

微波消解氮化硅

1 前言

氮化硅是一种重要的结构陶瓷材料。它是一种超硬物质，本身具有润滑性，并且耐磨损，高温时抗氧化以及抵抗冷热冲击，由于氮化硅陶瓷具有如此优异的特性，人们常常利用它来制造轴承、气轮机叶片、机械密封环、永久性模具等机械构件。如果用耐高温而且不易传热的氮化硅陶瓷来制造发动机部件的受热面，不仅可以提高柴油机质量，节省燃料，而且能够提高热效率。通过微波消解方法对氮化硅进行前处理，有利于后续对样品中痕量元素含量的快速准确测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 MDS-15 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%)

3 实验方法

3.1 消解实验

称取样品约 0.5g(精确至 0.1mg)于消解罐中 ,加入 3mL 硝酸和 5mL 氢氟酸 ,静置 10min 待消解罐内反应平静后 , 组装消解罐 , 用 MDS-15 微波消解仪进行消解实验参数如下 :

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

实验中最高压力 2.1Mpa , 实验结束后 , 待冷却至 60°C 以下 , 取出消解罐 , 于 160°C 赶酸约 1.3h 后定容 , 消解液为白色浑浊溶液 , 样品在此参数下未被完全消解。

称取样品约 0.5g(精确至 0.1mg)于消解罐中 ,加入 3mL 硝酸和 5mL 氢氟酸 ,静置 10min 待消解罐内反应平静后 , 组装消解罐 , 用 MDS-15 微波消解仪进行消解实验参数如下 :

| 阶段 | 温度/°C | 时间/min | 功率/W |
|----|-------|--------|------|
| 1 | 150 | 10 | 400 |
| 2 | 180 | 5 | 400 |
| 3 | 210 | 90 | 400 |

实验中最高压力 2.1Mpa , 实验结束后 , 待冷却至 60°C 以下 , 取出消解罐 , 于 160°C 赶酸约 1.3h 后定容 , 消解液澄清透明 , 样品被完全消解。

4 结果与讨论

氮化硅样品取样量 0.5g 使用氢氟酸-硝酸体系在 210°C 消解 60min 时 , 样品未能被完全消解 , 将时间延长至 90min 后消解液澄清透明无沉淀。