

使用红外显微镜用金刚石 ATR 物镜 DAOS 分析纤维状异物

藤里砂

对用户的好处

- ◆ 使用 DAOS 可以在确认可视图像的同时，使 ATR 晶体与样品紧密接触。
- ◆ 通过 DAOS 的内部 LED，可以在明亮的视野中进行可视观察。
- ◆ DAOS 是金刚石 ATR 晶体，因此，无需担心损坏，可以测定较硬的样品。

■ 前言

红外显微镜用于分析小于 100 μm 的微小异物。红外显微镜和 FTIR 一样，可以根据样品的特点，选择透射法、反射法和 ATR 法。其中，ATR 法是使 ATR 晶体与样品紧密接触，检测样品表面的反射光的方法，可应用于直接分析附着在产品上的异物等场合。

本文介绍了使用可视型金刚石显微 ATR 物镜 DAOS，分析过滤器捕集的纤维状异物的案例。

■ ATR 法

采用 ATR 法时，ATR 晶体和样品有效接触，获得良好的红外光谱，准确判断出异物等的对象成分。具有代表性的 ATR 晶体种类有金刚石和锗。两者的特征如表 1 所示。

表 1 金刚石晶体和锗晶体的特征

晶体的种类	金刚石	锗
折射率	2.42	4.00
探测深度 (入射角度 45 度、 4,000 cm ⁻¹ 时)	约 0.50 μm	约 0.17 μm
晶体的强度	◎	○
可视观察	可以	不可以
优点	<ul style="list-style-type: none"> • 与样品接触时可以进行可视观察，方便进行位置调整 • 探测深度大，可获得较高的峰值强度 	<ul style="list-style-type: none"> • 可测定折射率高的样品（黑色橡胶等） • 探测深度浅，适合分析薄膜和表面老化

■ DAOS

株式会社 S•T•JAPAN 生产的 DAOS 的外观如图 1 所示。DAOS 安装在红外显微镜 AIM-9000 上使用。DAOS 内部安装了 LED，可轻松获得明亮视野的图像，还能调整亮度。其中，DAOS 的晶体直径为 Φ2 mm。



图 1 DAOS 的外观

■ 使用 DAOS 进行异物分析

使用 DAOS 分析了通过过滤器捕集的纤维状异物。大视野相机的图像如图 2 所示，测定条件如表 1 所示。测定对象为图 2 红框的纤维。

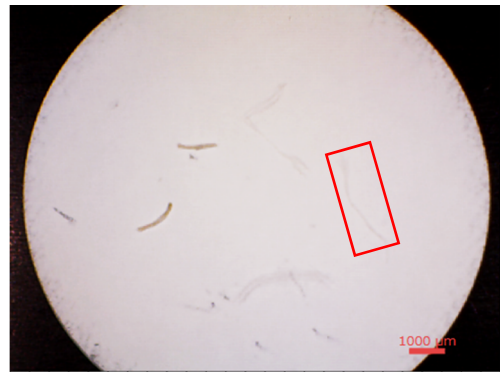


图 2 大视野相机的图像

表 1 测定条件

仪器名称	: IRTracer-100 AIM-9000
分辨率	: 8 cm ⁻¹
扫描次数	: 40
波数范围	: 4,000~700 cm ⁻¹
切趾函数	: SqrTriangle
检测器	: MCT

测定装置如图 3 所示，ATR 晶体与样品接触前、以及接触状态下的图像如图 4、5 所示。接触时图像发生变化，可直观确认 ATR 晶体确定接触到了样品。



图 3 测定装置 (IRTracer™-100, AIM-9000)

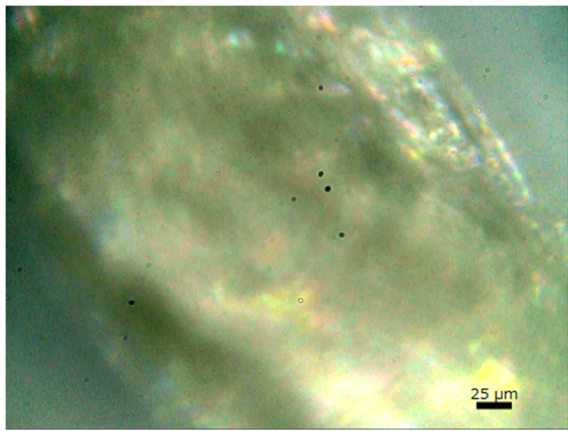


图 4 ATR 晶体与样品接触前的图像

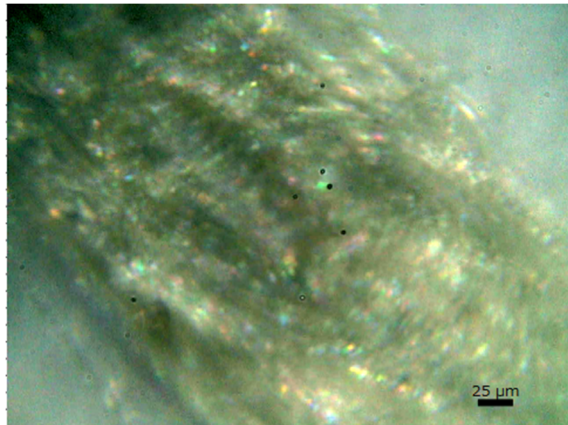


图 5 ATR 晶体与样品接触时的图像

测定结果与数据库检索结果的叠加图像如图 6 所示。通过岛津选配数据库——异物数据库，检索到了纤维素和羧酸盐的混合物。异物多为混合物，因此，与混合物标准谱图相比较更容易进行定性。

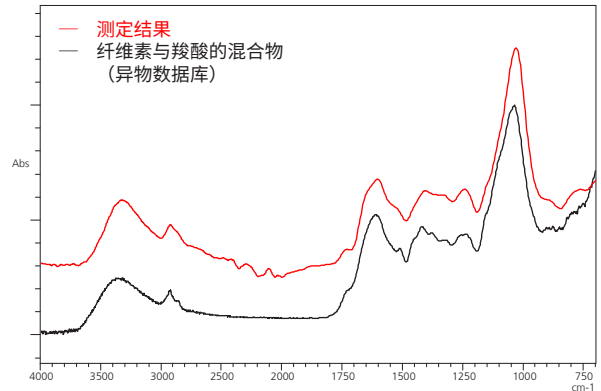


图 6 测定结果与数据库检索结果的叠加图像

■ 异物数据库的特点

作为选配品，将异物数据库追加到本公司 FTIR 的装置控制与数据分析软件 LabSolutions™ IR 中，可以和标准数据库一样使用。包括实际捕集的异物（自来水企业、食品企业提供）、垫圈等的混合物在内，本数据库中收录了多达 485 项数据，与只收录了单一成分数据的市售数据库相比，大幅提高了检索精度。

除通过单次反射 ATR 法获得的红外光谱之外，异物数据库中还包含了主要元素、颜色、形状、硬度、是否存在金属光泽等的详细信息。收录的所有样品均使用荧光 X 射线分析装置 (EDX) 进行了分析，因此，通过异物数据库检索的样品可通过 PDF 文件浏览相应的 EDX 谱数据库。其中记录了定性谱、定量分析结果和样品的照片。异物数据库可以对分析各种产品中的异物提供很大的帮助。欢迎使用。

■ 总结

使用 DAOS 可以在进行可视观察的同时，使 ATR 晶体与样品紧密接触，获得良好的红外光谱。另外，在分析时使用异物数据库，可以轻松地定性。

注) 计划采购 DAOS 的客户可向本公司代理商和营业部门咨询。

IRTracer, IRAffinity, 及 LabSolutions 是岛津制作所株式会社在日本及其他国家的商标。

岛津应用云



岛津企业管理（中国）有限公司
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话： 800-810-0439
400-650-0439

免责声明：

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；
* 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2021 年 2 月