

Application News

No. A522A

光吸収分析
Spectrophotometric Analysis

EDX-FTIR 統合解析ソフトウェア EDXIR-Analysis を用いた異物分析

Contaminants Analysis Using EDXIR-Analysis Software

異物が発生した際は、速やかに異物を同定し、その発生原因を突き止め、対策することが重要です。異物の同定には、蛍光 X 線分析装置 (EDX) とフーリエ変換赤外分光光度計 (FTIR) が非常に有効です。これらを複合的に用いることで元素情報と化合物情報を簡便に得ることができます。しかし、両データを総合的に判断し、異物を同定する過程では、多くの経験や知見が不可欠です。

今回、当社が開発した EDXIR-Analysis は、実試料を用いたデータベースと島津のノウハウを集積した、異物を高精度で同定するための専用ソフトウェアです。ここでは、その機能や特長を活かした異物分析の事例をご紹介します。

S. Iwasaki

EDXIR-Analysis

EDXIR-Analysis Software

EDXIR-Analysis には、EDX と FTIR 両機種で分析した 485 点の豊富なデータで構成される異物ライブラリ* が収録されています。純品のデータのみを収録した市販のライブラリとは異なり、実際に異物として捕集された試料 (水道事業体、食品会社ご提供) や、パッキン等混合物を集めたデータベースであるため、検索精度が大幅に向上しています。EDX の定性プロファイルと定量分析結果、FTIR の赤外スペクトル (1 回反射 ATR 測定)、そして、両データから推定される定性結果が登録されています。さらに、試料の詳細情報として、写真、色、形状、硬さ、金属光沢の有無などの記載もあります。また従来のライブラリは英語表記が主流ですが、本ライブラリは日本語表記されており、非常にわかりやすくなっています。

EDXIR-Analysis のトップ画面を Fig. 1 に示します。

EDX と FTIR それぞれで取得した二種類のデータを用いて統合解析を行う場合は①を、EDX または FTIR で取得した単一のデータを用いて解析を行う場合は②または③を選択します。その後は画面にしたがって、分析データを読み込むだけで解析が完了します。

次に、統合解析のフローチャートを Fig. 2 に示します。EDXIR-Analysis は、X 線の散乱線強度を利用して、測定した試料の材質を無機物、混合物 (無機物と有機物)、有機物の 3 種類に大別します。その後、独自のアルゴリズムを用いて総合的な解析を行います。測定した試料のデータがライブラリデータと一致しない場合は、新たにそのデータを登録することで独自のデータベースを蓄積できるため、検索精度がさらに向上します。

EDXIR-Analysis を用いて、3 点の異物の分析を行いました。装置および分析条件を Table 1 に示します。

*FTIR をご使用の場合は、FTIR 解析ソフトウェア LabSolutionsIR で異物ライブラリをご使用いただくこともできます。EDX のデータは PDF ファイルで確認することができます。

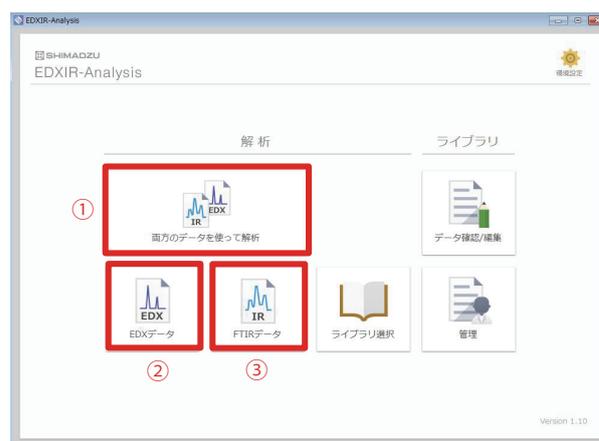


Fig. 1 EDXIR-Analysis のトップ画面
Initial Screen of EDXIR-Analysis Software

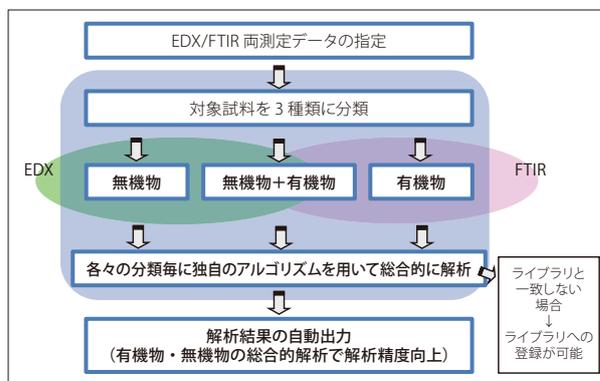


Fig. 2 統合解析のフローチャート
Flowchart of Synthetic Analysis

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

[FTIR]	
Instruments	: IRAffinity-1S, MIRacle10 (Germanium prism/Diamond prism)
Resolution	: 4 cm ⁻¹
Accumulation	: 40
Apodization	: Happ-Genzel
Detector	: DLATGS
[EDX]	
Instrument	: EDX-8000
X-ray Tube	: Rh target
Voltage / Current	: 15 kV (C-Sc, S-K), 50kV (Ti-U) / Auto
Atmosphere	: Vacuum
Measurement Diameter	: 1 mm φ / 3 mm φ
Integration Time	: 100 sec/ch

■異物分析① 統合解析

Contaminant Analysis ① Synthetic Analysis

定期的な清掃の際に、水道蛇口フィルタに異物 A が捕集されました。異物 A の画像を Fig. 3 に示します。



Fig. 3 異物 A の画像
Image of Contaminant A

異物 A は、有機系と無機系両方の成分を含む可能性があるため、EDX と FTIR による分析を行い、EDXIR-Analysis を用いて解析しました。

まず、EDX データ画面のプロファイルとヒットリストを Fig. 4 に示します。画面構成は下記の通りです。

- ① 対象データとヒットデータの元素含有量 (EDX)
- ② 対象データとヒットデータのプロファイル (EDX)
- ③ 対象データとヒットデータの画像
- ④ ヒットリスト (EDX/FTIR)
- ⑤ ヒットデータの詳細 (EDX/FTIR)
- ⑥ 対象データの詳細 (EDX/FTIR)

なお、対象データは実試料の分析結果、ヒットデータはライブラリでヒットしたデータを指します。

「EDX 写真」ボタン (Fig. 4 の③) を選択すると、Fig. 5 に示す通り、対象データとヒットデータの画像を確認できます。また、ヒットデータ 1 位の「詳細」ボタン (Fig. 4 の⑤) を選択すると、Fig. 6 に示す通り、試料情報の閲覧画面が表示されます。ヒットリストの 1 位は、炭酸カルシウムとステアリン酸亜鉛を含有するアクリロニトリル-ブタジエンゴム (NBR) です。一致度は 0 ~ 1 の範囲で、数値が大きいほど、対象データとヒットデータがよく類似していることを示します。今回は 0.9299 と良好な結果が得られました。

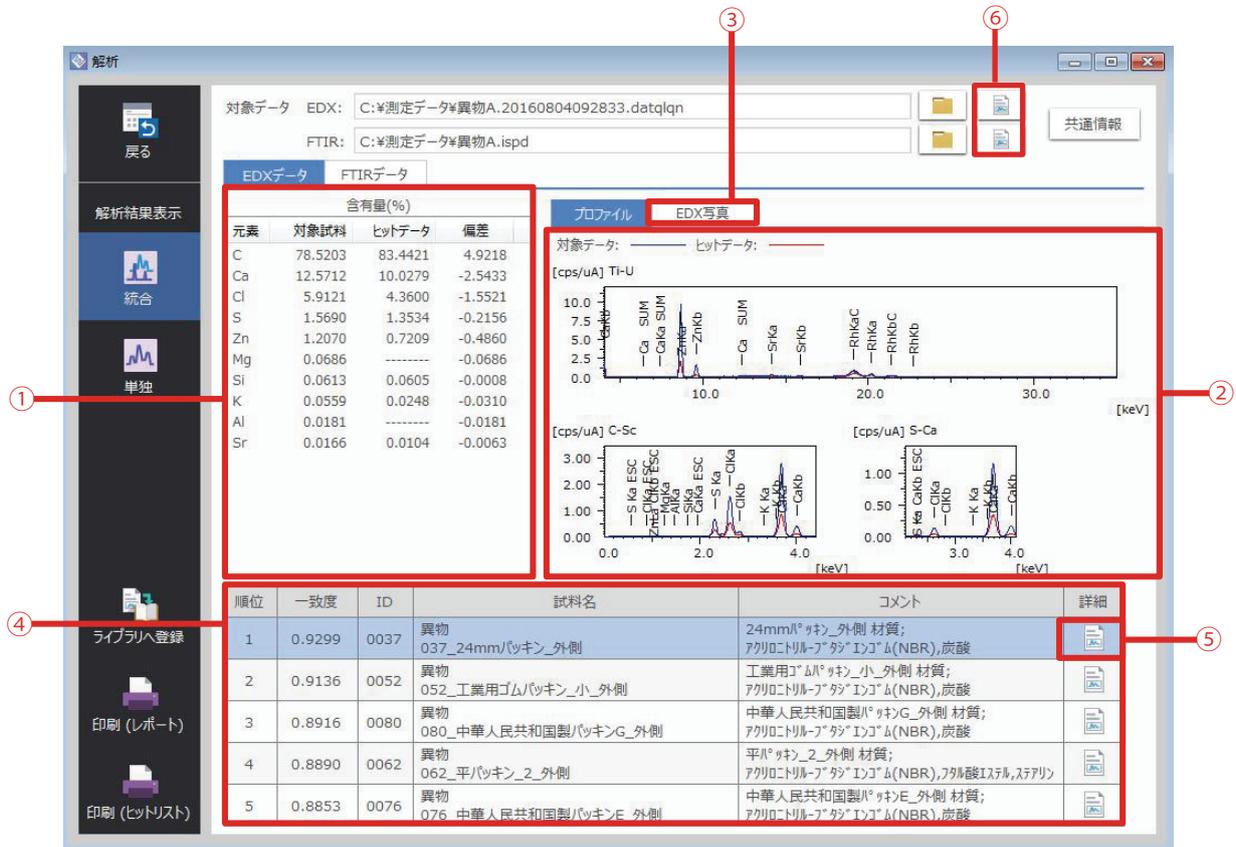


Fig. 4 EDX プロファイルとヒットリスト
EDX Profiles and Hitlist

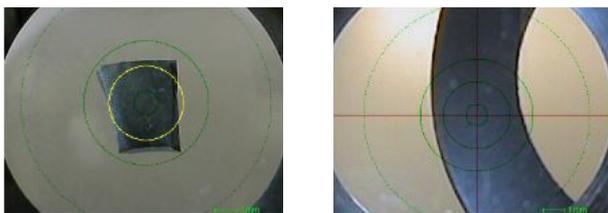
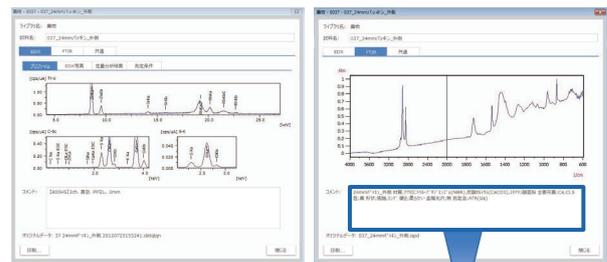


Fig. 5 対象データ (左) とヒットデータ (右) の画像
Images of Sample (Left) and Hit Data (Right)



ヒットデータ情報 (順位 1 位)
24 mm パッキン_外側 材質; アクリロニトリル-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)

Fig. 6 ヒットデータの詳細情報
Detail of Hitlist

なお、FTIR データ画面の赤外スペクトルとヒットリストを Fig. 7 に示します。画面構成は下記の通りです。

- ① 対象データとヒットデータのスペクトル (FTIR)
- ② 「ライブラリへ登録」 ボタン
- ③ 「印刷」 ボタン

前述の結果から、EDX と FTIR の統合解析により、異物 A はヒットリスト 1 位のパッキンとよく類似していることが分かりました。

②「ライブラリへ登録」ボタンを選択すると、対象データを簡単にライブラリ登録できるため、独自のデータベース (ユーザーライブラリ) を蓄積することができます。データファイルだけでなく、試料の画像ファイルや PDF 形式の文書ファイルの登録もできます。そのため、各種データを紐付けて電子ファイルとして保管する場合にも有効です。

また、③「印刷」ボタンを選択すると、Fig. 8 に示す通り、簡単に印刷レポートができます。定型テンプレートのほか、Word 形式で保存することも可能です**。

**Microsoft 社の office をインストールする必要があります。

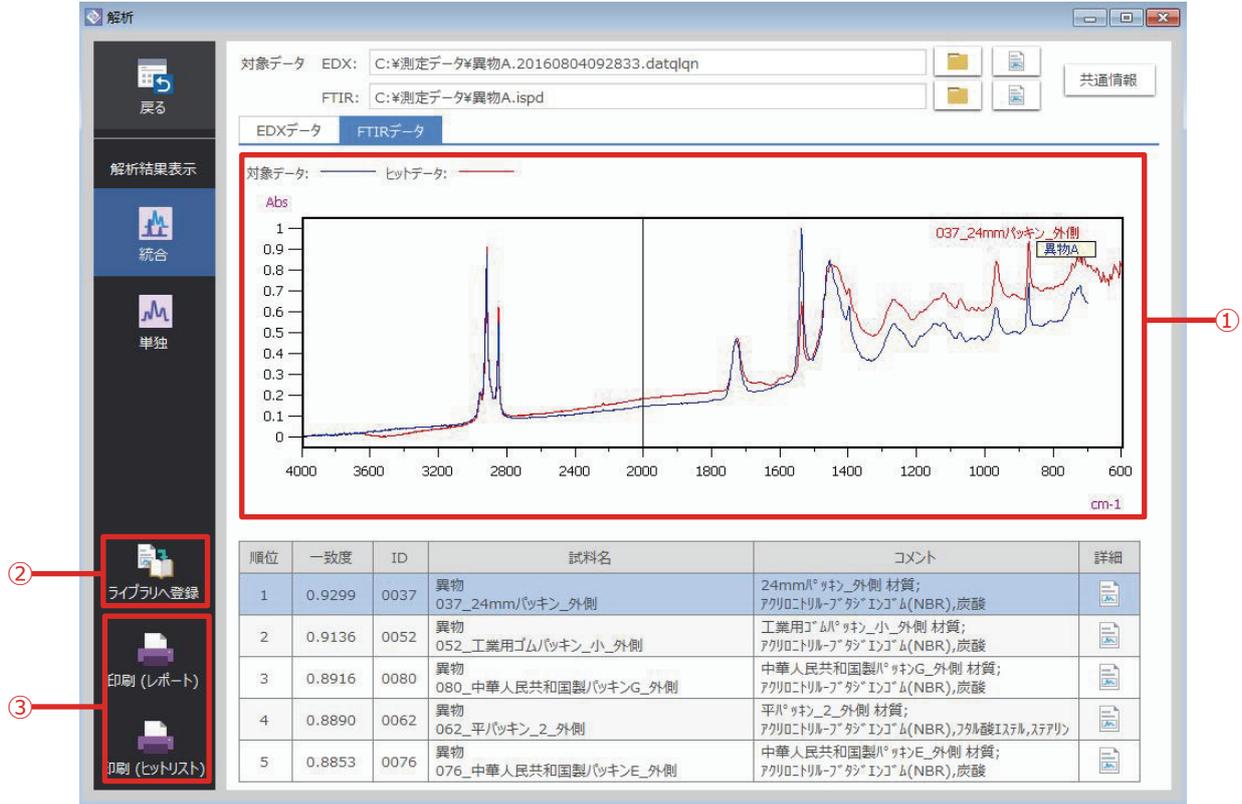


Fig. 7 赤外スペクトルとヒットリスト
Infrared Spectra and Hitlist

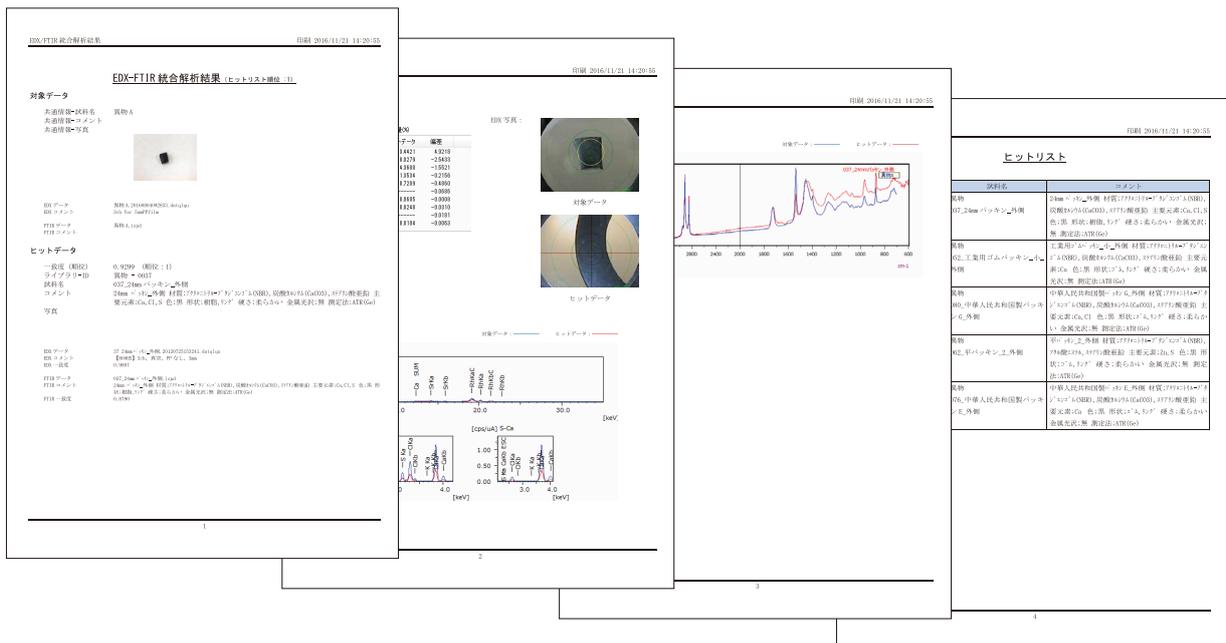


Fig. 8 印刷レポート例
Example of Printed Pages

■異物分析② 単独解析 (EDX)

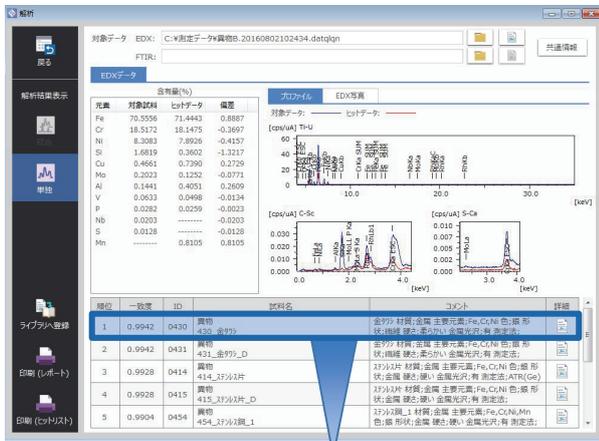
Contaminant Analysis ② Single Analysis (EDX)

異物 B の画像を Fig. 9 に示します。金属光沢がある外観から無機系と推定し、EDX による分析を行いました。Fig. 10 に EDX プロファイルとヒットリスト、ライブラリのサンプル画像、Fig. 11 に異物 B とヒットデータの EDX 定性プロファイルを示します。金タワシ (ステンレス) が 1 位にヒットしました。

ヒットデータについて、EDX データの定性プロファイルや定量分析結果のほか、FTIR データの赤外スペクトルを確認することもできます。異物 B については、ヒットデータの赤外スペクトルに有意なピークは見られませんでした。このように、単独解析だけでも、より精度の高い結果が得られます。



Fig. 9 異物 B の画像
Image of Contaminant B



ヒットデータ情報

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; ATR (Ge)

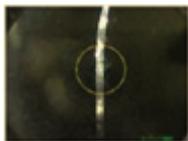


Fig. 10 EDX プロファイルとヒットリスト (上),
ライブラリのサンプル画像 (下)
EDX Profiles, Hitlist and Image of Library Data

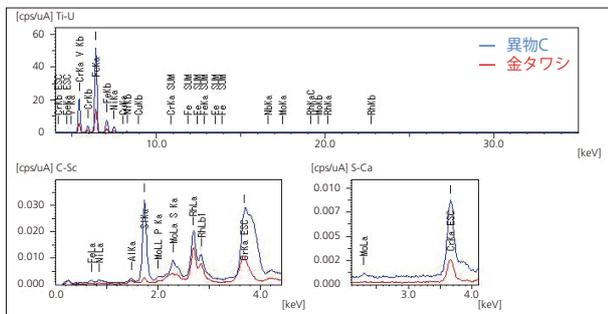


Fig. 11 EDX プロファイル
EDX Profiles

■異物分析③ 単独解析 (FTIR)

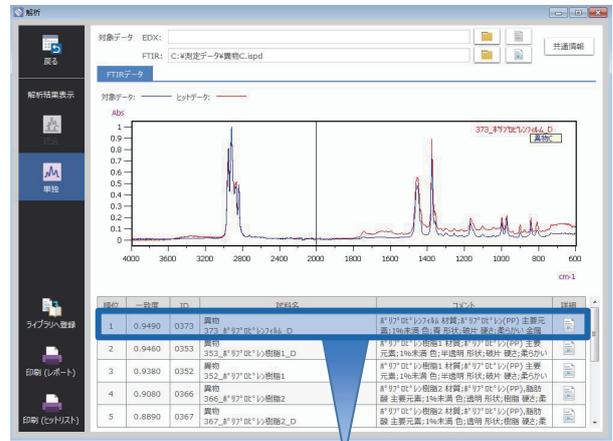
Contaminant Analysis ③ Single Analysis (FTIR)

異物 C の画像を Fig. 12 に示します。外観から有機系と推定し、FTIR による分析を行いました。Fig. 13 に赤外スペクトルとヒットリスト、ライブラリのサンプル画像を示します。ポリプロピレンが 1 位にヒットしました。

異物 C については、ヒットデータの主要元素は 1% 以下でした。このように、ヒットデータについて、FTIR データの赤外スペクトルのほか、EDX による元素情報を確認することもできます。



Fig. 12 異物 C の画像
Image of Contaminant C



ヒットデータ情報

ポリプロピレンフィルム 材質:ポリプロピレン (PP)
主要元素; 1% 未満 色; 青 形状; 破片 硬さ; 柔らかい
金属光沢; 無 測定法; ATR (Diamond)

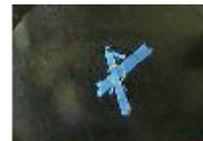


Fig. 13 赤外スペクトルとヒットリスト (上),
ライブラリのサンプル画像 (下)
Infrared Spectra, Hitlist and Image of Library Data

■まとめ

Conclusion

EDXIR-Analysis は、EDX と FTIR による分析データの複合的な解析を迅速かつ容易に行うことを実現しました。これには当社オリジナルの豊富なデータベースが収録されており、ユーザーライブラリの蓄積も簡単に行えます。また、解析結果のレポートをまとめて作成することができ、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ます。

当社のノウハウを集積した、EDXIR-Analysis は、異物解析をより強力にサポートします。