

微波消解聚醚醚酮粗粉

一、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。具有耐高温、耐化学药品腐蚀等物理化学性能,是一类半结晶高分子材料,可用作耐高温结构材料和电绝缘材料,可与玻璃纤维或碳纤维复合制备增强材料。一般采用与芳香族二元酚缩合而得的一类聚芳醚类高聚物。这种材料在航空航天领域、医疗器械领域(作为人工骨修复骨缺损)和工业领域有大量的应用。为检测聚醚醚酮粗粉中的多种重金属元素含量,选择微波消解对其进行前处理,探索最适合的消解参数,该方法还有回收率高、空白低等特点,有利于后续对多种无机元素的快速准确测定。

二、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%), 氢氟酸(40%), 硫酸(98%)

三、实验方法

3.1、消解参数

称取聚醚醚酮粗粉样品约 0.1g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部, 加入 2mL 硫酸、6mL 硝酸和 2mL 氢氟酸, 静置 10min 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/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	210	45	400

实验结束, 待冷却至 60°C 以下, 消解罐转移至通风橱中缓慢打开, 溶液中含有大量白色沉淀, 样品无法完全溶解。

3.2、调整实验参数

重新称取聚醚醚酮粗粉样品约 0.1g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部, 加入 4mL 硫酸, 将消解罐放置在赶酸器上 120°C 预处理 30min, 取下冷却后补加 4mL 硝酸和 2mL 氢氟酸, 静置 10min 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/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	210	60	400

实验结束, 待冷却至 60°C 以下, 消解罐转移至通风橱中缓慢打开, 放置在赶酸器上 150°C 赶酸至剩余硫酸, 取下冷却后转移至量杯中加水稀释, 溶液澄清透明, 样品可完全溶解。

四、结果与讨论

实验选择的聚醚醚酮粗粉样品取样量为 0.1g, 采用硫酸预处理后, 补加硝酸和氢氟酸进行微波消解实

验，最高实验温度 210℃，保温 60min 左右，样品可完全溶解。

五、注意事项

- 1、实验中加入氢氟酸，后续必须进行赶酸处理，防止氢氟酸对玻璃器皿造成腐蚀和影响检测结果。
- 2、硫酸沸点较高，无法通过赶酸去除。