

微波消解 PEEK

1 前言

聚醚醚酮(PEEK)是在主链结构中含有一个酮键和两个醚键的重复单元所构成的高聚物，属特种高分子材料。由于聚醚醚酮具有优良的综合性能，在许多特殊领域可以替代金属、陶瓷等传统材料。我们通过实验寻找一种可以将聚醚醚酮完全消解的微波消解方案，更加有利于后续对样品中多种元素进行快速准确测定。

2 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。



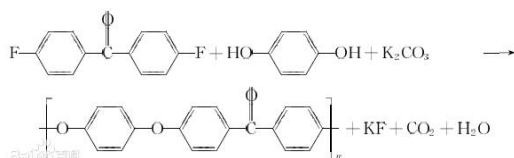
2.2 试剂

硝酸(68%)，硫酸 (98%)

3 实验方法

3.1 样品

聚醚醚酮(PEEK)采用亲核取代法制备。由 4, 4'-二氟二苯甲酮与对苯二酚在二苯砜溶剂中，在碱金属碳酸盐作用下进行缩聚反应制得。反应式如下：



3.2 消解温度的选择

称取 PEEK 样品约 0.1g（精确至 0.1mg），加入 10mL 硝酸，静置 30min 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	220	60	400

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，赶酸定容后，存在少量白色浑浊。

重新称取 PEEK 样品约 0.1g（精确至 0.1mg），加入 10mL 硝酸，静置 30min 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	5	400
4	230	60	400

实验结束后，赶酸定容后，消解液中仍存在少量白色浑浊。

称取 PEEK 样品约 0.1g (精确至 0.1mg) , 加入 5mL 硫酸放置在赶酸器上 120℃预处理 30min , 取下冷却后补加 4mL 硝酸 , 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	5	400
4	230	60	400

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 , 赶酸定容后 , 消解液澄清透明。

3.3 取样量的选择

由于聚醚醚铜样品中含有大量的碳元素 , 分解生成二氧化碳会产生较大的压力 , 建议取样量控制在 0.1g 以内。

4 结果

聚醚醚铜样品结构稳定性高 , 在取样为 0.1g , 采用硫酸+硝酸混酸体系 , 230℃保温 1h 左右才可将其完全消解。

5 注意

如果要降低反应温度 , 则需延长保温时间 , 实验发现样品在取样 0.1g , 220℃保温 2h , 也可将样品完全溶解。