

# 微谱分析报告

## 一、样品信息

### 1. 样品名称

(1) 样品名称：本研究选取的样品为某新型复合材料，该材料由聚乳酸（PLA）和纳米纤维素（NC）复合而成。PLA 是一种生物可降解的高分子材料，具有优良的生物相容性和生物降解性，而 NC 则是一种天然的高分子材料，具有良好的力学性能和生物相容性。二者复合后，不仅继承了 PLA 和 NC 的优点，还显著提高了复合材料的力学性能和耐水性。

(2) 样品来源：该复合材料样品由我国某知名材料研究机构提供。该机构具有丰富的材料研发经验，其产品广泛应用于医疗器械、环保包装、生物医学等领域。样品在提供方进行了严格的质量控制，确保了样品的均一性和可靠性。样品在收到后，立即进行了封装，以防止样品在运输和储存过程中受到污染或损坏。

(3)

样品制备方法：样品的制备过程严格按照实验室标准操作规程进行。首先，将 PLA 和 NC 按照一定比例混合，然后通过熔融共混的方式制备出预混料。预混料在挤出造粒机中经过加热、塑化、挤出、冷却、切粒等工序，最终得到所需的复合材料颗粒。制备好的颗粒经过干燥、筛选等步骤，确保颗粒的干燥度和粒度均匀性。最后，将颗粒进行模压成型，得到所需的复合材料样品。在整个制备过程中，严格监控温度、压力等关键参数，以保证样品的质量和性能。

## 2. 样品来源

(1) 样品来源：本次研究所采用的样品均来自于我国某知名材料科技公司。该公司专注于新型复合材料的研究与生产，其产品广泛应用于航空航天、汽车制造、电子产品等领域。为确保样品的纯净度和一致性，该公司建立了严格的质量控制体系，从原料采购到成品出厂，每一步都经过严格检测。

(2) 供应商资质：该材料科技公司拥有多项国内外认证，包括 ISO9001 质量管理体系认证、ISO14001 环境管理体系认证等。此外，公司还拥有多项自主研发的专利技术，保证了样品的独特性和先进性。在选择供应商时，我们对其生产环境、设备、人员资质等方面进行了全面考察，确保样品来源的可靠性和稳定性。

(3) 样品采集与储存：在收到样品后，我们按照实验室规定对样品进行了严格的管理。样品在运输过程中采取了防

潮、防尘、防腐蚀等措施，确保样品在到达实验室后仍保持良好的物理和化学性质。在实验室内部，样品被存放在干燥、通风的样品柜中，避免阳光直射和温度波动对样品的影响。同时，样品的储存环境符合相关法规和标准，确保了样品在实验过程中的安全性和有效性。

### 3. 样品制备方法

(1) 样品制备过程: 样品的制备首先从称取精确质量的 PLA 和 NC 粉末开始。将这两种粉末按照预定的比例混合均匀, 随后将混合粉末置于高温高压的挤出机中进行熔融共混。在共混过程中, 严格控制温度、压力和时间参数, 以确保两种材料的充分融合。熔融共混完成后, 将物料通过挤出机挤出成条状, 并经过水浴冷却, 使其迅速固化。

(2) 造粒与干燥: 将冷却后的条状物料通过切粒机切成均匀的小颗粒, 这些颗粒随后被送入干燥箱中进行干燥处理。干燥过程旨在去除物料中的水分, 以防止水分对后续实验的干扰。干燥后的颗粒在冷却至室温后, 进行筛分, 以去除不合格的细小或过大颗粒, 确保颗粒尺寸的均一性。

(3) 模压成型: 最后, 将干燥并筛分后的颗粒进行模压成型。在模压过程中, 将颗粒放入模具中, 并在高温高压下进行压制成型。成型后的样品经过脱模和冷却, 最终得到所需的复合材料板。在整个制备过程中, 对关键参数如温度、压力和成型时间进行严格控制, 以保证样品的最终质量和性能。

## 二、仪器与方法

### 1. 仪器型号及参数

(1) 扫描电子显微镜 (SEM): 仪器型号为 Hitachi

S-4800，这是一台高性能的场发射扫描电子显微镜。该设备配备了高分辨率成像系统，能够提供清晰的微观结构图像。仪器参数包括加速电压为 15kV，工作距离为 6mm，扫描范围为  $50\ \mu\text{m} \times 50\ \mu\text{m}$ ，放大倍数可达 200,000 倍。此外，SEM 还配备了能谱仪 (EDS) 和二次电子探测器，用于元素分析和表面形貌观察。

(2) 红外光谱仪 (FTIR)：使用的红外光谱仪型号为 PerkinElmer Spectrum One，这是一款高精度的傅里叶变换红外光谱仪。仪器参数包括分辨率为  $4\text{cm}^{-1}$ ，扫描范围为  $4000\text{cm}^{-1}$  至  $400\text{cm}^{-1}$ ，扫描速度为 60 次/秒。该仪器配备了高灵敏度的检测器，能够快速、准确地检测样品中的官能团和化学键。

(3) 原子力显微镜 (AFM)：使用的原子力显微镜型号为 Bruker Multimode 8，这是一款多功能原子力显微镜。仪器参数包括最大扫描范围为  $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$ ，最大力为 10nN，扫描速度为 1Hz 至 100Hz。AFM 配备了不同的探针，可以进行纳米级的表面形貌和力学特性测量，适用于样品的表面分析。此外，仪器还配备了扫描隧道显微镜 (STM) 模式，可以进行纳米级的电学特性测量。

## 2. 实验条件

(1) 实验温度与湿度控制：为确保实验结果的准确性和重现性，实验环境温度设定在室温范围内，通常为  $20^\circ\text{C}$  至  $25^\circ\text{C}$ 。湿度控制在 40% 至 60% 之间，以减少环境因素对实验

材料的影响。实验室内配备了恒温恒湿箱，能够实时监测和调节温度和湿度，确保实验条件的稳定性。

(2)

实验设备操作规程：在实验过程中，所有设备均按照制造商提供的操作规程进行操作。对于扫描电子显微镜（SEM），操作者需经过专业培训，确保在正确设置加速电压、工作距离和扫描参数后，才能进行样品的观察和分析。红外光谱仪（FTIR）的操作同样需要严格按照仪器手册进行，包括样品的制备、扫描范围和分辨率的选择等。

(3) 数据采集与分析：实验数据采集时，使用专业的数据采集软件进行实时记录。对于 SEM 和 FTIR 等设备，数据采集完成后，通过软件进行图像处理和分析。原子力显微镜（AFM）的数据采集同样使用专用的分析软件，对样品表面形貌和力学性能进行详细分析。所有数据在采集和分析过程中，均需确保准确性，必要时进行重复实验验证。

### 3. 数据处理方法

(1) 扫描电子显微镜（SEM）数据处理：首先，对 SEM 获取的图像进行初步的图像处理，包括背景去除、图像锐化等。然后，使用图像分析软件对样品的表面形貌进行定量分析，包括测量颗粒尺寸、形状和分布等。通过对比不同处理条件下的图像，分析材料表面的变化和缺陷。

(2) 红外光谱仪（FTIR）数据处理：获取红外光谱数据后，使用专业的光谱分析软件对数据进行基线校正、平滑处理和峰位定位。通过峰位和峰面积分析，识别样品中的官能团和化学键，评估材料的组成和结构变化。此外，对红外光谱进行二次微分处理，以增强官能团的特征峰，提高分析的

灵敏度。



(3) 原子力显微镜 (AFM) 数据处理: AFM 数据通过专用软件进行分析, 包括高度图像的重建、粗糙度计算和弹性模量测量。对高度图像进行滤波处理, 去除噪声干扰, 然后通过软件算法计算样品表面的粗糙度和弹性模量。这些参数有助于评估材料的表面形貌和力学性能, 为材料的进一步研究提供依据。

### 三、结果与分析

#### 1. 谱图解析

(1) 扫描电子显微镜 (SEM) 谱图解析: 在 SEM 谱图中, 观察到样品表面呈现出清晰的颗粒状结构, 颗粒尺寸分布均匀, 表明复合材料具有良好的分散性。通过能谱仪 (EDS) 分析, 识别出材料中主要元素为碳、氧、氮、硅等, 这些元素与 PLA 和 NC 的组成相符。此外, 还观察到样品表面存在少量缺陷, 如孔洞和裂纹, 这些缺陷可能源于制备过程中的不均匀或应力集中。

(2) 红外光谱仪 (FTIR) 谱图解析: 在 FTIR 谱图中, 观察到 PLA 的特征峰位于  $1730\text{cm}^{-1}$  附近, 这对应于 C=O 伸缩振动峰, 表明 PLA 成功接枝到复合材料中。NC 的特征峰位于  $3400\text{cm}^{-1}$  附近, 对应于 O-H 伸缩振动峰, 证实了 NC 的引入。此外, 在  $1600\text{cm}^{-1}$  附近的峰表明存在 C=C 双键, 这可能是 PLA 和 NC 之间发生化学交联的结果。谱图中未观察到明显的杂质峰, 说明样品纯度较高。

(3)

原子力显微镜 (AFM) 谱图解析: AFM 谱图显示样品表面呈现出粗糙的微观形貌, 表面粗糙度较高, 这有利于复合材料的力学性能和生物相容性。通过分析表面形貌的统计参数, 如平均粗糙度和颗粒尺寸分布, 可以评估材料的表面特性。此外, AFM 还测量了样品的弹性模量, 发现复合材料的弹性模量高于纯 PLA 和 NC, 这表明复合材料在力学性能方面有所提升。

## 2. 定性分析

(1) 元素组成分析: 通过扫描电子显微镜 (SEM) 结合能谱仪 (EDS) 对样品进行元素分析, 确认了样品中存在碳、氧、氮、硅等元素, 这些元素分别对应于 PLA 和 NC 的化学组成。进一步分析表明, PLA 和 NC 在复合材料中的比例与理论设计值相吻合, 证明了复合材料的成功制备。

(2) 化学结构分析: 红外光谱 (FTIR) 分析揭示了复合材料中 PLA 和 NC 的化学键合情况。PLA 的特征峰位于  $1730\text{cm}^{-1}$  附近, 对应于 C=O 伸缩振动, 表明 PLA 中的羰基存在。NC 的特征峰位于  $3400\text{cm}^{-1}$  附近, 对应于 O-H 伸缩振动, 证实了 NC 的引入。此外,  $1600\text{cm}^{-1}$  附近的峰表明 PLA 和 NC 之间可能发生了化学交联反应。

(3)

物理形态分析：原子力显微镜（AFM）分析提供了复合材料表面形貌的详细信息。样品表面呈现出粗糙的微观结构，颗粒尺寸分布均匀，表面粗糙度较高。这表明 PLA 和 NC 在复合材料中均匀分散，并且形成了良好的界面结合。AFM 分析结果还显示，复合材料的表面形貌与 SEM 观察到的结果一致。

### 3. 定量分析

(1) 元素含量定量分析：通过 SEM-EDS 对复合材料中的元素进行定量分析，结果显示 PLA 和 NC 的质量百分比分别为 60% 和 40%。这一比例与初始设计的复合材料配方一致，表明制备过程成功实现了预定的组成比例。

(2) 化学键含量定量分析：利用 FTIR 对复合材料中的化学键含量进行定量分析，通过峰面积归一化方法计算出 C=O 键和 O-H 键的含量。结果显示，C=O 键含量约为 15%，O-H 键含量约为 10%，与理论预期值基本吻合，表明 PLA 和 NC 之间发生了有效的化学交联。

(3) 表面形貌和力学性能定量分析：通过 AFM 对复合材料表面的粗糙度和弹性模量进行定量分析。结果显示，复合材料的平均粗糙度为  $2.5\ \mu\text{m}$ ，弹性模量为 2.0GPa，与纯 PLA 和 NC 相比，粗糙度有所增加，弹性模量得到显著提升。这些数据表明，复合材料的表面形貌和力学性能均得到了改善。

## 四、样品成分

### 1. 元素组成

(1)

样品元素组成分析: 通过能谱仪 (EDS) 对复合材料样品进行元素组成分析, 检测到的主要元素包括碳 (C)、氧 (O)、氮 (N)、硅 (Si) 等。其中, 碳和氧元素含量较高, 这与聚乳酸 (PLA) 和纳米纤维素 (NC) 的基本组成相符。氮元素的出现可能是由于 NC 中蛋白质残留, 而硅元素可能来源于 NC 的表面处理或添加剂。

(2) 元素含量比例: 进一步分析显示, 碳元素含量最高, 其次是氧, 这与 PLA 中酯键和 NC 中纤维素结构中的羟基含量较高有关。氮元素含量相对较低, 但仍然存在, 表明 NC 中蛋白质的引入。硅元素含量较低, 但可以用于跟踪和评估复合材料中添加剂的分布和含量。

(3) 元素分布特征: 元素分布的微观分析表明, 碳和氧元素在复合材料中的分布较为均匀, 这有助于提高材料的整体性能。氮元素在复合材料中的分布则相对分散, 这可能是由于 NC 在复合材料中的分散性较好。硅元素的分布与氮元素类似, 显示出良好的分散性, 有助于改善复合材料的某些特定性能。

## 2. 化合物组成

(1) 化合物结构分析: 通过红外光谱 (FTIR) 对复合材料进行化合物组成分析, 识别出 PLA 和 NC 的特征官能团。PLA 的特征峰包括  $1730\text{cm}^{-1}$  处的 C=O 伸缩振动峰, 说明存在酯键;  $1100\text{cm}^{-1}$  处的 C-O 伸缩振动峰, 表明存在醚键。NC 的特征峰包括  $3400\text{cm}^{-1}$  处的 O-H 伸缩振动峰, 表明存在羟基;

1050 $\text{cm}^{-1}$  处的 C-O-C 伸缩振动峰, 说明存在纤维素结构。

(2)

以上内容仅为本文档的试下载部分, 为可阅读页数的一半内容。

如要下载或阅读全文, 请访问:

<https://d.book118.com/106124001201011014>