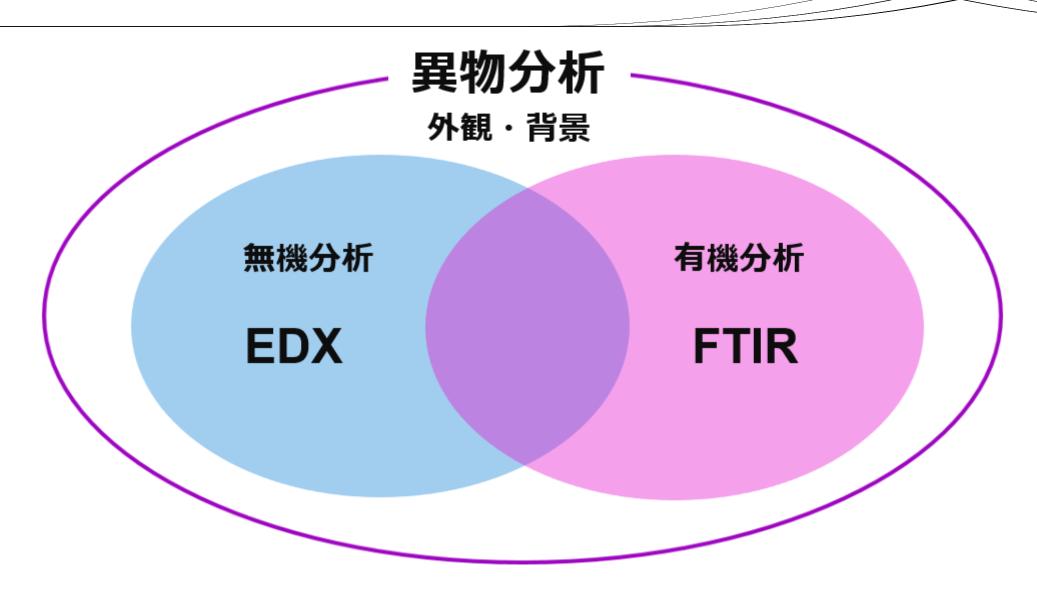


EDX-FTIR統合解析ソフトウェアの 活用例

株式会社 島津製作所 分析計測事業部



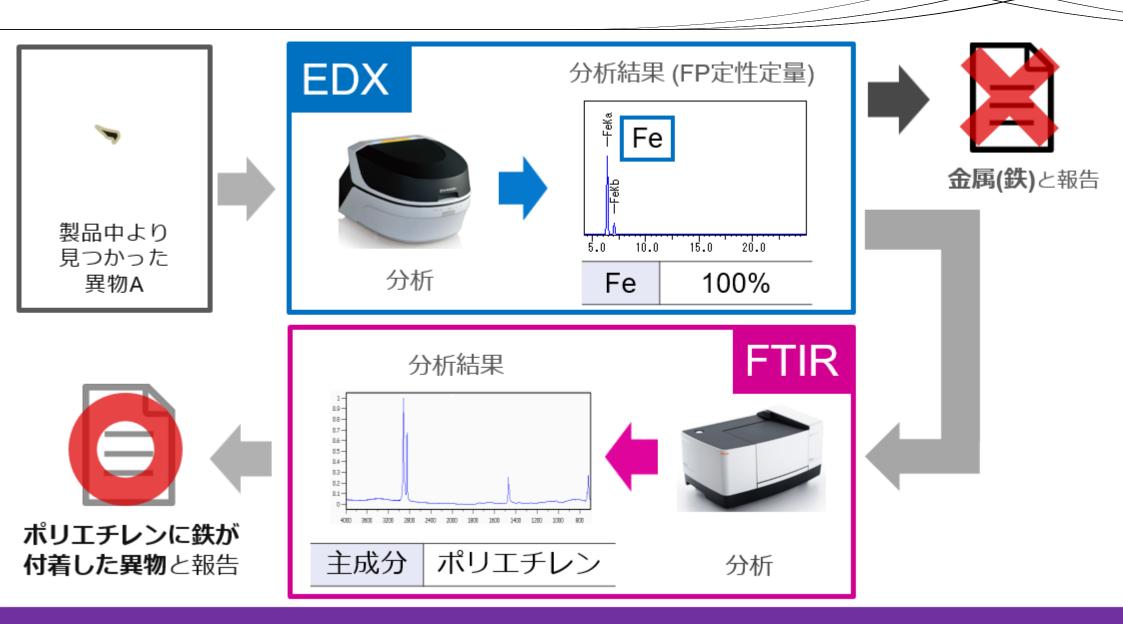
異物分析で必要な分析手法



EDXとFTIRは前処理を必要とせず、迅速に分析できます。 両機種を使うことによって異物をより正確に類推することができます。



金属のように見えてもFTIRが必要な理由



正しく類推するためには、EDX&FTIR両方の結果を用いることが重要。



EDX-FTIR統合解析システム



エネルギー分散型蛍光X線分析装置 EDX-7000 / EDX-8000 / EDX-8100



EDX-FTIR統合解析ソフトウェア EDXIR-Analysis



フーリエ変換赤外分光光度計 IRTracer-100 / IRAffinity-1S / IRSpirit



異物測定保持・保管容器 EDXIR-Holder



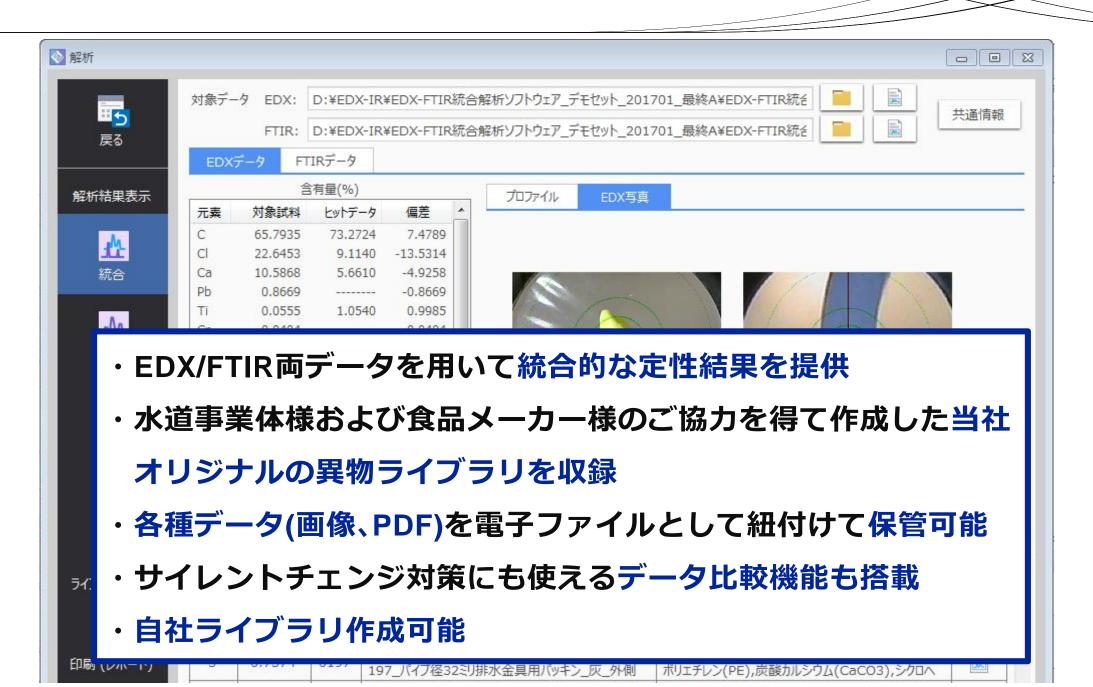
EDX-FTIR統合解析ソフトウェア EDXIR-Analysis







EDXIR-Analysis の特長



異物ライブラリ内容(一部抜粋)

異物ライブラリ リスト (抜粋)

■ゴム類 ■高分子 ■生物 ■無機物

		T	詳細情報		EDX分析
	名称	5715 安州八代姓用	EDX 定量分析結果より	免/形性/種土/全尾 业归	から分かる
L		FTIR 定性分析結果	主要元素	色/形状/硬さ/金属光沢	金属成分
	083_水道メータ用パッキン_1_外側	アクリロニトリループタジエンゴム(NBR),ステアリン酸亜鉛		色;黒 形状;ゴム/破片 硬さ;柔らかい 金属光沢;無	
'	084_水道メータ用パッキン_1_内側	ア クリロニトリループタジ <u>エ</u> ンコ゚ム(NBR)	*	色;黒 形状;ゴム/破片 硬さ;柔らかい 金属光沢;無	
水	087_水道管内壁コーティング剥がれ_1	ポリスチレン(PS),アクリル樹脂	CI	色;茶 形状;破片 硬さ;柔らかい 金属光沢;無	
		ポリ酢酸ビニル(PVAc),含水ケ酸マグネシウム(タルク,Mg3Si4O10(OH)2)		色;灰 形状;破片 硬さ;柔らかい 金属光沢;無	
関	107_コーティング剤	Iポキシ樹脂,含水ケイ酸マグネシウム(タルク,Mg3Si4O10(OH)2)		色;黒 形状;破片 硬さ;硬い 金属光沢;無	
		セルロース,カヒ*		色;白/黒 形状;パイオフィルム 硬さ;柔らかい 金属光沢;無	
		タンパ [°] ク質,ケイ酸塩		色;茶 形状;カビ 硬さ;柔らかい 金属光沢;無	
物	091_スケール_1	炭酸カルシウム(CaCO3)	Ca	色;白 形状;粉粒,塊 硬き;脆い 金属光沢;無	
'	186_処理灰	ケイ酸塩,以酸塩	Si,Ca,P,Fe,Al,Mg,K,Ti,Zn,Ba	色;茶 形状;砂,塊 硬さ;柔らかい 金属光沢;無	
	316_鉄さび_1	水酸化鉄(Ⅲ)(Fe(OH)3),5/酸塩	Fe,Si,S	色;茶 形状;鉄さび 硬さ;硬い 金属光沢;無	鉄
_					
	356_輸3*ム	輪コ゚ム(イソプレンコ゚ム(IR))		色;緑 形状;ゴム 硬さ;柔らかい 金属光沢;無	
'	386_ナイロン製繊維の塊	ポリアミド(PA),ポリエステル,脂肪酸	1%未満	色;黒 形状;繊維 硬さ;柔らかい 金属光沢;無	
食		乳糖	1%未満	色;白 形状;塊 硬さ;硬い 金属光沢;無	
品	428_デンプン塊	デンプン,脂肪酸,タンパク質	CI,Na	色;茶 形状;塊 硬さ;硬い 金属光沢;無	
関	342_原料植物表皮1	植物表皮(セルロース),脂肪酸	CI,Na	色;茶 形状;塊 硬さ;柔らかい 金属光沢;無	
		骨片(リン酸カルシウム ,タンパク質)	Ca,P,S	色;白 形状;棒 硬さ;硬い 金属光沢;無	
		爪(ケラチン)	S	色;白 形状;破片 硬さ;硬い 金属光沢;無	
物	370_小石1	石(ケি酸塩)	Si,Al,Fe,K,Ti,Mg,Na	色;黒 形状;破片 硬さ;硬い 金属光沢;無	
'	404_鉄製針金	セルース(金属表面付着物)	Fe,P	色;黒 形状;繊維 硬さ;硬い 金属光沢;無	鉄
	454_ステンレス鯛_1	不明 (金属表面付着物)	Fe,Cr,Ni,Mn	色;銀 形状;金属 硬さ;硬い 金属光沢;有	ステンレス
_					
市	005_給水管19mm/l° サキ>_外側	スチレン-プタジエンコ゚ム(SBR),炭酸カルシウム(CaCO3),ポリメチルメタクリレート(PMMA)	Ca	色;黒 形状;ゴム,リング 硬さ;柔らかい 金属光沢;無	
販	006_給水管19mm/l° 5井〉_内側	スチレンープタジエンコ゚ム(SBR),炭酸カルシウム(CaCO3)	Ca	色;黒 形状;ゴム,リング 硬さ;柔らかい 金属光沢;無	
水	194_パイプ径32ミリ排水金具用パッキン_赤	ポリ塩化ビニル(PVC)	CI	色;赤 形状;樹脂,リング 硬さ;硬い 金属光沢;無	
運開	200_サーモシングル用パッキン_外側	Iチレンープロピレンージエンゴム(EPDM),ケイ酸塩	Si,Zn,S	色;灰形状;ゴム,リング硬さ;柔らかい金属光沢;無	
連	001_ひもシール	ポリテトラフルオロエチレン(PTFE)	F	色;白 形状;繊維 硬さ;柔らかい 金属光沢;無	
部	026_塩ビパイプ用セメダイン_硬化後	塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体, シクロヘキサノン	CI	色;透明 形状;塊 硬さ;柔らかい 金属光沢;無	
뮵		脂肪酸エステル,カルボン酸塩,セルロース(金属表面付着物)	Cu,Zn	色;金 形状;リング 硬さ;硬い 金属光沢;有	黄銅



データ保管



EDXプロファイル、定量結果、 EDX写真、コメント など



FTIRスペクトルとコメント



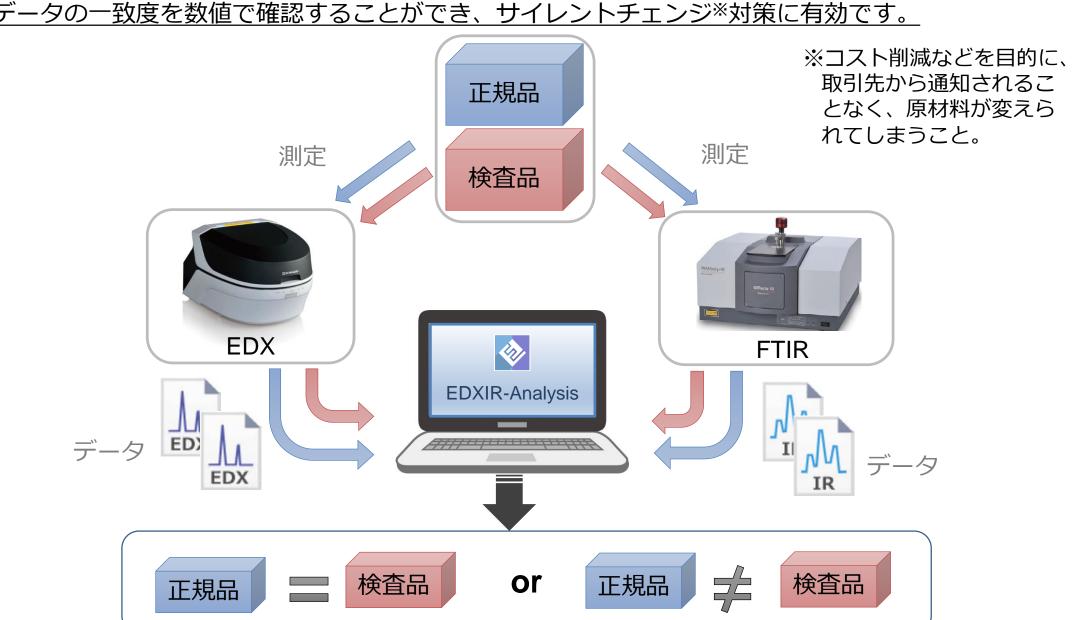
読み込み可能なプロファイル およびスペクトルデータ種類

- ・ EDXプロファイル(*.datqlqn)
- LabSolutions IRデータファイル (*.ispd)
- IRsolutionデータファイル(*.smf)
- AlMsolutionデータファイル(*.apit)
- JCAMPデータファイル(*.DX, *.JDX)

その他の読み込み可能なファイル

- ビットマップファイル(*.bmp)
- PNGファイル(*.png)
- JPEGファイル(*.jpg)
- PDFファイル(*.pdf)

EDXIR-Analysis の「データ比較機能」

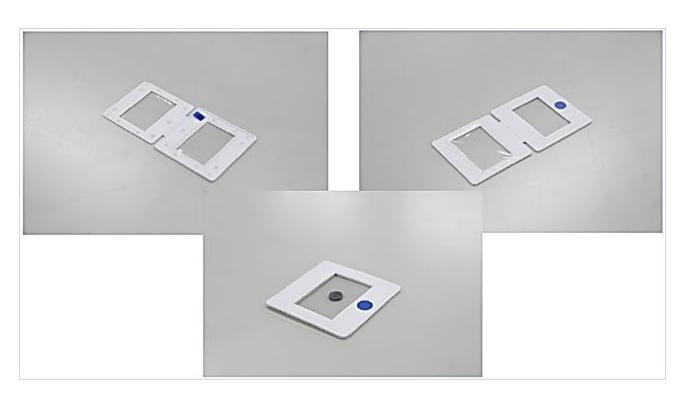




EDXIR-Holder

EDXおよびFTIR共通で使用できる異物測定保持・保管容器

異物試料保持かつ測定後に折り畳んで保存可能な容器としても利用可能



試料貼付部: PP膜(25μm) + アクリル系粘着層(10μm)

EDX測定部: PP膜(5µm)

適用試料サイズ 最大:5mm□, 最小:1.5mm□

適用試料厚さ 最小:0.5mm,最大:1.5mm(EDX測定時推

奨)

最小: 0.1mm, 最大: 4mm(FTIR測定時推奨)









EDX-FTIR統合解析 **黒色異物**



対象試料





EDXのデータを選択 FTIRのデータを選択



順位	一致度	ID	試料名	コメント
1	0.9299	0037	異物 037_24mmパッキン_外側	24mmパッキン_外側 材質;アクリロニトリル-ブタジェ ンゴム(NBR),炭酸カルシウム(CaCO3),ステアリン酸
2	0.9136	0052	異物 052_工業用ゴムパッキン_小_外側	工業用ゴムパッキン_小_外側 材質;アクリロニトリル- ブタジェンゴム(NBR),炭酸カルシウム(CaCO3),ステ
3	0.8916	0800	異物 080_中華人民共和国製パッキンG_外側	中華人民共和国製パッキンG_外側 材質;アクリロニト リル・ブタジェンゴム(NBR),炭酸カルシウム
4	0.8890	0062	異物 062_平パッキン_2_外側	平パッキン_2_外側 材質;アクリロニトリル-ブタジェンゴ ム(NBR),フタル酸エステル,ステアリン酸亜鉛 主要元
5	0.8853	0076	異物 076_中華人民共和国製パッキンE_外側	中華人民共和国製パッキンE_外側 材質;アクリロニト リル・ブタジェンゴム(NBR),炭酸カルシウム

1位「24mmパッキン(NBR)」がヒット。2~5位は全てNBR。





EDX-FTIR統合解析 黒色異物 EDXデータ







EDX-FTIR統合解析 黒色異物 EDXデータ

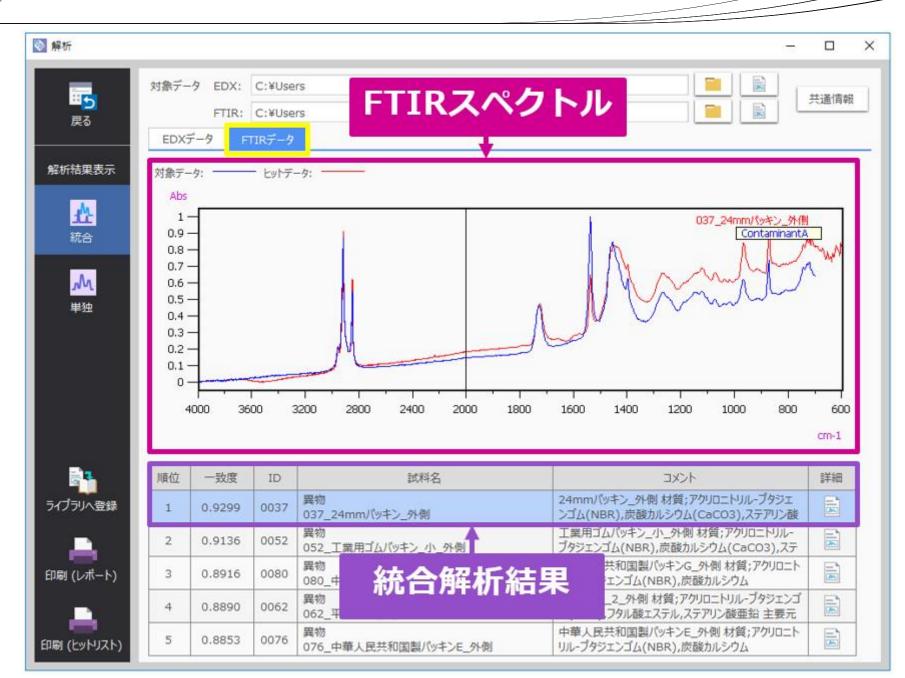






EDX-FTIR統合解析

黒色異物 FTIRデータ



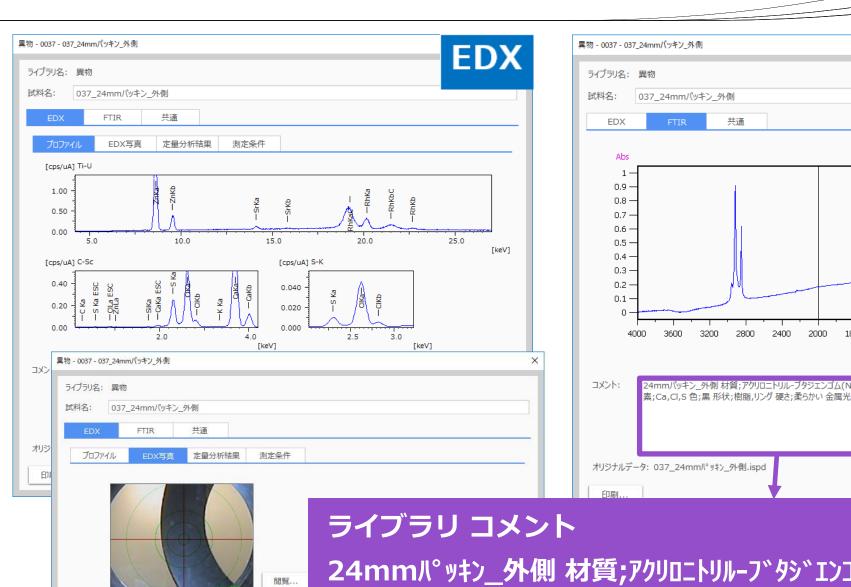




EDX-FTIR統合解析

37.bmp

ライブラリデータ



1800 1600 1400 1200 1000 800 1/cm 24mmパッキン_外側 材質;アクリロニトリル・ブタジェンゴム(NBR),炭酸カルシウム(CaCO3),ステアリン酸亜鉛 主要元 素;Ca,Cl,S 色;黒 形状;樹脂,リング 硬さ;柔らかい 金属光沢;無 測定法;ATR(Ge)

24mm川。ッキン_外側 材質;アクリロニトリルーブタジエンゴム(NBR),炭酸カルシウム (CaCO3),ステアリン酸亜鉛 主要元素;Ca,Cl,S 色;黒 形状;樹脂,リング 硬さ;柔らかい 金属光沢;無 測定法;ATR(Ge)





1位「金タワシ(ステンレス)」がヒット。2~5位も「ステンレス」。



対象試料 (外観)



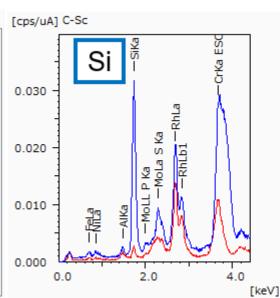


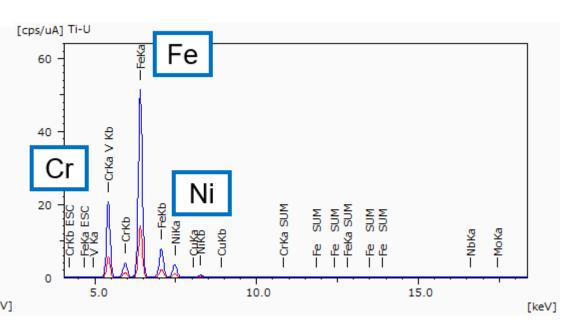
順位	一致度	ID	試料名	אכאב					
1	0.9942	0430	異物 430_金タワシ	金タワシ 材質;金属 主要元素;Fe,Cr,Ni 色;銀 州 状;繊維 硬さ;柔らかい 金属光沢;有 測定法;					
2	0.9942	0431	異物 431_金タワシ_D	金タワシ 材質;金属 主要元素;Fe,Cr,Ni 色;銀 形状;繊維 硬さ;柔らかい 金属光沢;有 測定法;					
3	0.9928	0414	異物 414_ステンレス片	ステンレス片 材質;金属 主要元素;Fe,Cr,Ni 色;銀 形状;金属 硬さ;硬い 金属光沢;有 測定法;					
4	0.9928	0415	異物 415_ステンレス片_D	ステンレス片 材質;金属 主要元素;Fe,Cr,Ni 色;銀 形状;金属 硬さ;硬い 金属光沢;有 測定法;					
5	0.9904	0454	異物 454_ステンレス鋼_1	ステンレス鋼_1 材質;金属 主要元素;Fe,Cr,Ni,Mn 色;銀 形状;金属 硬さ;硬い 金属光沢;有 測定法;					

対象データ

ヒットデータ

	É	含有量(%)	
元素	対象試料	ヒットデータ	偏差
Fe	70.5556	71.4443	0.8887
Cr	18.5172	18.1475	-0.3697
Ni	8.3083	7.8926	-0.4157
Si	1.6819	0.3602	-1.3217
Cu	0.4661	0.7390	0.2729
Мо	0.2023	0.1252	-0.0771
Al	0.1441	0.4051	0.2609
V	0.0633	0.0498	-0.0134
Р	0.0282	0.0259	-0.0023
Nb	0.0203		-0.0203
S	0.0128		-0.0128
Mn		0.8105	0.8105







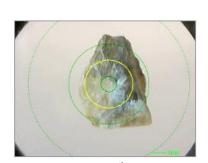


FTIR単独で解析すると検索結果は△。

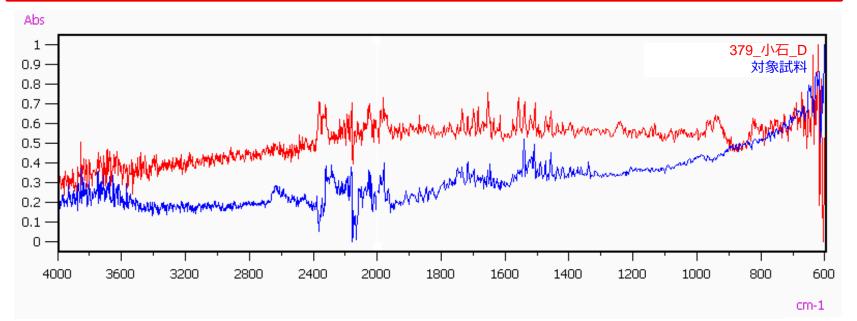


対象試料(外観)

順位	一致度	ID	試料名	イベメロ
1	0.6320	0379	異物 379_小石2_D	小石2 材質;不明 主要元素; Si,Ca,Al,K,Fe,Mg,Na,Ti 色;茶 形状;塊 硬さ;硬
2	0.5980	0475	異物 475_銀_D	銀 材質;金属 主要元素;Ag 色;銀 形状;破片 硬 さ;硬い 金属光沢;有 測定法;ATR(Diamond)
3	0.5880	0484	異物 484_金	金 材質;金属 主要元素;Au 色;金 形状;破片 硬さ;硬い 金属光沢;有 測定法;ATR(Ge)
4	0.5850	0478	異物 478_錫	錫 材質;金属 主要元素;Sn 色;銀 形状;破片 硬さ;硬い 金属光沢;有 測定法;ATR(Ge)
5	0.5840	0476	異物 476_パラジウム	パラジウム 材質;金属 主要元素;Pd 色;銀 形状;破 片 硬さ;硬い 金属光沢;有 測定法;ATR(Ge)



ヒットデータ







EDX-FTIR統合解析

白色異物 (製造工程から見つかった異物)

1~4位「骨片」がヒット。【一致度:0.9179】

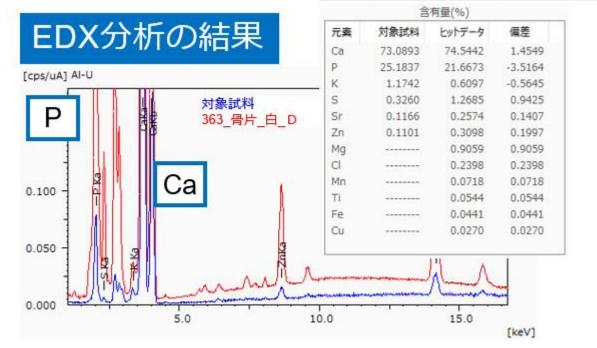




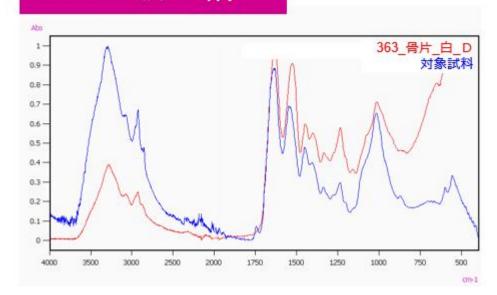
対象データ

ヒットデータ

順位	一致度	ID	試料名	イベメロ						
1	0.9179	0363	異物 363_骨片_白_D	骨片_白 材質;骨片(リン酸カルシウム,タンパク質) 主 要元素;Ca,P,S 色;白 形状;棒 硬さ;硬い 金属光						
2	0.9134	0362	異物 362_骨片_白	骨片_白 材質;骨片(リン酸カルシウム,タンパク質) 主要元素;Ca,P,S 色;白 形状;棒 硬さ;硬い 金属光						
3	0.8729	0365	異物 365_骨片_茶_D	骨片_茶 材質;骨片(リン酸カルシウム,タンパク質) 主要元素;Ca,P,Mg 色;茶 形状;棒 硬さ;硬い 金属						
4	0.8519	0364	異物 364_骨片_茶	骨片_茶 材質;骨片(リン酸カルシウム,タンパク質) 主要元素;Ca,P,Mg 色;茶 形状;棒 硬さ;硬い 金属						
5	0.8388	0185	異物 185_回収リン酸塩_灰_D	回収リン酸塩_灰 材質;アパタイト,リン酸カルシウム (Ca5(PO4)3) 主要元素;Ca,P,Na,Si,Al,Fe 色;						



FTIR分析の結果





■ プライベートライブラリを用いた統合解析



試料~管理工程の部品~

サンプル

エチレンプロピレンゴ。

	サンプル		材質			詳細	EDX (X線照射径)	FTIR (プリズム)			
	A①	ニトリルゴム (NBR)				部品 メーカーA	3mm <i>ϕ</i>	Ge			
ラインA	A2	水素化ニトリルゴム(ZP)				部品 メーカーD	3mm ø	Ge			
	A3	4フッ化エチレンプロピレ				部品 メーカーE	3mm ø	Ge			
	A@	エチレンプロピレンゴム((EPDM)			部品 メーカード	3mm ø	Ge			
	AS	水素化ニトリルゴム(ZP)				部品 メーカーB	3mm φ	Ge			
	サンプル	エチレンプロビレンゴム (ZP) 水素化ニトリルゴム(ZP) テフロン® テフロン® シリコン(白色)	材質			部品 メーカーD 部品 メーカーE 部品 メーカーF 部品 メーカーB 詳細 配管部品 H	EDX照射径	・FTJR (プリズム)			
	B①	テフロン				配管部品 H	3mm φ	DIA			
	B②	テフロン [®]						******			
	D 0	シリコン(白色)									
	B4	シリコン(茶褐色)	+	サンプル		材質					
	B®	シリコン(白色)		151	只						
	B©	シリコン(濃灰色)									
	B⑦	シリコン		10	٦k	-レ = /レ - 1 11 u - ディ (ZD)					
	B®	フッ素ゴム		A2	水素化ニトリルゴム(ZP)						
ラインB	B9	エチレンプロピレンゴ。									
	B:0	4フッ化エチレンプロヒ									
	B10	水素化ニトリルゴム(ZF		A4	ユ	ニチレンプロピレン	ィゴム (EP	DM)			
	B®	水素化ニトリルゴム(ZF				, , , , , , , , , , , , , , , , , , , ,	(2.	2,			
	B®	ニトリルゴム(NBR)									
	B19	テフロン [®] エチレンプロピレンゴ。	(1) 7	ナベての剖	K묘	のFTIR&EDX測算	と結里をラ	イブラリ			
	B® B®	水素化ニトリルゴム(ZF			гин	- III GEDAMA	こかは不とう	1000			
	B①	エチレンプロピレンゴ	(こ登録							
	B®	エチレンプロピレンゴ。									
	D.	-/V//HCV/-	し / つ \ 📑	おおびをヒエロ	ע ס	・EDYで測定し締	全般拆				

- (2) 試料をFTIRとEDXで測定し統合解析

	C①	エチレンプロピレンゴム(EPDM)	部品 場所 a	3mm φ	Ge
	C2	ニトリルゴム(NBR)	部品 場所 b	3mm ø	Ge
_ ^ _	C3	水素化ニトリルゴム(ZP)	部品 場所 c	3mm <i>ϕ</i>	Ge
フインC	C4	4フッ化エチレンプロピレンゴム	部品 場所 d	3mm <i>ϕ</i>	Ge
	C⑤	テフロン [®]	部品 場所 e	3mm <i>ϕ</i>	DIA
	C©	テフロン [®]	部品 場所 f	3mm <i>ϕ</i>	DIA
	C⑦	紙+テフロン®	部品 場所 g	3mm <i>ϕ</i>	DIA
	C®	紙	部品 場所 h	3mm <i>ϕ</i>	DIA





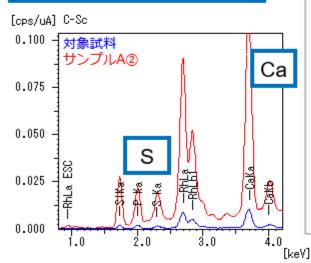
1位「同じZP」がヒット。2~5位も全て「ZP」がヒット。





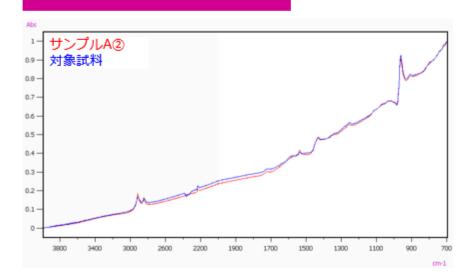
順位	一致度	ID	試料名	コメント
1	0.9126	0002	ラインA サンプルA② 表3mmφ	水素化ニトリルゴム(ZP),ラインA,部品 メーカーD,黒 色,[EDX]3mmφ,[FTIR]Ge, [EDX]Ca(約
2	0.9080	0011	ラインB サンプルB⑪ 表3mmφ	水素化ニトリルゴム(ZP),ラインB,部品 場所R,黒色, [EDX]3mmφ,[FTIR]Ge,[EDX]Ca(約
3	0.8855	0003	ラインC サンプルC③ 表3mmφ	水素化ニトリルゴム(ZP),ラインC,部品 場所c,黒色, [EDX]3mmφ,[FTIR]Ge,[EDX]S,Al,Ca,Pd,Sr
4	0.8847	0012	ラインB サンプルB⑫ 表3mmφ	水素化ニトリルゴム(ZP),ラインB,部品 場所S,黒色, [EDX]3mmφ,
5	0.8599	0017	ラインB サンブルB⑮ 表3mmφ	水素化ニトリルゴム(ZP),ラインB,部品 場所W,黒色, [EDX]3mmφ,[FTIR]Ge,[EDX]Ca,S,Al,Pd,Sr

EDX分析の結果

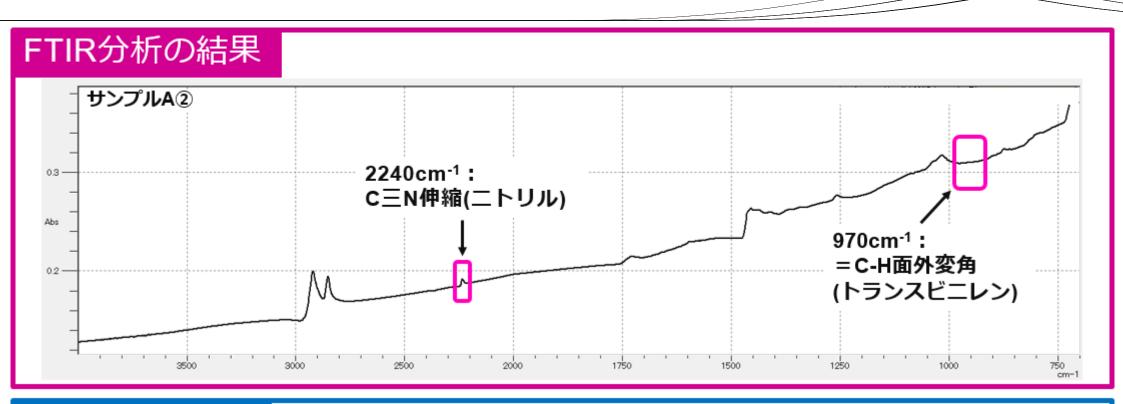




FTIR分析の結果



サンプルA②



EDX分析の結果

[%]

元素	Mg	Al	Si	S	K	Ca	Fe	Zn	Sr	Pd	Pb	CH ₂ O
定量値	0.058	0.101	0.049	0.665	0.115	1.263	0.003	0.003	0.000	0.003	0.001	97.74

FTIR結果より

ニトリルのピークあり トランスビニレンのピークなし



ニトリル基がある樹脂 材質不明



【正解】 水素化NBR(ZP)

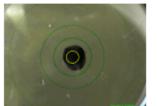




EDX-FTIR統合解析

サンプルA④【EPDM】

1位「同じEPDM」がヒット。2~5位も「EPDM」がヒット。





対象データ

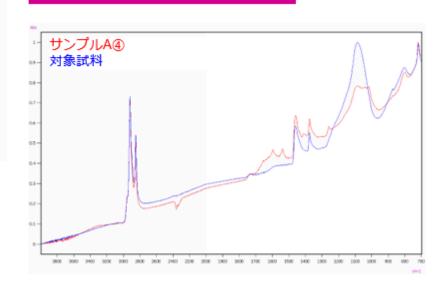
ヒットデータ

順位	一致度	ID	試料名	コメント
1	0.9229	0004	ラインA サンプルA④ 表3mmφ	ェチレンプロピレンゴム(EPDM),ラインA,部品 メーカ ーF,黒色,[EDX]3mmφ,[FTIR]Ge,(SiO2)
2	0.8963	0222	異物 222_仕切弁	仕切弁 材質;エチレン-プロピレン-ジェンゴム(EPDM) 主要元素;Cl,Zn,Al,Si 色;黒 形状;ゴム 硬さ;柔ら
3	0.8641	0018	ラインB サンプルB® 表3mmφ	EPDM,ラインB,部品 場所X,黒色,[EDX]3mmφ, [FTIR]Ge,[EDX]Zn,Al,S
4	0.8627	0001	ラインC サンプルC① 表3mmφ	EPDM,ラインC,部品 場所a,黒色,[EDX]3mmφ, [FTIR]Ge,[EDX]Si,Zn,Mg,S,Cl
5	0.8569	0224	異物 224_黒色異物	黒色異物 材質;エチレン-プロピレン-ジェンゴム (EPDM),ケイ酸塩 主要元素;Si,Al 色;黒 形状;塊

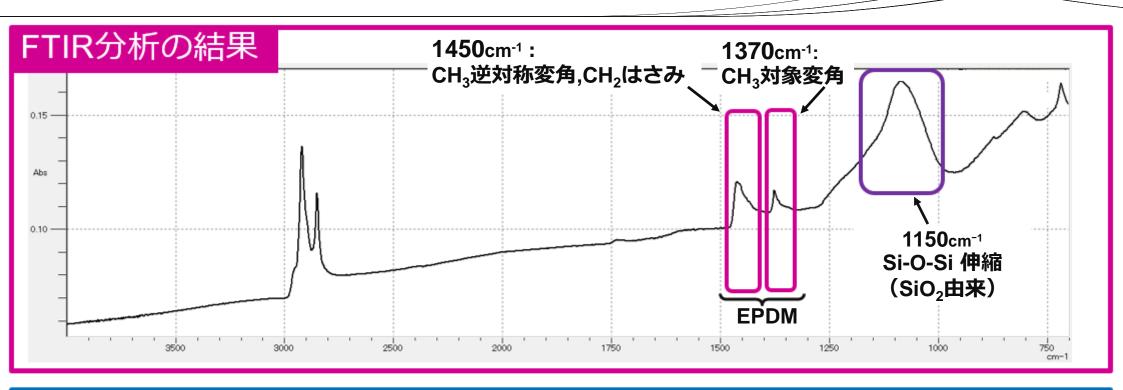
含有量(%)

EDX分析の結果 ヒットデータ 元素 対象試料 C 80.5175 85.4078 8.8046 6.4398 [cps/uA] C-Sc Zn Si 8.7652 6.2564 Si 対象試料 0.7418 0.7240 サンプルA④ Zn ΑI 0.5414 0.4537 Ca 2.00 0.3394 0.2963 0.200 0.1222 0.0988 Ca Fe 0.0961 0.0963 0.0456 0.0615 0.100 0.000 10.0 [keV]

FTIR分析の結果



サンプルA④



EDX分析の結果

[%]

元素	Mg	Al	Si	Р	S	CI	K	Ca	Ti	Cr	Fe	Ni	Zn	Sr	Zr	Nb	Pb	CH ₂ O
定量値	0.172	5.898	7.233	0.255	0.101	0.121	0.116	0.595	0.342	0.058	0.281	0.001	0.830	0.002	0.002	0.001	0.001	83.99

FTIR結果より

EPDM (1450cm⁻¹、1370cm⁻¹の2本のピーク) 1150cm⁻¹付近のピークはSiO₂かもしれない



EDX結果より

Si, AIが数%含有 他、様々な元素微量含有



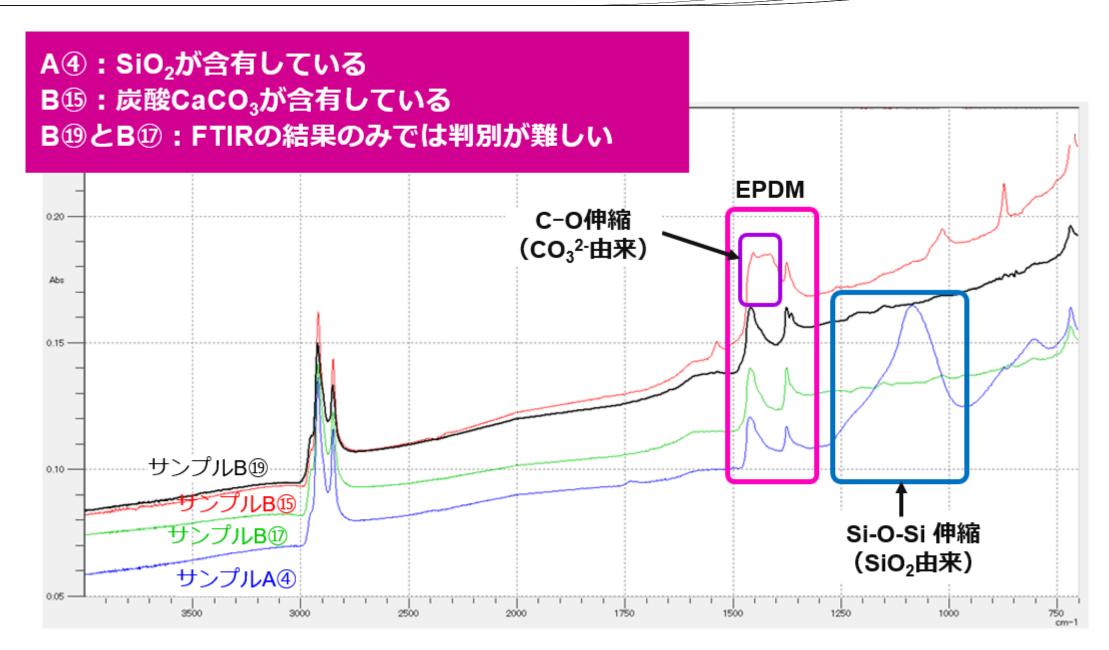
【正解】

EPDM (SiO₂含有)





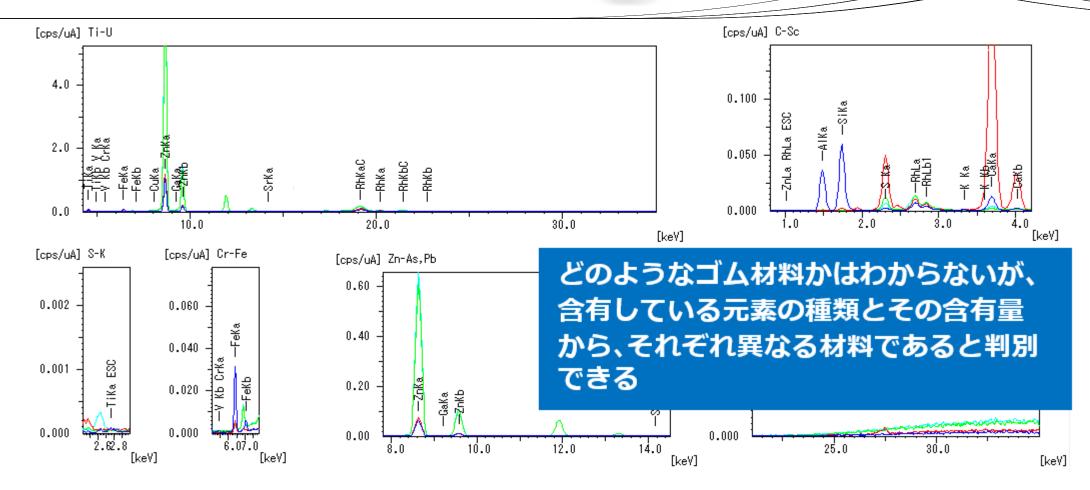
サンプルA④ EPDMどうしの比較





サンプルA4 EPDMどうしの比較





FP定性定量分析結果一覧

[%]

元素	Mg	Al	Si	S	CI	K	Ca	Ti	V	Cr	Fe	Ni	Cu	Zn	Sr	Ga	Zr	Br	Pb	Te	CH2O
サンプルA④ 1mmφ	_	8.805	8.765	0.122	_	0.046	0.541	0.339	0.012	0.004	0.096	_	0.005	0.742	0.001	0.003	0.002	_		_	80.52
サンプルA⑮ 1mmφ	0.222	0.046	0.263	1.619	_	_	7.149	_	_	_	0.018	_	_	1.006	0.004	_	_	_	0.001	0.012	89.67
サンプルA⑰ 1mmφ	_	0.227	0.030	0.418	_	_	0.038	_	_	_	0.004	_	_	4.724	_	_	_	0.387	_	_	94.17
サンプルA⑩ 1mmφ	_	0.196	_	0.228	0.149	_	0.102	_	_	_	0.005	_	_	5.280	_	_	_	0.416	0.006	_	93.62

— : 未検出



まとめ

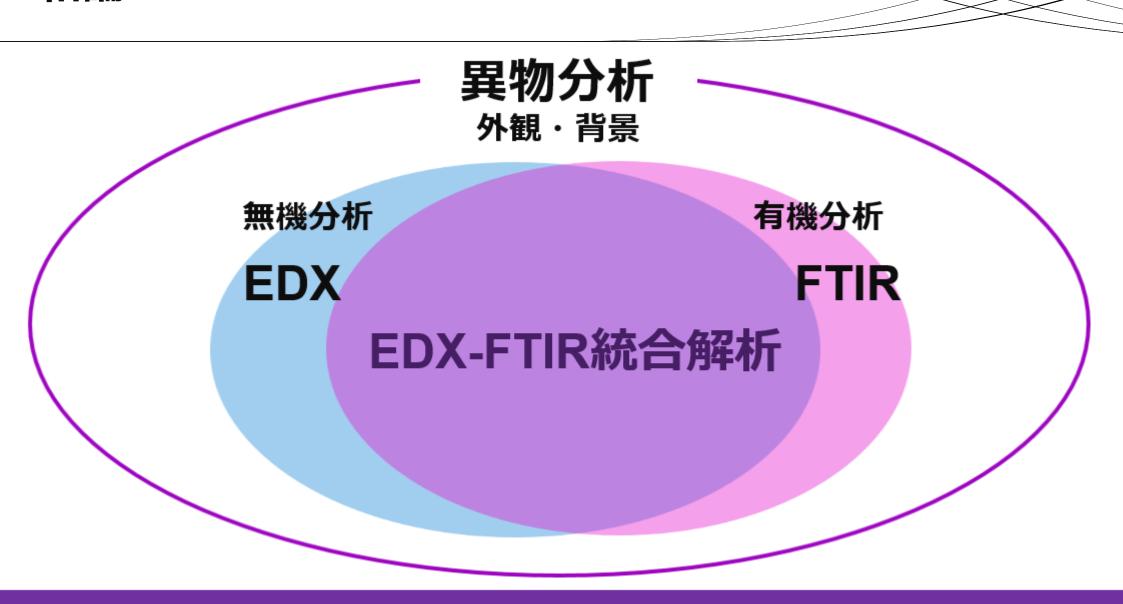
一般的に金属系異物はEDXで判別するものとされますが、 樹脂主体に金属が付着した異物が存在することがあるため、 EDXだけでなくFTIRによる測定も必要と考えます。

一般的に樹脂系異物はFTIRで判別するものとされますが、 同じ材料でも添加剤由来とされる元素の含有量が異なるため、 EDXの測定結果を用いることで、FTIRだけでは判別困難な ゴム材料をより明確に判別することができます。

統合解析ライブラリへ材料・部品等を登録することで、<u>熟練した</u> 分析者でなくても、FTIRとEDXの結果を用いて短時間で容易に、 材質・種類を判別することができます。



結論



食品などに含まれる金属、酸化物、ゴム材料(有機物)の異物分析では、 FTIRとEDXによる複合分析手法【統合解析】が非常に有効となります。