

微波消解 OLED 材料

贾腾, 陈硕, 张绍辉, 王伟伟, 陈京祥

(海能未来技术集团股份有限公司, 山东 济南 250104)

摘要: 使用微波消解 OLED 材料, 试验结果表明: 数据重复性良好, 操作简便, 满足检测需求。

关键词: 土壤;沉积物;有机物

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。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

新仪 MDS-15 微波消解仪, 赶酸器, 分析天平(十万分之一)等。

1.2 试剂

硝酸(68%), 盐酸(38%), 氢氟酸(40%)

2 实验方法

2.1 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。

2.2 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

2.3 硫酸硝酸体系

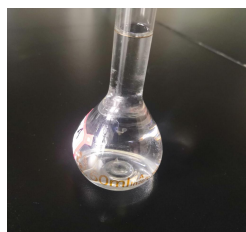
实验发现，只用硝酸无法将有机物彻底消解，添加氧化性更强的硫酸进行实验。取样 0.1g（精确至 0.1mg），加入 3mL 硫酸，再缓慢加入 5mL 硝酸，静置 30min 左右，组装消解罐，按照如下参数进行消解实验：

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

2.4 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。

3 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。

4 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。

中国仪器仪表学会