

微波消解氮化硅

1 前言

氮化硅是一种无机物，是一种重要的结构陶瓷材料，硬度大，本身具有润滑性，并且耐磨损，为原子晶体；高温时抗氧化。而且它还能抵抗冷热冲击，在空气中加热到 1000℃ 以上，急剧冷却再急剧加热，也不会碎裂。正是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。选择一种氮化硅样品，通过实验寻找一种可将其完全溶解的微波消解前处理方法，有利于后续 AAS、ICP、ICP-MS 等检测设备对样品中多种无机元素含量进行快速准确测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 MASTER-18 微波消解仪，TK-12 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 微波消解参数探究

精确称取氮化硅样品 0.05g (精确至 0.1mg) , 置于消解罐底部, 加入 8mL 硝酸, 缓慢滴加 2mL 氢氟酸, 静置 15min 左右, 组装消解罐, 按照如下设置参数进行消解实验:

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	200	30	400

实验结束, 待冷却至 60℃以下后取出, 转移到通风橱中打开消解罐, 样品部分消解, 溶液中含有一定量的沉淀。

重新称取样品 0.05g (精确至 0.1mg) , 置于消解罐底部, 加入 2mL 硝酸, 缓慢滴加 8mL 氢氟酸, 静置 20min 左右, 组装消解罐, 按照如下设置参数进行消解实验:

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	210	45	400

实验结束, 待冷却至 60℃以下后取出, 赶酸稀释后溶液澄清透明。

3.2 取样量

为保证实验安全性, 最大取样量控制在 0.1g 以内。

4 结果

实验选取的氮化硅样品, 最大取样量不得超过 0.1g, 采用硝酸+氢氟酸的混酸体系进行微

波消解，最高温度 210℃，保温 40min 左右，即可完全溶解。

注意事项

1. 添加氢氟酸进行实验，后续必须添加赶酸步骤，保证氢氟酸完全去除，防止对玻璃器皿造成腐蚀。
2. 实验中需要向消解罐中缓慢滴加氢氟酸，防止样品反应过于剧烈，造成液体飞溅。