

氧弹燃烧-离子色谱法测定电子产品连接线中的卤素

1. 前言

卤素及卤素化合物常被用作阻燃添加剂而大量的在化学制品中使用，用来制造具有阻燃功能的电子、电器外壳、建筑涂料以及涂层材料等。卤化材料具有高热抵抗功能，可以起到很好的阻燃效果。但是，一旦卤化材料被点燃，将会释放出大量的有害毒气（溴化氢等），这些腐蚀性的气体有损坏设备电子功能的危险^[1-2]。而且研究已证明这些毒素对人体存在致癌致畸和致突变的风险。因此，控制电子产品配件中卤素含量显得尤为重要。

离子色谱法作为检测离子的首选方法，其在卤素离子检测方面的应用非常广泛。氧弹燃烧作为离子色谱分析前处理方法的应用已有文献报道^[3-4]，通过与氧弹燃烧处理方法相结合，可以方便准确的测定样品中的卤素离子。

2. 实验条件

2.1 色谱条件:

仪器型号: IC-2010

色谱柱: TSKgelSuperIC-AZ (4.6mm I.D×15cm)
TSKguardcolumn SuperIC-A Z(4.6mm I.D×1cm)

柱温: 40°C

流动相: 7.5m mol/L NaHCO₃ + 1.1m mol/L Na₂CO₃

流速: 0.8ml/min

进样量: 30μL

抑制胶: TSKsuppress IC-A

2.2 样品前处理方法:

准确称取适量样品，置氧弹燃烧瓶的燃烧杯中，准备氧弹燃烧处理。吸收液定容至 100mL 后过 0.22 μm 滤头以及 TOYOPAK ODS M 萃取柱，弃去前 5 mL 滤液，收集之后的滤液进样分析。

注: TOYOPAK ODS M 柱使用前先用 10mL 甲醇和 20mL 纯水冲洗活化。

3. 结果

3.1 色谱条件的优化

在保持柱温及流速不变的情况下，改变淋洗液的浓度，观察各离子的分离情况。随着淋洗液浓度的增大，各离子的保留时间均缩短，但淋洗液浓度过高导致待样品中杂质离子

干扰待测离子的分离。综合考虑保留时间和分离度两方面，最终选择淋洗液浓度为 7.5 m mol/L NaHCO₃+1.1 m mol/L Na₂CO₃。

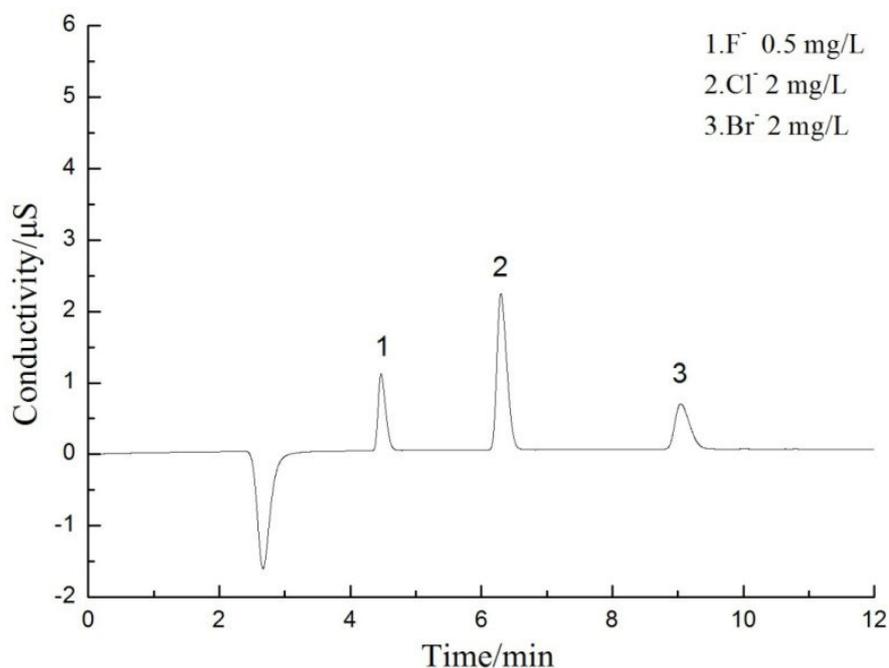


图 1 标准溶液谱图

3.2 重现性、线性范围和检出限

在上述色谱条件下，同一浓度的标准溶液连续进样 7 次，考察保留时间及峰面积的重现性，结果表明各离子保留时间和峰面积的相对标准偏差（RSD）值分别小于 0.41%和 0.80%。

IC-2010 配有自动进样器，且自动进样器具有自动稀释功能。配制 F⁻ (2 mg/L)、Cl⁻ (5 mg/L)、Br⁻ (5 mg/L)混合标准溶液，利用自动稀释功能分别稀释 2、5、10、20、50、100 倍后进样，以浓度为横坐标、峰面积为纵坐标制作校准曲线，结果如表 1 所示。

表 1 F⁻、Cl⁻ 和 Br⁻线性关系及检出限

| Table 1 Linear range and Detection limit of F ⁻ , Cl ⁻ and Br ⁻ | | |
|--|---------------------|--------|
| 离子 | 线性方程 | 相关系数 |
| F ⁻ | $Y=0.2143 X-0.0026$ | 0.9998 |
| Cl ⁻ | $Y=0.0136 X-0.0031$ | 0.9999 |
| Br ⁻ | $Y=0.3124 X-0.0052$ | 0.9996 |

3.3 实际样品分析

按照上述样品前处理方法，将样品置于氧弹燃烧瓶中燃烧，吸收液经过滤后注入离子色谱中进行分析，图 2 为样品吸收液谱图，表 2 为样品测定结果。

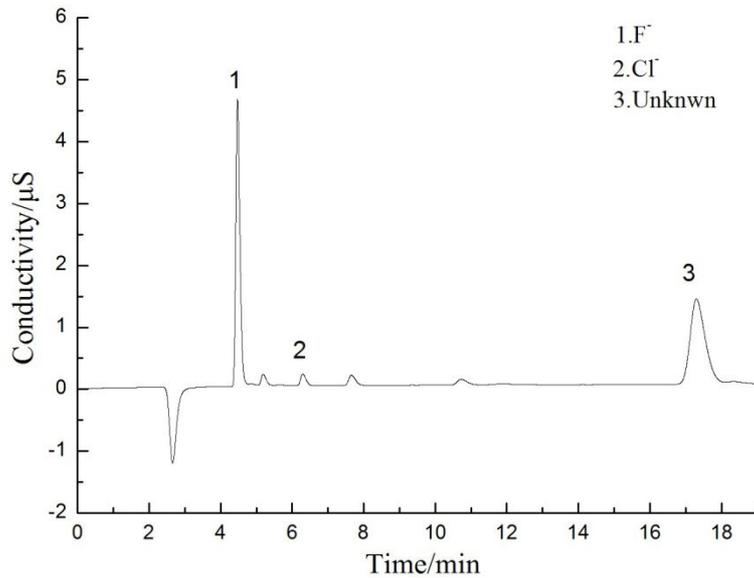


图 2 样品吸收液谱图

Fig. 2 Chromatogram of abstract solution

表 2 测定结果 ($n=5$)

Table 2 Quantification result of sample ($n=5$)

| 离子 | 测定浓度 mg/Kg | RSD% | |
|------|-----------------|--------|------|
| 样品 1 | F ⁻ | 0.2451 | 2.01 |
| | Cl ⁻ | 2.3467 | 0.76 |
| | Br ⁻ | ND* | 0.82 |
| 样品 2 | F ⁻ | ND | 0.97 |
| | Cl ⁻ | 0.5326 | 0.85 |
| | Br ⁻ | 3.0843 | 0.73 |

ND* 未检出

4. 结论

讨论了氧弹燃烧-离子色谱电导检测测定电子产品连接线中卤素的方法, 结果表明该法具有简便、灵敏度高等特点, 可广泛应用于生产过程中的产品质量控制以及市场商品抽样检验。

参考文献

- [1] 陈玉珍, 刘振华. 电缆材料中卤素含量测试的影响因素讨论[J]. 电线电缆, 2005,2 :36-37
- [2] 童国璋, 徐哲明. 氧弹燃烧-离子色谱法测定高分子聚合物的卤素[J]. 环境科学与技术, 2011,34 (6G) :268-270
- [3] 陈山丹, 陶冠红. 氧弹燃烧-离子色谱法测定电子产品中卤素[J]. 理化检验-化学分册, 2010,46 (12) : 1433-1435
- [4] 范云场, 朱岩. 离子色谱分析中的样品前处理技术[J]. 色谱, 2007,25 (5) :633-640