

## 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<sup>[1-2]</sup>。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<sup>[3-4]</sup>，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℃

流动相: 7.5m mol/L NaHCO<sub>3</sub> + 1.1m mol/L Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>

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 NaHCO<sub>3</sub>+1.1 m mol/L Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>。

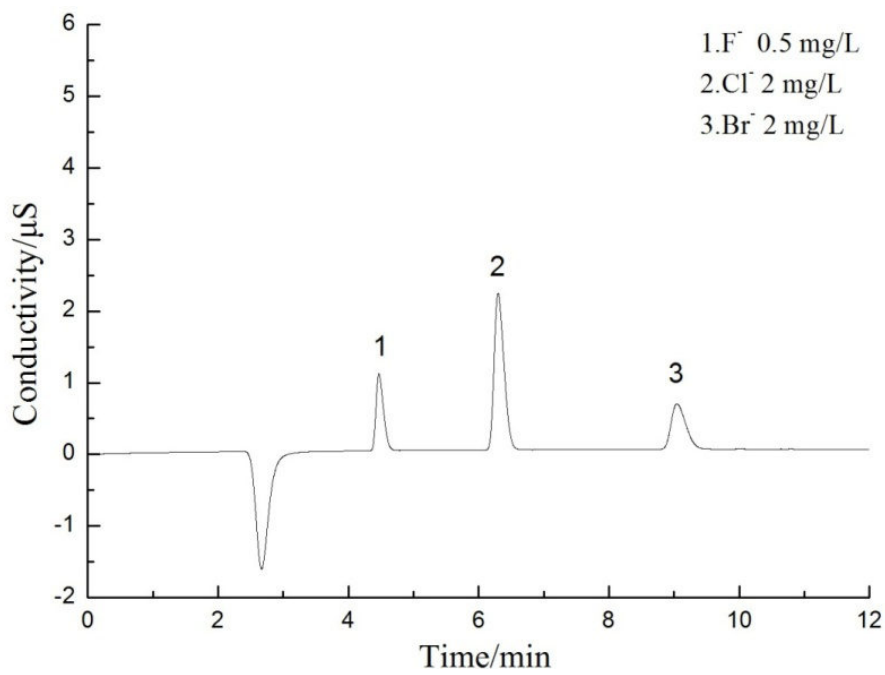


图 1 标准溶液谱图

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<sup>-</sup> (2 mg/L)、Cl<sup>-</sup> (5 mg/L)、Br<sup>-</sup> (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<sup>-</sup>、Cl<sup>-</sup> 和 Br<sup>-</sup>线性关系及检出限

Table 1 Linear range and Detection limit of F <sup>-</sup> , Cl <sup>-</sup> and Br <sup>-</sup>		
离子	线性方程	相关系数
F <sup>-</sup>	Y=0.2143 X-0.0026	0.9998
Cl <sup>-</sup>	Y=0.0136 X-0.0031	0.9999
Br <sup>-</sup>	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。

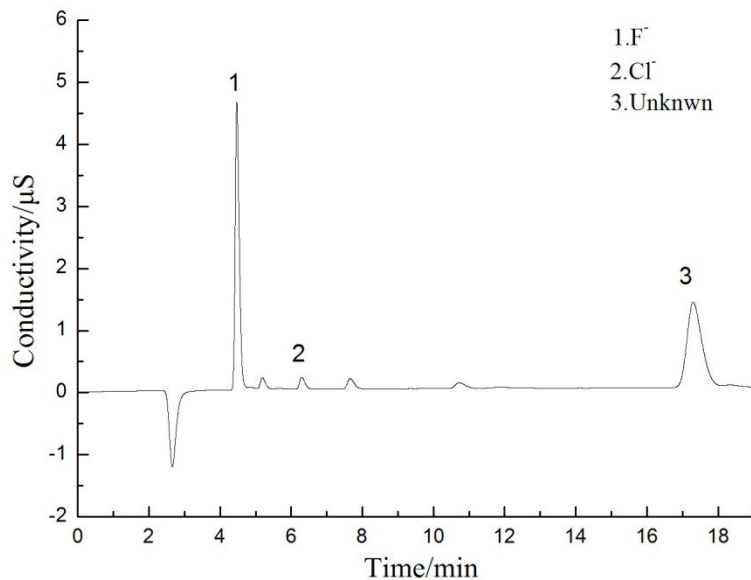


图 2 样品吸收液谱图

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 <sup>-</sup>	0.2451	2.01
	Cl <sup>-</sup>	2.3467	0.76
	Br <sup>-</sup>	ND*	0.82
样品 2	F <sup>-</sup>	ND	0.97
	Cl <sup>-</sup>	0.5326	0.85
	Br <sup>-</sup>	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