

Application News

No. A580

光吸收分析

FTIR 定量分析再生塑料 – 个别计算法 –

我们身边到处都是塑料瓶、塑料容器和塑料袋等包装材料，在日本，根据有关容器包装回收法规，这些被消费者丢弃的塑料包装材料将会被收集和回收，重新用作生产原料，以达到减少废弃塑料的目的。

再生塑料中使用的主要成分是作为通用树脂的聚乙烯 (PE)、聚丙烯 (PP)、聚苯乙烯 (PS) 和聚对苯二甲酸乙二醇酯 (PET) 4 种。对再生塑料设有质量标准，一般情况下将样品溶于溶剂中，利用 NMR (核磁共振装置) 测定并计算出成分组成。本次将介绍使用 FTIR (傅立叶变换红外光谱仪) 进行筛查分析的方法。作为定量方法，共有 2 种：计算单个成分浓度的个别计算法、以及将整体作为 100% 计算各个成分浓度的混合比计算法。本应用手册对个别计算法进行了讨论，利用混合比计算法的讨论请参照应用手册 No.A581。另外，与利用 NMR 进行测定的精密分析不同，该方法的主要特征是，不需要进行预处理即可迅速地计算出成分组成。

R. Fujii

■ 分析条件

在图 1 所示的傅立叶变换红外光谱仪 IRAffinity™-1S 中，使用了附带有 1 次反射型的衰减全反射测定装置 Quest 系统。ATR 法 (衰减全反射法) 的原理如图 2 所示，分析条件如图 1 所示。ATR 法是通过将样品紧密附着到由高折射率物质制成的棱镜表面来获得光谱的技术，该物质允许红外光通过，通过样品表面反射的光进行检测。

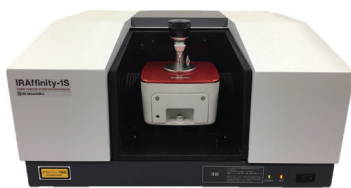


图 1 使用装置 (IRAffinity™-1S、Quest)

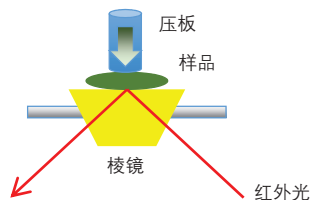


图 2 ATR 法的原理

表 1 分析条件

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

■ 定量分析法“个别计算法”

利用已知浓度的样品制作校准曲线，显示浓度 (wt%) 与 PE、PP、PS 和 PET 各吸光度之间的关系。利用该校准曲线，根据未知浓度样品的吸光度测定结果计算 PE、PP、PS 和 PET 的定量值。此处，用于定量的峰值波数分别为 719cm⁻¹ (PE)、841cm⁻¹ (PP)、698cm⁻¹ (PS)、1721cm⁻¹ (PET)，使用峰值校正高度值 (从基线开始的峰值高度值)。

本方法的特征

- 定量值倾向于根据 ATR 法中棱镜和样品间的粘附程度而改变，所以，塑料颗粒不适合。
- PE、PP、PS、PET 的合计未必是 100wt%，其它成分的存在也反映在定量值中。

■ 分析样品

测定的片状再生塑料如图 3 所示，用于制作校准曲线的五个样品成分组成如表 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“个别算法”进行定量分析的结果

浓度已知的样品 1 至 5 用不同的测定点测定四次, 计算的平均红外光谱显示在图 4 中。为 PE、PP、PS 和 PET 制作的校准曲线如图 5 所示。校准曲线的横轴是浓度 (wt%), 纵轴是 719cm^{-1} (PE)、 841cm^{-1} (PP)、 698cm^{-1} (PS)、 1721cm^{-1} (PET) 的峰校正高度值。

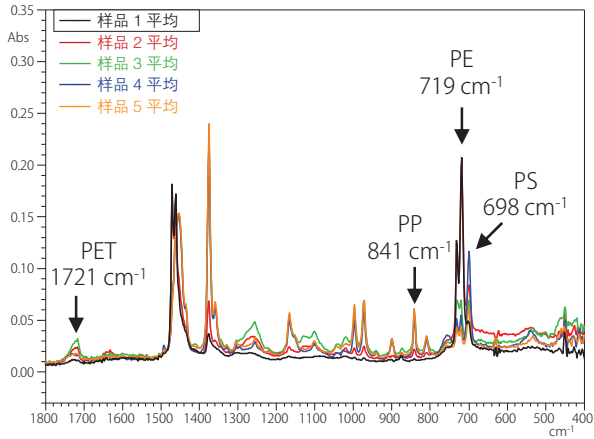


图 4 样品 1、2、3、4、5 的红外光谱 (4 次的平均)

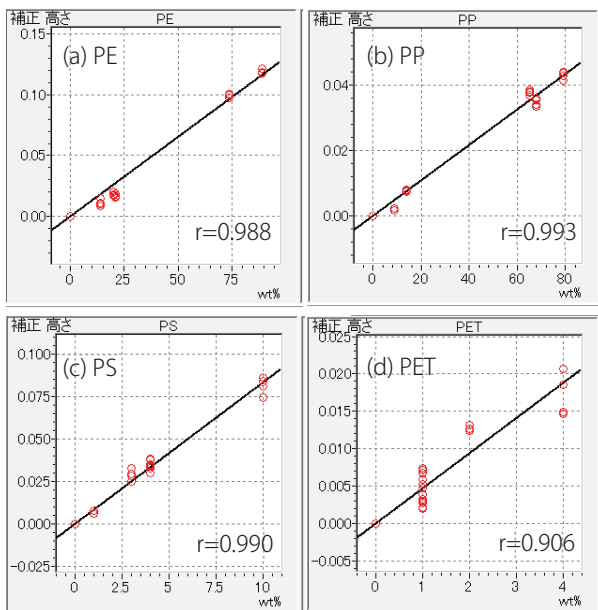


图 5 校准曲线 (a) PE、(b) PP、(c) PS、(d) PET

接着, 测定浓度未知的样品 2 个, 使用图 5 所示的校准曲线进行了定量。另外, 对于各样品, 改变测定位置进行了 5 次测定, 定量分析结果如表 3 所示。该实例描述了以 NMR 计算的值为参考值, 确认利用 FTIR 计算的成分组成是否是合理的结果。

表 3 FTIR 的定量分析结果和利用 NMR 的参考值 单位: wt%

未知 1	测定 1	测定 2	测定 3	测定 4	测定 5	平均值	NMR 值
PE	59.0	59.0	59.0	56.9	55.5	57.9	56
PP	28.7	25.8	29.0	28.9	31.3	28.7	23
PS	8.3	8.9	8.5	8.5	8.1	8.5	10
PET	2.7	3.3	3.0	3.0	2.7	3.0	3

未知 2	测定 1	测定 2	测定 3	测定 4	测定 5	平均值	NMR 值
PE	89.1	89.9	87.9	90.7	91.1	89.8	89
PP	4.0	4.1	3.8	4.3	3.7	4.0	9
PS	0.8	1.1	1.2	1.1	1.1	1.1	1
PET	0.2	0.3	0.5	0.5	0.5	0.4	<1

通过比较 FTIR 定量分析的结果与 NMR 的参考值可知, 最大偏差约为 6wt%。在没有经预处理提取就直接使用 FTIR 测定样品的情况下, 可以推断校准曲线的变化主要在低浓度范围内变大, 因此定量值也受到影响。所以, 为校准曲线的制作选择合适的样品(浓度)很重要。

此外, 片状样品与塑料颗粒形状相比, 与 ATR 的粘附性更好, 其多次测定间变异较小, 而对于微量成分的测定, 其结果变异有增大趋势。

总结

使用 FTIR 建立再生塑料中 PE、PP、PS 和 PET 的简单定量分析方法。结果表明: 对于片状样品, 本文描述的利用“个别算法”能得到与 NMR 值具有相关的定量值。本次我们利用已知浓度的 5 个样品制作了校准曲线, 但我们相信通过使用更多样品可以提高校准曲线和定量分析结果的准确性。

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