

Application News

No. A581

光吸收分析

利用 FTIR 对再回收塑料进行定量分析 — 混合比计算法 —

生活中到处可见聚乙烯塑料瓶和塑料容器包装材料。为了减少废弃物的量和资源的可回收再利用,对特定容器包装回收利用,在新原料和产品中再次利用。

用于回收再利用塑料的主要有聚乙烯(PE)、聚丙烯(PP)、聚苯乙烯(PS)、聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)4种。对回收再利用塑料设有质量标准,一般情况下将样品溶于溶剂中,利用NMR(核磁共振装置)测定分析,本次将介绍使用傅立叶变换红外分光光度法(FTIR)进行筛查分析的方法。作为定量方法,具有计算各成分浓度的个别计算法、将整体作为100%计算各成分浓度的混合比计算法2种方法,本应用报告中讨论了混合比计算法。利用个别计算法的讨论请参照应用报告No.A580。另外,与利用NMR进行的精密分析不同,该方法的主要特点是不需要进行预处理即可快速地计算出成分组成。

R. Fujii

■ 分析条件

在图1所示傅立叶变换红外分光光度计 IRAffinity™-1S, 配置了单次全反射装置 Quest 的系统。ATR法(全反射法)的原理如图2所示,分析条件如表1所示。ATR使用折射率高的物质作为晶体,该晶体可以透射红外光,将样品紧贴在晶体表面,光从晶体到达样品,可以检测样品的表面信息光谱图。

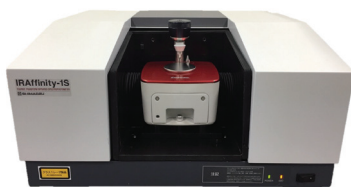


图1 使用装置 (IRAffinity™-1S、Quest)

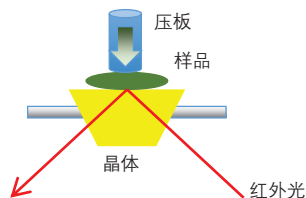


图2 ATR法的原理

表1 分析条件

装置	: IRAffinity-1S Quest
分辨率	: 4 cm ⁻¹
扫描次数	: 20
切趾函数	: Happ-Genzel
测定模式	: 吸光度
检测器	: DLATGS

■ “混合比计算”定量法

使用浓度已知的PE/PP、PS/PP、PET/PP样品做曲线,校正曲线是混合比和吸收比的关系,校正曲线可计算出浓度未知的样品的PE/PP、PS/PP、PET/PP的混合比,根据总量为100%,PE:PP:PS:PET=A:B:C:D。计算出PE、PP、PS、PET的定量值。同时,含量测试使用的塑料的特征峰比值分别是特征峰719cm⁻¹(PE)、841cm⁻¹(PP)、698cm⁻¹(PS)、1721cm⁻¹(PET)。

本方法的特点

- 将PE、PP、PS、PET的合计作为100wt%而计算出各定量值,不考虑其他成分的存在。
- 由于与分析法1相比,由样品形状产生的测定误差的影响小,因此,也可以用于颗粒状样品测试。

■ 分析样品

测定的片状回收再利用塑料如图3所示,用于作校正曲线的5点样品的成分组成如表2所示。



图3 分析样品

表2 制作校准曲线所用五个样品的成分组成

	成分组成 (wt%)				
	PE	PP	PS	PET	其他
样品1	89	9	1	<1	1
样品2	74	14	3	2	7
样品3	21	65	4	4	6
样品4	20	68	10	1	1
样品5	14	79	4	1	2

■ 利用“混合比计算法”进行定量分析的结果

对已知浓度样品不同位置的测定4次，计算出的平均红外光谱如图4所示，样品1~5的PE/PP、PS/PP、PET/PP的混合比如表3所示，表示各混合比与吸光度比的关系的校正曲线如图5所示。校正曲线的横坐标是表3所示的混合比，纵坐标是根据719cm⁻¹ (PE)、841cm⁻¹ (PP)、698cm⁻¹ (PS)、1721cm⁻¹ (PET)的峰值求得的吸光度比。

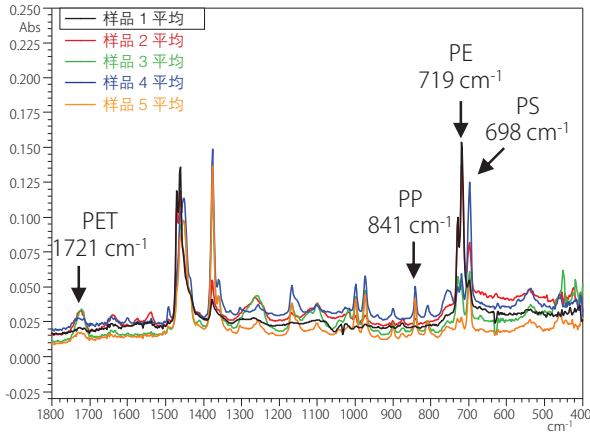


图4 样品1、2、3、4、5的红外光谱(4次的平均)

表3 样品1、2、3、4、5的PE/PP、PS/PP、PET/PP混合比

	PE/PP	PS/PP	PET/PP
样品1	9.89	0.11	0.11
样品2	5.29	0.21	0.14
样品3	0.32	0.06	0.06
样品4	0.29	0.15	0.01
样品5	0.18	0.05	0.01

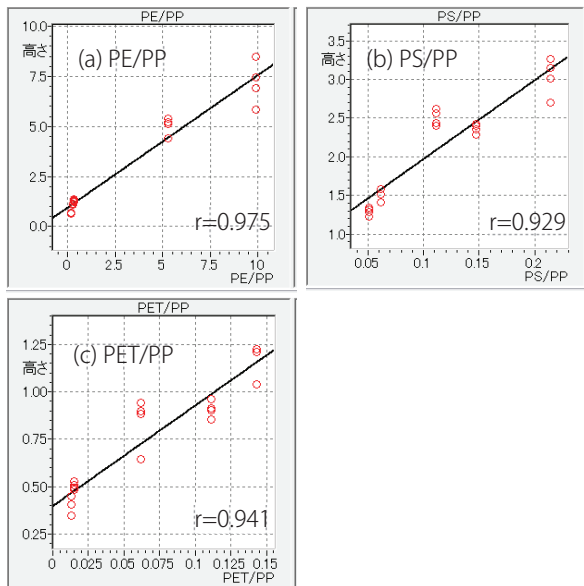


图5 检量线 (a) PE/PP、(b) PS/PP、(c) PET/PP

接着，测定浓度未知的样品2点，使用图5所示的校正曲线求得混合比。结果如表4所示。另外，对于各样品，改变测定位置进行了5次测定。

表4 混合比的测定结果

未知1	测定1	测定2	测定3	测定4	测定5	平均值
PE/PP	2.59	2.94	3.22	2.76	3.74	3.05
PS/PP	0.28	0.30	0.30	0.23	0.36	0.29
PET/PP	0.13	0.12	0.12	0.12	0.17	0.13
未知2						
PE/PP	8.49	10.50	7.64	8.21	6.35	8.24
PS/PP	0.14	0.17	0.12	0.13	0.10	0.13
PET/PP	0.08	0.09	0.09	0.09	0.09	0.09

使用表4的结果，根据下列定量值计算过程，计算出PE、PP、PS、PET的定量值。结果如表5所示。在此，为了确认利用FTIR计算出的成分组成误差，利用NMR计算的值作为参考值。

定量值计算过程

例) 未知1中PE的含量

根据表3，PE: PP: PS: PET = 3.05: 1: 0.29: 0.13

PE的定量值 $100 \times 3.05 / (3.05 + 1 + 0.29 + 0.13) = 68.2 \text{ wt\%}$

表5 利用FTIR进行定量分析的结果和利用NMR的参考值 单位: wt%

未知1	计算结果	NMR值
PE	68.2	56
PP	22.3	23
PS	6.6	10
PET	2.9	3
未知2		
PE	87.1	89
PP	10.6	9
PS	1.4	1
PET	0.9	<1

对FTIR进行定量分析的结果和NMR的参考值进行比较，最大有约12wt%的偏差。由于该算法不考虑PE、PP、PS、PET以外的成分，所以在成分较多的情况下，FTIR与NMR值的偏离可能会变大。

■ 总结

本文对使用FTIR对回收再利用塑料中的PE、PP、PS、PET进行简易定量分析的方法进行了讨论，结果表明，对于颗粒状的样品，利用“混合比计算法”也可以得出与NMR值具有相关的定量值。

由于校准曲线的准确性对定量分析结果有很大影响，所以，今后需进一步找出混合比使用的特征物质最佳峰值进行定量测试。

IRAffinity 是岛津制作所株式会社的商标。



岛津企业管理(中国)有限公司
岛津(香港)有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439
400-650-0439

免责声明:

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;
* 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。
如有变动, 恕不另行通知。

第一版发行日: 2018年7月