

解决方案|水浸提离子色谱法测定塑料袋中七种阴离子

塑料袋是用塑料（常见的塑料有聚酯、聚丙烯、聚乙烯、聚氯乙烯等材料）为主要原材料制做而成的袋子。塑料袋因为它廉价、重量轻、容量大、便于收纳等优点被广泛使用，但塑料属于高分子化合物，里面混杂有如氮（N）、氧（O）、氢（H）、硫（S）、氯（Cl）等等，同时生产过程中为了改进塑料的性能，还要在聚合物中添加各种辅助材料，如填料、增塑剂、润滑剂、稳定剂、着色剂等。结合在实际应用中发现，塑料袋中常检测到 F^- 、 Cl^- 、 NO_2^- 、 Br^- 、 NO_3^- 、 PO_4^{3-} 和 SO_4^{2-} 等阴离子，因此塑料袋中阴离子常会作为评判塑料袋质量好坏的一项重要指标。

对于水溶性离子的测定方法主要有比色法、浊度法和离子色谱法等。离子色谱法因具有步骤简便、灵敏、选择性好、干扰少等优点，而且能满足多种离子同时测定的要求被广泛应用。本文利用东西分析生产的 IC-2800 离子色谱仪建立对塑料袋中 F^- 、 Cl^- 、 NO_2^- 、 Br^- 、 NO_3^- 、 PO_4^{3-} 和 SO_4^{2-} 七种常见阴离子测定的方法，供相关人员参考。

实验部分

仪器和试剂

IC-2800 离子色谱仪；

浓度为 1000mg/L 的 F^- 、 Cl^- 、 NO_2^- 、 Br^- 、 NO_3^- 、 PO_4^{3-} 和 SO_4^{2-} 单物质的标准溶液。

实验条件

色谱柱：SH-AC-4（250*4.6）；

淋洗液：Na₂CO₃：NaHCO₃ = 2.4:6；

抑制器电流：45mA；

流速：1.5ml/min；

进样量：1ml。

样品处理

袋子中倒入 15ml 纯水，用夹子封口，平放使纯水浸满袋子，静置 2min（1min 翻转），倒入测试瓶中，得到待测样品。

将已经测过的袋子重复上一步操作，得到空白样品。

实验结果

标准溶液配制

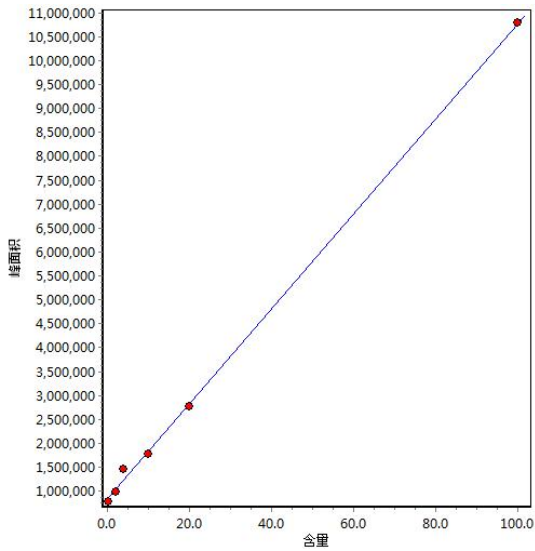
按下表配置标准溶液，根据上面实验条件，待仪器稳定后分别上机检测，得到标准曲线。

表 1 七种离子不同浓度标准溶液表

离子	浓度 (µg/L)					
F⁻	0.2	2	4	10	20	100
Cl⁻	1	10	20	50	100	500
NO₂⁻	5	50	100	250	500	2500
Br⁻	5	50	100	250	500	2500
NO₃⁻	2	20	40	100	200	1000
PO₄³⁻	5	50	100	250	500	2500
SO₄²⁻	4	40	80	200	400	2000

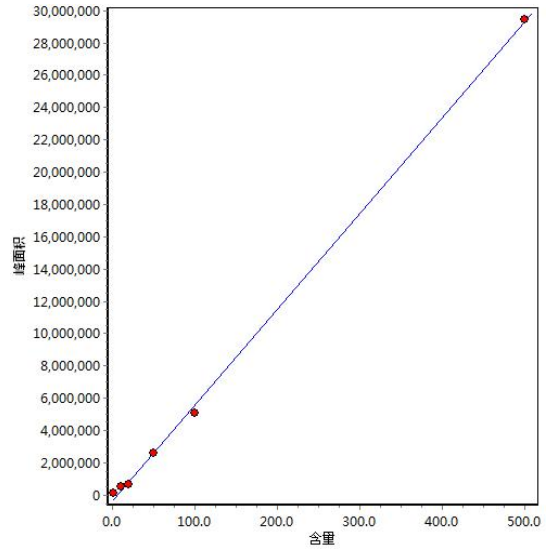
标准曲线

F⁻ 标准曲线



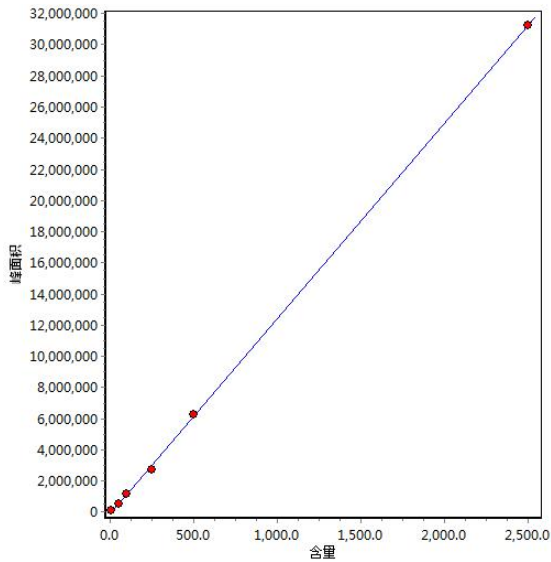
曲线方程: $y = 99305.6 * x + 840300$
 相关系数: 0.999075
 曲线点数: 6

Cl⁻ 标准曲线



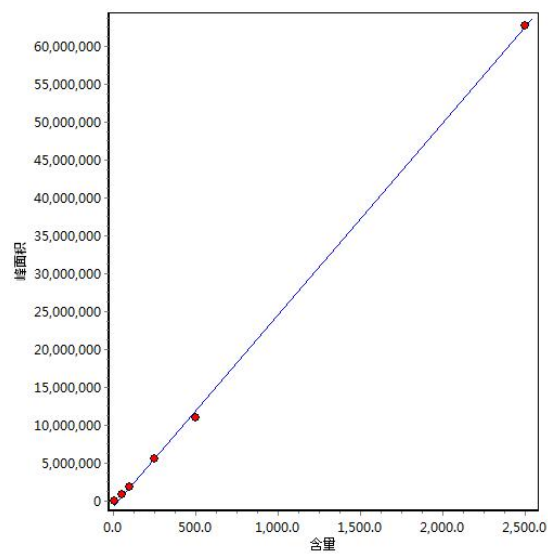
曲线方程: $y = 59332.3 * x - 340942$
 相关系数: 0.999172
 曲线点数: 6

NO₂⁻ 标准曲线



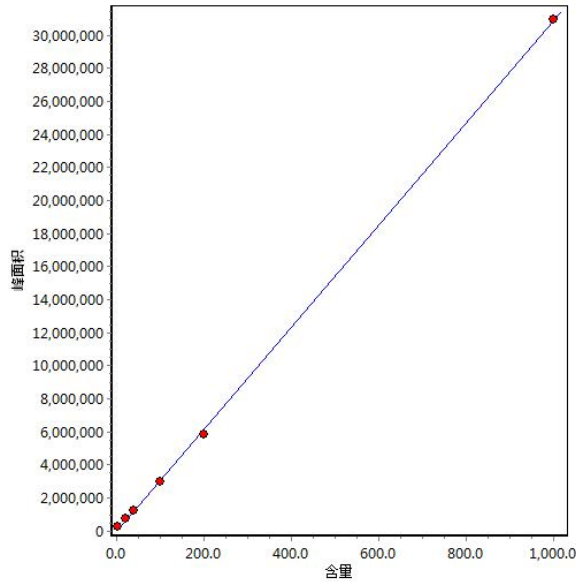
曲线方程: $y = 12541.2 * x - 101698$
 相关系数: 0.999861
 曲线点数: 6

Br⁻ 标准曲线



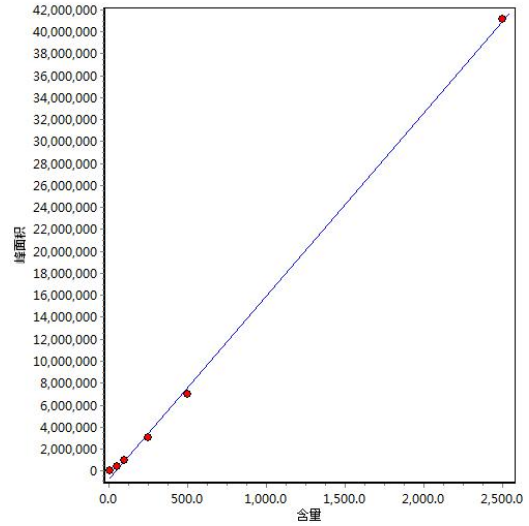
曲线方程: $y = 25319.5 * x - 737579$
 相关系数: 0.999557
 曲线点数: 6

NO₃⁻ 标准曲线



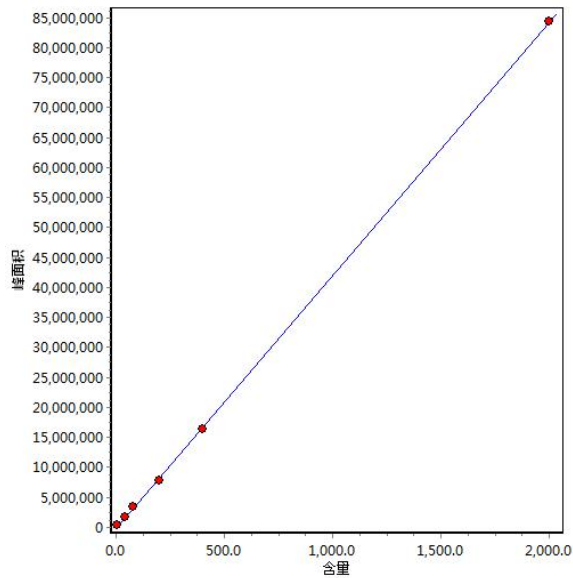
曲线方程: $y = 30893.3 * x - 3832.46$
 相关系数: 0.999723
 曲线点数: 6

PO₄³⁻ 标准曲线



曲线方程: $y = 16668 * x - 708901$
 相关系数: 0.999104
 曲线点数: 6

SO₄²⁻ 标准曲线



曲线方程: $y = 42191.6 * x - 169849$
 相关系数: 0.999901
 曲线点数: 6

图 1.七种阴离子的标准曲线

标准谱图

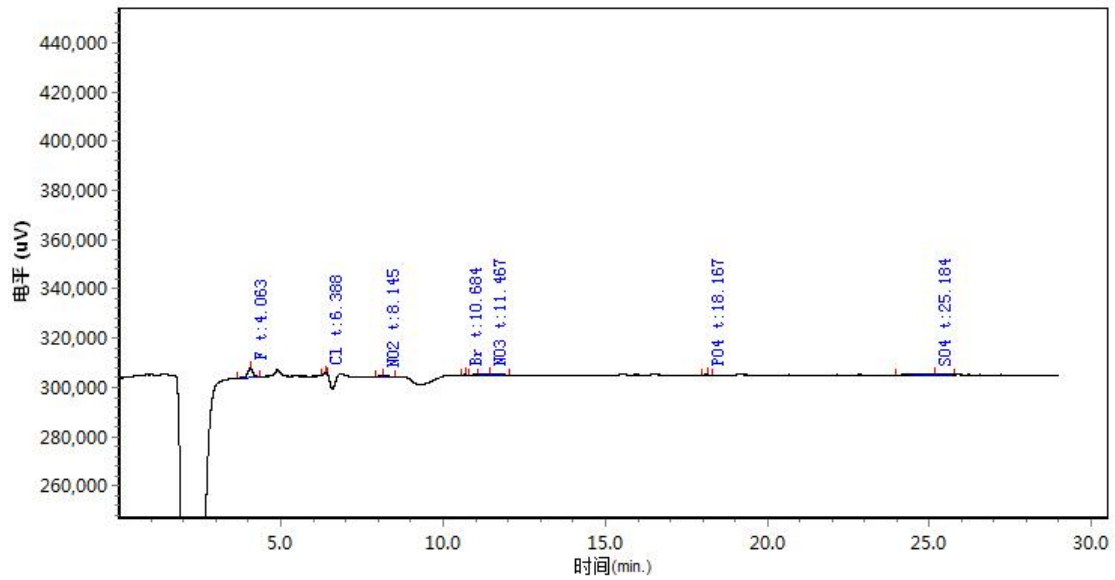


图 2.七种离子标样谱图（以最低浓度为为例）

名称	浓度 (ppb)	保留时间	峰面积	峰高
F ⁻	0.2	4.06	780934.57	3551.60
Cl ⁻	1.0	6.39	118645.60	929.88
NO ₂ ⁻	5.0	8.15	83848.14	281.02
Br ⁻	5.0	10.68	9851.68	80.83
NO ₃ ⁻	2.0	11.47	289729.36	580.25
PO ₄ ³⁻	5.0	18.17	26122.25	134.64
SO ₄ ²⁻	4.0	25.18	302801.34	275.69

样品分析

取处理好的样品溶液，上机检测，并做平行样对比。结果如下：

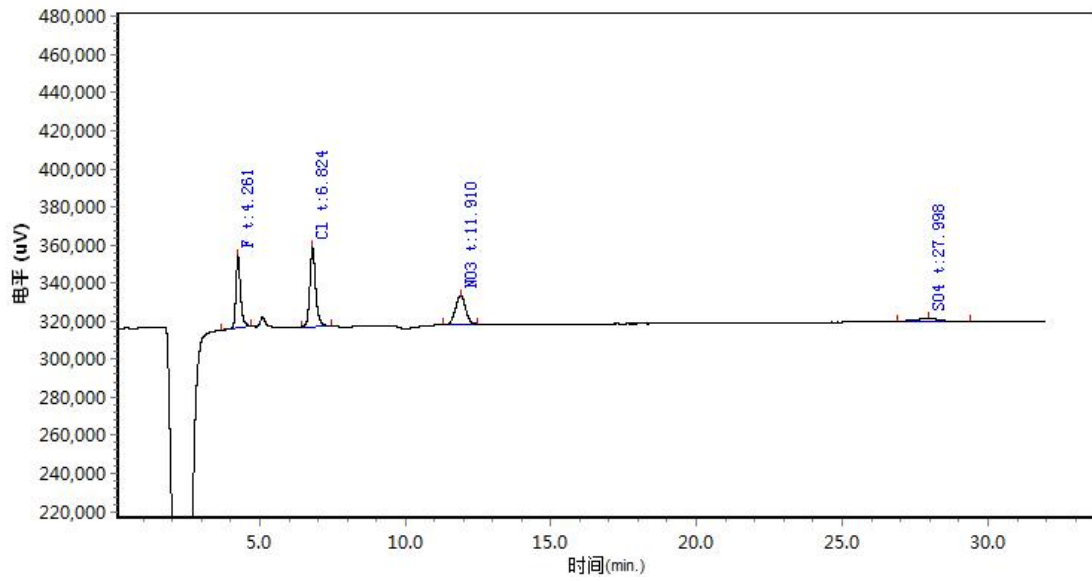


图 3. 样品-1 谱图

名称	浓度 (ppb)	保留时间	峰面积	峰高
F ⁻	74.53	4.26	8246246.32	37430.49
Cl ⁻	200.44	6.82	11555858.48	41619.24
NO ₂ ⁻	0.00	0.00	0.00	0.00
Br ⁻	0.00	0.00	0.00	0.00
NO ₃ ⁻	230.33	11.91	7111783.59	14822.63
PO ₄ ³⁻	0.00	0.00	0.00	0.00
SO ₄ ²⁻	47.58	28.00	1835973.48	1461.33

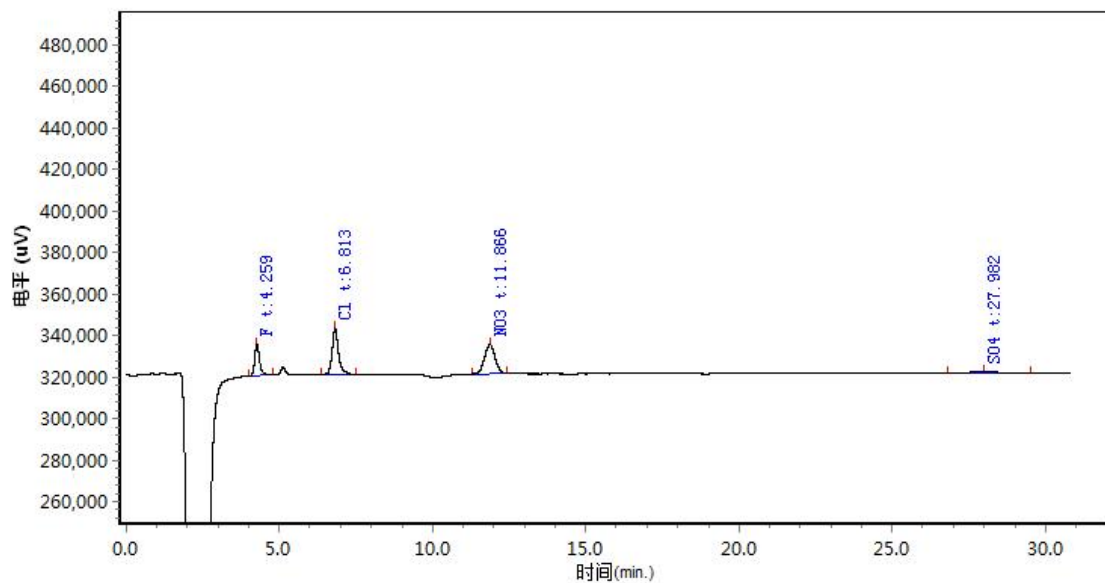


图 4. 样品-1 空白浓度谱图

名称	浓度 (ppb)	保留时间	峰面积	峰高
F ⁻	25.67	4.26	3389625.06	15274.89
Cl ⁻	116.03	6.81	6543301.92	22384.36
NO ₂ ⁻	0.00	0.00	0.00	0.00
Br ⁻	0.00	0.00	0.00	0.00
NO ₃ ⁻	211.50	11.87	6529941.32	14020.73
PO ₄ ³⁻	0.00	0.00	0.00	0.00
SO ₄ ²⁻	29.59	27.98	1076794.11	794.08

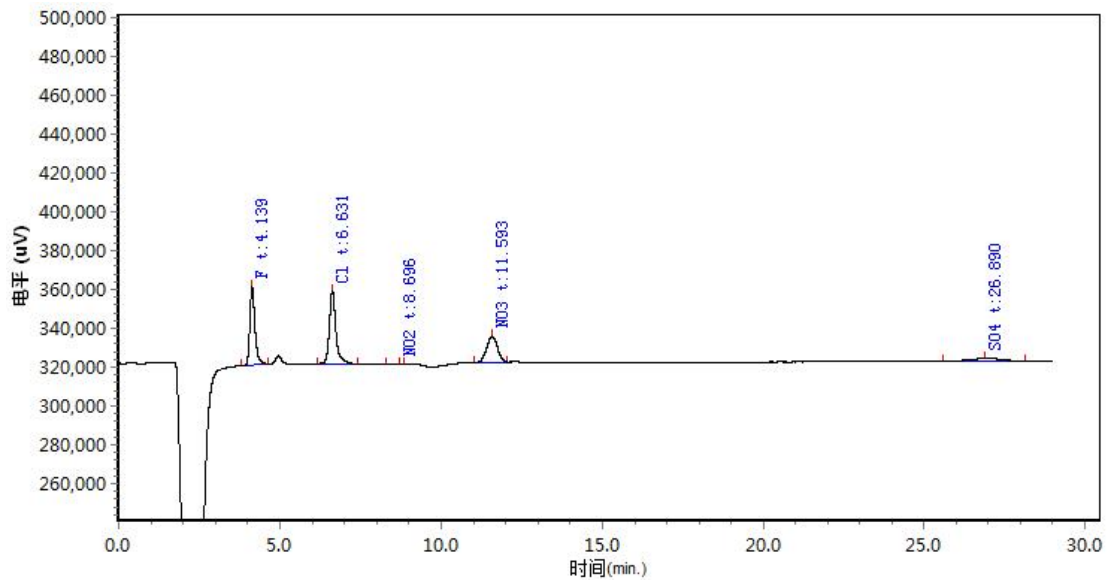


图 5. 样品-2 谱图

名称	浓度 (ppb)	保留时间	峰面积	峰高
F ⁻	79.67	4.14	8756790.36	40066.05
Cl ⁻	181.35	6.63	10422279.79	37702.53
NO ₂ ⁻	0.00	0.00	0.00	0.00
Br ⁻	0.00	0.00	0.00	0.00
NO ₃ ⁻	197.98	11.59	6112041.72	13363.68
PO ₄ ³⁻	0.00	0.00	0.00	0.00
SO ₄ ²⁻	48.71	26.89	1883740.32	1456.32

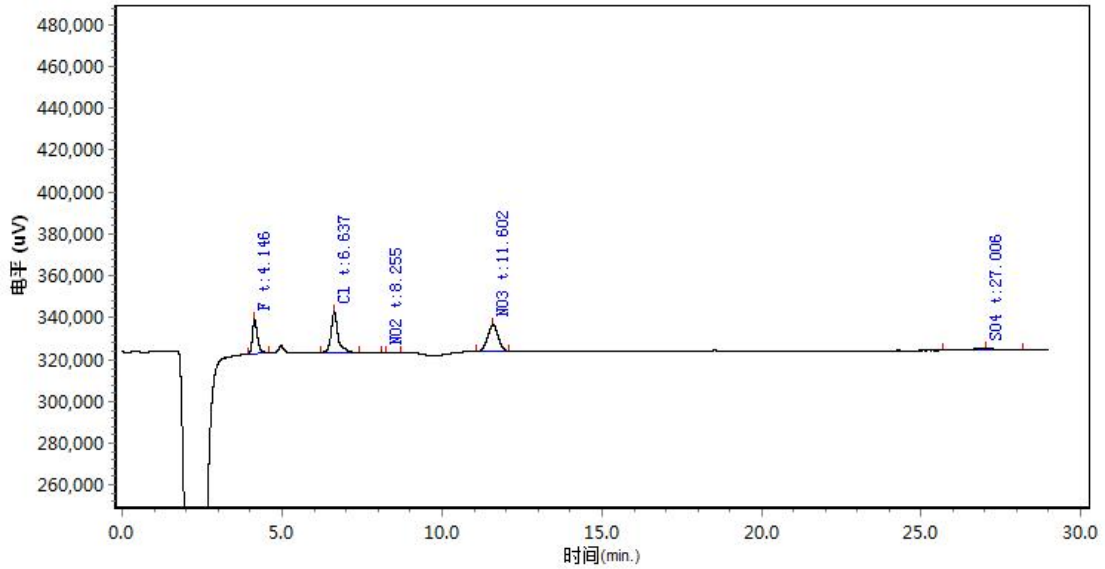


图 6. 样品-2 的空白浓度谱图

名称	浓度 (ppb)	保留时间	峰面积	峰高
F ⁻	27.80	4.15	3601560.82	16476.82
Cl ⁻	102.52	6.64	5741271.50	19418.26
NO ₂ ⁻	9.66	8.26	18488.61	82.11
Br ⁻	29.37	0.00	0.00	0.00
NO ₃ ⁻	181.71	11.60	5609492.14	12420.65
PO ₄ ³⁻	43.00	0.00	0.00	0.00
SO ₄ ²⁻	29.17	27.01	1058972.12	828.49

根据下面公式计算阴离子的个数

$$\text{Atom/cm}^2 = \frac{(C_s - C_0) \times 10^3 \times V \times N_A}{10^9 \times M \times S}$$

C_s-样品检测浓度 单位: PPb

C₀-空白检测浓度 单位: PPb

V-样品体积 单位: L

N_A-阿伏伽德罗常数

M-元素的摩尔质量 g/mol

S-样品面积 (cm²)

检测结果

单位: 个/cm²

离子 \ 名称	样品-1	样品-2	结果
F⁻/cm²	6.13E+13	5.81E+13	5.97E+13
Cl⁻/cm²	1.00E+14	1.07E+14	1.04E+14
NO₂⁻/cm²	ND	ND	ND
Br⁻/cm²	ND	ND	ND
NO₃⁻/cm²	1.18E+13	1.37E+13	1.28E+13
PO₄³⁻/cm²	ND	ND	ND
SO₄²⁻/cm²	9.20E+12	8.47E+12	8.83E+12

ND 表示未检出

实验总结

塑料制品与我们的生活息息相关,它们的质量安全及在生产工艺中的质量控制尤为重要。本文利用东西分析生产的 IC-2800 离子色谱仪建立对塑料袋中 F^- 、 Cl^- 、 NO_2^- 、 Br^- 、 NO_3^- 、 PO_4^{3-} 和 SO_4^{2-} 七种常见阴离子通过水浸提的方法进行了测定。实验结果表明,该方法具有操作简单、灵敏、选择性好、干扰少等优点,可以满足检测需求,供相关人员参考。