

EDX&FTIR 联合使用鉴别卤化丁基橡胶

EDX-092

摘要： 卤化丁基橡胶用作药用胶塞时需要进行鉴别实验以判断其是否为卤化橡胶及卤素种类。使用岛津傅里叶变换红外光谱仪可快速实现橡胶种类鉴别。传统方法中卤素种类判定是卤化银沉淀显色法，费时费力。使用岛津能量色散型 X 射线荧光光谱仪 EDX-LE Plus 及自带定性分析测试条件，可快速完成卤化丁基橡胶的鉴别，同时获得橡胶中卤素种类及主量元素含量结果。方法简单、测试速度快，测试不受其它因素干扰，准确可靠。

关键词： 丁基橡胶 溴 氯 能量色散型 X 射线荧光光谱仪 (EDX) 傅里叶变换红外光谱仪 (FTIR)

技术特点：

- ❖ 样品无需处理直接上机测试，分析方便快捷。
- ❖ 可在鉴别卤化丁基橡胶同时测定卤素含量及其它主要元素信息。
- ❖ FTIR, EDX 联合使用

卤化丁基橡胶由丁基橡胶卤化 (包括氯化 and 溴化) 制得，具有良好的气密性、汽密性、化学洁净度、化学稳定性、耐老化、耐药性等，适合药用丁基橡胶塞的生产。

根据 YBB00042005《注射用卤化丁基橡胶塞》，卤化丁基橡胶的鉴别，采用红外光谱法判断材料是否为需求的丁基橡胶；采用灰化方式消化橡胶塞后滴加硝酸银，利用卤化银沉淀特性鉴别卤化丁基橡胶材质并根据氯化银呈白色、溴化银呈淡黄色的颜色差异判断卤素种类，实验繁琐。

傅里叶变换型红外光谱仪测试速度快、稳定性好，配备衰减全反射 (ATR) 附件后可快速实现对固体、液体材料的测试。

能量色散型 X 射线荧光光谱仪 (EDX)，是一种

利用 X 射线对样品中无机元素进行分析和鉴别的仪器。可以通过对 FTIR 识别过的丁基橡胶中无机元素 Cl、Br 进行分析，简便快速的判断卤素的种类；同时还能给出塑胶材料中各无机元素的大致含量。EDX 广泛应用于元素分析中，其制样简单、快速、无损。且不需要像 YBB00042005 中的方法进行消解后硝酸银滴定、沉淀颜色判断卤素种类。减少环境的污染及试剂的使用，简便快捷省时省力。

本文使用岛津 IRTracer-100 傅里叶变换红外光谱仪测定了丁基橡胶的红外光谱图，EDX-LE Plus 能量色散型 X 射线荧光光谱仪自带定性分析测试条件，快速完成了卤化丁基橡胶的鉴别，同时获得了橡胶中卤素种类、含量和其它主要元素含量结果。方法使用简单、测试速度快，测试不受其它因素干扰，准确可靠。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 IRTracer-100 傅里叶变换红外光谱仪、岛津 EDX-LE Plus 能量色散型 X 射线荧光光谱仪。



图 1 IRTracer-100



图 2 EDX-LE Plus

1.2 分析条件

表 1 FTIR 测试条件

项目	参数设置
晶体	硒化锌
波数范围	4000~600 cm^{-1}
分辨率	4 cm^{-1}
扫描次数	20
检测器	DLATGS

表 2 EDX 测试条件

项目	参数设置
氛围	大气
靶材	Rh
电压	50 kV、10 kV
电流	自动
Dead Time	30%
准直器	10 mm
滤光片	1~4#
分析时间	100s*5

1.3 样品测试

FTIR 测试：取一个胶塞置于 ATR 晶体表面，压紧压头后直接测试；

EDX 测试：取一个胶塞倒置于样品杯中，置于测试位置后直接测试。

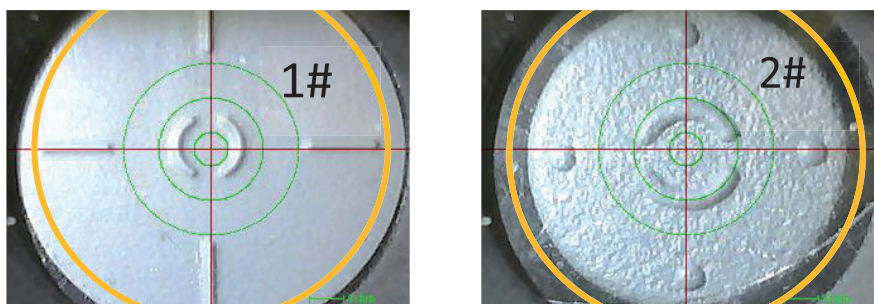


图 3 样品在 EDX 上测试状态图

■ 结果与讨论

2.1 样品轮廓

使用 IRTracer-100 及 ATR 附件分别测试两种胶塞，得到红外光谱图如下：

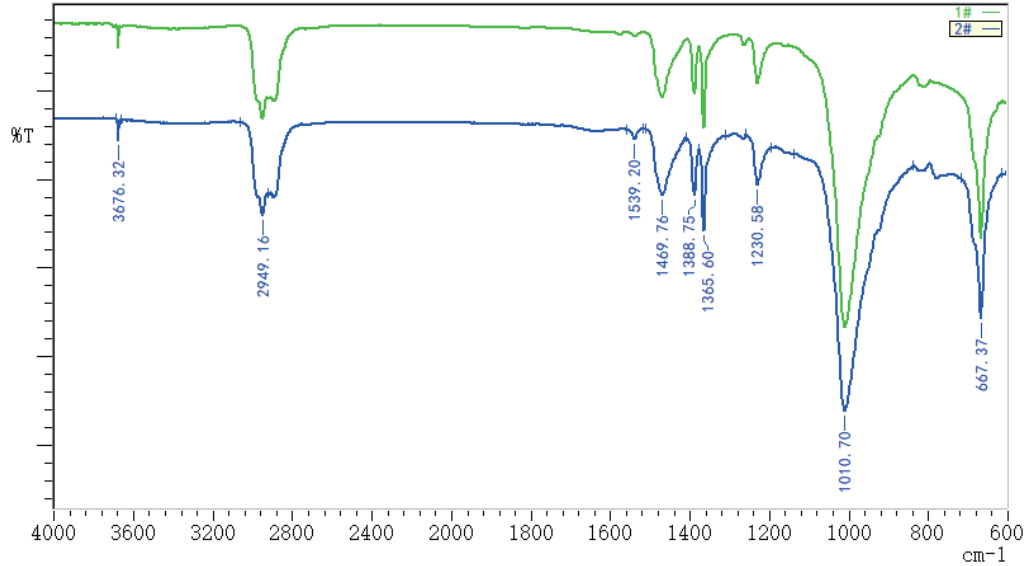


图 4 胶塞样品红外光谱图

测得胶塞的红外光谱图后可通过软件方便进行特征峰标注等处理。软件可方便的通过对特征峰比对，判断该两个样品均为丁基橡胶。对比 1# 和 2# 胶塞红外光谱图，1# 和 2# 胶塞材质基本一致。但红外光谱法无法判断卤化丁基橡胶的卤元素种类，YBB00042005《注射用卤化丁基橡胶塞》中规定的方法为消解后使用硝酸银滴定，根据沉淀颜色判断卤素种类，费时费力且得到信息有限。

在此，我们使用 EDX-LE Plus 仪器内置条件直接测定得到各元素的信号强度并计算溴和氯等元素含量，样品不用化学处理，环境友好，快速直接。样品的轮廓图如下：

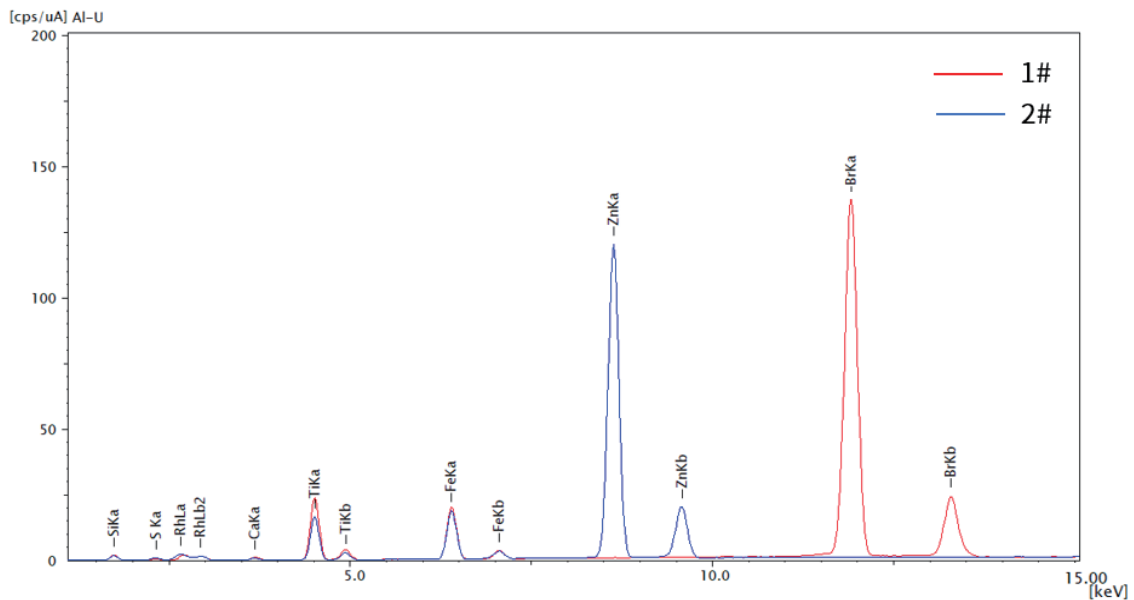


图 5 样品 EDX 轮廓图（一）

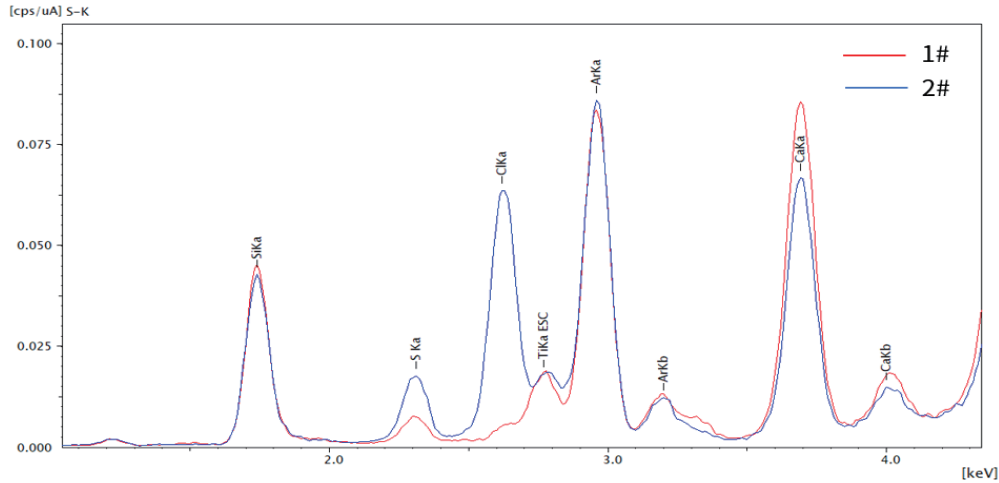


图 6 样品 EDX 轮廓图 (二)

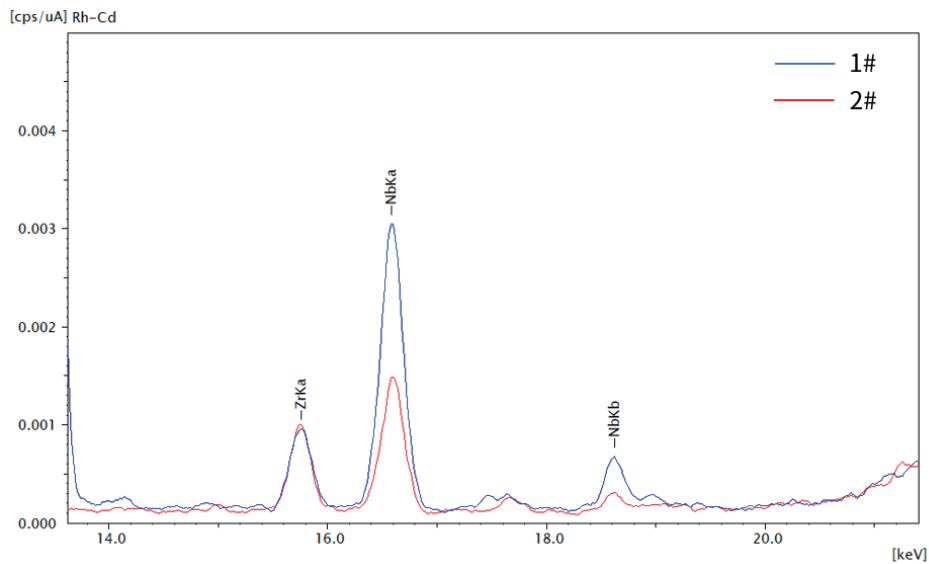


图 7 样品 EDX 轮廓图 (三)

2.2 测定结果

直接测定两个胶塞样品，结果见表 3。

表 3 样品分析结果 (%)

元素	Si	Ti	Zn	Br	Cl	Fe	S	Ca	Nb	Zr	
含量	1#	10.899	1.274	N.D.	0.893	N.D.	0.319	0.201	0.116	0.003	0.001
	2#	10.173	0.862	1.258	N.D.	0.729	0.286	0.479	0.087	0.001	0.001

注：N.D. 表示未检出

以上测定结果可确定，1# 和 2# 胶塞均为含卤橡胶材质，其中 1# 样品含溴，同时含 Si、Ti、S、Fe、Ca 等元素；2# 样品为含氯橡胶，同时含 Si、Zn、Ti、S、Fe、Ca 等元素，相比 1# 样品，2# 含有较多的 Zn 元素。在判断橡胶卤化元素类型的同时，可获知其含有的其它元素信息，在辅助材料鉴别的同时，也可为胶塞使用企业提供更完整的药包材信息，更好的进行药物安全性评估。

■ 结论

使用岛津 IRTracer-100 傅里叶变换红外光谱仪、EDX-LE Plus 能量色散型 X 射线荧光光谱仪，可快速对卤化丁基橡胶类别进行鉴别，同时可得到胶塞中含量较高的元素信息。