

EDX 在有机硅分析中的应用

EDX-026

摘要：建立了使用 X 射线荧光法对有机硅中的硅元素进行分析的新方法，通过与化学分析结果进行比对，可以满足测试需求。

关键词：X 射线荧光 有机硅 定量分析

有机硅，即有机硅化合物，是指含有 Si-C 键、且至少有一个有机基是直接和硅原子相连的化合物，习惯上也常把那些通过氧、硫、氮等使有机基与硅原子相连接的化合物也当作有机硅化合物。

由于有机硅独特的结构，兼备了无机材料与有机材料的性能，具有表面张力低、粘温系数小、压缩性高、气体渗透性高等基本性质，并具有耐高低温、电气绝缘、耐氧化稳定性、耐候性、难燃、憎水、耐腐蚀、无毒无味以及生理惰性优异特性，广泛应用于航空航天、电子电气、建筑、运输、化工、纺织、食品、轻工、

医疗等行业。随着有机硅数量和品种的持续增长，应用领域不断拓宽，形成化工新材料界独树一帜的重要产品体系，许多品种是其他化学品无法替代而又必不可少的。

有机硅溶液中硅元素的浓度是重要的评价指标，一般使用化学方法进行分析，涉及样品的消解、定容等前处理操作。本文使用能量色散型 X 射线荧光光谱（EDX）对有机硅溶液中的硅元素进行了分析，可以满足分析要求。由于 EDX 无需制样，操作灵活方便，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-LE Plus 能量色散型 X 射线荧光光谱仪



1.2 样品制备或样品前处理

溶液样品，装至带有聚丙烯膜的样杯中进行分析。



图 1 样品与测试状态示意图

1.3 仪器参数

靶材: Rh

电压: 50kV

氛围: 大气

滤光片: none

积分时间: 100s

定量类型: 定性 / 定量基本参数法

■ 结果讨论

2.1 测试结果

首先使用基本参数法对各样品进行定性分析, 对溶液的主量成分设置为“CHO”(代表简单有机物)平衡, 结果如表 1. EDX-LE Plus 的元素测试范围为 $_{13}\text{Al}\sim_{92}\text{U}$, 对有机硅溶液中 C、H 和 O 这些主量元素不能检测, 基本参数法的理论强度计算中, 需要考虑样品中的所有元素, 因此使用 EDX 软件中的“平衡”功能处理 C、H 和 O 元素。表 1 中 Si 的定性结果与化学值具有良好的相关性, 低浓度样品测试值十分吻合, 在高浓度端有一定误差。针对高浓度端的误差, 可以对方法进行校正。以定量 FP 法校正 Si 元素的灵敏度系数曲线, 如图 2, 校正后得到了与化学值一致的结果。化学分析值我们以等离子体发射光谱法 (ICP) 测试得到。

表 1 Si 分析结果

序列号	化学分析值 (%)	EDX 定性结果 (%)	EDX 定量结果 (重复分析) (%)		
1	0.634	0.674	0.629	0.630	0.629
2	3.88	4.75	3.51	3.47	3.49
3	13.6	19.1	13.6	13.6	13.7

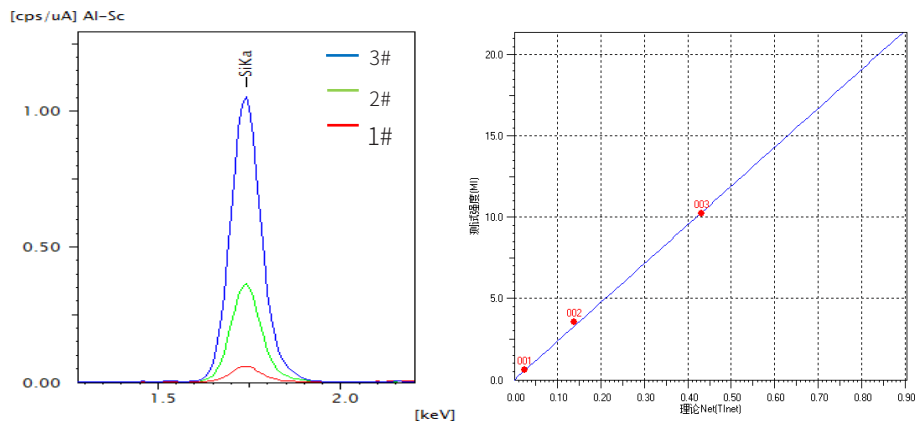


图 2 Si 测试谱图和校正曲线

EDX 的结果与化学值的相关性, 以及在校正后进行的三次重复分析中, 展现出的良好稳定性, 证明 EDX 满足对 Si 进行定量分析的性能要求。EDX 的半定量分析功能, 在没有任何校正样品的前提下, 可以直接得到半定量结果。

综上所述, 当标准样品可获得时, EDX 可以满足有机硅中 Si 元素的定量分析要求; 当标准样品不可得时, EDX 的半定量功能也能直接给出样品中 Si 的含量, 具有很好的参考价值。由于 EDX 测试方便快捷, 操作灵活, 半定量分析可以解决不少测试需求, 当对准确度要求较高时, 可以使用标样进行校正, 完成定量分析, 且精密度高, 能够替代部分化学分析工作。

■ 结论

使用岛津 EDX-LE Plus 对有机硅溶液中的 Si 含量分别进行了定性分析和定量分析。EDX 分析无需样品前处理，灵活便捷，其定性半定量功能有一定的准确度，定量分析具有良好的准确度和稳定性，对可扩展现有的分析方法。