

微波消解 OLED 材料

1 前言

OLED 材料，又称为有机发光半导体材料。一般而言，OLED 可按发光材料分为两种：小分子 OLED 和高分子 OLED。为了检测 OLED 材料中的多种金属元素，采用微波消解的方法进行前处理，本方法消解迅速，酸用量少，酸雾污染小，有利于后续对痕量元素的准确快速测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 MDS-15 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%)，盐酸(38%)，氢氟酸(40%)

3 实验方法

3.1 样品制备

将需要测的材料充分混合粉碎，保证取样的均匀性。

3.2 微波消解样品

OLED 材料中主要成分为高分子聚合物，结构比较紧密且反应缓慢，需要添加氧化性强的酸进行消解。硝酸是重金属消解最常用的酸，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，首先使用硝酸来进行实验。

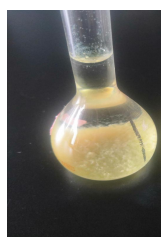
取样品 0.1g（精确至 0.1mg），加入 10mL 硝酸，静置 30min 左右，组装消解罐进行实验，参数如下：

| 阶段 | 温度/°C | 时间/min | 功率/W |
|----|-------|--------|------|
| 1 | 150 | 10 | 300 |
| 2 | 180 | 5 | 300 |
| 3 | 210 | 5 | 300 |
| 4 | 240 | 65 | 300 |

实验结束，待冷却至室温后取出消解罐，转移至通风橱中打开，赶酸后定容至 50mL 容量瓶中，存在大量黄色絮状悬浮物。



加酸



定容

3.3 硫酸硝酸体系

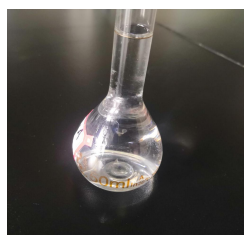
实验发现，只用硝酸无法将有机物彻底消解，添加氧化性更强的硫酸进行实验。取样 0.1g（精确至 0.1mg），加入 3mL 硫酸，再缓慢加入 5mL 硝酸，静置 30min 左右，组装消解罐，按照如下参数进行消解实验：

| 阶段 | 温度/°C | 时间/min | 功率/W |
|----|-------|--------|------|
| 1 | 150 | 10 | 300 |
| 2 | 180 | 5 | 300 |
| 3 | 210 | 5 | 300 |
| 4 | 240 | 65 | 300 |

实验结束，冷却后取出，转移至通风橱中打开消解罐，赶酸定容后，消解液澄清透明。



加酸



定容

3.3 取样量

实验选用的 OLED 材料主要成分是高分子有机物，反应会生成大量二氧化碳，压力较高，而且反应的温度达到 240 度，试剂也有一定的蒸气压，因此取样量应控制在 0.1g 以内。

4 结果与讨论

OLED 材料，取样量 0.1g，加入 3mL 硫酸和 5mL 硝酸，240°C 保温 60min，样品可消解完全。选用 10mL 硝酸作为试剂进行实验，同样 240°C 保温 60min，有大量黄色絮状物。

注意事项

本实验温度与压力都比较高，如后期要大量进行此类实验，需定期检测消解罐与爆裂块状态，发现有损伤应及时更换。

硫酸与其他溶剂（含水）混合会释放热量，且硫酸沸点较高，无法通过赶酸去除。