

# 利用红外光谱的差谱对微小异物的分析

## FTIR-025

**摘要：**利用红外显微镜可以对微小异物做有效的定性分析，但在异物的成分复杂时难以做到准确的定性分析。采用红外差谱对电子行业中小弹簧上的异物做出分析，可以准确的判断异物是从哪一个生产环节中引入，对加强质量管理有明显的帮助。

**关键词：**红外光谱 电子行业 差谱 显微镜 异物分析

PCB(电路板)等电子元件封装的过程所采用的技术主要是焊接，在这过程中可能对防护层上的电子元件产生污染，如何确定异物的成分尤其是针对混合物的成分是红外光谱分析的一个难题。

使用岛津红外显微镜，不但可以清晰放大样品不同部位的微小异物，还可以针对样品的不同状态选择反射、透射、衰减全反射等测定方式，得到不同部位异物的红外谱图。通过谱图间的运算，得到不同异物间的红外差谱图，利用差谱图进行分析，或与标准样品去比对，从而能够判断生产过程中引入的异物来源，为加强生产过程的质量管理提供有效数据帮助。

红外差谱是一种利用计算机软件功能对实验所得到的谱图进行数据处理的方法。根据朗伯-比尔定律，吸光度有加和性，在混合物的光谱中，某一波数处的总吸光度是各组分在该处产生的吸光度值的总和。对于两个组分以上的多元组分体系，应用差谱技术可以对多组分混合物谱图进行逐步做差减计算，最后得到单一组分的光谱，从而达到分离和鉴定的目的。差谱技术在一定程度上能够简化复杂、费时的化学分离工作，提供一种快速、简便的检测和鉴定方法。

在电路板行业中，异物最主要是由焊接阶段引入。在焊接引入的污染一般为松香和其他树脂材料，在异物的成分方面比较容易确认种类，结合红外显微镜技术可以在异物的表面选择不同的点，再通过差谱技术可以很好的对异物进行定性分析。

### ■ 仪器测量条件

仪器装置：

Shimadzu IRPrestige-21, AIM-8000

波长范围：4500 ~ 720  $\text{cm}^{-1}$

测定方式：透射

分辨率：4  $\text{cm}^{-1}$

扫描次数：100

切趾函数：Happ-Genzel

检测器：MCT检测器

### ■ 测定应用实例

针对电路板上的小弹簧(长0.5 cm，直径0.1 cm)上的异物做出定性分析。用专门的取样工具显微镜下取样，在不同的部位选择合适的样品，用金刚石池附件做透射的测定。测试谱图如下：

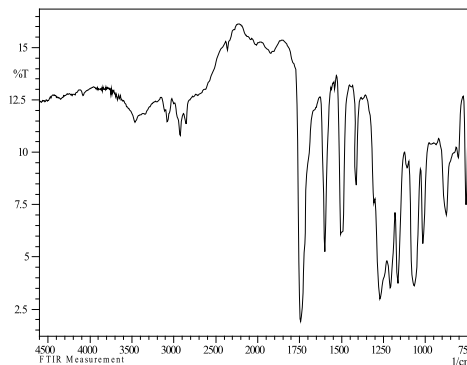


图1 异物的红外光谱图

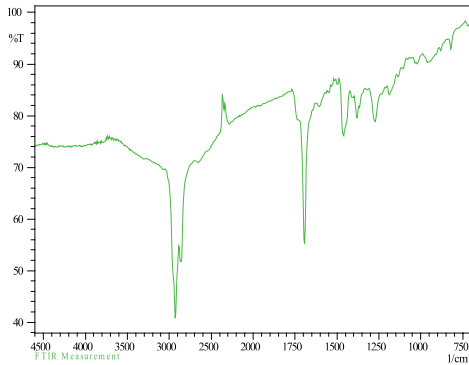


图2 松香的红外光谱图

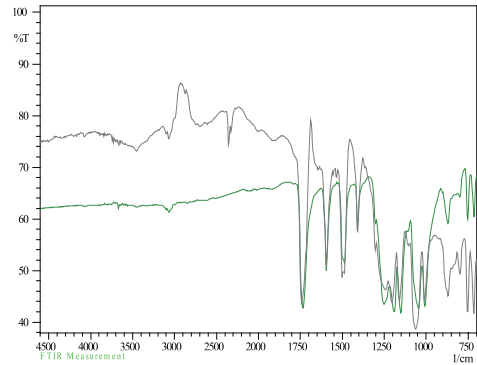


图5 差谱与树脂的红外光谱图的对比

在软件中，进行上述两个谱图的计算。以异物的红外光谱图作为总的光谱图，松香的红外谱图作为参照，通过数据集间的差谱计算可以快速得到二者之间的红外光谱图的差谱(图3)，通过与标准样品(液晶高分子材料)对比(图4)得到二者之间的对比图(图5)。

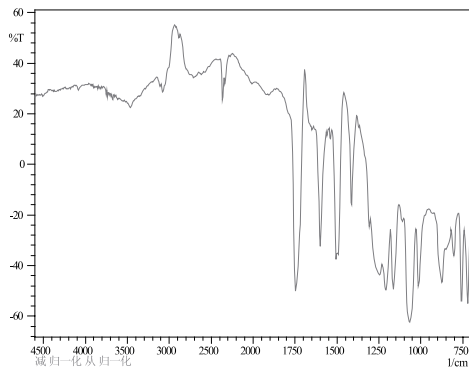


图3 异物与松香的红外差谱图

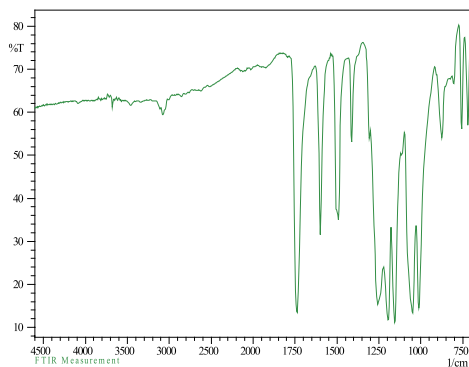


图4 液晶高分子材料树脂的红外光谱图

## 分析与讨论

在异物的红外光谱图中，并没有发现明显的 $1693\text{ cm}^{-1}$ 、 $1446\text{ cm}^{-1}$ 、 $1384\text{ cm}^{-1}$ 等松香的特征峰。电子行业中常用到的另外一种原料即引入的污染可能为树脂。经过对异物和松香的红外谱图分析，二者的吸光度大小悬殊，异物的最大吸光度为1.1，松香的最大吸光度为0.5，我们推测可能因为干扰物的存在掩盖了松香的特征峰。通过二者差谱计算，在 $1750\text{ cm}^{-1}$ 左右有很强的吸收，属于C=O基伸缩振动吸收，同时在 $1014\text{ cm}^{-1}$ 左右也有很强的吸收，属于脂基C-O-C的对称伸缩振动，表明该异物有脂基官能团；同时， $1600\text{ cm}^{-1}$ 、 $1500\text{ cm}^{-1}$ 有很强的吸收，为苯环的骨架振动。由于ATR附件在高波数段红外的穿透深度很浅，因此 $3000\text{ cm}^{-1}$ 的吸收峰(苯环上的C-H伸缩振动)不很明显，由此推断该树脂可能为芳香族聚酯的一种。

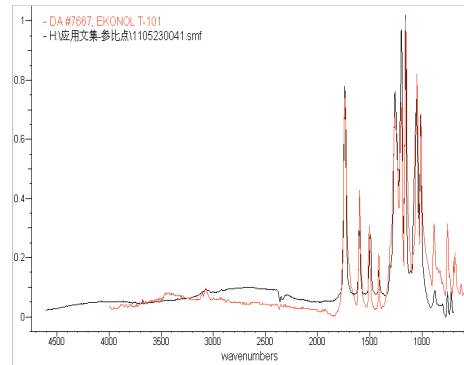


图6 KnowItAll软件分析树脂样品的结果

从图6可以看出软件的标准谱图与实验得到的谱图基本一致，即芳香族聚酯(aromatic polyester)。通过将差谱与树脂的红外谱图(参考图4)及其用软件KnowItAll分析的结果(图6)做比对，可以进一步确认该异物为芳香族聚酯，该物质是液晶高分子材料的一类产品。

红外谱图的差谱计算可以很好的应用在质量控制领域，尤其是针对生产过程中的异物引入过程的分析、判断。该方法操作简单有效、针对性强，是质量管理过程中一个很好的辅助工具。