

Application News

No. A467

分光光度分析
Spectrophotometric Analysis

塑料制品中微量添加剂的测定

Investigation of Additives in Plastics by FTIR-ATR Spectroscopy

市场上销售的塑料制品主要成分通常为聚合物，比如聚乙烯（PE）或聚丙烯（PP）等，为维持其产品品质和性能添加了各种微量成分。

本文将介绍有效运用岛津高 S/N 比 FTIR “IRTracer-100” 对塑料袋中添加剂进行测定的例子。

■ FTIR “IRTracer-100” 与单次反射 ATR 法测定装置

Shimadzu IRTracer-100 FTIR Spectrophotometer and ATR Attachment MIRacle A

单次反射 ATR 法作为一种非破坏性、简便的方法经常用于塑料制品中添加剂的测定。因为单次反射 ATR 法在测定前不需要对试样进行预处理，所以被广泛用于包括异物识别在内的各种用途。并且，ATR 法中红外线穿透试样表面的深度最多几微米左右，因此对分析仅存在于试样表面的添加剂特别有效。

目标成分含量越小，所测定的红外光谱中相应峰值的强度也会相应变小，因此为获得良好的测定结果就要求装置具有高 S/N 比。岛津 FTIR “IRTracer-100” 具有 60000:1 的高 S/N 比，能够清晰稳定地获取微量添加剂引起的微弱峰值信息。岛津 FTIR

“IRTracer-100” 的外观照片如图 1 所示。单次反射 ATR 法测定装置 MIRacle A 的外观照片如图 2 所示。



图 1 岛津红外分光光度计 IRTracer-100
Shimadzu IRTracer-100 FTIR Spectrophotometer



图 2 单次反射 ATR 法测定装置 MIRacle A
MIRacle A Single Reflection ATR Accessory

■ 测定

Measurement

采用单次反射 ATR 法测定市场上销售的塑料袋的表面。塑料袋的外观照片如图 3 所示。测定条件如表 1 所示，测定结果和光谱检索结果如图 4 所示。



图 3 塑料袋
Plastic Bags

表 1 FTIR 的测定条件
FTIR Measurement Conditions

Instrument	: IRTracer-100, MIRacle A (Diamond prism - ZnSe support element)
Resolution	: 4 cm ⁻¹
Accumulation	: 20
Apodization	: Happ-Genzel
Detector	: DLATGS

塑料袋的测定结果与聚乙烯的谱库光谱一致，可判定主要成分为聚乙烯。图 4 基线附近的放大图如图 5 所示。图中用箭头指出的峰值推测是由塑料袋中所含的添加剂引起的，该峰值与油酸酰胺等脂肪族酰胺的光谱一致。脂肪族酰胺是添加在树脂中起到润滑剂作用的物质之一。

结束图 4 所示的测定，将塑料袋从 ATR 晶体取下后，在不清洗 ATR 晶体的状态下进行测定，其测定结果如图 6 所示。测定结果与图 5 所示脂肪族酰胺的光谱相似，由此可推测是因为塑料袋的添加剂析出到 ATR 晶体上的缘故。

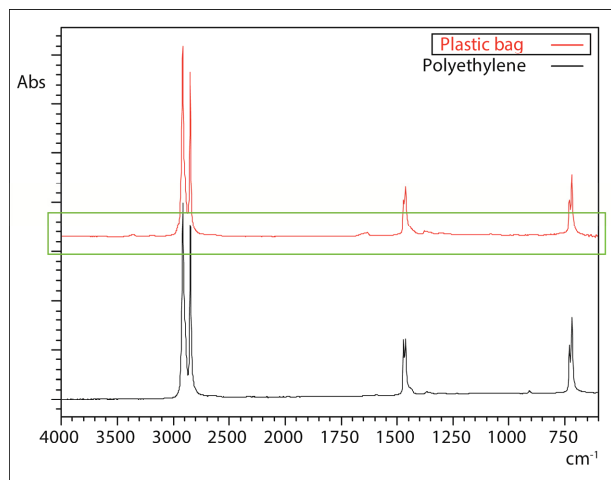


图 4 塑料袋的红外光谱与检索结果
Infrared Spectrum and Search Result for Plastic Bag

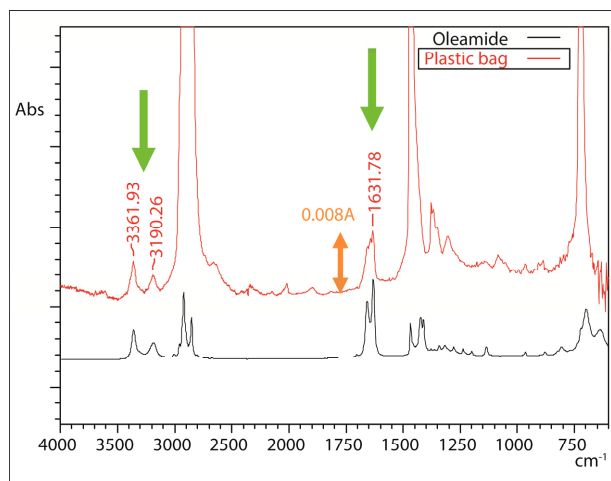


图 5 图 4 基线附近的放大图与油酸酰胺的光谱
Expanded Infrared Spectrum of Figure 4 and Spectrum of Oleamide

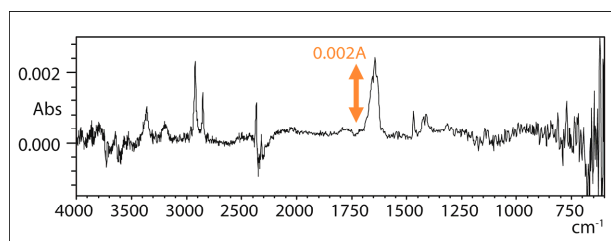


图 6 ATR 晶体上析出物的红外光谱
Infrared Spectrum of Substance Transferred to ATR Prism

图 5,6 测定结果中出现的脂肪族酰胺的峰值强度微弱，吸光度均不足 0.010 A。另外，1631 cm⁻¹ 附近的峰值处于容易受到大气中水蒸气影响的区域。这种微小的峰值不需要用干燥空气或氮气对测定系统进行吹扫便可清晰地测出。

微小峰值的测定重现性研究

Investigation of Repeatability of Small Peaks

通常可使用目标成分的峰高或峰面积计算其含量，但是在使用微量添加剂的微小峰值时，掌握测定重现性则非常重要。在塑料袋贴紧 ATR 晶体的状态下连续反复测定 10 次，计算出 1631 cm⁻¹ 附近的峰面积值和 CV 值，其结果如表 2 所示。以累计扫描次数 20 次和 1 次分别进行测定，然后以相同测试条件使用岛津公司 IRPrestige-21 进行测定对比。经比较可知，“IRTracer-100”具有高 S/N 比，能够获得更加稳定的测定值。

表 2 峰面积值和 CV 值
Peak Area and CV Values

	IRPrestige-21		IRTracer-100	
	累计次数 20 次	累计次数 1 次	累计次数 20 次	累计次数 1 次
面积值	1.034	0.956	1.039	1.034
	1.049	1.006	1.025	1.021
	1.034	1.138	1.015	0.957
	1.008	1.052	1.006	0.952
	1.029	0.888	0.991	1.055
	0.967	0.974	0.996	1.055
	0.983	0.965	1.001	0.940
	0.967	0.970	0.972	0.995
	0.972	1.038	0.972	0.995
	0.957	1.011	0.982	0.995
CV 值%	3.46	6.72	2.19	4.16

* 面积值为使用测定 10 次的平均值进行标准化后的值。

总结

Conclusion

本文对塑料制品中微量添加剂的测定进行了介绍。由此可知，岛津 FTIR “IRTracer-100” 具有高 S/N 比，能够清晰稳定地获取来自微量添加剂的微弱峰值信息。