

微波消解联苯四甲酸二酐

1 前言

联苯四甲酸二酐是一种极为重要的聚合物前体，可与多种物质聚合成为具有优良耐热、耐水解、机械与柔韧性能好的聚酰亚胺。由此合成的聚酰亚胺类衍生物是迄今为止耐热温度最高的超耐热树脂，可用于制作耐热光敏树脂、滤光器、液晶显示屏以及在太空中使用的防护材料，由此可见联苯四甲酸二酐在信息、半导体等高科技产业有良好的应用前景。通过微波消解方法对联苯四甲酸二酐进行前处理，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，赶酸器，分析天平(十万分之一)等。



2.2 试剂

硝酸(68%)、硫酸(98%)、高氯酸(72%)、过氧化氢 (30%)

3 实验方法

3.1 消解实验

3.1.1 称取实验样品 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 15min 左右，组装好消解罐，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	14	20

实验结束后，待冷却至 60℃以下，取出消解罐，赶酸定容后，消解液澄清透明。但最高消解压力接近 3Mpa，且由于取样量少使得消解溶液里的待测物含量低，容易造成检测结果的偏差。

3.1.2 将样品取样量增加到 1g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部，分别加入 5mL 硝酸，3mL 硫酸和 1mL 高氯酸，放置在赶酸器上，200℃保温 4h 后取下冷却 20min；再加入 3mL 硝酸继续 200℃保温 40min 后取下冷却 20min；最后加入 5mL 硝酸，缓慢滴加 2mL 过氧化氢，继续在赶酸器上 200℃保温 40min，取下冷却后补加 5mL 硝酸。组装好消解罐，按照 3.1.1 实验参数进行微波消解。

实验过程最高压力在 2Mpa 以内，实验结束后待冷却至 60℃以下，压力为零时，取出罐架转移至通风橱中，打开消解罐，放置在赶酸器上于 160℃下赶酸至小于 1mL，转移定容到 50mL 容量瓶中，样品可完全消解。

4.结果

联苯四甲酸二酐样品当取样量 0.1g 时虽然可完全消解但所含待测物含量较低，因此增大取样量的基础下为减少实验过程中的罐内压力需要将样品预处理后再进行消解。通过实验发现，当取样量为 1g 时，最大实验压力低于 2MPa，样品也可完全溶解，待测物含量也满足后期检测的要求。

注意事项

1. 预处理完成后需要补加硝酸至仪器的最小加酸量。
2. 加入过氧化氢时会发生爆沸，需小心加入，2mL 过氧化氢需分 5 次以上加入。