



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 34003—2017

## 氮化硼中杂质元素测定方法

Detection method of impurity elements in boron nitride

2017-07-12 发布

2018-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会

发布



## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准由全国非金属矿产品及制品标准化技术委员会(SAC/TC 406)归口。

本标准起草单位：清华大学分析中心、安捷伦科技有限公司、咸阳非金属矿研究设计院有限公司、北京新奥环标理化分析测试中心、国家非金属矿制品质量监督检验中心、北京市理化分析测试中心。

本标准主要起草人：王辉、吴春华、尚兴春、夏敏、田小青、段亚萍、武彦文、欧阳坤。

# 氮化硼中杂质元素测定方法

## 1 范围

本标准规定了电感耦合等离子体原子发射光谱测定氮化硼产品中杂质元素锂、钠、钙、镁、铁、锌、铜、镍、锰、钛、锶、镉的方法原理、试剂和仪器设备、分析步骤和精密度。

本标准适用于氮化硼粉末、氮化硼线材、氮化硼颗粒中锂、钠、钙、镁、铁、锌、铜、镍、锰、钛、锶、镉元素的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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

## 3 方法原理

氮化硼试料用硝酸、氢氟酸混酸在微波消解条件下溶解，用1：1硝酸赶酸2次除去氢氟酸，稀释定容到一定体积，采用电感耦合等离子体原子发射光谱测定锂、钠、钙、镁、铁、锌、铜、镍、锰、钛、锶、镉元素含量。

本方法最低检测浓度见表1。

表 1

| 元素              | Li  | Na  | Ca  | Mg  | Fe  | Zn  | Cu  | Ni  | Mn  | Ti  | Sr  | Cd  |
|-----------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| 最低检测浓度<br>mg/kg | 0.5 | 2.0 | 0.5 | 0.5 | 0.8 | 0.3 | 0.5 | 0.8 | 0.1 | 0.5 | 0.2 | 0.5 |

## 4 试剂和仪器设备

### 4.1 基础试剂和纯水

- 4.1.1 氢氟酸：纯度不低于 MOS 级。
- 4.1.2 硝酸：纯度不低于 MOS 级。
- 4.1.3 硝酸：(1+1)。
- 4.1.4 盐酸：(1+1)。
- 4.1.5 纯水：纯度应不低于 GB/T 6682 规定的二级水。

### 4.2 标准储备液和标准溶液

- 4.2.1 锂标准储备液：称取已在(105±5)℃烘干的无水氯化锂 0.610 8 g，溶于纯水，转入 1 000 mL 容



量瓶内,用纯水定容至刻度。此溶液含锂 0.100 g/L。

4.2.2 锂标准溶液:取锂标准储备液(4.2.1)5.00 mL,用纯水在 100 mL 容量瓶内稀释至刻度。此溶液含锂 5.00 mg/L。

4.2.3 钠标准储备液:称取已在 $(105\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 烘干的无水氯化钠 0.254 5 g,溶于纯水,转入 1 000 mL 容量瓶内,用纯水定容至刻度。此溶液含钠 0.100 g/L。

4.2.4 钠标准溶液:取钠标准储备液(4.2.3)5.00 mL,用纯水在 100 mL 容量瓶内稀释至刻度。此溶液含钠 5.00 mg/L。

4.2.5 钙标准储备液:称取已在 $(105\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 烘干的碳酸钙 0.249 7 g 于烧杯中,加入 20 mL 纯水,慢慢加入盐酸(4.1.4)40 mL 使其溶解,待溶完后,煮沸赶二氧化碳,放置冷却至室温,转入 1 000 mL 容量瓶内,用纯水定容至刻度。此溶液含钙 0.100 g/L。

4.2.6 钙标准溶液:取钙标准储备液(4.2.5)5.00 mL,用纯水在 100 mL 容量瓶内稀释至刻度。此溶液含钙 5.00 mg/L。

4.2.7 镁标准储备液:称取 0.100 0 g 纯镁(质量分数不小于 99.95%)于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 纯水,缓慢加入 40 mL 盐酸(4.1.4),剧烈反应后,微热至完全溶解,冷却后转入 1 000 mL 容量瓶内,用纯水定容至刻度。此溶液含镁 0.100 g/L。

4.2.8 镁标准溶液:取镁标准储备液(4.2.7)5.00 mL,用纯水在 100 mL 容量瓶内稀释至刻度。此溶液含镁 5.00 mg/L。

4.2.9 铁标准储备液:称取 0.100 0 g 纯铁(质量分数不小于 99.95%)于 250 mL 烧杯中,加入 40 mL 盐酸(4.1.4),微热至完全溶解,冷却后转入 1 000 mL 容量瓶内,用纯水定容至刻度。此溶液含铁 0.100 g/L。

4.2.10 铁标准溶液:移取铁标准储备液(4.2.9)5.00 mL 于 100 mL 容量瓶,加入 10 mL 盐酸(4.1.4),用纯水稀释至刻度。此溶液含铁 5.00 mg/L。

4.2.11 锌标准储备液:称取 0.100 0 g 纯锌(质量分数不小于 99.95%)于 250 mL 烧杯中,加入 40 mL 盐酸(4.1.4),低温加热至完全溶解,冷却后转入 1 000 mL 容量瓶内,用纯水定容至刻度。此溶液含锌 0.100 g/L。

4.2.12 锌标准溶液:移取锌标准储备液(4.2.11)5.00 mL 于 100 mL 容量瓶,加入 10 mL 盐酸(4.1.4),用纯水稀释至刻度。此溶液含锌 5.00 mg/L。

4.2.13 铜标准储备液:称取 0.100 0 g 纯铜(质量分数不小于 99.95%)于 250 mL 烧杯中,加入 40 mL 硝酸(4.1.3),低温加热至完全溶解,冷却后转入 1 000 mL 容量瓶内,用纯水定容至刻度。此溶液含铜 0.100 g/L。

4.2.14 铜标准溶液:移取铜标准储备液(4.2.13)5.00 mL 于 100 mL 容量瓶,加入 10 mL 硝酸(4.1.3),用纯水稀释至刻度。此溶液含铜 5.00 mg/L。

4.2.15 镍标准储备液:称取 0.100 0 g 纯镍(质量分数不小于 99.95%)于 250 mL 烧杯中,加入 40 mL 硝酸(4.1.3),低温加热至完全溶解,冷却后转入 1 000 mL 容量瓶内,用纯水定容至刻度。此溶液含镍 0.100 g/L。

4.2.16 镍标准溶液:移取镍标准储备液(4.2.15)5.00 mL 于 100 mL 容量瓶,加入 10 mL 硝酸(4.1.3),用纯水稀释至刻度。此溶液含镍 5.00 mg/L。

4.2.17 锰标准储备液:称取 0.100 0 g 纯锰(质量分数不小于 99.95%)于 250 mL 烧杯中,加入 40 mL 硝酸(4.1.3),微热至完全溶解,冷却后转入 1 000 mL 容量瓶内,用纯水定容至刻度。此溶液含锰 0.100 g/L。

4.2.18 锰标准溶液:移取锰标准储备液(4.2.17)5.00 mL 于 100 mL 容量瓶,加入 10 mL 硝酸(4.1.3),用纯水稀释至刻度。此溶液含锰 5.00 mg/L。

4.2.19 钛标准储备液:称取 0.100 0 g 纯钛(质量分数不小于 99.95%)于 250 mL 烧杯中,加入 40 mL



盐酸(4.1.4),微热至完全溶解,冷却后转入 1 000 mL 容量瓶内,用纯水定容至刻度。此溶液含钛 0.100 g/L。

4.2.20 钛标准溶液:移取钛标准储备液(4.2.19)5.00 mL 于 100 mL 容量瓶,加入 10 mL 盐酸(4.1.4),用纯水稀释至刻度。此溶液含钛 5.00 mg/L。

4.2.21 锶标准储备液:称取硝酸锶 0.241 5 g,溶于纯水,转入 1 000 mL 容量瓶内,用纯水定容至刻度。此溶液含锶 0.100 g/L。

4.2.22 锶标准溶液:移取锶标准储备液(4.2.21)5.00 mL,用纯水在 100 mL 容量瓶内稀释至刻度。此溶液含锶 5.00 mg/L。

4.2.23 镉标准储备液:称取 0.100 0 g 纯镉(质量分数不小于 99.95%)于 250 mL 烧杯中,加入 40 mL 硝酸(4.1.3),剧烈反应后,微热至完全溶解,冷却后转入 1 000 mL 容量瓶内,用纯水定容至刻度。此溶液含镉 0.100 g/L。

4.2.24 镉标准溶液:移取镉标准储备液(4.2.23)5.00 mL 于 100 mL 容量瓶,加入 10 mL 硝酸(4.1.3),用纯水稀释至刻度。此溶液含镉 5.00 mg/L。

4.3 仪器设备

4.3.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪(ICP-AES),其分析线推荐采用表 2 的数值。

表 2

| 元素 | 分析线<br>nm | 元素 | 分析线<br>nm | 元素 | 分析线<br>nm |
|----|-----------|----|-----------|----|-----------|
| Li | 670.783   | Fe | 238.204   | Mn | 257.610   |
| Na | 589.592   | Zn | 213.857   | Ti | 336.122   |
| Ca | 396.847   | Cu | 327.395   | Sr | 407.771   |
| Mg | 279.553   | Ni | 231.604   | Cd | 228.802   |

4.3.2 微波消解仪。

4.3.3 电热板。

4.3.4 分析天平:分度值不大于 0.000 1 g。

4.3.5 容量瓶:10 mL。

5 分析步骤

5.1 样品制备

称取试料(氮化硼颗粒需研磨成粉状)约 0.1 g(精确至 0.000 1 g),置于微波消解罐中,加入氢氟酸(4.1.1)9 mL,硝酸(4.1.2)1 mL,盖上微波消解罐盖子,放入微波消解仪中消解。微波消解条件见表 3。对于氮化硼线材,微波消解完成后不要取出消解罐,按表 3 微波消解条件再重复消解一次。

表 3

| 步 骤 | 温度<br>℃ | 压力<br>kPa | 时间<br>min |
|-----|---------|-----------|-----------|
| 第一步 | 150     | 1 000     | 5         |
| 第二步 | 190     | 1 600     | 10        |
| 第三步 | 210     | 2 000     | 15        |

微波消解完成后,待温度和压力降至室内环境条件,取出消解罐,置于电热板上 110 ℃赶酸,至消解液剩约 0.5 mL 止,加入硝酸(4.1.3)4 mL,置于电热板上继续赶酸至消解液剩约 0.5 mL,再加入硝酸(4.1.3)3 mL,继续赶酸至消解液剩约 0.5 mL,冷却后转入容量瓶,并用少量纯水洗净消解罐,洗液全部转入容量瓶,定容,摇匀。同时做试剂空白。

5.2 校准曲线

根据实际情况,用单元素标准溶液配制混合标准溶液。可适当增加或调整校准曲线的标准点。

5.3 测定

5.3.1 按照仪器使用说明书调节仪器至最佳工作条件,由低浓度到高浓度顺次测定标准系列溶液,建立标准工作曲线。

5.3.2 测定空白溶液,测定试样溶液。

5.4 结果计算

氮化硼样品中待测元素含量按下式计算:

$$W = \frac{(c_1 - c_0) \times V}{m}$$

式中:

- W ——氮化硼样品中待测元素含量,单位为微克每克(μg/g);
- c<sub>1</sub> ——样品溶液中待测元素含量,单位为微克每毫升(μg/mL);
- c<sub>0</sub> ——空白溶液中待测元素含量,单位为微克每毫升(μg/mL)
- V ——样品溶液体积,单位为毫升(mL);
- m ——氮化硼样品的称样量,单位为克(g)。

6 精密度

同一实验室对同一样品进行了 6 次测定,相对标准偏差见表 4。两个实验室对同一样品测试的平均值相对偏差见表 4。

表 4

| 元素 | 同一实验室<br>6 次测定的平均值<br>mg/kg | 同一实验室<br>标准偏差<br>mg/kg | 同一实验室<br>相对标准偏差<br>% | 两个实验室平均值<br>相对偏差<br>% |
|----|-----------------------------|------------------------|----------------------|-----------------------|
| Li | 0.79                        | 0.113                  | 14.30                | 10.67                 |
| Na | 7.04                        | 0.335                  | 4.76                 | 5.25                  |
| Ca | 44.96                       | 2.50                   | 5.56                 | 6.97                  |
| Mg | 8.07                        | 0.764                  | 10.79                | 2.89                  |
| Fe | 45.53                       | 4.88                   | 10.72                | 1.39                  |
| Zn | 18.06                       | 1.89                   | 10.46                | 2.81                  |
| Cu | 0.80                        | 0.087 4                | 10.92                | 2.53                  |
| Ni | 1.04                        | 0.123                  | 11.83                | 4.93                  |
| Mn | 0.46                        | 0.038 7                | 8.41                 | 8.33                  |
| Ti | 1.55                        | 0.101                  | 6.52                 | 12.69                 |
| Sr | 0.377                       | 0.066 2                | 17.56                | 10.00                 |
| Cd | 0.60                        | 0.055 3                | 9.22                 | 1.65                  |

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
氮化硼中杂质元素测定方法  
GB/T 34003—2017

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

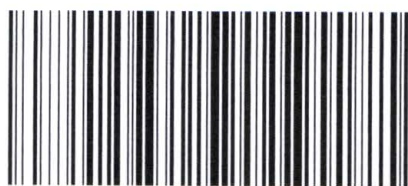
\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字  
2017年7月第一版 2017年7月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-56898 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107



GB/T 34003—2017