

# Application News

## No. A537

光吸収分析

### 異物測定保持・保管容器 EDXIR-Holder のご紹介

異物分析では、金属や無機化合物などの元素分析に適した EDX と、高分子材料や有機物の分析に適した FTIR を組み合わせる手法が有効です。いずれも非破壊分析が可能で、非常に迅速・簡便なため異物分析に最適です。

ここでは、EDX 分析および FTIR 分析を効率的に行える異物測定保持・保管容器 EDXIR-Holder を紹介します。EDXIR-Holder を用いることで、これまで手間であった試料の取り扱いや管理を簡便に行うことができます。

S. Iwasaki

#### EDXIR-Holder の概要

EDXIR-Holder は、図 1(a)に示す通り、試料を付着させる粘着層フィルム（厚さ 35  $\mu\text{m}$ ）と、蛍光 X 線（EDX）用のポリプロピレンフィルム（厚さ 5  $\mu\text{m}$ ）を組み合わせた開閉式のホルダーです。

試料は、粘着層フィルムに貼り付け、FTIR 分析時にはホルダーを開いて粘着層フィルムに貼り付いている試料を ATR プリズムに直接押し当てます（図 1(b)）。一方、EDX 分析時にはホルダーを閉じてポリプロピレンフィルムを X 線照射側（下側）に向けて設置します（図 1(c)）。試料の入れ替えが最小限で済むため分析作業の省力化、効率化につながります。

また、測定後はホルダーごと試料を保管することができます。ホルダーを閉じた状態で約 5 cm $\times$ 5 cm の大きさのためかさばらず、白枠部分に試料名などを記入することもできます。別の容器や袋へ移し替える必要がなく、試料を紛失する心配もありません。

対象とする異物試料の大きさは 1.5 mm $\sim$ 5 mm、試料の厚さは EDX の場合、0.5 mm $\sim$ 1.5 mm、FTIR の場合、0.1 mm $\sim$ 4 mm、試料の重さは 1 g 以下を推奨しています。特に EDX 分析において、上記に示した大きさおよび重量のサンプルであれば、試料をホルダーに挟み込むだけで、非常に簡単に試料を保持することができます。ただし、突起のある試料の場合、フィルムが破れることがあるため、ご注意ください。

#### 異物解析の事例

ある製造ラインで発見された異物を、EDXIR-Holder に保持して、FTIR および EDX 分析を行いました。

FTIR による ATR スペクトルとライブラリによる検索結果を図 2 に示します。異物はフタル酸エステル、炭酸カルシウムを含むポリ塩化ビニル樹脂（PVC）混合物と推定されました。

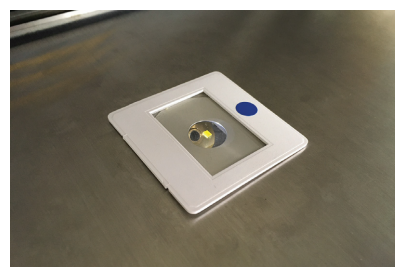
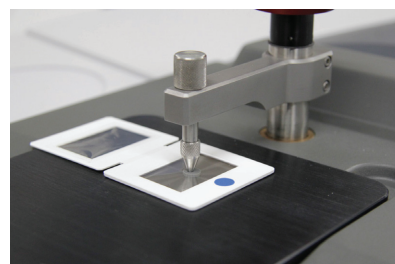
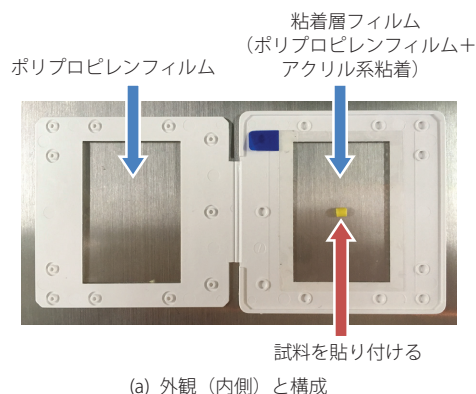


図 1 EDXIR-Holder の概要

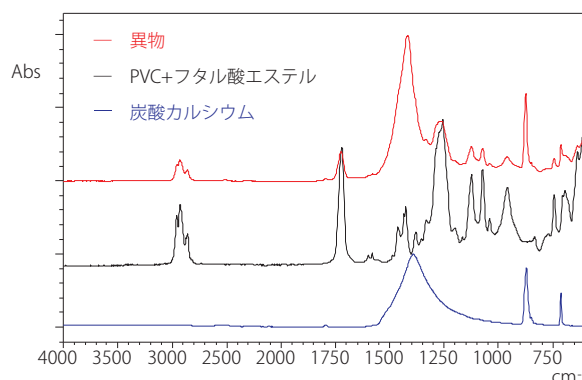
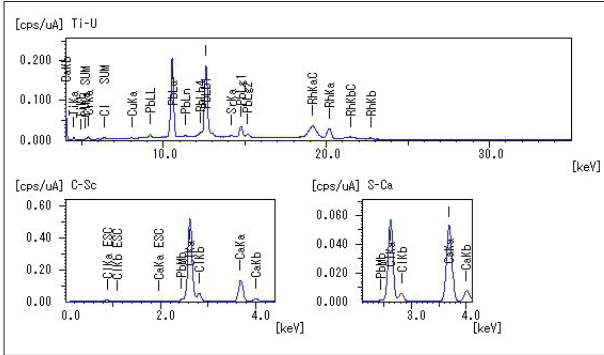


図 2 異物の ATR スペクトルと検索結果：FTIR

EDX による  $^{63}\text{Ni}$  定性定量分析結果を図 3 に示します。ここでは FTIR の結果より、主成分である PVC ( $\text{C}_2\text{H}_3$ ) をバランス (残分) として定量しました。

Cl、Ca が含有されており、FTIR 分析で推定された PVC や炭酸カルシウムの存在を確認することができました。また、FTIR では確認できない Pb も含まれていることがわかりました。



成分	Cl	Ca	Pb	Ti	Cr
定量値 (%)	25.14	11.43	0.60	0.062	0.040
成分	Sr	Cu	$\text{C}_2\text{H}_3$		
定量値 (%)	0.005	0.003	62.73		

図 3 異物の定性定量分析結果：EDX

## 測定時の注意点

EDXIR-Holder では、1.5 mm~5 mm 程度の大きさ、および重さ 1 g 以下の試料を保持できます。FTIR 分析で使用する ATR プリズムは直径 1.5 mm 前後のものが主流のため、それよりも小さい、あるいは細い繊維状や薄片試料をホルダーに保持して測定する場合には、粘着層フィルムのアクリル系粘着層の ATR スペクトルが測定対象物の ATR スペクトルに重なることが予想されます。

直径 0.3 mm 程度のポリエチレン (PE) フィルム片を EDXIR-Holder に保持して測定した ATR スペクトルとライブラリによる検索結果を図 4 に示します。アクリル酸エチル・エチレン (EAA) が上位にヒットし、正しい結果が得られませんでした。そこで、フィルム片とアクリル系粘着層の差スペクトルを求めてライブラリ検索したところ、図 5 に示す通り、フィルム片の材質である PE がヒットしました。つまり、アクリル系粘着層の影響を受け易い微小試料では、分析に注意が必要です。

このような誤判定を回避するために、ATR プリズム全面を覆うように試料を設置することを推奨します。また、試料が微小の場合は、ホルダーを使用せずに分析する、あるいは、ここで示したように、アクリル系粘着層の ATR スペクトルを取得し、差スペクトルを用いて定性することが有効です。ただし、得られた ATR スペクトルにおいて、試料由来のピークが非常に小さい場合、差スペクトルでの同定が難しいこともありますのでご注意ください。

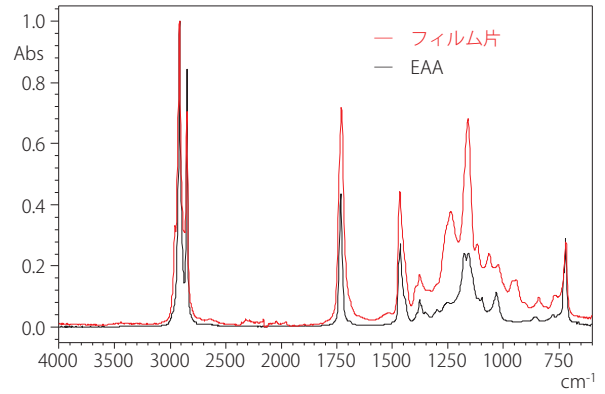


図 4 フィルム片の ATR スペクトルと検索結果：FTIR

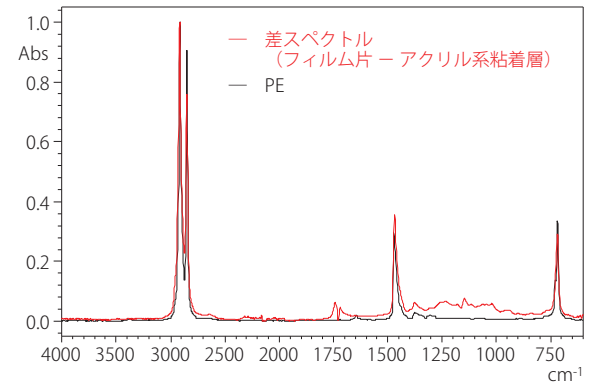


図 5 差スペクトルと検索結果：FTIR

## まとめ

今回紹介した EDXIR-Holder は、異物解析に関して豊富な経験を有する島津オリジナル製品であり、EDX 分析と FTIR 分析を行う場合に大変有効なツールです。さらに、それぞれ単独で分析する場合にも非常に使いやすく、分析作業の省力化につながりますので、ご活用ください。

なお、データの解析には、EDX と FTIR の両データを統合または単独解析できる EDX-FTIR 統合解析ソフトウェア EDXIR-Analysis が有用です<sup>2),3)</sup>。併せてご活用ください。

表 1 装置および分析条件

Instrument	: EDX-8000
X-ray Tube	: Rh target
Voltage/Current	: 15 kV (C-Sc, S-Ca), 50 kV (Ti-U)/Auto
Atmosphere	: Vacuum
Measurement Diameter	: 1 mm φ
Primary Filter	: Without (Ti-U, C-Sc), #2 (S-Ca)
Integration Time	: 30 sec (without Primary Filter) 60 sec (with Primary Filter)
Instruments	: IRAffinity-15, MIRacle10 (Diamond prism)
Resolution	: 4 $\text{cm}^{-1}$
Accumulation	: 40
Apodization	: Happ-Genzel
Detector	: DLATGS

### 参考文献

- 1) 島津アプリケーションニュース No. X255
- 2) 島津アプリケーションニュース No. A522A
- 3) 島津アプリケーションニュース No. A527