

岛津红外显微镜 AIM-9000 和 EDX-8100 联用鉴定树脂材料中的异物

FTIREDX-009

摘要: 原料或者产品中出现的不明成分称为异物, 异物产生原因比较复杂, 可能是无机物, 也有可能是有机物。通常异物样品会比较小, 并且对产品可能有决定性的破坏影响, 因此查找异物来源, 保障产品质量是非常重要的质保环节。本文使用岛津红外显微镜 AIM-9000 和能量色散型 X 射线荧光分析仪 EDX-8100 对某企业树脂原料中产生的不明异物进行了有机和无机成分分析, 对于异物来源鉴定提供数据支撑。

关键词: 异物 红外显微镜 (AIM-9000) 能量色散型 X 射线荧光分析仪 (EDX-8100)

异物通常是产品中一些黑点等异常缺陷或油污等表面污染, 或者在经过一段时间的贮存、运输等环节, 突然出现一些微小的斑点、油状物, 粉状物等不明物质。异物产生原因复杂, 无机类异物可能来源于工艺设备、管路表面材料的脱落和浸出、不洁净的空间或包装材料的引入。有机类异物则可能来源于工艺设备或反应过程。当生产中出现异物时, 寻找污染源或者污染环

节并进行排除是改善产品质量的关键。为了确保鉴定分析的全面性, 需要同时兼顾无机和有机成分的分析, 将 FTIR 与 EDX 结合, 可以全面满足分析需求。

某企业生产过程中发现白色树脂中包裹着黑色异物, 为排查异物来源, 使用岛津红外显微镜 AIM-9000 和能量色散型 X 射线荧光分析仪 EDX-8100 对采集的样品进行测试分析, 对异物来源进行了准确判定。

■ 实验部分

1.1 仪器



图 1 红外显微镜 (AIM-9000)



图 2 能量色散型 X 射线荧光分析仪 (EDX-8100)

1.2 测试条件

红外显微镜测试条件

波数范围: $4000\sim 700\text{ cm}^{-1}$

检测器: MCT

分辨率: 4 cm^{-1}

扫描次数: 50

切趾函数: Happ-Genzel

EDX 测试条件

元素范围: 6C~92U

靶材: Rh

氛围: 氦气

准直器: 1 mm

光管电压: 0~50 kV

1.3 样品

白色粒子是聚乙烯树脂, 红圈内是树脂里面包裹的黑色异物样品

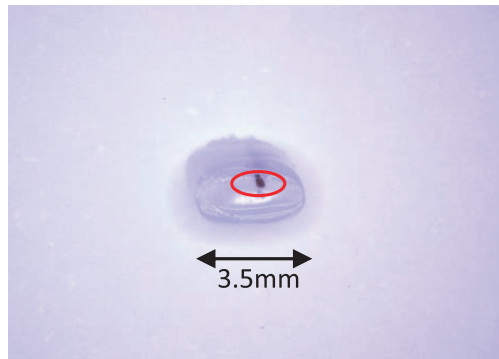


图3 光学显微镜下拍摄的图片

1.4 样品前处理

将白色聚乙烯树脂切开，用针取下黑色异物，放到金刚石池上压平，使用岛津 AIM-9000 红外显微镜进行有机分析，使用 EDX-8100 进行无机分析。

■ 结果与讨论

2.1 样品在红外显微镜下图片

样品在显微镜下显示不均匀，多次多位置测试出来有 2 种不同的红外光谱图，选取两个典型位置如下：



图4 样品显微镜下图片

2.2 红外测试结果

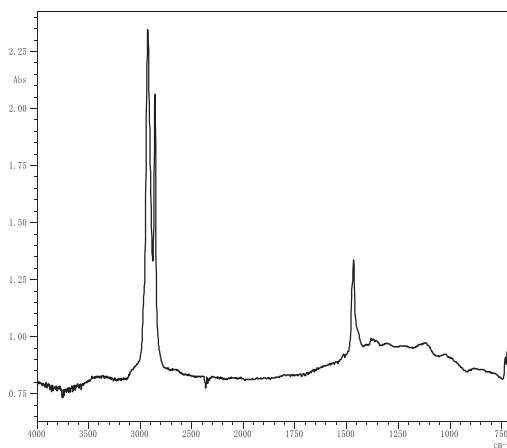


图5 位置 1 异物红外光谱图

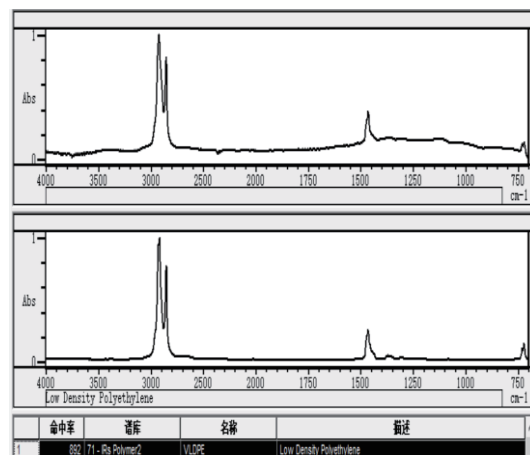


图6 位置 1 异物分析结果

谱图检索结果表明：位置 1 的异物为聚乙烯。

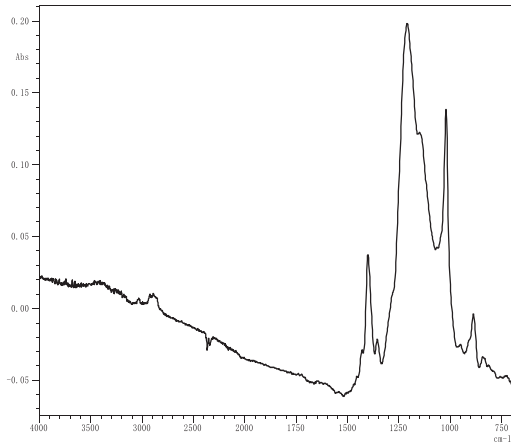


图 7 位置 2 异物红外光谱图

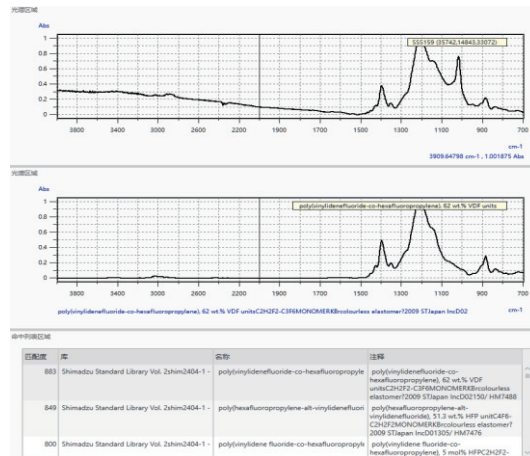


图 8 位置 2 异物分析结果 1

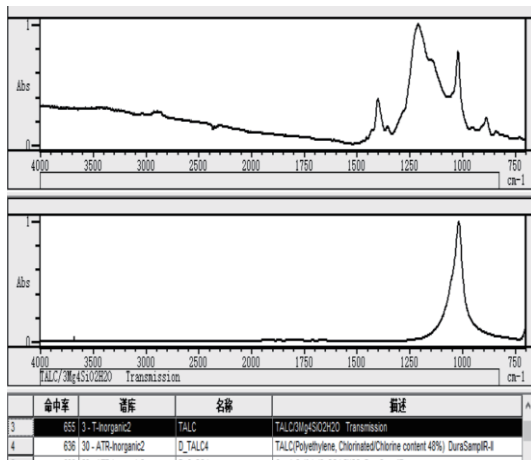


图 9 位置 2 异物分析结果 2

谱图检索结果表明：位置 2 的异物为聚偏二氟乙烯 - 六氟丙烯共聚物和滑石粉。

2.3 EDX 测试结果

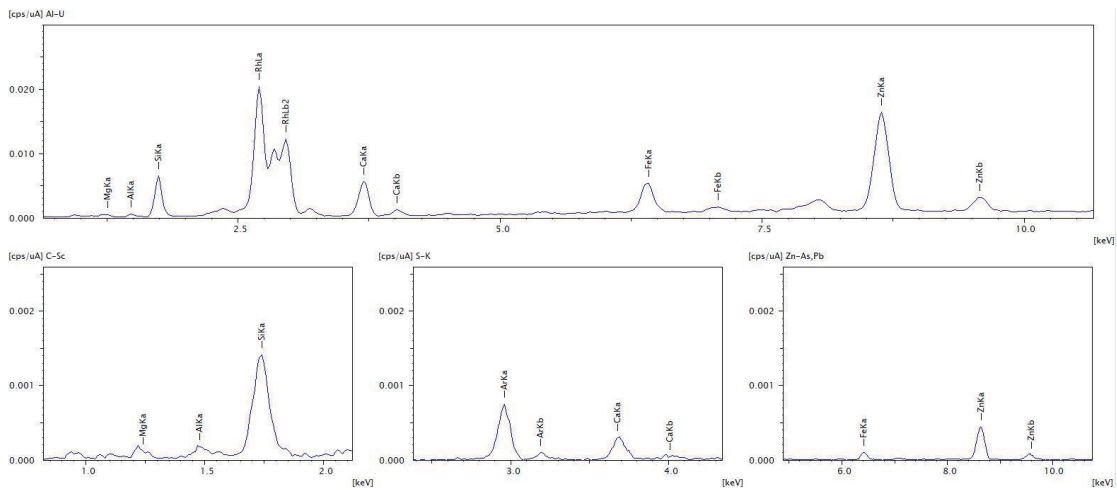


图 10 EDX 分析结果

从以上可以看出，EDX 测试结果异物中含有 Mg 和 Si，匹配红外测试所含滑石粉的结果。

2.4 讨论

该异物位置 1 红外谱图分析结果是聚乙烯，该成分与白色树脂成分一致，可能是混入的基材，异物位置 2 红外谱图分析结果是聚偏二氟乙烯 - 六氟丙烯共聚物和滑石粉。滑石粉是无机物，分子式为 $Mg_3[Si_4O_{10}](OH)_2$ ，为了验证该无机成分，使用 EDX 对该异物进行了测试，测试结果含有 Mg 和 Si，确认了滑石粉的存在。

■ 结论

使用岛津高灵敏度红外显微镜 AIM-9000 和能量色散型 X 射线荧光分析仪 EDX-8100 对树脂中异物进行了定性分析，红外显微镜检测出异物含有聚乙烯、聚偏二氟乙烯 - 六氟丙烯共聚物和滑石粉。同时使用岛津高性能 EDX-8100 对异物样品进行分析，检出的 Mg、Si 等元素与 FTIR 的定性结果互相验证，再一次发挥了岛津傅立叶变换红外光谱仪和能量色散型 X 射线荧光分析仪联用对异物定性分析的强大功能。

岛津应用云

