

微波消解联苯醚二酐

1 前言

联苯醚二酐是作为电子产品骨架基材的聚酰亚胺的新型高分子材料单体，用于生产聚酰亚胺产品及其复合材料、医药中间体等，是重要的有机原料，广泛用于医药、农药、染料、液晶材料等领域。通过微波消解方法对联苯醚二酐进行前处理，有利于后续原子吸收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 TANK 微波消解仪，TK-12 赶酸器，分析天平(十万分之一)等



2.2 试剂

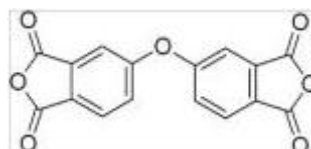
硝酸（68%），过氧化氢（30%），氢氟酸（40%）

3 实验方法

3.1 样品图片



样品照片



微观结构

3.2 微波消解样品

3.2.1 消解用酸

硝酸是重金属消解最常用的酸，也是很多消解实验的基础酸。硝酸具有很强的酸性和氧化性，且绝大多数硝酸盐易溶于水，为后续测试带来方便。过氧化氢分解生成大量的活性氧，可以辅助氧化，我们首先选用硝酸和过氧化氢进行实验。

称取样品 0.1g（精确至 0.1mg），置于消解罐底部，加入 8mL 硝酸和 1mL 过氧化氢，静置 30min 左右，待无明显反应后，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

表一

阶段	温度/°C	压力/psi	升温时间/min	保温时间/min
1	200	400	15	20

消解结束后，待冷却至室温取出消解罐，消解液中有白色沉淀。

重新称取样品约 0.1g，加入 8mL 硝酸、1mL 过氧化氢和 2mL 氢氟酸，静置 30min 左右，组装消解罐，按照表一设置的参数进行微波消解，最终消解液澄清透明。



未加氢氟酸



加氢氟酸

3.2.2 消解温度

实验温度控制在 200 度左右，如果温度过低，样品消解不彻底，呈现出白色的浑浊。

3.2.3 取样量

联苯醚二酐在消解时会产生大量的二氧化碳，实验压力较高。实验发现，当样品取样量在 0.3g 左右的时候，消解压力接近 3MPa。

4 结果与讨论

联苯醚二酐样品，取样量在 0.3g 以下，选用硝酸+过氧化氢+氢氟酸的体系进行微波消解，在 200°C保温 20min，样品可消解至澄清透明。

注意事项

消解实验结束后需要进行赶酸处理，防止氢氟酸对玻璃器皿的腐蚀。如要增加取样量，可添加预消解步骤。