

# ICP-AES 法测定封严涂层中 BN 含量

## Determination of BN in Seal Coatings by ICP-AES

闫秀芬, 王泽鸿 (沈阳黎明航空发动机集团公司, 沈阳 110043)

YAN Xiu-fen, WANG Ze-hong

(Shenyang Liming Engine Manufacturing Co., Shenyang 110043, China)

**摘要:** 采用 ICP-AES 法测定了封严涂层中的 BN, 并对样品的溶解方法、仪器工作参数、光谱干扰等进行了研究。方法的相对标准偏差  $< 2\%$  ( $n=10$ ), 加标回收率在 95% 以上。方法简便、可靠, 结果令人满意。

**关键词:** ICP-AES; 封严涂层; BN

中图分类号: O657.31 文献标识码: A 文章编号: 1001-4381 (2002) 12-0021-02

**Abstract:** The method of determination of BN in seal coatings by ICP-AES was proposed. The factors such as preparation of sample solutions, the instrument parameters, spectral interference were investigated. The relative standard deviations ( $n=10$ ) are less than 2%. The recovery rates of procedure are above 95%. This method is simple, fast and accurate with satisfactory results.

**Key words:** ICP-AES; seal coatings; BN

本研究用封严涂层的主要成分是氮化硼 (18% ~ 23%)、二氧化硅 (4% ~ 8%) 和铝粉 (余量)。为配合生产和实现材料的国产化, 需对其中的氮化硼含量做出精确的分析, 但国内无相应的分析方法。作者曾尝试了多种处理样品的方法, 都无法实现样品的前处理。

封严涂层中的 BN 属于石墨层状结构, 常温下, 它既不溶于酸, 也不溶于碱。作者通过查阅资料<sup>[1-4]</sup>, 利用试验室现有的条件和设备, 研究了用 ICP-AES 法测定 BN 的方法。

试验研究表明, 采用 ICP-AES 光谱分析法测定封严涂层中的 BN 含量, 具有较好的精密度和准确度, 能满足日常生产测试需要。

## 1 仪器与试剂

### 1.1 仪器及其工作条件

仪器: JY70PLUS 型电感耦合等离子体发射光谱仪。

高频频率: 40.68MHz; 发生器功率: 1.2kW; 氩气 (99.9%) 流量: 冷却气 18L/min, 辅助气 0.6L/min, 载气 0.8L/min; 载气压力: 0.3MPa; 观测高度: 15mm; 溶液提升量: 1.8mL/min; 测量方式: 单道扫描 (mode2); 积分时间: 0.5s; 入射狭缝: 20 $\mu$ m; 出射狭缝: 30 $\mu$ m

分析线: B249.6nm; 内标线: Y371.0nm

### 1.2 主要试剂

盐酸, 硝酸, 硫酸: 1+1, 无水碳酸钠

硼标准溶液: 0.100mg/mL

Y 内标溶液: 0.2mg/mL

## 2 实验方法

### 2.1 试液制备

称 0.1000g 试料置于 250mL 三角瓶中, 加入 20mL 盐酸和 20mL 硝酸, 待反应停止后加入 50mL 水, 加热煮沸, 取下用无灰滤纸过滤, 并用热水洗至无酸性, 然后将沉淀及滤纸放入铂坩锅中在马弗炉中灰化。

称取 0.8g 无水碳酸钠于铂坩锅中, 将铂坩锅置于马弗炉内, 升温至 850 $^{\circ}$ C 熔融 20~30min, 取出冷却后加入 5mL 水, 再加入硫酸 (1+1) 5mL 进行酸化。然后将此溶液移入 250mL 容量瓶中定容。

分取上述溶液 10.00mL 于 100mL 容量瓶中, 加入 5mL Y 内标溶液, 以水稀释至刻度, 摇匀, 待测。

### 2.2 标准溶液的制备

称取 0.8g 无水碳酸钠于铂坩锅中, 与试料同步处理。分别移取上述溶液 10.00mL 于 5 个 100mL 容量中, 分别加入 5.00mL Y 内标溶液, 再分别加入 B 标准溶液 0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00mL, 以水稀释至刻度, 摇匀。

### 2.3 光谱测量

在 ICP-AES 仪上, 按所选的条件依次测量标准工作曲线和试料中 B 的强度, 从工作曲线上查出 B 的含量。

## 3 结果与讨论

### 3.1 试样的溶解试验

称取 0.05g 氮化硼和 2g 碳酸钠放入高温炉中进行实验, 经反复实验, 发现 850°C 熔融 20~30min 的效果比较理想。熔融后以硫酸 (1+1) 酸化后溶液清亮, 没有不溶的杂质, 说明 BN 高温熔融的方法可行。

#### (1) BN 与其它成分的分离

封严涂层中除 BN 外, 还有其它成分存在, 在熔融之前必须把这些成分分离出去。根据 BN 的特点, 通过酸溶后过滤可把 BN 和其它少量不溶于酸的杂质分离出来。

#### (2) 碳酸钠用量的选择

在 ICP-AES 法中, 钠盐的溶液所形成的火焰呈黄色, 火焰高且不稳定, 应尽量减少熔融时碳酸钠的用量。经实验, 0.5g 碳酸钠即可使样品中的 BN 熔融完全, 但当碳酸钠和 BN 混合不均匀时, 会出现熔融不完全的情况, 所以选用碳酸钠用量为 0.8g。

#### (3) 试样熔融时间及温度的选择

试验表明于 850°C 熔融时, 样品熔融完全需 20~30min, 当熔融温度至 900°C 时, 熔融时间缩短。但熔融温度达到 950°C 时, 熔融后的浸出液出现了混浊现象, 所以, 熔融温度不宜超过 900°C。

### 3.2 光谱测量条件的选择

由于溶液中有钠盐的存在, 实验中加大了发生器功率, 相应地增加了冷却气、载气及辅助气的流量, 选择了高斯积分方式。

对过滤后的试液进行扫描, 只发现 B、Si 和 Na 的谱线。通过对 B 的多条谱线进行试验, 结果表明 B249.7nm 和 B249.6nm 可满足分析需求, 最后选择 B249.6nm 作分析线。

在实验中, 用 B 的离子液绘制工作曲线, 为了使试液与标准溶液系列的酸度和盐类浓度保持一致, 将碳酸钠熔融后的空白溶液加入到标准溶液系列中。

### 3.3 溶样时酸的种类对测定结果的影响

为了研究溶样时酸的种类对测定结果的影响, 选择 3 组酸进行实验, 即盐酸 (1+1) 40mL; 王水 (1+1) 40mL; 盐酸 (1+1) 40mL + 高氯酸 20mL 发烟。其中, 选择盐酸加高氯酸发烟, 是为了尝试使硅脱水而同时测定硅。实验结果表明: 采用盐酸 (1+1) 和王水 (1+1) 溶样, 实验结果是一致的, 而采用盐酸加高氯酸发烟的试样的测定结果明显偏低, 因此试验选择溶解酸为王水 (1+1)。

### 3.4 样品测定及方法精密度

对 6 个样品进行了分析检定, 结果见表 1。

从表 1 可以看出, 连续 10 次测量的 RSD 值均小于 2%, 分析精度满足化学分析要求。

### 3.5 回收试验

称取数份 0.07g 铝粉, 分别加入不同量的 BN 进行回收试验, 试验结果见表 2。

试验结果表明, 回收率为 95%~105%, 完全满足分析要求。

表 1 样品分析结果 (%)

Table 1 Analytical results of sample

| 样品编号      | 平均值/% | SD   | RSD (n=10) |
|-----------|-------|------|------------|
| 封严涂层 1#   | 27.08 | 0.43 | 1.6        |
| 封严涂层 2#   | 21.58 | 0.30 | 1.4        |
| 封严涂层 3#   | 24.10 | 0.35 | 1.5        |
| 封严涂层 (进口) | 11.99 | 0.23 | 1.9        |
| 封严涂层杆     | 12.39 | 0.18 | 1.4        |
| 封严涂层粉     | 13.96 | 0.21 | 1.5        |

表 2 回收试验结果 (%)

Table 2 Determination results of recovery test

| BN 加入量/mg | BN 回收量/mg | 回收率/% |
|-----------|-----------|-------|
| 10.00     | 9.76      | 97.6  |
| 15.00     | 14.92     | 99.5  |
| 20.00     | 20.26     | 101.3 |
| 25.00     | 24.12     | 96.5  |

### 3.6 方法复验结果

本研究拟定的试验方法由北京航空材料研究院进行复验, 复验结果表明, 未加入内标元素时, 试验数据波动稍大; 加入钇作内标元素后, 方法的精度有所提高, 所以确定采用钇作内标元素。

## 4 结论

(1) 从对样品的分析结果来看, 其相对标准偏差小于 2%, 回收试验的平均回收率为 95%~105%, 已完全满足分析上的需要。

(2) 方法的复验结果表明, 复验结论与方法的试验结果一致, 表明本方法准确稳定, 易于掌握, 实际应用价值高。

(3) 该方法也适用于 BN 含量较低的、类似的喷涂粉末中 BN 的测定, BN 含量测定范围为 10.0%~23.0%。

#### 参考文献

- [1] 天津大学化学教研室. 无机化学 [M]. 北京: 高等教育出版社, 1984, 1: 79~80.
- [2] 陈新坤. 电感耦合等离子体发射光谱法原理和应用 [M]. 天津: 南开大学出版社, 1987, 10: 193~280.
- [3] 苑广武. 实用化学分析 [M]. 北京: 石油工业出版社, 1993, 10: 17~20.
- [4] 徐秋心等. 实用发射光谱分析 [M]. 成都: 四川科学技术出版社, 1993: 421~441.

收稿日期: 2001-11-08 修订日期: 2002-08-08

作者简介: 闫秀芬 (1968-), 女, 室主任, 主管工程师, 联系地址: 沈阳黎明航空发动机集团公司理化室 (110043)。