

Application News

No. A527

光吸収分析
Spectrophotometric Analysis

EDX-FTIR 統合解析ソフトウェア EDXIR-Analysis を用いたサイレントチェンジへの対応

Correspondence for Silent-Change Using EDXIR-Analysis Software

コスト削減などを目的に、取引先から通知されることなく、原材料が変更されてしまうことを「サイレントチェンジ」といいます。規格外の原材料を使用した製品は品質が保証できないだけでなく、事故を引き起こすケースもあり、社会的な問題となっています。高品質の製品を生産するためには、安全で良質な原材料を管理することが不可欠です。

EDXIR-Analysis には、データ比較機能があります。EDX または FTIR の単独データ、もしくは両データから、正規品と検査対象品との差を一致度として数値化することができます。この機能を用いて規格通りの原材料が納められているかどうかを確認することができ、受入検査、抜き取り調査、一次スクリーニング等に有効です。

今回はデータ比較機能を用いた分析例をご紹介します。

S. Iwasaki

樹脂材料に有害元素が混入している場合 Case of being Added Hazardous Element and/or Different Material to Plastic

データ比較機能を用いる際、はじめに正規品のデータをライブラリに登録します。次に、検査対象品のデータとの比較を行うと、EDX データには、元素含有量、プロファイル、EDX 写真の比較と一致度が、FTIR データには、FTIR スペクトルと一致度が表示されます。

今回、塩化ビニル樹脂 (PVC) について、正規品と検査対象品のデータ比較を行いました。結果を Fig. 1, 2 に示します。

データ比較機能を用いて一致度を求めると、EDX では 0.8332、FTIR では 0.8680、これらを統合した結果は 0.8506 となりました。一致度は 0 ~ 1 の範囲で表され、数値が大きいほど、データが類似していることを示します。即ち、比較試料が同一成分の場合は 1 に近い値が得られますが、本試料は統合一致度が 0.8506 であることから、異なる原材料が混入している可能性があるかと判断できます。

EDX プロファイルと FTIR スペクトルからも、この検査対象品には、正規品では検出されていない鉛 (Pb) とアクリル由来の成分 (★印) が含まれていることが分かります。

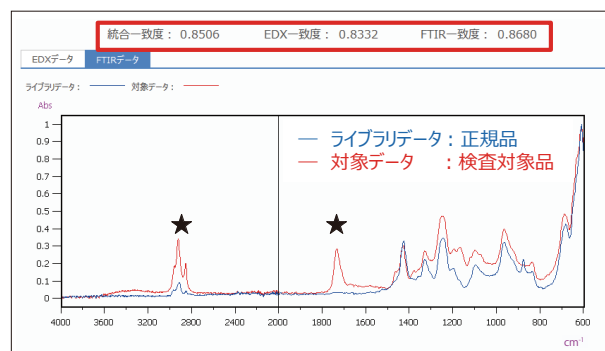


Fig. 2 FTIR スペクトルの比較
Comparison of FTIR Spectra

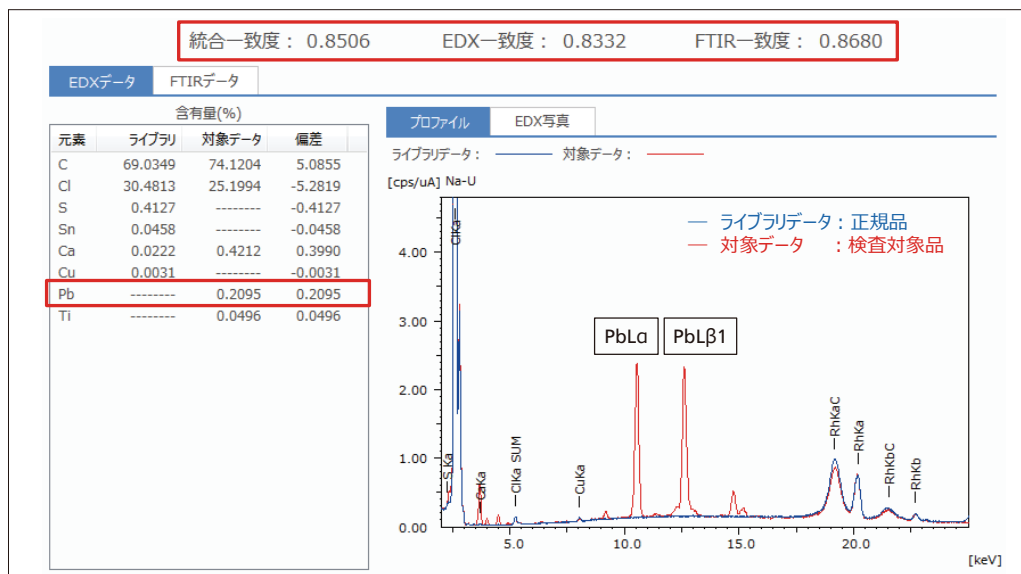


Fig. 1 データ比較の結果と EDX プロファイル
Result of Data Comparison and EDX Profiles

■樹脂材料中の元素含有量に差がある場合

Case of being Added Hazardous Element and/or Different Material to Plastic

RoHS 対応のポリエチレン標準物質 ERM-EC680, 681 をそれぞれ正規品, 検査対象品と見立ててデータ比較を行いました。EDX では定性定量分析を, FTIR では 1 回反射 ATR 分析を行いました。結果をそれぞれ Fig. 3, 4 に, 装置および分析条件を Table 1 に示します。

正規品と検査対象品の, EDX プロファイル及び FTIR スペクトルの重ね合わせから, S, Cl, Cr, Zn, Br, Cd, Sn, Sb の含有量に違いがあることが分かりますが, 樹脂(主成分)については違いは見られません。

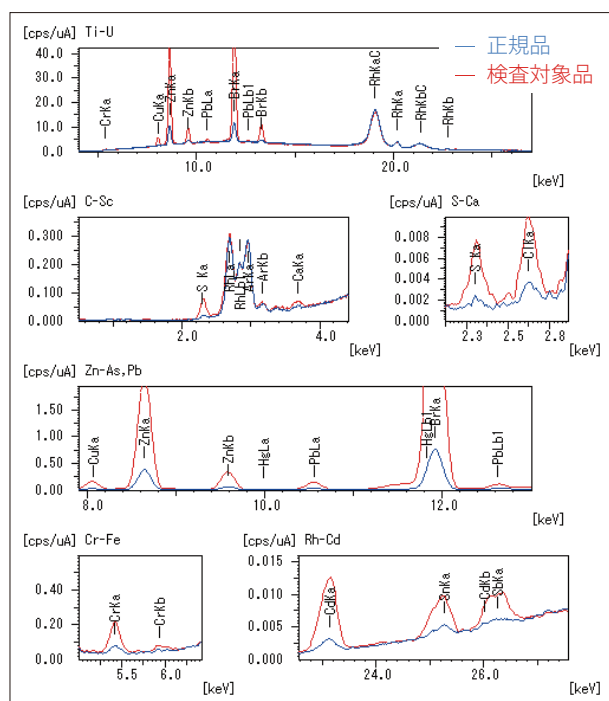


Fig. 3 EDX 定性プロファイルの比較
Comparison of Qualitative Profiles by EDX

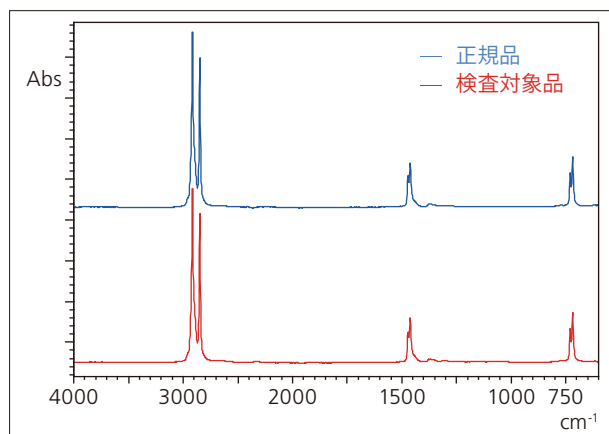


Fig. 4 FTIR スペクトルの比較
Comparison of FTIR Spectra

データ比較機能を用いて一致度を求めると, EDX では 0.9616, FTIR では 0.9830, これらを統合した結果は 0.9723 となり, 材質の違いを示唆する数値が得られました。

Table 2 には, 正規品同士, 正規品と検査対象品の一致度を求め, それらの再現精度から有意差を検定した結果を示します。EDX は有意差あり, FTIR は有意差なしとなり, 検査対象品の元素含有量が正規品とは異なることを裏付ける結果が得られました。

Table 1 装置および分析条件
Instruments and Analytical Conditions

[EDX]	
Instrument	: EDX-8000
X-ray Tube	: Rh target
Voltage/Current	: 15 kV (C-Sc), 50 kV (Ti-U)/Auto
Atmosphere	: Air
Measurement Diameter	: 10 mm φ
Primary Filter	: Without (Ti-U, C-Sc), #1 (Rh-Cd), #2 (S-Ca), #3 (Cr-Fe), #4 (Zn-As, Pb)
Integration Time	: 30 sec (without Primary Filter) 60 sec (with Primary Filter)
[FTIR]	
Instruments	: IRAffinity-1S, MIRacle10 (Diamond prism)
Resolution	: 4 cm ⁻¹
Accumulation	: 40
Apodization	: Happ-Genzel
Detector	: DLATGS

Table 2 一致度計算の結果
Result of Purity Index

n	EDX		FTIR	
	正規品	検査対象品	正規品	検査対象品
1	0.9969	0.9616	0.9790	0.9830
2	0.9948	0.9613	0.9800	0.9800
3	0.9962	0.9613	0.9830	0.9810
4	0.9966	0.9612	0.9820	0.9830
5	0.9960	0.9613	0.9860	0.9790
平均値	0.9961	0.9613	0.9820	0.9812
標準偏差	0.0008	0.0002	0.0027	0.0018
有意差*	あり		なし	

*t 検定による (有意水準 5%)
市販の表計算ソフトウェアを使用

■まとめ

Conclusion

ここでは, EDXIR-Analysis のデータ比較機能を活用し, 正規品と検査対象品を解析した事例をご紹介しました。データを目視で確認するだけでなく, 数値化することでより試料の差異を判別しやすくなりました。

EDX と FTIR の両機種を用いることは, 無機, 有機の両面からの多角的な解析を可能にし, 安全に関わる原材料のリスク管理に役立ちます。本ソフトウェアでは, 各種データを電子ファイルとして紐付けて保管することもでき, サイレントチェンジへの対応を強力にサポートします。