

微波消解超高分子量聚乙烯

1 前言

聚乙烯 (polyethylene, 简称 PE) 是乙烯经聚合制得的一种热塑性树脂。在工业上, 也包括乙烯与少量 α -烯烃的共聚物。聚乙烯无臭, 无毒, 手感似蜡, 具有优良的耐低温性能 (最低使用温度可达 $-100\sim-70^{\circ}\text{C}$), 化学稳定性好, 能耐大多数酸碱的侵蚀 (不耐具有氧化性质的酸)。为了检测超高分子量聚乙烯中的多种元素含量, 选择微波消解作为前处理方法, 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 TANK 微波消解仪, 赶酸器, 分析天平(十万分之一)等。

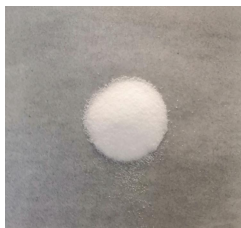
2.2 试剂

硝酸(68%), 过氧化氢 (30%)

3 实验方法

3.1 样品制备

将样品粉碎成细小颗粒, 颗粒度越小越容易消解。



3.2 酸体系探究

聚合物样品含有大量的碳元素，需要选择具有氧化性的试剂进行消解，选用硝酸作为实验的首选试剂，同时加入少量的过氧化氢辅助氧化，效果更佳。

3.2.1 消解实验

称取超高分子量聚乙烯样品 0.1g(精确至 0.1mg)置于消解罐底部 ,加入 6mL 硝酸和 2mL 过氧化氢，静置 15min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

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

实验结束，待冷却至 60℃以下，压力为零，取出罐架转移至通风橱中，打开消解罐，放置在赶酸器上 150℃赶酸至小于 1mL，转移至 50mL 容量瓶中，用纯水多次清洗消解罐，清洗液一并转移至容量瓶中，定容。

3.4 取样量

超高分子量聚乙烯样品反应会生成大量的二氧化碳，在取样量为 0.1g 时，最大压力超过 2MPa，因此本实验的取样量不应超过 0.1g。

4 结果与讨论

超高分子量聚乙烯材料 ,采用硝酸+过氧化氢的混酸体系进行消解实验 ,在取样量为 0.1g ,最高实验温度 200℃时，压力可达 2MPa，样品可完全消解至澄清透明状态。高分子类样品通常含有较多的碳元素，消解时被氧化为二氧化碳，会产生较大的压力，在满足检测需求的情况下，应选择尽量小的取样量，或添加预处理步骤。