

铅盐稳定剂的能量色散 X 射线荧光分析

EDX-048

摘要：铅盐稳定剂是目前用量最大的稳定剂。为了满足不同制品的使用需求，铅盐稳定剂的配方也会做出相应调整。在铅盐稳定剂的生产中，需要通过检测铅元素含量来监控各配方的变化。本文使用能量色散型 X 射线荧光光谱（EDX）建立了铅盐稳定剂中 Pb 元素的分析方法，快捷方便，可替代常规的化学分析。

关键词：能量色散型 X 射线荧光光谱 (EDX) 铅盐稳定剂 Pb 元素分析

稳定剂，主要指保持高聚物塑料、橡胶、合成纤维等稳定，防止其分解、老化的试剂。工业上常用的热稳定剂主要包括铅盐、金属皂、有机锡、有机锑、有机稀土、纯有机化合物等。铅盐稳定剂具有热稳定性好、络合能力强、电绝缘性优良和价格低廉等特点。因此，尽管限制重金属热稳定剂使用的法规压力日益增加，新型稳定剂也不断推出，但铅盐稳定剂仍占据着稳定剂的主导市场。然而，环保的压力使得稳定剂的研发向低铅化发展，因此也催生出各种复合稳定剂。

铅盐稳定剂在聚氯乙烯 (PVC) 的生产中使用广泛。在实际配合中，除了要求稳定剂满足热稳定性需要以外，往往还要求具有优良的加工性能，对其气味、粘性也有严格要求，而 PVC 制品形态的千变万化，也对稳定剂的选择提出了更高的要求，其加工配方大多需

要专门开发。

因此，铅盐稳定剂生产企业往往同时生产众多配方的产品。为了在生产中监控各配方中铅盐的比例，对产品中 Pb 含量的检测十分重要。常用的分析方法有 ICP 电感耦合等离子体发射光谱法、AA 原子吸收光谱法，以及化学滴定法。这些方法均需要将样品进行前处理后分析，溶剂的使用和前处理的工作更增大了环保的压力和实验室的成本。

针对铅盐稳定剂的分析现状，本文采用岛津 EDX-7000 开发了铅盐稳定剂中 Pb 的分析方法，并与化学滴定法对照进行了准确度评估，得到了较好的分析效果，可以替代常规的化学分析。

■ 实验部分

1.1 仪器



能量色散型 X 射线荧光光谱仪 EDX-7000

1.2 分析条件

靶材：Rh	测试氛围：大气
电压：50kV	积分时间：60s
电流：auto	DT 时间：30%
光阑：10 mm	内标修正：on

1.3 校准样品

使用生产中取样，以化学分析结果作为参考值，建立标准曲线。

表 1 校准样品中 Pb 的参考值

单位：%

编号	1#	2#	3#	4#	5#	6#	7#	8#
化学值	13.3	17.7	19.6	21	24.3	26.4	27.1	28
编号	9#	10#	11#	12#	13#	14#	15#	16#
化学值	28.3	29.1	30.5	32.3	35.3	40.4	41.1	42.7

1.4 样品前处理

样品为细柱状和碎片状，取适量于压样环中，在 10 吨压力下制成片状，待分析。校准样品与试样采用相同的制样方法。

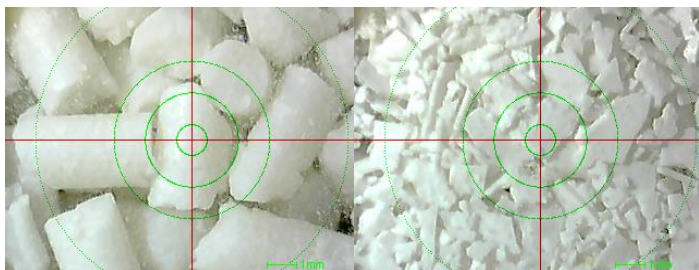


图 1 样品状态



图 2 样品压片制样后状态

■ 结果与讨论

2.1 测试谱图

取 8# 样品进行定性扫描，检测到 PbL α 与 PbL β 峰，谱峰明晰无重叠。为了避免可能的 AsK α 对 PbL α 的干扰，选择 PbL β 作为分析线。样品中除 Pb 元素外，也含有少量 Ca 和 Zn 元素，可能为复合添加成分。

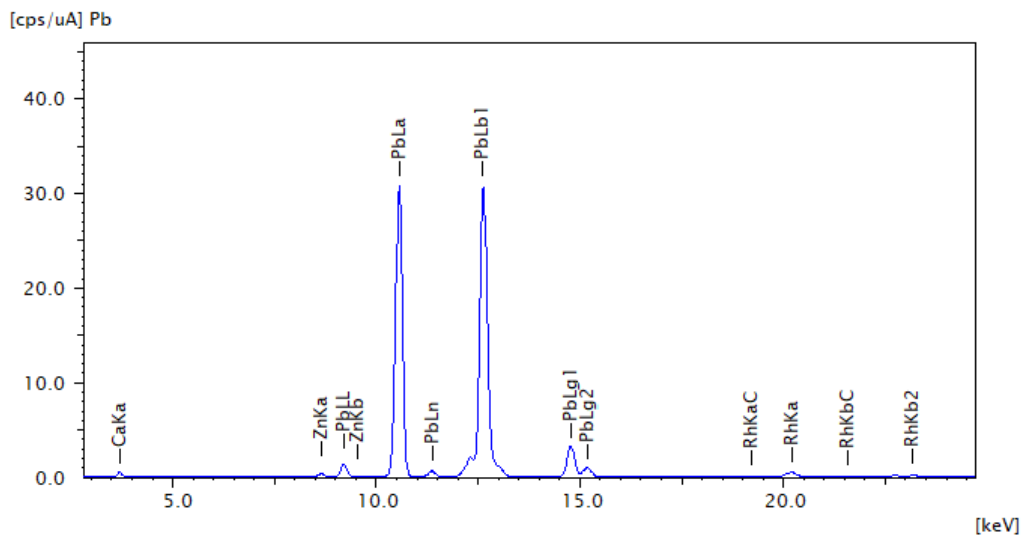


图 3 8# 校准样品定性分析谱图

2.2 标准曲线

使用 1.3 中校准样品建立标准曲线。首先尝试净强度曲线，由于 Pb 含量高且曲线含量跨度大，导致基体发生了明显变化，因此该曲线虽有一定的趋势，却无法得到良好的校准效果，如图 4。使用内标修正功能对基体的变化进行修正后，得到了良好的校准效果。内标法标准曲线如图 5，该曲线 $R^2=0.9944$ ，正确度为 0.482%。考虑到校准样品为生产线的随机取样，且参考值为手工化学分析值，该标准曲线已较为理想，可以满足误差 $\pm 0.5\%$ 的生产检测需求。

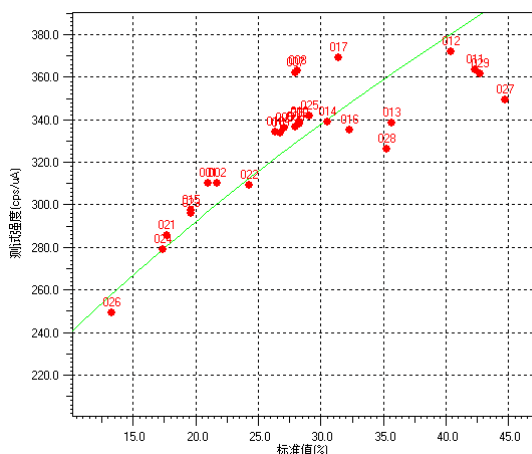


图 4 净强度趋势曲线

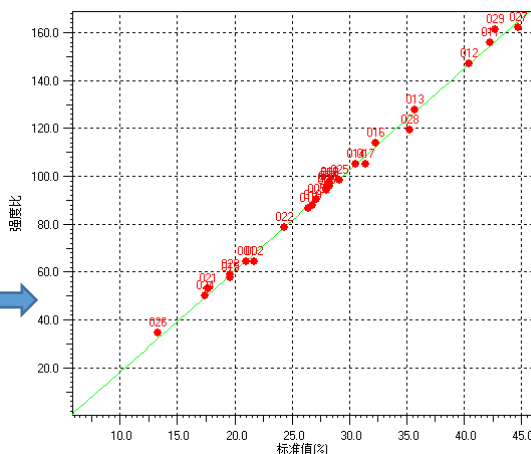


图 5 内标标准曲线

2.3 准确度和重复性

另取一批生产样，压片后以 EDX 标准曲线法进行分析，进行准确度评估，结果如表 2。各浓度下 EDX 的测试结果与化学值相差在 0.5% 以内。

表 2 稳定剂中 Pb 分析的准确度数据

单位：%

样品	试样 -1	试样 -2	试样 -3	试样 -4	试样 -5	试样 -6	试样 -7	试样 -8	试样 -9	试样 -10
化学值	42.3	35.7	31.0	28.3	28.3	28.0	26.8	21.0	19.6	17.4
EDX 值	42.80	35.32	30.81	28.49	28.58	27.95	26.58	20.95	19.32	17.18
误差	0.50	-0.38	-0.19	0.19	0.28	-0.05	-0.23	-0.05	-0.28	-0.22

表 3 稳定剂中 Pb 分析的重复性数据

单位：%

	试样 -3	试样 -8	试样 -11	试样 -12	试样 -13	试样 -14
化学值	31.0	21.0	35.0	24.8	30.2	28.3
EDX 测试 -1	30.78	20.90	34.77	24.48	30.34	28.84
EDX 测试 -2	30.77	20.92	34.85	24.46	30.27	28.69
EDX 测试 -3	30.88	21.03	34.722	24.21	30.47	28.72
平均值	30.81	20.95	34.78	24.38	30.36	28.75
R	0.11	0.13	0.13	0.27	0.20	0.15
STD	0.061	0.070	0.065	0.150	0.101	0.079
C.V.(%)	0.20	0.33	0.19	0.62	0.33	0.28

结论

本方法采用岛津 EDX-7000 分析铅盐稳定剂中 Pb 元素，在 13%~43% 浓度范围内标准曲线线性良好，相关系数为 0.9944，分析实际样品与化学值误差在 ±0.5% 以内，重复三次分析极差 0.06~0.27%，重复性良好。该方法制样简单、测试快捷方便、绿色环保，为生产企业中铅盐稳定剂的工艺控制提供了一种新颖、快捷和有效的分析方法。

岛津应用云

