

微波消解氮化硼

一、前言

氮化硼是由氮原子和硼原子所构成的晶体。由于氮化硼热稳定性和耐磨性好以及化学稳定性强，可用作温度传感器套，制造高温物件，如火箭、燃烧室内衬和等离子体喷射炉材料。可作高温润滑剂、脱模剂、高频绝缘材料和半导体的固相掺杂材料等。六方氮化硼转化立方体，粉状可转化纤维状，使其用途更加广泛，可用作超硬材料，用于电绝缘器、天线窗、防护服、重返大气层的降落伞以及火箭喷管鼻锥等。为检测氮化硼中的多种重金属元素含量，选择微波消解对其进行前处理，探索最适合的消解参数，该方法还有回收率高、空白低等特点，有利于后续对多种无机元素的快速准确测定。

二、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%)

三、实验方法

3.1、消解

精确称取氮化硼样品约 0.1g(精确至 0.1mg)置于消解罐底部，加入 5mL 硝酸和 5mL 氢氟酸，静置 10min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行实验：

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	210	40	400

3.2、赶酸稀释

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，放置在赶酸器上 160℃ 赶酸至 0.5mL 左右，转移至塑料杯中加水稀释，消解液澄清透明，样品可完全溶解。

四、结果与讨论

实验选择的氮化硼样品，取样量为 0.1g，采用硝酸+氢氟酸的混酸体系进行消解实验，最高实验温度 210℃，保温 40min 左右，即可完全溶解。

五、注意事项

实验中添加了大量氢氟酸，后续需要进行赶酸处理，将氢氟酸除尽后再上机进行检测，防止腐蚀玻璃器皿和对结果造成影响。