

DOI: 10.14044/j.1674-1757.pcrpc.2024.01.004

电容器薄膜用聚丙烯原料微量元素分析方法

权志杰^{1,2}, 常诚^{1,2}, 段金汤^{1,2}, 张才亮^{1,2}, 顾雪萍^{1,2}, 冯连芳^{1,2}

(1. 浙江大学化学工程联合国家重点实验室, 杭州 310058; 2. 浙江大学衢州研究院, 浙江 衢州 324003)

摘要: 为了精确分析电容器薄膜用聚丙烯原料中微量元素, 介绍了电容器薄膜用聚丙烯原料进行元素测定时的干法灰化法以及微波消解法两种预处理方法, 比较了不同方法对分析结果的影响。对比了几种分析手段的特点, 选择电感耦合等离子体质谱法作为分析手段。相比于干法灰化法, 微波消解法的准确度和精密度都较高, 微波消解法结合 ICP-MS 法适用于测定电容器薄膜用聚丙烯原料中的微量金属元素, 建立了基于 ICP-MS 法测定电容器薄膜用聚丙烯原料中微量金属元素含量的方法。

关键词: 电容器薄膜用聚丙烯; 微量金属元素; 微波消解; 干法灰化; 电感耦合等离子体质谱法 (ICP-MS)

Trace Elements Analysis Method of Polypropylene Raw Materials for Capacitor Film

QUAN Zhijie^{1,2}, CHANG Cheng^{1,2}, DUAN Jintang^{1,2}, ZHANG Cailiang^{1,2},

GU Xueping^{1,2}, FENG Lianfang^{1,2}

(1. State Key Laboratory of Chemical Engineering, Zhejiang University, Hangzhou 310058, China; 2.

Quzhou Research Institute of Zhejiang University, Zhejiang Quzhou 324003, China)

Abstract: For accurately analyzing trace elements in polypropylene raw materials for capacitor film, such two prepressing methods as dry ashing method and microwave digestion method are introduced for element determination of polypropylene raw materials for capacitor film. The effects of different methods on the analysis results are compared. The characteristic of various analysis means are compared and the inductively coupled plasma mass spectrometry is chosen as the analysis method. Compared to the dry ashing method, the microwave digestion method has higher accuracy and precision. The microwave digestion method combined with ICP-MS method is suitable for determining trace metal elements in polypropylene raw materials for capacitor film. A method based on ICP-MS method has been set up for determining the content of trace metal elements in polypropylene raw material for capacitor film.

Keywords: polypropylene for capacitor films; trace metal elements; microwave digestion; dry ashing; inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS)

0 引言

近年来储能技术快速发展, 储能产业蓬勃兴起, 电容器储能作为电能存储的一种方式, 具有节能、降耗、可分散安装等优势^[1], 其中薄膜电容器因为其绝缘性能好、介质损耗系数较低以及自愈性好的特点使其在电力系统中广泛使用^[2]。为减少电容器运行过程中可能出现的热失控, 延长电容器使用寿命, 会选用低介电损耗、高介电常数和高耐电强度的

双向拉伸聚丙烯(BOPP)薄膜^[3]。BOPP 薄膜相比于聚酯薄膜和聚四氟乙烯薄膜等其他电容器薄膜, 他的介电损耗极低, 同时击穿场强可以达到 $700 \text{ V}/\mu\text{m}^{[4-5]}$ 。合成 PP 通常采用 Ziegler-Nata 催化剂, 聚合过程中会残留 Al、Mg、Ti 等杂质金属, 后续加工中也会引入金属杂质, 存在于原料 PP 中的这些杂质构成了 BOPP 薄膜的电弱点, 导致薄膜实际应用时耐电强度远低于理论强度。有研究发现, 当 PP 中灰分含量低于 20 ppm 时, BOPP 薄膜可以达到理想的耐电

收稿日期: 2023-10-17

基金项目: 国家重点研发计划(2021YFB2401501)。

强度^[6]。建立精确分析电工级薄膜用 PP 原料中各金属元素含量的方法既能为聚合中使用的催化剂配比提供指导,又能对 BOPP 薄膜进行剖析,分析金属灰分对其理化性能的影响。

电工级聚丙烯的金属元素含量分析一般分为预处理和分析测试两个步骤^[7]。为了分析超净 PP 中金属元素含量,需要进行预处理,破坏其树脂结构,保留无机组分,通常是通过干法灰化法将其变为氧化态固体或者微波消解法将其变为无机盐溶液^[7]。干法灰化法是指先对样品炭化处理,后放入马弗炉中煅烧处理,使其完全灰化得到无机组分残渣的方法,是目前 PP 灰分含量分析时最常用的预处理手段^[7]。国标 GB/T 9345.1—2008 中规定^[8],干法灰化法要保证最后得到的灰分为 5~50 mg,煅烧温度控制在 600~950 ℃。使用干法灰化法时试样的量要足够多,整个处理过程需要数天,同时炭化过程中会产生油烟,污染环境^[9~10],干法灰化法也容易受到所使用坩埚的影响^[11]。微波消解法是指样品在消解罐中,通过加入消解液使样品消解完全的预处理方法。该方法可以快速处理样品,且直接将样品消解于溶液中,整个过程简单可控,过程中始终处于密闭状态^[12~13],无元素损失,便于精确进行元素分析。文献中记载的消解液主要为硝酸,盐酸,高氯酸以及氢氟酸等一种或几种溶液搭配的混合溶液^[14~16]。聚合物的预处理方法还有微波灰化法和湿法消解法,微波灰化法在灰化过程中不可避免一些元素损失,对于精确处理金属含量较少的样品具有一定困难^[17~18]。湿法消解法消解过程不可控,所耗试剂量大,很容易导致强酸性污染,而且准确度不高^[19~22]。微波灰化和湿法消解可操作性不强,不做考虑。

分析 PP 中的灰分含量的主要手段有直接煅烧法、X 射线荧光光谱法(XRF)、原子吸收光谱法(AAS)、电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)以及电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)等。直接煅烧法是目前使用最为广泛的分析 PP 中灰分含量的方法^[23]。XRF 可以直接对固体样品进行元素的定性以及定量分析,但灵敏度不高,通常 XRF 的检出限仅能达到 200 ppm^[24~25]。AAS 的检出限可达 ppm 级,具有良好的选择性,缺陷在于 AAS 法一次只能测定一种元素,测定复杂样品时受干扰严重^[26~27]。ICP-OES 是一种灵敏度极高的分析手段,他的检出限可达 ppm 级,据文献报道^[10,28],测定聚烯烃中 Fe、Ca、Cd 等金属元素时,ICP-OES 检出限可达 1~5 ppm,相对标准偏差为 0.5%~3.1%。ICP-MS 在超净实验室中理论检出限达到 ppt 级,在一般实验条件下金属

元素的检出限可达 ppb 级,元素的加标回收率稳定在 90%~110%,可以精确测定痕量金属元素含量^[29~30]。

电工级超净 PP 中总灰分含量不超过 20 ppm,为保证同时精确测定超净 PP 中 Al、Mg、Ti 3 种微量元素,选用 ICP-MS 法进行测试分析。对 ICP-MS 进行精确度测试,通过干法灰化法和微波消解法对超净 PP 进行预处理,比较不同预处理方法对于超净 PP 中金属元素含量的测定结果的影响,从而确定测定超净 PP 中金属元素含量的精确方法。

1 实验部分

1.1 实验装置

30 mL 铂金坩埚,杭州思锐科学仪器有限公司;ZNCL-T-1000 ml 磁力搅拌电热套,杭州市西湖区翔闯玻璃制品经营部;SA2-9-14TP 型气氛炉,南阳市鑫宇新材料科技有限公司;M6 型微波消解仪,上海屹尧仪器科技有限公司;高性能转子 HP16,上海屹尧仪器科技有限公司;赶酸仪,上海屹尧仪器科技有限公司;5 000 G 电感耦合等离子体质谱仪,美国珀金埃尔默仪器有限公司。

1.2 实验试剂

浓硝酸,电子级纯度,晶瑞电子材料有限公司;硝酸,工艺超纯,国药集团化学试剂有限公司;100 mg/L Al、Mg、Ti 标准溶液,坛墨质检-标准物质中心;杂质含量低于 10 ppb 的超纯水;超净 PP 样品 A,某行业龙头公司;10% 硝酸溶液,工艺超纯硝酸配制;2% 硝酸溶液,电子级硝酸配制。

实验中所用器皿均使用 10% 工艺超纯硝酸溶液浸泡,再用超纯水清洗使用。

1.3 实验步骤

1.3.1 加标回收实验

对 ICP-MS 进行加标回收测试试验分析其测试的准确性,两个 50 mL 样品管加入相同量的含有 Al、Mg、Ti 3 种元素的样品溶液,选择其中一个样品管加入 10 μg/L Al、Mg、Ti 混合标准溶液,测定 Al、Mg、Ti 3 种元素的加标回收率,加标回收率 P 计算公式为

$$P = \frac{C_2 - C_1}{C_3} \times 100\% \quad (1)$$

式中: C_1 为样品溶液金属元素浓度,μg/L; C_2 为加标样溶液金属元素浓度,μg/L; C_3 为加标量中金属元素浓度,μg/L。

1.3.2 预处理方法

1) 干法灰化法预处理 PP

干法灰化流程见图 1,准确称取 10 g 左右超净

PP 样品,置于已进行称量过的铂金坩埚中,在电热套上进行缓慢燃烧炭化,炭化完全后,在坩埚中继续加入 10 g 左右 PP 样品,进行准确称量后,再次进行炭化处理,重复此步骤 30 次,直至坩埚中加入 PP 总量为 300 g 左右,保证最后得到的灰分重量为 5 ~50 mg。在坩埚中炭化足够量的聚丙烯后,将坩埚置于马弗炉中煅烧,煅烧的升温程序见图 2,待冷却后称重可计算得到 PP 样品总灰分,计算公式如式(2)。

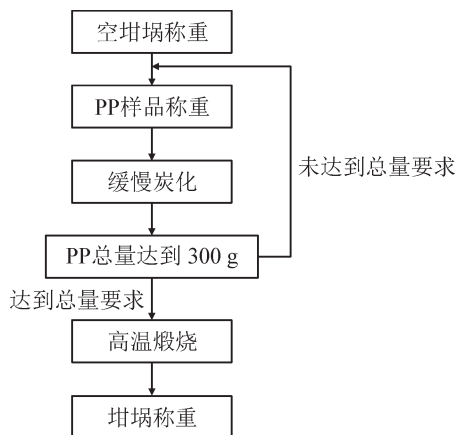


图1 干法灰化流程
Fig. 1 Dry ashing process

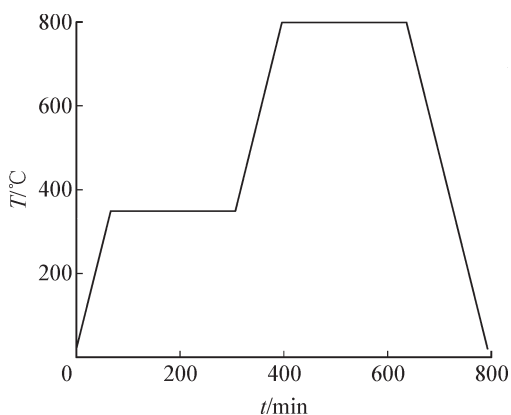


图2 干法灰化升温程序
Fig. 2 Dry ashing temperature program

$$\omega = \frac{m_2 - m_0}{m_1} \quad (2)$$

式中: ω 为聚丙烯中的总灰分含量,单位 mg/kg; m_0 为铂金坩埚的质量,单位 g; m_1 为 PP 样品总质量,单位 g; m_2 为煅烧完后铂金坩埚加灰分的总质量,单位 g。

取 10 mL 2% HNO_3 将坩埚中灰分溶解后,加热蒸发至溶液残留 1 mL 左右,将溶液转移至 25 mL 容量瓶中,使用 2% HNO_3 溶液冲洗坩埚内壁 3 次,冲洗液倒入容量瓶中,使用 2% HNO_3 溶液定容至 25 mL 待测。

2)微波消解法预处理 PP

微波消解流程见图 3 所示,将消解罐用 10% 硝酸溶液浸泡一晚后取出,用去离子水清洗干燥后,

在消解罐中加入 8 mL HNO_3 ,使用图 4 中温度程序进行微波消解,达到清洗消解罐的目的,完成后倒净罐内溶液,准确称取 0.2 g PP 样品置于聚四氟乙烯消解罐中,加入 8 mL HNO_3 溶液,同样按照图 4 中温度程序进行微波消解。微波消解结束后,为避免消解完成后的溶液中酸值过高影响 ICP-MS 仪器的灵敏度,在 180°C 下进行赶酸,至残留溶液为 0.5 mL 左右,转移溶液至 50 mL 容量瓶中,使用 2% HNO_3 对消解罐冲洗 3 次,冲洗液倒入容量瓶中,用 2% HNO_3 溶液定容至 50 mL 等待测定。

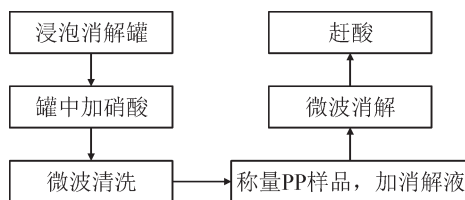


图3 微波消解流程
Fig. 3 Microwave digestion process

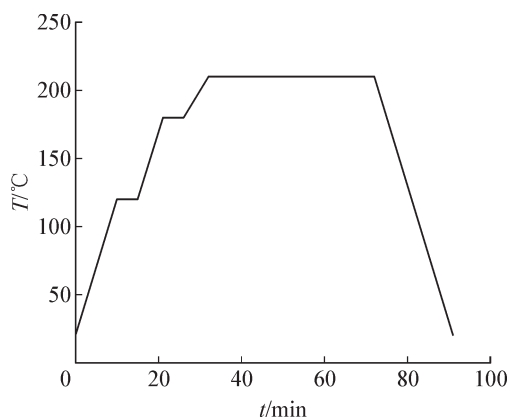


图4 微波消解升温程序
Fig. 4 Microwave digestion temperature program

1.3.3 微量元素分析

移取适量的 Al、Mg、Ti 标准溶液,用 2% HNO_3 溶液配成 5 mg/L、10 mg/L、20 mg/L、40 mg/L、80 mg/L 的混合标准溶液 1;移取适量的 Al、Mg、Ti 标准溶液,用 2% HNO_3 溶液配成 5 $\mu\text{g/L}$ 、10 $\mu\text{g/L}$ 、20 $\mu\text{g/L}$ 、40 $\mu\text{g/L}$ 、80 $\mu\text{g/L}$ 的混合标准溶液 2。

启动电感耦合等离子体发射质谱仪并点燃等离子体火炬,吸入混合标准工作溶液 1 绘制出标准曲线 1,该曲线用来测定干法灰化步骤得到的样品。吸入混合标准工作溶液 2 绘制出标准曲线 2,该曲线用来测定微波消解步骤得到的样品。将干法灰化和微波消解预处理得到的溶液分别吸入,测定溶液中 Al、Mg、Ti 3 种元素浓度,通过式(3)计算超净 PP 中这 3 种金属元素的含量。

$$\omega_x = \frac{C_x V}{m} \quad (3)$$

式中： ω_x 为 PP 中的微量元素含量,单位 $\mu\text{g/g}$ 或 $\mu\text{g/kg}$,
 X 为待测元素; C_x 为 PP 灰分溶液待测元素浓度,单
位 mg/L 或 $\mu\text{g/L}$, X 为待测元素; V 为定容体积,单位
 mL ; m 为 PP 样品质量,单位 g 。

1.3.4 精密度试验

选择 A 样品,分别采用干法灰化法和微波消解
法对样品平行处理 3 次,对处理后的样品进行 ICP-MS
分析。

2 结果与讨论

2.1 ICP-MS 方法学验证

使用 ICP-MS 进行加标回收实验,测得样品溶
液及加标溶液中 Al、Mg、Ti 3 种元素含量,见表 1。
计算得到 ICP-MS 分析下各金属元素的加标回收
率,Al 元素加标回收率为 100.0%,Mg 加标回收率为
91.0%,Ti 加标回收率为 94.7%,加标回收率在 90%~
110% 之间,表明 ICP-MS 法同时测定 Al、Mg、Ti 3 种
元素含量的精确度很高,可以用来分析超净 PP 经
预处理得到的溶液中的金属含量。

表 1 加标回收试验结果
Table 1 Results of spiked recovery test

项目	Al	Mg	Ti
样品溶液/($\mu\text{g/L}$)	160.5	13.2	1.8
加标溶液/($\mu\text{g/L}$)	170.5	22.3	11.3
加标回收率/%	100.0	91.0	94.7

2.2 干法灰化和微波消解对 HC300BF 的分析结果

A 样品中 Al 和 Ti 元素含量已知,选择 A 样品
分别进行干法灰化和微波消解,结合 ICP-MS 法进行分
析,分析结果,见表 2。由表 2 可见,干法灰化测得的
Al 元素含量偏高,测得 Ti 元素含量偏差为 14.3%。
微波消解中 Al 和 Ti 元素测定值与参考值一致。微
波消解中整个处理过程在密闭的消解罐中进行,无
元素损失,而干法灰化过程中会出现灰分飞溅的现
象,需要经过炭化和煅烧两部分,炭化过程需要重
复数 10 次,过程繁琐导致容易引入杂质,最终测得
结果不准确,微波消解法能更精确分析超净 PP 中
灰分含量。

表 2 两种预处理方法对于 A 样品的测试结果
Table 2 Test results of two preprocessing methods for
sample A

项目	Al 含量/ ($\mu\text{g/L}$)	Mg 含量/ ($\mu\text{g/L}$)	Ti 含量/ ($\mu\text{g/L}$)
HC300BF(参考值)	1-2	—	0.7
HC300BF(干法)	2.5	3.6	0.6
HC300BF(微波)	1.5	3.4	0.7

2.3 精密度分析结果

选择 A 样品,分别采用干法灰化法和微波消解
法平行测定 3 次,结果显示,见表 3,干法灰化法中
Al 元素的 RSD 为 31.8%,Mg 元素的 RSD 为 9.8%,
Ti 元素的 RSD 为 45.5%;而对于微波消解法,Al 元
素的 RSD 为 4.7%,Mg 元素的 RSD 为 3.0%,Ti 元素
的 RSD 为 10.1%。干法灰化法测得的 3 种元素的
RSD 为 9.8%~45.5%,微波消解法测得的 3 种元素
的 RSD 为 3.0%~10.1%,干法灰化法分析超净 PP 中
金属元素灰分含量时,精密度不好,重复实验的结果
有较大偏差,微波消解法精密度优良,重复性好,更
适用于超净 PP 的金属元素灰分含量分析测定。

表 3 两种方法对于 A 样品的多次测试分析结果
Table 3 Multiple test and analysis results of two methods
for sample A

元素	元素含量/(mg/kg)					
	1		2		3	
	干法	微波	干法	微波	干法	微波
Al	2.5	1.5	1.8	1.6	1.3	1.5
Mg	3.6	3.4	3.2	3.3	3.9	3.2
Ti	0.6	0.7	1.5	0.6	0.8	0.7

3 结语

本文通过加标回收实验验证 ICP-MS 测定痕量
金属元素的准确性,Al、Mg、Ti 3 种元素的加标回收
率为 91.0%~100%,证明了 ICP-MS 分析测试的高准
确性。利用干法灰化法和微波消解法对 A 样品进
行对照处理以及平行处理,干法灰化测试中会出现
结果偏大或者偏小的情况,导致测得测试不精确,
测得的 Al、Mg、Ti 3 种元素的 RSD 为 9.8%~45.5%,
偏差较大,重复性不好,而微波消解法可以精确测
定 PP 中的金属元素含量,测得的 3 种元素的 RSD
为 3.0%~10.1%,重复性很好。因此,微波消解法结
合 ICP-MS 法适用于精确测定超净 PP 中金属元素
含量。该分析方法可以用于后续测定脱灰工艺得
到的超净 PP 中的灰分含量,从而为脱灰工艺优化
提供方向,也可用于测试 BOPP 薄膜中的金属元素
含量,指导电工级薄膜生产。

参考文献

[1] 高群. 聚丙烯薄膜绝缘改性与可靠性评估研究[D]. 天
津:天津大学,2018.

[2] 储松潮,黄云锴,潘毓娴,等. 电工级聚丙烯粒子国产化
及其薄膜和电容器研究[J]. 电力电容器与无功补偿,
2022,43(5):64-69.

CHU Songchao, HUANG Yunkai, PAN Yuxian, et al.
Study on localization of electrical grade polypropylene gran-

- ule and its film and capacitor[J]. Power Capacitor & Reactive Power Compensation, 2022, 43(5): 64-69.
- [3] CHONG Z, YING Xd, LIANG Zx, et al. Investigation on the structure and performance of polypropylenesheets and biaxially oriented polypropylene films for capacitors[J]. Chinese Journal of Polymer Science, 2022, 40(12): 1688-1696.
- [4] KERWIEN C M, MALANDRO D L, BROOMALL J R. Large area DC dielectric breakdown voltage measurement of BOPP and PTFE thin films[C]//2016 IEEE Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena (CEIDP). [S. l.]: IEEE, 2016: 486-489.
- [5] RITAMÄKI M, RYTÖLUOTO I, LAHTI K. Performance metrics for a modern BOPP capacitor film[J]. IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, 2019, 26(4): 1229-1237.
- [6] SONG S, WANG X, MU R, et al. Performance evaluation of polypropylene resin for capacitor film[J]. Journal of Physics. Conference Series, 2009(1): 012003.
- [7] 齐迎昊, 张翀, 邢照亮, 等. 聚丙烯灰分检测研究进展[J]. 合成树脂及塑料, 2019, 36(2): 94-98.
- QI Yinghao, ZHANG Chong, XING Zhaoliang, et al. Research progress of ash detection in polypropylene[J]. China Synthetic Resin and Plastics, 2019, 36(2): 94-98.
- [8] 塑料灰分的测定 第1部分: 通用方法: GB/T 9345. 1-2008[S]. 2008.
- Plastics—Determination of ash—Part 1: General methods: GB/T 9345. 1-2008[S]. 2008.
- [9] 刘丽莹, 梁立伟, 荣丽丽. 渣油金属测定中两种前处理方法的比较[J]. 石油化工, 2017, 46(5): 626-630.
- LIU Liying, LIANG Liwei, RONG Lili. Comparison of two pretreatment methods for determination of metal content in residual oil[J]. Petrochemical Technology, 2017, 46(5): 626-630.
- [10] 窦庆伟, 张晓雨. ICP-OES测试给水用聚乙烯(PE)管材中铁、钙含量的方法研究[J]. 中国检验检测, 2019, 27(6): 12-13.
- DOU Qingwei, ZHANG Xiaoyu. Study on ICP-OES method for testing Iron and Calcium content in polyethylene (PE) pipes for water supply[J]. China Inspection Body & Laboratory, 2019, 27(6): 12-13.
- [11] ARNQUIST I J, THOMAS M L P, GRATE J W, et al. A dry ashing assay method for the trace determination of Th and U in polymers using inductively coupled plasma mass spectrometry[J]. Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, 2016, 307(3): 1883-1890.
- [12] 聂富强, 杜丽丽, 尤五堂, 等. 密闭容器微波样品消解技术在金属分析中的应用[J]. 理化检验: 化学分册, 2013, 49(11): 1393-1399.
- NIE Fuqiang, DU Lili, YOU Wutang, et al. Application of closed vessel microwave sample digestion technology in metal analysis[J]. Physical Testing and Chemical Analysis Part B: Chemical Analysis, 2013, 49(11): 1393-1399.
- [13] 邱会东, 赵波, 张红, 等. 食用植物油中重金属分析方法的研究进展[J]. 中国油脂, 2017, 42(1): 76-79.
- QIU Huidong, ZHAO Bo, ZHANG Hong, et al. Advance in analysis methods of heavy metals in edible vegetable oils [J]. China Oils and Fats, 2017, 42(1): 76-79.
- [14] BUSSAN D D, SNAYCHUK L, BARTZAS G, et al. Quantification of trace elements in surgical and KN95 face masks widely used during the SARS-COVID-19 pandemic[J]. The Science of the Total Environment, 2022, 814: 151924.
- [15] FENG Liuxing, MA Liandi, WANG Jun, et al. Certification of reference materials for Cd, Cr, Hg and Pb in polypropylene[J]. Analytical and Bioanalytical Chemistry, 2010, 396(8): 3051-3057.
- [16] HILDEBRANDT L, AU M V D, ZIMMERMANN T, et al. A metrologically traceable protocol for the quantification of trace metals in different types of microplastic[J]. Plos One, 2020(6): 1-18.
- [17] 马越, 唐新忠, 丁恬甜. 微波灰化分析在油品金属含量前处理中的应用[J]. 分析测试技术与仪器, 2010, 16(3): 206-208.
- MA Yue, TANG Xinzong, DING Tiantian. Phoenix microwave analysis in pretreatment of metal contents in oil[J]. Analysis and Testing Technology and Instruments, 2010, 16(3): 206-208.
- [18] 王豪, 王夏天, 张樱, 等. 微波灰化法测定石油沥青中的灰分[J]. 化学试剂, 2013, 35(1): 43-46.
- WANG Hao, WANG Xiatian, ZHANG Ying, et al. Determination of ash content in petroleum asphalt by microwave ashing method[J]. Chemical Reagents, 2013, 35(1): 43-46.
- [19] 蒋根, 刘正祥, 李亚威. 微波消解法与湿法消解法在测定食品总砷中的比较[J]. 安徽预防医学杂志, 2016, 22(5): 308-311.
- JIANG Gen, LIU Zhengxiang, LI Yawei. Comparison of microwave and wet digestion method for determination of total arsenic in food[J]. Anhui Journal of Preventive Medicine, 2016, 22(5): 308-311.
- [20] 丁海萍, 侯泽建, 周筱. ICP-OES法测定粉煤灰中化学元素的4种前处理方法比较[J]. 化学试剂, 2019, 41(1): 68-71.
- DING Haiping, HOU Zejian, ZHOU Xiao. Comparison of four pretreatment methods for determining chemical elements in fly ash using the ICP-OES method[J]. Chemical Reagent, 2019, 41(1): 68-71.
- [21] 武琴园, 吕倩, 董梅, 等. 紫外分光光度法测定粉条中铝含量的两种前处理方法比较[J]. 食品安全质量检测学

- 报, 2019, 10(14):4578-4581.
- WU Qinyuan, LYU Qian, DONG Mei, et al. Comparison of two pretreatment methods for determination of aluminium in starch noodles by ultraviolet spectrophotometry[J]. Journal of Food Safety & Quality, 2019, 10(14):4578-4581.
- [22] ZHANG W, HU Z. Recent advances in sample pre-paration methods for elemental and isotopic ana-lysis of geological samples[J]. Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy, 2019, 160:105690.
- [23] 王微微, 刘海泉. 浅谈如何保证聚丙烯灰分测定的准确性[J]. 广东化工, 2012, 39(14):195-196.
- WANG Weiwei, LIU Haiquan. Discussion on how to ensure the accuracy of the determination of the ash content of polypropylene[J]. Guangdong Chemical Industry, 2012, 39(14):195-196.
- [24] 石正宝, 陈淑卿. X射线荧光光谱法测定聚丙烯树脂灰分含量[J]. 当代化工研究, 2016(6):49-50.
- SHI Zhengbao, CHEN Shuqing. Determination of the ash content of the polypropylene resin by X-ray fluorescence spectrometer[J]. Modern Chemical Research, 2016(6):49-50.
- [25] ÖZER T E, ÇİMENÖ LU A M, GÜÇER Ş. Determination of cadmium, chromium, lead, and mercury in polyethylene and polypropylene after xylene treatment by energy dispersive X-ray fluorescence spectrometry[J]. Instrumentation Science & Technology, 2011, 39(4):357-367.
- [26] DE SCHRIJVER I, ARAMENDIA M, VINCZE L, et al. Comparison of atomic absorption, mass and X-ray spectrometry techniques using dissolution-based and solid sampling methods for the determination of silver in polymeric samples[J]. Spectrochimica acta. Part B: Atomic Spectroscopy, 2007, 62(11):1185-1194.
- [27] 王涛, 康菁, 黄飞, 等. 微波消解-原子吸收光谱法测定聚丙烯中Ti, Al, Cr和Pb等元素的含量[J]. 化工设计通讯, 2016(9):3.
- WANG Tao, KANG Jing, HUANG Fei, et al. Determination of Ti, Al, Cr, and Pb in polypropylene by microwave digestion-atomic absorption spectrometry[J]. Chemical Design Communication, 2016(9):3.
- [28] 王艳泽, 张学凯. 微波消解-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定聚丙烯塑料中的铅镉汞铬[J]. 冶金分析, 2008, 28(2):4.
- WANG Yanze, ZHANG Xuekai. Determination of lead, cadmium, mercury, and chromium in polypropylene plastics by microwave digestion - inductively coupled plasma atomic emission spectrometry[J]. Metallurgical, 2008, 28(2):4.
- [29] 叶佳楣, 郭蓓蕾, 王豪, 等. 微波消解-ICP-MS测定塑料原料中14种催化剂残留元素[J]. 分析试验室, 2012, 31(9):54-57.
- YE Jiamei, WU Beilei, WANG Hao, et al. Determination of fourteen elements residues of catalysts in plastics[J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2012, 31(9):54-57.
- [30] MAKINO Y, NAKAZATO T. Determination of trace elements in polymers using fs-LA-ICP-MS with internal standardization by Carbon[J]. Journal of Analytical Atomic Spectrometry, 2021, 36(9):1895-1899.
- 作者简介:**
- 权志杰(1998—), 男, 硕士研究生, 研究方向为电工级超净聚丙烯纯化工艺开发。E-mail:quanzhijie@zju.edu.cn。
- 常诚(1994—), 男, 特聘研究员, 研究方向为高聚物工程。
- 段金汤(1986—), 男, 特聘研究员, 研究方向为特种工程塑料的工程化。
- 张才亮(1978—), 男, 副教授, 研究方向为反应挤出技术, 多相多组分聚合物复合材料的制备与加工, 聚合物结构的在线检测与控制技术以及超临界下聚合物制造与加工。
- 顾雪萍(1972—), 女, 副研究员, 通信作者, 研究方向为高端聚合物生产工艺开发以及工业规模聚合物生产过程建模、模拟与优化。E-mail:guxueping@zju.edu.cn。
- 冯连芳(1963—), 男, 教授, 研究方向为流体混合技术与计算流体力学, 聚合反应器的设计、放大和优化, 聚合反应过程的模型化和优化以及聚合物反应挤出加工。