

微波消解氮化铝

1 前言

氮化铝，共价键化合物，是原子晶体，属类金刚石氮化物、六方晶系，纤锌矿型的晶体结构，无毒，呈白色或灰白色。会对水质造成一定危害，若无政府许可，勿将材料排入周围环境。为了对氮化铝中的金属元素进行检测，寻找一种合适的微波消解方法对其进行前处理，有利于后续 AAS、ICP、ICP-MS 等检测设备对样品中金属元素含量的快速准确测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 JUPITER 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%)，盐酸(38%)

3 实验方法

3.1 微波消解参数探究

精确称取氮化铝样品 0.1g (精确至 0.1mg)，置于消解罐底部，加入 10mL 盐酸，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/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	30	400

实验结束，待冷却至 60°C 以下后取出，转移到通风橱中打开消解罐，溶液底部含有少量黑色颗粒。

重新称取样品 0.1g（精确至 0.1mg），置于消解罐底部，加入 2mL 硝酸和 6mL 盐酸，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/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	200	35	400

实验结束，待冷却至 60°C 以下后取出，赶酸稀释后溶液澄清透明。

3.2 取样量

通过验证，在上述实验参数下，氮化铝的最大取样量在 0.2g 左右。

4 结果

实验选取的氮化铝样品，在取样量为 0.2g，采用王水进行微波消解，最高温度 200°C，保温 30min 左右，即可完全溶解。

注意事项

1. 王水挥发性和腐蚀性比较强，实验人员应做好防护。
2. 样品成分不同，微波消解实验参数也会有所不同，根据需求选择最合适的实验方法。