

EDX 分析粉末涂料中 CaCO_3 和 BaSO_4 含量

EDX-058

摘要：粉末涂料由成膜物质、填料、溶剂、助剂等组成，主要作用是装饰防护。填料是粉末涂料不可或缺的一部分，常用填料为硫酸钡和碳酸钙，它可以提高涂层的刚度和强度，还可以降低生产成本，因此被大量使用。填料的颜色、粒度以及含量都会影响粉末涂料的性能，本文使用能量色散型 X 射线荧光光谱建立了粉末涂料中 CaCO_3 和 BaSO_4 元素的分析方法，方法简单，分析速度快，可以成为现有化学分析方法的有力补充。

关键词：X 射线荧光 粉末涂料 定量分析

粉末涂料作为新兴行业，在中国市场取得了较快发展和令人瞩目的技术进步。粉末涂料是一种以树脂为基料，配以固化剂、颜料、填料和一些粉末涂料助剂而得到的配方材料。赋予被涂金属底材良好的外观和耐久性。装饰性和保护性是粉末涂料的主要功能。

填料是粉末涂料配方中的组成部分，是热固性粉末涂料配方设计和生产工艺中不可或缺的，它的主要作用是提高粉末涂层的刚度和强度。这类物质是具有一定刚度、强度和遮盖力的无机化合物，其获得来源多为自然界中的矿物质，在粉末涂料中，常见的几类填料为硫酸钡、碳酸钙、滑石粉、高岭土、硅微粉、云母粉。在配方设计时根据填料的性质进行选择，而碳酸钙和硫酸钡是最理想的填料。

碳酸钙具有价格便宜、资源丰富等特点，是一种优质的填充剂和白色颜料。它可以增加涂料的涂抹厚度，提高涂层的上粉率以及喷涂面积。由于碳酸钙的价格低以及不含重金属，因此在粉末涂料中碳酸钙的添加量比较大，从而可以降低涂料的成本。

硫酸钡是一种高品质的填料和体质颜料，具有优越的耐酸碱及耐候性。将其添加在粉末涂料中能增加涂膜硬度和抗耐磨性，具有白度高，耐沾污性强，同时硫酸钡比重大可增加涂料固含。

填料的颜色、粒度以及含量都会影响粉末涂料的性能，准确测定填料的含量对优化配方设计意义重大。本文建立了能量色散型 X 射线荧光光谱（EDX）法准确定量分析粉末涂料中碳酸钙和硫酸钡填料含量的方法，得到了较好的分析效果，可以满足分析要求，该方法可以成为现有化学分析方法的有力补充。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 EDX-7000 能量色散型 X 射线荧光光谱仪



1.2 仪器参数

靶材：Rh	滤光片：none
电压：50 kV	积分时间：100 s
氛围：大气	内标修正：on

1.3 校准样品

使用客户提供的校准样品建立标准曲线，该校准样为配制样，配比值见表 1。

表 1 校准样品中 CaCO_3 和 BaSO_4 的参考值

成分	标准物质					
	1#	2#	3#	4#	5#	6#
CaCO_3 含量 (%)	0	5	10	25	50	65
BaSO_4 含量 (%)	100	95	90	75	50	35

1.4 样品制备

取适量粉末涂料样品于压样环中，在 30 吨压力下制成片状，待分析。

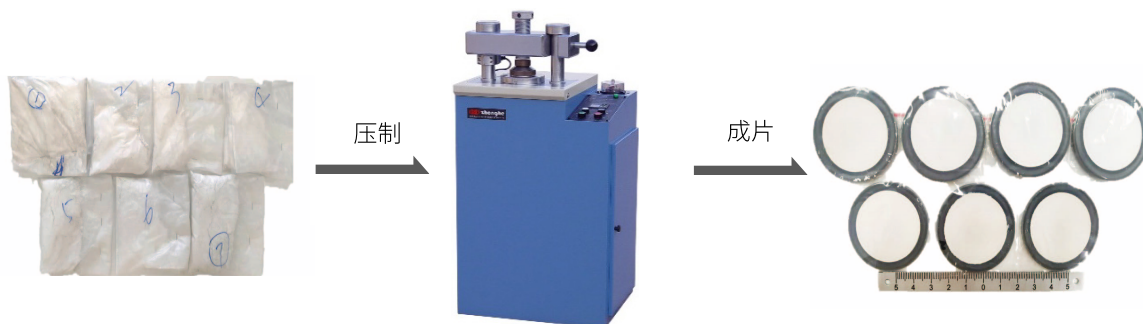


图 1 样品制备示意图

■ 结果讨论

2.1 测试结果

首先使用基本参数法对 5# 标准样品进行定性分析，所得图谱如图 2 所示，以氧化物形式标示，样品中主要含有 CaO 、 BaO 以及 SO_3 ，还有微量的 SiO_2 、 SrO 、 MgO 、 Al_2O_3 和 Fe_2O_3 等成分。

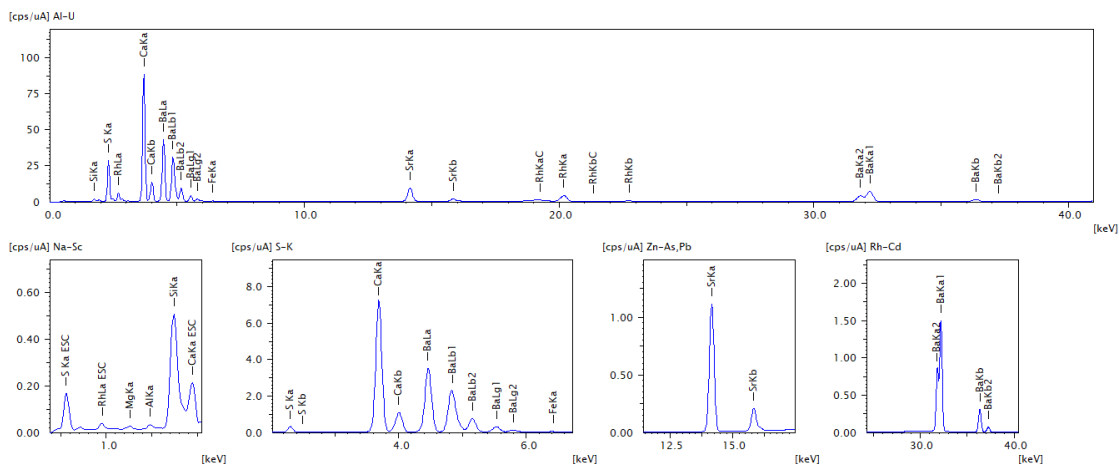


图 2 5# 校准样品定性分析图谱

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，由于校准样品中 CaCO_3 和 BaSO_4 含量高且曲线含量跨度大，导致基体发生了明显变化， CaCO_3 的曲线虽有一定的趋势，但线性相关系数较差，得不到好的校正效果，此时 CaCO_3 和 BaSO_4 标准曲线的最大偏差分别为 2.6% 和 1.2%，如图 3。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 CaCO_3 和 BaSO_4 标准曲线如图 4，此时 CaCO_3 和 BaSO_4 标准曲线的最大偏差分别为 0.4% 和 0.6%。

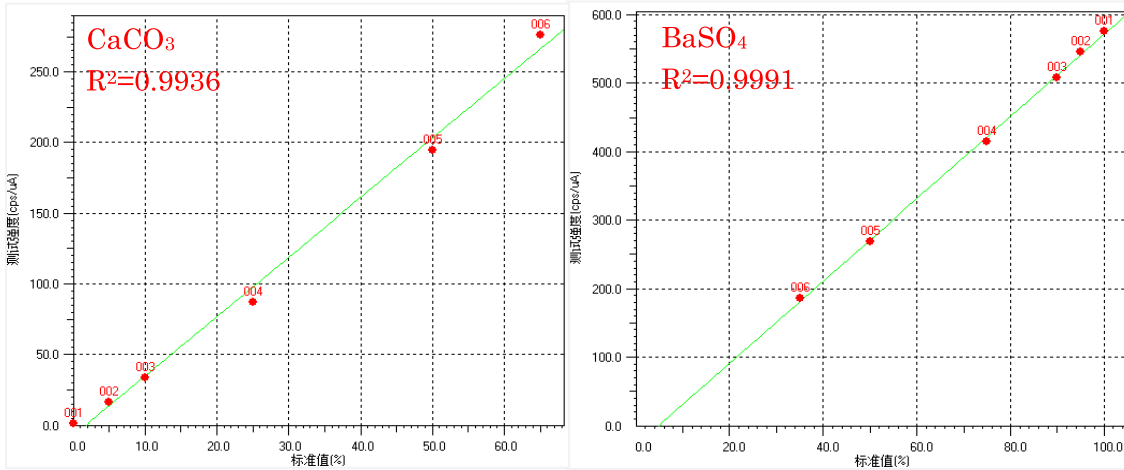


图 3 净强度趋势曲线

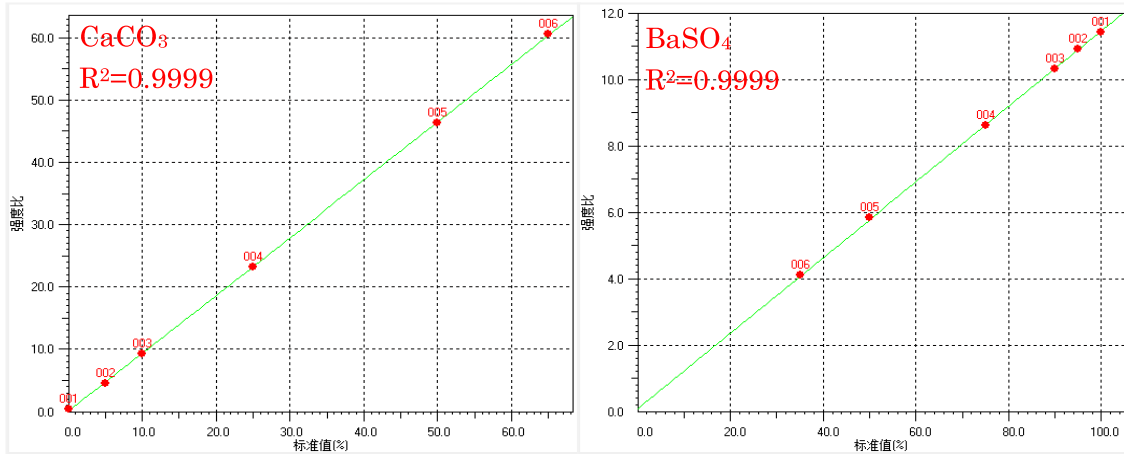


图 4 内标法标准曲线

2.3 重复性试验

选择 5# 样品做重复性考察, 结果见表 2。

表 2 5# 标样中 CaCO_3 和 BaSO_4 的重复性数据

重复性数据	试样 -5#	
	$\text{CaCO}_3(\%)$	$\text{BaSO}_4(\%)$
EDX 测试 -1	49.93	50.07
EDX 测试 -2	50.04	50.07
EDX 测试 -3	50.00	50.07
EDX 测试 -4	49.83	50.12
EDX 测试 -5	49.95	50.17
EDX 测试 -6	49.85	50.06
平均值	49.9	50.1
s	0.08	0.04
RSD(%)	0.16	0.09

■ 结论

使用岛津 EDX-7000 分析了粉末涂料中 CaCO_3 和 BaSO_4 的含量, 建立了准确定量该成分的分析方法。结果表明该方法线性良好, 相关系数均为 0.9999, 重复性好, 相对标准偏差小于 0.2%。EDX 分析样品前处理简单, 灵活便捷, 定量分析具有良好的准确度和稳定性, 该方法可成为粉末涂料生产配方设计和工艺优化的有效方法。

岛津应用云

