

微波消解有机硅

1 前言

有机硅，即有机硅化合物，是指含有 Si-O 键、且至少有一个有机基是直接和硅原子相连的化合物，习惯上也常把那些通过氧、硫、氮等使有机基与硅原子相连接的化合物也当作有机硅化合物。其中，以硅氧键（-Si-O-Si-）为骨架组成的聚硅氧烷，是有机硅化合物中为数最多，研究最深、应用最广的一类，约占总用量的 90% 以上。有机硅是化工新材料产业的重要组成部分，是国务院提出的七大战略性新兴产业发展所需的重要基础材料，具有许多其它化工材料无可替代的作用，是名副其实的“工业维生素”和“科技催化剂”。我们选取一种有机硅样品，采用微波消解作为前处理方法，选择一种可将其完全溶解的方案，有利于后续对多种无机元素的快速准确测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 MASTER-18 微波消解仪，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

称取实验所用的有机硅样品约 0.1g (精确至 0.1mg) , 加入 6mL 硝酸和 2mL 氢氟酸 , 静置 15min 左右 , 待无明显反应后 , 组装消解罐 , 按照如下设置参数进行实验 :

表一

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

实验结束后 , 待冷却至 60℃以下 , 取出消解罐转移至通风橱中缓慢打开 , 赶酸定容后 , 溶液中存在少量沉淀 , 样品未被完全溶解。

重新称取有机硅样品约 0.1g(精确至 0.1mg) , 加入 2mL 硝酸和 6mL 氢氟酸 , 静置 15min 左右 , 待无明显反应后 , 组装消解罐 , 按照如下设置参数进行实验 :

表二

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	210	35	400

实验结束后 , 待冷却至 60℃以下 , 取出消解罐转移至通风橱中缓慢打开 , 赶酸定容后 , 消解液澄清透明。

4 结果

实验选择的有机硅样品 , 在取样为 0.1g , 采用硝酸+氢氟酸作为试剂 , 210℃保温 30min 左右 , 即可完全溶解。

5 注意

1. 样品在加入氢氟酸时会发生剧烈反应，加酸过程必须在通风橱中进行，且需要分次缓慢滴加氢氟酸，同时实验人员要做好防护。
2. 添加氢氟酸进行实验后，需进行赶酸处理，防止氢氟酸对玻璃器皿造成腐蚀，也可能对实验结果造成影响。