

岛津AIM-9000红外显微镜应用数据集册



前言

当样品受到红外光照射时，分子吸收了某些特定频率的辐射，并由其振动或转动运动引起偶极矩的变化，产生分子振动和转动能级从基态到激发态的跃迁，这些吸收区域的透射光强度减弱。红外光谱是鉴别物质和分析物质化学结构的有效手段，已被广泛应用于物质的定性鉴别、物相分析和定量测定，不同化合物有不同红外光谱图。

傅立叶变换红外光谱仪和显微镜联用，组成显微红外系统，干涉红外光被高精度地聚焦在待测样品的微小区域，直接测试该特定部位的化学结构，从而得到高质量的红外谱图。该技术灵敏度高，实现微区、微量样品分析，对于主机无法检测的微小样品以及常规红外光谱法预处理繁琐的样品，使用红外显微镜可以方便快捷地进行检测，得到灵敏度较高的结果。

红外显微镜被广泛应用于工业制造、医药、环境、公安司法、食品安全等领域。除此之外，公安部使用红外显微镜对刑侦中遇到的及其微小的样品进行定性分析，为刑侦提供工作可靠依据。电子企业由于异物污染会导致芯片失效，红外显微镜可以帮助客户查找异物来源等等。红外显微镜的应用越来越多，仪器的市场需求也越来越大。而 EDX 具有非破坏性、定性方便快捷等特点，在电子行业 ROHS 测试、材料、医药行业有害物质定性中发挥着很大的作用。

为了应对用户对异物分析和快速定性鉴别分析的需求，岛津特别开发了 EDX-FTIR 综合分析软件 EDXIR-Analysis。该软件可直接读取岛津 EDX 和 FTIR 的原始光谱数据，充分利用了两个不同原理机种得到的信息进行自动定性分析，大大提高了数据分析效率和分析结果的可靠性。通过联用技术可以方便的检测异物样品是无机还是有机物质，原材料相同还是有差异，对产品质量保障，异物定性分析起到了更好地鉴别作用，在电子行业、原材料检测、食品异物分析等行业起到了有很好的指导作用。

针对红外显微镜不断扩大的市场需求，岛津公司积极应对市场，为帮助客户更好地了解和使用 AIM-9000 以及 AIM-9000 和 EDX 的联用软件，特编写了《岛津 AIM-9000 红外显微镜应用数据集册》供相关检测单位和分析测试人员参考。

岛津企业管理（中国）有限公司

目 录

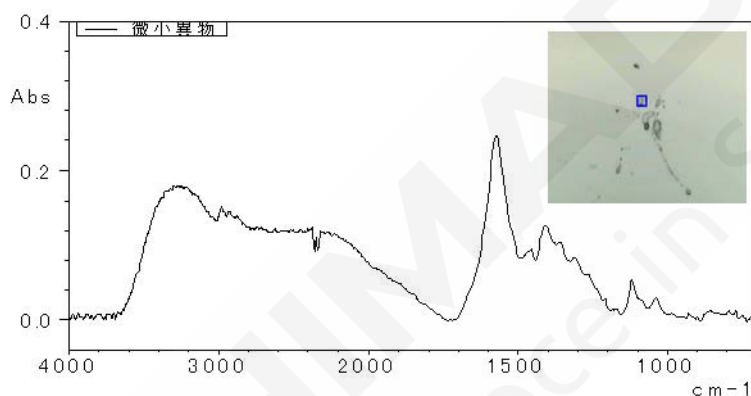
岛津 AIM-9000 红外显微镜介绍	1
一、工业制造	3
红外显微镜法在电子产品异物分析中的应用	4
岛津红外显微镜对印刷电路板进行缺陷分析	10
红外显微镜在焊锡电路板助焊剂残留分析中的应用	13
红外显微镜 ATR 法对锂离子电池用隔离膜进行定性分析	19
红外显微镜 Mapping 功能研究物质组分分布的均匀性	21
红外显微系统 Mapping 功能测试锂电池用铝箔表面的油污	27
红外显微镜法测定玻璃板上聚酰亚胺薄膜的环化率	31
岛津 EDX 和红外显微镜 AIM 测试人工晶体上的异物	35
岛津红外显微镜 AIM-9000 和 EDX-8100 联用鉴定树脂材料中的异物	41
二、医药	45
岛津红外显微镜定性分析医药包材的多层膜	46
岛津红外显微镜可视观察的同步测定对多层薄膜进行分析	49
岛津红外显微镜 AIM-9000 对药物片剂表面的异物分析	51
红外显微镜对注射液中异物进行成分分析	53
三、环境	56
岛津红外显微镜快速鉴定长江水中的微塑料成分	57
使用红外显微镜 AIM-9000 分析从海洋生物中采集的微塑料	60
岛津红外显微镜检测磨砂洗面奶中的微小塑料颗粒	62
岛津红外显微镜检测食盐中的微小塑料颗粒	66
四、公安司法	69
红外显微光谱法分析车辆碰撞现场微量油漆物证	70
岛津 AIM-9000 红外显微镜系统在打印字迹鉴别中应用	74
岛津红外显微镜对口红物证样品进行成分比对分析	77
使用红外显微镜 AIM-9000 进行毛发截面分析	81
五、食品安全	84
岛津 AIM-9000 和 EDX 对食品工序中异物进行定性分析	85
岛津红外显微镜 AIM 和 EDX 测试水管异物	90

岛津 AIM-9000 红外显微镜介绍

红外显微镜技术是红外光谱技术与显微技术相结合而产生的一种微量分析技术，实现了红外的微区分析和微量分析，广泛应用于医药、电子、材料、公安、生命科学、环境、食品、化工、地矿等领域。岛津秉承60多年以来的红外光谱技术底蕴，十年磨一剑，最新推出了新一代旗舰级红外显微镜AIM-9000，全新的自动化设计理念，确保红外显微镜分析涉及到的全部步骤都能快速、简单的自动执行，给分析人员提供强有力的支持。

1. 高灵敏度：

AIM-9000拥有30000:1信噪比指标，对非常微小的样品可以得到高灵敏度、低噪声的光谱图。AIM-9000可以在半分钟内对尺寸小于 $10 \times 10 \mu\text{m}$ 显微红外理论极限的样品进行快速准确的分析。所得到的光谱噪声很小，非常清晰，由此高质量的红外光谱可以得到可信的鉴定分析结果。



微小异物红外光谱图

2. 全自动红外显微分析系统：

岛津提供人人都能用的自动化红外显微系统，观察、定义测量位置、测量、鉴别结果，红外显微分析所需的全部操作都能自动执行，并提供高灵敏度结果。



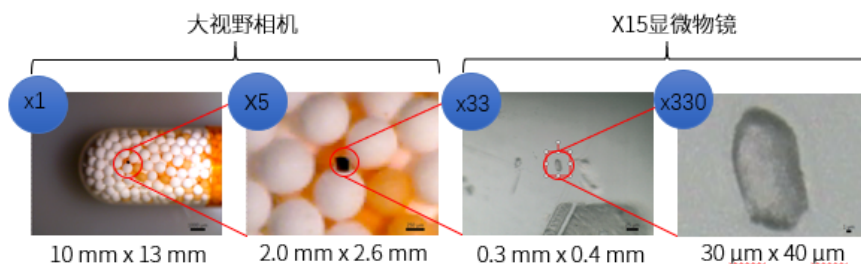
3. 装载：装载样品

装载样品非常简单，轻轻一按“取出样品”按钮，自动降低样品台，并切换显微镜物镜位置，以留出足够大的装样、取样空间，而且，样品台下方的聚光镜可以实现快速拆卸，以实现厚达40mm的样品直接进行显微镜反射和显微ATR测试。

4. 观察：寻找待测对象

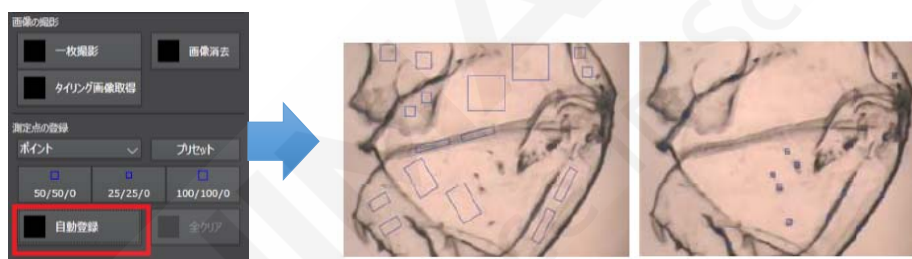
岛津特有的大视野相机和显微镜相机使样品观察更为高效，除了 $10 \times 13 \text{ mm}$ 的超大视野外，大视野相机还提供了数字变焦功能。而且，通过与显微镜相机共享位置信息，可以实现高达连续330倍的连续放大，对非常微小的样品区域能直接使用 $30 \times 40 \mu\text{m}$ 小视野进行观察，使得异物

更加容易辨别被确认。



5. 测量：异物自动识别，自动顺序测量

提供异物自动识别功能，分析人员只需要点一下按钮，软件即可自动识别异物，并且可在1秒之内自动设置好全部测量点适用的全部显微镜尺寸和角度，包括两种模式：标准模式和小样品模式，用户可以根据自己的应用选择自己的应用模式。自动识别的测量点可以不经编辑直接开始自动测量，也可以由分析人员选择性的增删测量点。样品可见图像自动存入测得的光谱文件中，方便日后快速区分指认。



6. 分析：确定测定结果

异物自动分析程序，自动确认异物成分。Labsolutions IR 软件提供特有的异物分析程序来自动确认异物成分，AIMSolution 测得的光谱可以直接载入 Labsolutions IR 软件进行分析。获取的光谱使用异物（混合物）自动分析程序进行分析，融合了岛津独有算法和常见异物谱库，操作人员不用预先知道有几种组分，几秒钟之内得到最终结果。

7. 丰富的附件可以选择

岛津AIM-9000可以选配多种附件，比如ATR物镜、ATR压力传感器、掠角反射物镜（GAO）、TGS探测器、金刚石池、红外偏振片、可见偏振片等等。可以满足不同客户测试需求。



大视野相机+掠角反射物镜+标配显微镜物镜



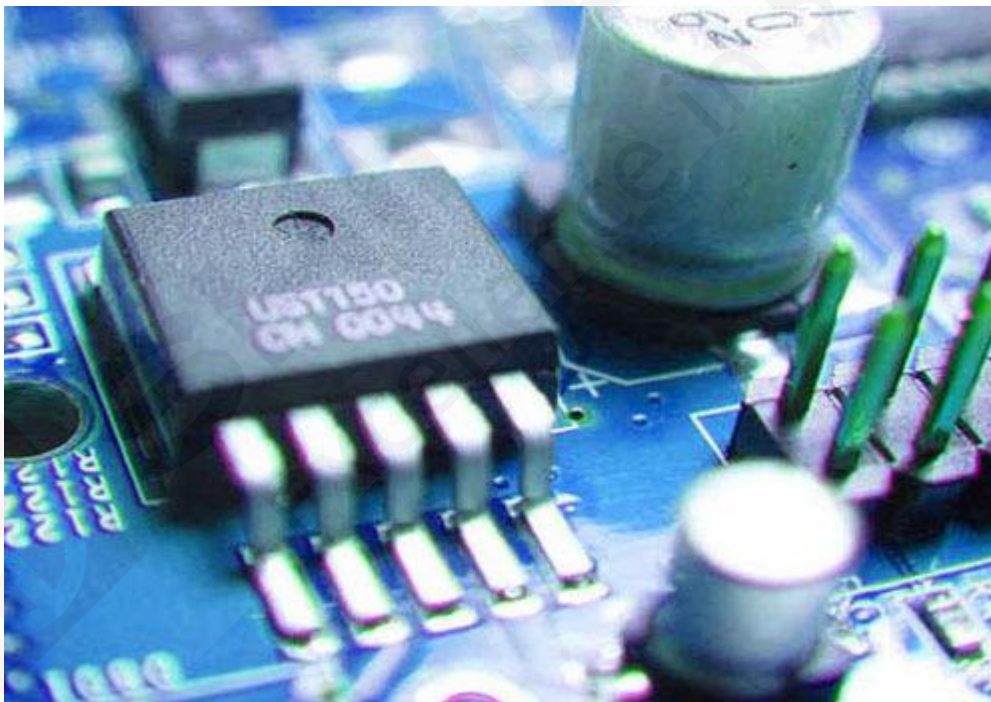
显微镜 ATR



金刚石池

一、工业制造

电子电气产品随着科技的不断发展，已广泛地渗透到社会生活的方方面面，生产过程电子电器及原料品质决定着产品的品质，因为经常会用到红外显微镜对电子电器原料及部件进行微小异物检测，源头上把控产品品质。异物分析，是专门分析产品上的微小嵌入异物或表面污染物、析出物进行之成分的技术。例如对表面嵌入异物、斑点、油状物、喷霜等异常物质进行定性分析，藉此找寻污染源或配方不相容者，是改善产品最常用的分析方法之一。根据异物的实际情况选用合适的红外光谱图采样方法，从而获得异物高质量的红外光谱图。通过仪器软件进行谱库检索，跟谱库中的标准红外光谱图的进行对比来确定异物的化学组成，进而寻找污染源或者污染环节，进行排除，改善配方体系，改善产品质量。



红外显微镜法在电子产品异物分析中的应用

摘要:傅立叶变换红外光谱仪与红外显微镜联用,组成显微红外系统,在红外主机常规功能之外,实现了红外的微区分析和微量分析,对于微小样品可以进行非常方便地进行定性、定量分析。本文使用岛津高性能红外显微镜AIM-9000对智能手机镜头组件中的异物进行分析,寻找和鉴定异物的来源,规范生产工艺和提高产品质量。

关键词:电子产品 手机镜头 红外显微镜 异物分析

红外显微镜是将红外光路引入到显微镜中,光学显微镜观察微小样品,调节可变光阑的大小,选择测试样品中的某一微区,红外光聚焦后,进行红外分析。显微红外法在微量样品的红外光谱测试中发挥着越来越大的作用。

异物分析技术通常应用于生产出来的产品有一些斑点状附着物、油状物、粉状物等异常缺陷或表面污染,此时需要分析异物属性,进而寻找污染源或环节,进行排查,以改善配方体系,提高产品质量。在电子电气行业,生产工艺流程复杂,过程中使用的物料众多,操作流水线上的稍微疏漏,都会导致产品中出现不明异物。这不仅影响产品外观,影响产品质量,甚至会导致生产停滞,给企业带来不可估量的经济损失。由于异物样品较小,显微红外法在微小异物分析中的显著优势得以体现。

岛津红外显微镜 AIM-9000,可视图像 330 倍放大,可以实现最小视野 $30 \times 40 \mu\text{m}$ 的观测范围,大范围广角相机快速寻找异物点,自动对焦,精准定位待测点,测量的同时观测测量位置,确保异物点测量位置零偏移。本文使用 AIM-9000 分析了手机镜头组件中的异物。

1. 实验部分

1.1 仪器

岛津 IRTracer-100、AIM-9000 红外显微镜

1.2 测试条件

波长范围: $4000 \sim 700 \text{cm}^{-1}$

分辨率: 8cm^{-1}

扫描次数: 50

切趾函数: Happ-Genzel

光阑大小: $50 \times 50 \mu\text{m}$

1.3 样品

智能手机用拍照镜头

1.4 样品前处理

透射法: 取样针挑少许样品,放在金刚石池上压平,用红外显微镜进行测试。

反射法: 直接放样品在载物台上,取样品附近的金属基底做背景。

2. 结果与讨论

2.1 显微透射法

显微透射法指的是红外显微镜的光路穿透样品，再到达检测器。通常是将样品放在载物台上的金刚石池中，由于红外显微镜系统有高通量的红外干涉光，且被高精度的聚焦在样品的微小区域，从而大大提高了测试的灵敏度，因此，微小颗粒也能得到较好的红外光谱图。这种方法适用于在附着在产品表面，容易取出的微小异物。

2.1.1 样品及显微镜下样品上的微小异物照片

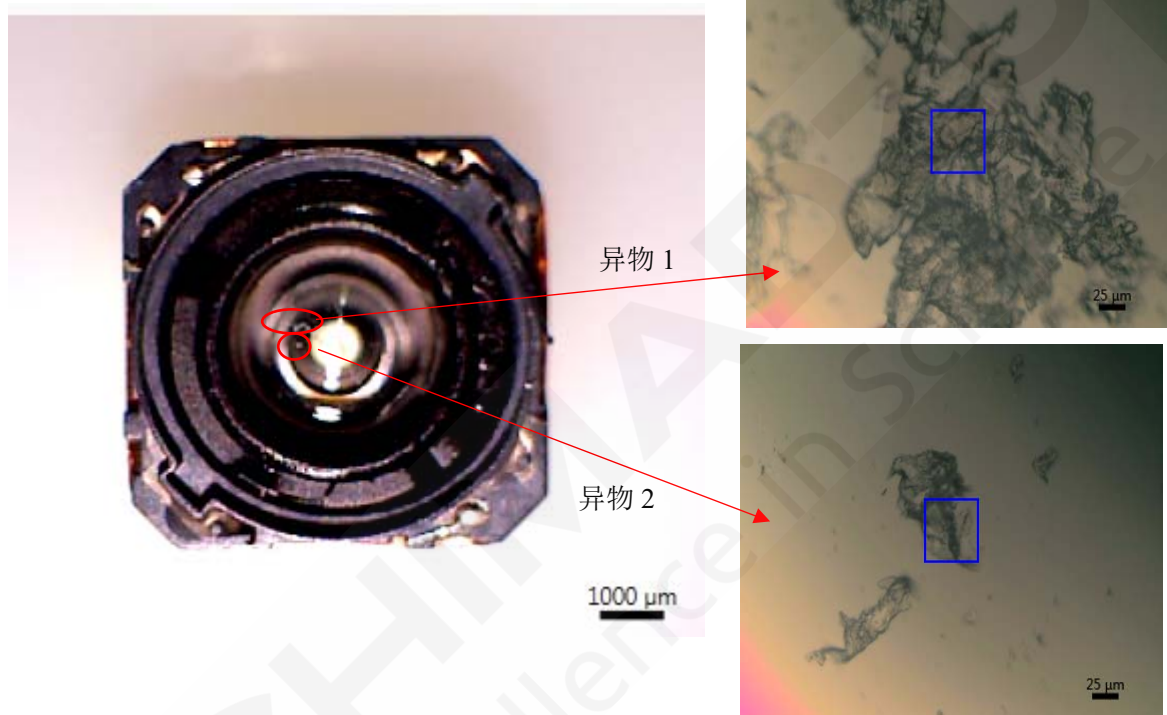


图 1 手机摄像头，左图为大视野相机下镜头及其上异物的照片
右图（上）为异物 1 显微透射照片，右图（下）为异物 2 显微透射照片

2.2 显微反射法

显微反射法测试微量污染物。一些电子器件，如继电器、电路板等表面清洁度要求很高的产品，如有异物在金属镀层上，会影响产品的导电性等相关性能。这部分污染物通常难以与样品剥离，可以采用红外显微反射法，因为金属有相对较大的反射率，可以选取未污染的部分做背景，直接红外扫描污染物。实现无损分析。

2.2.1 样品及显微镜下样品上的微小异物照片

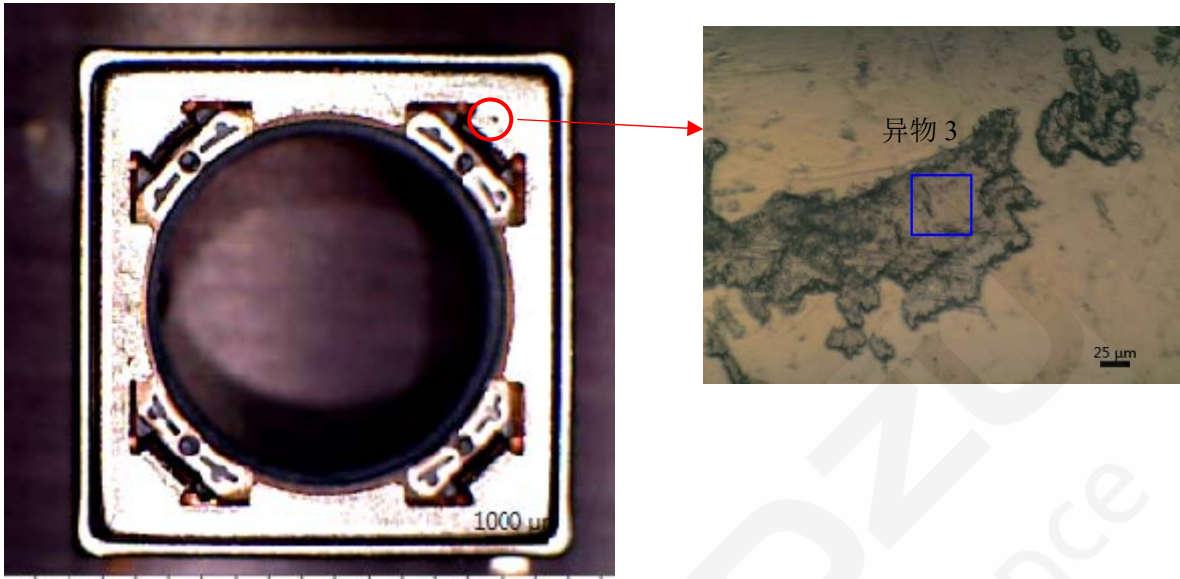


图2 手机摄像头金属框

(左图为大视野相机下镜头及其上异物3的照片，右图为异物3显微反射照片)

2.3 定性分析

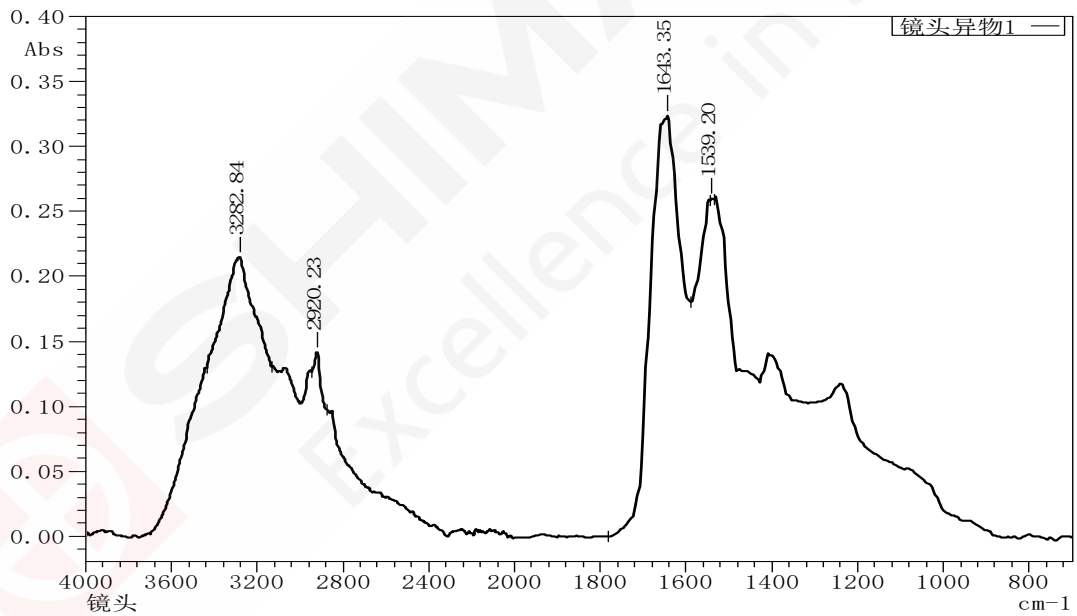


图3 异物1红外光谱图

谱图搜索显示该异物为 SKIN (皮屑), 见下图:

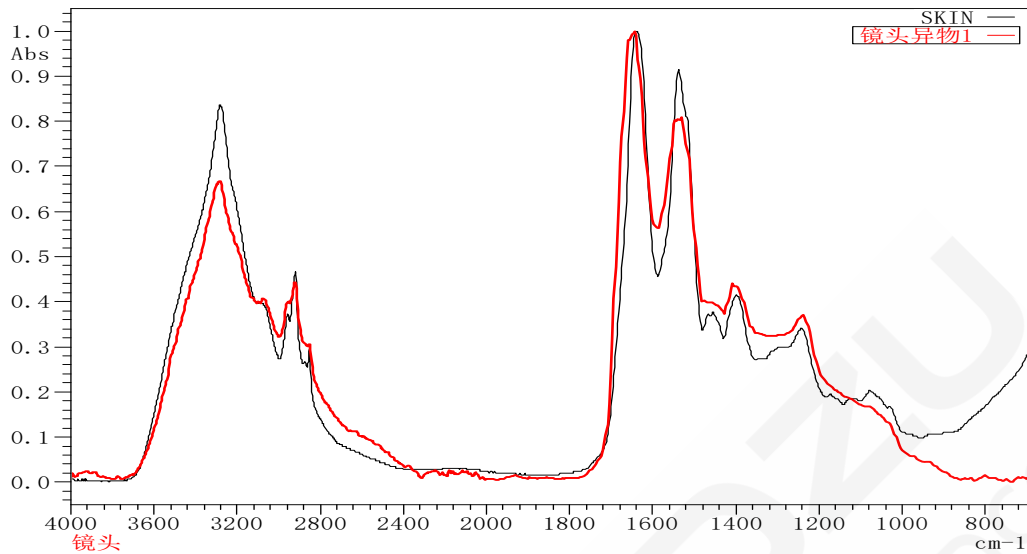


图4 异物1 红外光谱图检索结果

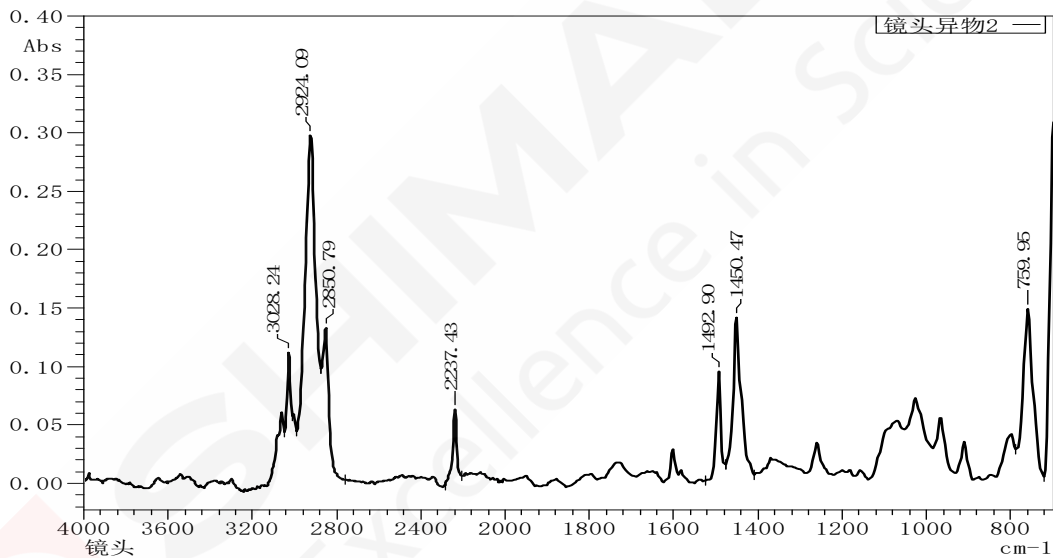


图5 异物2 红外光谱图

谱图搜索显示该异物为 ABS (丙烯腈-苯乙烯-丁二烯共聚物), 见下图:

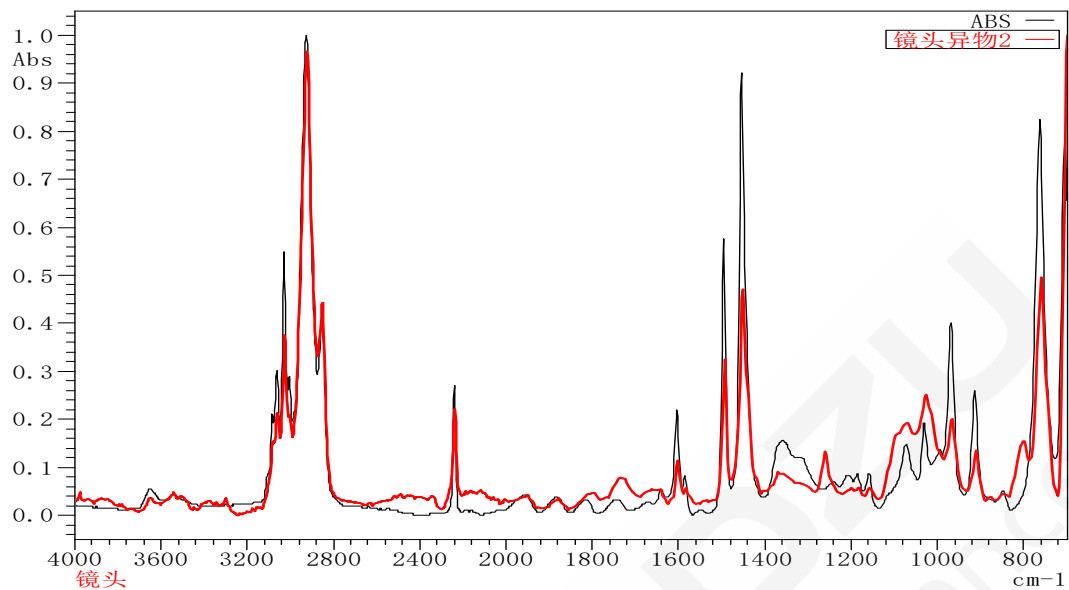


图6 异物2 红外光谱图检索结果

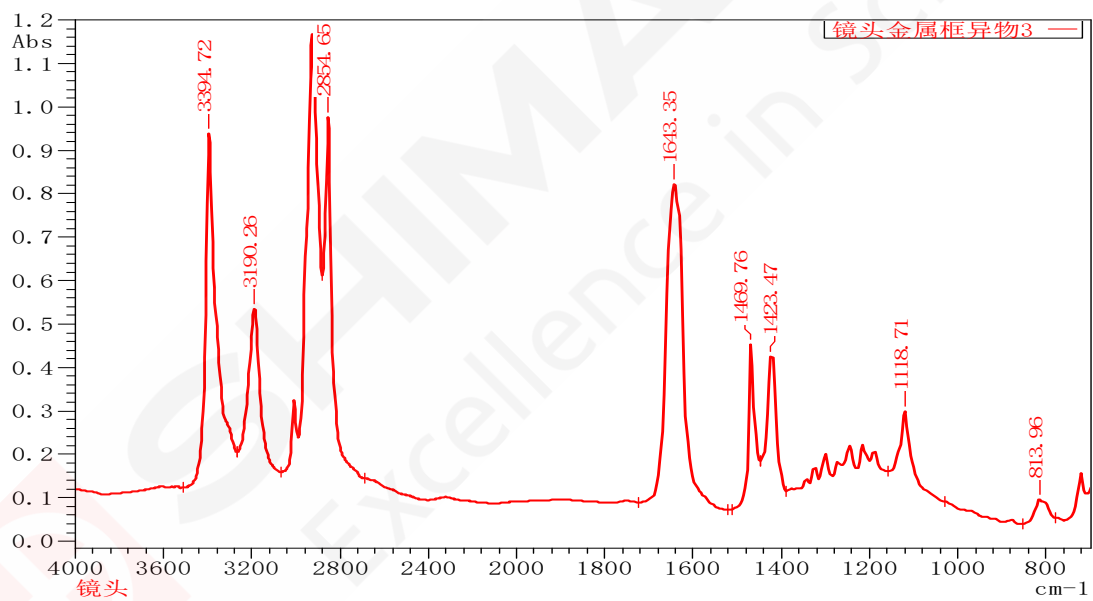


图7 异物3 红外光谱图

谱图搜索显示该异物为 ERUCYLAMIDE (芥酸酰胺), 见下图:

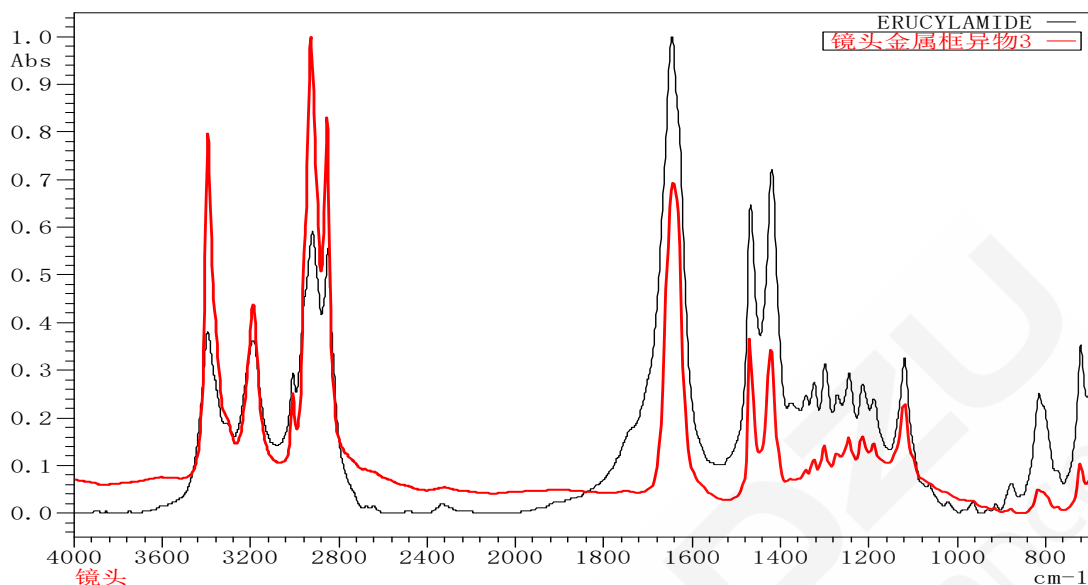


图8 异物3 红外光谱图检索结果

2.4 结果讨论

测试结果经谱图检索显示, 异物分别为SKIN (皮屑)、ABS (丙烯腈-苯乙烯-丁二烯共聚物)、ERUCYLAMIDE (芥酸酰胺)。异物来源可能是生产线引入和操作人员的皮肤接触或毛发皮屑脱落。异物的主要峰归属见表1。

表1 异物的主要峰归属

异物1		异物2		异物3	
波数/cm ⁻¹	归属	波数/cm ⁻¹	归属	波数/cm ⁻¹	归属
3282	-NH ₂ 伸缩振动	3028	芳环不饱和和碳氢伸缩振动	3394,3190	N-H伸缩振动
2920	-CH ₂ 不对称伸缩振动	2924, 2850	饱和碳氢伸缩振动	2927,2854	直链饱和和碳氢键伸缩振动
2850	-CH ₂ 对称伸缩振动	2237	C≡N伸缩振动	1643	C=O伸缩振动
1643	C=O伸缩振动 (酰胺 I 带)	1600和1581	一对苯环骨架伸缩振动	1469	N-H变形振动
1539	C≡N伸缩振动,-NH ₂ 剪式振动 (酰胺 II 带)	1492和1450	一对苯环骨架伸缩振动	1442	C-N弯曲振动
1408	-CH ₂ -剪式振动	759	苯环单取代=CH面外变形振动	1118	C-N弯曲振动

3. 结论

本文使用岛津自动高性能红外显微镜AIM-9000对手机镜头上的异物进行了检测分析, 异物分别为SKIN (皮屑)、ABS (丙烯腈-苯乙烯-丁二烯共聚物)、ERUCYLAMIDE (芥酸酰胺)。异物来源可能是生产线引入和操作人员的皮肤接触或毛发皮屑脱落。岛津AIM-9000显微镜可以方便、快捷、准确地测试微小异物的主要成分, 是一种快捷、准确的异物分析检测手段。

岛津红外显微镜对印刷电路板进行缺陷分析

摘要：印刷电路板上的异物和斑点等会造成导电故障，为了防止此类问题的发生，查明异物和斑点的来源极为重要。本文向您介绍使用岛津红外显微镜 AIM-9000 缺陷自动分析系统，对印刷电路板上的异物进行定性分析的示例。

关键词：红外显微镜系统AIM-9000 印刷电路板 缺陷分析

对在 microSD™ 卡端子上的异物和斑点进行分析，将 microSD™ 卡置于 AIM-9000 的样品台上，图 1 为大视野相机观察得到的图像。由图可知，视野中几乎显示了整个卡面。使用大视野相机可在大约 10 mm × 13 mm 的视野内，大范围观察缺陷部分的周围。因为大视野相机与分析用 15 倍反射式物镜可共享位置信息，所以，大视野相机发现缺陷后切换到 15 倍反射式物镜，再通过调整焦距，便可轻松地使缺陷位置进入扫描区域。另外，该程序还标准配置了自动居中功能，只需在大视野及显微镜图像上双击，样品台便会移动，使该位置处于视野中央，该功能在依次观察电子零部件的多个端子时非常有用。

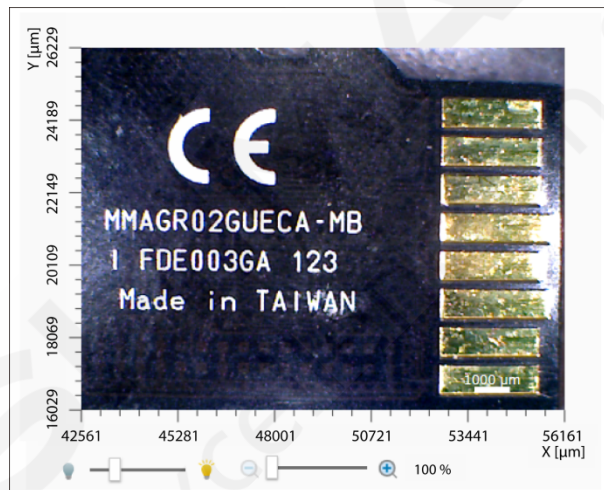


图 1 microSD™ 卡的大视野相机观察图像

1. 测试方式

端子等金属基板上的异物扫描方法大致可分为正反射法与 ATR（全反射）法两种。采用正反射法时，入射光通过样品时被样品吸收，经金属基板反射后用检测器检测。可获得与透射法同样的光谱，并且不与样品接触即可进行。但适合于该方法的样品厚度需要在 10 μm 左右，如果异物或斑点较厚，将出现峰顶饱和；如果较薄，则可能不显示明显的峰。

采用 ATR 法进行测定，虽然不会因样品厚度产生峰饱和，但由于扫描时必须使晶体紧贴样品，所以可能丢失测定目标，或因样品形状而难以紧贴。

2. 测定结果

2.1 采用显微反射法进行测定

采用无需接触样品即可扫描的正反射法进行测定，图 2 为得到的缺陷部分图像。蓝框是发现有异物附着的部分。光阑大小设为 $25\ \mu\text{m} \times 25\ \mu\text{m}$ 。表 1 为测定条件；图 3 为得到的光谱及光谱检索结果。由图可知，异物的光谱与硅酸镁（滑石）一致。

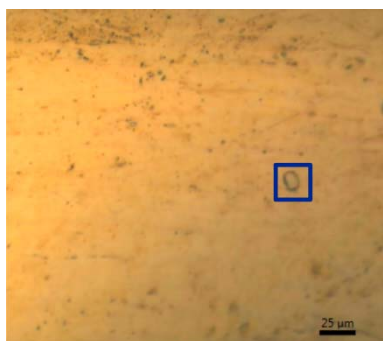


表 1 测定条件

仪器	: IRTracer ^{TM 2)} -100, AIM-9000
分辨率	: $8\ \text{cm}^{-1}$
扫描次数	: 20
变迹函数	: Happ-Genzel
检测器	: MCT

图 2 异物观察图像（蓝框： $25\ \mu\text{m} \times 25\ \mu\text{m}$ ）

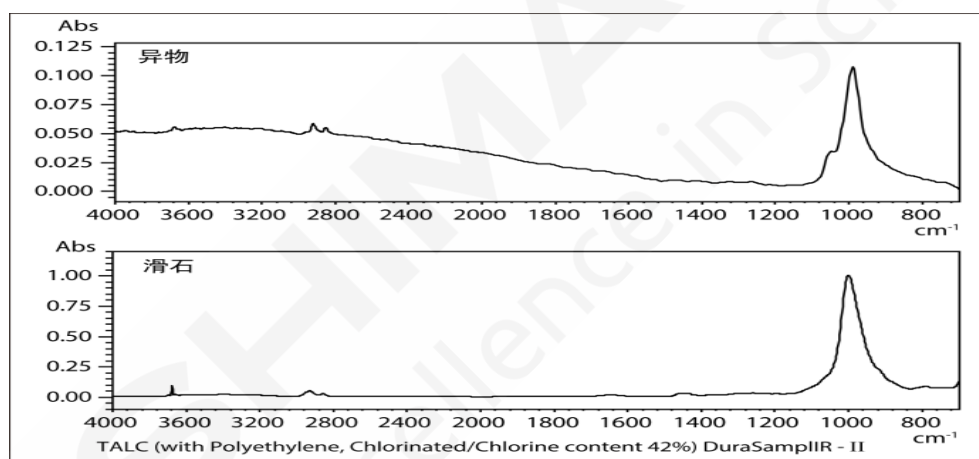


图 3 光谱检索结果（上图：异物，下图：滑石的光谱库）

2.2 采用显微反射法与显微 ATR 法进行测定

如上所述，对于较厚的样品，采用 ATR 法测定可以获得良好的光谱。本次采用显微反射法与显微 ATR 法对薄的斑点异物进行了测定，图 4 为斑点的观察图像，表 2 为测定条件。在反射法测定中光阑尺寸设为 $25\ \mu\text{m} \times 25\ \mu\text{m}$ ；在 ATR 法中设为 $50\ \mu\text{m} \times 50\ \mu\text{m}$ 。图 5 为重叠的光谱。

表 2 FTIR 的测定条件

仪器	: IRTracer ^{TM 2)} -100, AIM-9000
分辨率	: $8\ \text{cm}^{-1}$
扫描次数	: 100
变迹函数	: Happ-Genzel
检测器	: MCT

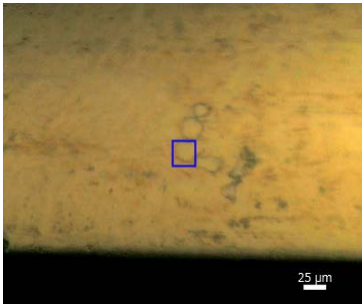


图4 斑点的观察图像 (25 μm × 25 μm)

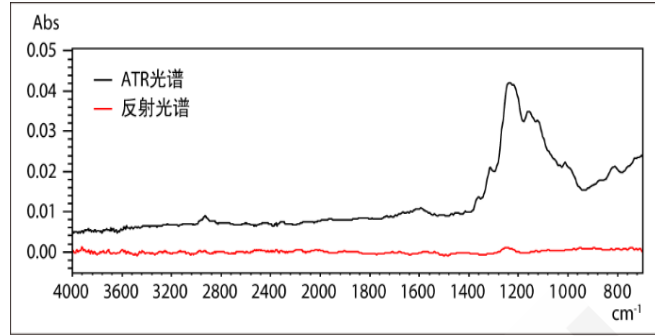


图5 斑点的反射光谱与 ATR 光谱的比较

由图5可知,采用反射法得到的峰强度较弱,1250 cm⁻¹处附近仅出现极小的峰,因此无法进行定性分析。而采用ATR法对同一目标进行扫描,却得到了清晰的光谱。图6为ATR光谱的检索结果。因为优先显示含氟润滑剂及氟树脂,所以可以认为表面附着了一层薄薄的含氟化物的润滑剂。

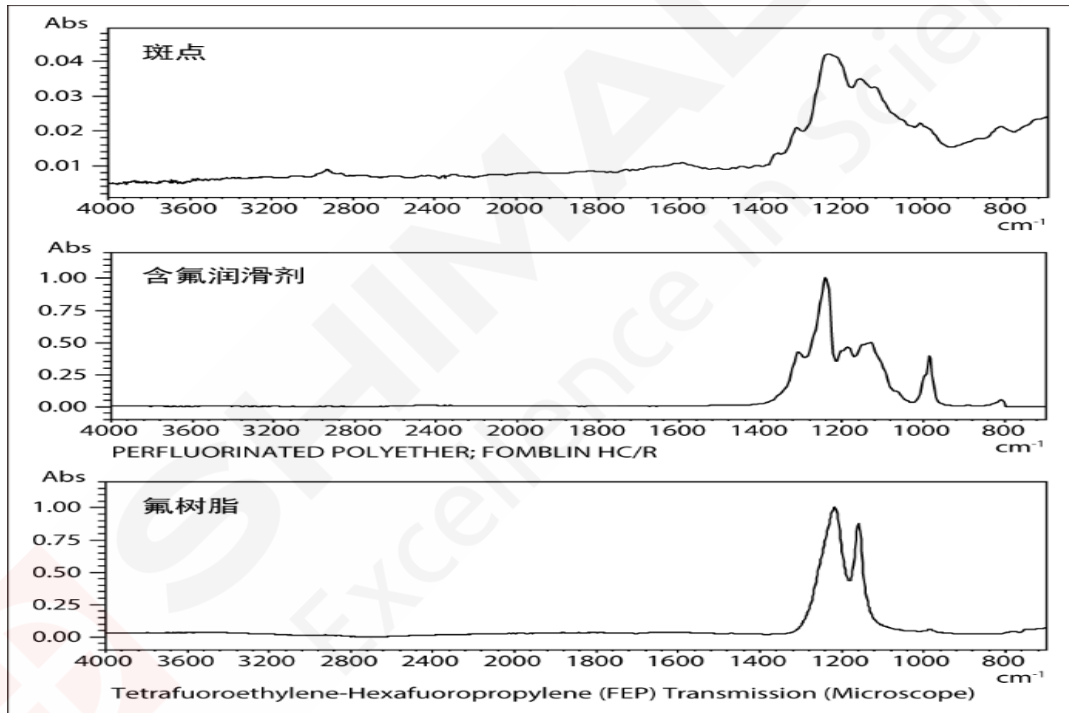


图6 光谱检索结果 (上图:斑点的 ATR 光谱; 中图:含氟润滑剂的光谱库; 下图:氟树脂的光谱库)

3. 结论

对在 microSD™ 卡端子上的异物进行扫描和定性分析时,使用岛津红外显微镜 AIM-9000 的大视野相机,可以顺利完成从大视野观察到确定扫描位置的一系列操作。另外,根据异物形状分别使用反射法和 ATR 法,可以得到良好的光谱。

红外显微镜在焊锡电路板助焊剂残留分析中的应用

摘要： 本文使用岛津傅立叶变换红外光谱仪与高性能红外显微镜AIM-9000对焊锡电路板上助焊剂（Flux）残留进行分析，以规范生产工艺和提高产品质量。结果显示傅立叶变换红外光谱仪与红外显微镜联用，光学显微镜观察微小样品，实现了红外的微区分析和微量分析，对于微小样品可以进行非常方便地进行定性、定量分析。

关键词： 焊锡电路板 红外显微镜 助焊剂 残留

红外显微镜是将红外光路引入到显微镜中，光学显微镜观察微小样品，调节可变光阑的大小，选择测试样品中的某一微区，红外光聚焦后，进行红外分析。显微红外法在微量样品的红外光谱测试中发挥着越来越大的作用。

电子产品生产焊锡工艺过程中，大多要使用松香树脂系助焊剂，以清除焊料和被焊母材表面的氧化物，起到金属表面清洁及防止再次氧化，提高焊接性能的作用。但是焊接后残留物会逐步引起电气绝缘性能下降和短路，必须对电路板进行加热、清洗，而肉眼很难分辨是否清洗干净。红外显微镜则可以高灵敏度地多点测试焊锡电路板上助焊剂是否有残留，以指导生产，减少节约清洗成本及杜绝残次品的出现。

岛津红外显微镜 AIM-9000，最大放大 330 倍，可以实现最小可视面积 $0.03 \times 0.04 \text{ mm}$ 的观测，大范围广角相机快速寻找异物点，自动对焦，精准定位待测点，测量的同时观测测量位置，确保异物点测量位置零偏移。本文使用 AIM-9000 分析了手机镜头组件中的异物。

1. 实验部分

1.1 仪器



图 1 岛津 IRTracer-100、AIM-9000 红外显微镜

表 1 测试条件

项 目	参 数
测定方式	吸光度
测试范围	$4000 \text{ cm}^{-1} - 700 \text{ cm}^{-1}$
分辨率	8 cm^{-1}
光阑尺寸	$50 \times 50 \mu\text{m}$

1.3 样品

焊锡电路板

1.4 样品前处理

反射法：直接放样品在载物台上，取样品附近的金属基底做背景。

2. 结果与讨论

2.1 显微反射法

显微反射法测试微量污染物。电路板等表面清洁度要求很高的产品，如有异物在金属镀层上，会影响产品的导电性等性能。这部分污染物通常难以与样品剥离，有时甚至为超薄的透明镀层，肉眼不能分辨，可以采用红外显微反射法，因为金属有相对较大的反射率，可以选取金属基底做背景，直接红外扫描怀疑污染物处。实现无损分析。

2.1.1 样品及显微镜下样品上的微小异物照片

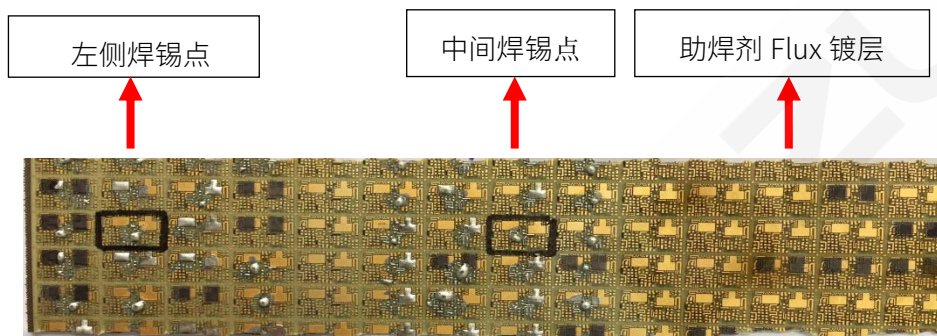


图 1 焊锡电路板照片（左侧、中间焊锡点、右侧黄色镀层为助焊剂 Flux）

2.2 定性分析

2.2.1 Flux 淡黄色镀层的红外吸收光谱图

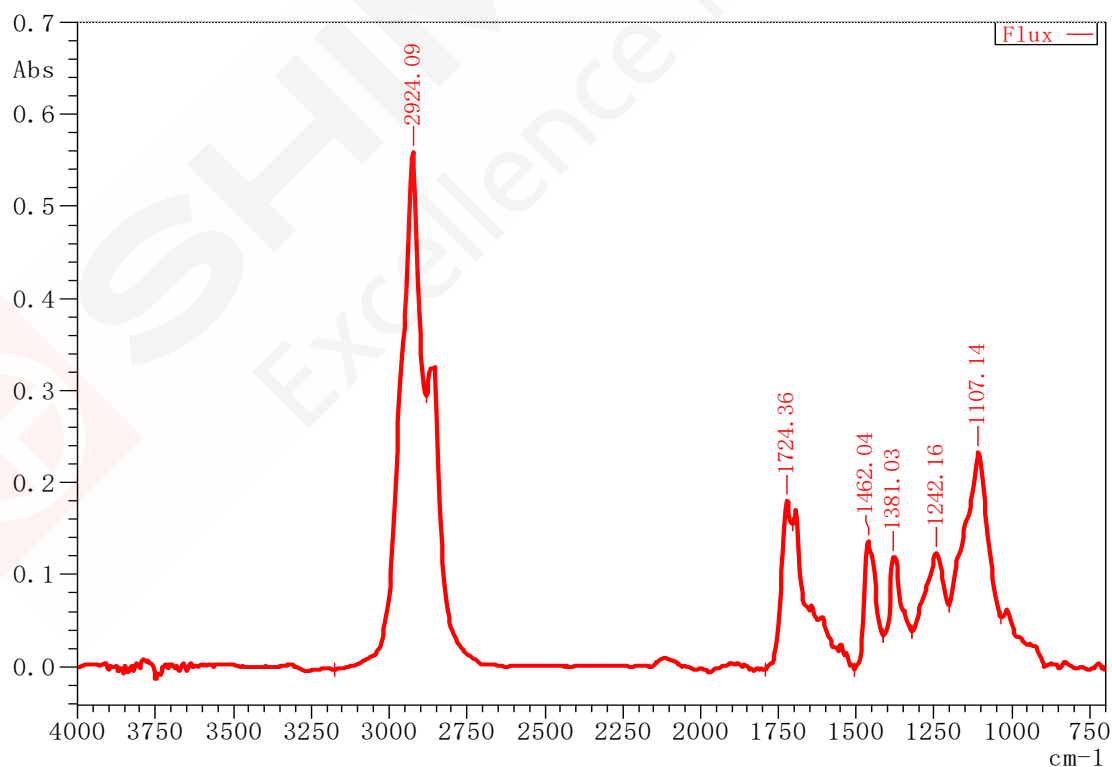


图 2 助焊剂 (Flux) 镀层红外光谱图

上图中助焊剂 (Flux) 在 2924.09 cm^{-1} (C-H 伸缩振动峰)、 1724.36 cm^{-1} (C=O 伸缩振动)、 1462.04 cm^{-1} 和 1381.03 cm^{-1} (甲基, 亚甲基中 C-H 的弯曲振动) 处出峰明显, 这些位置都是

松香的特征红外吸收。(焊锡点加工后, 会高温烘烤, 以除去其中的溶剂, 松香在 168.9°C 发生脱羧反应, 所以, 上图中并未看到松香中-OH 的吸收)

2.2.2 左侧焊锡点附近电路板及其红外光谱图



图 3 左侧焊锡附近电路板红外显微镜下照片, 标记处为测试点

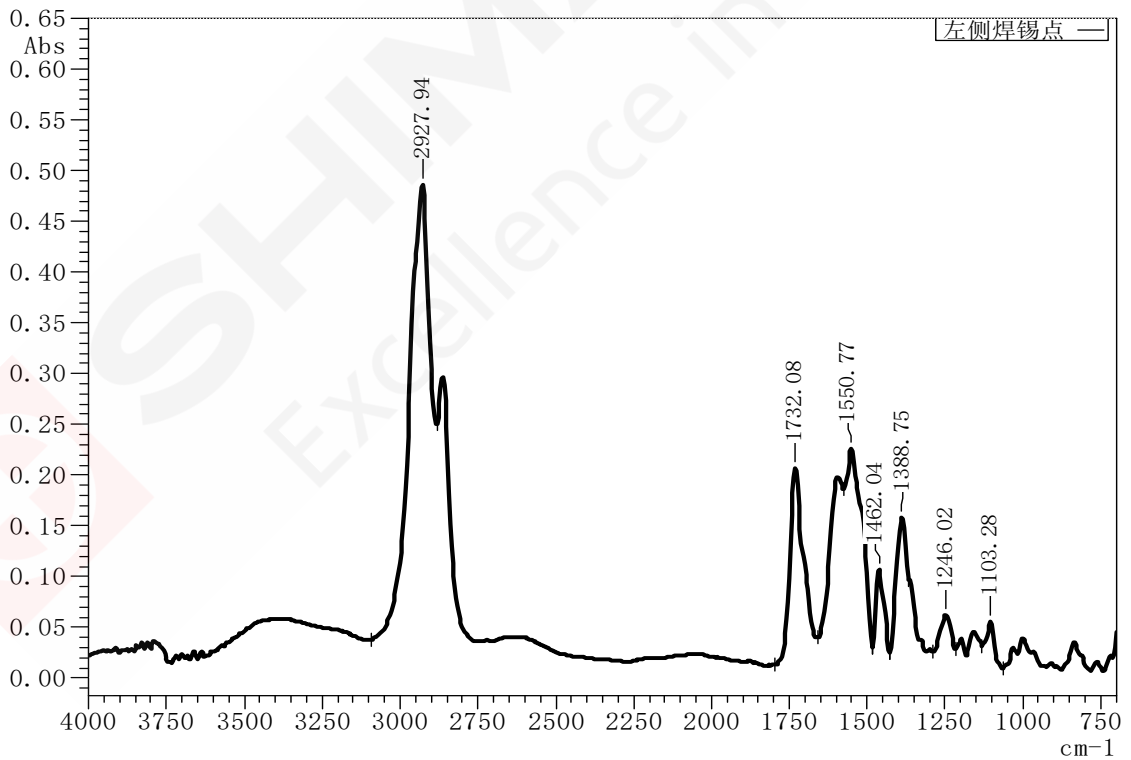


图 4 左侧焊锡点红外光谱图

2.2.3 左侧焊锡点与 Flux 的红外光谱重叠图

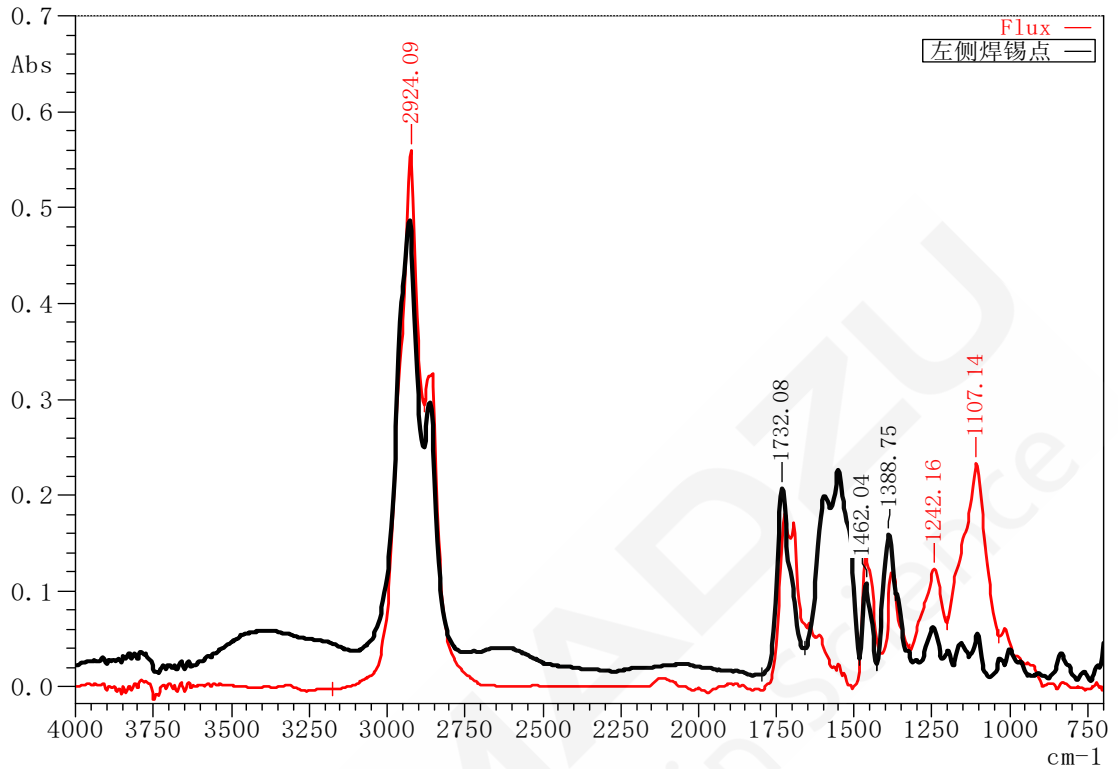


图5 左侧焊锡点与助焊剂 (Flux) 的红外光谱重叠图

上图中红色、黑色谱线分别为助焊剂 (Flux) 和左侧电路板样品的谱图, 可以看到, 谱图在 2924.09 cm^{-1} 、 1724.36 cm^{-1} 、 1462.04 cm^{-1} 、 1381.03 cm^{-1} 、 1242 cm^{-1} 处出峰位置及峰强度比值基本一致, 推断, 左侧焊锡附近电路板仍有助焊剂 (Flux) 残留。

2.2.4 中间焊锡点附近电路板及其红外光谱图



图6 中间焊锡点附近电路板红外显微镜下照片

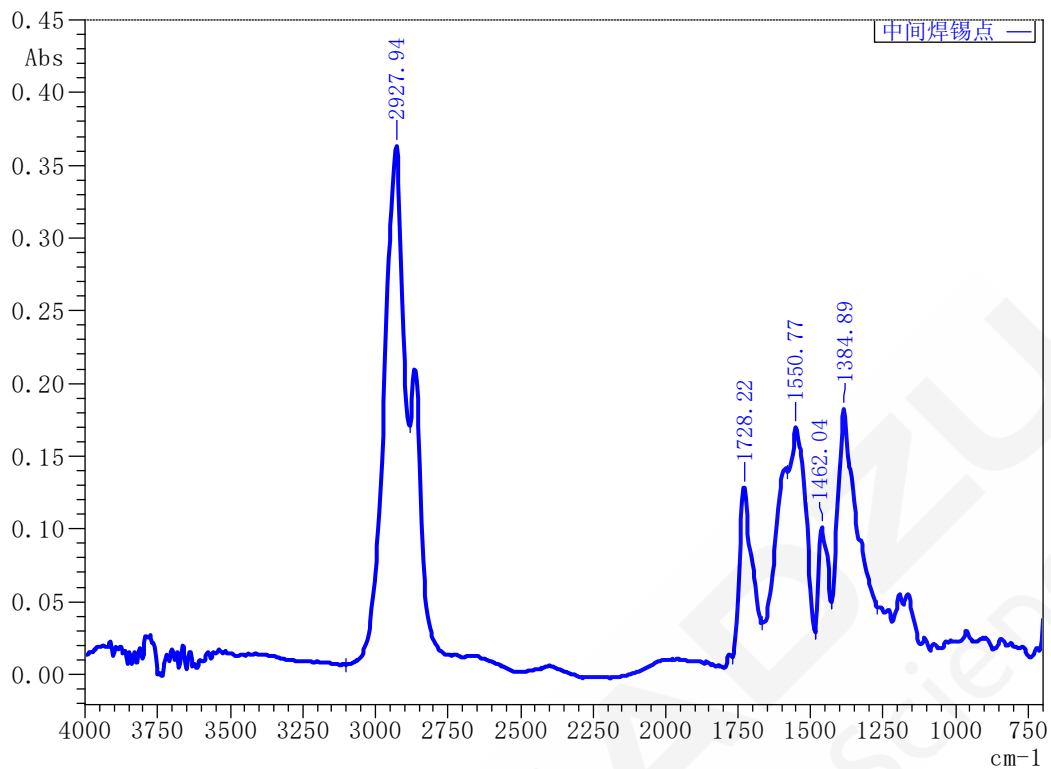


图 7 中间焊锡点附近电路板红外谱图

2.2.5 中间焊锡点测量处和助焊剂 (Flux) 的红外光谱重叠图

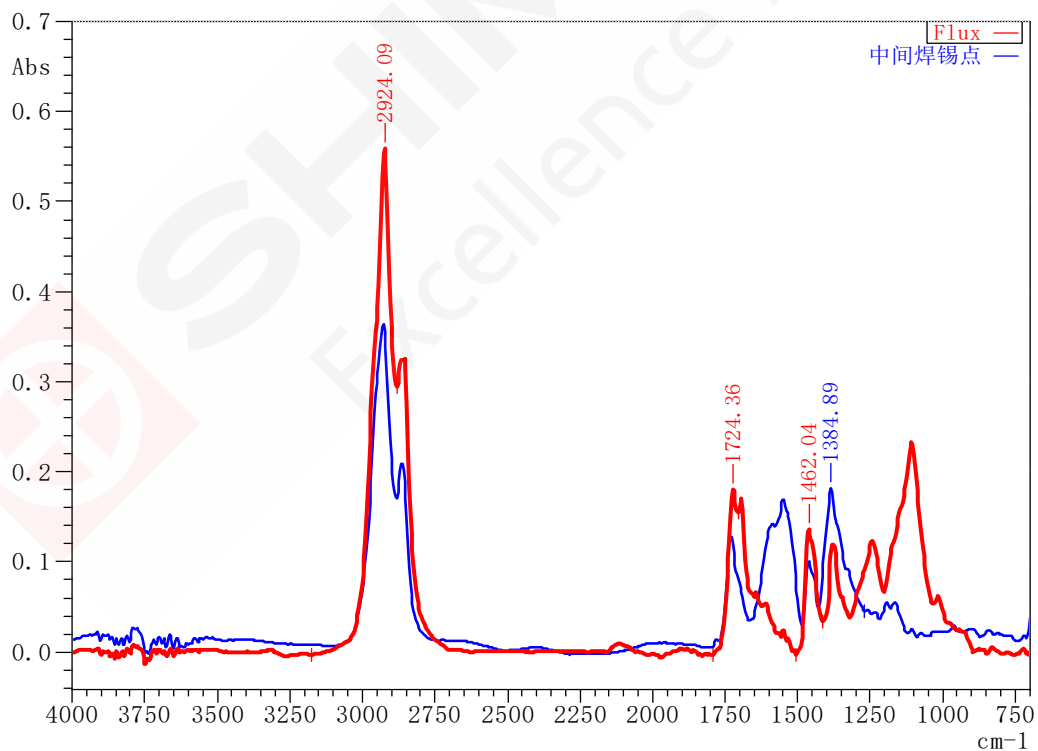


图 8 中间焊锡点测量处和助焊剂 (Flux) 的红外光谱重叠图

上图中红色、蓝色谱线分别为助焊剂 (Flux) 和中间焊锡点的谱图, 可以看到, 谱图在 2924.09 cm^{-1} 、 1724.36 cm^{-1} 、 1462.04 cm^{-1} 、 1381.03 cm^{-1} 处出峰位置及峰强度比值基本一致, 推断, 中间焊锡点附近电路板仍有松香型助焊剂 (Flux) 残留。

3. 结论

本文使用岛津自动高性能红外显微镜 AIM-9000 分析了焊锡电路板上是否有松香型助焊剂 (Flux) 残留。助焊剂残留肉眼无法分辨, 可以对焊点附件区域进行多点红外扫描, 一旦检测到助焊剂的红外吸收, 即可判断没有清洗干净, 方法快捷简便易行, 无需任何前处理。另外, AIM-9000 软件支持样品实物图像和红外谱图同时显现, 在测试过程中也可以看到测试样品的具体位置, 是焊锡电路板制作过程监控中的有利手段。

红外显微镜 ATR 法对锂离子电池用隔离膜进行定性分析

摘要：使用岛津AIM-9000红外显微镜ATR模式，对锂离子电池的隔离膜进行了测试，并对测试结果进行解析，根据谱图分析了锂离子电池隔离膜变黑的原因。对于客户查找产品出现异常原因提供了线索和依据。

关键词：锂离子电池隔离膜 红外显微镜 定性

在锂电池的结构中，隔膜是关键的 inner 组件之一。隔膜的性能决定了电池的界面结构、内阻等，直接影响电池的容量、循环以及安全性能等特性，性能优异的隔膜对提高电池的综合性能具有重要的作用。隔膜的主要作用是使电池的正、负极分隔开来，防止两极接触而短路，此外还具有能使电解质离子通过的功能。隔膜材质是不导电的，其物理化学性质对电池的性能有很大的影响。电池的种类不同，采用的隔膜也不同。对于锂电池系列，由于电解液为有机溶剂体系，因而需要有耐有机溶剂的隔膜材料，一般采用高强度薄膜化的聚烯烃多孔膜。聚烯烃材料具有优异的力学性能、化学稳定性和相对廉价的特点，因此聚乙烯、聚丙烯等聚烯烃微孔膜在锂电池研究开发初期便被用作锂电池隔膜。

本文测试的样品聚乙烯隔离膜，该隔离膜在使用过程变黑，查找变黑原因。通过红外显微镜 ATR 模式测试变黑部分隔离膜的成分，从而来找出隔离膜变黑的原因。

1. 实验部分

1.1 仪器

岛津 AIM-9000 红外显微镜

ATR 模式

1.2 测试条件

波长范围：4000~700 cm^{-1}

分辨率：8 cm^{-1}

扫描次数：50

切趾函数：Happ-Genzel

1.3 样品

变黑的锂离子电池隔离膜

2. 结果与讨论

2.1 样品图片

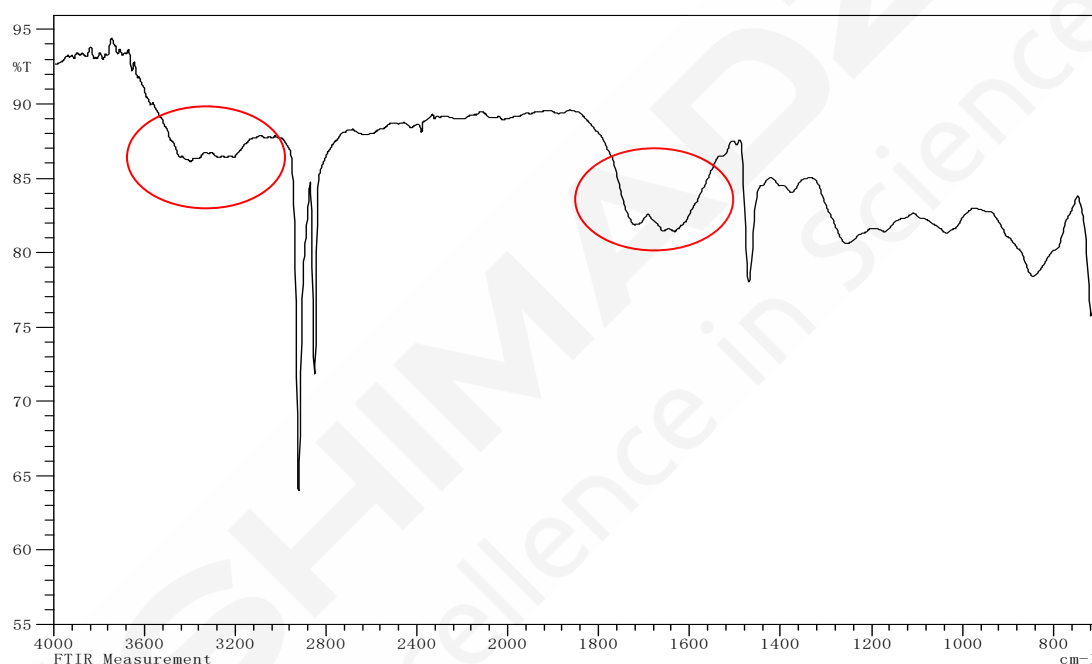


2.2 测试部位显微镜下照片



2.3 定性分析

2.3.1 样品红外光谱图



2.4. 讨论

使用红外和显微镜 ATR 方法对变黑的薄膜进行了定性分析， 2852.72 cm^{-1} ， 2922.16 cm^{-1} 波数处分别是饱和-CH₂的 C-H 对称伸缩振动 (us) 和反对称伸缩振动 (uas) 引起的，由于两个-C-H 的伸缩振动耦合，使得 us 和 uas 分裂呈现双峰， 1473.62 cm^{-1} 波数处是-CH₂的变角振动引起的。主要成分是聚乙烯，是白色本底薄膜的成分，通过和聚乙烯谱图比较可以看出，变黑的薄膜在 1707 cm^{-1} 左右有一个比较明显的峰，可能是羰基； 3421 cm^{-1} 左右的峰，可能是羟基，由于变黑的薄膜和电解液接触过，并经过充放电，判定两个峰可能是由氧化引起。

3. 结论

本文使用岛津自动化高性能红外显微镜 AIM-9000 对客户锂离子电池隔膜进行了定性分析，测试出来主要成分是隔离膜的成分聚乙烯，但是由于薄膜和电镀液接触过，并经过充放电，所以氧化引起羰基和羟基峰。

红外显微镜 Mapping 功能研究物质组分分布的均匀性

摘要： 本文使用岛津红外显微镜的 Mapping 功能研究药片和橡胶中各成分分布的均匀性，可指定扫描区域，设置合适大小的光阑，由软件自动完成指定范围的逐点扫描，通过对扫描范围内的光谱图进行分析拟合，可直观地了解物质中各成分的分布情况，对进一步研究物质的性质具有重要作用。

关键词： 红外显微镜 Mapping 均匀性 药片 橡胶

我们日常所接触到的物质大都是由多种成分组成的，而物质中各成分的分布情况我们知之甚少，大部分情况我们并不关心物质中各成分分布的均匀性（Homogeneity）。但在某些情况下，均匀性对产品性能和质量具有重要影响。比如，很多药片是由原料药（API）和辅料混合而成的，这两种组分的混合是否均匀对药片的质量至关重要，它关系到药片的药效、保存期限和保存条件等。此外，我们日常生活中所用的橡胶产品，也是由橡胶原料和各种添加剂组成的，橡胶中各组分的分布是否均匀直接关系到橡胶产品的性质，如影响橡胶的力学强度和热稳定性等。因此，深入研究药片和橡胶中各种组分的均匀性对于掌握其质量具有重要意义。

本文使用岛津红外显微镜的 Mapping 扫描成像功能，采用显微透射法和显微 ATR 法分别对药片和橡胶样品的均匀性进行分析，由软件自动完成样品指定范围的逐点扫描，通过对扫描范围内各采样点的红外光谱图进行分析拟合获得样品中各组分的 Mapping 成像图，从成像图上能非常直观地了解样品中各成分的分布情况，为研究样品性质提供帮助。整个分析过程由仪器自动完成，所需样品量极少，操作十分方便。

1. 仪器部分

1.1 实验仪器

岛津红外显微镜 IRTracer-100+AIM-9000，含显微 ATR 附件（Ge 晶体）和压力传感器

1.2 测试条件

仪器测试条件如表 1 所示

表 1 红外显微镜 Mapping 测定条件

波数范围	4000~700 cm ⁻¹
分辨率	8 cm ⁻¹
动镜速度	9
扫描次数	20
变迹函数	SqrTriangle
检测器	MCT 检测器
光学模式	显微透射法、显微 ATR 法
Mapping 模式	范围
光阑尺寸	50×50 μm

2. 实验部分

2.1 药片样品组分分布的均匀性分析

取市售某品牌维生素 C 小药片敲碎，使用取样工具随机挑取少量药片粉末于金刚石池上压至基本透明后，将金刚石池置于红外显微镜上，通过岛津显微镜独有的大视野相机初步确定样品位置后，再切换至 15 倍反射物镜观察和定位样品所在的区域（如图 1 所示），设置样品的扫描范围和光阑尺寸（如图 2 所示），由仪器自动完成扫描测试。

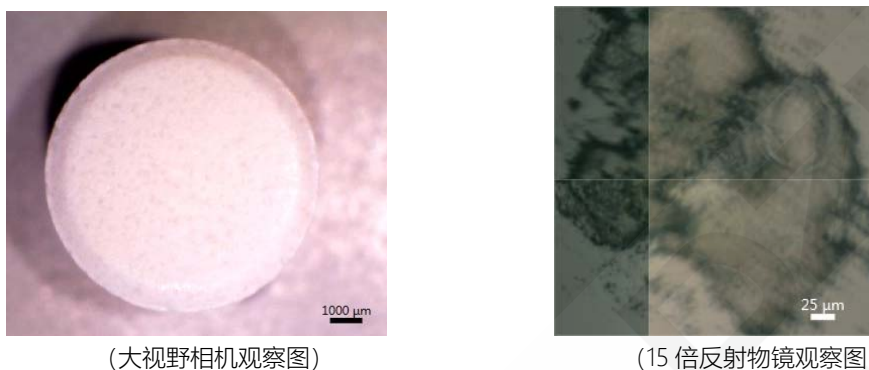


图 1 药片样品显微镜下观察图

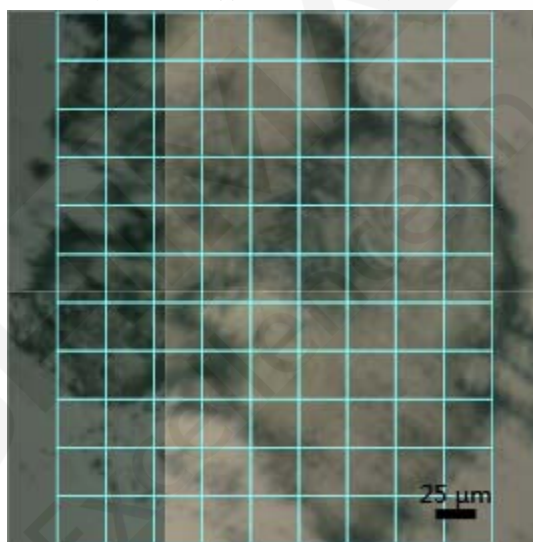


图 2 药片样品 Mapping 范围设定

2.1.1 药片样品红外显微 Mapping 成像

药片样品中含有辅料淀粉，主成分为维生素 C。维生素 C 红外光谱图在 3032 cm^{-1} 附近有一个尖锐明显的吸收峰，而此位置淀粉没有吸收峰。此外，淀粉在 1026 cm^{-1} 附近有较强的吸收峰。因此，以 3032 cm^{-1} 对 1026 cm^{-1} 处的校正峰面积比进行 Mapping 成像拟合，得到药片样品的红外显微 Mapping 成像图如图 3 所示。

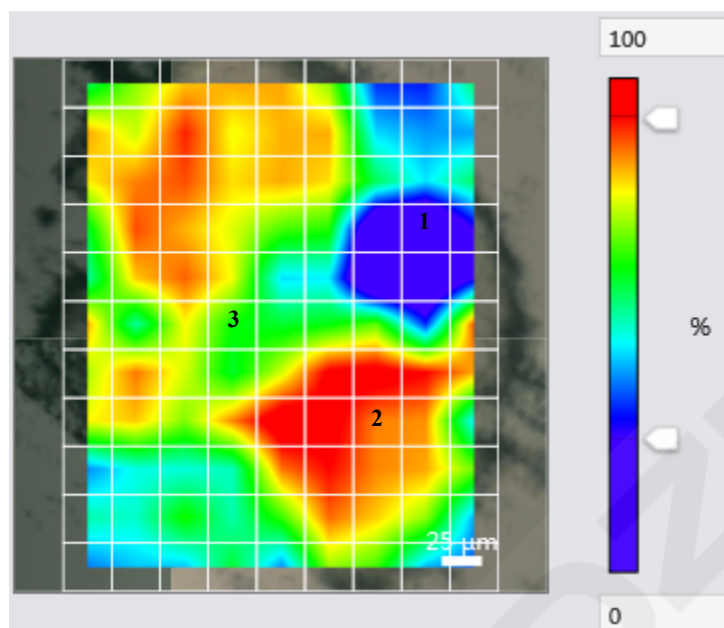


图3 药片样品 Mapping 成像图

图3中典型位置1、2、3的红外光谱图对比如下图4所示：

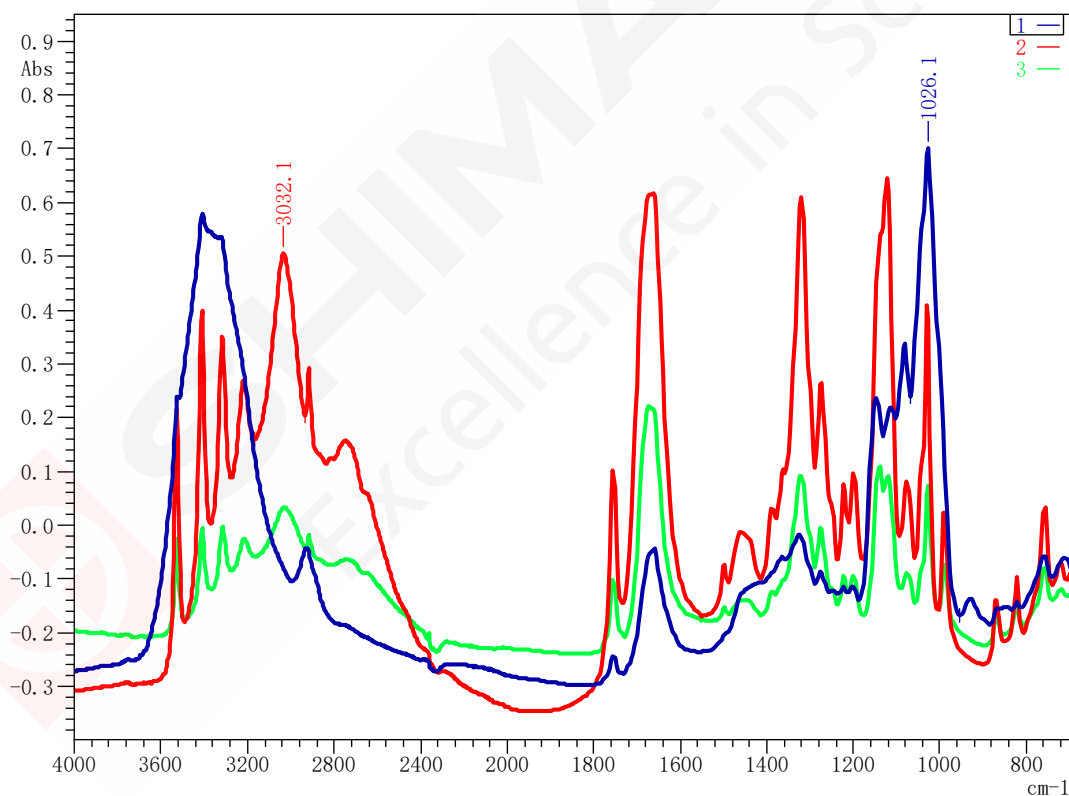


图4 药片样品 Mapping 成像典型位置红外光谱图对比

2.1.2 药片样品红外显微 Mapping 成像结果分析

通过对药片样品进行红外显微 Mapping 成像可发现,本次取样的药片样品中辅料淀粉和原料维生素 C 的分布不均匀。图3中蓝色区域表示淀粉组分含量高,红色区域则表示维生素 C 组分含量高,绿色区域则表示淀粉和维生素 C 的含量比例介于蓝色和红色区域之间。

2.2 橡胶样品组分分布的均匀性分析

从市售某品牌聚乙丙烯橡胶上平整地切取一小块样品固定在红外显微镜上，通过大视野相机和 15 倍反射物镜观察和定位样品位置后 (如图 5 所示)，设置样品的扫描范围和光阑尺寸 (如图 6 所示)，使用显微 ATR 自动测定功能完成对样品指定区域的逐点扫描。

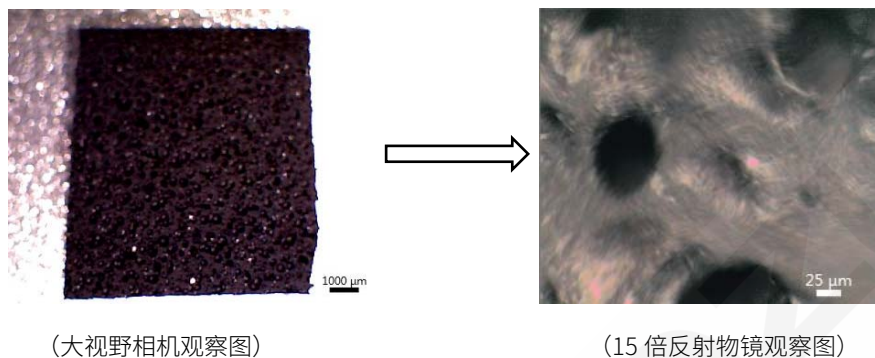


图 5 橡胶样品显微镜下观察图

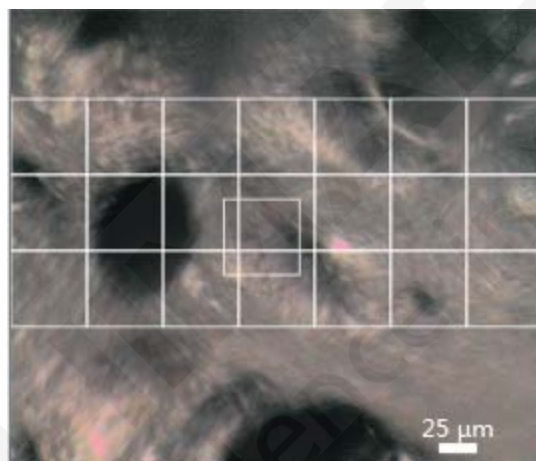


图 6 橡胶样品 Mapping 范围设定

2.2.1 橡胶样品红外显微 Mapping 成像

橡胶样品主成分为聚乙丙烯，含有添加剂碳酸钙。聚乙丙烯在 2920 cm^{-1} 处有 C-H 的伸缩振动吸收峰，碳酸钙在 1423 cm^{-1} 处有 C-O 的伸缩振动吸收峰。以 1423 cm^{-1} 对 2920 cm^{-1} 处的校正峰面积比进行 Mapping 成像拟合，得到橡胶样品的红外显微 Mapping 成像图如图 7 所示。

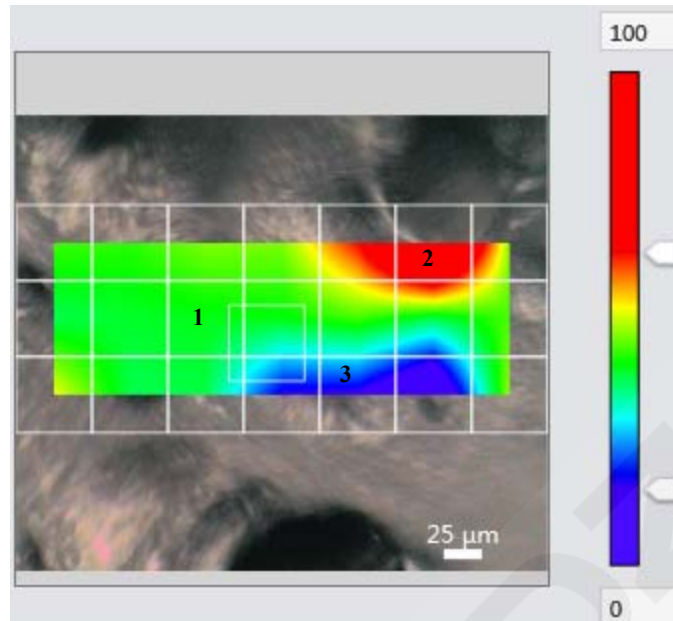


图 7 橡胶样品 Mapping 成像图

图 7 中典型位置 1、2、3 的红外光谱图对比如下图 8 所示：

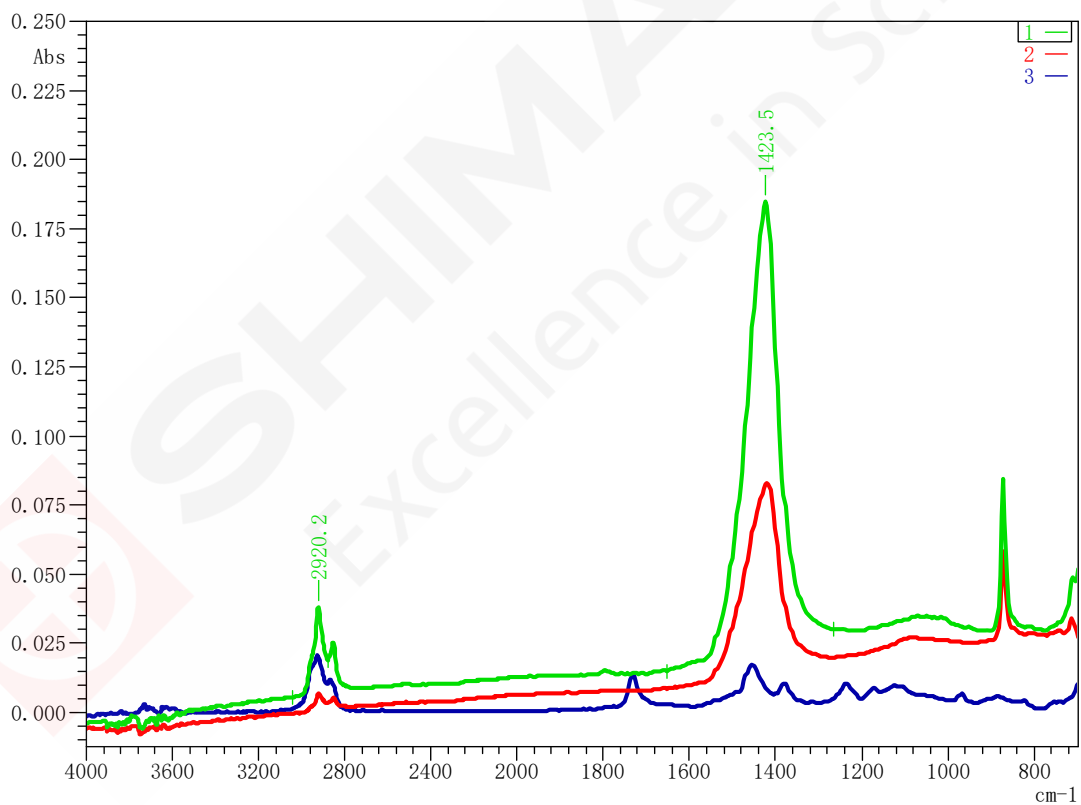


图 8 橡胶样品 Mapping 成像典型位置红外光谱图对比

2.2.2 橡胶样品红外显微 Mapping 成像结果分析

通过对橡胶样品进行红外显微 Mapping 成像可发现：本次取样的橡胶样品中，聚乙丙烯和碳酸钙的分布不均匀。图 7 中蓝色区域主要成分为聚乙丙烯，对应图 8 的红外光谱图可发现，蓝色区域内的采样点 3 未明显发现碳酸钙的吸收峰；红色区域则表示主成分为碳酸钙并含有少

量的聚乙烯，对应图 8 红外光谱图可发现，红色区域内的采样点 2 在 2920 cm^{-1} 处吸收峰相对强度较弱，说明聚乙烯含量较低；绿色区域表示添加剂碳酸钙的分布较均匀。

3. 结论

使用岛津红外显微镜 AIM-9000 软件的 Mapping 功能分别对药片和橡胶样品进行均匀性分析，可指定扫描区域和设定采样点大小，由仪器自动完成所选范围的逐点扫描，操作方便。通过选择合适的红外吸收峰进行拟合，可获得红外显微 Mapping 成像图，能直观地体现出样品组分的分布情况，为进一步了解样品性质提供参考信息。



红外显微系统 Mapping 功能测试锂电池用铝箔表面的油污

摘要：本文使用岛津红外显微系统 IRTracer-100+AIM-9000 的 Mapping 功能对锂电池用铝箔表面油污进行自动快速定性分析。通过选定铝箔表面某一区域并设置采样点，红外显微系统可自动进行逐点扫描，获得每个采样点的红外光谱图，再利用软件的 Mapping 计算功能可绘制铝箔表面油污的分布图，为直观了解锂电池用铝箔产品的玷污情况以污染物来源提供重要参考信息。

关键词：红外显微系统 锂电池 铝箔 Mapping 油污

锂电池在我们日常生活中被广泛应用，其存储容量、安全性和寿命等都是我们关注的指标。锂电池由正极、负极、隔膜和电解液等组成，其中锂电池用铝箔通常被用作正极的集电器，要求其表面无油、无折痕和无色差等，否则会影响锂电池的产品质量。

铝箔在轧制生产、运输和储存过程中可能会被润滑油、机械油或其它油类污染，必须对各个环节进行严格控制，确保铝箔的洁净度。因此，对铝箔表面进行测试，了解其是否被油类污染，对于评价铝箔质量非常重要。

傅立叶变换红外光谱是分析油类物质的有力工具，但传统的红外只能进行单点分析，难以实现区域性分析，无法全面展示铝箔区域的油类污染情况，而红外显微系统弥补了这些不足。红外显微系统可实现指定区域的扫描，获得区域内每个点的光谱图，再结合软件的 Mapping 功能，可直观展示整个范围内油类污染的分布情况，是分析铝箔表面油污的有力工具。

本文使用岛津红外显微系统建立了测试分析锂电池用铝箔表面油污分布的方法。通过使用软件的 Mapping 功能可绘制油污的分布图，整个分析过程自动化程度高，非常适合铝箔表面油污的定性分析。

1. 实验部分

1.1 仪器

岛津红外显微系统 IRTracer-100+AIM-9000



图 1. 红外显微系统 IRTracer-100+AIM-9000

1.2 分析条件

本测试方法的仪器条件见下表 1 所示。

表 1.分析条件

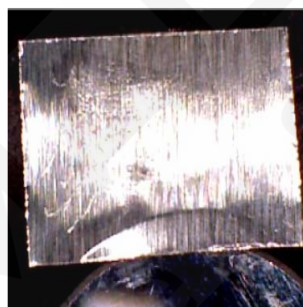
波数范围/cm ⁻¹	4000~700	测试模式	显微反射法
分辨率/cm ⁻¹	4	Mapping 类型	范围
扫描次数	25	光阑大小/μm	50×50
参比类型	铝镜	动镜速度	9
变迹函数	SqrTriangle	检测器	MCT

1.3 样品分析过程

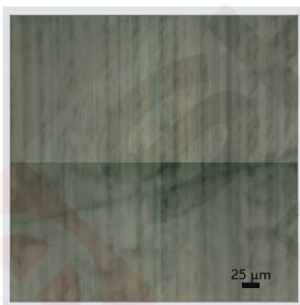
取某品牌的锂电池用铝箔产品，随机剪下 1cm×1cm 左右的铝箔片，平整地固定在载物台上直接测试。整个分析过程如下图 2 中步骤 (a) ~ (f) 所示。



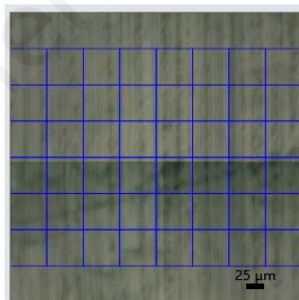
a 锂电池用铝箔样品



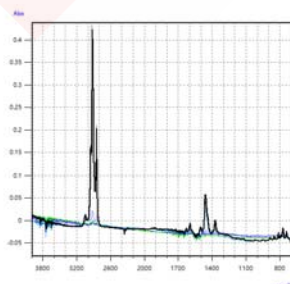
b 显微镜大视野相机下图片



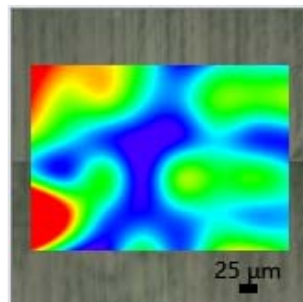
c 显微镜放大图



d 测试选定区域



e 数据采集



2 f 数据处理

图 2. 红外显微系统测试锂电池用铝箔表面油污分析流程

2. 结果与讨论

对锂电池用铝箔样品分别进行区域内的连续选点和间隔选点测试，并对采集的数据进行 Mapping 分析，绘制分布图，结果如下图 3~图 8 所示。

2.1 连续选点

对锂电池用铝箔表面选定区域内进行连续选点，然后由红外显微系统自动逐点完成测试。

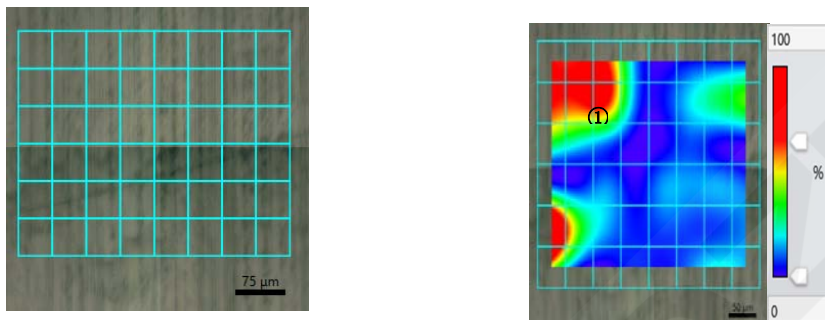


图 3 锂电池用铝箔表面选定区域连续选点图 图 4. 锂电池用铝箔表面连续选点 Mapping 图像

对逐点采集的红外光谱图进行综合解析和检索可知，该锂电池用铝箔表面的油污成分为石蜡油 (Paraffin oil)，其在 2926 cm^{-1} 附近有明显的 C-H 键吸收峰，以此吸收峰的校正峰高进行 Mapping，绘制得到的分布图如下图 4 所示，颜色越红表示油污越厚，因此可非常直观地发现肉眼无法观察到的油类污染情况。图 4 中采样点①处的红外光谱及检索结果如图 5 和图 6 所示。

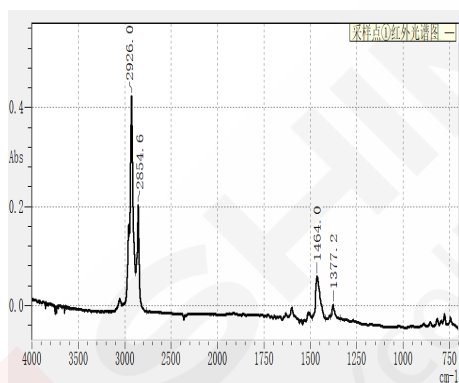


图 5. 采样点①红外光谱图

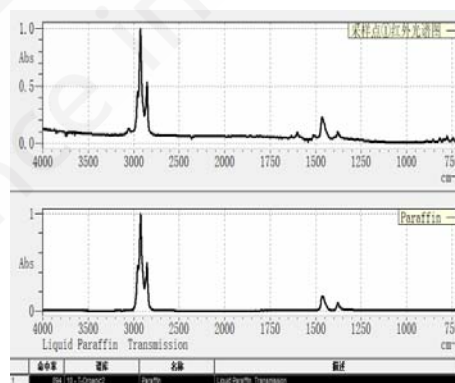


图 6. 采样点①红外光谱图检索结果

2.2 间隔选点

下图 7 为对锂电池用铝箔表面选定区域进行间隔选点，选点个数设定为 8×10 个，软件自动均匀设置各个采样点，再由红外显微系统逐点自动完成测试。样品按相同流程测试后进行 Mapping 分析，得到间隔选点测试的油污分布如图 8 所示。



图 7. 锂电池用铝箔表面选定区域间隔选点图

图 8. 锂电池用铝箔表面间隔选点 Mapping 图像

2.3 结果分析

从红外显微的 Mapping 图上可直观了解锂电池用铝箔表面的油污分布情况。其中，连续选点扫描模式适合选定范围内所有区域的测试，Mapping 的分辨率和代表性更好，而间隔选点模式属于离散扫描，适合更大范围的快速 Mapping。实验结果表明，所测试的锂电池用铝箔表面检测到了石蜡油成分。相比于传统的单点扫描，Mapping 功能将测试过程变得有序化和整体化，减少了测试盲点。

3. 结论

利用岛津红外显微系统 IRTracer-100+AIM-9000 的 Mapping 功能对锂电池用铝箔表面油污进行自动测试，通过软件计算绘制的 Mapping 图可直观地发现肉眼无法观察到的油污分布情况，分析过程自动化和智能化程度高，非常适合铝箔表面油污的测试检查，可为锂电池用铝箔生产过程的质量控制提供参考。



SHIMADZU
Excellence in Science

红外显微镜法测定玻璃板上聚酰亚胺薄膜的环化率

摘要：本文使用 IRTracer-100 和 AIM-9000 红外显微镜联用系统分析了玻璃片上 75 nm 厚度的聚酰亚胺 PI 镀膜并计算了环化率。实验表明，该方法快速、无损、灵敏度高，可以分析 PI 层制作的相关制程，完善制作流程，进而提高液晶显示面板的生产良率。

关键词：红外显微镜系统 AIM-9000 聚酰亚胺 环化率

聚酰亚胺 (PI) 是指主链上含有酰亚胺环(-CO-NH-CO-)的一类聚合物，是综合性能最佳的有机高分子材料之一，耐高温达 400°C 以上，长期使用温度范围-200~300°C，高绝缘性能。聚酰亚胺作为一种特种工程材料，已广泛应用在航空、航天、微电子、纳米、液晶、分离膜、激光等领域。因其在性能和合成方面的突出特点，不论是作为结构材料或是作为功能性材料，其巨大的应用前景已经得到充分的认识，被称为是“解决问题的能手”，并认为没有聚酰亚胺就不会有今天的微电子技术。流延法是目前生产PI薄膜的主要加工工艺：将聚酰胺酸 (PAA) 溶液流延到光谱的基材表面，经脱溶剂，用热环化法制备PI薄膜。热环化是一个十分复杂的过程，对薄膜最终的性能有着显著的影响。所以PI环化率的测试，是监测其性能的重要手段。

红外光谱法是研究聚酰亚胺合成环化过程中的优选手段，可以用透射红外、反射红外、反射吸收红外、漫反射和衰减全反射等多种红外测量方式进行，但是当超薄的PI镀在玻璃片上时，无法脱模处理，由于玻璃强烈的红外吸收会覆盖微弱的PI的吸收峰，本文利用显微红外光谱法测试了玻璃片上75 nm厚度的PI镀膜不同温度阶段的红外光谱并计算了环化率。

1. 原理

1380 cm^{-1} 附近峰为 C-N 伸缩振动，代表酰亚胺化程度，1500 cm^{-1} 附近峰为苯环的吸收峰。根据 Lambert-Beer 定律，所测酰亚胺基团特征峰的吸收强度可用来定量亚胺化程度。每个样品的 C-N 吸收峰峰高都经过苯环吸收峰 1500 cm^{-1} 校正，尽可能地消除含量不同、膜厚变化等因素，程序升温至 300°C 时认为已完全亚胺化，则相对亚胺化程度即环化率由式 (1) 计算：

$$\text{环化率} = (H_{1380}/H_{1500})_T / (H_{1380}/H_{1500})_{300} * 100\% \quad (1)$$

式中， $(H_{1380}/H_{1500})_T$ 是温度 T 时 C-N 吸收峰高与苯环吸收峰峰高的比值， $(H_{1380}/H_{1500})_{300}$ 是程序升温至 300°C 时两吸收峰峰高的比值。

2. 仪器装置

岛津 IRTracer-100 和红外红显微镜 AIM-9000

表 1 红外显微镜测试参数

项 目	参 数
测定方式	吸光度
测试范围	4000 cm^{-1} - 700 cm^{-1}
实验方法	显微 ATR 法
光阑尺寸	50 \times 50 μm

3. 分析条件及优化

无需前处理，直接用显微 ATR 测试镀膜面。分辨用 2 cm^{-1} 、4 cm^{-1} 和 8 cm^{-1} 分辨率扫描环化后 PI，不同分辨率时红外光谱图如下：

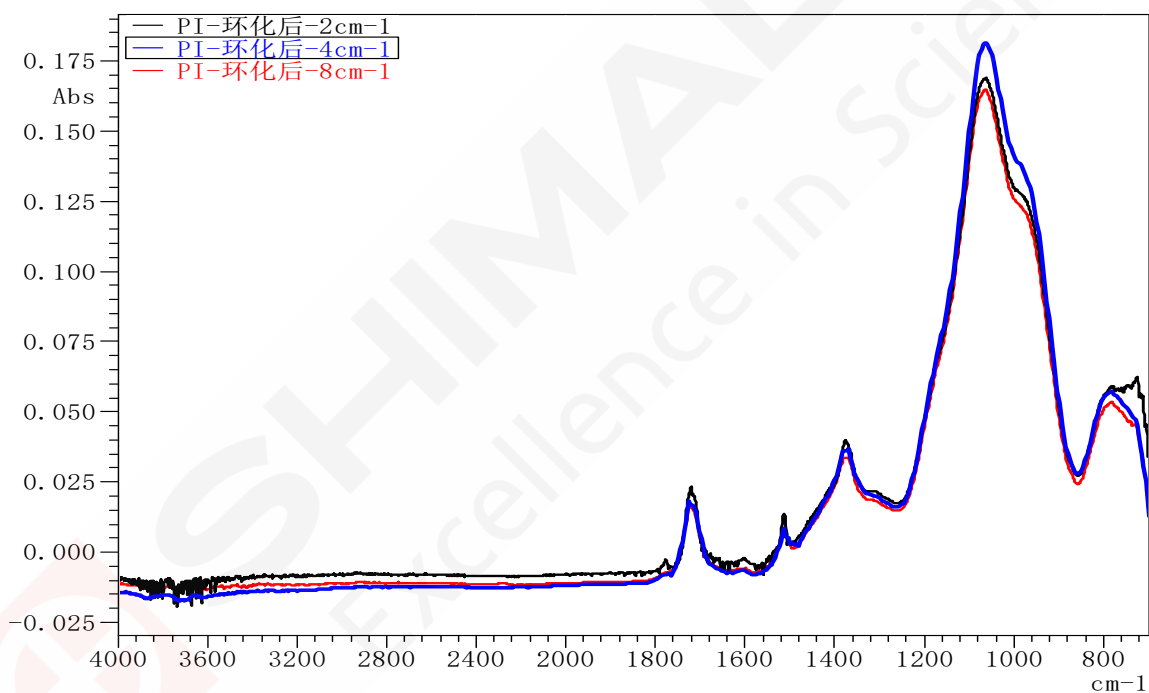


图 1 不同分辨率扫描 220 $^{\circ}\text{C}$ 环化后样品

局部放大图：

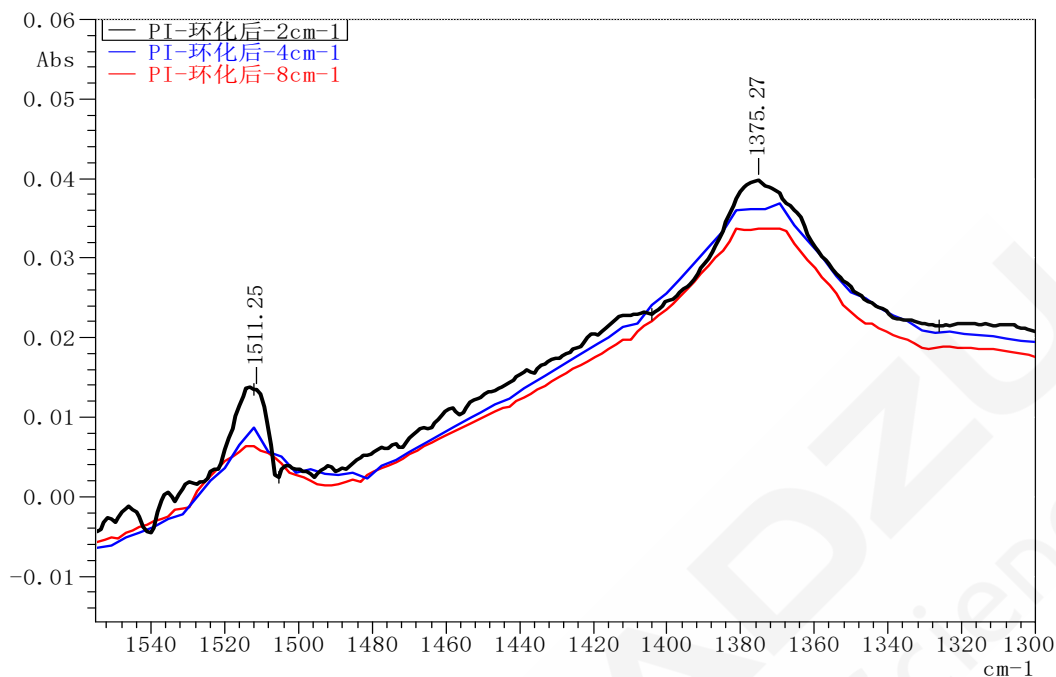


图2 不同分辨率扫描 220°C环化后样品局部放大图

由上图可以看出，分辨率越小，峰越尖锐，但是噪音也越大，综合考虑此处选择分辨率 4 cm⁻¹。

4. 分析结果

测试了不同温度阶段的 PI 镀膜的红外光谱，如下图：

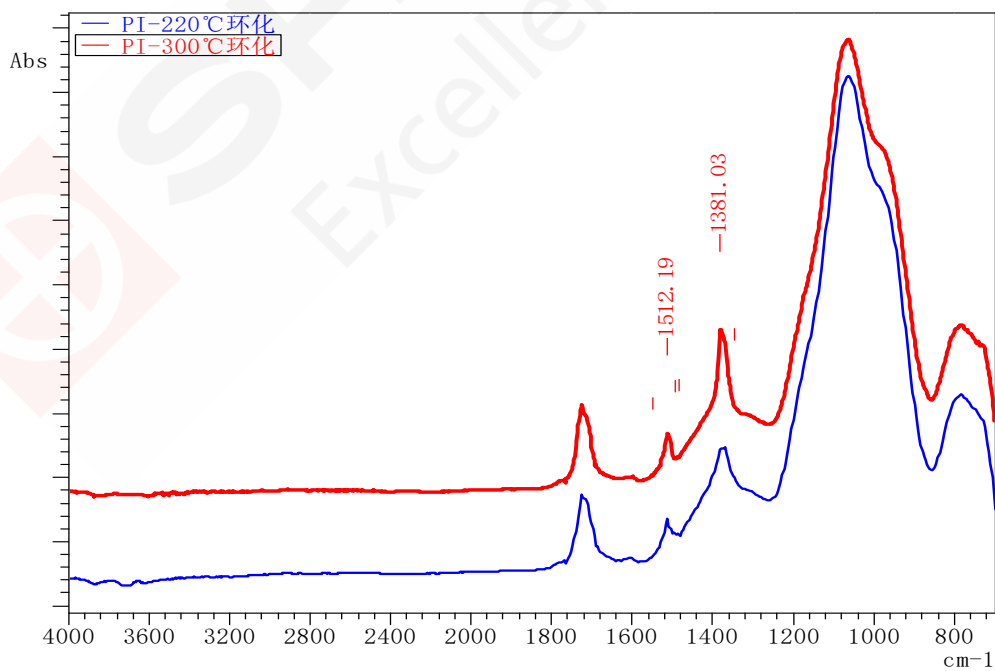


图4 不同温度环化后红外光谱结果对比

$$\begin{aligned}\text{环化率} &= (H_{1380}/H_{1500})_{\tau} / (H_{1380}/H_{1500})_{300} * 100\% \\ &= (0.036/0.009)_{220} / (0.051/0.011)_{300} * 100\% \\ &= 90.17\%\end{aligned}$$

经计算可得，该片 PI 样品的环化率为 90.17%。

5. 结论

本文利用 IRTracer-100、AIM-9000 红外显微镜联用系统分析了玻璃板上 75 nm 厚的聚酰亚胺薄膜，结果表明：红外显微镜的光电导检测器 MCT 具有极高的灵敏度，信号很弱也可以得到信噪比很高的光谱，是微小样品、超薄样品分析的有效手段。红外显微光谱法具有快速、无损、量少、可视化等优点，为完善 PI 超薄镀层的制作流程，进而提高液晶显示面板的生产良率，提供了技术依据。

岛津 EDX 和红外显微镜 AIM 测试人工晶体上的异物

摘要：对医疗材料表面的异物使用岛津能量色散X射线荧光和红外光谱仪进行测试，解析得到的异物成分与文献报道一致。

关键词：人工晶体 红外光谱仪（FTIR） 能量色散型X射线荧光分析仪（EDX）

人工晶状植入术体是目前矫正无晶状体眼屈光的最有效的方法，它在解剖上和光学上取代了眼睛原来的晶状体，构成了一个近似正常的系统，尤其是固定在正常晶状体生理位置上的后房型人工晶状体。其术后可迅速恢复视力，易建立双眼单视和立体视觉。

在上海某医院，一名患者在眼部植入人工晶体五年后，手术效果出现非正常下降。为了排查原因，将人工晶体取出进行剖析，发现晶体一侧表面已非本来的光滑状态，出现了混浊。该表面的混浊是植入效果变差的原因，但晶体表面变浑的原因不明。研究其混浊部分的来源，对延长人工晶体植入术的疗效有积极意义。

该人工晶体材质为聚甲基丙烯酸甲酯，简称 PMMA。植入人体后，表面沉积的物质可能为有机质，也可能为无机的生物钙化物质。为了更全面的剖析其成分，我们结合岛津 EDX 和 FTIR 对其表面混浊部位进行了分析。

1 实验部分

1.1 仪器

EDX-8000 能量色散型 X 射线荧光分析仪 岛津 IRTracer-100 和 AIM-9000 联用光谱仪

1.2 测试条件

EDX 测试条件

电 压：50kV

氛 围：真空

滤 光 片：2#、4#

积分时间：100s

红外显微镜测试条件

波长范围：4000~700cm⁻¹

分 辨 率：8cm⁻¹

扫描次数：50

切趾函数：Happ-Genzel

1.3 样品

植入后取出的人工晶体表面混浊物，晶体材料 PMMA



图 1 样品实物图

1.4 样品前处理

样品在委托前，在其它机构已使用扫描电子显微镜（SEM）进行了测试，未得到有意义的结果。但由于 SEM 对非导电样品需要表面处理镀膜，所以样品表面已带有金属膜。

EDX：将样品装至带有聚丙烯膜的样杯中，杯口另用塑料膜封住，用针尖在该膜上扎数个小孔后放入仪器样品仓中，在真空下进行测试。

FTIR-AIM：分别在表面和截面刮下少量异物，使用红外显微镜进行测试分析

2. 测试结果

2.1 红外显微镜图像



图 2 样品表面红外显微镜下照片



图 3 样品截面红外显微镜下照片

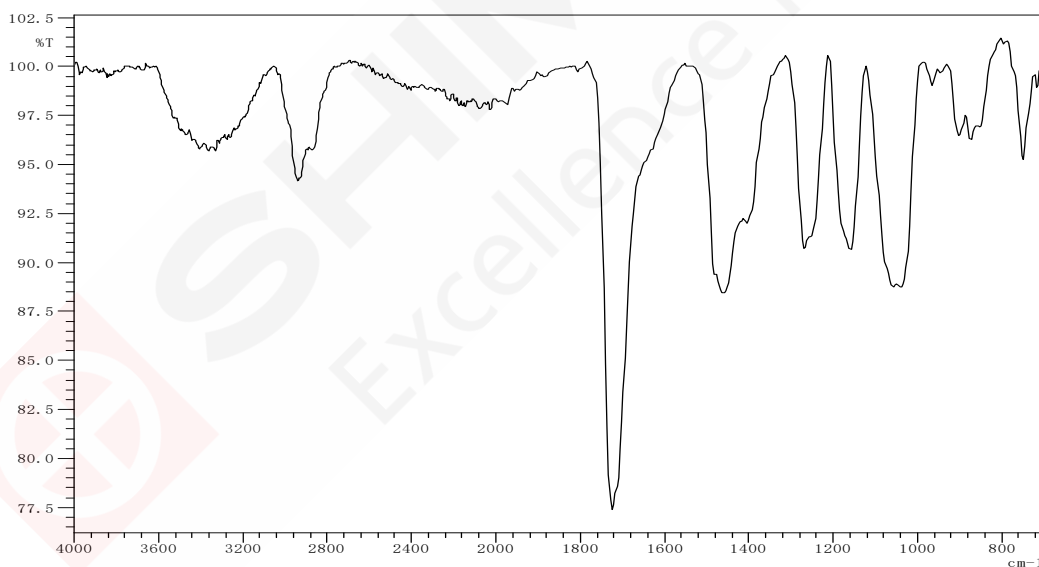


图 4 样品表面红外光谱图

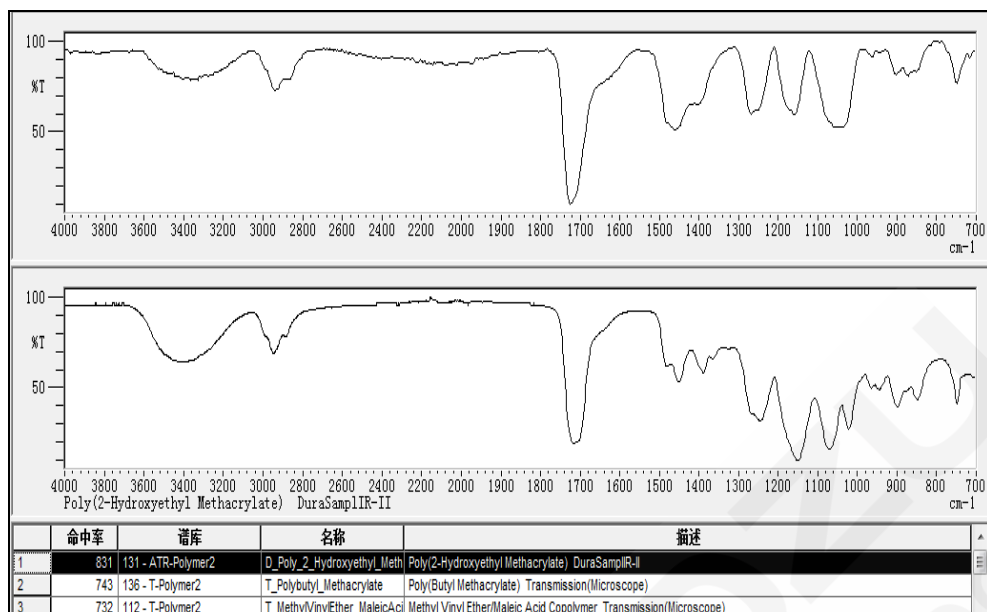


图5 表面成分可能是聚(2-羟乙基-甲基丙烯酸酯)

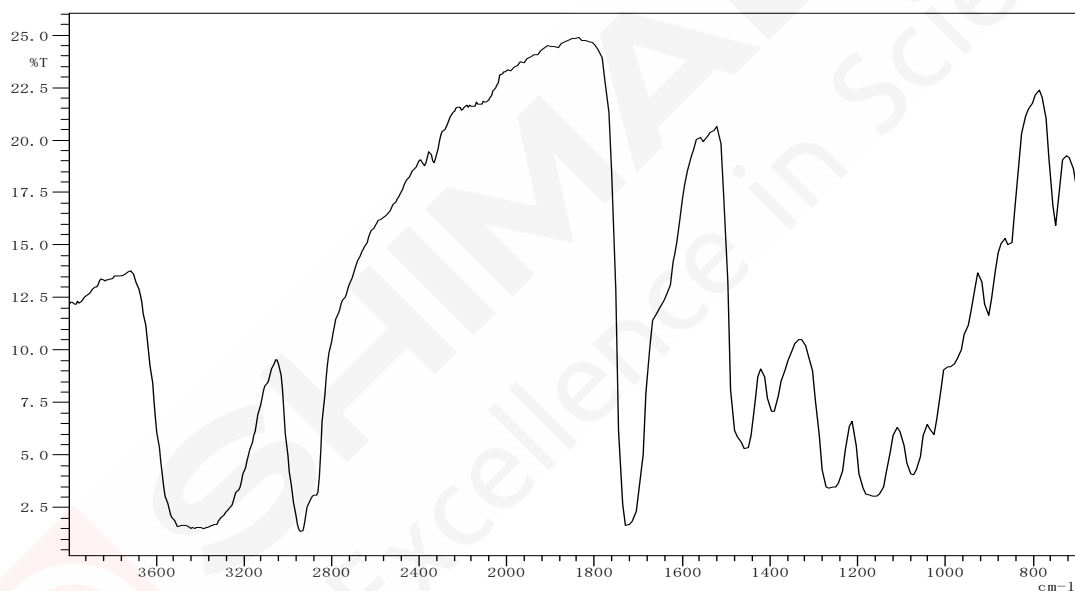


图6 样品截面红外光谱图

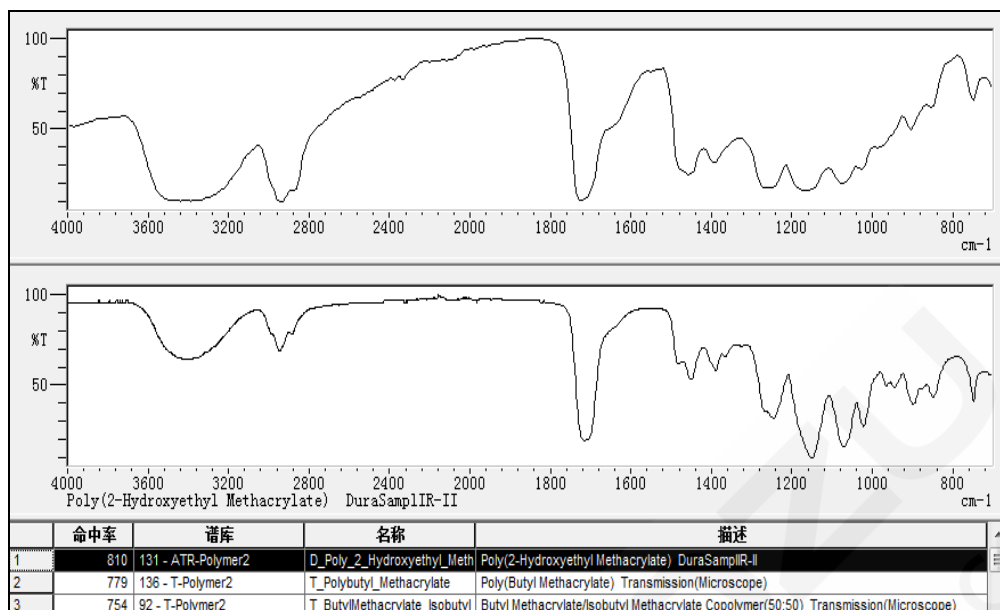


图 7 截面成分可能是聚(2-羟乙基-甲基丙烯酸酯)

由以上测试结果表明，该人工晶体样品红外显微镜测试截面和表面成分一致，说明样品表面异物不是有机物质，可能是无机物质，所以进行了 EDX 测试。

2.2 EDX 测试

在相同条件下，使用 EDX 对晶体的混浊面和光滑面进行了定性分析，图 4 为两者的 EDX 谱图比对。图中，在第一段 Al-U 通道没有明显差异，谱图中均包含 Os 的 L 系谱峰。样品厚度仅 1mm，主要材质为 PMMA，OsL 系谱峰可以穿透该样品，因此在 Al-U 通道均检测到 Os 峰不能得到明确结论。在 C-Sc 和 S-K 图中，通过比对发现混浊面的谱图中较光滑面多了 Na 元素的谱峰，Ca 元素的谱峰也较光滑面明显高出。此外，在 C-Sc 通道的 2keV 处两段谱图中都有很强的谱峰，但峰位有差异。其中红色谱线峰尖在 OsMα 处，而蓝色谱线峰尖在 P Kα 处，但在 OsMα 处也有凸出的轮廓，且该处强度较红色谱弱。说明在混浊面（蓝色谱）中有较强的 PKα 谱峰，即该部位含有 P，同时也含有 Os，但浓度较光滑面（红色谱）低。对于两段谱图中均含有的 AlKα 峰，注意到其在两段谱中的强度变化与 OsMα 完全一致，说明样品两面均含有 Al，且与 Os 来源相同，处于表层的同一纵深。联系样品之前经过了 SEM 的镀膜前处理，Os 和 Al 可能为镀膜处理所引入。而镀膜处理中没有控制仅单面镀膜，导致样品双面都附着了 Os 和 Al 元素。

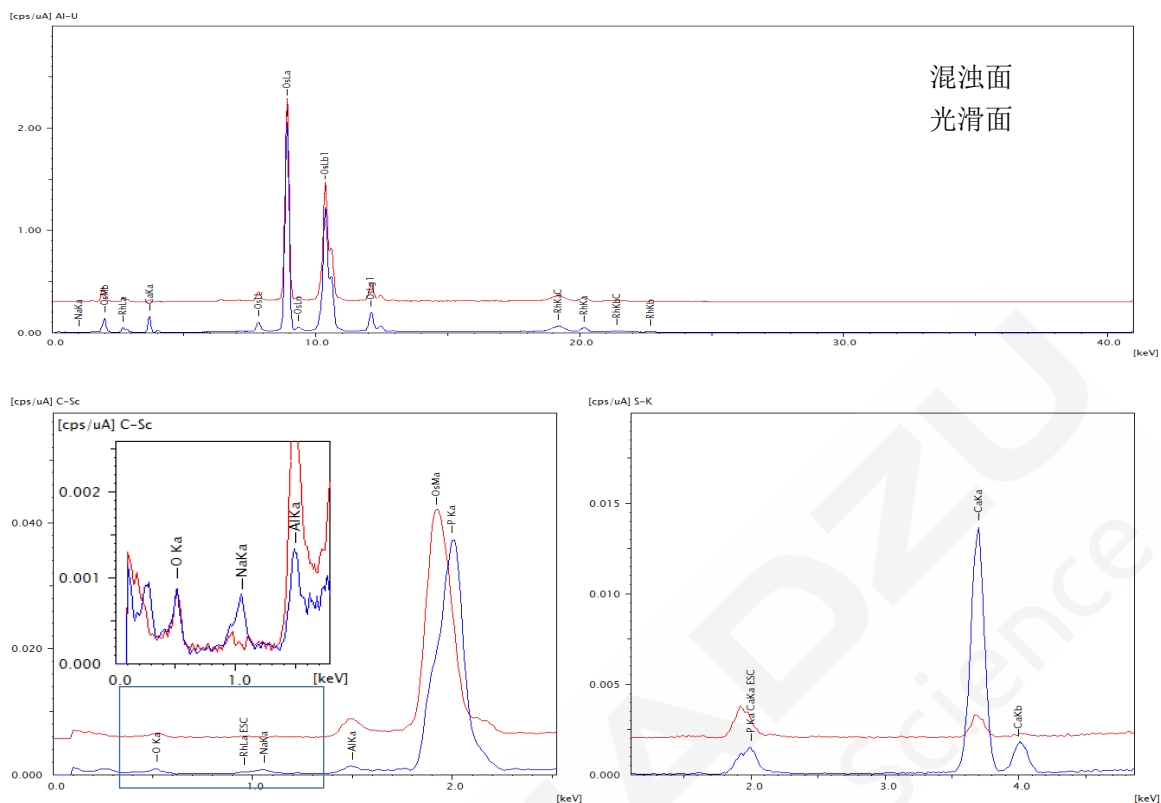


图 8 样品混浊面和光滑面的 EDX 谱图比对

根据谱图比对和分析，晶体的混浊面含有 Na、P 和 Ca 元素，外面表覆有 Al 和 Os，使用薄膜 FP 法计算得到表面附着物浓度如下：

分析 报告		Report No.
样品信息 样品名称 晶体混浊面-1mm 测定日時 2017/01/20 15:56:47 注释 Quick&easy Air-Metal 分析组 easy scan-vac 操作者		
定量结果		
元素	结果	3*标准偏差 处理-计算 线 强度
====[第 1 层]: Base		
	0.39 mg/cm2	[-----] 总合 -----
Os	99.0 %	[1.2] 定量分析-FP OsLa 1.218
Al	1.0 %	[0.2] 定量分析-FP AlKa 0.009
====[第 2 层]: Layer2		
Layer2	26.64 mg/cm2	[-----] 总合 -----
P	61.3 %	[1.1] 定量分析-FP P Ka 0.407
Na	21.3 %	[8.4] 定量分析-FP NaKa 0.004
Ca	17.4 %	[0.3] 定量分析-FP CaKa 0.423
====[基体]= Base		
CH2O	100.000 %	[-----] 固定 -----

由于表面形态的不确定性，EDX 未能定量样品中的 C 和 O，按元素形态计算 Na、P 和 Ca 含量，得到以上结果。在文献中，也有晶体植入后与生物组织接触，在表面检测到 Na、P 和 Ca 的报道，P 和 Ca 为生物钙化形成的磷酸钙沉积，Na 元素的来源暂未有类似报道。

3. 结论

本文使用岛津红外显微镜AIM-9000和EDX，对已植入的人工晶体表面异物进行了分析。因人工晶体为PMMA材质，其本体在红外上有很强的吸收，没有检测到混浊面和正常面的差异。但EDX检测中发现混浊部位含有Na、P和Ca元素，并通过基本参数法得到了半定量结果。结合生物组织信息，我们所检出的元素与文献报道中的磷酸钙沉积一致。在生物领域无机元素的定性剖析中，EDX可发挥其无破坏性、定性方便快捷，并可实现半定量和薄膜分析的效果，具有很好的应用前景。



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

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、各个反应起始物和中间体，或不洁净的空间和包装材料的引入。有机类异物则可能来源于工艺设备或反应过程。当生产过程中出现异物时，寻找污染源或者污染环节并进行排除是改善配方体系、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。

1. 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：4000~700 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： ${}^6\text{C}\sim{}_{92}\text{U}$

靶材：Rh

氛围：氦气

准直器：1mm

光管电压：0~50kV

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

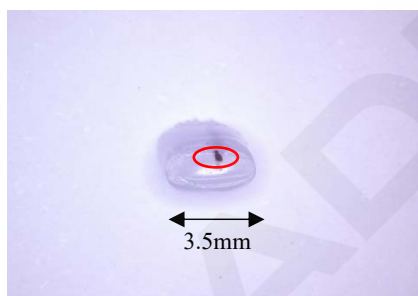


图 3. 光学显微镜下拍摄的图片

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 红外显微镜进行透射率测试，然后在使用 EDX-8100 进行无机分析。

2. 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：

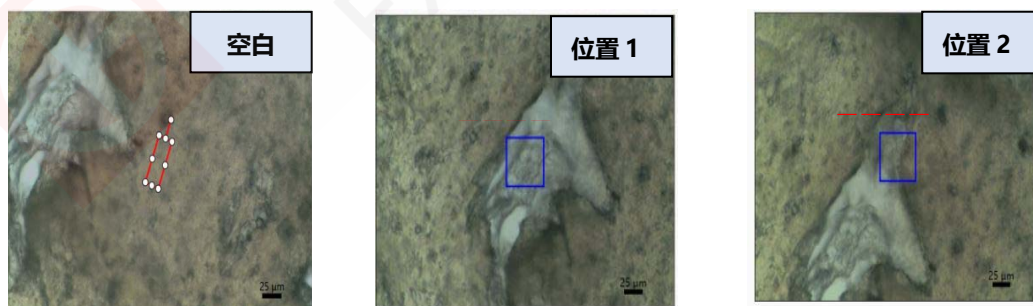


图 4. 样品显微镜下图片

2.2 红外测试结果

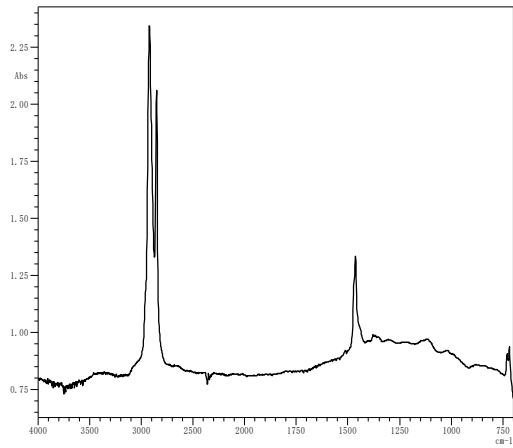


图 5. 位置 1 异物红外光谱图

谱图检索结果表明：位置 1 的异物为聚乙烯。

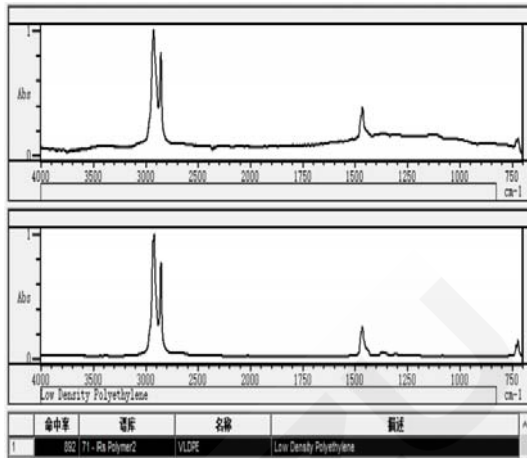


图 6. 位置 1 异物分析结果

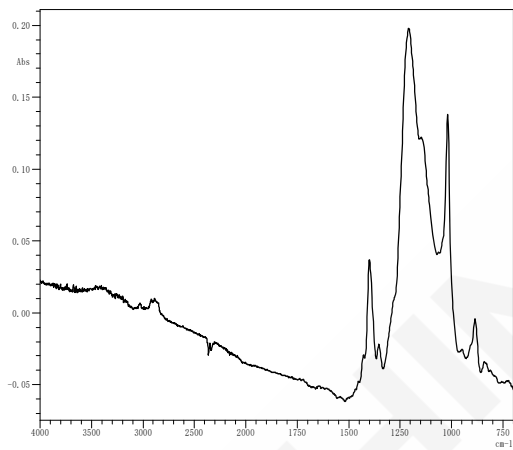


图 7. 位置 2 异物红外光谱图

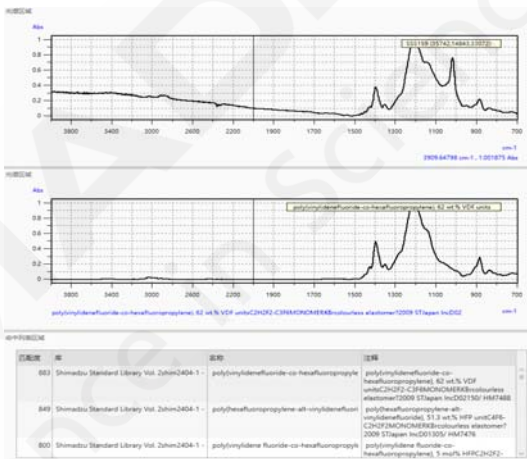


图 8. 位置 2 异物分析结果

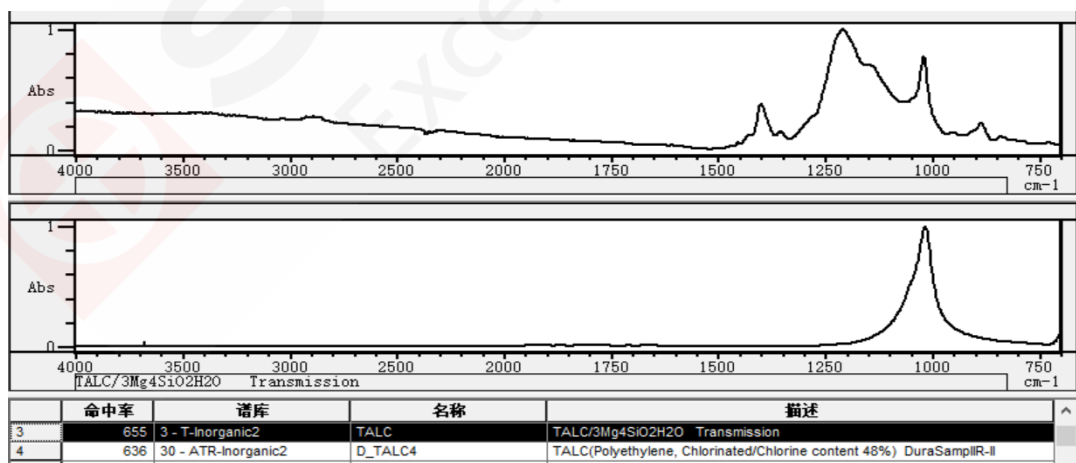


图 9. 位置 2 异物分析结果

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

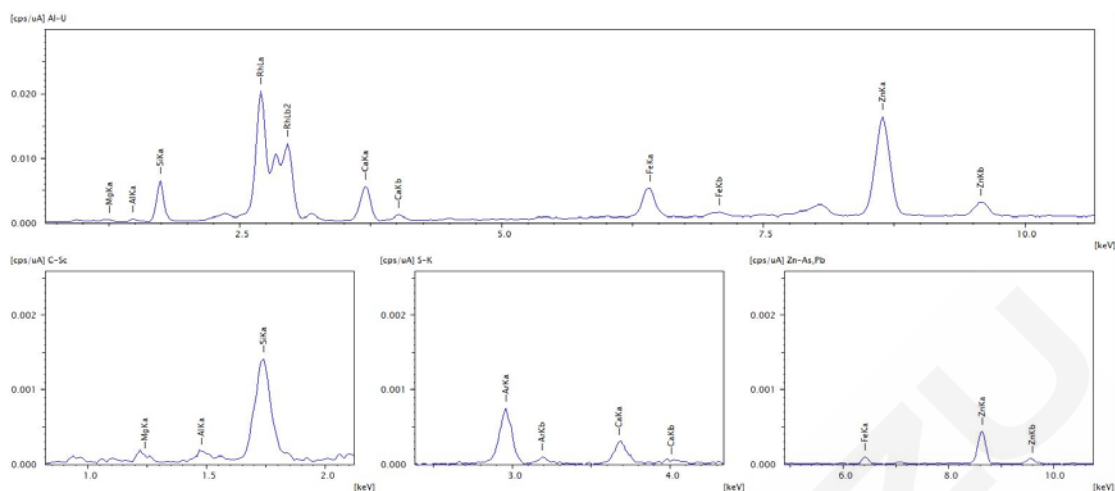


图 10. EDX 分析结果

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。

3. 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。

二、医药

医药行业是我国国民经济的重要组成部分，医药关乎人类生命健康，药物原料及包材品质都关乎药物品质。特别近年来，注射剂“可见异物”被频繁检出，牵动着大家敏感的神经。由于生产工艺或生产环境等原因，一些灌装药液产品中可能含有玻璃碎屑、纤维、橡胶、毛发、烟雾、白点等异物，会对病人身体造成极大的危害。《中国药典》2020年版通则0904 可见异物检查法中明确规定，常用检查法有灯检法和光散射法。两种方法可以检查药物中是否存在可见异物，判断产品是否合格，但是无法对异物成分进行分析，无法追溯异物来源。结合红外显微镜的优势，可以对异物成分进行分析，追溯异物来源。另外对于多层药包材检测，《YBB 00262004-2015 包装材料红外光谱测定法》也规定了红外显微镜测试多层膜成分方法。



岛津红外显微镜定性分析医药包材的多层膜

摘要：本文参考《国家药品监督管理局 国家药品包装容器（材料）标准》YBB00342002-2015，对五层膜输液袋的每层膜进行红外定性分析。

关键词：傅立叶变换红外光谱仪 医药 药包材 多层膜

20 世纪 60 年代之前中国大输液包装容器几乎都是玻璃瓶，90 年代多层共挤膜的输液生产线进入我国。随着技术的不断进步和膜材成本的降低，多层共挤膜在输液产品包装的应用中将发挥重要作用。近年来，多层共挤膜软袋输液生产线替代输液瓶生产线在我国已成为一种发展趋势。自 2002 年，我国食品药品监督管理局已批准注册多个多层共挤膜输液用袋。

为了有效地加强对药包材产品的质量控制，便于药品生产企业的使用，国家在参考 Rubber-Identification-Infrared spectrometric method (ISO4650-1987)、红外光谱分析方法通则 (GB/T 6040-2002)、橡胶红外鉴定 (GB/T 7746-2001)、中国药典、欧洲药典和德国标准 DIN58363-15: 1996 的基础上，按照中国药典编写格式进行起草了多层共挤膜输液用膜、袋质量标准，收载于《国家药品监督管理局直接接触药品的包装材料和容器标准汇编（第二辑）》。多层共挤膜输液用袋生产用料具有严格的药用质量标准，生产过程中不使用粘合剂和增塑剂，其内层材料无毒、惰性、具有良好的热封性；外层材料机械性较强，可以清晰印刷。

目前三层共挤膜输液用袋的膜分内层，中层和外层，五层共挤膜输液用袋的膜分内层，第二层，第三层，第四层和第五层。除此之外，还有七层膜。本文参考《国家药品监督管理局 国家药品包装容器（材料）标准》YBB00342002-2015，对五层膜输液袋的每层膜进行红外定性分析。

1. 方法

将药包材多层膜用切片机切成 20 μm 厚度的薄片，将薄片转移至高压金刚石池压平，使用红外显微镜透过模式测定每层样品。

2. 分析条件

分析仪器：IRTracer-100；AIM-9000（红外显微镜）

检测器：MCT

波长范围：4000~700 cm^{-1}

分辨率：8 cm^{-1}

扫描次数：50 次

3. 实验部分

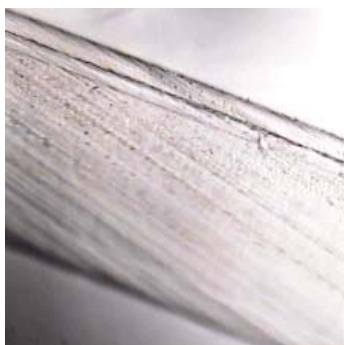


图 1 横截面显微镜图片

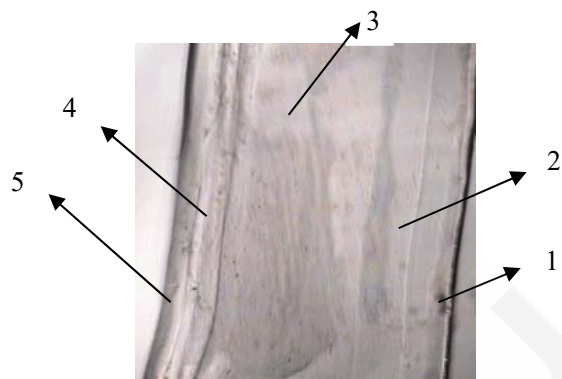


图 2 横截面金刚石压片后显微镜图片

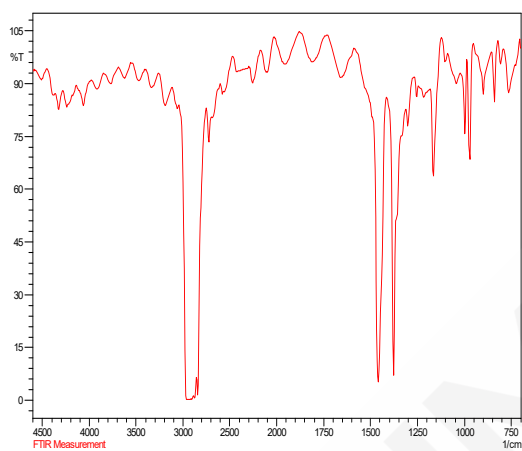


图 3 第一层聚丙烯红外光谱图

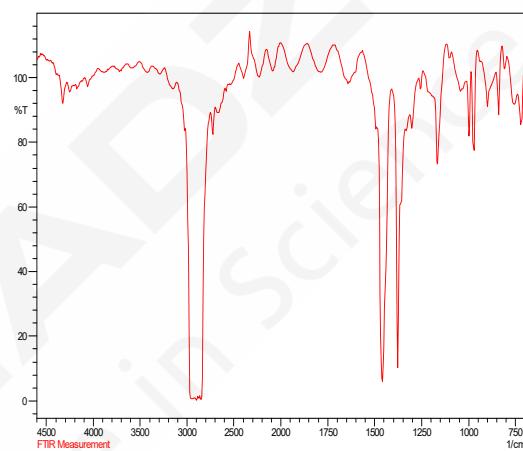


图 4 第二层聚丙烯和聚乙烯共聚物红外光谱图

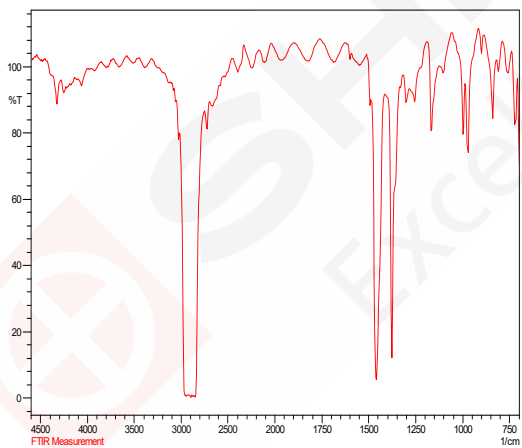


图 5 第三层聚丙烯和聚乙烯共聚物红外光谱图

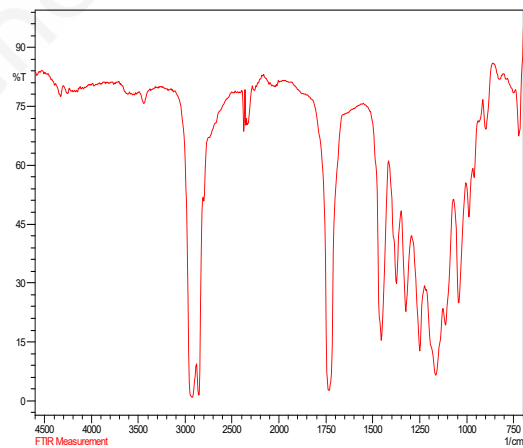


图 6 第四层聚乙烯-聚丙烯酯共聚物红外光谱图

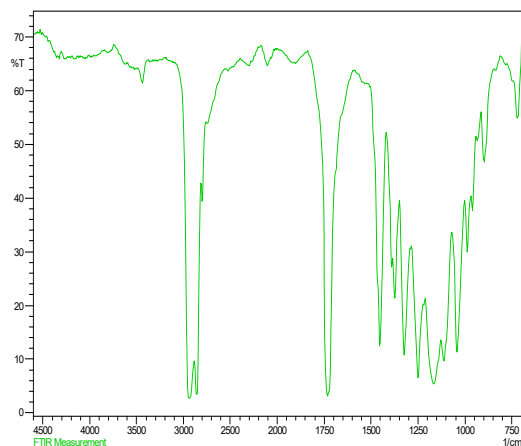


图7 第五层（乙烯-丙烯酸酯）和（乙烯-醋酸乙烯酯）共聚物红外光谱图

4. 结果与讨论

通过对红外谱图进行分析，得出五层膜的成分分别是聚丙烯；聚丙烯和聚乙烯共聚物；聚丙烯和聚乙烯共聚物；聚乙烯-聚丙烯乙酯共聚物；（乙烯-丙烯酸酯）和（乙烯-醋酸乙烯酯）共聚物。

岛津红外显微镜可视观察的同步测定对多层薄膜进行分析

摘要：使用红外显微镜 AIM-9000 及 AIMsolution 分析软件，可以在对扫描点进行可视观察的同时，测定该扫描点的光谱。本文向您介绍通过可视观察的同步测定对多层薄膜进行分析的示例。

关键字：红外显微镜 可视观察 同步测定 多层膜

1. 多层薄膜的测定

图 1 为用切片机切成厚度为 20 μm 的多层薄膜截面显微镜图像。由图可知，该薄膜至少由 4 层构成。水平放置多层薄膜样品，利用透射法进行光谱测定。如图 2 所示，首先指定样品和背景 (BKG) 的扫描点。本次分析的背景位置为没有薄膜的地方 (空气)，将扫描点 1 和 4 的光阑设为 50 \times 50 μm ，扫描点 2 和 3 的光阑设为 20 \times 50 μm 。背景扫描需要将光阑尺寸与扫描点设为相同的数值。如果在不同尺寸下选择了多个扫描点，将自动扫描各光阑尺寸下的背景。

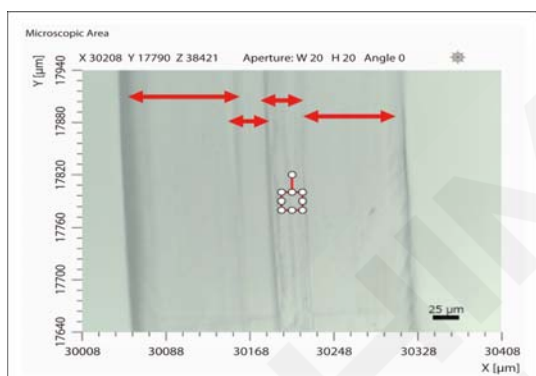


图 1 多层薄膜截面的显微镜图像

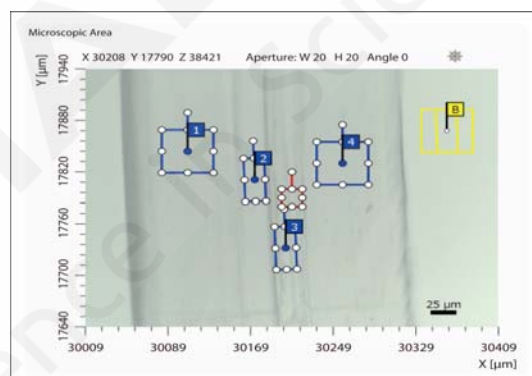


图 2 扫描点显示图像

2. 测定条件

仪器	: IRTracer-100 AIM-9000
分辨率	: 8 cm^{-1}
扫描次数	: 10
变迹函数	: SqrTriangle
检测器	: MCT
光阑尺寸	: 20 \times 50 μm , 50 \times 50 μm

3. 分析结果

为测定得到的显微区域图像及各扫描点的光谱。分析结束后，AIMsolution 分析软件会自动启动，可以轻松进行数据处理和光谱检索，图 5 为 AIMsolution Analysis 软件窗口。因为各

扫描点的颜色与各光谱的颜色对应，所以易于进行比较。图 6 为检索结果，上图为得到的光谱；中图为命中的光谱；下图为命中列表。

使用该软件可顺利完成从扫描位置的确认到扫描、分析等一系列操作，为操作人员提供了有力的支持。

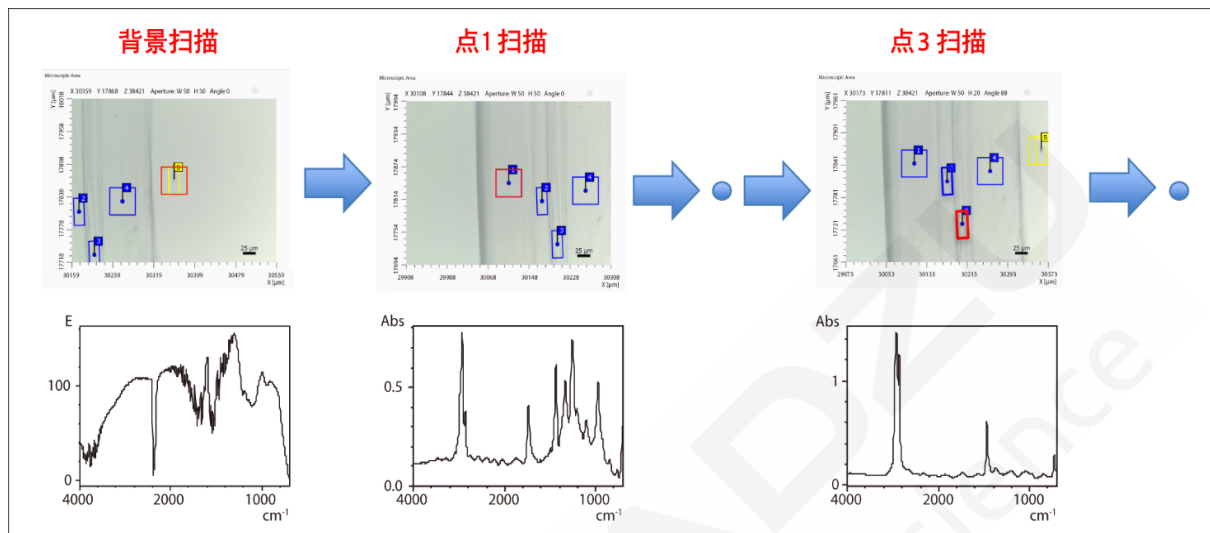


图 4 测定得到的显微图像和光谱



图 5 AIMsolution 分析软件窗口

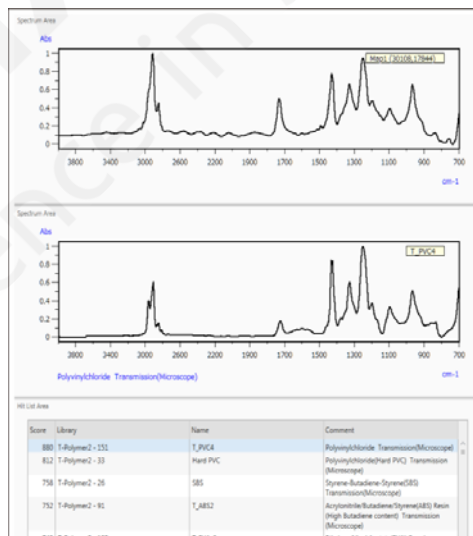


图 6 检索结果窗口

4. 结论

通过可视观察的同步测定可以实时确认各扫描点的图像和光谱。另外，因为 AIMsolution 分析软件以相同颜色显示各扫描点及其光谱，所以不仅可视觉确认扫描信息，还可以简单地进行分析校正等数据处理和检索操作。综上所述，使用 AIM-9000、AIMsolution Measurement 软件和 AIMsolution 分析软件，在每一个操作步骤都可以瞬间获得准确的数据，实现了前所未有的轻松分析。

岛津红外显微镜 AIM-9000 对药物片剂表面的异物分析

摘要: 在药物的质量管理中, 次品的产生原因分析是一项十分重要的工作。虽然异物和污染物的大小和形状不同, 分析方法也存在差异, 但在分析药物片剂的缺陷部位时多会用到红外显微镜。本文使用岛津红外显微镜 AIM-9000 对药物片剂表面的异物进行了定性分析, 以下将为大家进行介绍。

关键字: 药物 异物 红外显微镜

在市售的药物片剂表面上发现了微小的异物, 严重影响药物质量。为查明异物来源, 需要使用 AIM-9000 对其成分进行测试分析。该异物的测量方法包括: ①在固定各片剂的状态下通过直接 ATR 法测量, ②用针等采样后通过透射法或 ATR 法测量的两种方法。采用显微镜和大视野相机对异物进行观察, 研究最佳方法。

1. 测试方法确定

首先使用岛津 AIM-9000 选配的大视野相机观察药物片剂的图像如 1 所示, 异物的大小约为 100 μm 。观察到异物附着在了片剂的表面, 因此直接用 ATR 法进行了测量。

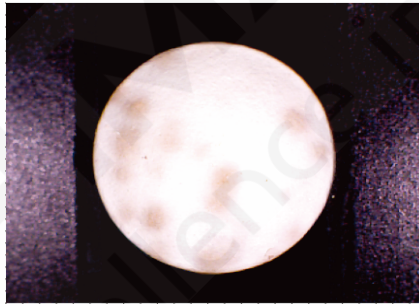


图 1 异物的观察图像

2. 分析仪器及条件

表1 测试条件

项目	参数
仪器	: IRTracer-100, AIM-9000
测试方式	: 显微 ATR
分辨率	: 8 cm^{-1}
扫描次数	: 45
变迹函数	: Happ-Genzel
光阑大小	: 100 μm \times 100 μm
检测器	: MCT

3. 测试过程

为将测量面水平固定，使用了 Micro Vice Holder 来夹持片剂，如图 2 所示。通过旋转两端的螺杆，能夹持宽约 40 mm，长约 40 mm 以下的样品。关于 ATR 晶体，考虑到异物的厚度可能较薄，为了尽可能的仅获取异物的光谱，采用了红外光穿透深度较浅的 Ge 晶体。进行测量的异物的观察图像如图 3 所示，蓝框为用于测量的光圈 ($100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$)。

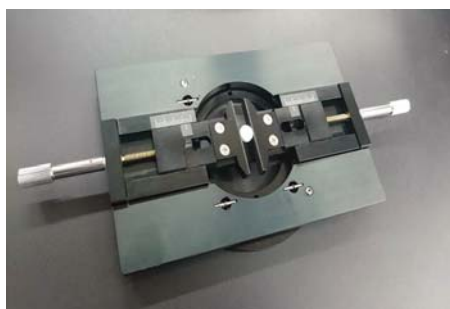


图 2 通过 Micro Vice Holder 夹住片剂

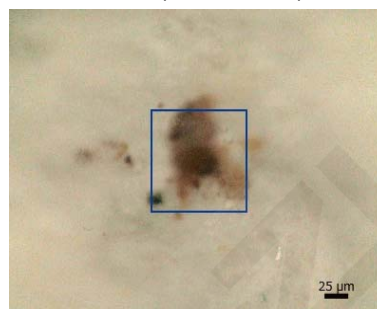


图 3 片剂表面异物的观察图像

4. 测试结果

为了进行谱图对比，分别测试了异物以及周围正常部位，正常部位的光谱对异物谱图稍有影响，但未发现与 $1,600\text{cm}^{-1}$ 附近等正常部位不同的波峰，光谱图见图 4。

为从异物光谱中消除正常部位的影响，对两者光谱进行相差运算，得到了差光谱。差光谱的运算可采用 AIM-9000 的控制软件 AIMsolution，也可采用 FTIR 主机的控制软件 LabSolutions IR 进行。对异物和正常部的差光谱进行库检索的结果如图 5 所示。由于以乳酸锌为首的乳酸盐位于上位，因此可认为是乳酸盐附着在了片剂表面。

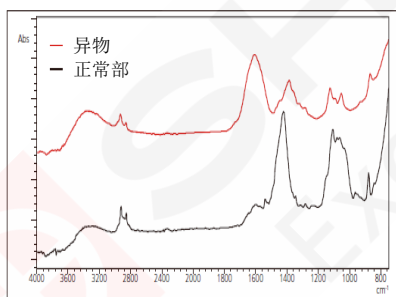


图 4 异物和正常部的 ATR 光谱

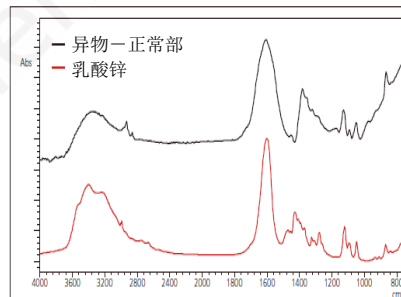


图 5 异物与正常部的差光谱以及乳酸锌的光谱库

5. 结论

使用岛津红外显微镜 AIM-9000 对片剂表面的异物进行了分析，该异物主要成分可能是乳酸盐。

红外显微镜对注射液中异物进行成分分析

摘要：红外显微镜具有高灵敏度、便捷、准确、样品需求量少、可成像等优点，可以对常规手段无法测试的微米级别小样品进行测试，并得到高质量的红外光谱图，在医药、电子电器、司法鉴定、材料等领域得到了广泛的应用。本文使用岛津高灵敏红外显微镜 AIM-9000 对药品注射液中微小异物进行测试，可快速准确的确认异物组分，对分析异物来源和保障药品质量提供科学的依据。

关键字：红外显微镜 注射液 异物

近年来，注射液“可见异物”被频繁检出，牵动着大家敏感的神经，注射液的可见异物检查已经成为各注射液生产企业的头等大事。有专家表示“可见异物容易导致毛细血管堵塞、肉芽肿，轻者影响药液质量，重者影响用药人的健康，甚至危及生命”。注射液产品中的异物是药物质量高度监管的项目。异物又分为源自操作人员或环境设备的“外源性异物”，比如空气、人、昆虫、衣物、个人防护器具等；源自加工工艺的“内源性异物”，比如工艺设备脱落、车间设施环境、诸如橡胶材料、各种垫片材料、金属材料或锈蚀脱落物等；还有“固有异物”，比如药物配方组成等。

2020 版中国药典《0904 可见异物检查法》中规定了注射液、眼用液体制剂和无菌原料药中可见异物的检查方法。但是只是对异物的种类、大小有规定，对异物组成没有规定检测方法。

本文使用岛津高灵敏度红外显微镜 AIM-9000 对注射液中微小异物进行测试，对快速准确的查找异物来源和保障药品质量提供可靠依据。

1. 实验部分

1.1 仪器



图1. 岛津高灵敏度红外显微镜AIM-9000

1.2 测试条件

波数范围: 4000~700 cm^{-1}

检测器: MCT

分辨率: 4cm^{-1}

扫描次数: 50

切趾函数: Happ-Genzel

1.3 样品

某注射液

1.4 样品前处理

将含有异物的注射液过滤后, 使用取样针挑取异物放到金刚石池上, 压平之后进行红外显微镜测试。



图2. 体式显微镜下异物 (红色方框中为异物,长度约 $200\mu\text{m}$)

2. 结果与讨论

2.1 1#异物测试结果

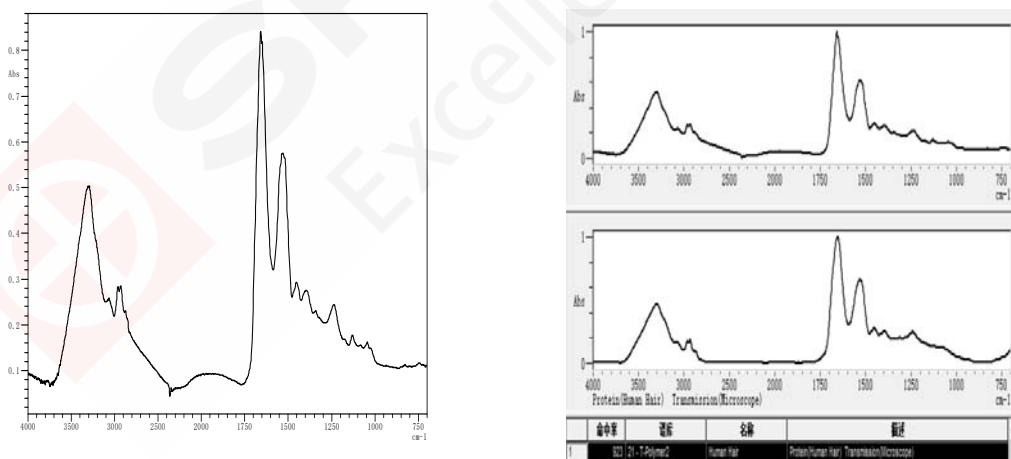


图3. 异物样品谱图及分析结果

从谱图分析结果可知, 该异物主要成分是蛋白质 (从外观上看, 可能是毛发)。

2.2 结果与讨论

实验结果表明，该注射液中异物成分主要是蛋白质（从外观上看，可能是毛发），以上关键信息为快速准确地提升药品质量和工艺改善提供了科学依据。

3. 结论

岛津红外显微镜 AIM-9000 具有 30000:1 的高灵敏度，全自动红外显微分析系统可自动执行观察、定义测量位置、测量、鉴别结果，并提供高灵敏度结果。

本文使用岛津自动化的高性能红外显微镜 AIM-9000 对注射液中过滤出来的微小异物进行定性鉴别分析，实验结果表明该异物成分主要是蛋白质（从外观上看，可能是毛发），为快速准确查找异物来源和改善药品质量提供有力的科学支撑。



SHIMADZU
Excellence in Science

三、环境

微塑料已成为全球海洋和海岸带环境中一种备受关注的新型污染物和研究热点。研究表明微塑料已经开始渐渐地进入食物链，被海洋生物以及鱼虾类摄取，最终经过食物链会被人类食用，严重影响到海洋生态系统和人类健康。红外光谱分析是最常用的研究微塑料组分的鉴定方法，随着定性研究的不断深入，红外显微分析已成为检测和鉴别微塑料的主要分析技术。岛津AIM-9000红外显微镜可高效快捷的实现水体中微塑料的成分鉴定并直观获得区域内微塑料的分布情况，为微塑料的研究提供科学依据。对于尺寸微小的海洋微塑料分析，岛津自动化红外显微系统AIM-9000，配合大视野相机和自动分析功能，可方便快捷的对微塑料进行高灵敏度的分析。助力鉴别见“微”知著，让分析流程“塑”战速决。



岛津红外显微镜快速鉴定长江水中的微塑料成分

摘要：本文使用岛津自动化的高性能红外显微镜 AIM-9000 对长江水中的微小塑料进行了定性分析，实验结果表明，该样品中的微塑料成分为聚丙烯和聚酯。红外显微镜具有高灵敏度，可以对常规无法测试的微米级别的小样品直接进行测试，测试方法简单快捷，为长江水中微塑料组分鉴定提供有力支持，对淡水水体微塑料研究提供有力依据。

关键词：微塑料 长江水 红外显微镜

本世纪初，微塑料污染最先是在海洋中被发现的，目前大部分关于微塑料污染的研究都集中在海洋。但是内陆环境，包括河流、湖泊甚至土壤中也都已经发现了微塑料的存在。根据多个模型研究估算的结果，每年大约有 41 万到 400 万吨左右的塑料碎片从河流输送到海洋，这其中会有很大一部分已经或者在各种外力的作用下将变成微塑料。微塑料种类很多，有聚乙烯、聚丙烯、聚苯乙烯、聚氯乙烯、涤纶等，数量和种类繁多。它们本身含有增塑剂，并能从环境中吸附有毒有害物质。当被鸟类、鱼类、底栖动物等生物摄食后，会损害生物的消化道，或刺激其胃肠组织产生饱胀感而停止进食，其所携带的有毒有害物质也会对生物产生不利影响。

使用岛津高灵敏度的 AIM-9000 对长江水中的微塑料进行了定性分析，对研究淡水水体中微塑料提供有力支持。

1 实验部分

1.1 仪器

岛津 IRTracer-100 和 AIM-9000 红外显微镜



图 1 岛津红外显微镜系统 AIM-9000

1.2 测试条件

波长范围：4000~700 cm^{-1}

分辨率：4 cm^{-1}

扫描次数：50

切趾函数：Happ-Genzel

检测器：MCT

1.3 样品

长江水中微塑料

1.4 样品前处理

长江水样品经过前处理后，经滤膜过滤并在室温干燥后得到待测样品，取样品放到金刚石池上压平，使用红外显微镜进行透射测试。

2. 结果与讨论

2.1 长江水过滤后图片



图 2. 待测微塑料样品

2.2 光学显微镜下照片

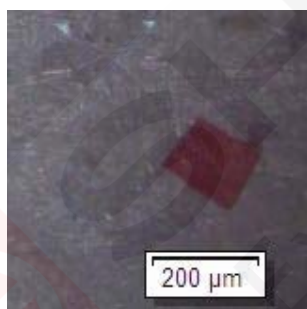


图 3. 1#样品光学显微镜下图像

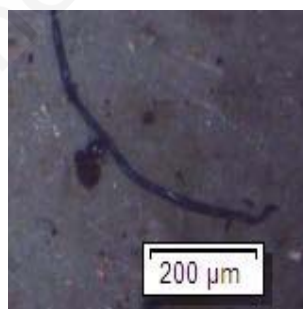


图 4. 2#样品光学显微镜下图像

2.3 测定结果

2.3.1 1#样品红外光谱图

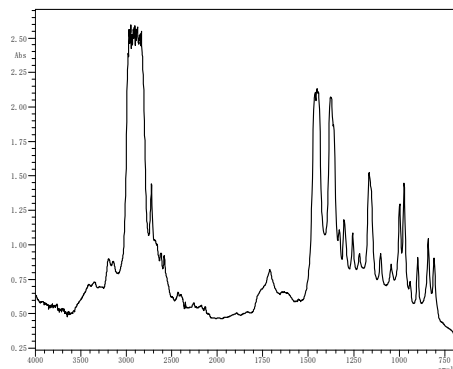


图 5. 1#样品红外光谱图

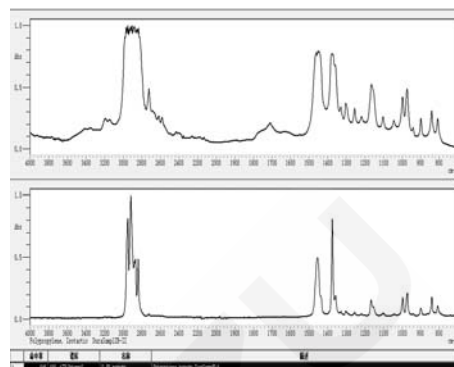


图 6. 1#样品检索结果是聚丙烯

2.3.2 2#样品红外光谱图

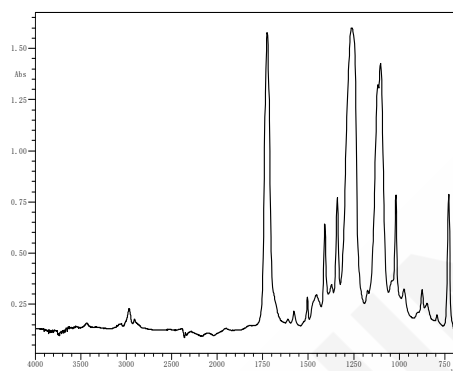


图 7. 2#样品红外光谱图

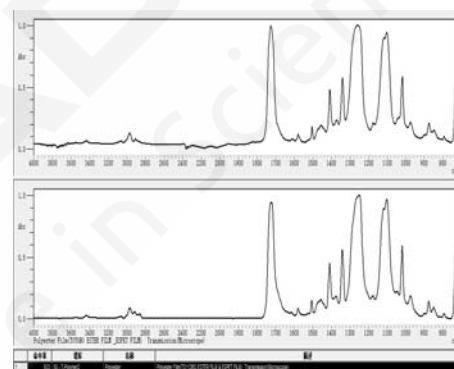


图 8. 2#样品检索结果是聚酯

2.3.3 结果讨论

岛津红外显微镜 AIM-9000 具有 30000:1 的高灵敏度，全自动红外显微分析系统，能自动执行观察、定义测量位置、测量、鉴别结果，并提供高灵敏度结果。通过岛津全自动红外显微镜系统 AIM-9000 对长江水中的微小塑料进行定性分析，可以方便地进行测试并给出微塑料成分结果。实验结果表明，该长江水样品中的微塑料分别为聚丙烯和聚酯。

3. 结论

微塑料污染及其生态效应已成为全球环境科学研究的热点。除了海洋环境，我国淡水水体的微塑料污染形势严峻，深入研究微塑料的分析方法和生物效应及作用机制，加强淡水水体的防治和监管工作已成为热点课题。本文使用岛津自动化地高性能红外显微镜 AIM-9000 对长江水中微塑料组分进行鉴定，实验结果表明该江水中微塑料有聚丙烯和聚酯类聚合物，为淡水水体微塑料研究提供了有力依据。

使用红外显微镜 AIM-9000 分析从海洋生物中采集的微塑料

摘要: 微塑料等海洋垃圾导致的污染已经成为严重的问题，世界各地的科学家正在针对海洋生物蓄积的微塑料展开调查，以查明。海洋垃圾的影响正在通过食物链蔓延到栖息于不易受到污染的海域的生物，包括生活在北冰洋的北极鳕鱼、栖息于深海中的端足类深海虾等生物在内。另外，在极地的冰层中也发现了微塑料。英国的纽卡斯尔大学和荷兰的瓦赫宁根海洋研究所已经从各种生物的胃内中分离出约100 μm 的微塑料，对海洋垃圾的影响展开调查。在本文我们将介绍使用红外显微镜对北极鳕鱼以及深海虾收集的微塑料进行分析的事例。

1. 测定预处理与测定试样

微塑料的分析需要注意对试样造成的二次污染。如果直接接触，皮脂和灰尘有附着到试样中的可能。同时，需要注意不要让衣服的微纤维以及漂浮于空气中的微小物体附着到试样上。

如果试样受到了污染，需要使用有机溶剂、水等去除蛋白质等残留物。但是，在使用有机溶剂时，需要注意试样本来的信息也有损失的可能。

在这里，使用不会对试样造成影响，并且可以去除有机性附着物的氢氧化钾水溶液对试样进行了清洗。

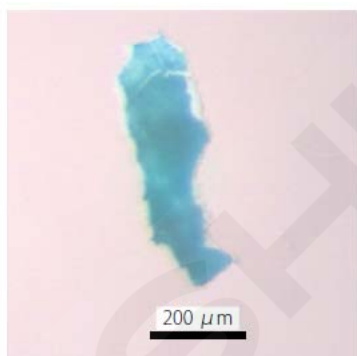


图1 从北极鳕鱼中采集的微塑料

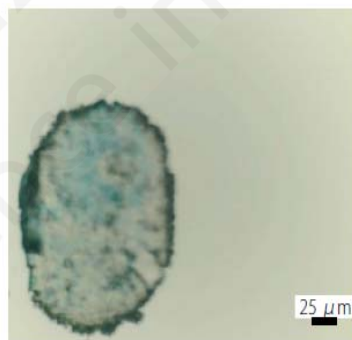


图2 从深海虾中采集的微塑料

2. 测试装置和测定条件

红外显微镜适合用于几十 μm ~几百 μm 大小的塑料微粒的分析。在这里，使用图4所示的傅立叶变换红外分光光度计和红外显微镜AIM-9000进行了分析。测定条件如表1所示。



图3 傅立叶变换红外分光光度计IRTracer-100和红外显微镜AIM-9000

表 1 测定条件

装置	:	IRTracer-100、AIM-9000
分辨率	:	8 cm ⁻¹
扫描次数	:	100次 (图2)、50次 (图3)
切趾函数	:	Happ-Genzel (图2)、Sqr-Triangle (图3)
检测器	:	MCT
光阑尺寸	:	25 μm×25 μm (图2) 15 μm×15 μm (图3)

3. 定性结果

从图2所示的北极鳕鱼中采集的蓝色的微塑料使用显微ATR法进行了测定，从图3所示的深海虾中采集的微塑料使用金刚石池进行挤压后，通过显微透光法进行了测定。前者的测定结果如图5所示，后者的测定结果如图6所示。

由图5可知，从北极鳕鱼中采集的微塑料的主要成分是PMMA（聚甲基丙烯酸甲酯树脂），含有添加剂KAOLIN（硅酸铝）。PMMA重量轻，牢固性好，具有出色的耐候性、耐水性、耐冲击性等特点，是一种广泛应用于百货和日用品的树脂。

由图6可知，从深海虾采集的微塑料是PE（聚乙烯）、CaCO₃（碳酸钙）、KAOLIN（硅酸铝）的混合物。PE是一种广泛应用于包装材料、容器等的非常常用的树脂。作为微塑料也经常被检测出来。

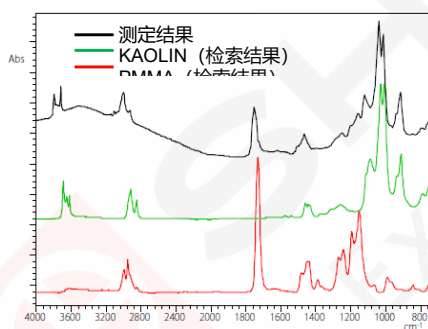


图 5 北极鳕鱼微塑料红外谱图

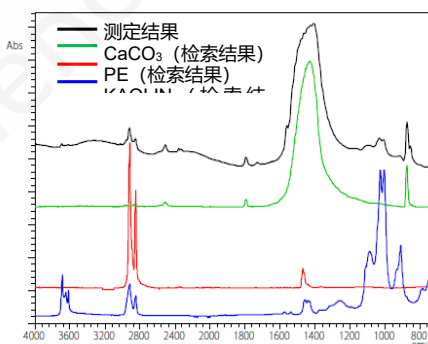


图 6 深海虾微塑料红外谱图

4. 总结

在本文中，我们对从北极鳕鱼和深海虾的体内收集的微塑料进行了分析。这些生物均栖息在人类造成的海洋污染不易影响到的海域，但很明显已经受到了微塑料的影响。在分析几十~几百μm的塑料微粒时，通过利用可对有机物和部分无机物进行定性的红外显微镜，可以迅速地确认其树脂成分和添加剂成分。

岛津红外显微镜检测磨砂洗面奶中的微小塑料颗粒

摘要: 傅立叶变换红外光谱仪与红外显微镜联用,组成显微红外系统,在红外主机常规功能之外,实现了红外的微区分析和微量分析,对于微小样品可以进行非常方便地进行定性分析。本文使用岛津自动化地高性能红外显微镜AIM-9000对磨砂洗面奶中作为磨砂材料使用的微小塑料颗粒(微珠)进行了检测,可以方便快捷地对洗面奶中添加的微小塑料颗粒进行成分分析。

关键词: 微珠 洗面奶 红外显微镜

塑料微珠是指任何小于 5 毫米的固体塑料颗粒,是一种合成的塑料珠,只要以聚乙烯、聚丙烯、聚对苯二甲酸乙二酯、聚酸甲酯及尼龙制造。它在化妆品界红极一时,用于洗面奶、按摩霜、去角质霜、牙膏、沐浴露等化妆品和个人护理品种。很多知名护理产品生产商大多宣称这种微珠能深层清洁皮肤、洗的更干净、可祛除皮肤表面老化的角质层,令皮肤变得白嫩等。

美国近日颁布一项法案,禁止香皂、牙膏等洗护用品中含有任何被称为微珠的塑料颗粒。美国众议院通过的法案表示,从 2017 年 7 月 1 日起禁止使用对环境有危害的微珠。报道指出,很多知名护理产品生产商都宣称微珠能深层清洁,但事实上这些微小颗粒物质不溶于水,不易分解、粒径非常小,冲到水槽之后由于太小不能被污水处理厂过滤,最终进入河流和海洋。这些微珠不但造成环境严重污染,还可能会被海洋生物以及鱼类摄取,最终经过食物链被人类食用。

现在中国尚未出台相关法律法规明令禁止微珠物质添加到日化产品中。但是由于塑料微珠因其危害性已被逐渐淘汰。本文使用岛津红外显微镜对化妆品中的塑料微珠进行了检测及定性。

1. 实验部分

1.1 仪器

岛津 AIM-9000 红外显微镜

1.2 测试条件

波长范围: 4000~700 cm^{-1}

分辨率: 8 cm^{-1}

扫描次数: 50

切趾函数: Happ-Genzel

1.3 样品

样品 1: 某品牌去黑头磨砂洁面乳; 样品 2: 某品牌控油炭爽抗黑头洁面膏。

1.4 样品前处理

取适量样品分别与热水混合使配方中的可溶性成分溶解出来,经滤纸过滤,收集不溶性成分,然后将滤纸在空气中干燥。之后把不溶颗粒用针挑在金刚石池上压平,用红外显微镜进行测试。

2. 结果与讨论

2.1 样品图片



图1 样品1过滤后图片 (红圈内蓝色粒子是微珠)



图2 样品2过滤后图片 (红圈内黑色粒子是微珠)

2.2 显微镜下照片



图3 样品1显微镜下照片



图4 样品2显微镜下照片

2.3 定性分析

2.3.1 样品1红外光谱图

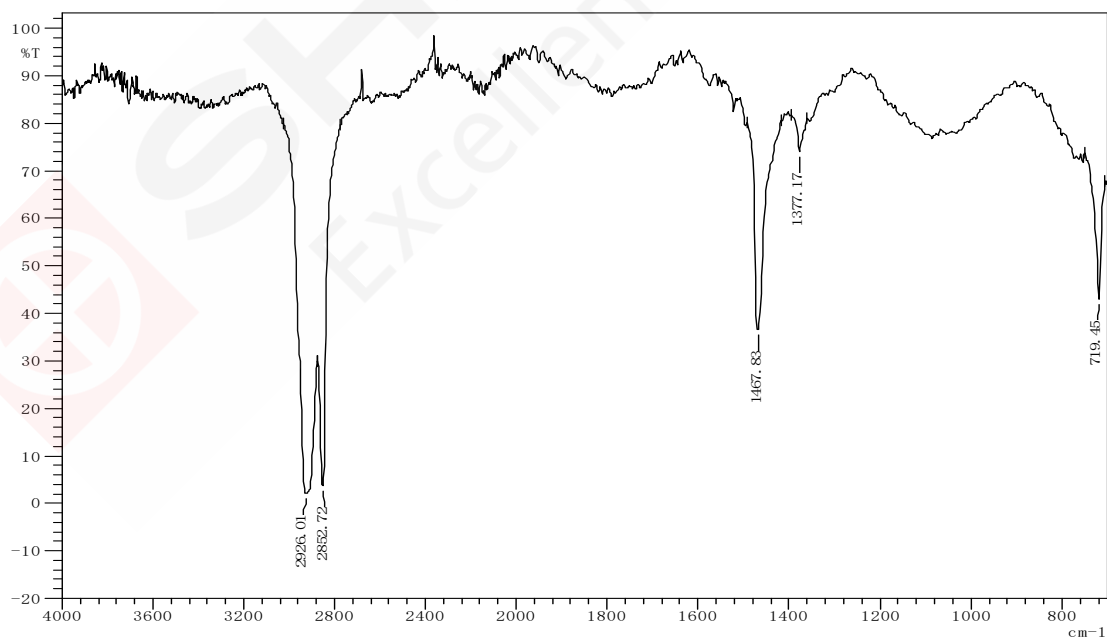


图5 样品1红外光谱图

谱图搜索：

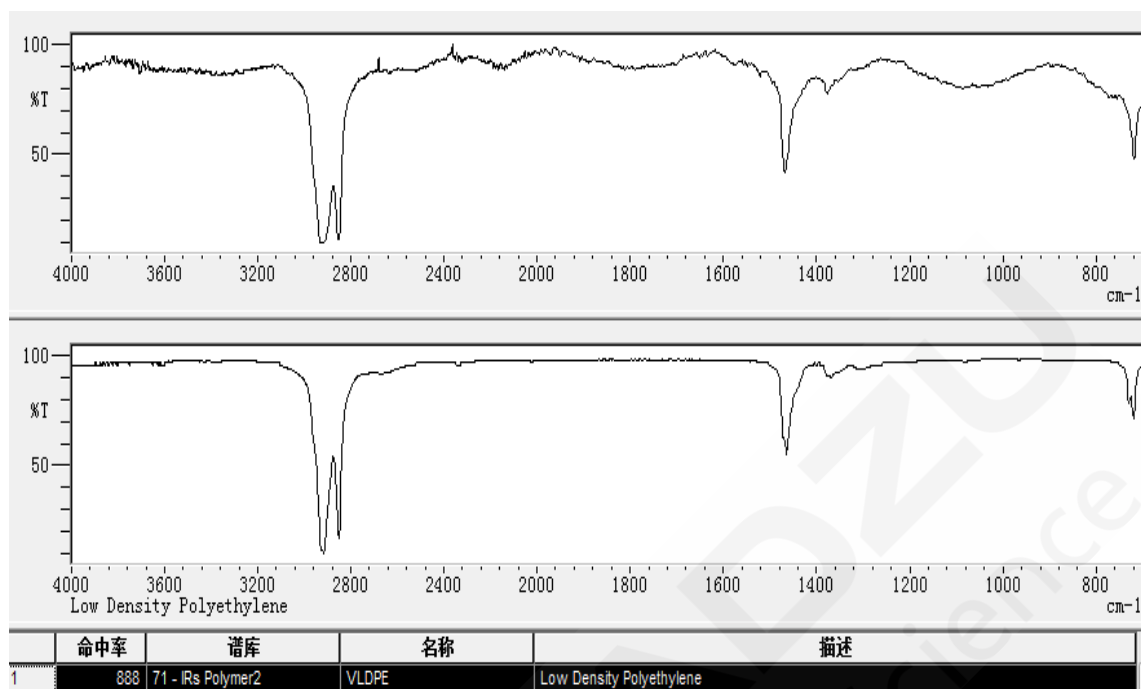


图 6 样品 1 谱图搜索结果

2.3.2 样品 2 红外光谱图

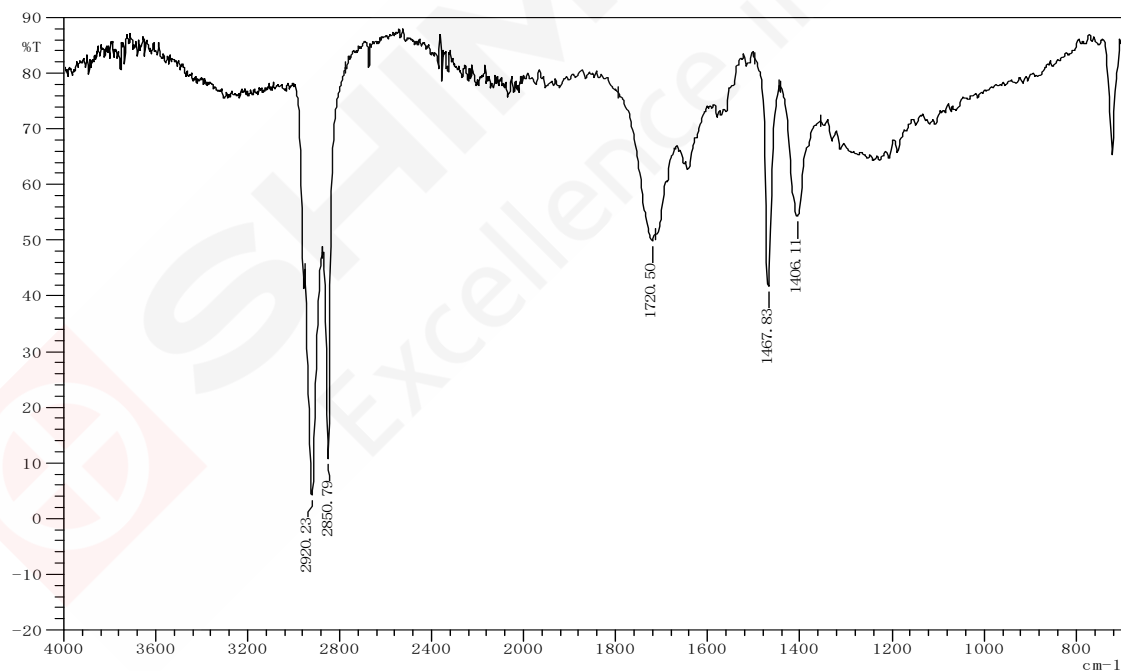


图 7 样品 2 红外光谱图

谱图搜索：

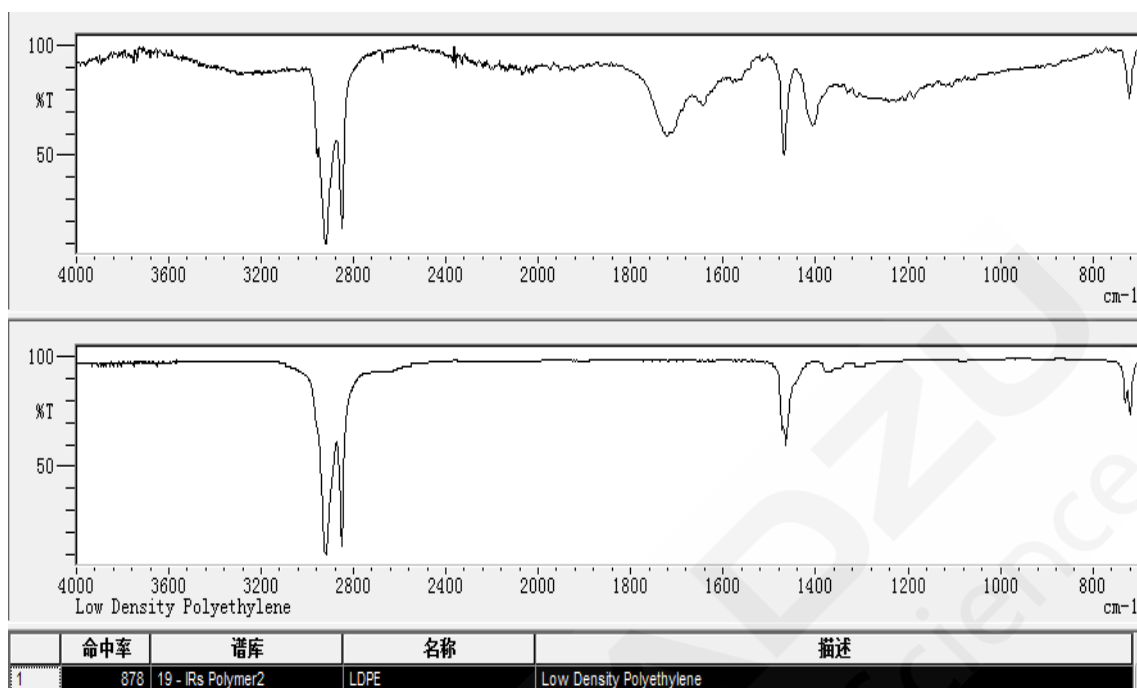


图 8 样品 2 谱图搜索结果

2.4 结果讨论

由样品1的红外光谱图可以看到， 2852.72 cm^{-1} ， 2926.01 cm^{-1} 波数处分别是饱和- CH_2 的C-H对称伸缩振动和反对称伸缩振动引起的，由于两个-C-H的伸缩振动偶合，使得对称伸缩振动和反对称伸缩振动分裂呈现双峰， 1467.83 cm^{-1} 波数处是- CH_2 的变角振动引起的。根据谱图搜索结果，该物质为聚乙烯，样品1中标明存在磨砂颗粒，且标注成分是聚乙烯。所以，可以判断样品1中的磨砂颗粒是聚乙烯物质。

样品2的红外谱图可以看出， 2850.79 cm^{-1} ， 2920.23 cm^{-1} 波数处分别是饱和- CH_2 的C-H对称伸缩振动和反对称伸缩振动引起的，由于两个-C-H的伸缩振动偶合，使得对称伸缩振动和反对称伸缩振动分裂呈现双峰， 1467.83 cm^{-1} 波数处是- CH_2 的变角振动引起的。 1720.50 cm^{-1} 波数处是由于羰基振动引起。根据谱图搜索结果，该物质主要成分为聚乙烯，样品2中存在磨砂颗粒，且标注成分是聚乙烯，由于护肤品中还含有脂肪酸等组分，过滤时可能和磨砂混在一起，测试谱图出现了羰基峰。

3. 结论

本文使用岛津自动化高性能红外显微镜AIM-9000对市售的两种标注为磨砂洗面奶进行了检测，两款洗面奶成分中都标注有聚乙烯，测试结果磨砂材料也为聚乙烯，与标注成分一致。虽然磨砂微珠非常微小，但是岛津AIM-9000显微镜可以方便、快捷、准确地给出了物质主要成分，对于磨砂洗面奶等含有磨砂材料的化妆品中微珠检测是一种非常快捷、准确的检测手段。

岛津红外显微镜检测食盐中的微小塑料颗粒

摘要: 红外显微镜可以对常规无法测试微小样品进行非常方便的测试。本文使用岛津自动化地高性能红外显微镜AIM-9000对散装海盐进行了检测，测试发现含有微小塑料颗粒。

关键词: 塑料颗粒 食盐 红外显微镜

美国《科学美国人》月刊网站刊登的一篇文章在国内引起轩然大波。文章援引华东师范大学河口海岸科学研究院副教授施华宏最新发表的一项研究成果，称在我国超市购得的 15 个品牌食盐中，发现了包括聚乙烯、玻璃纸在内的多种塑料微粒。塑料微粒本身不会被海洋生物吸收，但上面附着的重金属、有机污染物等有害物质会留在生物体内，进而随着食物链进入人体。纽约州立大学弗里多尼亚分校从事塑料污染研究的梅森研究团队曾表示，欧洲人每年仅吃贝类平均约摄入 1.1 万粒塑料微粒。而相比之下，从食盐中获取的塑料微粒微乎其微，但是对每个人都是一个警示。

国家海洋局第一海洋研究所所长马德毅也认为，海盐塑料微粒污染对人类健康的威胁还不能轻易下结论。塑料本身是物理污染不是化学污染，经风浪磨蚀成为碎屑，碎屑吸附有害物质被海洋生物误食，碎屑会被海洋生物排出体外。

本文使用岛津高灵敏度的 AIM-9000 对散装的海盐进行了测试，测试发现含有微小塑料颗粒。

1. 实验部分

1.1 仪器

岛津 AIM-9000 红外显微镜

1.2 测试条件

波长范围：4000~700 cm^{-1}

分辨率：8 cm^{-1}

扫描次数：50

切趾函数：Happ-Genzel

1.3 样品

样品 1：散装海盐；样品 2：氯化钾

1.4 样品前处理

取适量食盐溶解，过滤，干燥，滤纸上发现塑料颗粒；然后直接取样品颗粒，金刚石池上压平，用红外显微镜进行测试。

2. 结果与讨论

2.1 显微镜下照片



图 1 食盐样品显微镜下图片

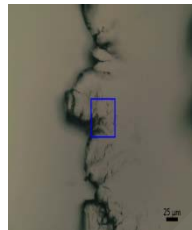


图 2 氯化钾样品显微镜下图片

2.2 食盐样品测得红外谱图

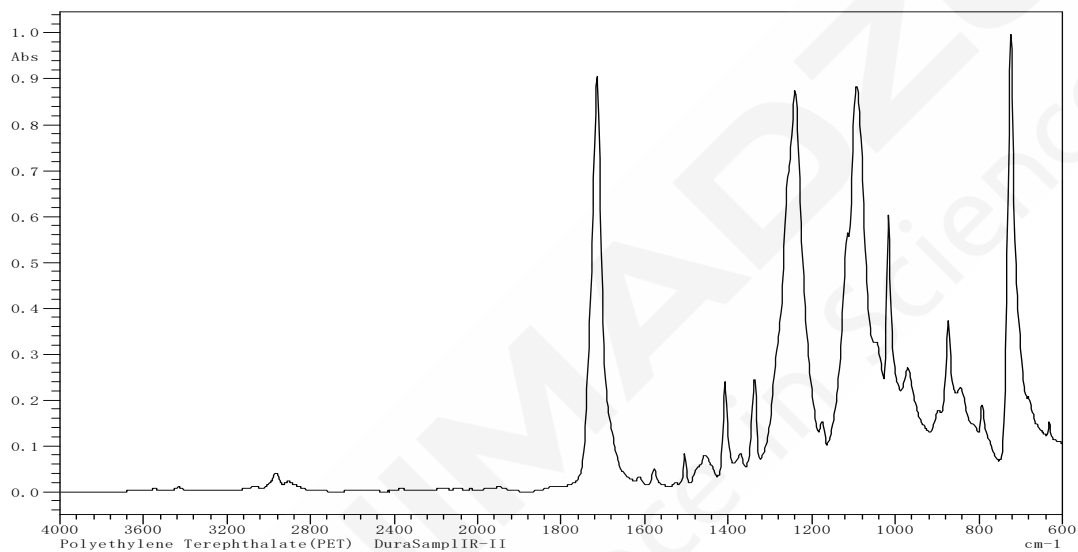


图 3 食盐样品红外光谱图

谱库检索结果

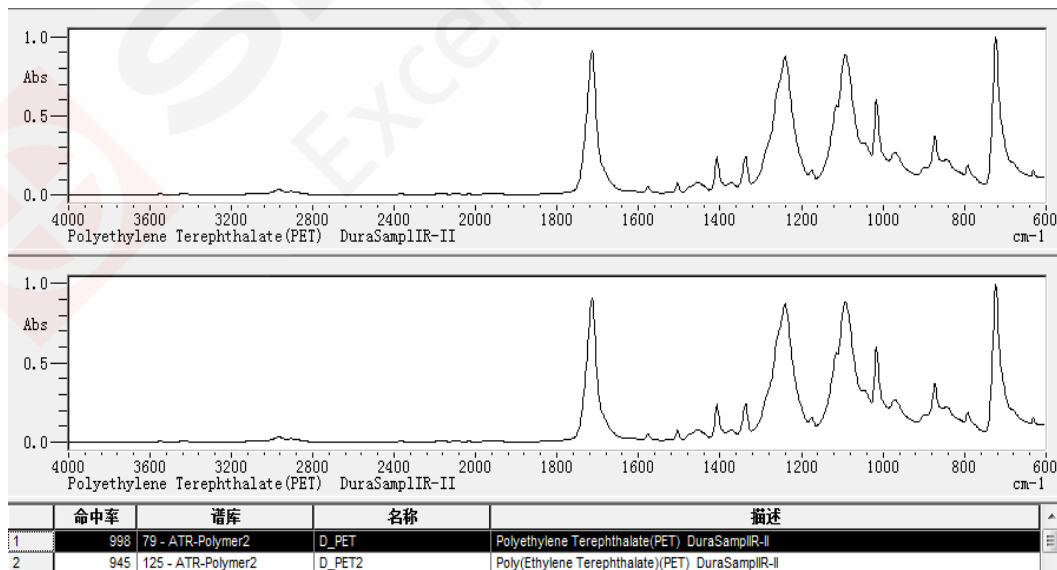


图 4 食盐样品红外光谱图搜索结果

2.3 氯化钾样品测得红外谱图

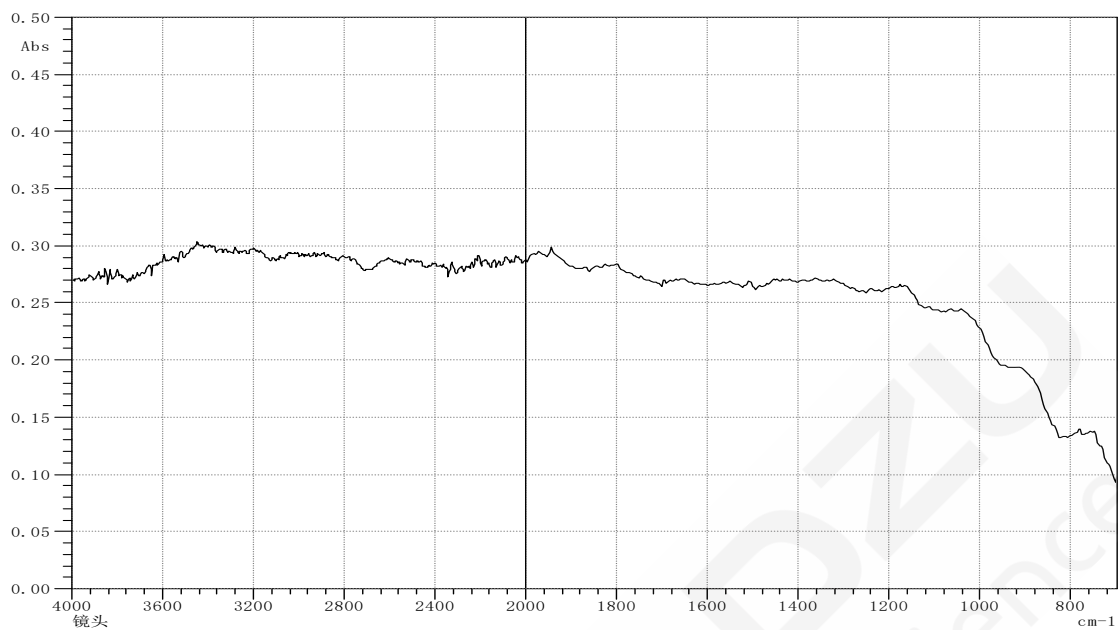


图5 氯化钾样品红外光谱图

2.4 结果讨论

本文测试的散装海盐中样品中发现微小塑料粒子，并且和氯化钾谱图进行了对比，氯化钠没有吸收峰，而食盐中测试得到的谱图为聚对苯二甲酸乙二醇酯（PET）。

3. 结论

本文使用岛津自动化高性能红外显微镜AIM-9000对散装海洋进行了检测，检出聚合物颗粒为聚对苯二甲酸乙二醇酯（PET）。岛津AIM-9000灵敏度高，对于微小颗粒可以方便的进行检测。

四、公安司法

国家的司法机关担负着刑事案件的侦查任务，对刑侦案件侦察来说，微量的物证都可能是极其重要的线索，所以物证的定性分析是关键。在法庭科学领域中，由于案件现场提取到的物证通常是极微量的，另外样品形态各异，成分复杂，常规红外光谱分析技术常常无法达到检测要求。显微红外技术是基于傅立叶变换红外光谱技术与显微镜技术的结合发展起来的。与常规红外光谱技术相比，显微红外技术具有检测灵敏度高，微区分析和无损检测等优点，测试时几乎不引入外部干扰，卓有成效地解决了法庭科学领域中微量物证鉴定的难题，可以满足微量物证必须保留以用于法庭作证的特殊需要。红外显微镜可以对微米级别的物证进行非破坏检测，因此在法庭科学，司法鉴定中比如笔迹鉴定，口红鉴定，油墨鉴定经常被用到。



红外显微光谱法分析车辆碰撞现场微量油漆物证

摘要: 汽车油漆是道路交通事故逃逸案中重要的物证信息之一，现场采集油漆样本的光谱特征对于缩小嫌疑车辆范围，同一性认定并确定逃逸车辆有重要意义，本文使用 IRTracer-100 和 AIM-9000 红外显微镜联用系统分析了油漆光谱特征，其结果为肇事车辆认定提供强有力的技术依据。

关键词: 红外显微镜 AIM-9000 物证鉴别油漆

汽车车身油漆由底漆层、中涂层、面漆层、清漆层等组成，不同厂家和车型对应不同的车身油漆。所以汽车油漆隐含着汽车车型的重要信息，是道路交通事故逃逸案中重要的物证信息之一。了解汽车油漆的光谱特征，对于进行同一性认定，缩小嫌疑车辆范围，查找逃逸车辆有重要意义。

汽车油漆信息的检测主要由傅立叶红外显微光谱法、扫描电镜/能谱分析法、质谱法、裂解气相色谱法及各种检测方法的联用等。其中红外显微光谱法具有快速、无损、量少、可视化等优点，能够精确测量和分析油漆的成分信息，是目前汽车油漆物证检测中最常用的方法。本文利用红外显微光谱法对车辆碰撞现场采集的微量油漆碎片与肇事嫌疑车辆油漆样本进行红外光谱比对分析，为交通肇事事故分析提供了强有力的技术依据。

1. 仪器装置

岛津 IRTracer-100; AIM-9000 型红外红显微镜

2. 分析条件

表 1 红外显微镜测试参数

项目	参数
测定方式	吸光度
测试范围	4000cm ⁻¹ - 700 cm ⁻¹
实验方法	显微透射法
光阑尺寸	50 × 50 μm

3. 样品前处理

使用挥发性溶剂对采集到的样本表面进行除杂处理（灰尘、污染物），挥干后对样本进行切片取样，最后使用金刚石池透射法分析。

4. 分析结果

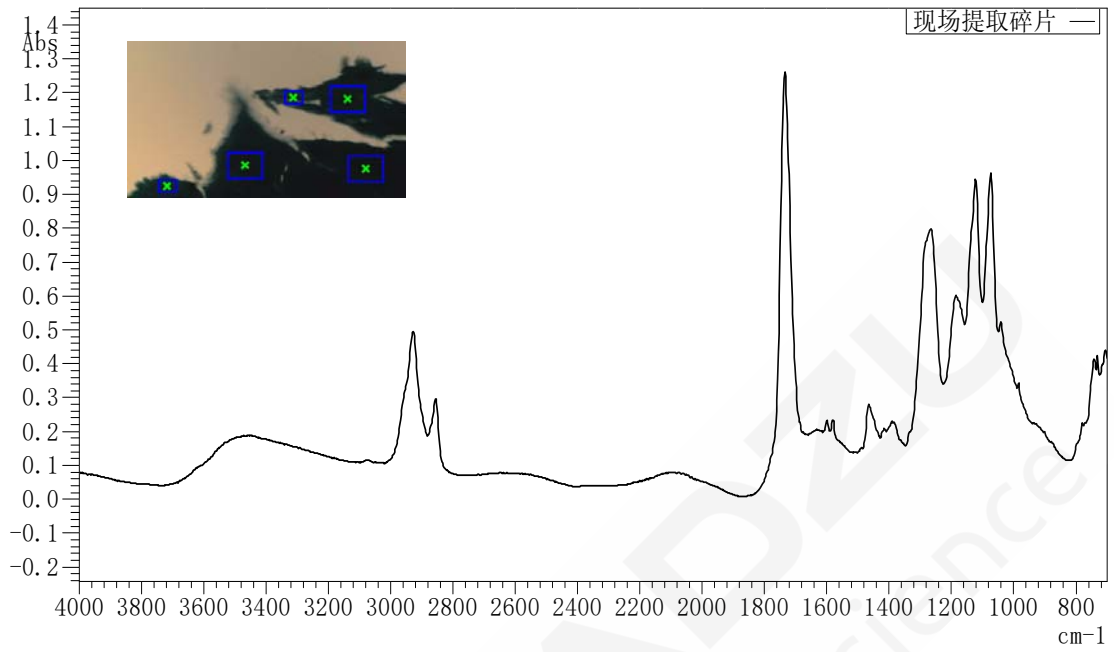


图1 现场采集碎片及其红外光谱

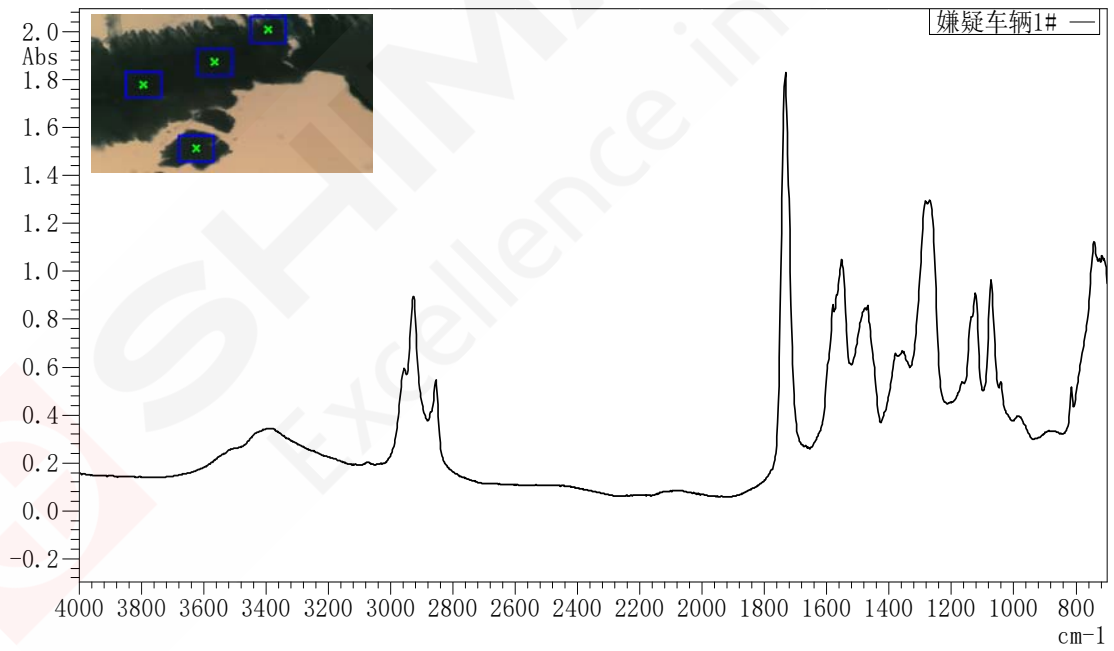


图2 嫌疑车辆1#取样及其红外光谱

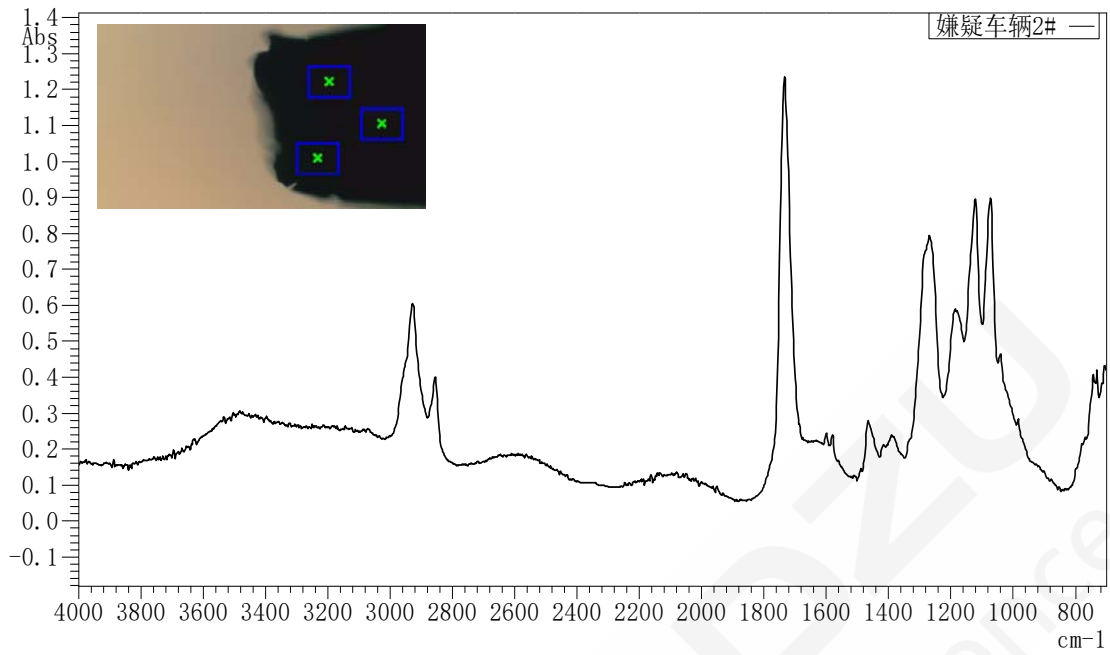


图3 嫌疑车辆 2#取样及其红外光谱

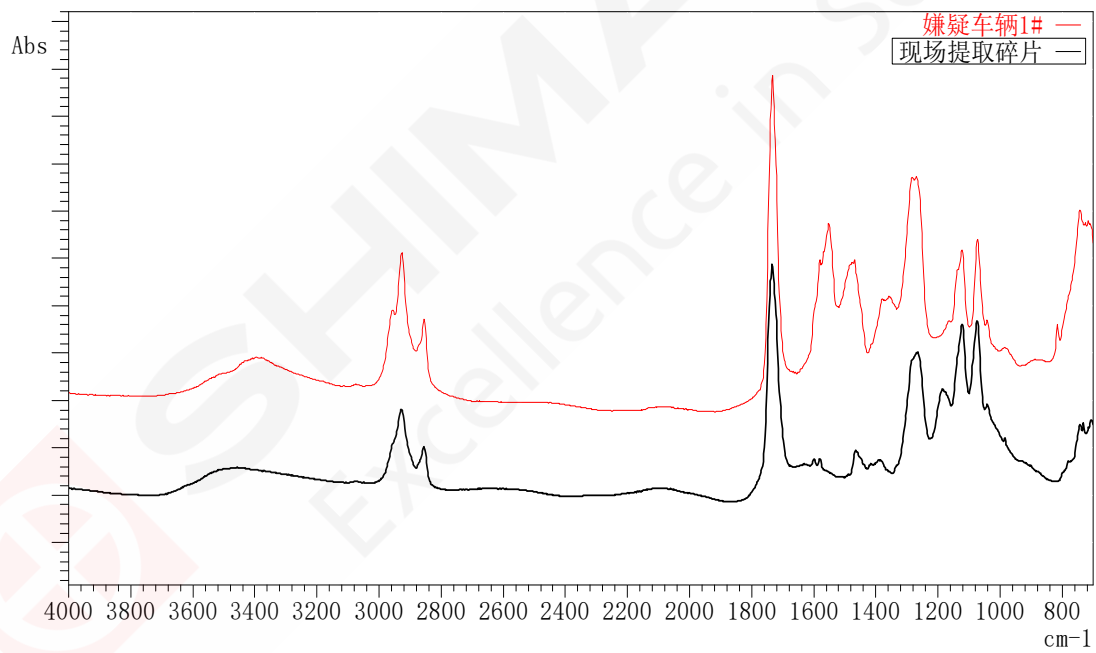


图4 嫌疑车辆 1#与现场碎片光谱结果比对

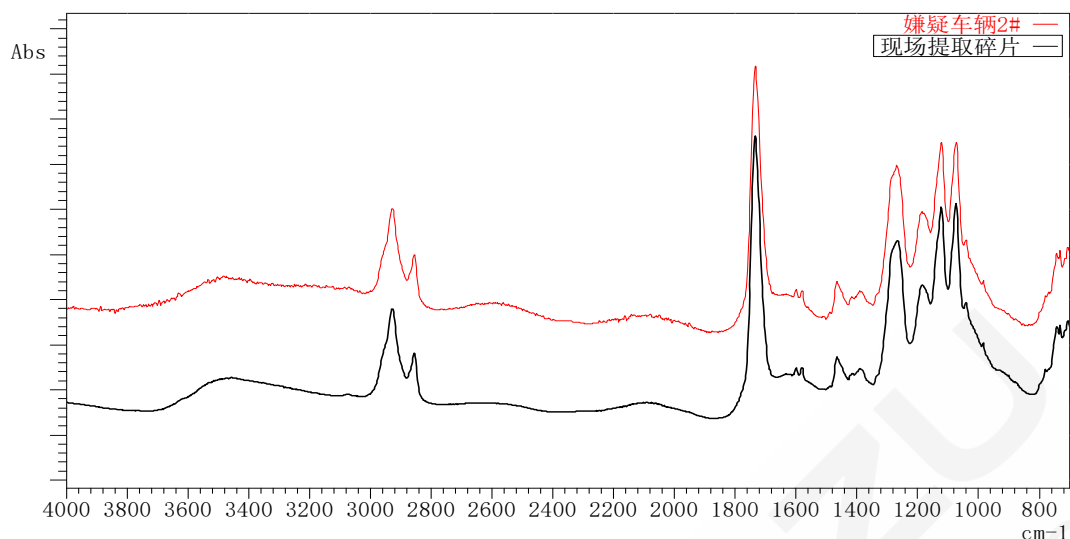


图5 嫌疑车辆 2#与现场碎片光谱结果比对

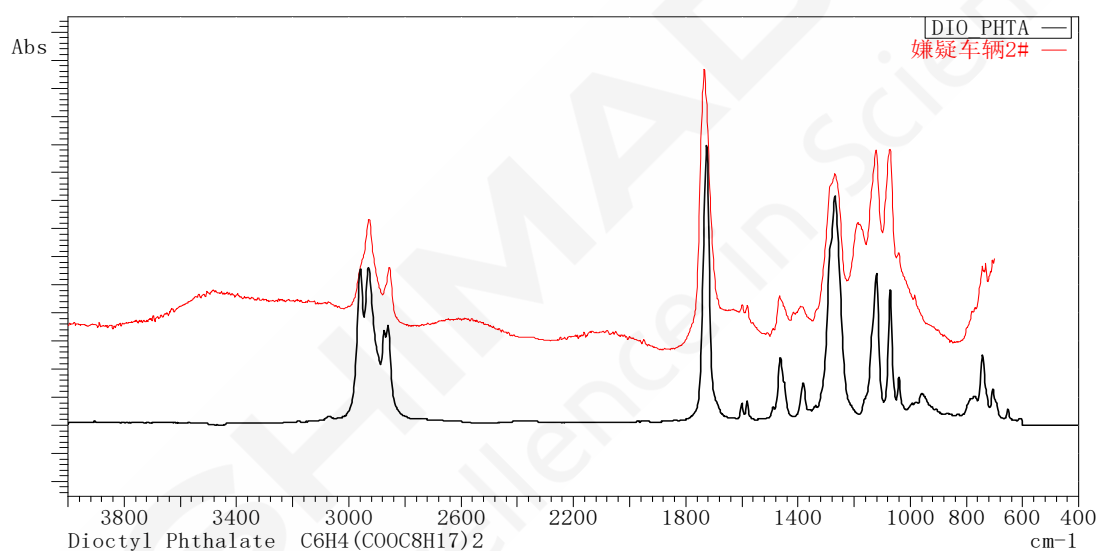


图6 嫌疑车辆 2#光谱检索结果

对嫌疑车辆 2#样本光谱图进行检索，得到其成分结果为邻苯二甲酸二辛酯（DIO-PHTA）。而嫌疑车辆 1#红外谱图中在 $1300\text{ cm}^{-1}\sim 1600\text{ cm}^{-1}$ 出现比较明显的差异性，可能是其他添加成分中 NH 键引起的吸收。

5. 结论

本文利用岛津 IRTracer-100 和 AIM-9000 红外显微镜分析某肇事现场碎片与两辆嫌疑车取样样本进行对比分析，结果表明：嫌疑车 1#取样样本与事故现场发现油漆碎片在 $1300\text{ cm}^{-1}\sim 1600\text{ cm}^{-1}$ 区间差异性比较明显；而嫌疑车 2#取样样本与事故现场发现油漆碎片结果一致，所以其作为肇事车辆可能性更大。红外显微光谱法具有快速、无损、量少、可视化等优点，能够精确测量和分析油漆的成分信息，为交管部门快速、准确判断肇事事故案件提供了技术依据。

岛津 AIM-9000 红外显微镜系统在打印字迹鉴别中应用

摘要：参考司法鉴定技术规范SF/Z JD0203003-2018《红外光谱法检测墨粉》，使用AIM-9000 红外显微镜配合配合ATR技术对不同打印机字体进行红外光谱的无损扫描。由于打印墨粉的成分及含量差异，其红外光谱中含有明显的差异性吸收，因此红外光谱对于伪造合同等物证可以起到明显的鉴别作用。

关键词：红外显微镜 AIM-9000 墨粉 物证鉴别

合同文本、署名文件等属于正式的、双方认可的协议，其内容往往对双方履行的义务等行作为准则进行约束，是受法律保护的文件。为了逃避责任，社会上包括伪造打印文件等合同欺诈行为屡有发生，违背了公平公正造的社会准则，其来源与真伪的鉴别已成为法庭科学领域的重要研究内容。

红外光谱法基于物质对红外光产生差异性的吸收，伪造文件中不同打印机墨粉由于成分的区别，其字体文本对于红外吸收具有明显的差异，结合红外显微镜技术在微小区域样品分析所具有的优势，可以有效的对涉案物证进行准确的分析。

墨粉作为激光打印文件的重要组成部分，其化学组成主要为树脂、颜料等。本文参考司法鉴定技术规范 SF/Z JD0203003-2018《红外光谱法检测墨粉》，使用 IRTracer-100、AIM-9000 红外显微镜系统对激光打印机打印字体进行测试，并对红外光谱结果进行分析。

1. 实验仪器及参数

1.1 仪器

IRTracer-100 型傅立叶变换红外光谱仪

AIM-9000 型红外显微镜（大视野相机、ATR 物镜、ATR 物镜压力传感器）

1.2 实验参数

测定方式：吸光度

检测器：MCT

光学系统：ATR（ZnSe、自动测定）

扫描范围：700~4000 cm^{-1}

分辨率：4 cm^{-1}

变迹法：SqrTriangle

扫描次数：128 次

2. 实验测定

2.1 大视野拍摄

AIM-9000用大视野相机可以拍摄到目标区域周围10 mm×13 mm范围内图像并定位位置坐标（如图1所示），切换到15倍反射物镜对目标区域进行分析。

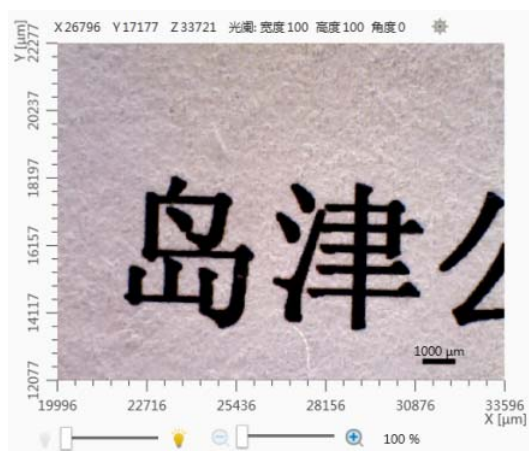


图1 1#纸张大视野拍摄图像

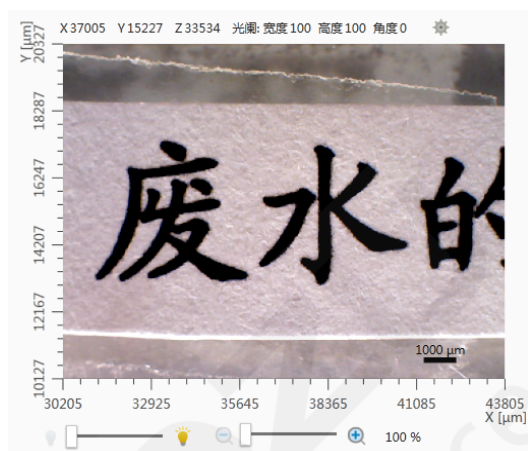


图2 2#纸张大视野拍摄图像

2.2 测试结果

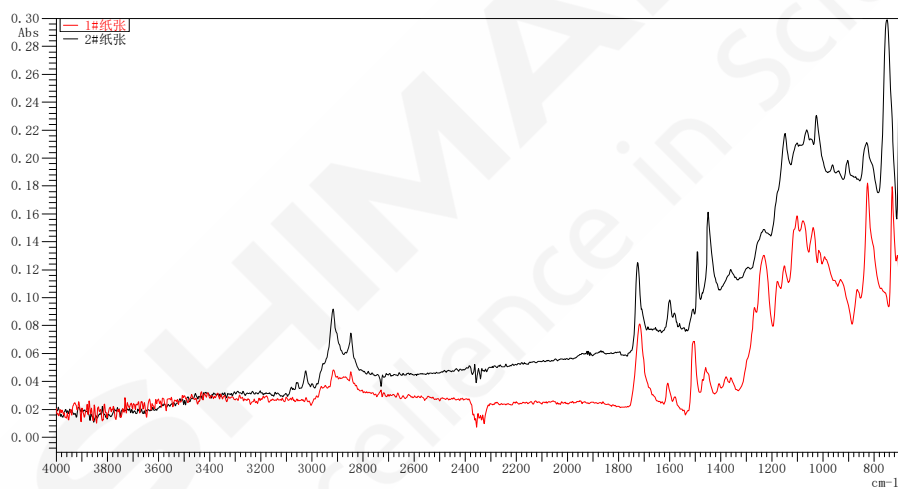


图3 1#、2#纸张字体红外吸收图叠加对比

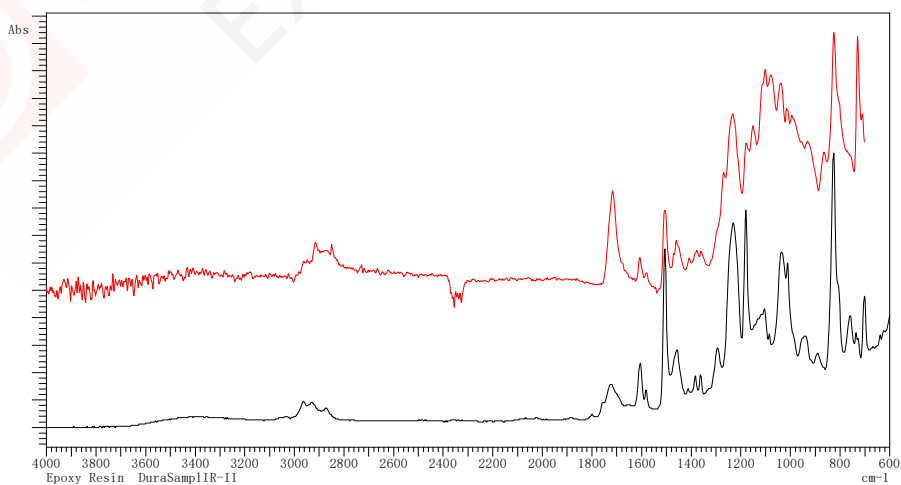


图4 1#纸张墨粉检索结果

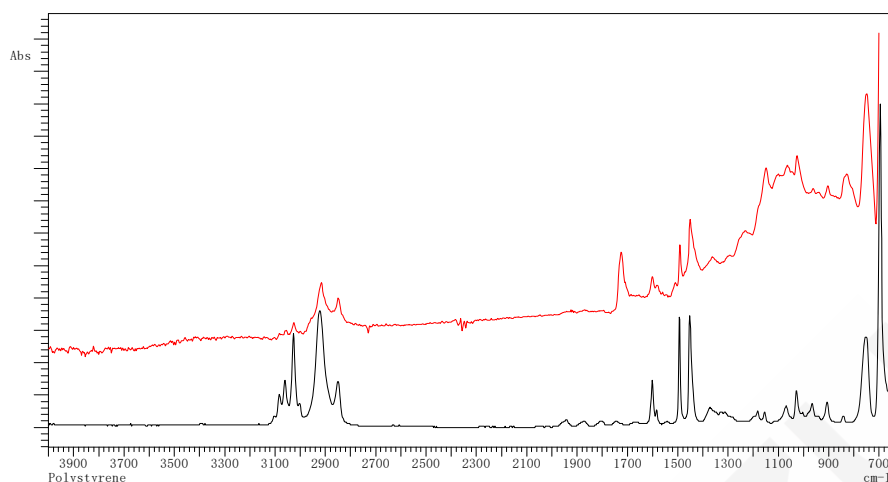


图5 2#纸张墨粉检索结果

经测试，两页文件中两处字体墨粉红外吸收存在明显差异，通过谱库检索，其中1#纸张字体检索结果主要成分为环氧树脂，2#纸张字体检索结果主要成为为聚苯乙烯。

3. 结果与讨论

树脂作为墨粉的重要组成部分，是一类有较强红外吸收的有机物，并且在墨粉中占有比较高的比例，约60%~80%。根据以上实验结果，两种墨粉字迹的红外光谱主要反映了树脂的红外特征吸收，这是由墨粉本身的性质所决定的。其中1#纸张墨粉中主要是用的环氧树脂，而2#纸张墨粉使用的聚苯乙烯，二者都是生产墨粉的主要原料。本方法操作便捷，结果准确，非常适用于文件一致性鉴别工作。

岛津红外显微镜对口红物证样品进行成分比对分析

摘要: 本文参考中华人民共和国公共安全行业标准 GA/T 1656-2019 《法庭科学 口红检验 红外光谱法》，使用岛津高灵敏红外显微镜 AIM-9000 对口红物证样品进行测试，通过口红物证的比对验证，为法庭刑侦提供可靠证据。

关键词: 红外显微镜 法庭刑侦 微量物证 口红

口红是涉及多种可能性案件现场遗留下的常见物证之一。口红是主要由基料（油脂及蜡）和色料（染料、色淀及颜料）组成的混合物。其中基料是口红的骨架成分，主要有蓖麻油、高级脂肪醇及多元醇的高级脂类等，色料是口红的主要成分，常见的有溴酸红、铝、钙、钡、锶等盐的色淀，铝氧化铋和云母-二氧化钛膜等。此外，还有一些添加剂成分，如滋润剂（羊毛脂、鲸蜡、凡士林、卵磷脂、单硬脂酸甘油酯等）、硬化剂（地蜡、巴西棕榈蜡等）和香精等。口红的检验方法涉及原子发射光谱法、扫描电镜/能谱法、薄层色谱法、紫外-可见光谱法、气相色谱法和高效液相色谱法等。由于不同成分的口红具有不同的红外特征峰，且红外光谱法测试样品简单快捷、用量少、不需要特殊前处理、不破坏试样等优点，中华人民共和国公共安全行业标准GA/T 1656-2019 《法庭科学 口红检验 红外光谱法》最新标准把红外光谱法列入了口红成分检测，通过红外光谱图可对口红成分进行检测比对。

本文使用岛津 AIM-9000 对几种口红进行了测试，并根据红外谱图进行了成分比对，为法庭刑侦提供可靠证据。

1. 实验部分

1.1 仪器

岛津 IRTracer-100+AIM-9000



图 1. 岛津红外光谱仪 IRTracer-100 和高灵敏度红外显微镜 AIM-9000

1.2 测试条件

波数范围：4000~700 cm^{-1}

检测器: MCT
分辨率: 4cm^{-1}
扫描次数: 50

1.3 样品

1#为口红检材样品, 2#, 3#, 4#为对比样品

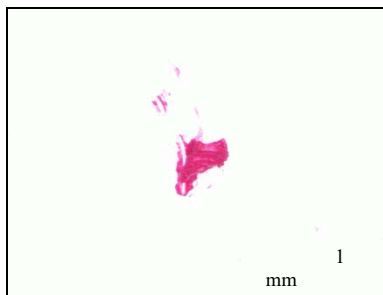


图2 口红检材样品



图3 对比样品

1.4 样品前处理

无需特殊前处理, 只需把微量口红样品挑到金刚石池上, 抹平, 进行透射测试。



图4 取样过程示意图

2. 结果与讨论

2.1 口红样品红外谱图

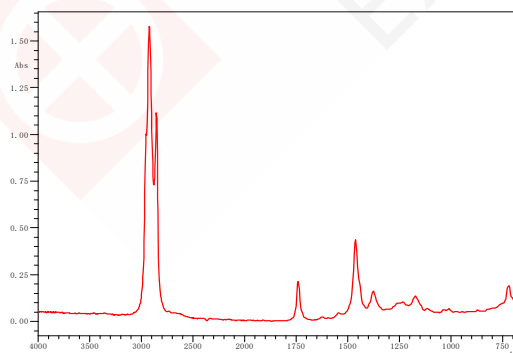


图5. 1#口红检材红外光谱图

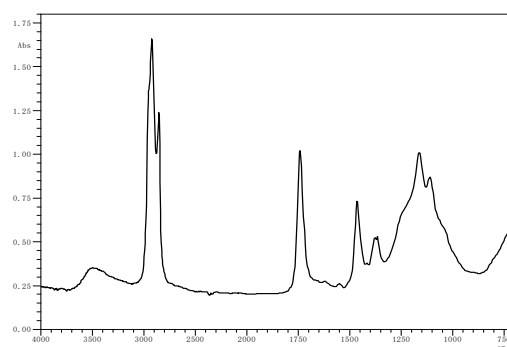


图6. 2#口红对比样品红外光谱图

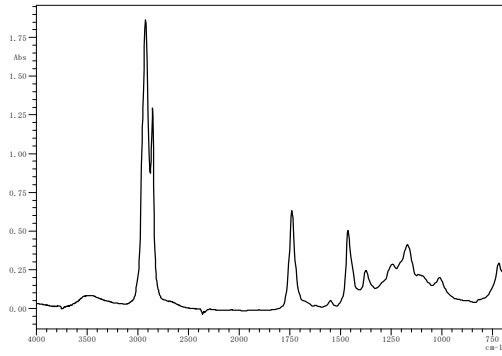


图 7. 3#口红比对样品红外光谱图

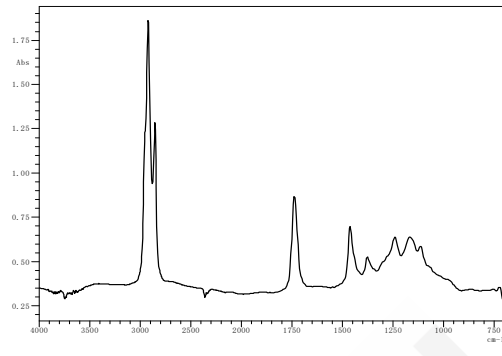


图 8. 4#口红比对样品红外光谱图

2.2 比对 (红色谱图为 1#口红检材样品)

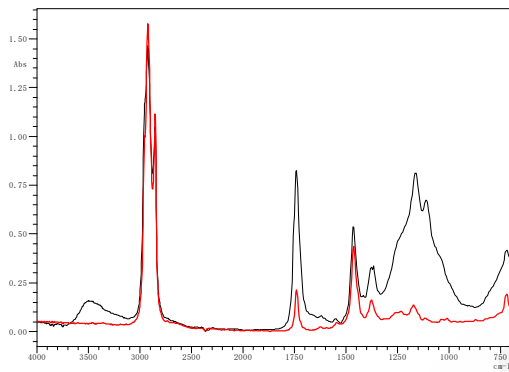


图 9. 1#和 2#口红红外光谱重叠图

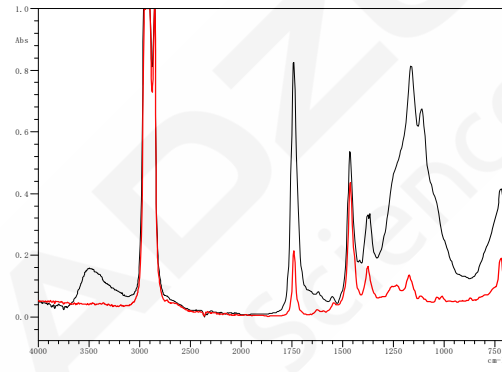


图 10. 1#和 2#口红红外光谱重叠部分放大图

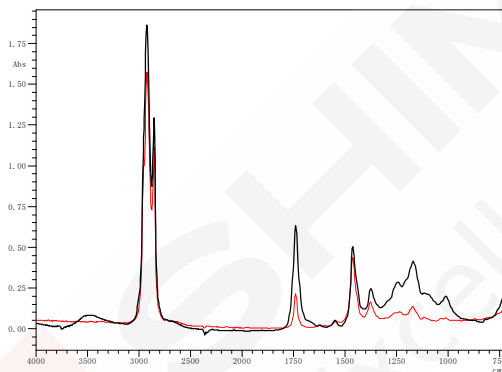


图 11. 1#和 3#口红红外光谱重叠图

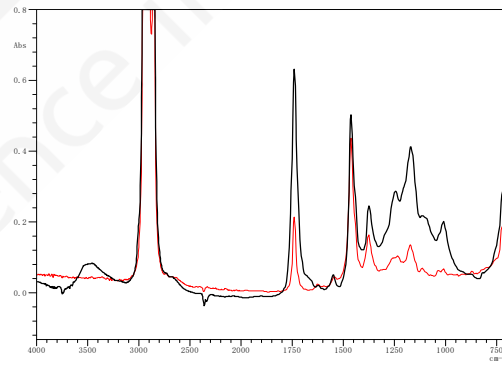


图 12. 1#和 3#口红红外光谱重叠部分放大图

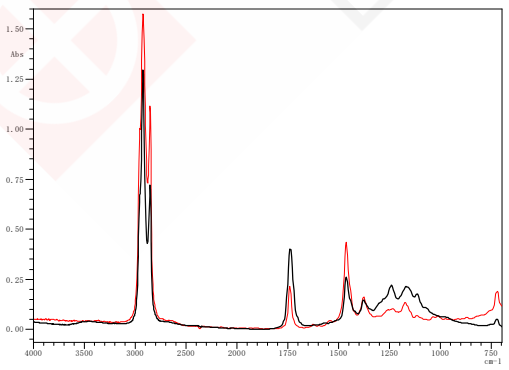


图 13. 1#和 4#口红红外光谱重叠图

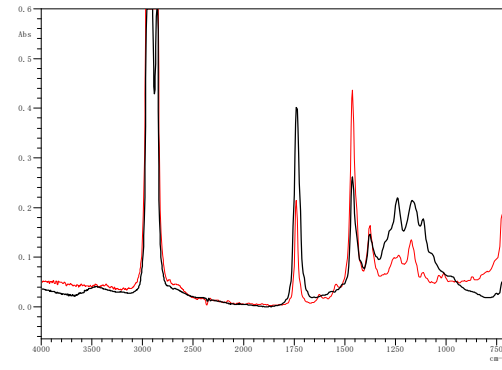


图 14. 1#和 4#口红红外光谱重叠部分放大图

2.3 讨论

GA/T 1656-2019 《法庭科学 口红检验 红外光谱法》中规定：当进行比对检验时，比较检材和比对样品红外光谱图中的主要基团特征峰峰位、峰形以及相对峰高比，当检材和比对样品的红外光谱图的峰位、峰形以及相对峰高比无明显差异时，判定为检材和比对样品成分相同；当检材和比对样品的红外光谱图的峰位、峰形以及相对峰高比有明显差异时，判定为检材和比对样品成分不相同；当不能确认比对结果时，则判定为无法确定。从以上图 6 到图 11 可以了看到，2#，3#，4#比对样品和 1#口红检材红外谱图峰位和峰形，在 $1700\sim 700\text{cm}^{-1}$ 范围内存在明显差异，判定为检材和比对样品成分不相同。

3. 结论

参考中华人民共和国公共安全行业标准 GA/T 1656-2019 《法庭科学 口红检验 红外光谱法》，使用岛津红外光谱仪 IRTracer-100 和红外显微镜 AIM-9000 对 1#口红检材样品和 2#、3#、4#对比样品进行了测试。通过峰位、峰形以及相对峰高比，发现对比口红样品 2#、3#、4#和 1#口红检材样品红外谱图峰位、峰形以及相对峰高比存在明显差异，判断成分不相同。红外光谱法测试方便快捷、准确、用样量少，对于法庭口红物证检测可以提供可靠依据。

使用红外显微镜 AIM-9000 进行毛发截面分析

为了解和控制护发剂和染发剂成分在毛发内部的渗透性，需要建立一种可以直接简便地解析毛发的测定方法。红外显微镜AIM-9000，可以在一个小区域内查看成分的分布。本文我们为您介绍使用AIM-9000进行毛发截面分析的案例。在制作毛发截面时，使用了Leica Biosystems公司生产的显微镜用薄片切片器。

1. 红外显微镜AIM-9000与红外光谱化学成像程序（Mapping Program）

通过将红外显微镜AIM-9000与红外光谱化学成像程序相结合，可以对试样的微小范围进行详细解析。装置的照片如图1所示。在透射程序中，可以实现对试样成分的面内分布进行面扫描，也可以在直线上进行等间隔解析的线扫描。另外，除标准透射和反射模式的红外光谱化学成像之外，通过使用选配的ATR物镜和压力传感器，还可以进行ATR红外光谱化学成像测定。



图 1 傅立叶变换红外分光光度计 IRTracerTM-100（左）和红外显微镜 AIM-9000（右）

2. 毛发切片的制作

对于毛发试样，我们准备了黑色发毛和烫染毛发。在制作毛发试样的切片时，使用了 Leica Biosystems 全自动旋转式显微镜用薄片切片器。最新款 HistoCore NANOCUT 的照片如图 2 所示。HistoCore NANOCUT 的切削方式可以选择自动、手动模式，切削厚度可以在 0.25~300 μm 范围内设置。本次采用电子试样冻结装置 EF-13，通过冰包埋制作了厚度为 3 μm 的切片。



图2 Leica Biosystems全自动旋转式显微镜用薄片切片器HistoCore NANOCUT

3. 毛发截面的分析

3.1 使用红外显微镜进行了红外光谱化学成像测定。将毛发切片放到金刚石池上，进行了显微透射测定。设置 $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$ 的光阑，将测定间隔设为 $5\ \mu\text{m}$ 。测定条件如表1所示，黑色毛发和烫染毛发的代表性红外光谱如图3所示。

3.2 在 $1650\ \text{cm}^{-1}$ 附近可见酰胺 I 的谱峰 (C=O 伸缩)、在 $1040\ \text{cm}^{-1}$ 附近磺基丙氨酸的谱峰 (S-O 伸缩)，作为毛发损伤指标的来源。磺基丙氨酸的谱峰只在烫染毛发中可见。

表 1 测定条件

装置	: IRTracer-100、AIM-9000
分辨率	: $8\ \text{cm}^{-1}$
扫描次数	: 10
切趾函数	: Sqr-Triangle
光阑尺寸	: $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$
测定间隔	: $5\ \mu\text{m}$
检测器	: MCT

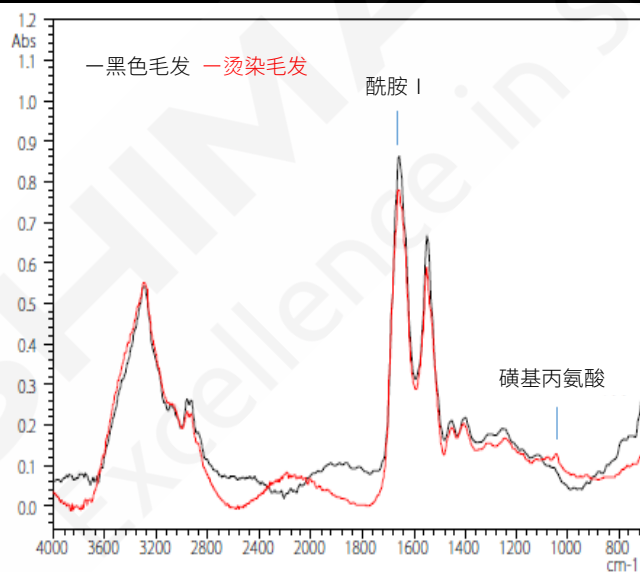


图 3 黑色毛发、烫染毛发具有代表性的红外光谱

4. 毛发截面的化学图像

根据获得的黑色毛发和烫染毛发的观察图像以及红外光谱化学成像测定结果制作了化学图像。根据红外光谱化学成像测定的结果，可以使用峰高、峰面积、多变量解析 (PCR/MCR) 和与对象光谱的一致性来创建化学图像，并且查看无法目测确认的成分分布。被广泛应用于不良解析以及工业材料、活体试样解析等各种用途。

首先，由酰胺 I ($1650\ \text{cm}^{-1}$ 附近的谱峰补偿面积值) 形成的化学图像如图4(a)所示。酰胺 I 在

黑色毛发、烫染毛发表明至内部均广泛存在，和毛发的观察图像充分一致。
 然后，由磺基丙氨酸（ 1040 cm^{-1} 附近的谱峰的补偿面积值）形成的化学图像如图4（b）所示。
 与黑色毛发相比，在烫染毛发中，磺基丙氨酸呈整体分布，考虑是因毛发损伤所造成的影响。

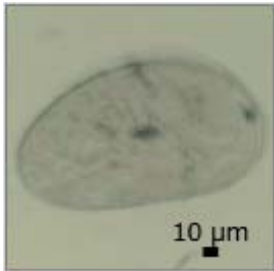
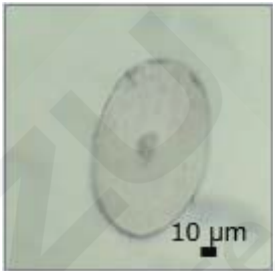
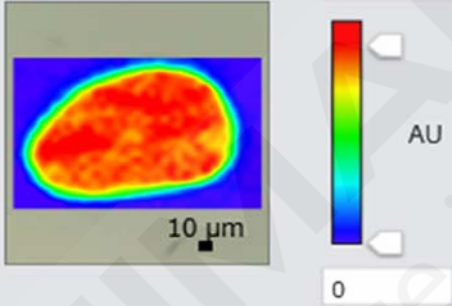
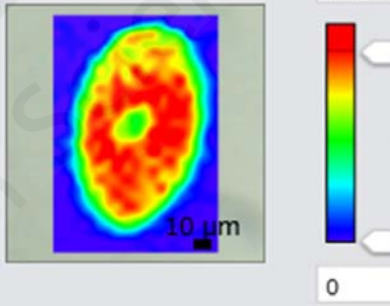
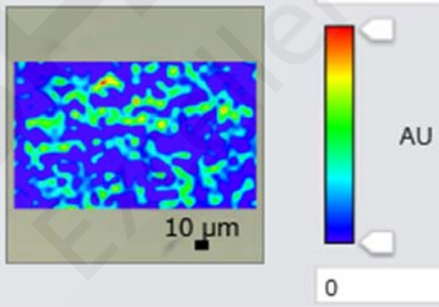
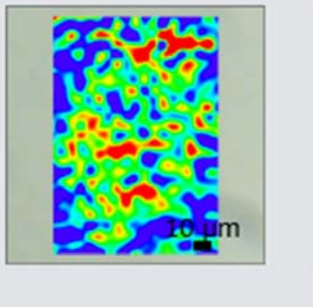
	黑色毛发 测定区域：横 $180\text{ }\mu\text{m}$ 、纵 $110\text{ }\mu\text{m}$	烫染毛发 测定区域：横 $90\text{ }\mu\text{m}$ 、纵 $130\text{ }\mu\text{m}$
观察图像		
(a) 酰胺 I 分布 1650 cm^{-1} 附近的谱峰补偿面积值		
(b) 磺基丙氨酸分布 1040 cm^{-1} 附近的谱峰补偿面积值		

图4 毛发截面的化学图像（黑色毛发、烫染毛发）

5. 总结

通过红外显微镜AIM-9000进行了毛发截面的分析。结果甚至能显示出毛发损伤所致内部蛋白质的组成变化。FTIR将成为观察毛发内部成分和毛发损伤变化的方法之一。

五、食品安全

食品关乎人类健康的基本保障，食品安全也是我们非常关注的一个方面。对食品来说，加工要求或根据产品标准不应该含有的物质，均可以称为异物，包括但不限于金属、玻璃、石头、头发、塑料等等。异物和杂质会给食品制造商造成严重后果，也必然会对整个供应链关系产生负面影响。找到异物并精准分析异物来源，针对性的采取预防措施，有利于食品加工过程对异物的有效控制。对于异物分析，岛津拥有成熟的方法和多种不同分析仪器提供多种选择，以满足现场或实验室检测的需要：对于微米级别的有机异物，红外显微镜AIM-90000可明察秋毫、方便快捷的鉴别异物成分，对于无机物质来说，可以选择岛津EDX-8000，非破坏快速检测无机元素。



岛津 AIM-9000 和 EDX 对食品工序中异物进行定性分析

摘要：红外显微镜和 EDX 均被广泛用于异物分析，两种仪器联合分析可以识别一定的异物，可以根据得到的测定结果详细地分析异物，有助于提高分析数据的可信度。需要识别的异物类型，预处理过程中样品是否会发生变质以及成分的破坏，分析速度等因素直接决定采用的分析方法和样品预处理方法。本文向您介绍在实际食品制造工序中对混入的异物进行分析的示例。

关键字：红外显微镜 EDX 食品工序 异物

食品制造过程中，不可避免的可能会引入一些污染物，主要是一些化学物质、金属颗粒和微生物，这些东西可能存在于加工机械上的、加工场地本身残留的，还有可能就是操作人员带进来的。污染物一旦出现在食品中，产品销售出去，就可能涉及到食品安全问题，可能对消费者健康产生危害，对品牌产生不良影响。所以，监控检测食品中污染物，排查污染源，对保证产品质量安全起到很好地指导作用。

1. 样品及前处理

在食品制造工序中，混入的异物样品有以下①、②、③、④、⑤等 5 种。如图 1 所示，首先在不进行预处理的情况下进行 EDX 测定，然后进行 FTIR 测定。此时需清洗去除附着物后进行测定。在本次 FTIR 分析中，因为样品的尺寸比晶体小，样品可能被压碎，所以使用 FTIR 主机进行 ATR 测定比较困难。另外，如果样品为混合物，将难以进行详细的分析。所以，我们采用显微 ATR 测定，由此可以在目标测定位置上使样品紧贴晶体。

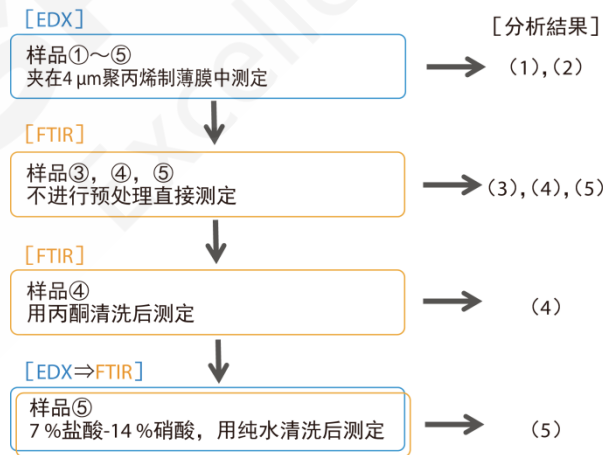


图 1 预处理和分析的步骤

2. 样品测试

图 2~图 9 分别为各样品的 EDX、FTIR 分析结果；表 1~表 5 为根据分析结果识别到的异物。(1) 样品①的特点：有金属光泽、坚硬、银白色

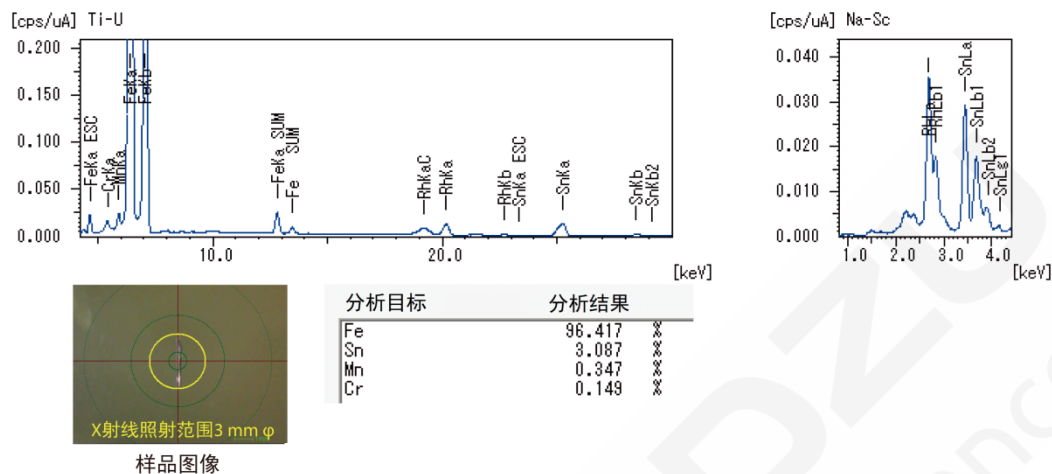


图2 样品①的EDX定性定量分析结果

表1 样品①的分析和判断结果

	测定结果	推测	通过 EDX 和 FTIR 综合分析后判断
EDX	主成分为 ^{26}Fe ，其次是 ^{50}Sn 最多	镀锡钢板、锡罐的碎片	镀锡钢板、锡罐的碎片
FTIR	省略（未检测出有意义的峰）	可能是金属及无机化合物	（仅通过 EDX 分析即可判断异物为金属）

(2) 样品②的特点：有金属光泽、坚硬、银色

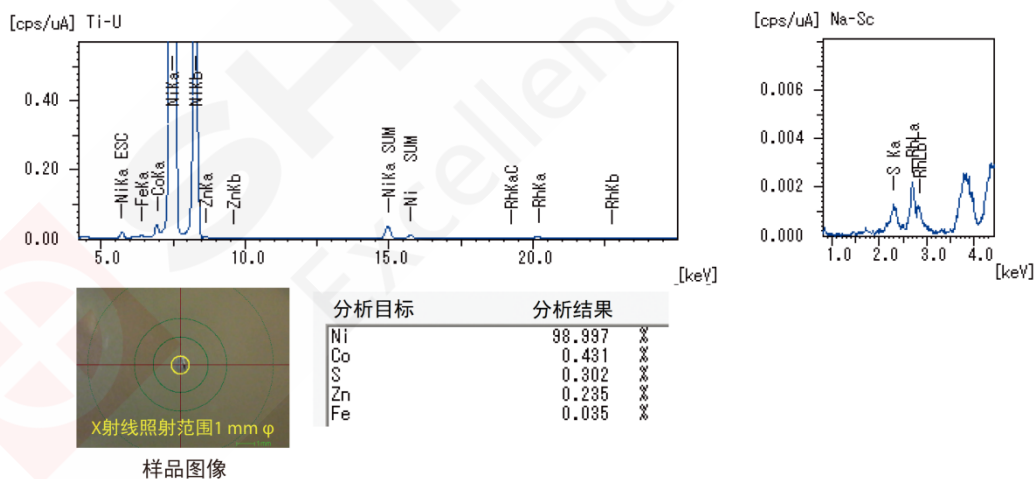


图3 样品②EDX的定性定量分析结果

表2 样品②的分析和判断结果

	测定结果	推测	通过 EDX 和 FTIR 综合分析后判断
EDX	主成分为 ^{28}Ni ，其他均少量	镍、镀镍的剥落物	镍、镀镍的剥落物
FTIR	省略（未检测出有意义的峰）	可能是金属及无机化合物	（仅通过 EDX 分析即可判断异物为金属）

(3) 样品③的特点：无金属光泽、脆弱、茶褐色

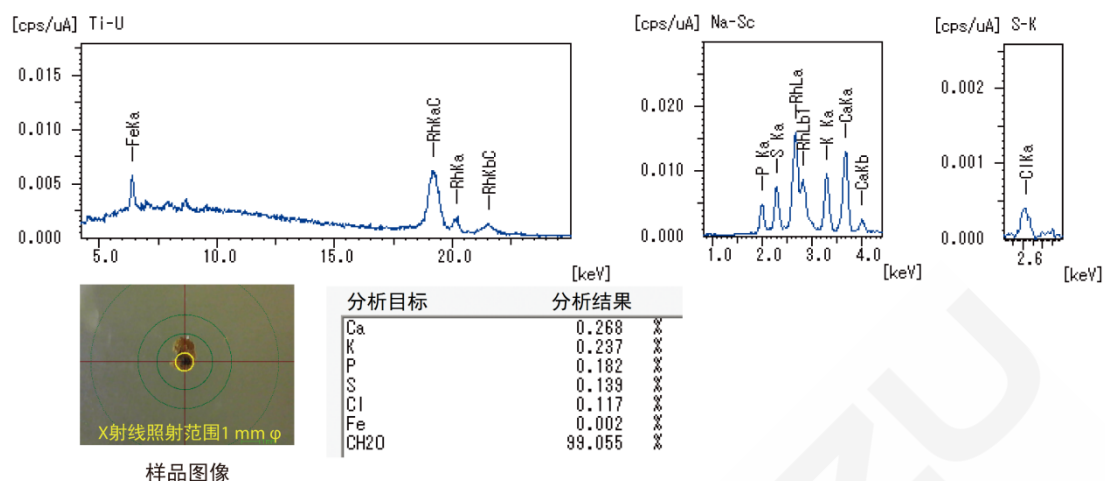


图4 样品③的EDX定性定量分析结果

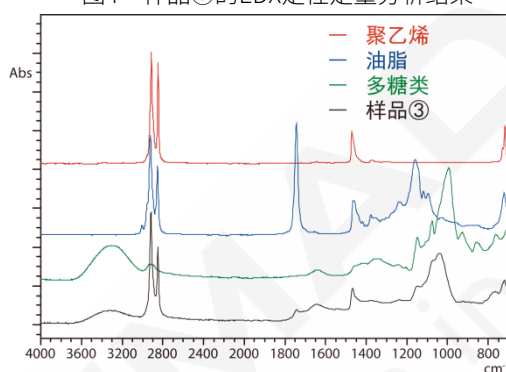


图5 样品③的红外光谱和搜索结果

表3 样品③的分析和判断结果

	测定结果	推测	通过 EDX 和 FTIR 综合分析后判断
EDX	检测出 ^{19}K 、 ^{20}Ca 等食品成分，主成分为 ^{9}F 以下 ($\text{RhK}\alpha\text{C}$ 较大 ²⁾)	食品块	附着了食品成分的聚乙烯
FTIR	聚乙烯、油脂、多糖类	附着了油脂、多糖类的聚乙烯	

(4) 样品④的特点：有非金属光泽、坚硬、黑色

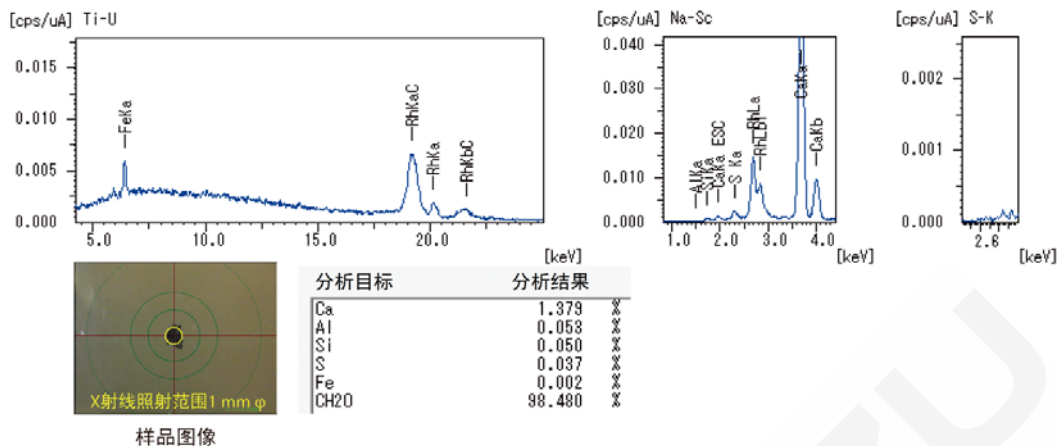


图6 样品④的EDX定性定量分析结果

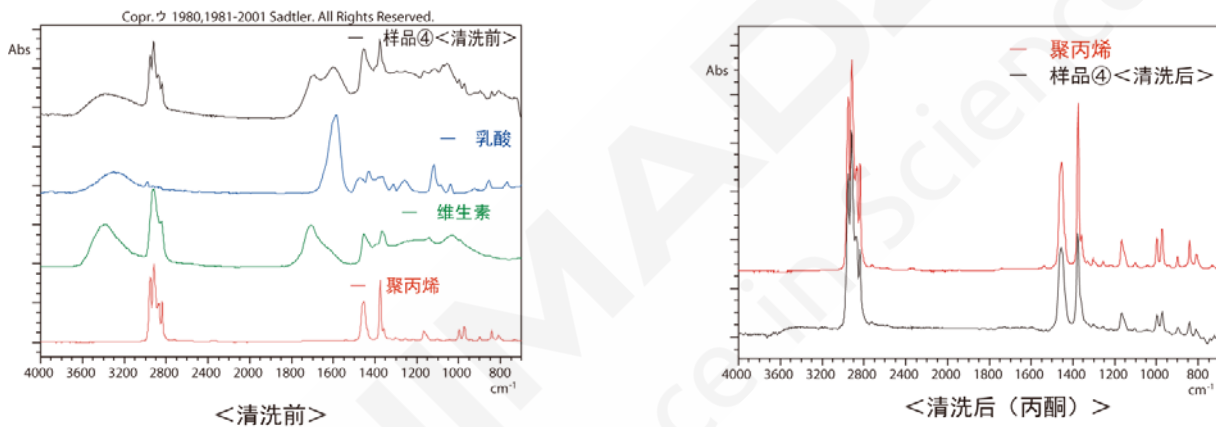


图7 样品④的红外光谱和搜索结果

表4 样品④的分析和判断结果

	测定结果	推测	通过 EDX 和 FTIR 综合分析后判断
EDX	检测出 ^{20}Ca 等食品成分, 主成分为 ^9F 以下	食品块、树脂等	
FTIR	(清洗前) 聚丙烯、乳酸、维生素	聚丙烯中附着了食品成分	附着了食品成分的聚丙烯
	(清洗后) 聚丙烯	(乳酸, 维生素等)	

(5) 样品⑤的特点：有部分金属光泽、坚硬、黑色、银黑色

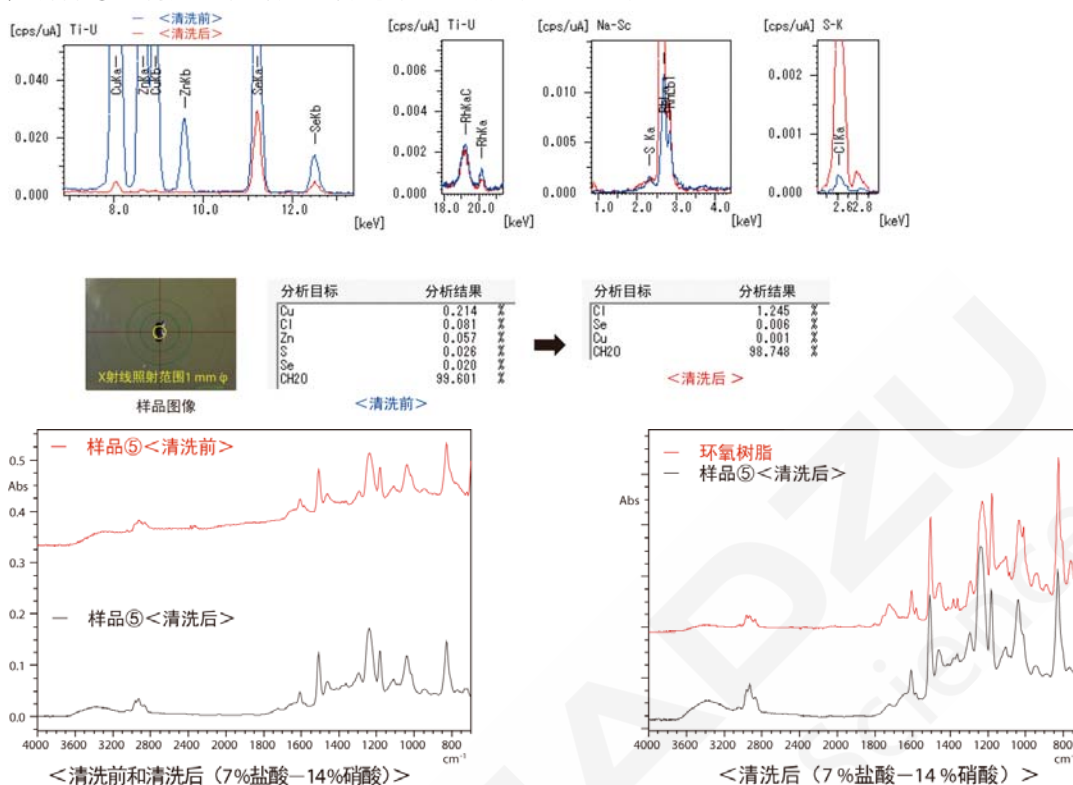


图9 样品⑤的红外光谱和搜索结果

表5 样品⑤的分析和判断结果

	测定结果	推测	通过 EDX 和 FTIR 综合分析后判断
EDX	(清洗前) 主成分为 9F 以下, ^{29}Cu 、 ^{30}Zn 、 ^{34}Se 较多	铜合金、树脂复合材料、锌、硒添加物	
	(清洗后) 主成分为 9F 以下, ^{29}Cu 、 ^{30}Zn 在洗脱后几乎消失, ^{34}Se 少量残留	薄膜	附着有铜薄膜的环氧树脂中附着了食品添加剂锌、硒的物质
FTIR	(清洗前) 环氧树脂 (随着红外光谱的基线上升, 说明存在金属)	环氧树脂和金属的复合材料	
	(清洗后) 环氧树脂 (红外光谱基线没有上升)	环氧树脂	

*关于 EDX 定量分析结果

- 有机物以 CH_2O 为代表, 保持均衡。
- 较多、较少等是相对参考值。

(将电镀、薄膜、附着物汇总为样品块)

3. 结论

由上述 EDX、FTIR-AIM 的分析结果可知, 该分析方法可迅速、简单、有效的对食品制造工序中的异物, 无需进行预处理即可判定其属于金属还是树脂, 或属于混合物还是复合材料。通过比较简单的预处理, 还可以详细明确地判断异物种类。

岛津红外显微镜 AIM 和 EDX 测试水管异物

摘要: 使用岛津高灵敏度红外显微镜AIM-9000和能量色散X射线EDX-8000对自来水管异物进行测定,并根据岛津公司独有自来水管异物数据库Tapwater Contaminants和FTIR-EDX联用软件对测定结果进行定性分析。

关键词: 水管异物 红外光谱仪 (FTIR) 能量色散型X射线荧光分析仪 (EDX)

近几年,多家媒体相继报道“全国普查自来水合格率仅50%”,引发公众对饮水安全的担忧。究其原因,除了水厂水处理工艺无法保证水质外,还有一个很重要的因素就是供水管路带来的二次污染。实际上,全国多个城市均有居民反映,自来水水质时有不佳,或有异味,或显浑浊,或有异物杂质。一些生活小区水龙头出水常常会含有异物,而这些异物可能来自于供水管路。

岛津红外显微镜 AIM-9000 具有高灵敏度,可以对微小异物进行准确地定性分析。岛津公司特有的自来水管异物分析专用数据库 Tapwater Contaminants,收录了包括实际收集到的异物材质以及市场上常用供配水管件在内的各种橡胶类、金属填充物、管件包装材料等潜在异物源。自来水管异物数据库能够很好应对了当前生活饮用水和自来水管异物检测,并可拓展至饮品、食品、化工等行业生产工艺过程监控。同时,岛津还开发了独特的 EDXIR-Analysis 联用软件,可以对测试样品进行无机有机联用定性分析。

1. 实验部分

1.1 仪器

EDX-8000 能量色散型 X 射线荧光分析仪

岛津 AIM-9000 红外显微镜

1.2 测试条件

EDX 测试条件

电 压: 50kV/15kV

氛 围: 真空

滤 光 片: 2#/none

积分时间: 100s

准 直 器 : 1mm

红外测试条件

波长范围: 4000~700cm⁻¹

分 辨 率: 8cm⁻¹

扫描次数: 50

切趾函数: Happ-Genzel

1.3 样品

水管异物

1.4 样品前处理

EDX: 将样品装至带有聚丙烯膜的样杯中,杯口另用塑料膜封住,用针尖在该膜上扎数个

小孔后放入仪器样品仓中，在真空下进行测试。

FTIR：异物用针挑出，放在金刚石池压平，使用红外显微镜进行测试分析

2. 数据分析

2.1 红外定性分析



图1 异物样品红外显微镜下照片

2.2 红外测试

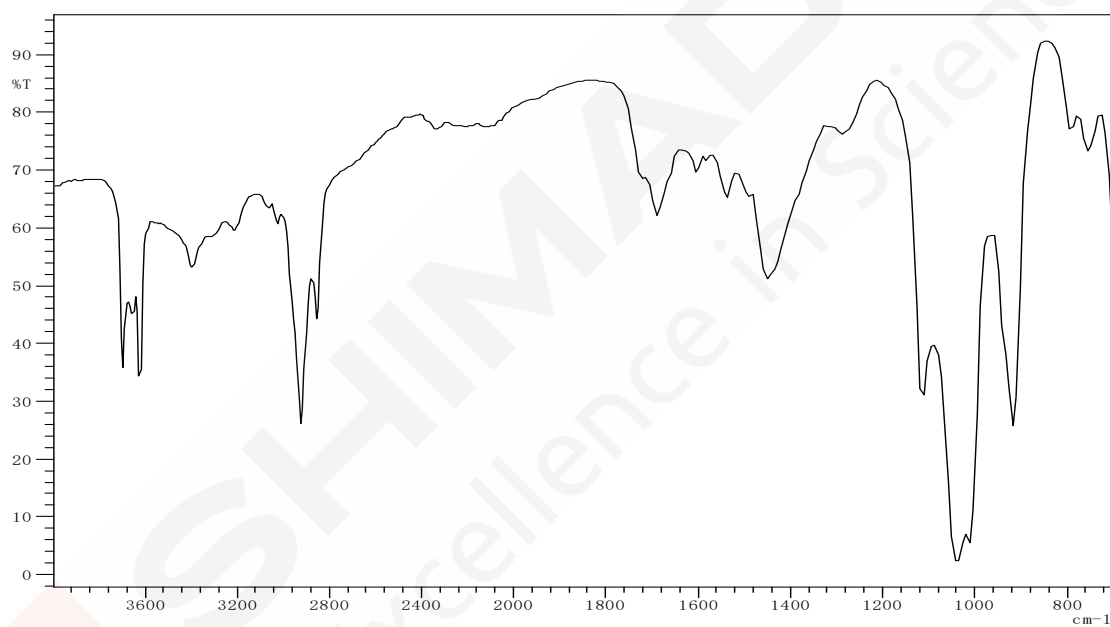


图2 异物样品红外光谱图

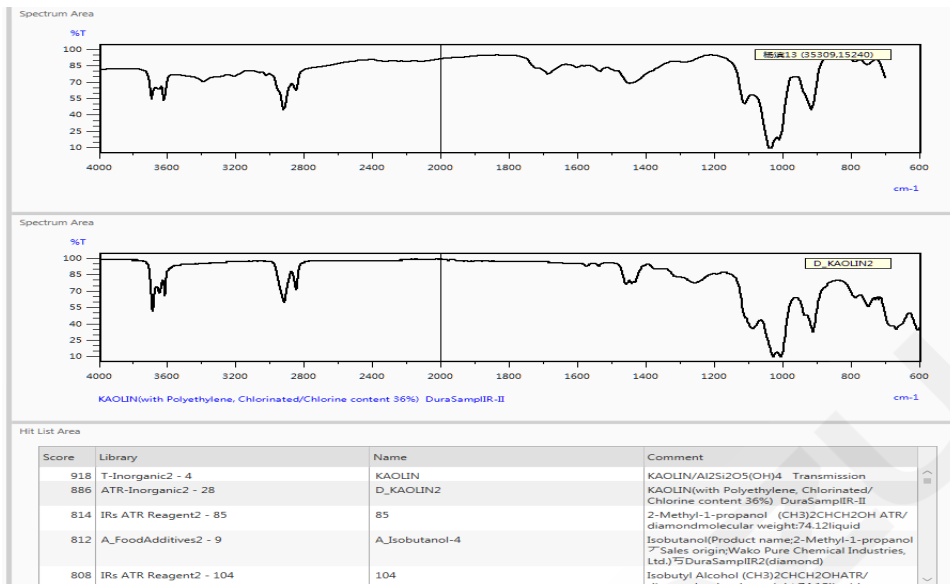


图3 谱图搜索结果

使用岛津异物分析谱库，检索到该样品异物是 $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ （即高岭土）和 Polyethylene Chlorinated（氯代聚乙烯），搜索结果显示氯代聚乙烯含量比约 36%。高岭土由于其良好的可塑性、优良的电绝缘性能、良好的抗酸溶性、很低的阳离子交换量等理化性质，已成为造纸、陶瓷、橡胶、涂料、医药等行业所必需的矿物原料。氯代聚乙烯是一种饱和橡胶，有优秀的耐热氧老化、臭氧老化、耐酸碱等性能，已广泛用于电缆电线、胶管、胶布、橡塑制品、密封材料、防水卷材等制品，所以水管异物检出的高岭土成分以及氯代聚乙烯可能是水管管道中密封圈或者塑料管道脱落物。

2.3 EDX 定性分析

使用 EDX 对该异物进行了分析，检出 Al、Si 含量较高，也含有少量 S、Cl、Ca、Ti、Fe 和 Zn 等元素。由于样品仅有 0.1 mm 左右大小，而且测试时带有 PP 膜，因此软件对样品材质难以进行准确测定。根据 FTIR 中得到的有机物总量进行设置，得到半定量结果。谱图和测试结果如图 4 和图 5。

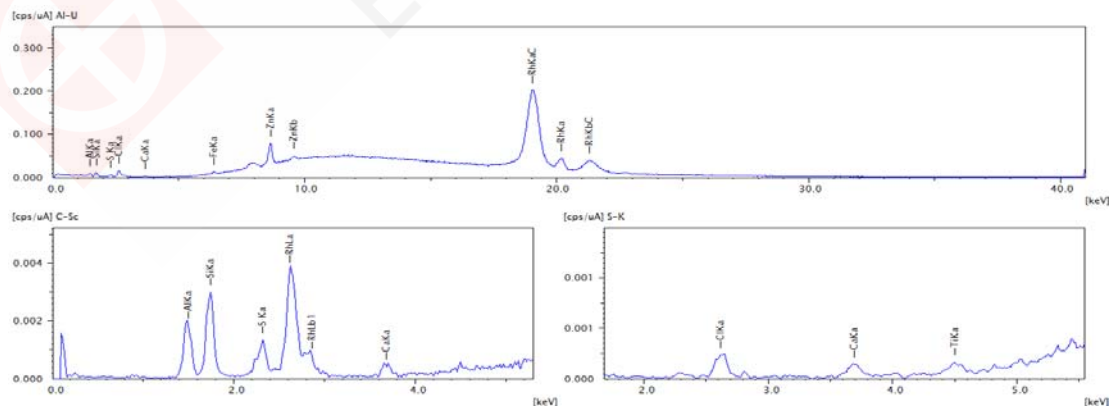


图4. 异物样品的 EDX 测试谱图

分析 报告		Report No.			
样品信息					
样品名称	水管异物				
测定日時	2017/03/30 15:45:18				
注释	Quick&easy Air-Metal				
分析组 操作者	easy scan-异物条件				
定量结果					
元素	结果	3*标准偏差	处理-计算	线	强度
Si	31.418 %	[2.237]	定量分析-FP	SiKa	0.028
Al	22.876 %	[1.965]	定量分析-FP	AlKa	0.019
S	5.630 %	[0.553]	定量分析-FP	S Ka	0.012
Zn	3.601 %	[0.152]	定量分析-FP	ZnKa	0.443
Fe	0.475 %	[0.142]	定量分析-FP	FeKa	0.027
Ca	0.000 %	[0.000]	定量分析-FP	CaKa	0.000
Cl	0.000 %	[0.000]	定量分析-FP	ClKa	0.000
Plastic	36.000 %	[-----]	固定	-----	-----

图 5. 异物样品的 EDX 半定量结果

EDX 测试中所检出的 Al 和 Si 元素与 FTIR 定性结果中的高岭土吻合，检测到的 Cl 元素与定性结论中的 Polyethylene Chlorinated 相吻合，更进一步验证了 FTIR 的定性结果。

2.4 EDXIR-Analysis 联用软件分析数据

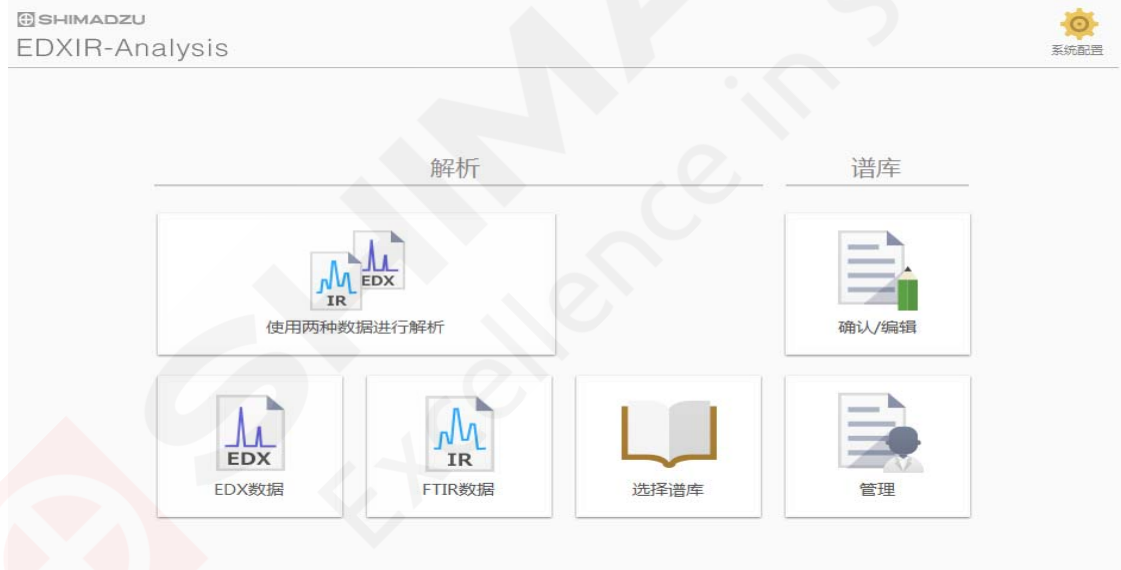


图 6 EDXIR-Analysis 联用软件界面

2.4.1 联用软件 FTIR 搜索结果

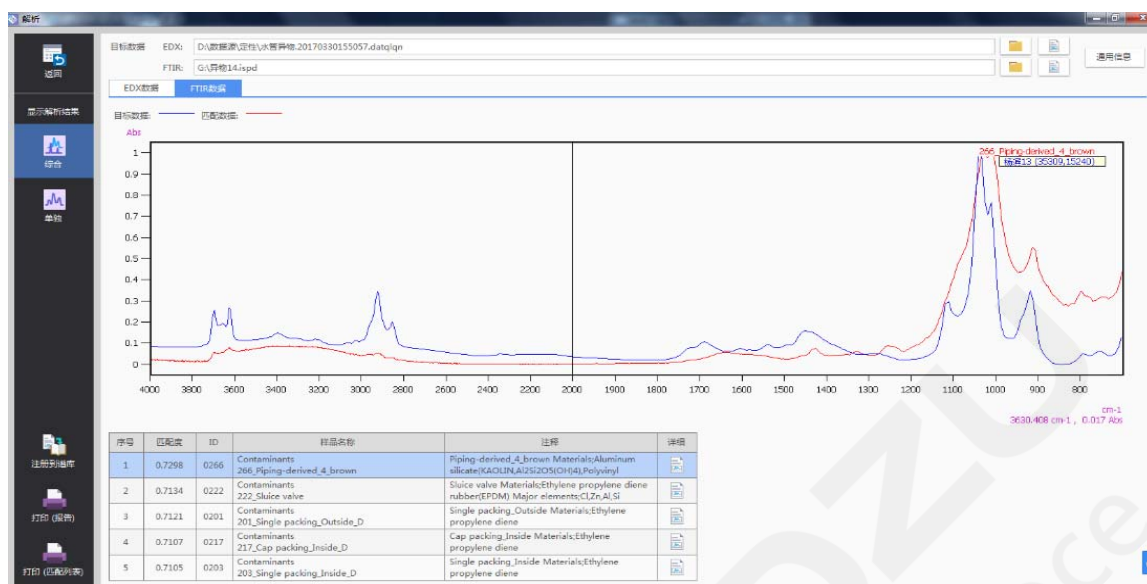


图7 EDXIR-Analysis 联用软件中 FTIR 搜索结果

2.4.2 联用软件 EDX 搜索结果

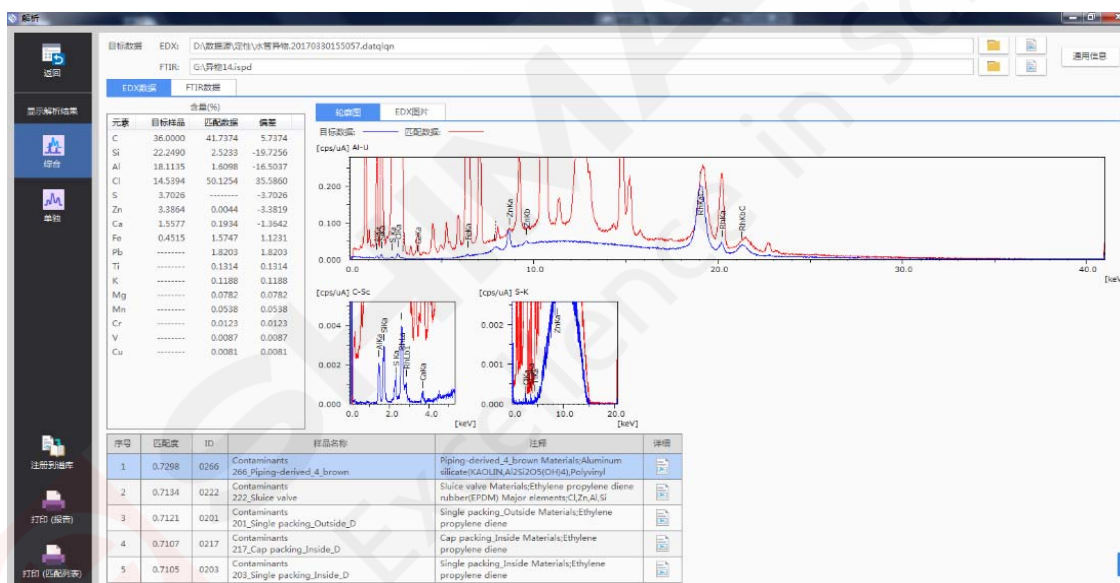


图8 EDXIR 联用软件中 EDX 搜索结果

联用软件 FTIR 搜索结果也表明样品主要成分是 $Al_2Si_2O_5(OH)_4$ (即高岭土) 和 Polyethylene Chlorinated (氯代聚乙烯), 联用软件 EDX 搜索结果表明该样品含有 Si、Al、Cl 等元素, 和前面得出结论一致, 表明了 EDXIR-Analysis 仪器联用对异物定性分析以及联用软件的可靠性。

3. 结论

使用岛津高灵敏度 AIM-9000 和 EDX-8000 对水管异物进行了定性分析, 红外显微镜检测出异物是高岭土和氯代聚乙烯。同时使用岛津高性能 EDX-8000 对异物样品进行分析, 检出的 Al、Si 和 Cl 元素与 FTIR 的定性结果互相验证, 再一次发挥了两者联用的强大功能。



本公司三条工厂获得 ISO 认证

JQA-0376

⊕ 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>

北京

北京市朝阳区朝外大街16号中国人寿大厦14层
邮政编码: 100020
电话: (010)8525-2310/2312 传真: (010)8525-2531

沈阳

沈阳市青年大街167号北方国际传媒中心11层
邮政编码: 110016
电话: 024-23255577 传真: (024)2325-5577

西安

西安市锦业一路56号研祥城市广场A座501
邮政编码: 710065
电话: 029-62737878 传真: (029) 6273-7879

乌鲁木齐

乌鲁木齐市中山路339号中泉广场14H座
邮政编码: 830002
电话: (0991)230-6271/6272 传真: (0991)230-6273

郑州

郑州市中原路220号裕达国际贸易中心A座20层2011室
邮政编码: 450007
电话: (0371)8663-2981/2983 传真: (0371)8663-2982

上海

上海市徐汇区宜州路180号华鑫慧享城B2栋
邮政编码: 200233
电话: (021)3419-3888 传真: (021)3419-3666

成都

成都市锦江区创意产业商务区三色路38号博瑞·创意成都写字楼
B座12层
邮政编码: 610063
电话: (028)8619-8421/8422 传真: (028)8619-8420

南京

南京市鼓楼区汉中中路2号亚太商务楼27层B座
邮政编码: 210005
电话: (025)8689-0258 传真: (025)8689-0237

重庆

重庆市渝中区青年路38号重庆国贸中心1702座
邮政编码: 400010
电话: (023)6380-6068/6058 传真: (023)6380-6551

武汉

武汉市武昌区临江大道96号武汉万达中心31层3112室
邮政编码: 430060
电话: (027) 5908-0488 传真: (027) 5908-0470

广州

广州市天河区高唐路230号广电智慧大厦
邮政编码: 510656
电话: (020) 3718-3888 传真: (020) 3718-3804

昆明

昆明市青年路432号天恒大酒店 908室
邮政编码: 650021
电话: (0871)6315-2986/2987 传真: (0871)6315-2991

深圳

深圳市福田区天安数码城天展大厦1楼 F2.6-1C
邮政编码: 518040
电话: (0755)8340-2852 传真: (0755)8389-3100

长沙

湖南省长沙市芙蓉区解放西路188号国金中心T1大楼3115室
邮政编码: 410005

香港

香港九龙尖沙咀海洋中心1028室
SUITE 1028, OCEAN CENTRE, HARBOUR CITY,
TSIM SHA TSUI, KOW LOON, HONG KONG
电话: (00852)2375-4979 传真: (00852)2199-7438

用户服务热线电话: 800-8100439
400-6500439

本产品样本所宣传的内容, 以本版本为准
样本中的试验数据除注明外为本公司的试验数据

日本总公司工厂已通过ISO质量·环境管理体系的认证

注: 此样本所有信息仅供参考, 如有变动恕不另行通知