

微波消解薄膜

1 前言

薄膜是一种薄而软的透明薄片。用塑料、胶粘剂、橡胶或其他材料制成。薄膜科学上的解释为:由原子,分子或离子沉积在基片表面形成的二维材料。例如光学薄膜、复合薄膜、超导薄膜、聚酯薄膜、尼龙薄膜、塑料薄膜等等。薄膜被广泛用于电子电器,机械,印刷等行业。薄膜材料是指厚度介于单原子到几毫米间的薄金属或有机物层。电子半导体功能器件和光学镀膜是薄膜技术的主要应用。我们选择一种薄膜样品,将其剪碎后进行微波消解,探索最适合的消解参数,有利于后续对多种无机元素的快速准确测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 MASTER-18 微波消解仪,赶酸器,分析天平(十万分之一)等。



2.2 试剂

硝酸(68%), 氢氟酸(40%), 硫酸(98%)

3 实验方法

称取剪碎的薄膜样品约 0.1g (精确至 0.1mg) , 加入 8mL 硝酸 , 静置 5min 左右 , 待无明显反应后 , 组装消解罐 , 按照如下设置参数进行实验 :

表一

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	210	30	400

最大实验压力接近 3MPa , 实验结束后 , 待冷却至 60°C 以下 , 取出消解罐转移至通风橱中缓慢打开 , 赶酸定容后 , 溶液中存在大量白色沉淀 , 样品未被完全溶解。

重新称取样品约 0.05g (精确至 0.1mg) , 加入 2mL 硫酸 , 将消解罐放置在赶酸器上 150°C 预处理 30min 左右 , 待样品完全碳化后取下冷却 , 补加 8mL 硝酸 , 静置 10min 左右 , 组装消解罐 , 按照如下设置参数进行实验 :

表二

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	210	60	400

实验结束后 , 待冷却至 60°C 以下 , 取出消解罐转移至通风橱中缓慢打开 , 赶酸稀释后 , 消解液中仍含有少量白色沉淀。

重新称取样品约 0.05g (精确至 0.1mg) , 加入 2mL 硫酸 , 将消解罐放置在赶酸器上 150°C 预处理 30min , 取下冷却后补加 8mL 硝酸和 2mL 氢氟酸 , 静置 10min 左右 , 待无明显反应后 ,

组装消解罐，按照表二的参数进行实验，样品可完全消解至澄清透明状态。

4 结果

实验选取的薄膜样品，取样为 0.05g，加入硫酸碳化后补加硝酸和氢氟酸，最高实验温度 210℃，保温 1h 左右，样品可完全消解。

5 注意

1. 硫酸沸点较高，无法通过赶酸去除。
2. 添加氢氟酸进行实验后，需进行赶酸处理，防止氢氟酸对玻璃器皿造成腐蚀，也可能对实验结果造成影响。
3. 实验需要检测汞砷等易挥发元素，应适当降低预处理温度。