

# 使用岛津红外光谱仪 (FTIR) 和能量色散型 X 射线荧光分析仪 (EDX) 分析树脂原材料

## FTIREDX-001

**摘要：** 为了保证产品质量，使用安全优质的原材料是必要条件，原材料的重要性不言而喻。但对利润最大化的追求使得原料供应商往往按照性能要求下限来提供原材料，更有甚者在未告知的情况下替换材料，导致生产过程中出现各种品质问题。因此，对来料的性能监控十分关键。本文结合红外光谱仪 (FTIR) 和能量色散型 X 射线荧光分析仪 (EDX) 对树脂成份进行了全面分析，通过有机和无机结合的方式达到了对来料进行成分鉴定的目的。

**关键词：** 树脂原材料 红外光谱仪 (FTIR) 能量色散型 X 射线荧光分析仪 (EDX)

原料是产品的主要成分，原料的质量优劣直接影响着产品质量，为了尽量避免因为产品质量问题造成的事故，生产商在接收原材料的时候，必须对实际的材料进行检查测定，以确认是否符合规格要求，从而来防止因产品质量引发的各种纠纷。

树脂的主要成分是有有机聚合物，所以红外光谱仪 (FTIR) 常被用于树脂原料的成分检验。然而，除了占主体的有机物，树脂中同时存在大量的添加剂和部分杂质，多为无机物，在红外光谱中往往没有特征吸收峰。为了完成更为精确地树脂成分鉴定，我们的分析方法需要同

时覆盖有机和无机物领域。能量色散型 X 射线荧光分析仪 (EDX) 因其快速无损的突出特点，目前已在电子及汽车领域的有害物质筛选中得到了广泛的应用。其元素检测范围一般为 Na~U，可以满足对无机物的分析需求。本文中，我们将红外光谱仪 (FTIR) 与能量色散型 X 射线荧光分析仪 (EDX) 结合，对来自同一家供应商的两批标称性能相同的原材料进行了鉴别，试验结果证明，即使 ppm 级的微小差异，在红外光谱仪 (FTIR) 和能量色散型 X 射线荧光分析仪 (EDX) 联用的精密筛查下也会显出原形，从而指导对来料的性能判定。

### ■ 实验部分

#### 1.1 仪器

岛津 IRTracer-100 傅里叶变换红外光谱仪



EDX-7000 能量色散型 X 射线荧光分析仪



## 1.2 红外测试条件

红外测试条件

波长范围：4000~700  $\text{cm}^{-1}$

分辨率：8  $\text{cm}^{-1}$

扫描次数：50

切趾函数：Happ-Genzel

EDX 测试条件

电压：50 kV

氛围：真空

滤光片：4#

积分时间：100 s

## 1.3 样品

树脂原材料

## 1.4 样品前处理

红外直接测试，不需要前处理。

EDX 测试，取适量样品装至带有聚丙烯膜的样杯中，杯口另用塑料膜封住，用针尖在该膜上扎数个小孔后放入仪器样品仓中进行测试。

## ■ 定性分析

### 2.1 红外测试

在相同测试条件下，使用红外光谱仪对样品 A 和样品 B 分别进行了测试，谱图见图 1 和图 2，图 3 是样品 A 和样品 B 的重叠谱图，两个样品谱图一致，主成分相同，谱图搜索和解析结果表明两个样品都是聚碳酸酯。其中，2966  $\text{cm}^{-1}$  和 2918  $\text{cm}^{-1}$  是 C-H 的伸缩振动，1768  $\text{cm}^{-1}$  是羰基的吸收峰，1502  $\text{cm}^{-1}$  和 1591  $\text{cm}^{-1}$  是苯环骨架伸缩振动，红外检测没有看出两个样品的差异。

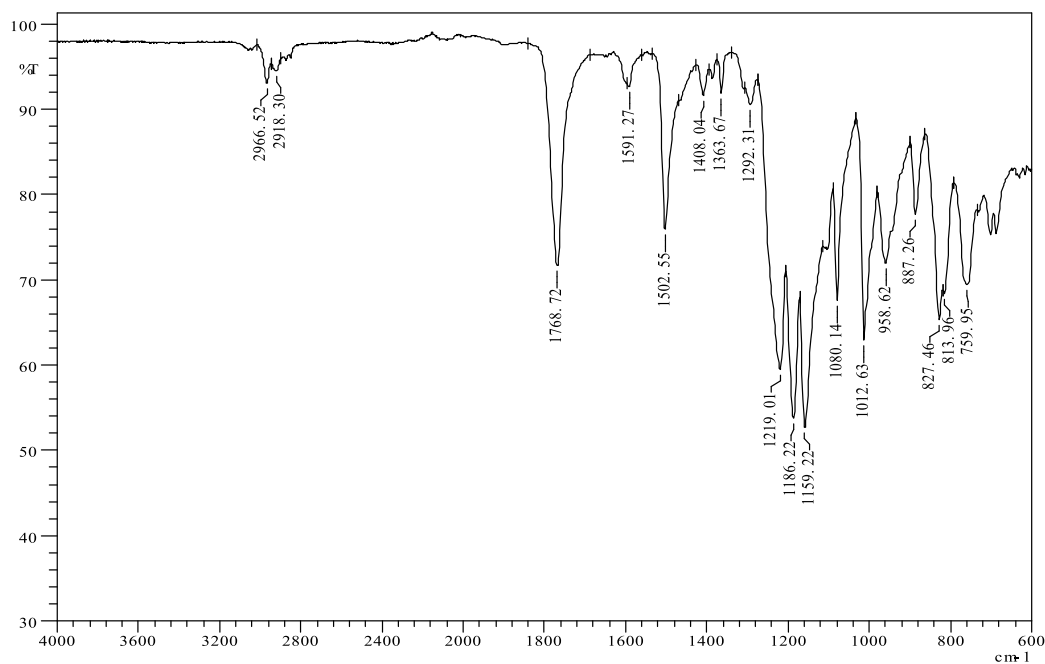


图1 样品A红外光谱图

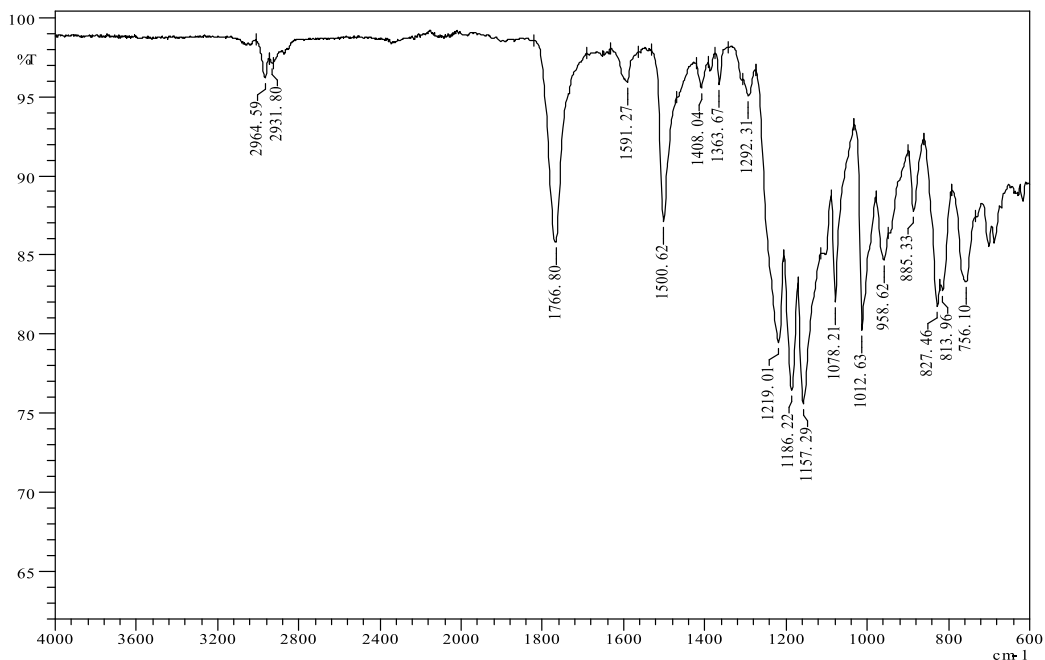


图2 样品B红外光谱图

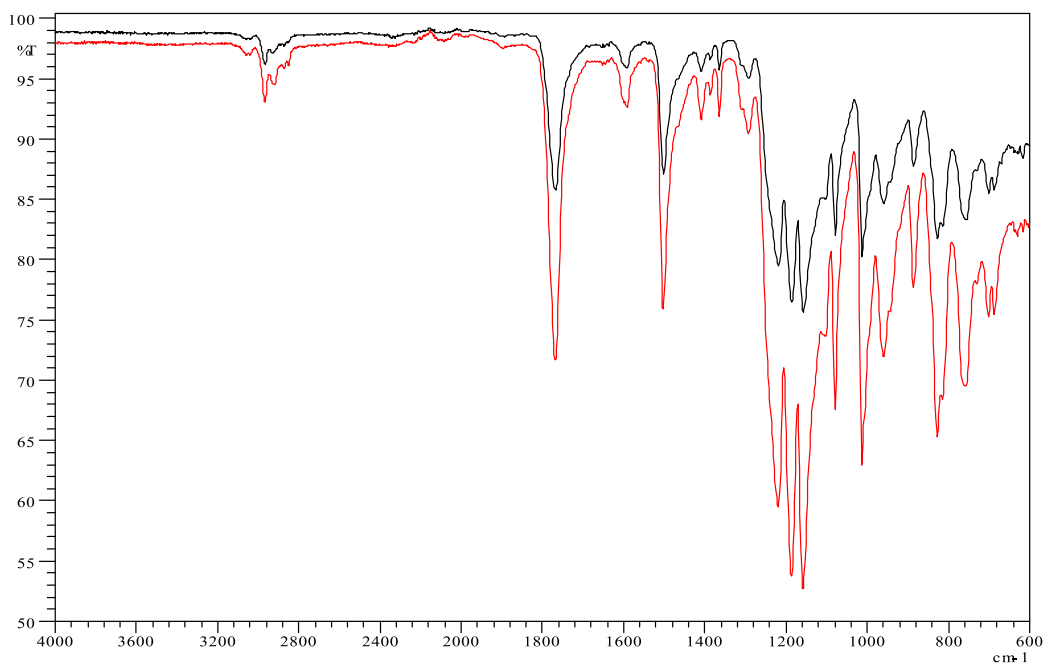


图3 样品A和样品B红外光谱重叠图

## 2.2 EDX 测试

在相同条件下，使用能量色散型 X 射线荧光分析仪 (EDX) 对两批树脂颗粒进行了定性分析，图 3 为两者的 EDX 谱图比对。图中，两批树脂的谱图轮廓几乎完全重叠，成分极为相似。但在 S-K 和 Zn-As, Pb 段可以发现差异。蓝色谱图的 B 粒子中明显含有 Ca 和 Zn 元素，Br 元素含量也比 A 粒子高。因这三个元素的谱峰强度均较低，为了确认是否粒子中元素含量不均匀所致，对两种粒子各平行取样三次进行测试，谱图如图 4。

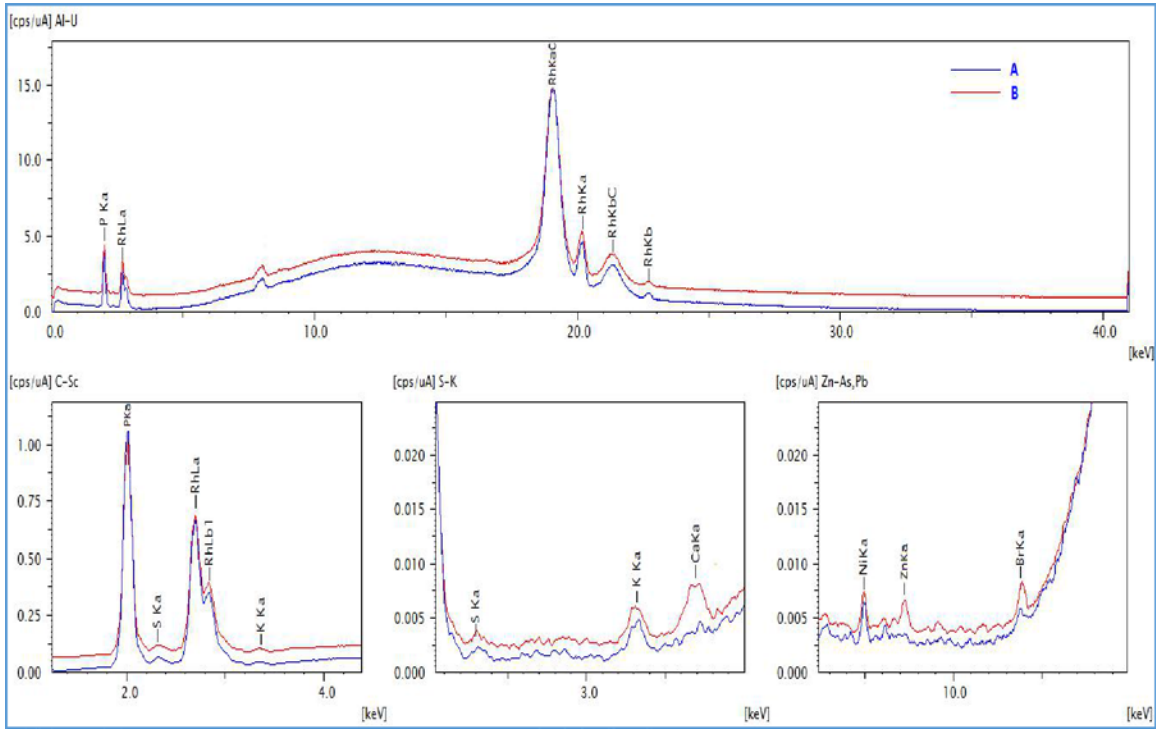


图4 样品A和样品B的EDX谱图对比图

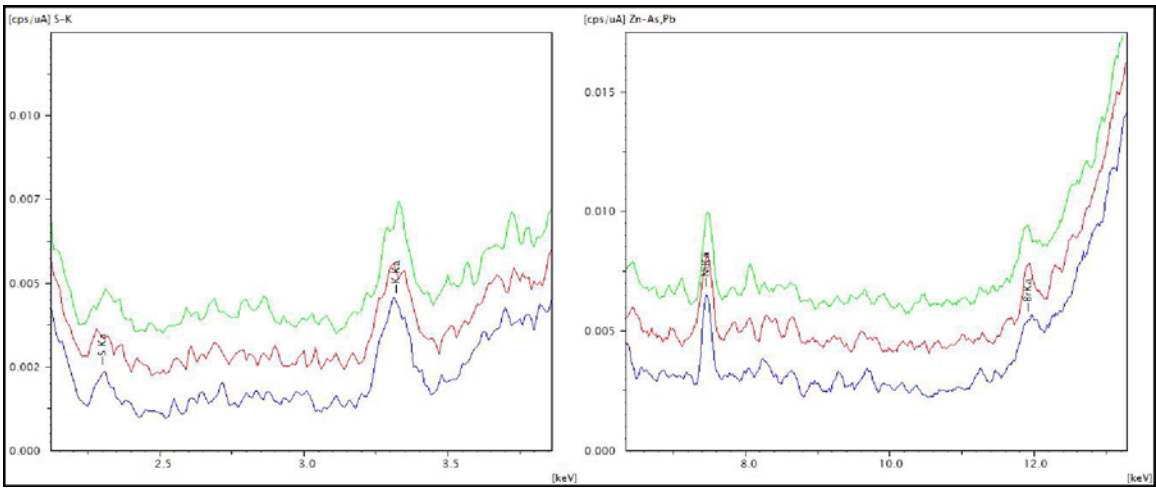


图5 样品A三次平行测试谱图

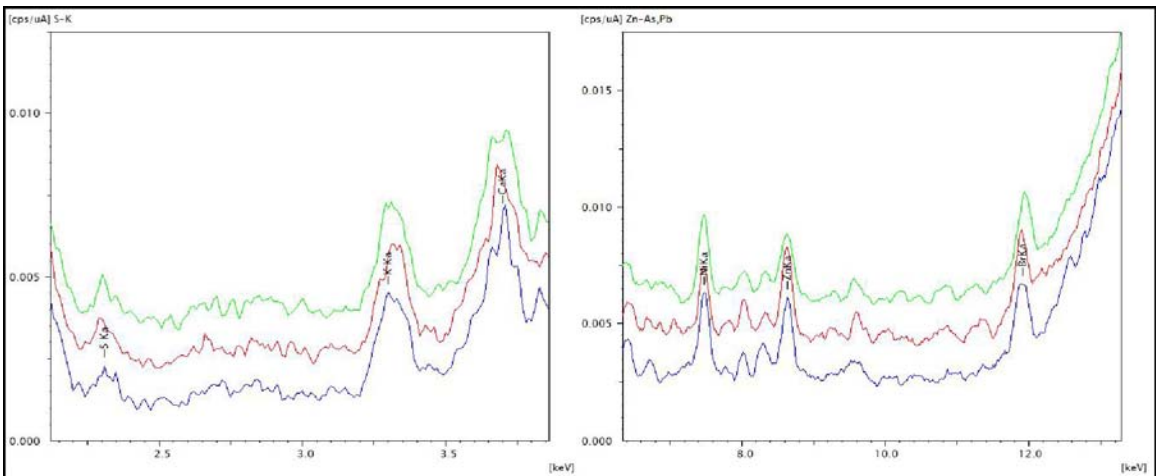


图6 样品B三次平行测试谱图

两批粒子的三次平行取样测试谱图十分吻合,说明两批粒子均有良好的均匀性。从而证明了粒子 A 和 B 在 Ca、Zn 和 Br 元素的含量上确实有差异。粒子 B 中的元素含量如下图:

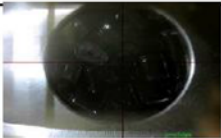
分析 报告		Report No.	
<b>样品信息</b>			
样品名称	粒子-B		
测定日時	2017/01/05 11:18:48		
注释	Quick&easy vac-Metal		
分析组 操作者	easy scan-pp-vac		
<b>定量结果</b>			
元素	结果	3*标准偏差	处理-计算 线 强度
P	0.546 %	[ 0.003]	定量分析-FP P Ka 9.600
S	0.008 %	[ 0.000]	定量分析-FP S Ka 0.304
K	0.003 %	[ 0.000]	定量分析-FP K Ka 0.032
Cu	0.003 %	[ 0.000]	定量分析-FP CuKa 7.235
Ca	0.003 %	[ 0.000]	定量分析-FP CaKa 0.143
Zn	0.0002 %	[0.0001]	定量分析-FP ZnKa 0.028
Br	0.0001 %	[0.0001]	定量分析-FP BrKa 0.030
Plastic	99.437 %	[-----]	平衡 -----

图7 样品B中元素含量

Ca、Zn 和 Br 含量均为 50ppm 以下。Ca、Zn 和 Br 在树脂中分别以  $\text{CaCO}_3$  填料, ZnO 添加剂和溴化物阻燃剂形式存在, 但一旦添加, 其在树脂中的含量均高达 1%, 甚至更高。那么粒子 B 中为何会含有微量的这三种元素呢? 极有可能粒子 B 的制作过程中使用了树脂回料, 即回收的废旧塑料, 因此引入了微量的杂质元素。而在树脂制作工艺中, 使用回料可以降低成本, 但性能会有所降低。那么供应商提供的 B 料性能有可能不及 A 料。根据客户提供的信息, 使用 B 料加工的部品发生断裂的频率远高于 A 料加工的部品。结合我们的测试结论, 证明两种树脂原料的存在性能上的差异。

## 结论

本文使用岛津红外光谱仪 (FTIR) 和能量色散型 X 射线荧光分析仪 (EDX), 对产品原材料进行了定性分析, 红外检测没有差异, 得到的有机物谱图一致, EDX 检测两个样品中只有 Ca、Zn 和 Br 含量有微小差异, 由于微小差异体现在无机物上, 所以红外检测无法检出。但是这些微小的差异, 可能给产品带来很大的不良后果。而红外光谱仪 (FTIR) 和能量色散型 X 射线荧光分析仪 (EDX) 联用可以覆盖有机物和无机物的检测, 有助于解决使用回收料代替原料的问题。