

微波消解白石墨

1 前言

白石墨是六方氮化硼的别称，与石墨中的六角碳网相似，其中氮和硼也组成六角网状层面，互相重叠，构成晶体。白石墨作为氮化硼的一种变体，具有耐高温、耐腐蚀、润滑、绝缘、透波等优异物化特性，不仅是制备立方氮化硼的原材料，并且在固体润滑剂、复合陶瓷、冶金、电子等领域都有重要的应用。白石墨的应用领域都对其产品纯度有较高要求，杂质的存在直接影响材料的结构和物理性，因此准确测定其中的杂质含量十分重要。我们采用微波消解作为前处理的方法，该方法具有快速、简便、节省试剂、消解完全等特点，测定结果的精密度和准确度良好，有利于对白石墨中元素的分析。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 TANK ECO 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 样品状态



白色粉末

3.2 酸体系探究

白石墨化学性质稳定，常温常压下不溶于碱溶液、单一酸和混合酸。通过试验发现硝酸和氢氟酸混合后在一定温度和压力条件下能够有效溶解白石墨。

3.3 实验过程

使用硝酸、氢氟酸作为实验的消解试剂，称取白石墨样品 0.1g（精确至 0.1mg）于消解罐中，加入 5mL 硝酸、5mL 氢氟酸，静置 5min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行实验：

阶段	爬坡时间/min	压力/MPa	温度/°C	保温时间/min
1	7	3.5	150	2
2	3	3.5	180	2
3	3	3.5	200	2
4	3	3.5	220	40

实验结束后，待冷却至 60°C 以下，将罐架转移至通风橱，缓慢打开罐盖，150°C 赶酸至剩余液体约 0.5mL，加水定容至容量瓶，消解液澄清透明，样品可完全消解。

3.4 取样量

在上述试验条件下，白石墨样品取样量为 0.1g 时的实验最高压力达到 3.0MPa 左右，建议实验取样量控制在 0.1g 左右。

4 结果

使用硝酸、氢氟酸对白石墨样品进行消解实验，最高实验温度 220°C，保温 40min，取样量为 0.1g 时实验最高压力为 3.0MPa，白石墨样品可完全消解。