

岛津 AIM-9000 红外显微镜应用数据集册



目 录

序 言	3
岛津 AIM-9000 红外显微镜介绍	6
岛津 AIM-9000 红外显微镜应用数据	6
一、异物分析	
1. 红外显微镜法在电子产品异物分析中的应用	7
2. 红外显微镜对印刷电路板进行缺陷分析	13
3. 红外显微镜在焊锡电路板助剂残留分析中的应用	16
二、司法鉴定	
1. 红外显微镜光谱法分析车辆碰撞现场微量油漆物证	23
2. 岛津红外显微镜打印字迹鉴别中应用	27
三、药物包材	
1. 岛津红外显微镜定性分析医药包材的多层膜	32
2. 岛津红外显微镜可视观察的同时对多层薄膜进行分析	35
四、FTIR-EDX 联用	
1. 岛津 AIM-9000 和能量色散型 X 射线荧光光谱仪对食品工序中异物进行分析	38
2. 岛津能量色散型 X 射线荧光光谱仪和红外显微镜测试人工晶体上异物	43
3. 岛津红外显微镜和能量色散型 X 射线荧光光谱仪测试水管异物	49
4. 岛津红外显微镜和能量色散型 X 射线荧光光谱仪分析树脂原材料	54
五、其它	
1. 红外显微镜 ATR 法对锂离子电池用隔离膜进行定性分析	60
2. 岛津红外显微镜检测磨砂洗面奶中的微小塑料颗粒	62
3. 岛津红外显微镜检测食盐中的微小塑料颗粒	66
4. 红外显微镜 Mapping 功能研究物质组分分布的均匀性	69
5. 岛津红外显微镜法测定玻璃板上聚酰亚胺薄膜的环化率	75

序 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，使相应于这些吸收区域的透射光强度减弱。记录红外光在不同波数处的吸收曲线，就得到红外光谱。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。

傅里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，对于微小样品可以给出准确的结果。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医药、电子、材料、公安、生命科学、环境、食品、化工、地矿等领域。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、医药行业中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
分析中心

岛津AIM-9000红外显微镜介绍

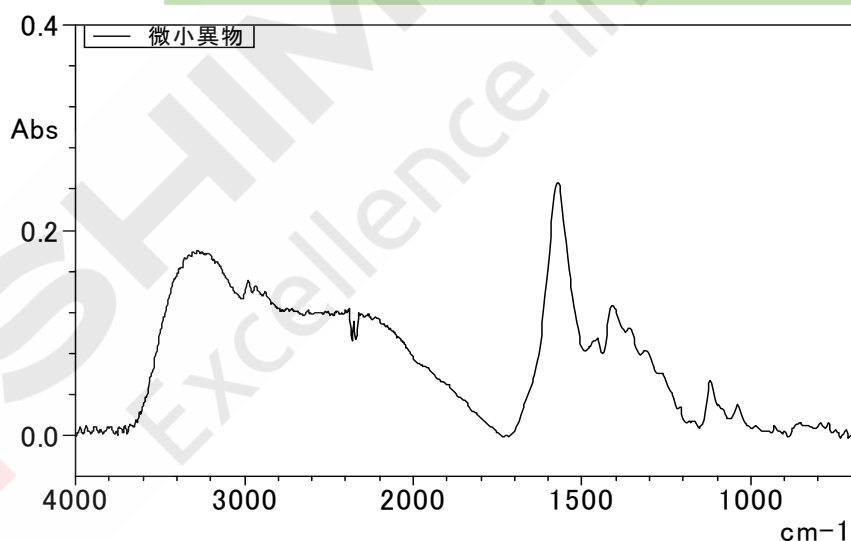
岛津秉承50多年以来的红外光谱技术底蕴，十年磨一剑，最新推出了新一代旗舰级红外显微镜AIM-9000。

1. 高灵敏度：

AIM-9000有目前业内最高信噪比30000:1的灵敏度指标，可对微小样品得到高灵敏度、低噪声的光谱图。



左图异物是在光学元件上发现的。蓝框（光阑）尺寸为 $10 \times 10 \mu\text{m}$ ，异物尺寸小于 $10 \times 10 \mu\text{m}$ 。AIM-9000可以在半分钟内对这类小到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。



2. 全自动红外显微分析系统：

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。



AIM-9000红外显微镜应用数据

一、异物分析



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*40 μm 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：4000~700 cm^{-1}

分辨率：8 cm^{-1}

扫描次数：50

切趾函数：Happ-Genzel

光阑大小：50 *50 μm

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

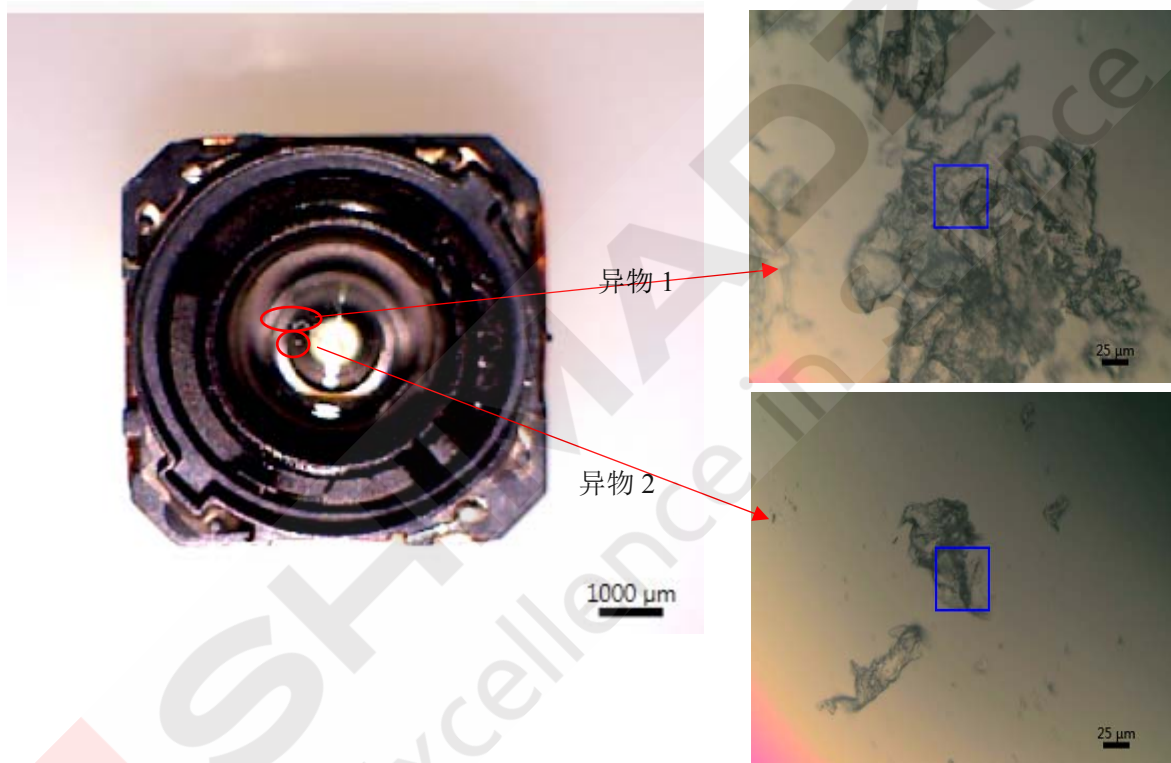


图 1 手机摄像头，左图为大视野相机下镜头及其上异物的照片

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

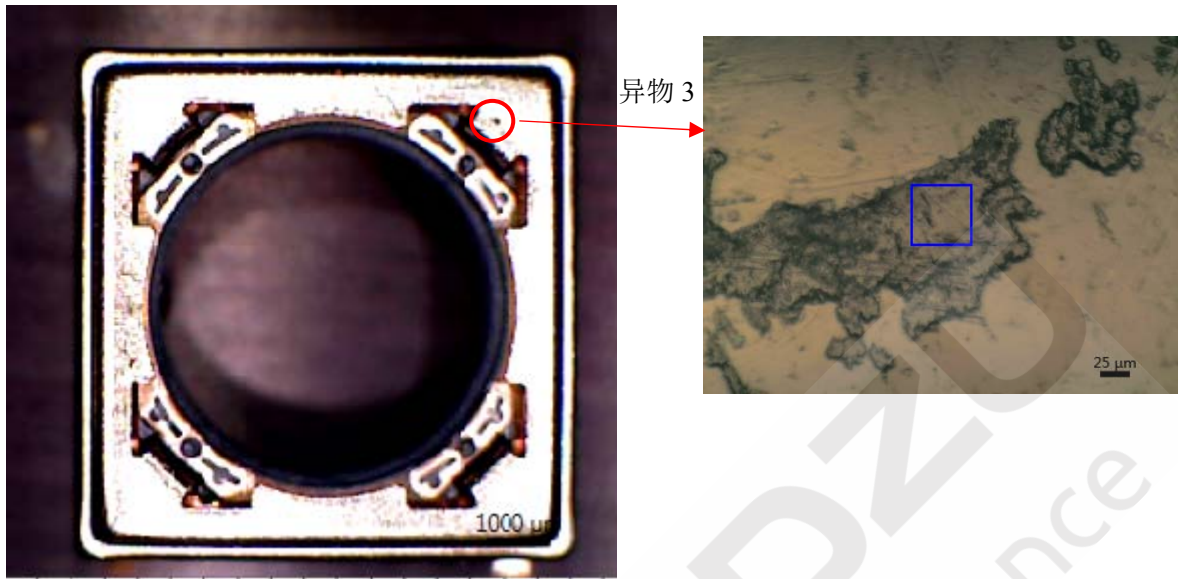


图2 手机摄像头金属框

(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

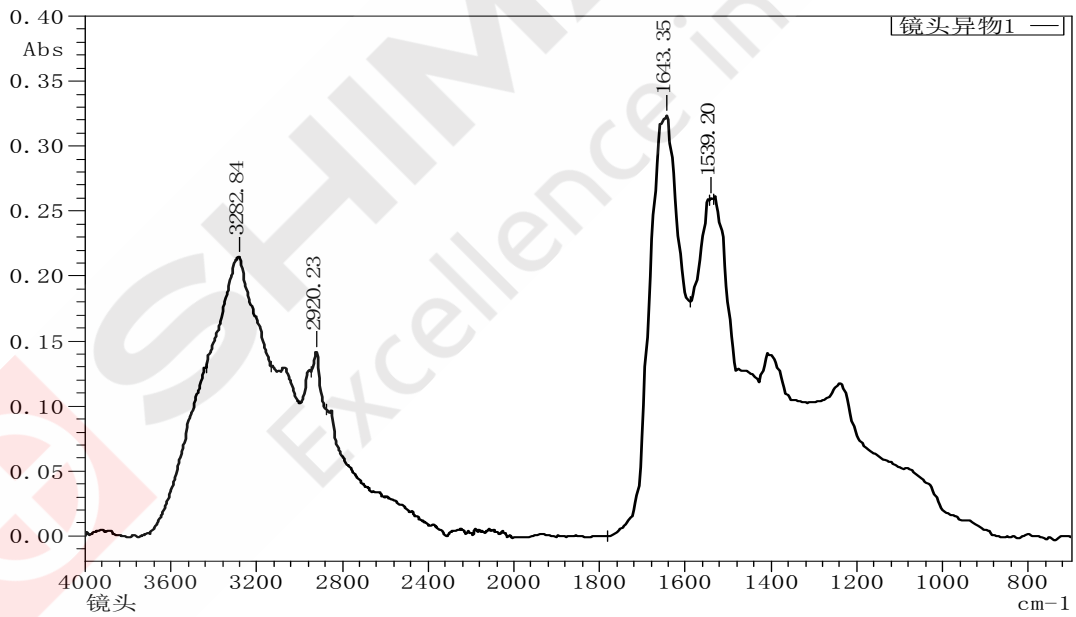


图3 异物1红外光谱图

谱图搜索显示该异物为 SKIN (皮屑), 见下图:

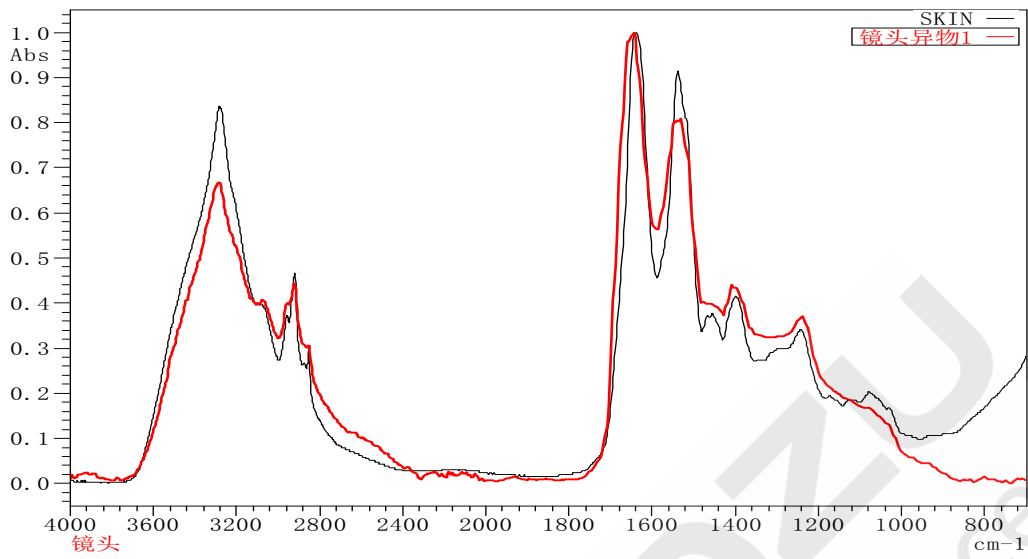


图4 异物1 红外光谱图检索结果

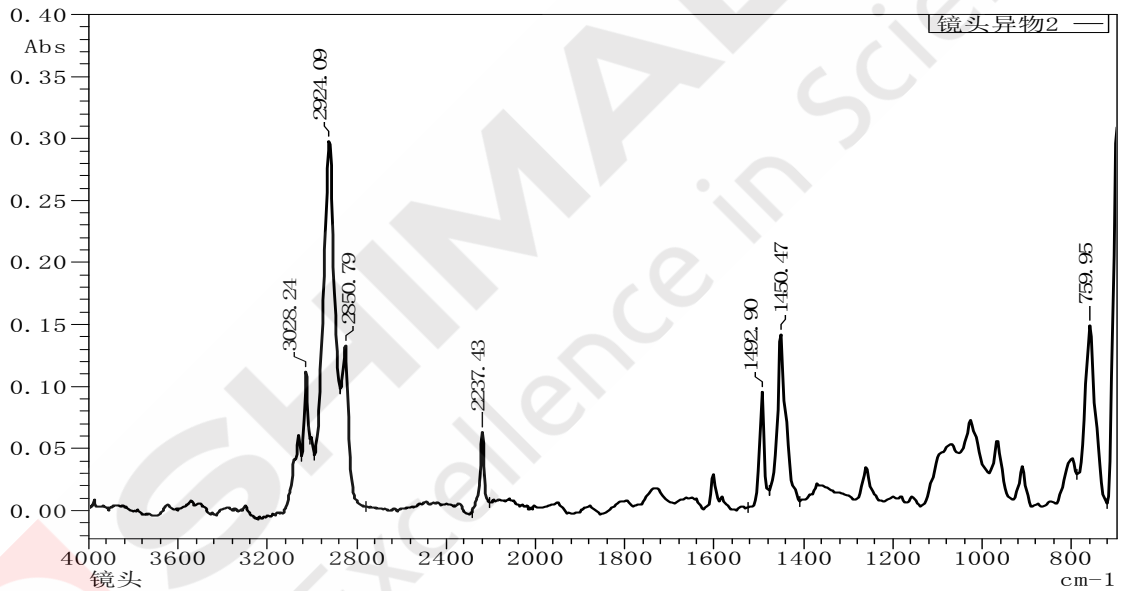


图5 异物2 红外光谱图

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:

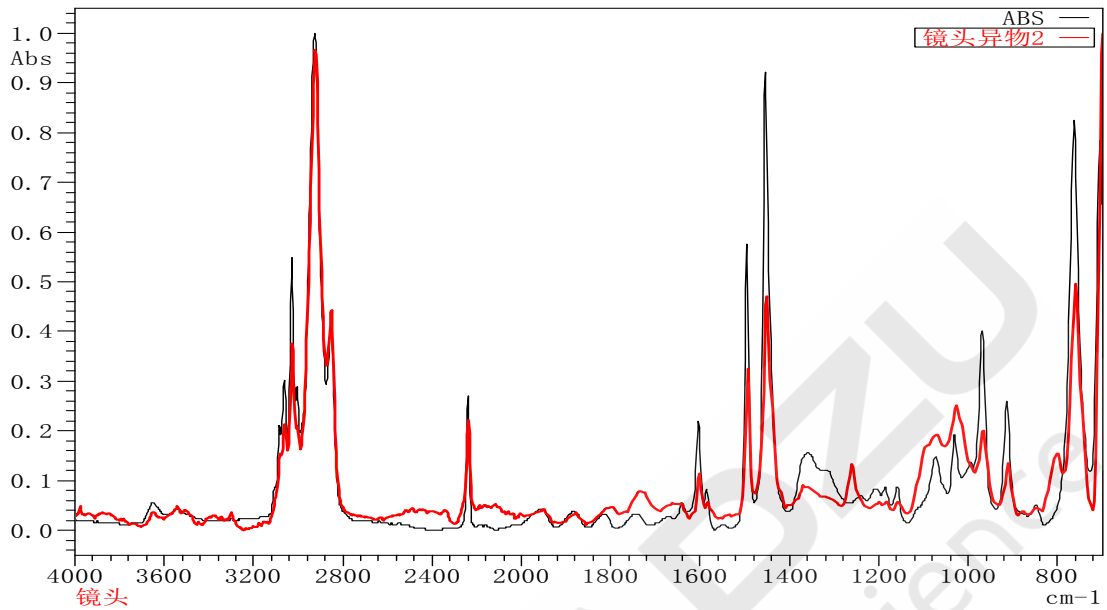


图6 异物2 红外光谱图检索结果

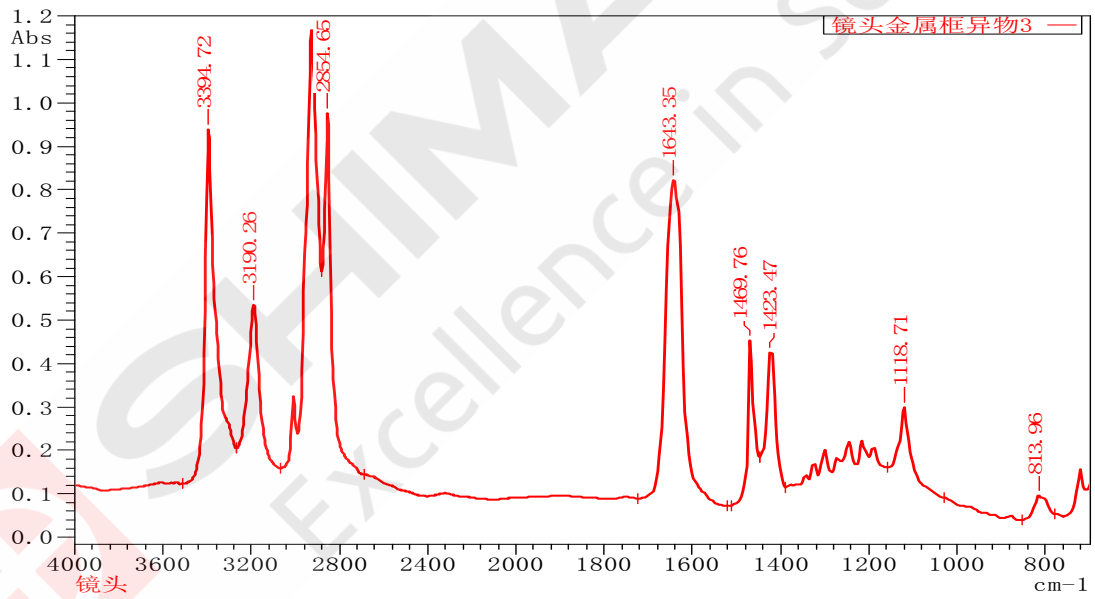


图7 异物3 红外光谱图

谱图搜索显示该异物为 ERUCYLAMIDE (芥酸酰胺), 见下图:

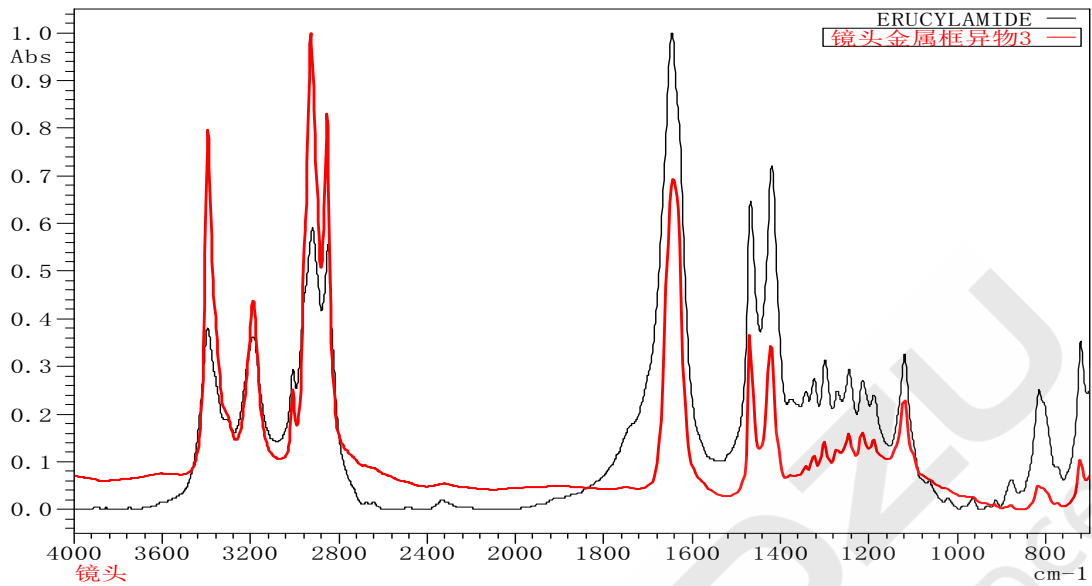


图8 异物3 红外光谱图检索结果

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。

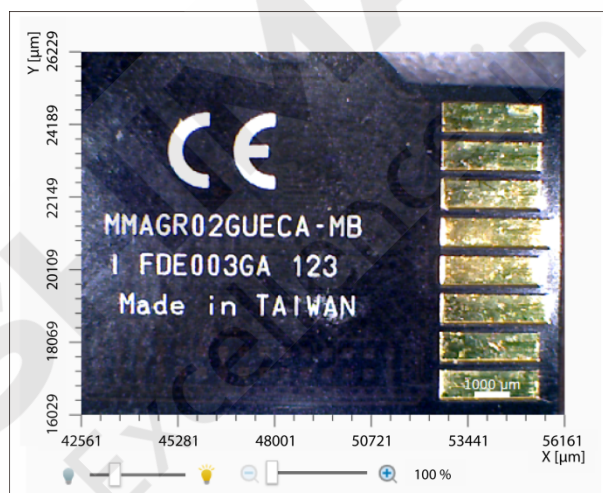


图 1 microSD™ 卡的大视野相机观察图像

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。

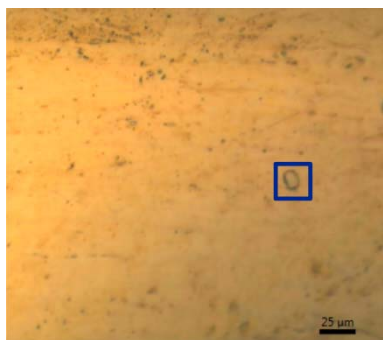


表 1 测定条件

仪器	: IRTracer ^{TM2} -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： $25\ \mu\text{m} \times 25\ \mu\text{m}$ ）

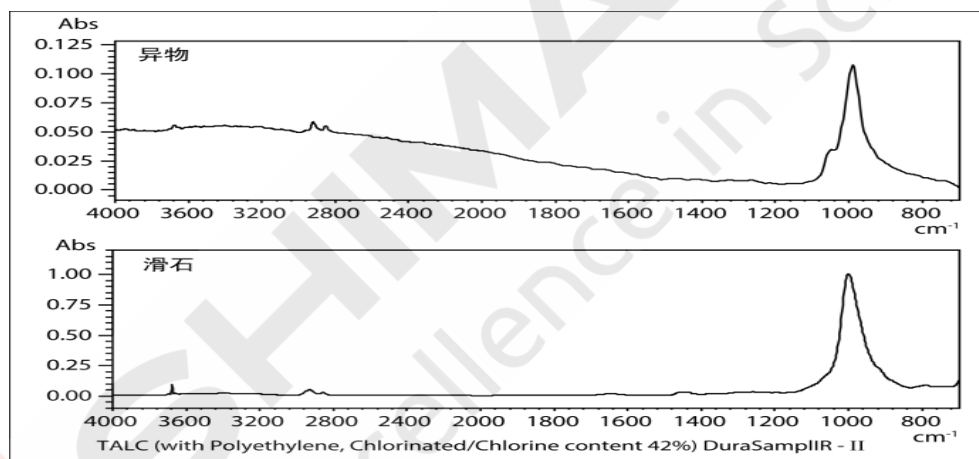


图 3 光谱检索结果（上图：异物，下图：滑石的光谱库）

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 ^{TM2} -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

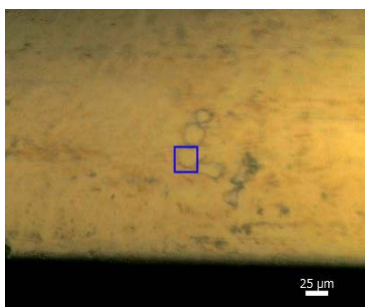


图4 斑点的观察图像 (25 μm × 25 μm)

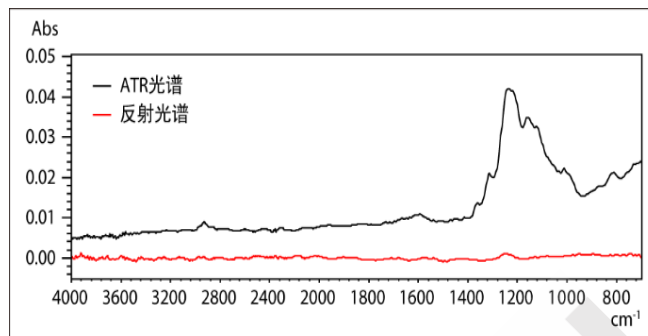


图5 斑点的反射光谱与 ATR 光谱的比较

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。

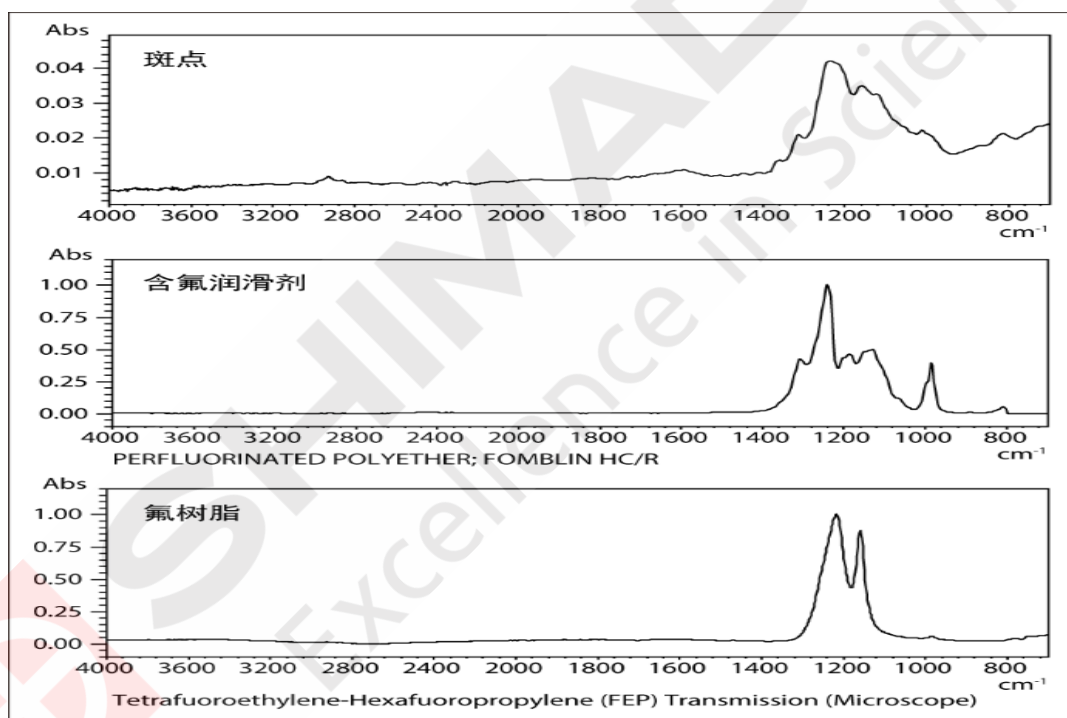


图6 光谱检索结果(上图:斑点的ATR光谱;中图:含氟润滑剂的光谱库;下图:氟树脂的光谱库)

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

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相关性能。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

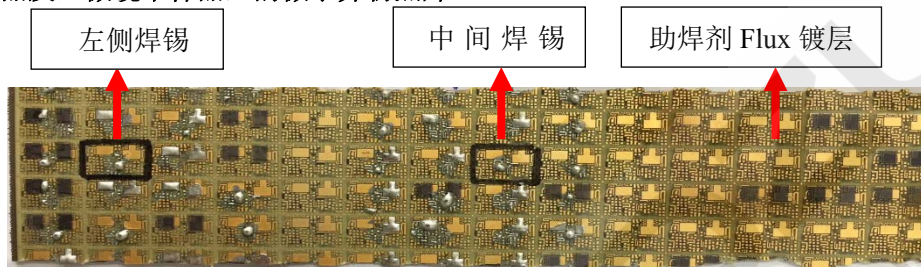


图 1 焊锡电路板照片（左侧、中间焊锡点、右侧黄色镀层为助焊剂 Flux）

2.2 定性分析

2.2.1 Flux 淡黄色镀层的红外吸收光谱图

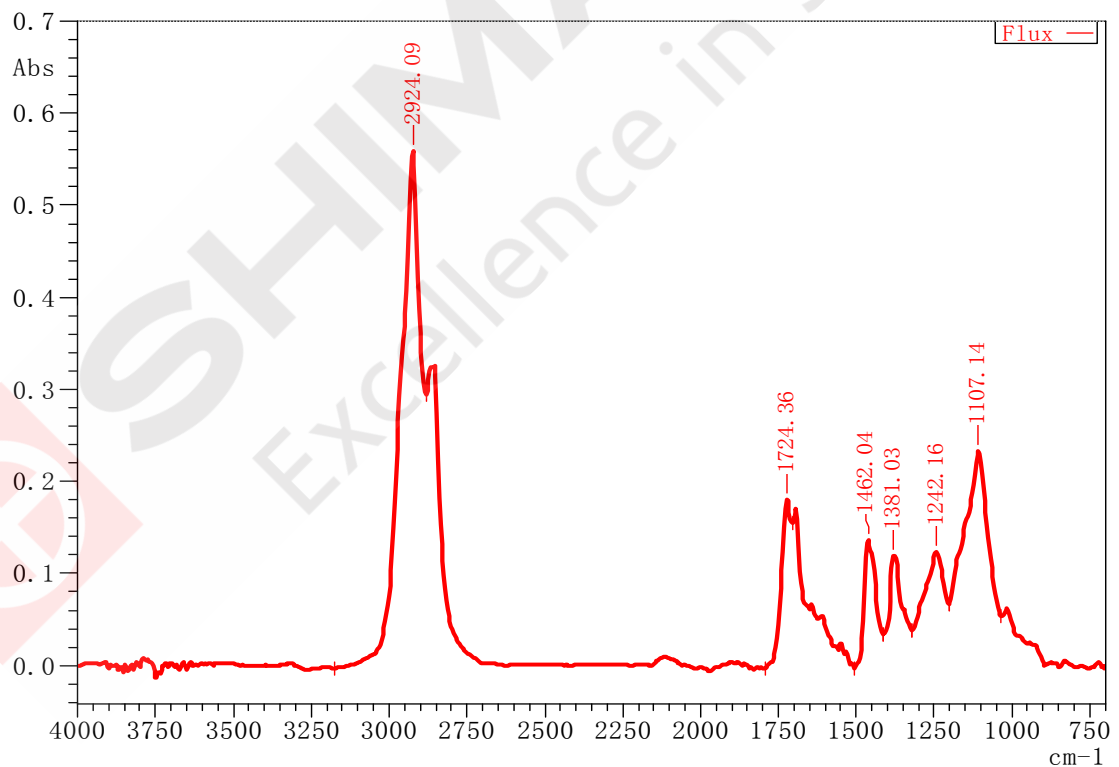


图 2 助焊剂 (Flux) 镀层红外光谱图

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

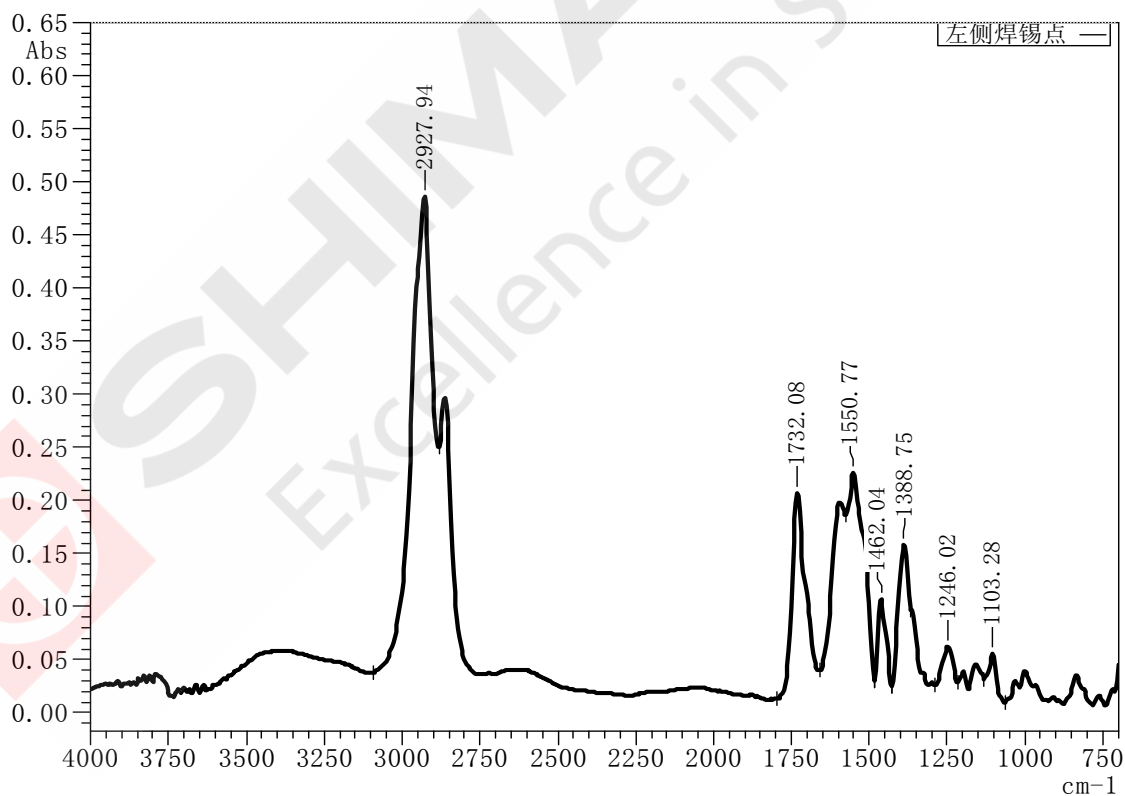


图4 左侧焊锡点红外光谱图

2.2.3 左侧焊锡点与 Flux 的红外光谱重叠图

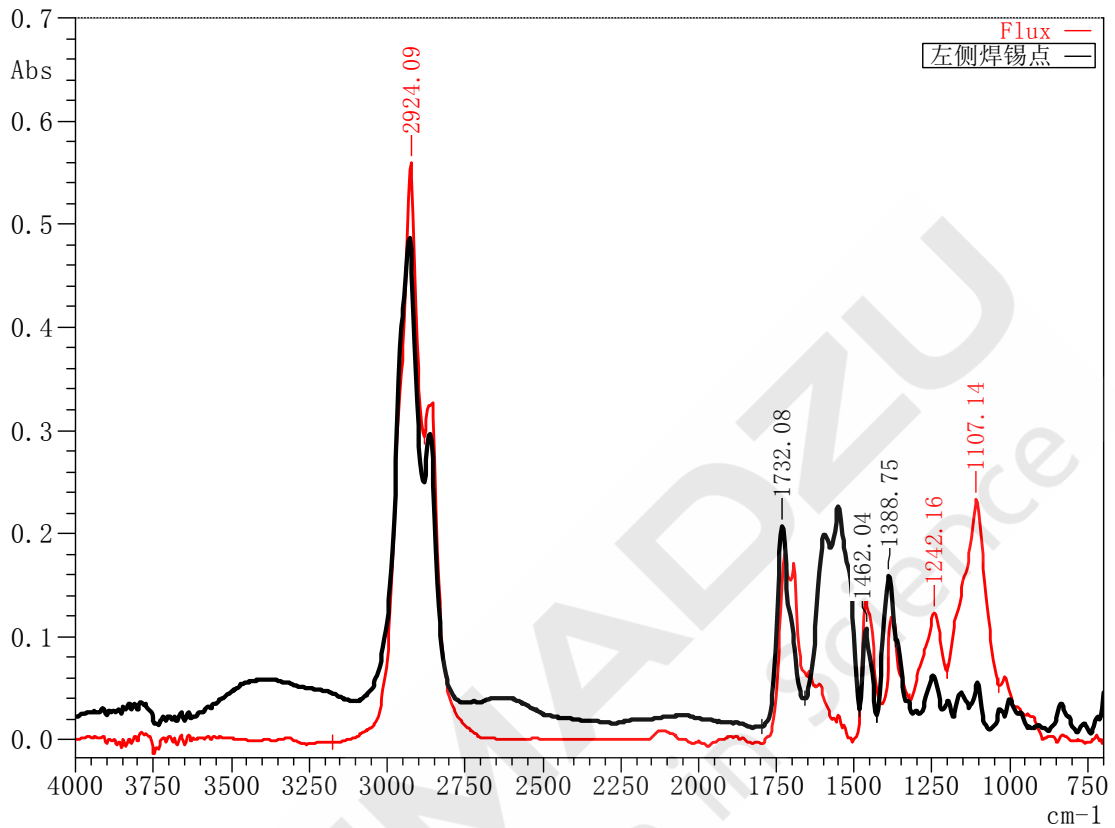


图5 左侧焊锡点与助焊剂 (Flux) 的红外光谱重叠图

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

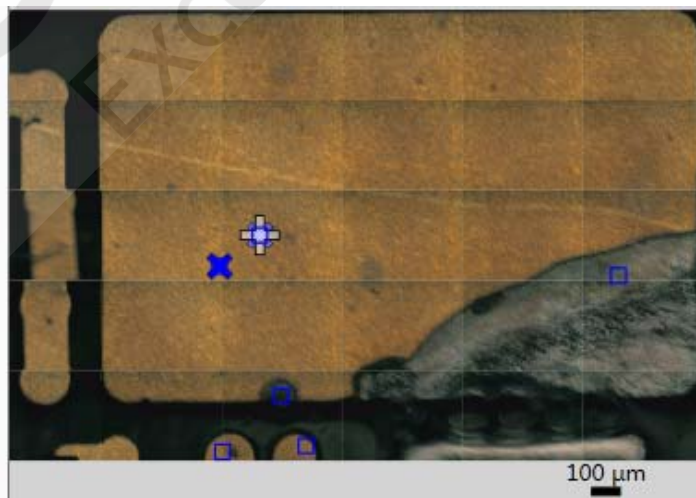


图6 中间焊锡点附近电路板红外显微镜下照片

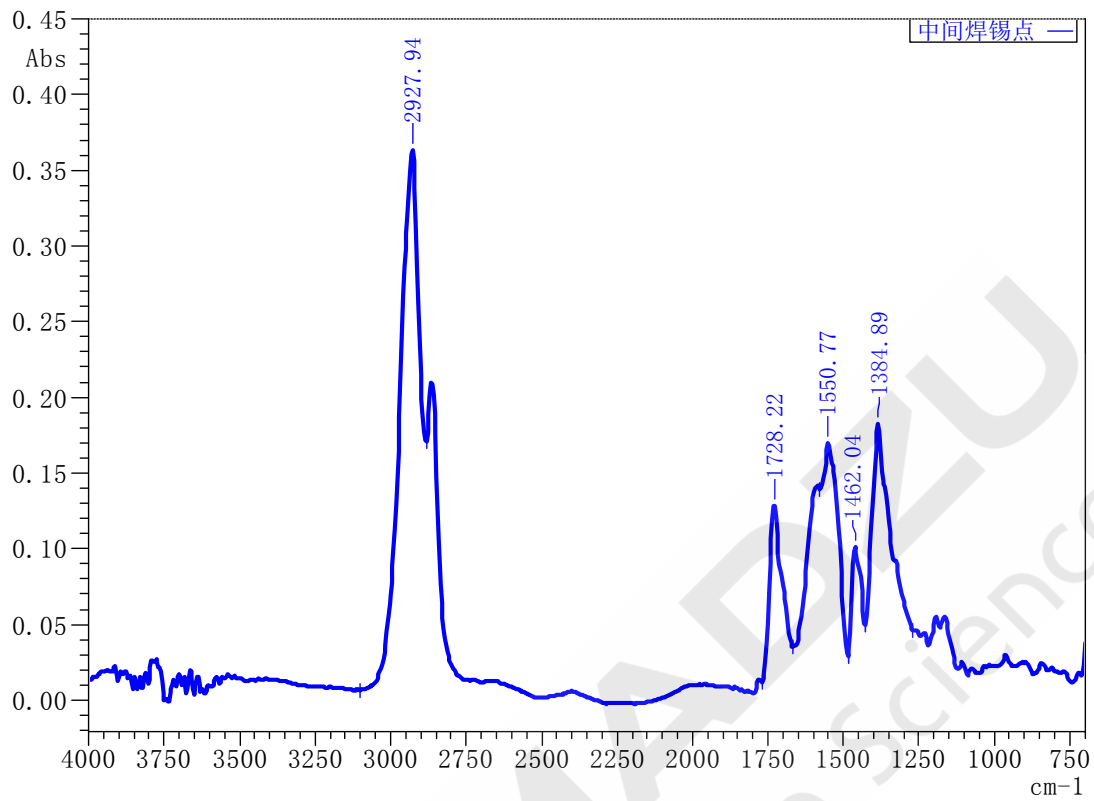


图7 中间焊锡点附近电路板红外谱图

2.2.5 中间焊锡点测量处和助焊剂 (Flux) 的红外光谱重叠图

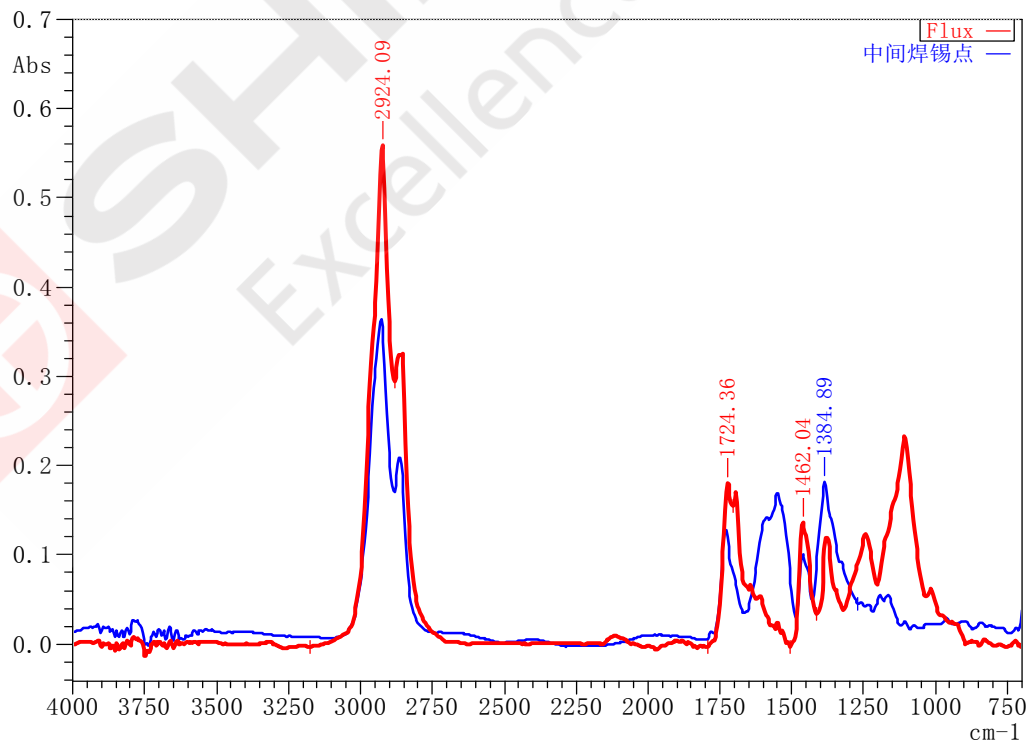


图8 中间焊锡点测量处和助焊剂 (Flux) 的红外光谱重叠图

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。



SHIMADZU
Excellence in Science

二、司法鉴定



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

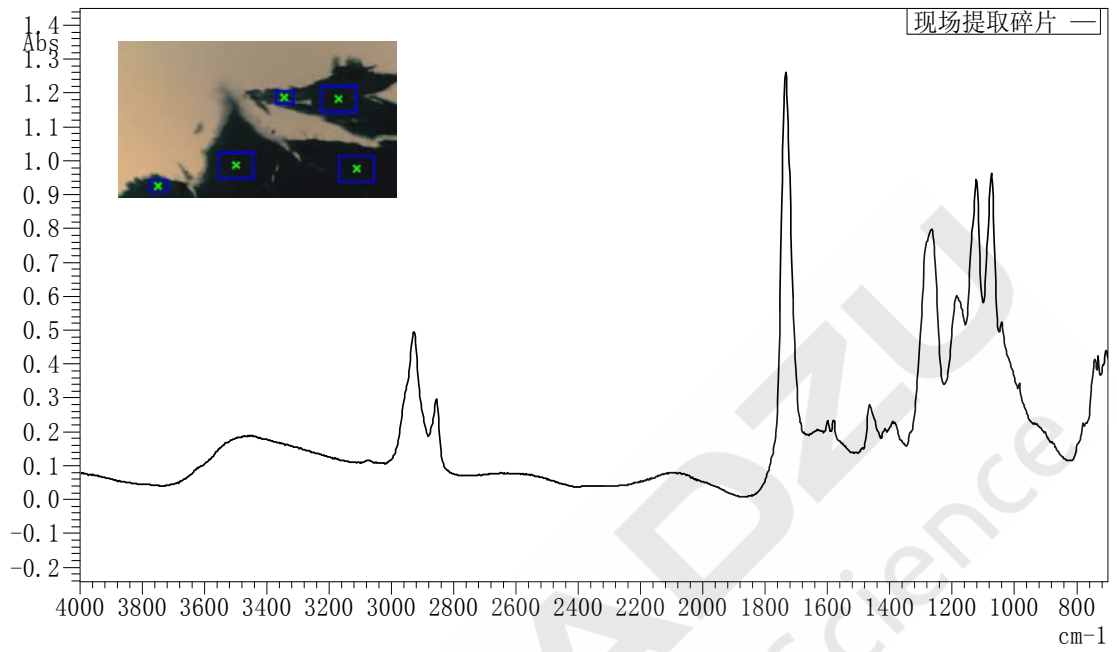


图1 现场采集碎片及其红外光谱

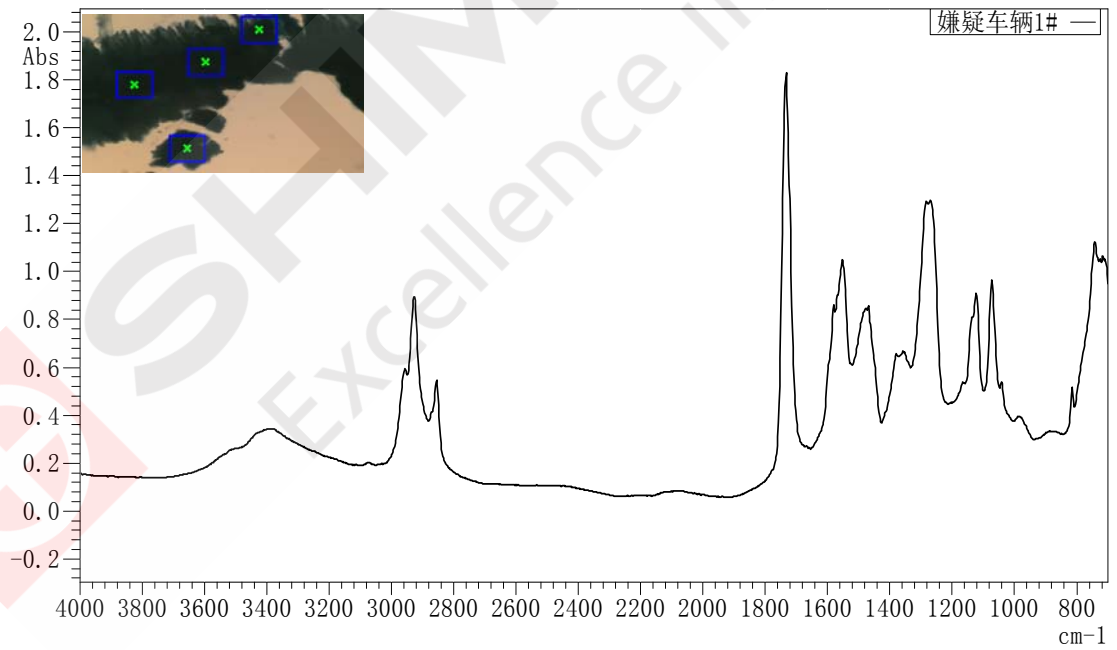


图2 嫌疑车辆1#取样及其红外光谱

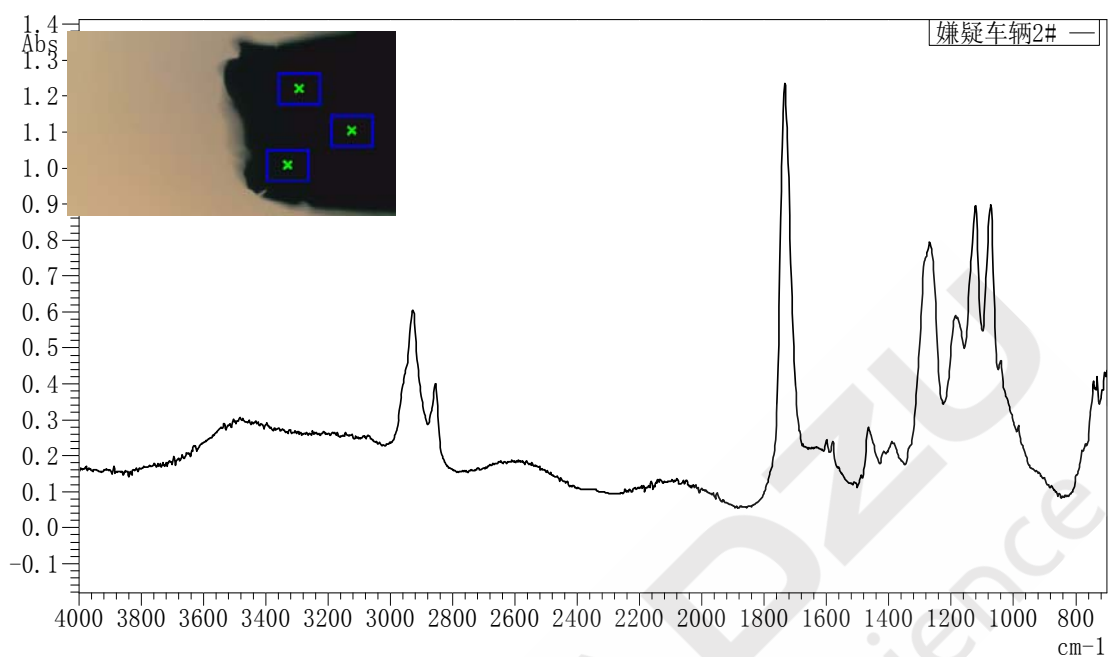


图3 嫌疑车辆 2#取样及其红外光谱

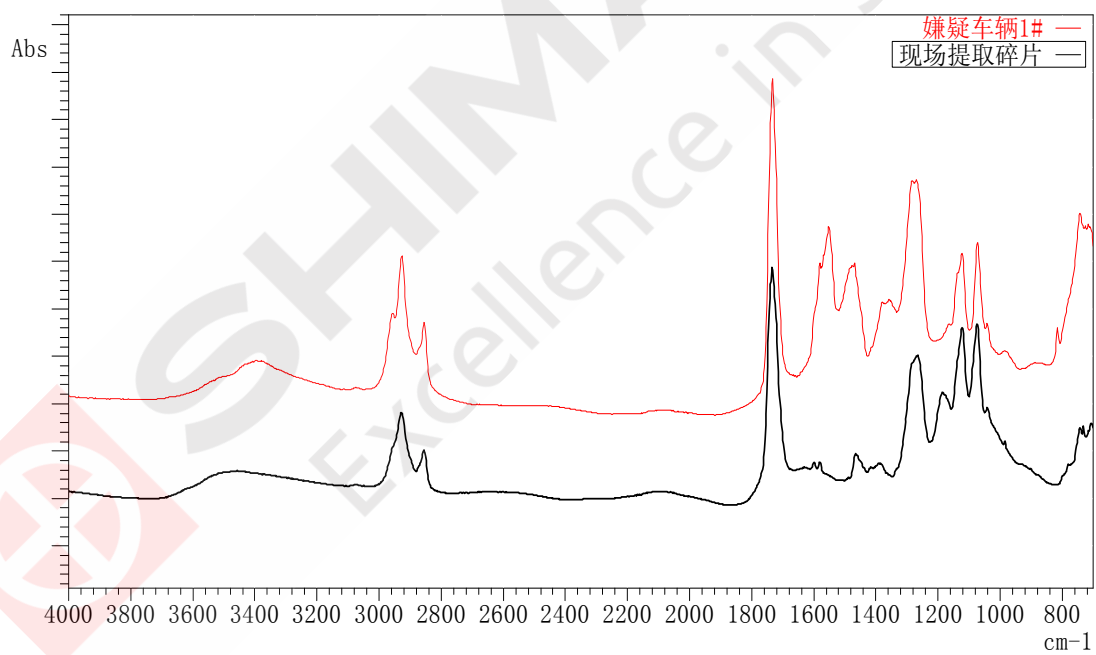


图4 嫌疑车辆 1#与现场碎片光谱结果比对

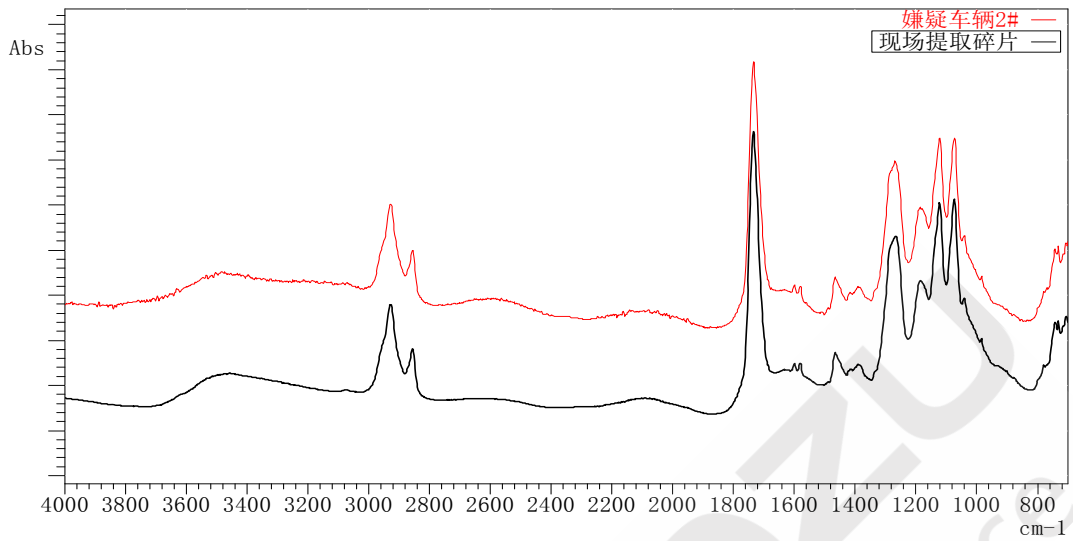


图5 嫌疑车辆 2#与现场碎片光谱结果比对

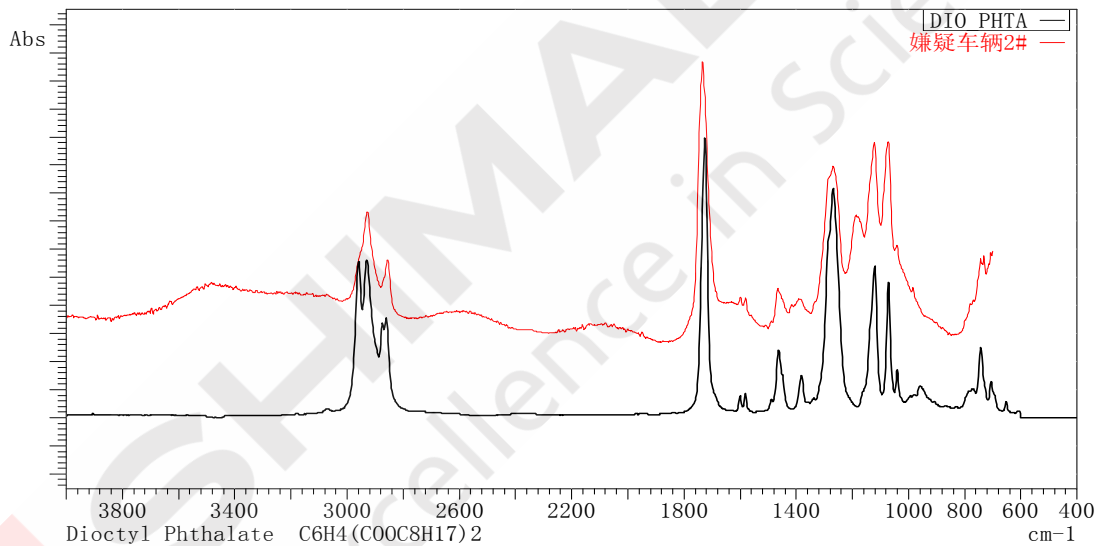


图6 嫌疑车辆 2#光谱检索结果

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故现场碎片与两辆嫌疑车取样本进行对比分析，结果表明：嫌疑车 1#取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：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行为准则进行约束，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。

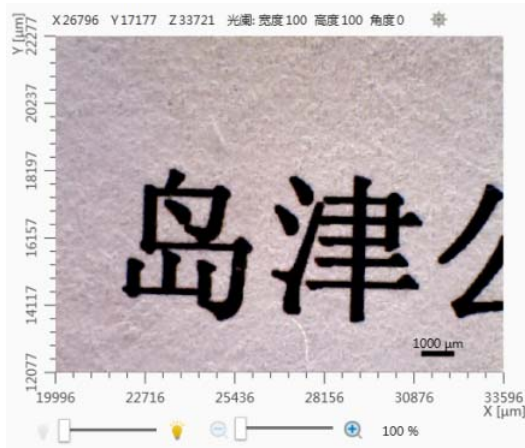


图 1 1#纸张大视野拍摄图像

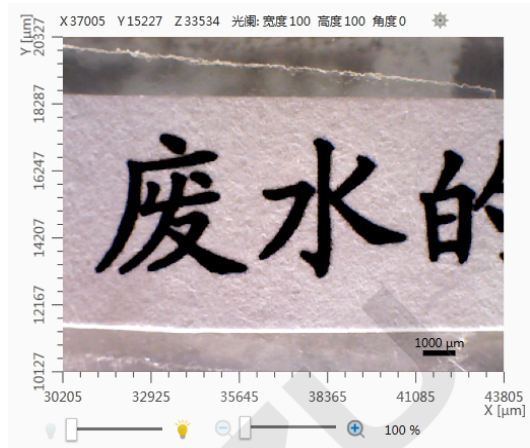


图 2 2#纸张大视野拍摄图像

2.2 ATR 自动测定

选择ATR模式并设置为手动测定（如图1所示），借助ATR物镜压力传感器，通过其晶体压力示值及实时监控数据观察，同时勾选“作为自定义压力登录”作为自动测定压力数据预先登录为ATR物镜自动测试压力（如图2所示）。压力越大，则信号越强，但是晶体容易破碎。设定好以上内容切换至“自动测定”模式即可实现对背景及标记点进行连续测试。



图 3 ATR 光学模式选择界面



图 4 ATR 压力设置及登录界面

2.3 测试结果

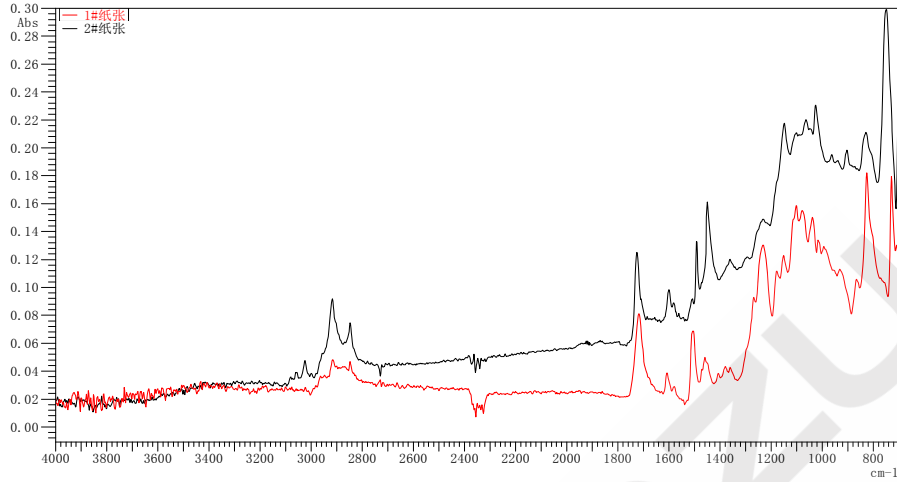


图5 1#、2#纸张字体红外吸收图叠加对比

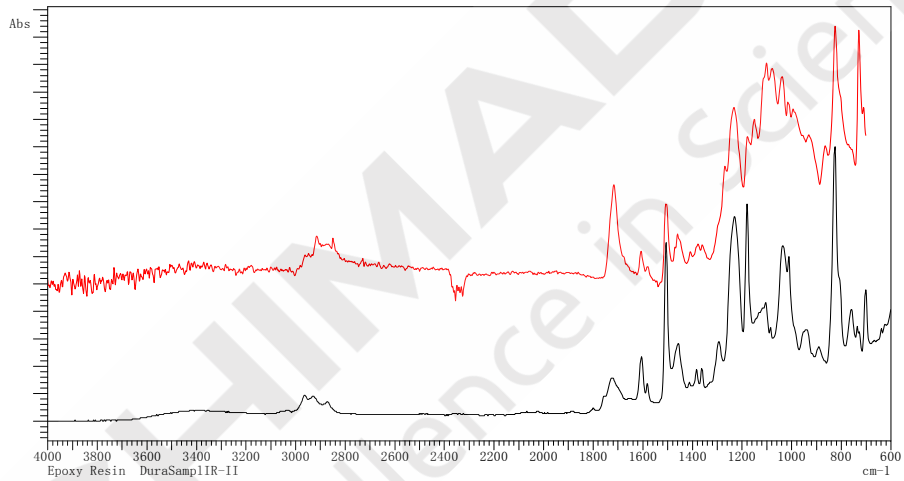


图6 1#纸张墨粉检索结果

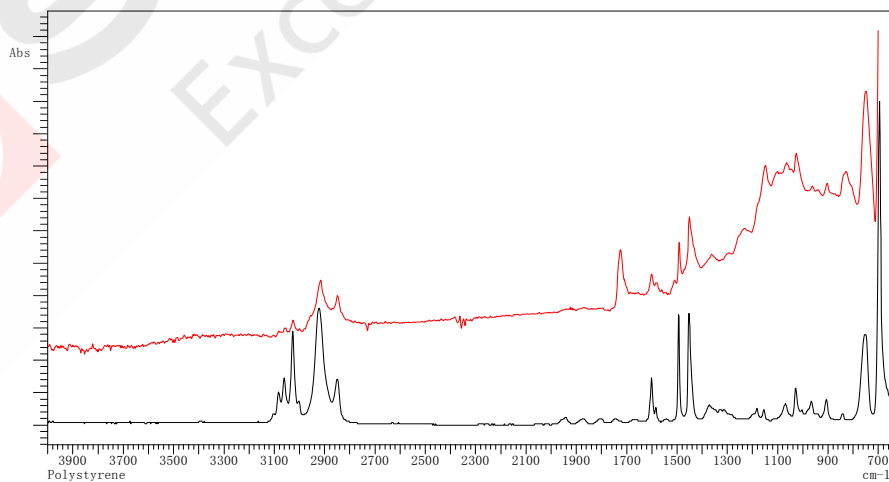


图7 2#纸张墨粉检索结果

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分为聚苯乙烯。

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。



三、药物包材



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：傅里叶变换红外光谱仪 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

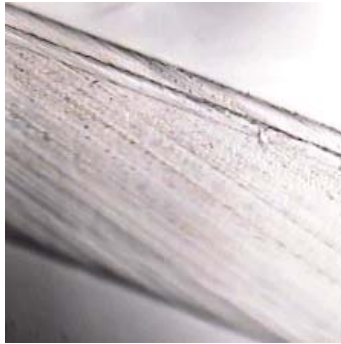


图1 横截面显微镜图片

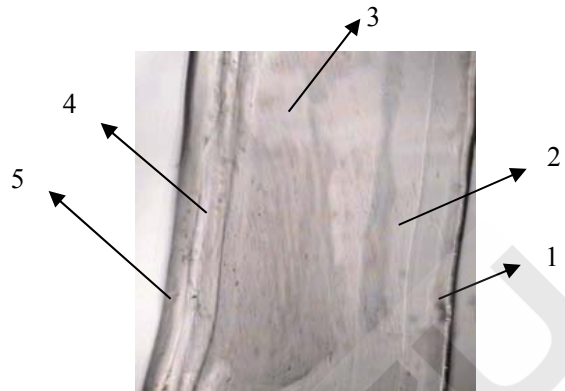


图2 横截面金刚石压片后显微镜图片

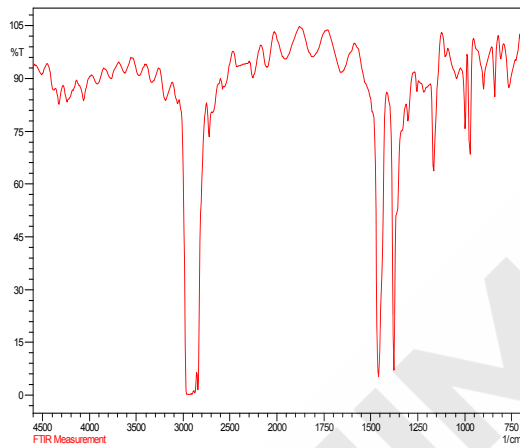


图3 第一层聚丙烯红外光谱图

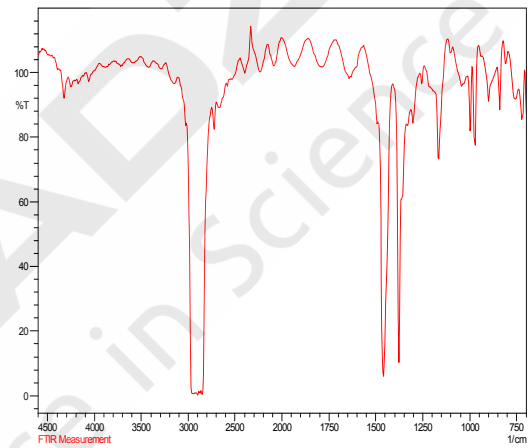


图4 第二层聚丙烯和聚乙烯共聚物红外光谱图

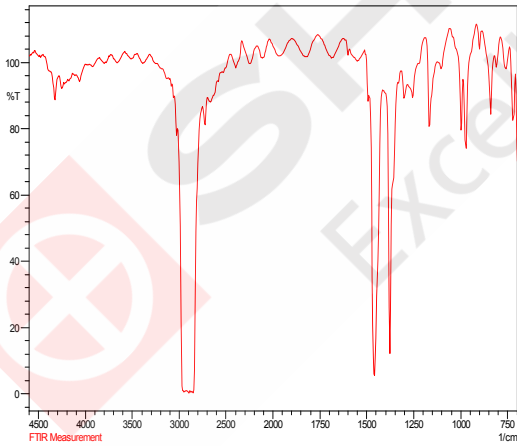


图5 第三层聚丙烯和聚乙烯共聚物红外光谱图

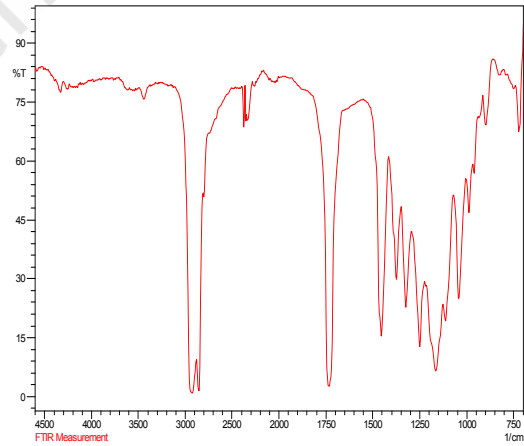


图6 第四层聚乙烯-聚丙烯乙酯共聚物红外光谱图

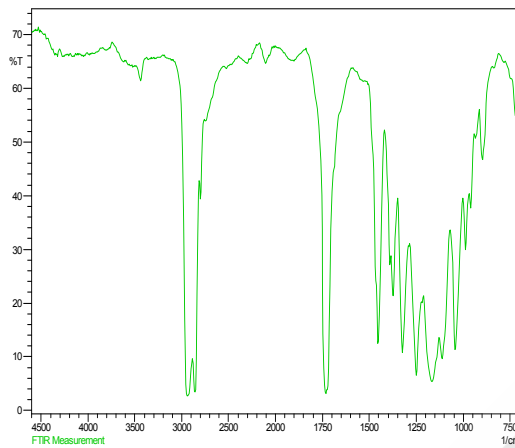


图7 第五层（乙烯-丙烯酸酯）和（乙烯-醋酸乙烯酯）共聚物红外光谱图

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。

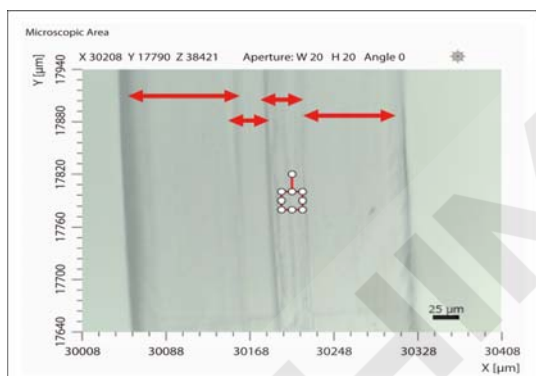


图 1 多层薄膜截面的显微镜图像

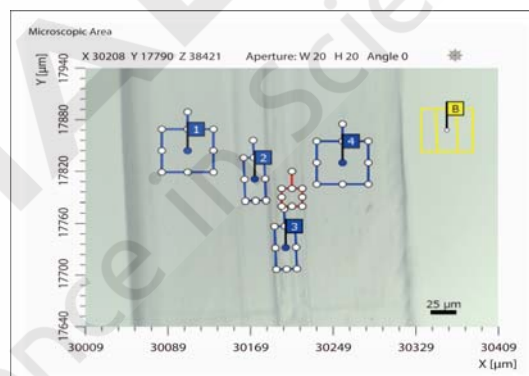


图 2 扫描点显示图像

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。

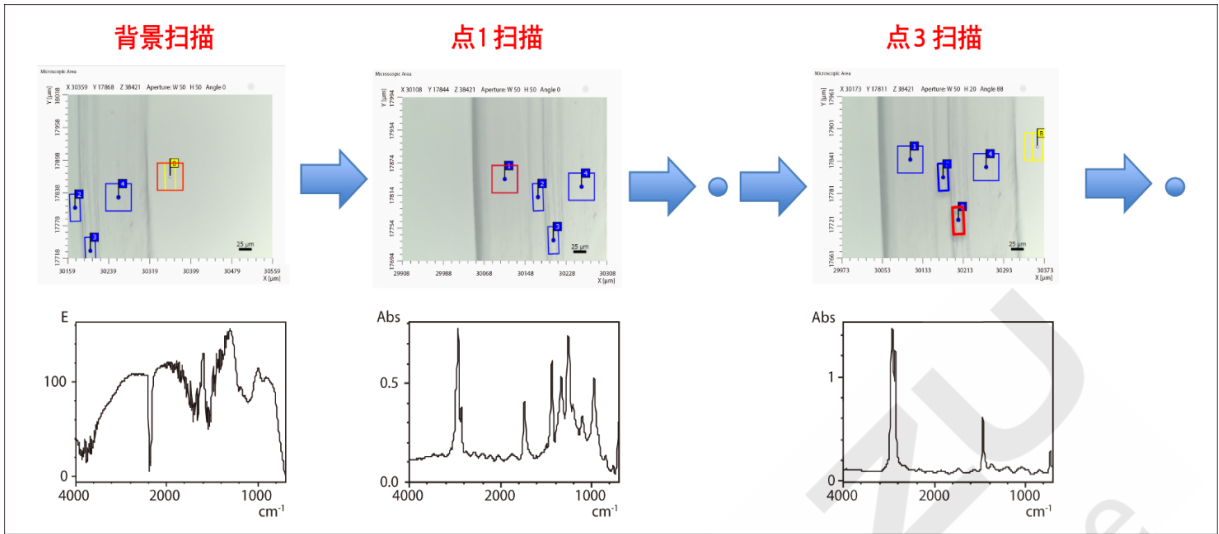


图4 测定得到的显微图像和光谱

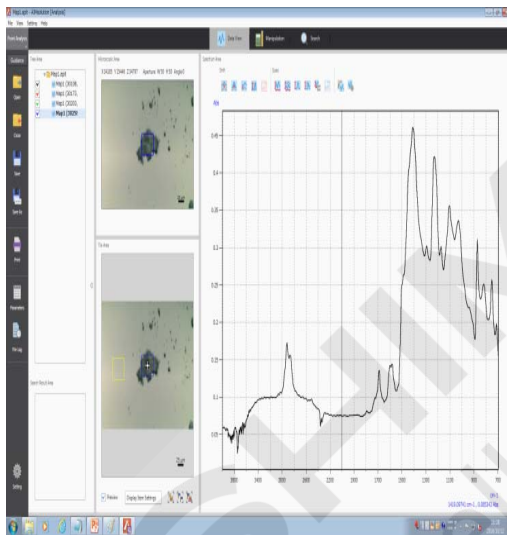


图5 AIMsolution 分析软件窗口

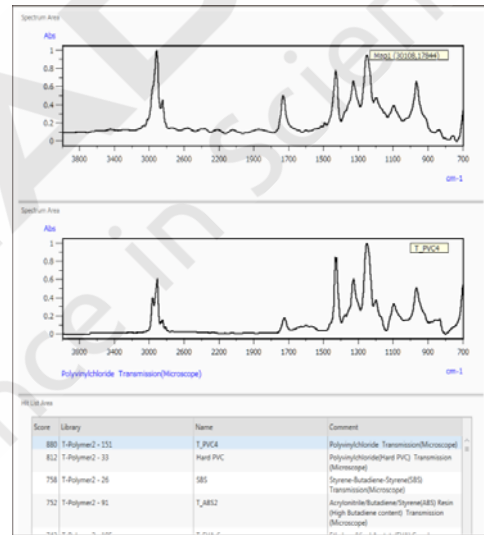


图6 检索结果窗口

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，还可以简单地进行大气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 AIMsolutin 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。

四、FTIR-EDX联用



SHIMADZU
Excellence in Science

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

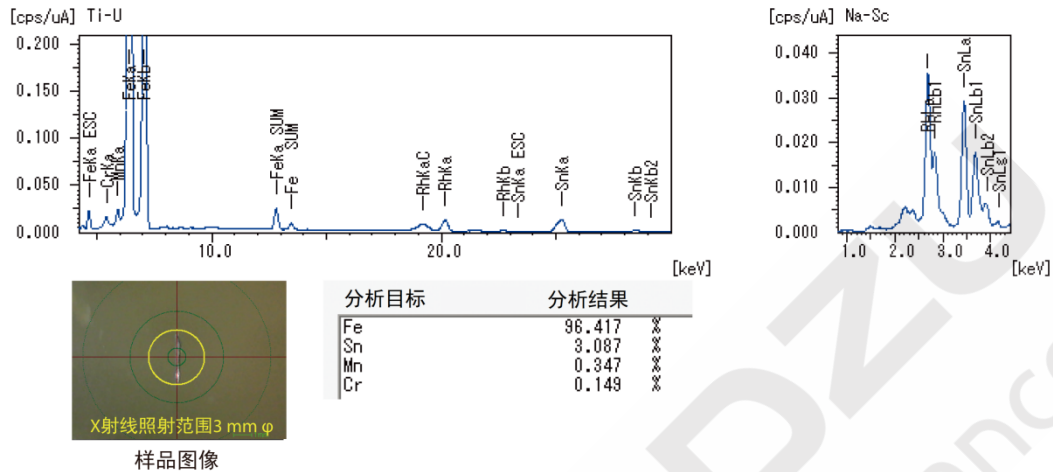


图2 样品①的EDX定性定量分析结果

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

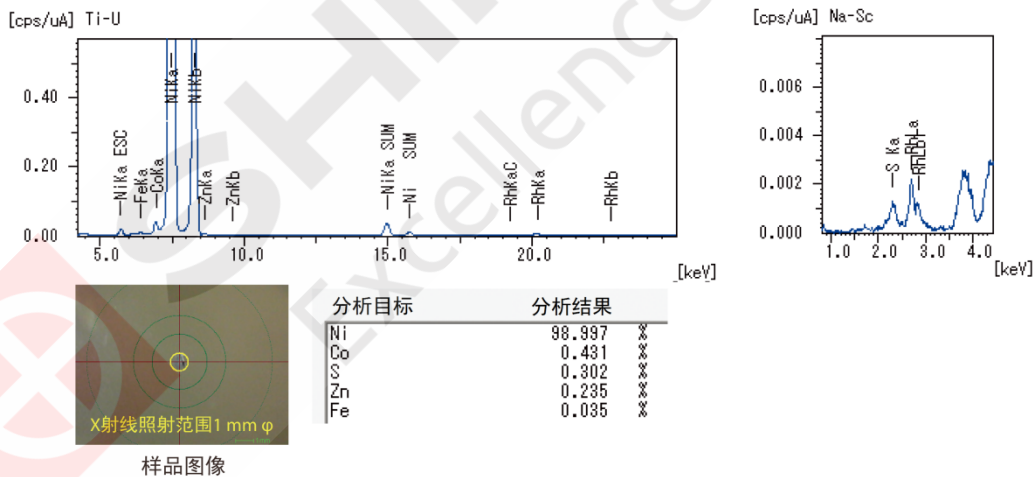


图3 样品②EDX的定性定量分析结果

	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

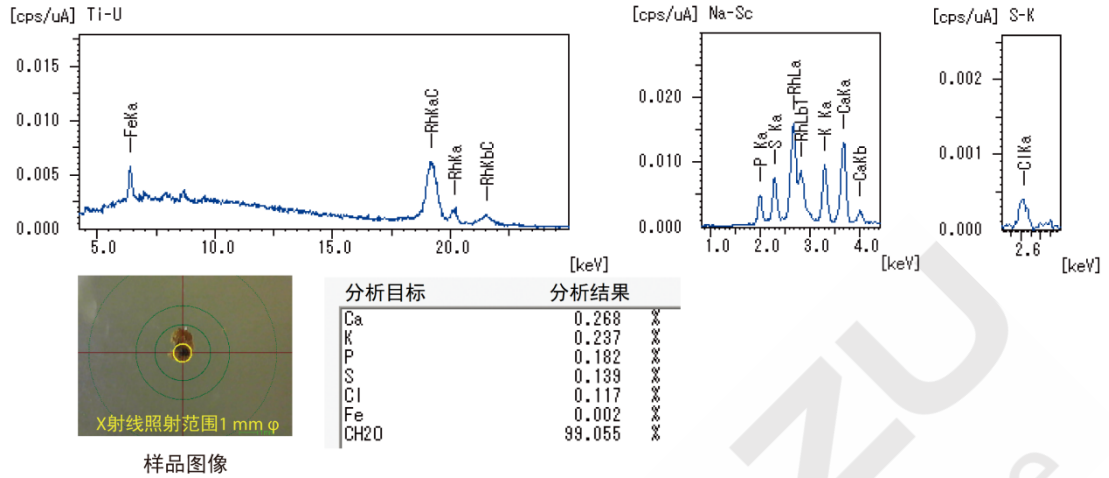


图4 样品③的EDX定性定量分析结果

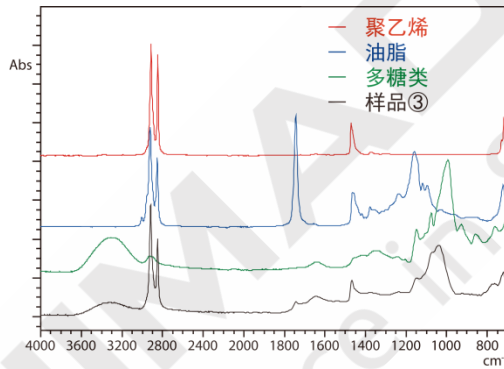


图5 样品③的红外光谱和搜索结果

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 ^9F 以下 (RhKaC 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

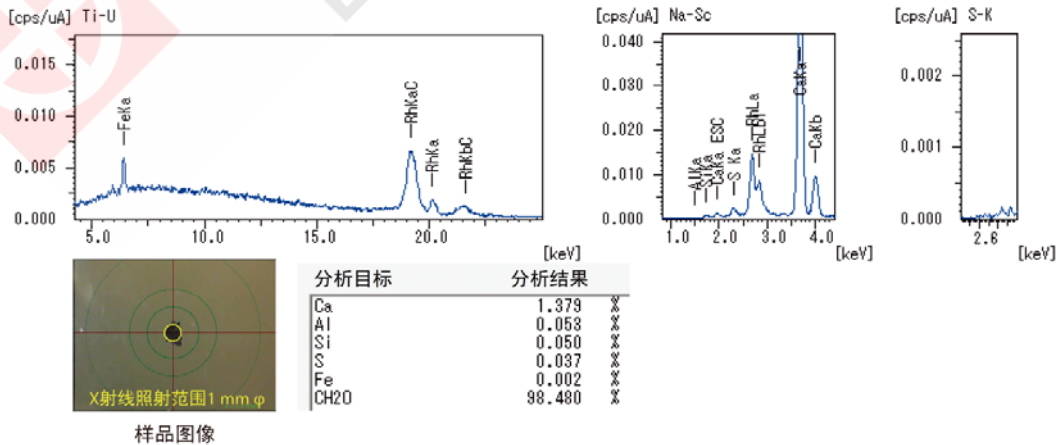
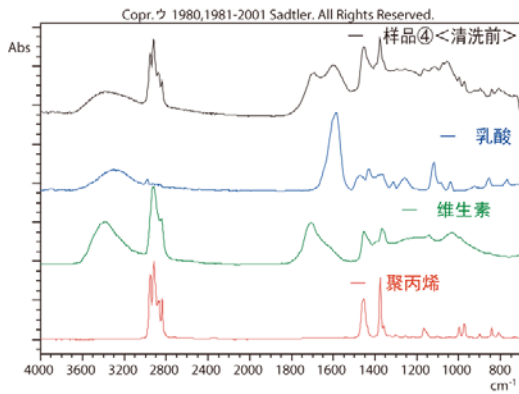
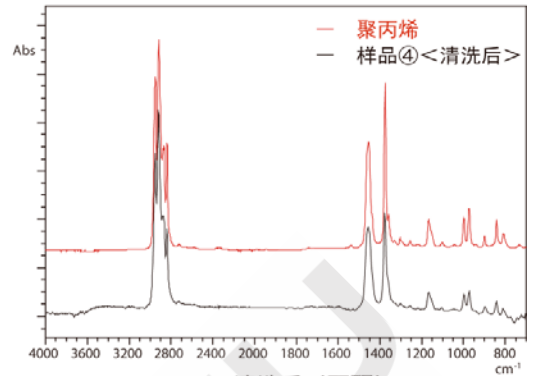


图6 样品④的EDX定性定量分析结果



<清洗前>



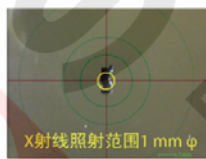
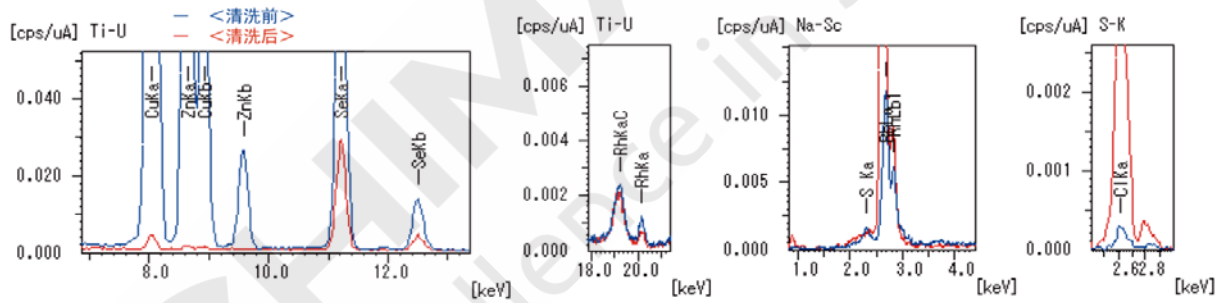
<清洗后 (丙酮)>

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



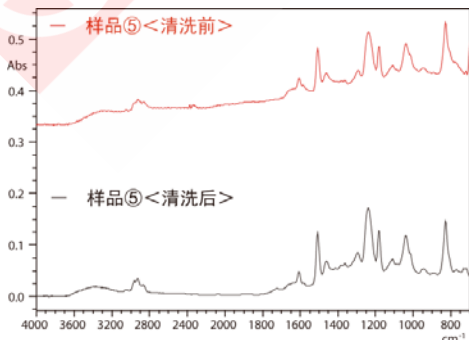
样品图像

分析目标	分析结果
Cu	0.214 %
Cl	0.091 %
Zn	0.057 %
S	0.028 %
Se	0.020 %
CH2O	99.601 %

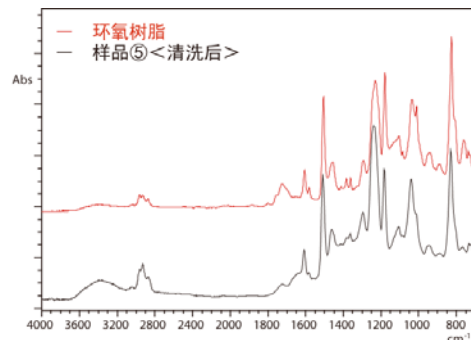
<清洗前>

分析目标	分析结果
Cl	1.245 %
Se	0.006 %
Cu	0.001 %
CH2O	98.748 %

<清洗后>



<清洗前和清洗后 (7%盐酸-14%硝酸)>



<清洗后 (7%盐酸-14%硝酸)>

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	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
	(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	
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。



SHIMADZU
Excellence in Science

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

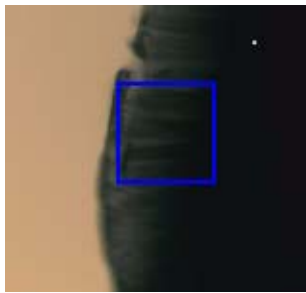


图2 样品表面红外显微镜下照片



图3 样品截面红外显微镜下照片

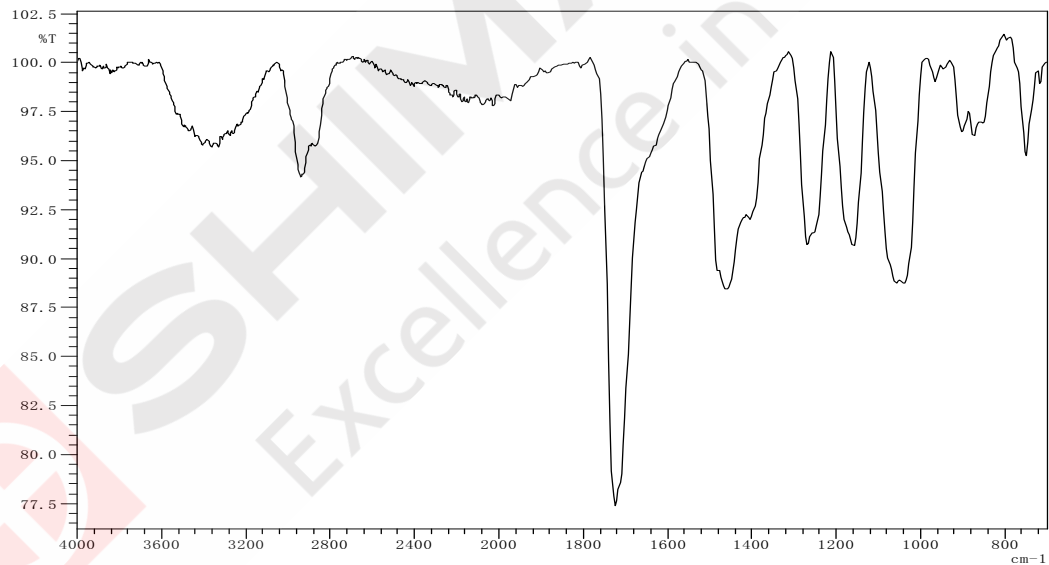


图4 样品表面红外光谱图

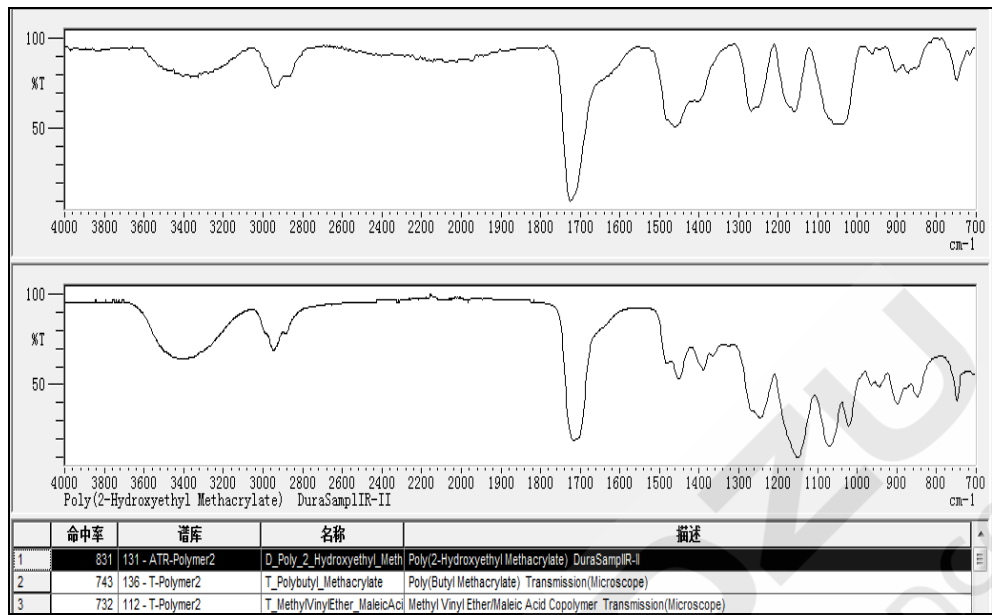


图5 表面成分可能是聚(2-羟乙基-甲基丙烯酸盐)

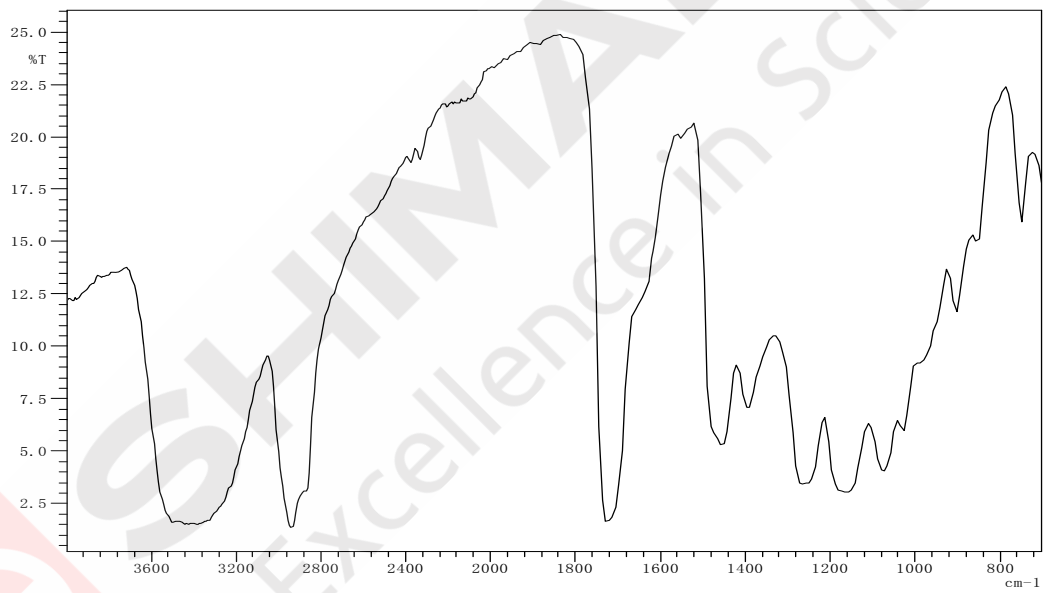


图6 样品截面红外光谱图

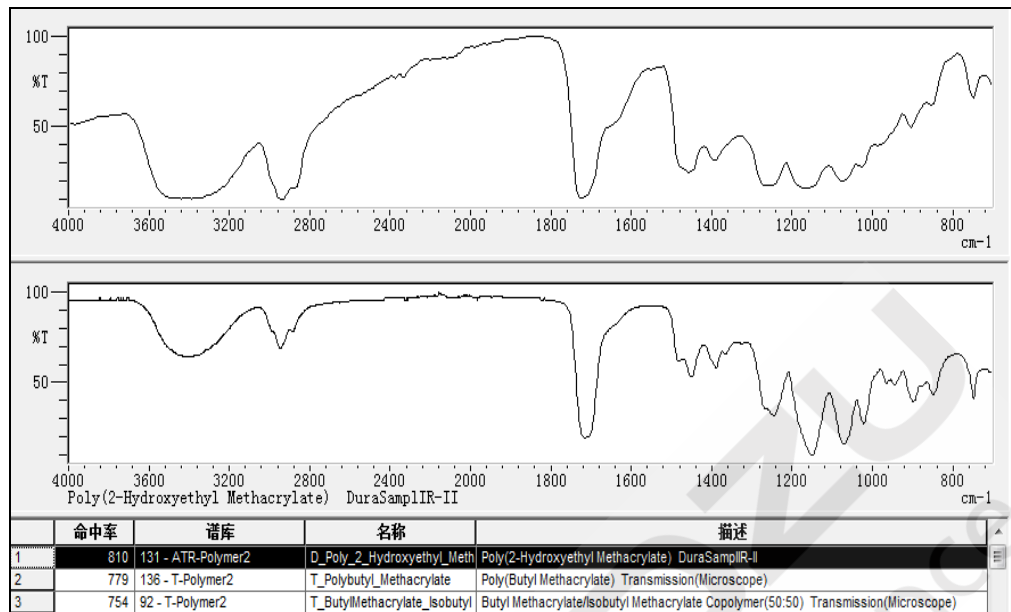


图7 截面成分可能是聚(2-羟乙基-甲基丙烯酸盐)

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OsM α 处，而蓝色谱线峰尖在PK α 处，但在OsM α 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PK α 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AlK α 峰，注意到其在两段谱中的强度变化与OsM α 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。

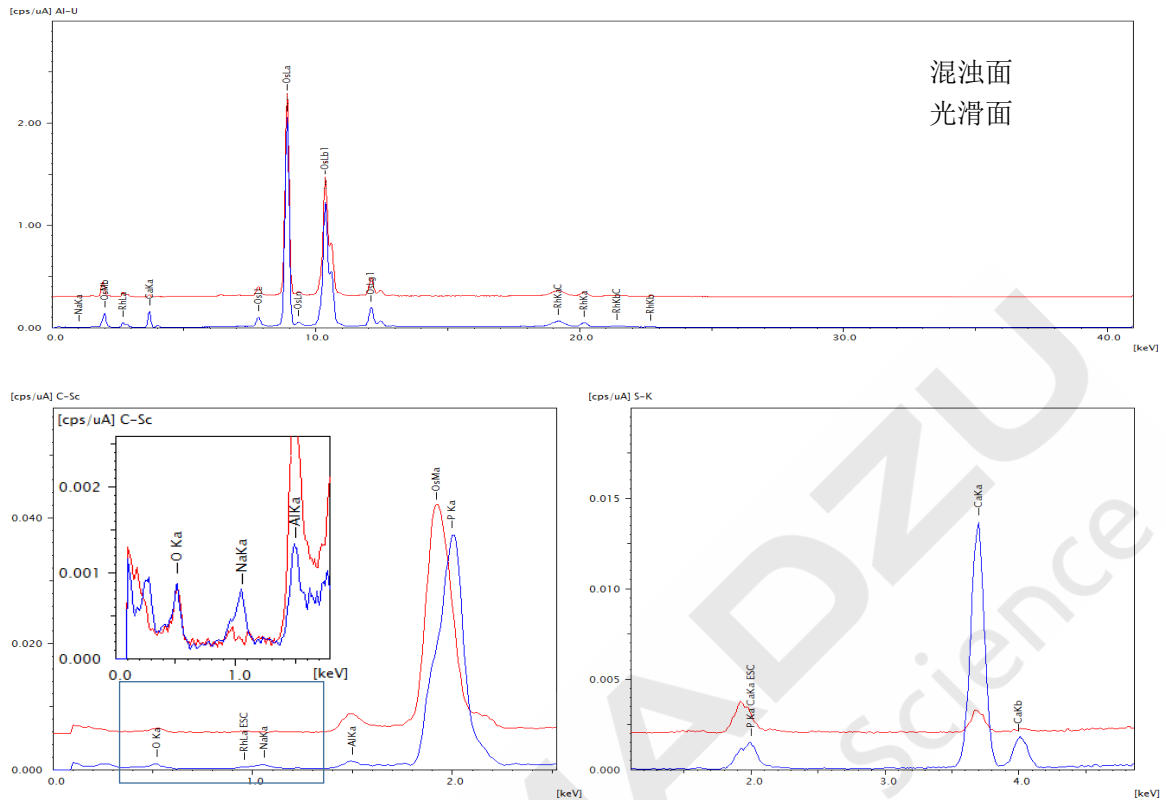


图 8 样品混浊面和光滑面的 EDX 谱图对比

根据谱图对比和分析，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	>=====			
Os	99.0 %	[-----]	总合	-----	-----
Al	1.0 %	[1.2]	定量分析-FP OsLa	-----	1.218
		[0.2]	定量分析-FP AlKa	-----	0.009
====[第 2 层]: Layer2					
Layer2	26.64 mg/cm2	>=====			
P	61.3 %	[-----]	总合	-----	-----
Na	21.3 %	[1.1]	定量分析-FP P Ka	-----	0.407
Ca	17.4 %	[8.4]	定量分析-FP NaKa	-----	0.004
		[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。



SHIMADZU
Excellence in Science

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试，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

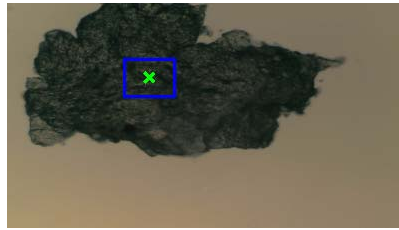


图1 异物样品红外显微镜下照片

2.2 红外测试

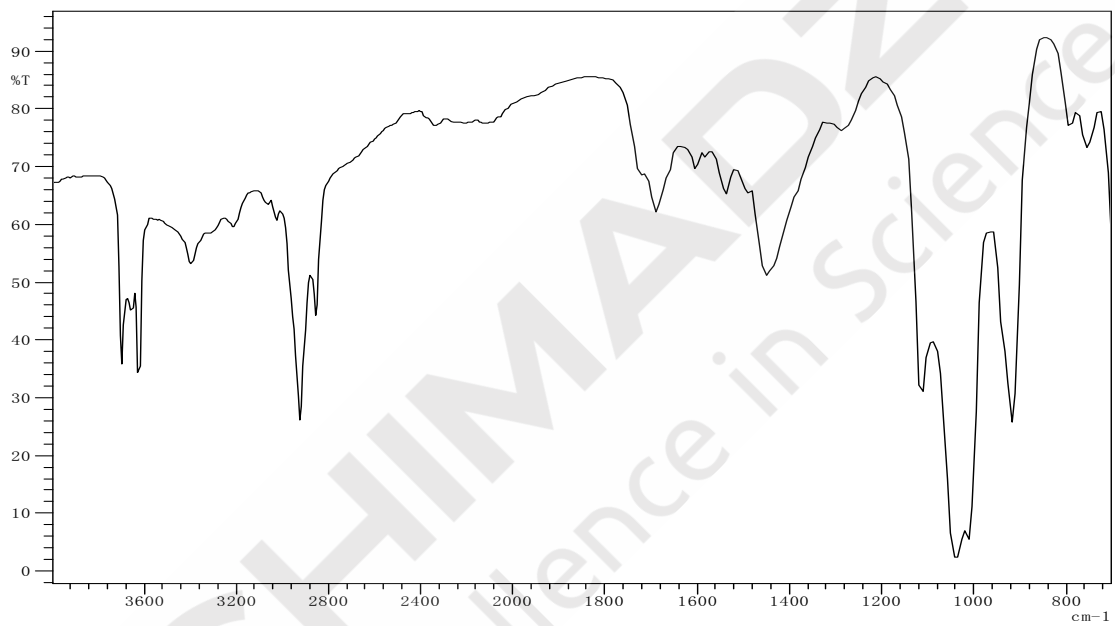


图2 异物样品红外光谱图

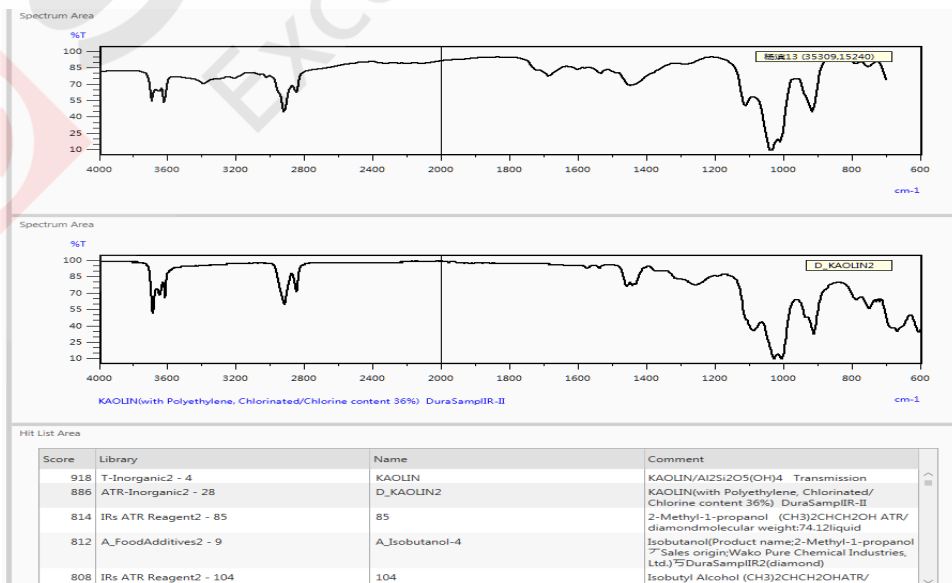


图3 谱图搜索结果

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。

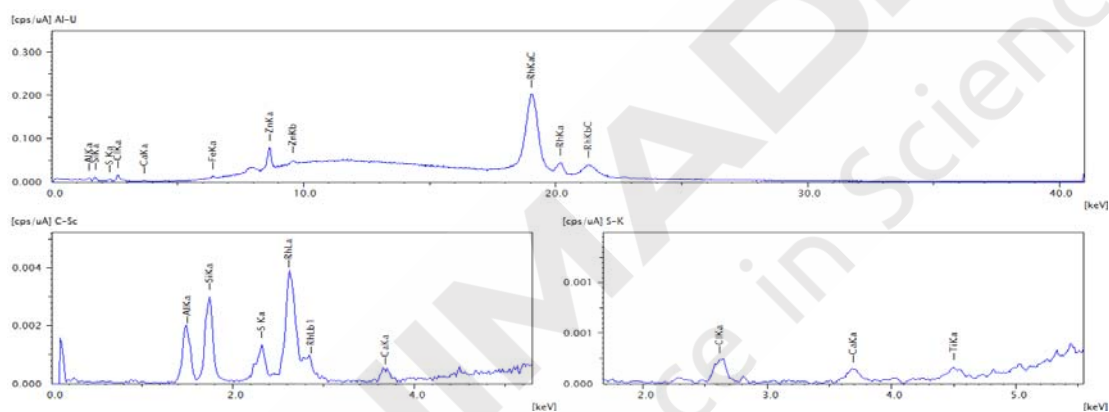


图 4. 异物样品的 EDX 测试谱图

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 easy scan-异物条件 操作者					
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

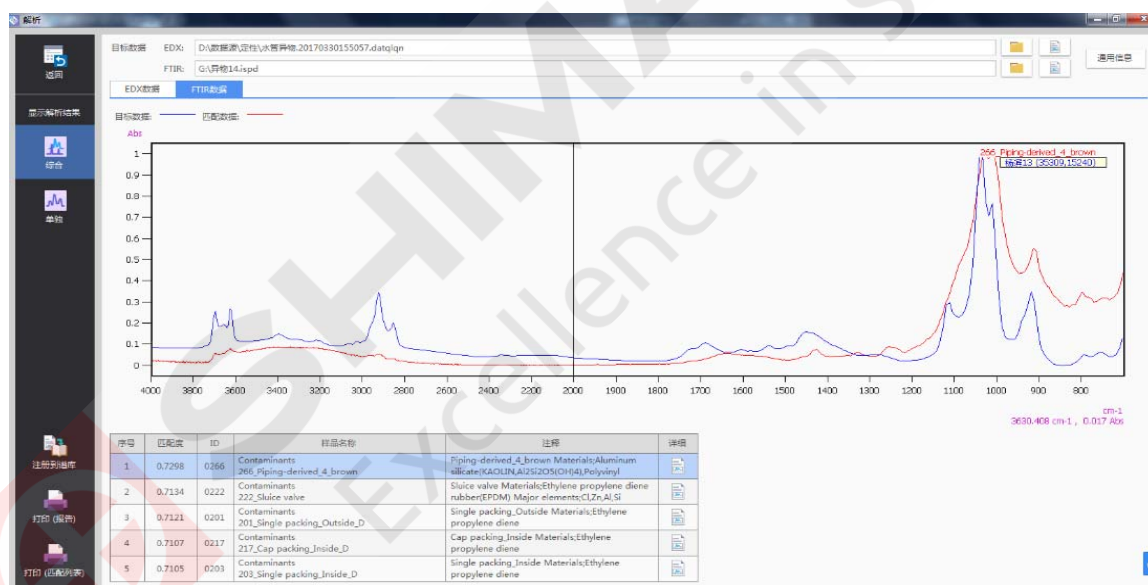


图7 EDXIR-Analysis 联用软件中 FTIR 搜索结果

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 $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ (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。

使用岛津红外光谱仪和能量色散型X射线荧光分析仪分析树脂原材料

摘要：为了保证产品质量，使用安全优质的原材料是必要条件，原材料的重要性不言而喻。但对利润最大化的追求使得原料供应商往往按照性能要求下限来提供原材料，更有甚者在未告知的情况下替换材料，导致生产过程中出现各种品质问题。因此，对来料的性能监控十分关键。本文结合红外光谱仪（FTIR）和能量色散型X射线荧光分析仪（EDX）对树脂成份进行了全面分析，通过有机和无机结合的方式达到了对来料进行成分鉴定的目的。

关键词： 树脂原材料 红外光谱仪（FTIR） 能量色散型X射线荧光分析仪（EDX）

原料是产品的主要成分，原料的质量优劣直接影响着产品质量，为了尽量避免因为产品质量问题造成的事故，生产商在接收原材料的时候，必须对实际的材料进行检查测定，以确认是否符合规格要求，从而防止因产品质量引发的各种纠纷。

树脂的主要成分是有有机聚合物，所以红外光谱仪（FTIR）常被用于树脂原料的成分检验。然而，除了占主体的有机物，树脂中同时存在大量的添加剂和部分杂质，多为无机物，在红外光谱中往往没有特征吸收峰。为了完成更为精确地树脂成分鉴定，需要进行有机和无机物分析。能量色散型 X 射线荧光分析仪（EDX）因其快速无损的突出特点，目前已在电子及材料领域得到了广泛的应用。其元素检测范围一般为 Na~U，可以满足对无机物的分析需求。本文中，我们将红外光谱仪（FTIR）与能量色散型 X 射线荧光分析仪（EDX）结合，对来自同一家供应商的两批标称性能相同的原材料进行了鉴别，试验结果证明，即使 ppm 级的微小差异，在红外光谱仪（FTIR）和能量色散型 X 射线荧光分析仪（EDX）联用的精密筛查下也会显出原形，从而指导对来料的性能判定。

1. 实验部分

1.1 仪器

岛津 IRTracer-100 傅里叶变换红外光谱仪和 EDX-8000 能量色散型 X 射线荧光分析仪

1.2 红外测试条件

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

EDX 测试条件

电 压：50kV

氛 围：真空

滤 光 片：4#

积分时间：100s

1.3 样品

树脂原材料

1.4 样品前处理

红外直接测试，不需要前处理。

EDX 测试，取适量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进行测试。

2. 定性分析

2.1 红外测试

在相同测试条件下，使用红外光谱仪对样品 A 和样品 B 分别进行了测试，谱图见图 1 和图 2，图 3 是样品 A 和样品 B 的重叠谱图，两个样品谱图一致，主要成分一样，谱图搜索和解析结果表明两个样品都是聚碳酸酯。其中， 2966 cm^{-1} 和 2918 cm^{-1} 是 C-H 的伸缩振动， 1768 cm^{-1} 是羰基的吸收峰， 1502 cm^{-1} 和 1591 cm^{-1} 是苯环骨架伸缩振动，红外检测没有看出两个样品的差异。

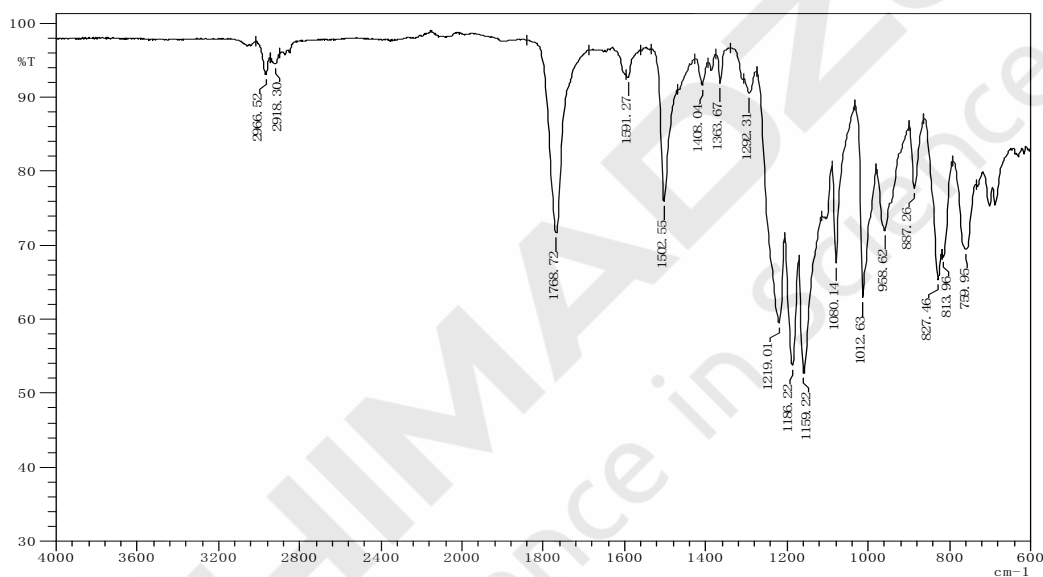


图 1 样品 A 红外光谱图

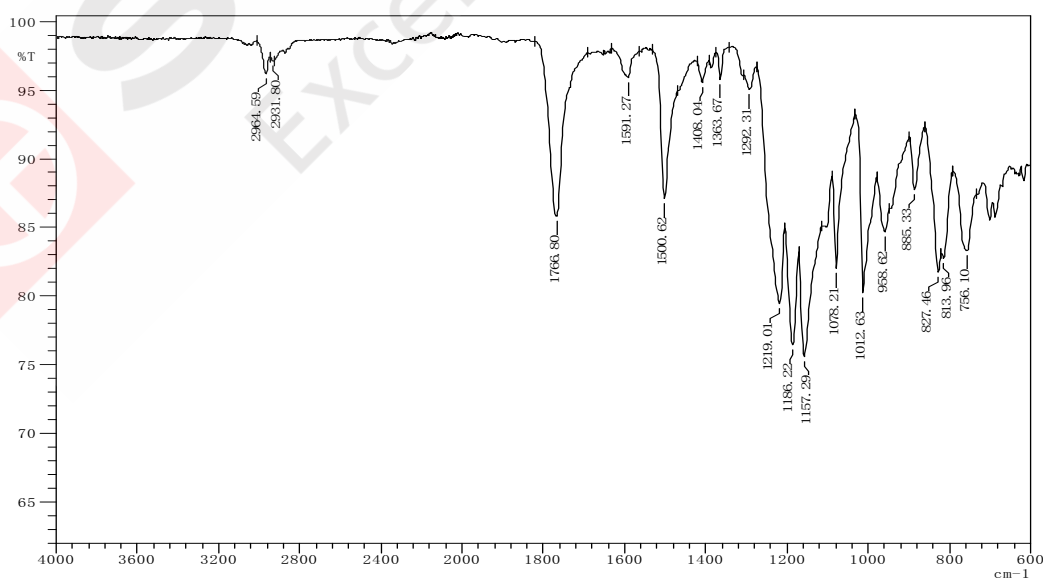


图 2 样品 B 红外光谱图

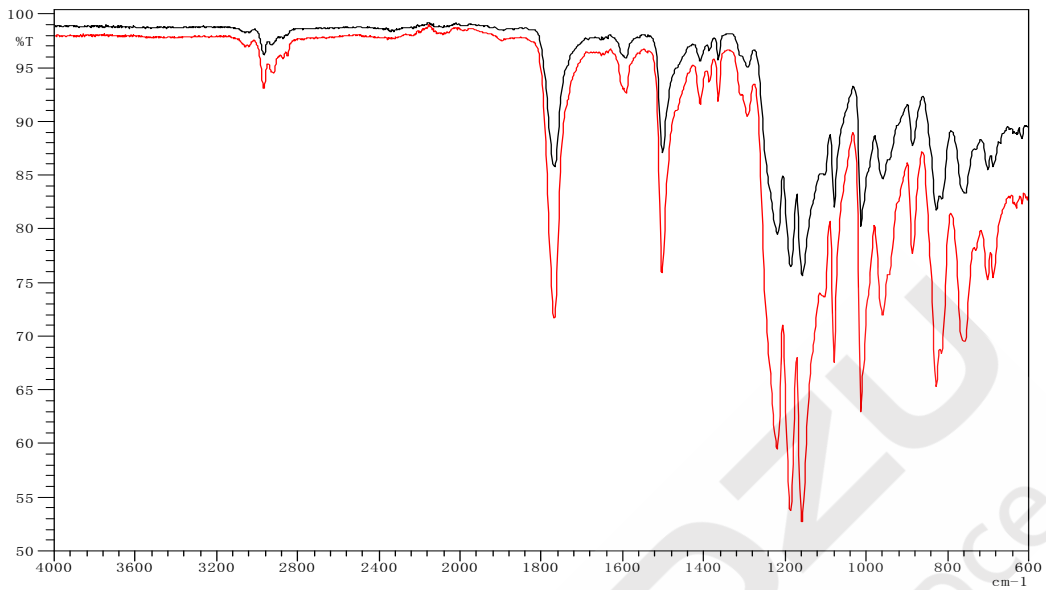


图3 样品 A 和 B 红外光谱重叠图

2.2 EDX 测试

在相同条件下，使用能量色散型 X 射线荧光分析仪（EDX）对两批树脂颗粒进行了定性分析，图 3 为两者的 EDX 谱图比对。图中，两批树脂的谱图轮廓几乎完全重叠，成分极为相似。但在 S-K 和 Zn-As, Pb 段可以发现差异。蓝色谱图的 B 粒子中明显含有 Ca 和 Zn 元素，Br 元素含量也比 A 粒子高。因这三个元素的谱峰强度均较低，为了确认是否粒子中元素含量不均匀所致，对两种粒子各平行取样三次进行测试，谱图如图 4。

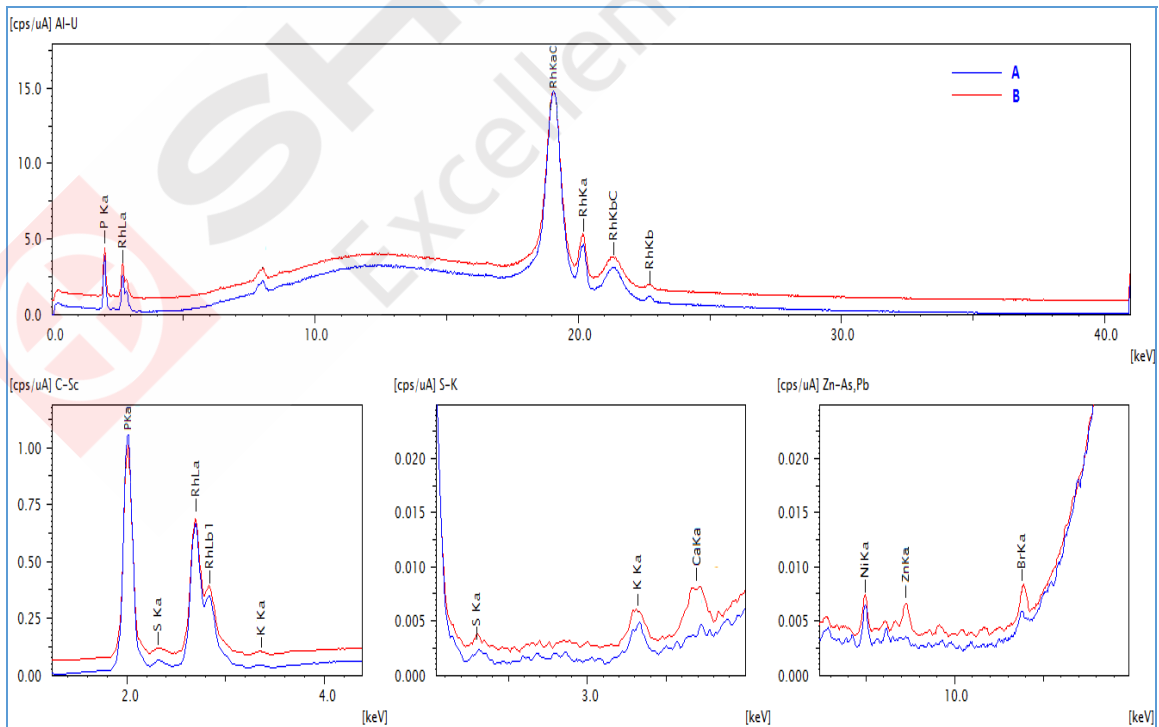


图4 样品 A 和样品 B 的 EDX 谱图比对图

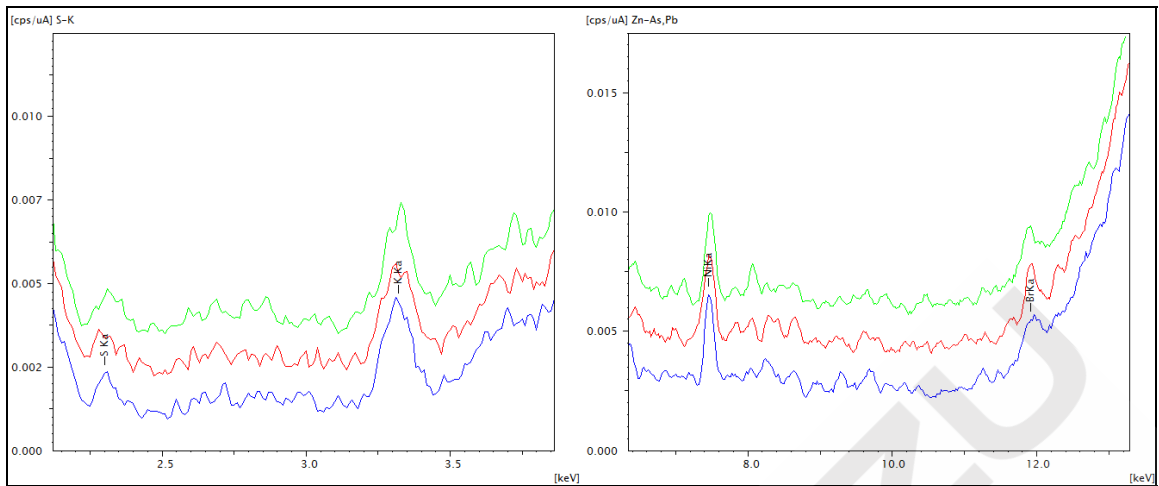


图5 样品 A 三次平行测试谱图

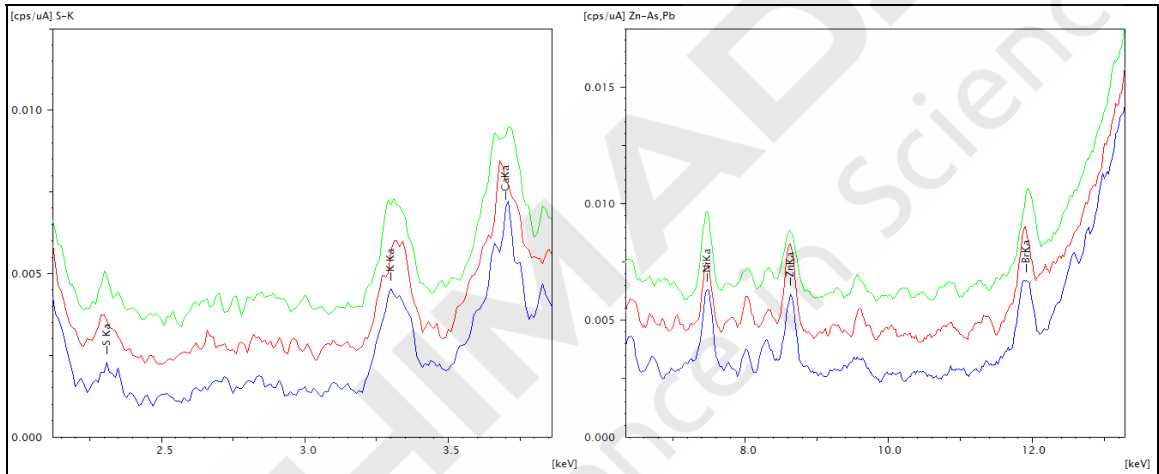


图6 样品 B 三次平行测试谱图

两批粒子的三次平行取样测试谱图十分吻合，说明两批粒子均均有良好的均匀性。从而证明了粒子 A 和 B 在 Ca、Zn 和 Br 元素的含量上确实有差异。粒子 B 中的元素含量如下图，

分析 报告		Report No.	
样品信息			
样品名称	粒子-B		
测定日時	2017/01/05 11:18:48		
注释	Quick&easy vac-Metal		
分析组	easy scan-pp-vac		
操作者			
定量结果			
元素	结果	3*标准偏差	处理-计算 线 强度
P	0.546 %	[0.003]	定量分析-FP P Ka 9.600
S	0.008 %	[0.000]	定量分析-FP S Ka 0.304
K	0.003 %	[0.000]	定量分析-FP K Ka 0.032
Cu	0.003 %	[0.000]	定量分析-FP CuKa 7.235
Ca	0.003 %	[0.000]	定量分析-FP CaKa 0.143
Zn	0.0002 %	[0.0001]	定量分析-FP ZnKa 0.028
Br	0.0001 %	[0.0001]	定量分析-FP BrKa 0.030
Plastic	99.437 %	[-----]	平衡 -----

图7 样品 B 中元素含量

Ca、Zn 和 Br 含量均为 50ppm 以下。Ca、Zn 和 Br 在树脂中分别以 CaCO_3 填料，ZnO 添加剂和溴化物阻燃剂形式存在，但一旦添加，其在树脂中的含量均高达 1%，甚至更高。那么粒子 B 中为何会含有微量的这三种元素呢？极有可能粒子 B 的制作过程中使用了树脂回料，即回收的废旧塑料，因此引入了微量的添加元素。而在树脂制作工艺中，使用回料可以降低成本，但性能会有所降低。那么供应商提供的 B 料性能有可能不及 A 料。根据客户提供的信息，使用 B 料加工的部品发生断裂的频率远高于 A 料加工的部品。结合我们的测试结论，证明两种树脂原料的确存在性能上的差异。

3. 结论

本文使用岛津红外光谱仪（FTIR）和能量色散型X射线荧光分析仪（EDX），对产品原材料进行了定性分析，红外检测没有差异，得到的有机物谱图一致，EDX检测两个样品中只有Ca、Zn和Br含量有微小差异，由于微小差异体现在无机物上，所以红外检测无法检出。但是这些微小的差异，可能给产品带来很大的不良后果。而红外光谱仪（FTIR）和能量色散型X射线荧光分析仪（EDX）联用可以对无机物和有机物进行检测，有助于解决使用回收料代替原料的问题。



SHIMADZU
Excellence in Science

五、其它



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，隔膜是关键的内层组件之一。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

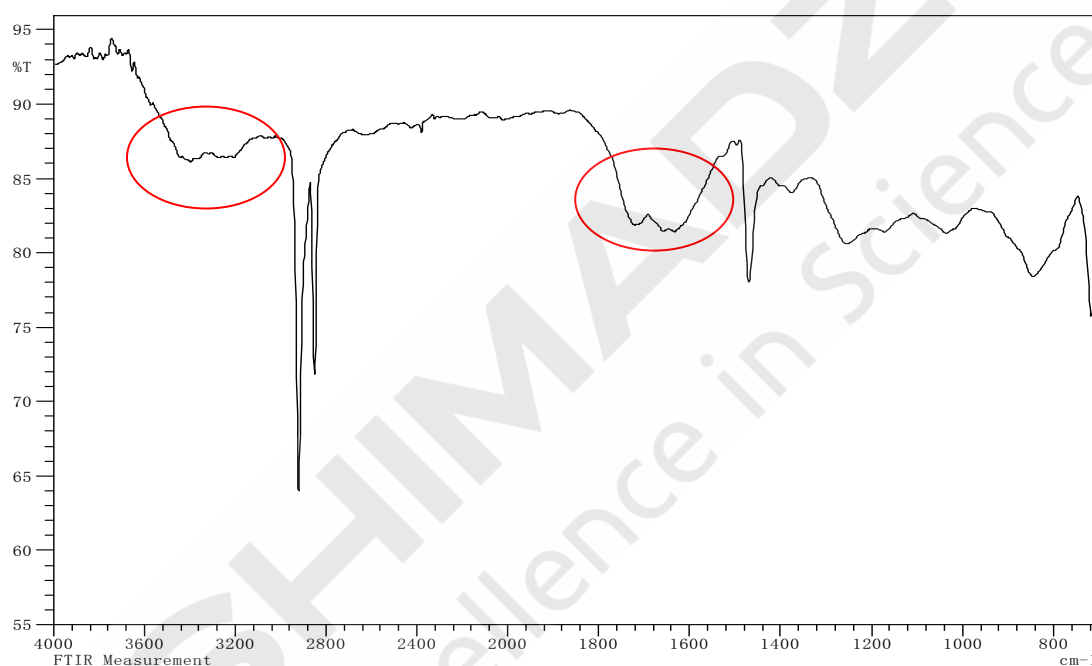


2.2 测试部位显微镜下照片



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- CH_2 的 C-H 对称伸缩振动 (ν_s) 和反对称伸缩振动 (ν_{as}) 引起的，由于两个 C-H 的伸缩振动耦合，使得 ν_s 和 ν_{as} 分裂呈现双峰， 1473.62 cm^{-1} 波数处是- CH_2 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。

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，主要以聚乙烯、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，最终进去河流和海洋。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

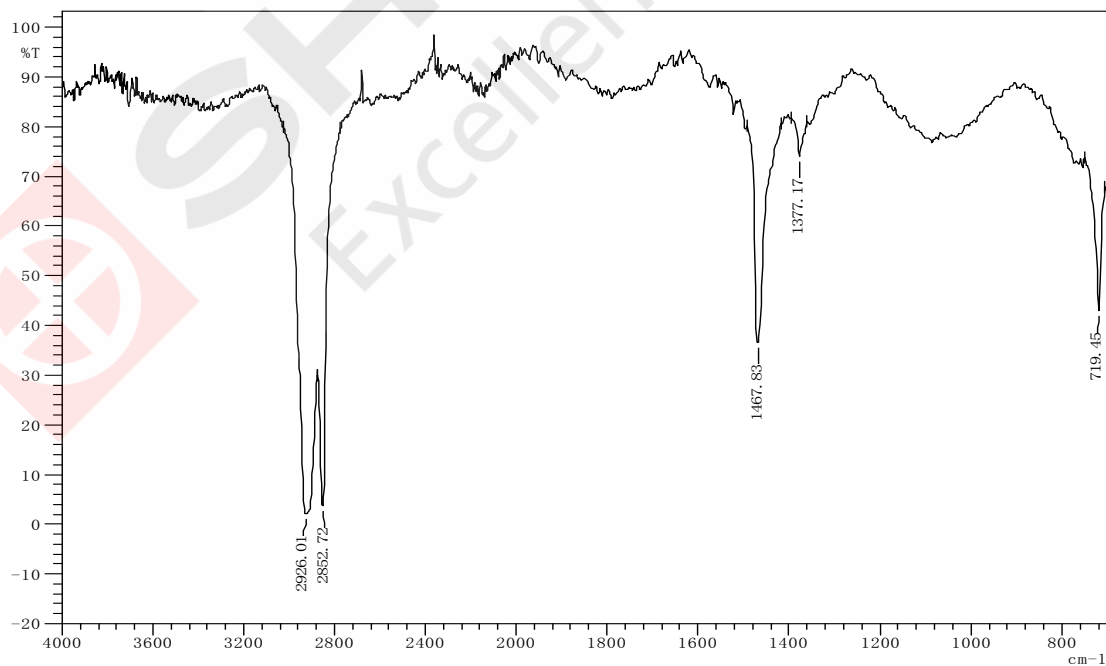


图5 样品1 红外光谱图

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

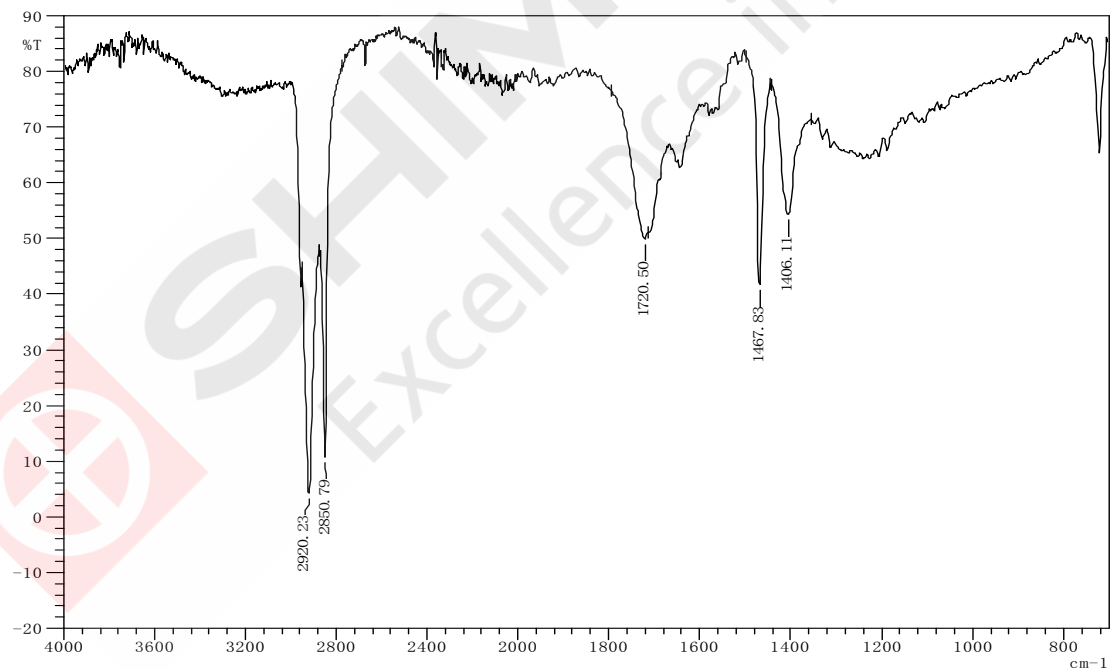


图7 样品2 红外光谱图

谱图搜索：

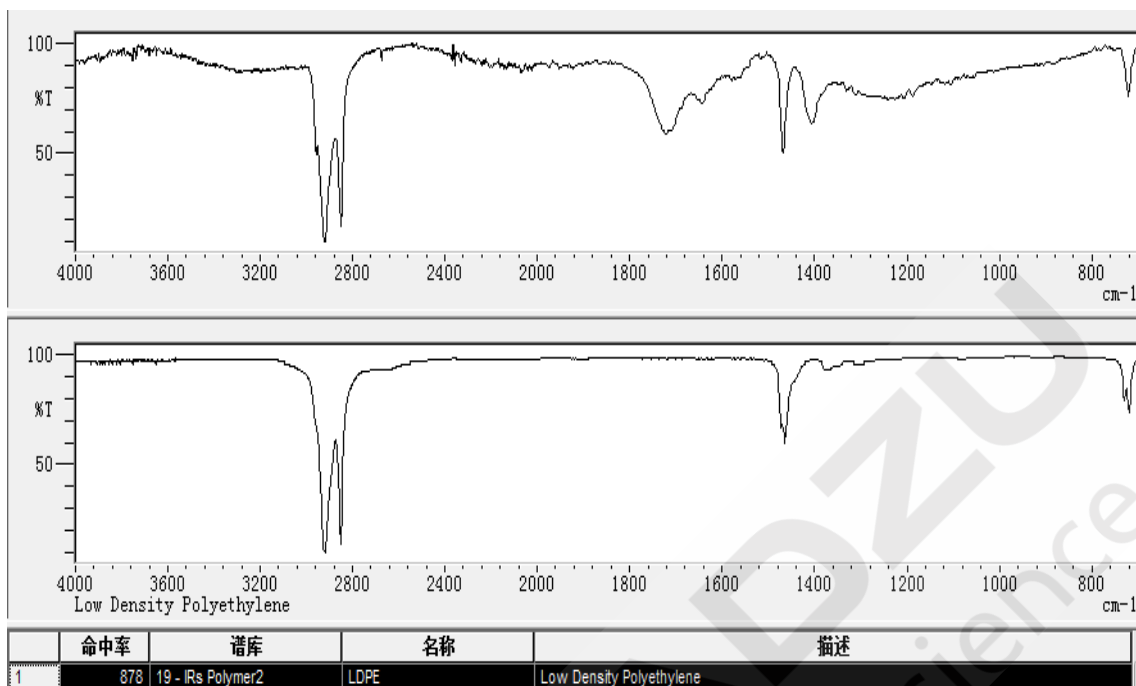


图 8 样品 2 谱图搜索结果

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-CH₂的C-H对称伸缩振动（ ν_s ）和反对称伸缩振动（ ν_{as} ）引起的，由于两个-C-H的伸缩振动偶合，使得 ν_s 和 ν_{as} 分裂呈现双峰， 1467.83 cm^{-1} 波数处是-CH₂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-CH₂的C-H对称伸缩振动（ ν_s ）和反对称伸缩振动（ ν_{as} ）引起的，由于两个-C-H的伸缩振动偶合，使得 ν_s 和 ν_{as} 分裂呈现双峰， 1467.83 cm^{-1} 波数处是-CH₂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地高性能红外显微镜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

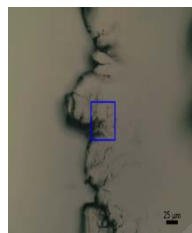


图2 氯化钾样品显微镜下图片

2.2 食盐样品测得红外谱图

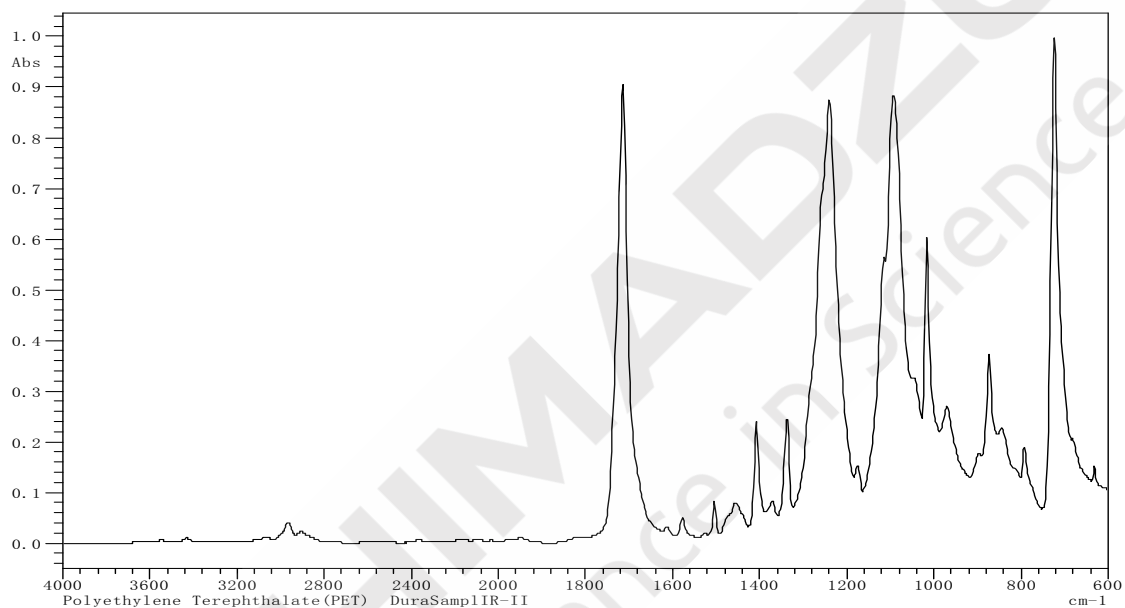


图3 食盐样品红外光谱图

谱库检索结果

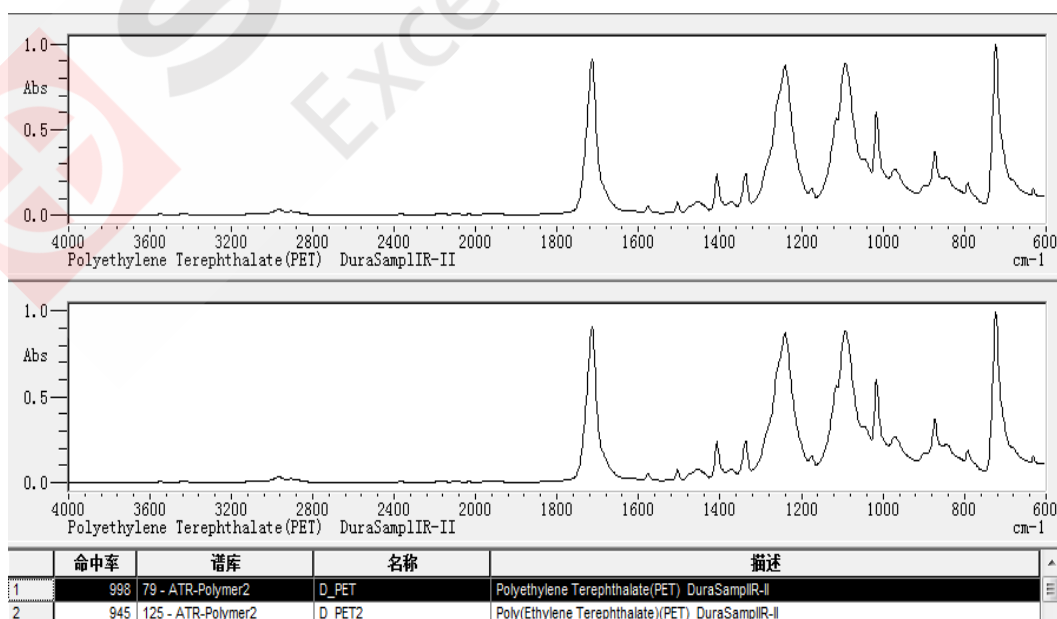


图4 食盐样品红外光谱图搜索结果

2.3 氯化钾样品测得红外谱图

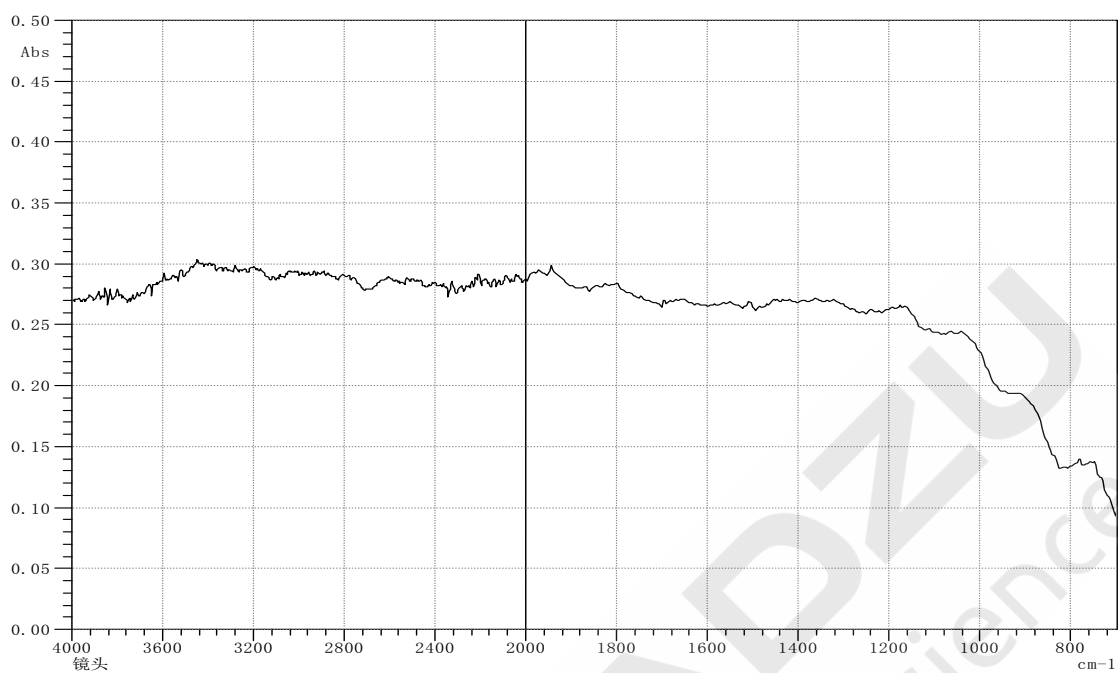


图5 氯化钾样品红外光谱图

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地高性能红外显微镜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。

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。

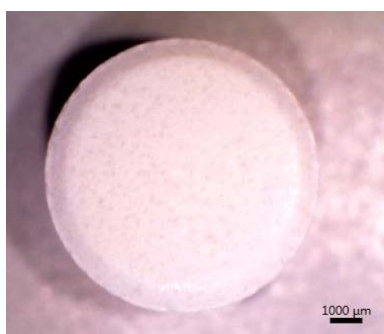
表 1 红外显微镜 Mapping 测定条件

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

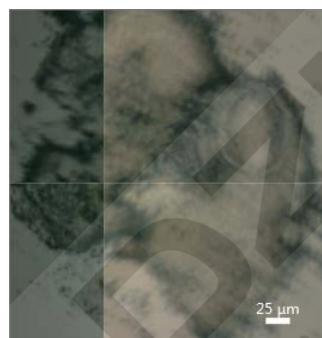
2. 实验部分

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。



（大视野相机观察图）



（15 倍反射物镜观察图）

图 1 药片样品显微镜下观察图

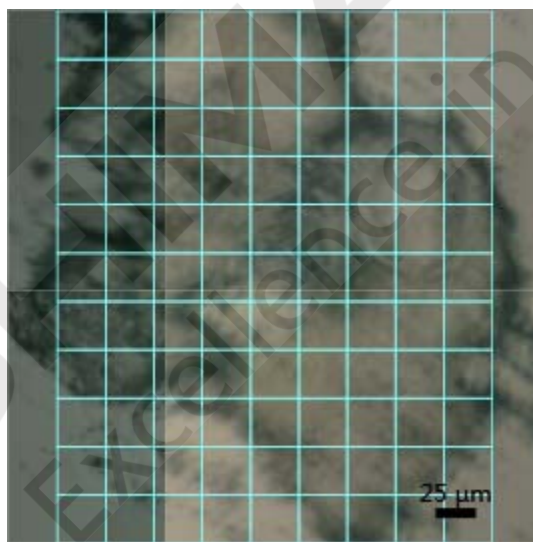


图 2 药片样品 Mapping 范围设定

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。

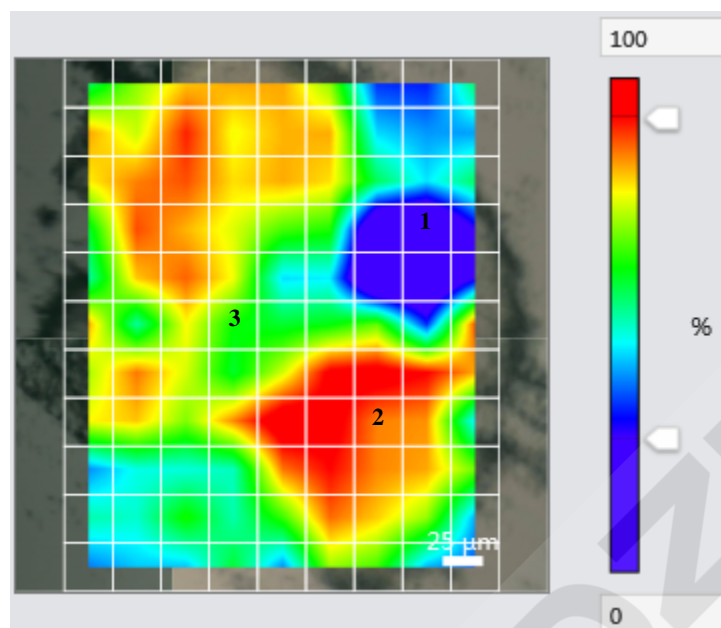


图3 药片样品 Mapping 成像图

图3中典型位置1、2、3的红外光谱图对比如下图4所示：

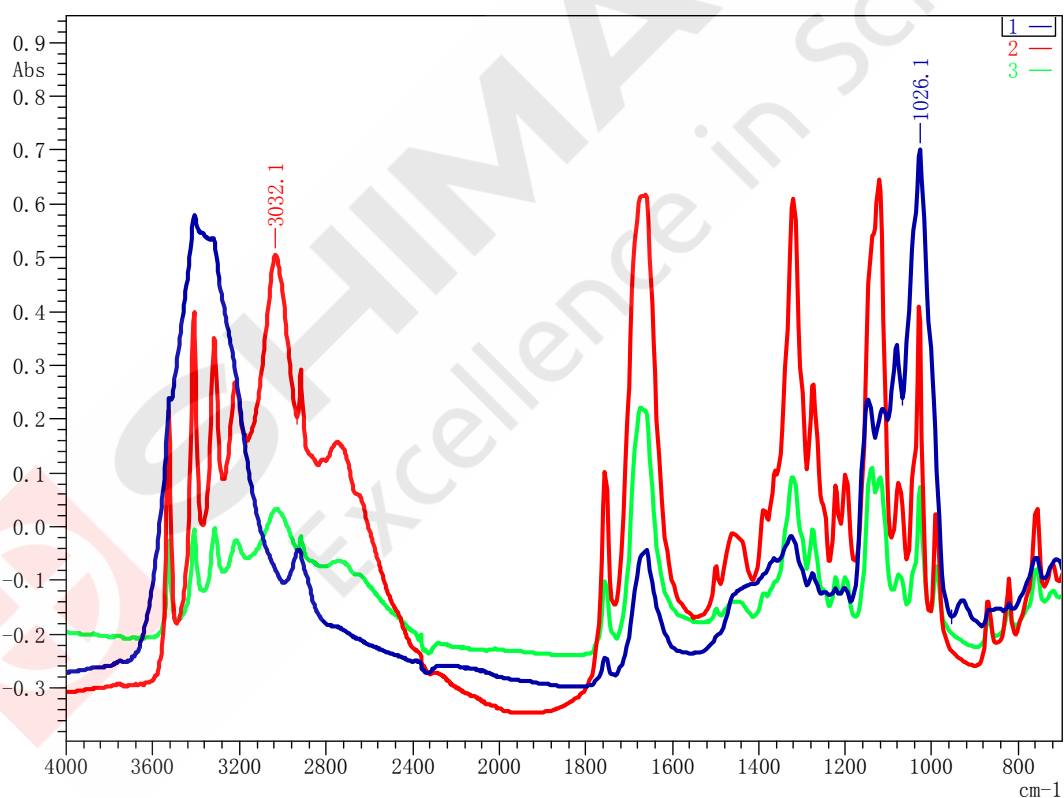


图4 药片样品 Mapping 成像典型位置红外光谱图对比

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。

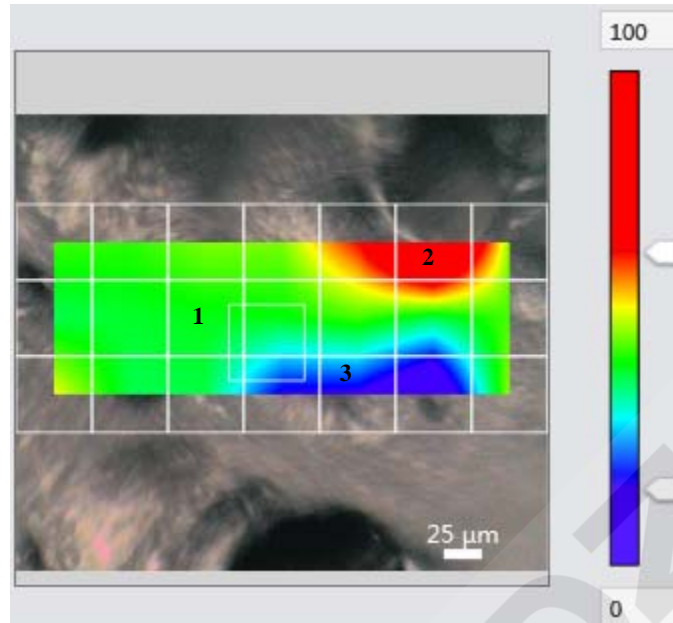


图 7 橡胶样品 Mapping 成像图

图 7 中典型位置 1、2、3 的红外光谱图对比如下图 8 所示：

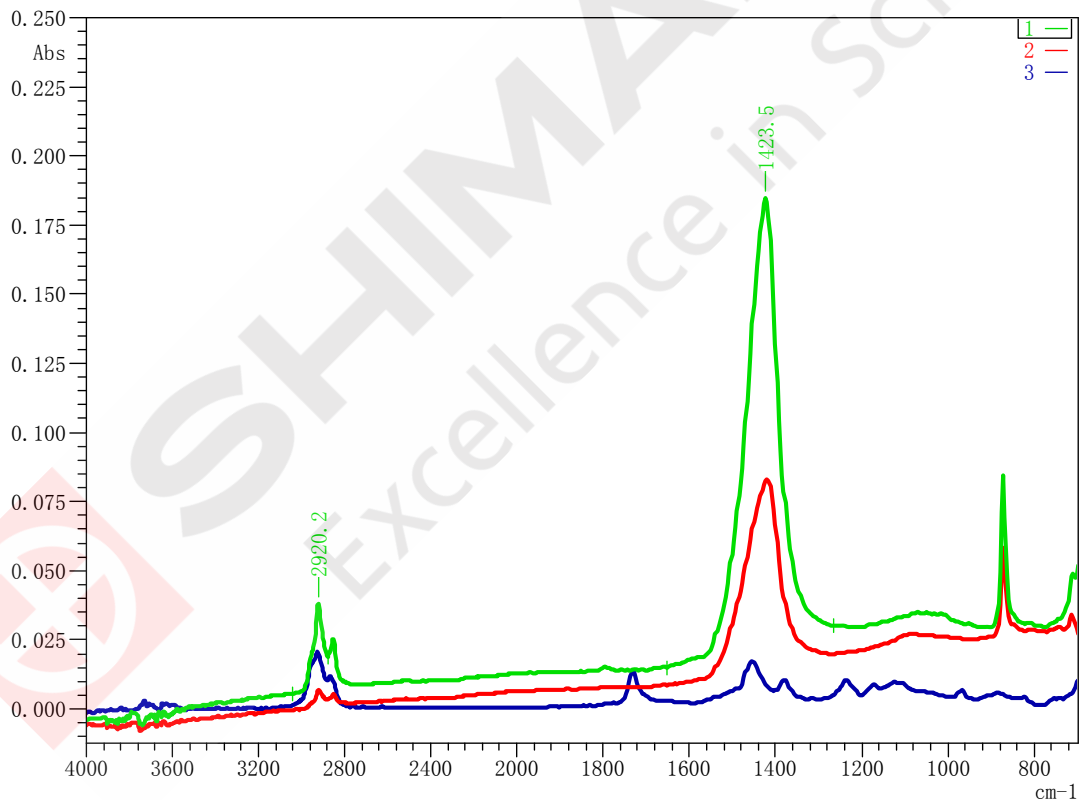


图 8 橡胶样品 Mapping 成像典型位置红外光谱图对比

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丙烯，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℃ 以上, 长期使用温度范围-200~300℃, 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℃ 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℃ 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：

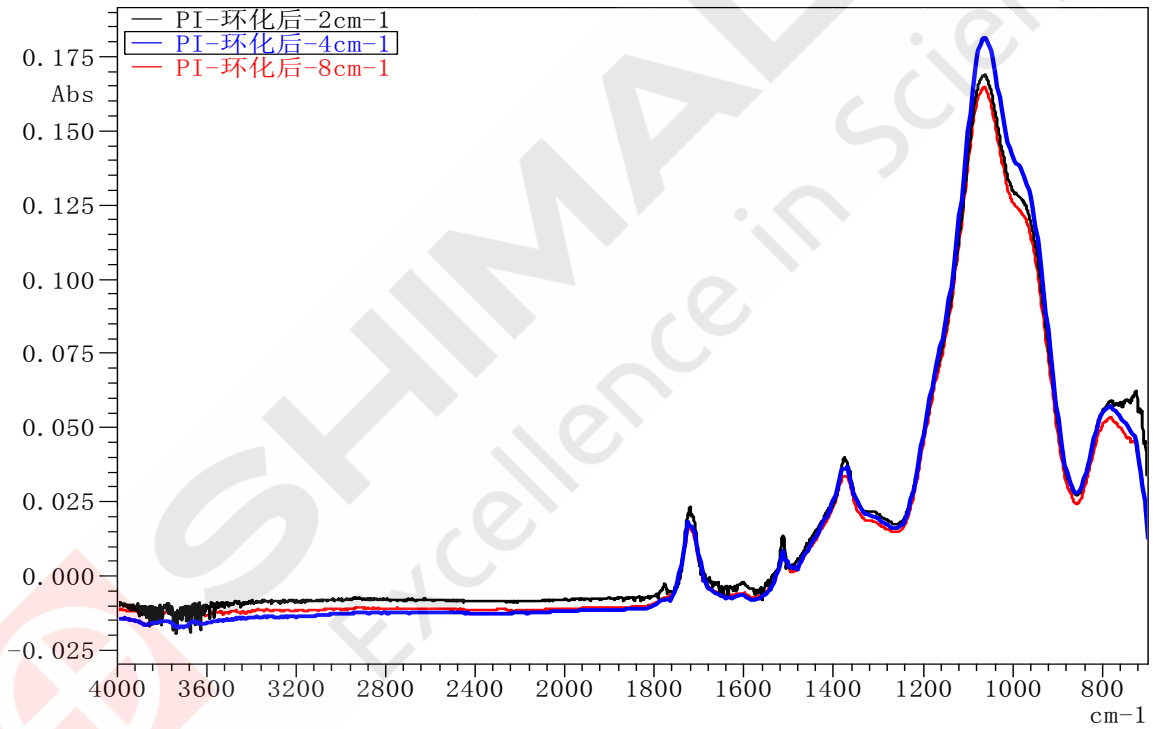


图 1 不同分辨率扫描 220 $^{\circ}\text{C}$ 环化后样品

局部放大图：

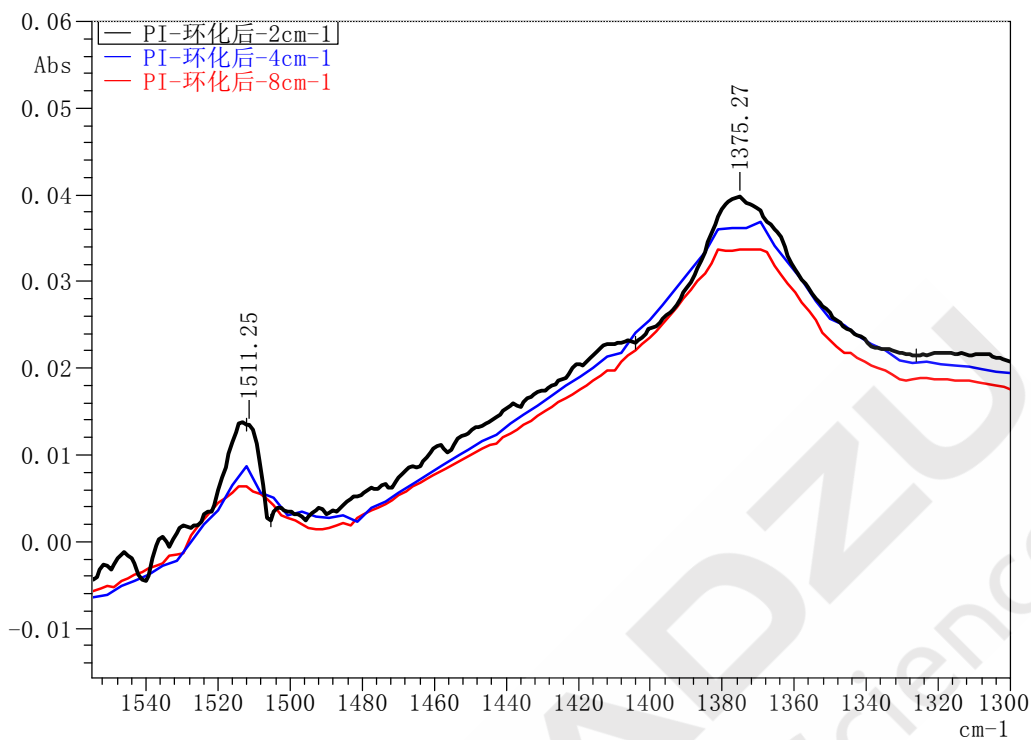


图2 不同分辨率扫描 220°C 环化后样品局部放大图

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：

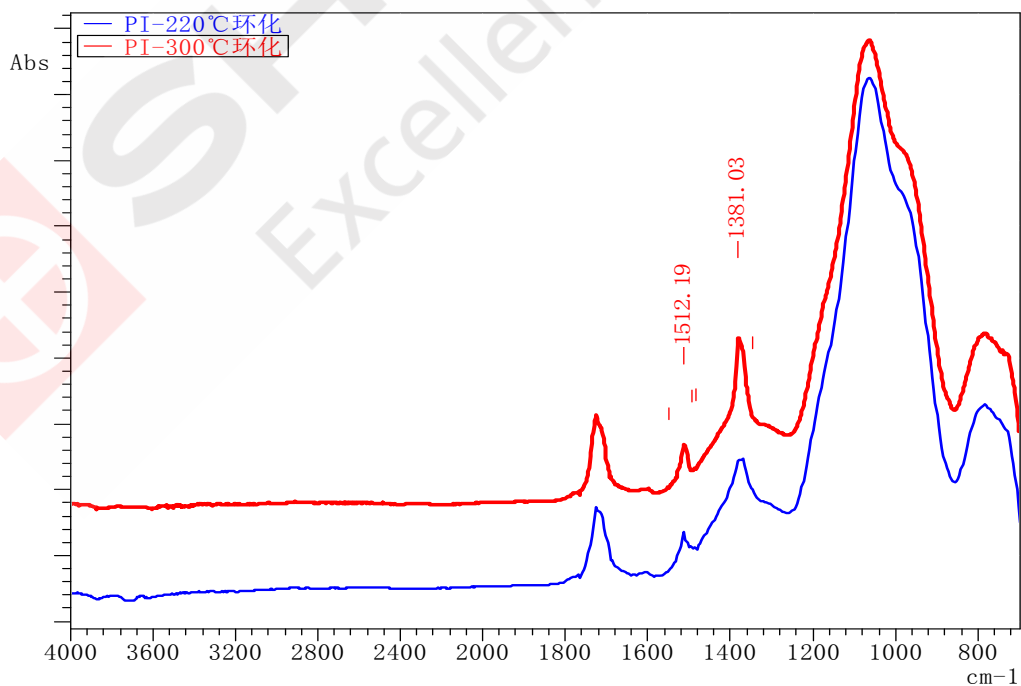


图4 不同温度环化后红外光谱结果比对

$$\text{环化率} = \left(\frac{H_{1380}/H_{1500}}{H_{1380}/H_{1500}} \right)_{300} \times 100\%$$

$$\begin{aligned} &= (0.036/0.009)_{220}/(0.051/0.011)_{300} * 100\% \\ &= 90.17\% \end{aligned}$$

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。



SHIMADZU
Excellence in Science



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 14F
 邮政编码: 100020
 电话: (010) 8525-2310/2312
 传真: (010) 8525-2326/2329

上海

上海市徐汇区宜州路180号华鑫天地二期C801栋
 邮政编码: 200233
 电话: (021) 3419-3888
 传真: (021) 3419-3666

沈阳

辽宁省沈阳市青年大街167号北方国际传媒中心11F
 邮政编码: 110016
 电话: (024) 2325-5577
 传真: (024) 2383-6378

四川

成都市锦江区创意产业商务区三色路38号博瑞创意成都B座12层
 邮政编码: 610015
 电话: (028) 8619-8421/8422
 传真: (028) 8619-8420

武汉

武汉市汉口建设大道568号新世界国贸大厦1座41层4116室
 邮政编码: 430022
 电话: (027) 8555-7910
 传真: (027) 8555-7920

广州

广州市流花路109号之9达宝广场7楼
 邮政编码: 510010
 电话: (020) 8710-8603
 传真: (020) 8710-8698

西安

西安市南二环西段88号老三届世纪星大厦24层G座
 邮政编码: 710065
 电话: (029) 8838-6016
 传真: (029) 8838-6497

乌鲁木齐

乌鲁木齐市中山路339号中泉广场14层H座
 邮政编码: 830000
 电话: (0991) 230-6271/6272
 传真: (0991) 230-6273

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) 315-2987
 传真: (0871) 315-2991

南京

南京市鼓楼区汉中路2号金陵饭店亚太商务楼27层B单元
 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 室
 邮政编码: 400010
 电话: (023) 6380-6057/6058
 传真: (023) 6380-6551

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: 518042
 电话: (0755) 8340-2852
 传真: (0755) 8389-3100

河南

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
 传真: (0371) 8663-2982

香港

Suite 1028, Ocean Centre, Harbour City,
 Tsim Sha tsui, Kowloon, 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