

微波消解有机硅

1 前言

有机硅，即有机硅化合物，由于有机硅独特的结构，兼备了无机材料与有机材料的性能，具有表面张力低、粘温系数小、压缩性高、气体渗透性高等基本性质，并具有耐高低温、电气绝缘、耐氧化稳定性、耐候性、难燃、憎水、耐腐蚀、无毒无味以及生理惰性优异特性，广泛应用于航空航天、电子电气、建筑、运输、化工、纺织、食品、轻工、医疗等行业。随着有机硅数量和品种的持续增长，应用领域不断拓宽，形成化工新材料界独树一帜的重要产品体系，许多品种是其他化学品无法替代而又必不可少的。通过微波消解方法对有机硅进行前处理，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 JUPITER-B 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%)、盐酸 (37%)

3 实验方法

3.1 消解实验

3.1.1 称取样品约 0.1g (精确至 0.1mg) 于消解罐中，加入 3mL 硝酸、6mL 氢氟酸和 1mL 盐酸，组装消解罐，用 JUPITER-B 微波消解仪按照如下实验参数进行消解：

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

实验中最高压力 2.6Mpa，实验结束后，待冷却至 60℃以下，取出消解罐，于 160℃赶酸至近干后定容，消解液为澄清透明溶液，样品在此参数下可以被完全消解。

3.1.2 称取样品约 0.1g (精确至 0.1mg) 于消解罐中，加入 4mL 硝酸、5mL 氢氟酸和 1mL 盐酸，组装消解罐，用 JUPITER-B 微波消解仪按照如下实验参数进行消解：

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

实验中最高压力 2.5Mpa，实验结束后，待冷却至 60℃以下，取出消解罐，于 160℃赶酸至近干后定容，消解液底部有少量晶体存在，样品未被完全消解。

4 结果与讨论

有机硅样品取样量 0.1g 加入 3mL 硝酸、6mL 氢氟酸及 1mL 盐酸在 210℃消解 45min 时，样品被完全消解，将氢氟酸减少至 5mL 后，消解液底部有少量晶体聚集，因此取样量 0.1g

时，需将氢氟酸的用量控制在 6mL 方可将其完全消解。

注意事项

加入氢氟酸时消解罐中反应剧烈，务必在通风橱中缓慢加入。

不同有机硅的成分及含量有所差异，此消解方案仅供参考。