

# 岛津能量色散 X 射线荧光在硅胶液相沉积材料表征中的应用

EDX-005

**摘要：**我们使用岛津能量色散型 X 射线荧光光谱仪 (EDX) 对硅胶液相沉积材料中氧化硅表面的氧化钛涂层进行了测试，结果与其他表征结果和试验结论完全一致，EDX 完全可以胜任无机类研究材料的表征。

**关键词：**液相沉积 氧化钛 氧化硅 能量色散型 X 射线荧光分析仪

能量色散型 X 射线荧光光谱仪 (Energy Dispersive X-Ray Fluorescence Spectrometer), 以 X 射线管发出的 X 射线照射样品, 激发样品中所含元素的特征 X 射线对元素成分进行定性, 通过检测特征 X 荧光的强度进行定量分析。EDX 测试中, 样品无需制备, 极少量的样品也能完成测试, 而且测试过程对样品完全无损耗。这些特点使得 EDX 在汽车电子、金属材料、矿物鉴别、石油化学、珠宝鉴定、考古分析, 以及土壤和大气污染物检测中得到了广泛的应用。

EDX 的测试功能与科研院校常用的扫描电子显微镜 (SEM) 上所带的能谱仪 (EDS) 十分相似。唯一的区别在于 EDS 使用电子束轰击样品, 而 EDX 的激发源为 X 射

线, 检测信号为元素的特征 X 射线。但激发方式的差异决定了 EDS 需要制样, 只能测试干燥的样品, 不能导电的样品还需要喷金处理, 而这些在 EDX 上都不需要。因此, 一般使用 SEM-EDS 表征的样品都可以使用 EDX 进行测试, 而液体、潮湿样品也可以在 EDX 上直接分析。

我们使用岛津能量色散型 X 射线荧光光谱仪 (EDX) 协助武汉大学化学与分子科学学院的 FENG 课题组对材料成分进行测试, 课题组的研究中同时采用了多种其他表征方式, EDX 测试结果与其他表征结果和试验结论均完全吻合, 该研究成果已发表于 Journal of Chromatography A。

## 实验部分

### 1.1 仪器

EDX-720 能量色散型 X 射线荧光分析仪



### 1.2 测试条件

分析条件: easy

测试氛围: 大气

分析方法: 定性半定量分析

激发电压: 50 kV/15 kV

测试光阑: 3 mm

滤光片: none

积分时间: 60 s

### 1.3 样品

经液相沉积制备的氧化硅粉末。

### 1.4 样品前处理

将样品粉末装入带有迈拉膜的样杯中，放入仪器样品仓中进行测试。

## ■ 测试部分

### 2.1 形貌表征

FENG 课题组使用液相沉积法在氧化硅颗粒表面沉积氧化钛涂层，为了保证效果，进行了三次氧化钛沉积，对每次沉积后得到的材料均使用 SEM、EDX、XRD、Raman 四种检测方式进行表征。图 1 是 SEM 对硅球和沉积后的硅球表面形貌表征结果。SEM 图像中可以清晰地看到每一次二氧化钛沉积对硅球表面形貌产生的影响。

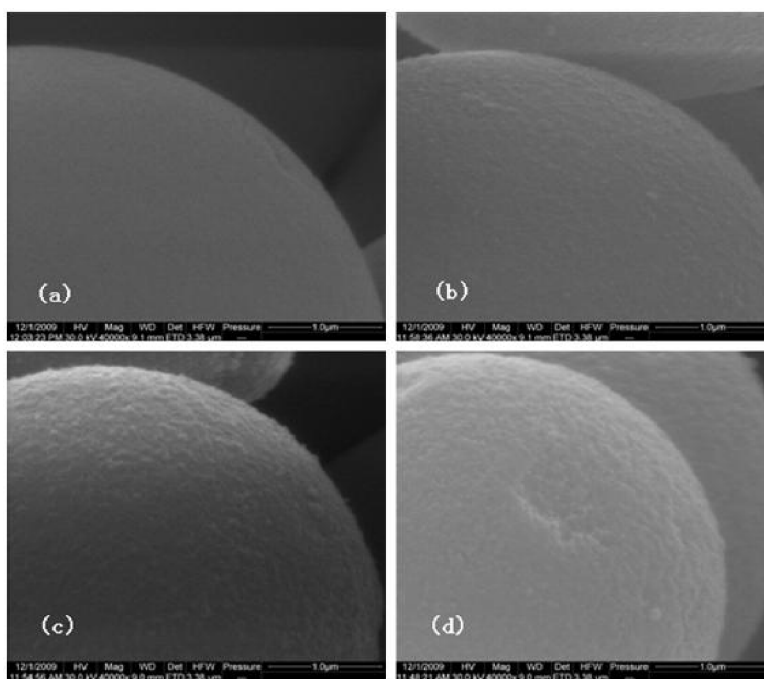


图1 液相沉积前后硅球的SEM图像  
(a) SiO<sub>2</sub> (b) 一次沉积(c) 二次沉积 (d) 三次沉积

### 2.2 成分表征

为了确认涂层的成分，使用 EDX 进行成分测试。如图 2 中，将沉积前后的硅球 EDX 测试谱图进行对比，可以清晰地看到，沉积前的硅球谱图中只有 Si 的特征峰，一次沉积的硅球 (b) 谱图中开始出现 Ti 的特征峰，此时 Si 的特征峰减弱；随着沉积次数的增加，Ti 特征峰逐次增强，Si 逐次减弱。证明在三次沉积都成功地在硅球表面形成了氧化钛涂层。图 3 和图 4 的 XRD 和 RAMAN 谱图更进一步证实了表面二氧化钛涂层的存在，其变化趋势与 EDX 的结论完全吻合。

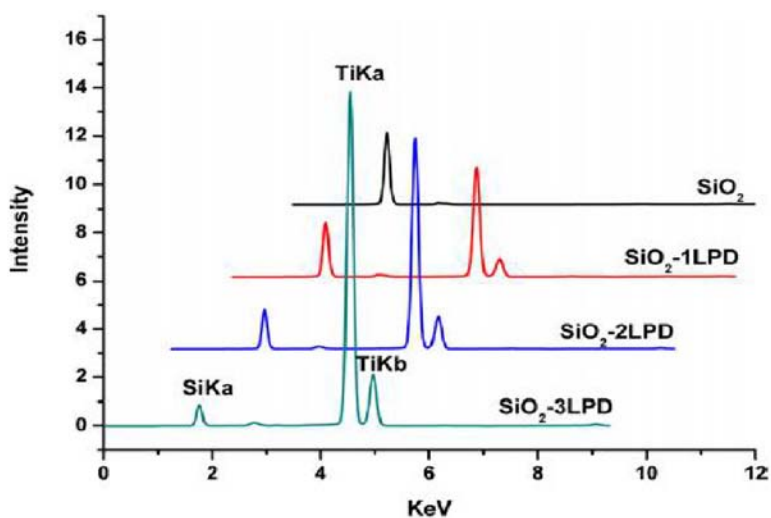


图2 液相沉积前后硅球的EDX测试谱图

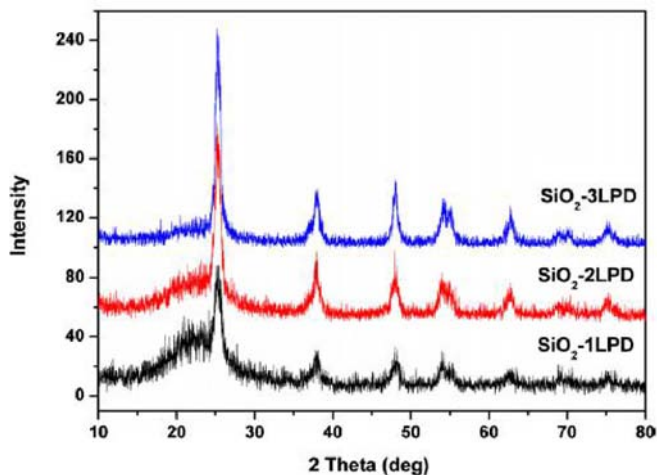


图3 液相沉积后硅球的XRD测试谱图

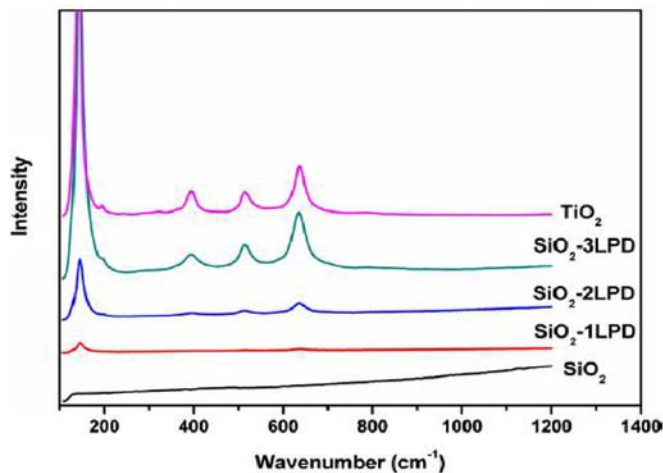


图4 液相沉积前后硅球的拉曼测试谱图

## 结论

EDX 在硅胶液相沉积材料研究中出色的完成了对材料的成分表征，测试过程快捷方便，无损耗，可以替代 SEM 中的 EDS 功能。由于科研实验中材料的制备量较少，我们建议在表征环节先安排 EDX 测试，这样可以在对制备效果进行初步确认的同时完全回收测试的样品，保证后续表征环节的样品测试量。

本篇涉及的发表文章为：Application of liquid phase deposited titania nanoparticles on silica spheres to phosphopeptide enrichment and high performance liquid chromatography packings, J.-H. Wu et al. / J. Chromatogr. A 1218 (2011) 2944–2953