

# 微波消解碳化硼

## 1 前言

碳化硼，别名黑钻石，分子式为  $B_4C$ ，通常为灰黑色微粉。是已知最坚硬的三种材料之一（其他两种为金刚石、立方相氮化硼），用于坦克车的装甲、避弹衣和很多工业用品中。不受热氟化氢和硝酸的侵蚀，溶于熔化的碱中，不溶于水和酸。由于制备手段的因素，碳化硼容易形成碳缺陷，导致硼碳比在很大的范围内变化而不影响其晶体结构，这往往导致其理化性能的降低。这种缺陷往往难以通过粉末衍射分辨，常常需要化学滴定以及能量损失谱确定。为了对其成分进行分析，采用微波消解的方法进行前处理，本方法消解迅速，酸用量少，酸雾污染小，有利于后续对痕量元素的准确快速测定。

## 2 仪器与试剂

### 2.1 仪器

TANKPLUS 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%)，硫酸(98%)，氢氟酸(40%)

## 3 实验方法

### 3.1 样品制备

将样品粉碎成粉末，样品颗粒度越小消解难度越低。

### 3.2 微波消解样品

碳化硼样品消解比较困难，通过查阅资料，我们采用硝酸+硫酸+氢氟酸的混酸体系来进行实验。取样品 0.1g（精确至 0.1mg），加入 4mL 硫酸，再缓慢加入 4mL 硝酸和 2mL 氢氟酸，静置 10min 左右，组装消解罐进行实验，参数如下：

阶段	温度/°C	升温时间/min	压力/MPa	保温时间/min
1	150	8	2	2
2	180	3	3	2
3	220	6	3	30

实验结束，待冷却至室温后取出消解罐，转移至通风橱中打开，样品未完全溶解。

### 3.3 优化实验参数

实验发现 3.2 的参数可以将碳化硼样品部分溶解，修改部分参数重新进行实验。取样品 0.1g（精确至 0.1mg），加入 5mL 硫酸，再缓慢加入 4mL 硝酸和 2mL 氢氟酸，静置 10min 左右，组装消解罐进行实验

阶段	温度/°C	升温时间/min	压力/MPa	保温时间/min
1	150	8	2	2
2	180	3	3	2
3	220	6	3	60

实验结束后，冷却后取出消解罐，碳化硼样品可完全消解。

将实验的最高温度提高至 230°C，可将实验时间缩短 20min 左右。

### 3.4 取样量

样品反应温度较高，在取样量 0.1g 时，230°C 压力接近 3MPa，为保证实验安全性，建议取样量应控制在 0.1g 以内。

## 4 结果与讨论

碳化硼样品可完全消解,最高压力 2MPa 以内。取样量 0.1g,需要在 220°C消解 1 个小时,增加最高消解温度,可适当缩短反应时间,当温度为 230°C时,40min 可将样品消解,最高压力上升至 2.6MPa。

### 注意事项

消解完成后需进行赶酸处理,硫酸沸点较高无法通过赶酸去除,主要是去除氢氟酸,防止腐蚀玻璃器皿。碳化硼结构不同反应所需的条件也不同,应根据样品的实际情况选择最佳方案。硫酸沸点较高无法通过赶酸去除。硝酸与氢氟酸中均含有大量的水,在与硫酸混合时会放出热量,应缓慢加入。