以氮化硼的质量分数 ω_{BN} 计，按公式（1）计算：

$$\omega_{\text{BN}} = \frac{\rho \cdot V \cdot A \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ ——软件自动计算出的样品待测液中硼元素的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V ——试液的总体积，单位为毫升（mL）；

m ——试料的质量，单位为克（g）；

A ——硼换算成氮化硼的系数，2.296。

所得结果表示至小数点后 2 位。

9 精密度

9.1 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，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参见附录 A。

表 1 重复性限

$\omega_{\text{BN}} / \%$	10.05	12.53	15.02	18.73	19.88	22.44
$r / \%$	0.27	0.29	0.31	0.33	0.35	0.39

9.2 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，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参见附录 A。

表 2 再现性限

$\omega_{\text{BN}} / \%$	10.05	12.53	15.02	18.73	19.88	22.44
$R / \%$	0.34	0.36	0.38	0.42	0.45	0.48

10 试验报告

试验报告至少应包括下列内容：

- a) 样品名称、编号、分析日期等信息；
- b) 使用的方法；
- c) 分析结果及其表示；
- d) 试验过程中观察到的异常现象；
- e) 对分析结果可能有影响而本文件未包括的操作或者任选的操作；
- f) 本文件编号。

附录 A
(资料性)
精密度试验原始数据

精密度数据是在 2020 年由 6 家实验室对氮化硼含量的 6 个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的氮化硼含量在重复性条件下独立测定 9 次。测定的原始数据见表 A.1。

表 A.1 精密度试验原始数据

实验室	样品水平	测定次数								
		1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	1#	10.12	10.06	9.96	9.99	10.11	10.15	9.98	10.12	9.93
	2#	12.73	12.60	12.43	12.46	12.55	12.48	12.46	12.63	12.44
	3#	14.88	14.97	14.81	15.13	15.09	15.12	15.08	15.04	15.09
	4#	18.61	18.82	18.65	18.72	18.83	18.82	18.79	18.81	18.53
	5#	19.76	20.05	19.86	19.81	20.01	20.06	19.86	19.77	19.78
	6#	22.32	22.56	22.36	22.65	22.40	22.61	22.36	22.33	22.36
2	1#	9.87	9.93	10.15	9.95	10.05	10.16	9.93	10.09	10.11
	2#	12.56	12.26	12.48	12.25	12.29	12.36	12.48	12.41	12.28
	3#	14.87	14.79	15.16	15.12	14.92	14.87	15.03	14.87	15.15
	4#	18.77	18.58	18.87	18.59	18.92	18.96	18.68	18.62	18.89
	5#	19.84	19.89	19.59	19.51	19.89	19.88	19.84	19.63	19.61
	6#	22.83	22.75	22.57	22.48	22.51	22.93	22.86	22.92	22.57
3	1#	10.12	10.11	10.08	10.22	10.14	9.95	10.19	10.08	10.11
	2#	12.55	12.47	12.61	12.58	12.44	12.71	12.41	12.66	12.52
	3#	15.21	15.01	15.20	15.11	15.08	15.05	15.17	15.22	15.03
	4#	18.94	18.92	18.95	18.73	18.78	18.89	18.75	19.03	18.86
	5#	19.72	19.69	19.71	19.98	19.75	19.87	19.92	19.68	19.95
	6#	22.61	22.68	22.35	22.44	22.42	22.52	22.63	22.39	22.33
4	1#	10.03	10.27	10.18	10.14	10.02	10.00	10.18	10.01	10.16
	2#	12.47	12.41	12.55	12.38	12.27	12.29	12.40	12.28	12.53
	3#	15.06	14.82	14.96	14.77	14.98	15.13	14.88	14.91	14.86
	4#	18.76	18.51	18.44	18.46	18.76	18.62	18.76	18.72	18.60
	5#	19.88	19.98	19.94	19.63	19.78	19.67	19.85	19.63	19.96
	6#	22.66	22.33	22.49	22.38	22.47	22.72	22.58	22.71	22.33
5	1#	9.85	9.98	9.87	9.81	9.82	10.06	9.86	9.96	9.83
	2#	12.41	12.26	12.16	12.46	12.39	12.49	12.52	12.31	12.26
	3#	14.92	15.10	14.98	14.96	15.10	15.08	14.89	15.12	15.11
	4#	18.93	18.92	18.67	18.95	18.68	18.71	18.73	18.85	18.72
	5#	19.99	19.98	19.82	19.75	20.06	19.77	19.80	20.03	19.98
	6#	22.35	22.43	22.32	22.26	22.62	22.26	22.31	22.53	22.52

表 A.1 精密度试验原始数据 (续)

实验室	样品水平	测定次数								
		1	2	3	4	5	6	7	8	9
6	1#	10.11	10.15	9.93	9.93	9.91	9.92	10.03	9.92	10.14
	2#	12.50	12.46	12.61	12.51	12.36	12.44	12.39	12.38	12.43
	3#	15.26	15.07	15.09	15.22	15.28	15.20	15.08	15.18	15.12
	4#	18.61	18.76	18.78	18.75	18.48	18.57	18.55	18.57	18.56
	5#	20.04	20.08	19.93	20.00	20.12	20.03	20.14	20.08	20.07
	6#	22.33	22.45	22.47	22.39	22.52	22.50	22.54	22.58	22.50