

Application News

No. A567

光吸収分析

コンパクト FTIR と EDX による 異物の統合解析

食品メーカーや化学メーカー、受託検査機関などでは、混入・付着した異物の解析に対する要求が拡大しています。これにともない、金属などの無機元素の分析に適したエネルギー分散型蛍光 X 線分析装置 (EDX) や、高分子材料をはじめとする有機物の分析に優れたフーリエ変換赤外分光光度計 (FTIR) への関心が高まっており、1つの試料を双方の装置で分析するケースも増えています。しかしながら、それぞれの取得データは機種ごとに個別の解析を要することに加え、分析者の知識や経験に結果が左右されることもあります。そこで開発されたのが、当社の EDX および FTIR で取得した双方のデータを統合して解析可能な業界初の「EDX-FTIR 統合解析ソフトウェア EDXIR-Analysis™」です。本ソフトウェアの詳細は、Application News No. A522A¹⁾および A527²⁾に掲載しています。ここでは、図 1 に示す EDX-FTIR 統合解析システムを利用した異物解析事例を紹介します。

R. Fuji, T. Nakao



図 1 EDX-FTIR 統合解析システム

測定試料

図 2 に食品製造工程から発見された異物の写真を示します。大きさは 4 mm 程度で、表面の色は白く、ピンセットで触ると硬い試料です。この異物を図 3 に示す EDX および FTIR による分析を効率的に行える異物測定保持・保管容器 EDXIR-Holder™ に固定し、測定しました。なお、EDXIR-Holder の詳細は Application News No. A537³⁾に掲載しています。



図 2 食品製造工程から発見された異物の写真



図 3 異物測定保持・保管容器 EDXIR-Holder

FTIR による測定

IRSpirit™ シリーズ用 1 回反射ダイヤモンド ATR 付属装置 QATR™-S を設置したコンパクト FTIR IRSpirit の外観写真を図 4 に、測定の様子を図 5 に、測定条件を表 1 に示します。IRSpirit による測定では、FTIR の習熟度が低い方でも分析目的と付属品を選択するだけで、簡単に分析が可能な専用プログラム IR Pilot を利用しました。測定データと、標準ライブラリによる検索の結果、最も類似度が高かった候補物質であるタンパク質のデータとの重ね描きスペクトルを図 6 に示します。



図 4 IRSpirit シリーズ用 1 回反射ダイヤモンド ATR 付属装置 QATR-S を設置したコンパクト FTIR IRSpirit

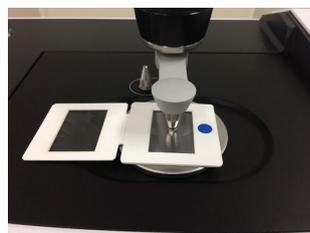


図 5 測定の様子

表 1 測定条件

装置	: IRSpirit-T (KRS-5 窓板) QATR-S
分解	: 4 cm ⁻¹
積分回数	: 20
アポダイズ関数	: SqTriangle
検出器	: DLATGS

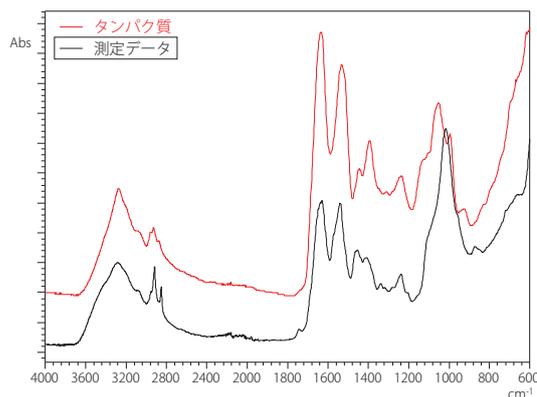


図 6 測定データと検索結果の赤外スペクトル

EDX による測定

エネルギー分散型蛍光 X 線分析装置 EDX-7000 の外観写真を図 7 に、測定の様子を図 8 に、測定条件を表 2 に示します。EDX による測定時には EDXIR-Holder 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。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。



図 7 エネルギー分散型蛍光 X 線分析装置 EDX-7000

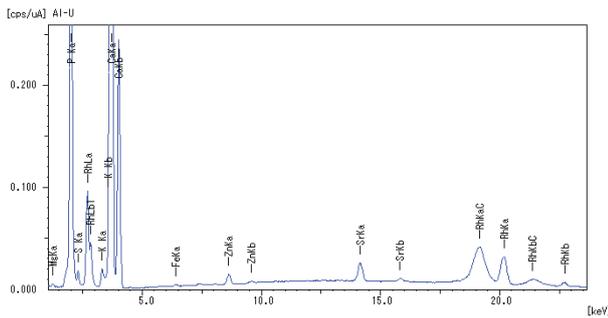


図 8 測定の様子

表 2 測定条件

装置	: EDX-7000
X 線管ターゲット	: Rh
電圧/電流	: 50 kV (Al-U) / Auto
雰囲気	: 真空
分析径	: 1 mmφ
フィルタ	: なし
積分時間	: 100 秒

定性定量分析結果を図 9 に示します。 ^{20}Ca と ^{15}P が主要な構成元素であることがわかりました。これまでの上記 EDX と FTIR の結果から異物を特定する必要がありましたが、ここでは両機種の分析データを統合解析ソフトウェアで読み込み、解析作業を行いました。



元素	Ca	P	Mg	K	S	Sr	Zn	Fe
定量値 [wt%]	68.1	28.3	1.8	0.95	0.66	0.09	0.09	0.04

図 9 定性定量分析結果

EDXIR-Analysis, IRTracer, IRAffinity, EDXIR-Holder, IRSpirit, および QATR は、株式会社 島津製作所の商標です。

EDXIR-Analysis による解析

EDXIR-Analysis を用いて解析を行いました。統合解析に使用される異物ライブラリには、水道局様、食品メーカー様のご協力で得られた水道異物、食品異物、およびその他の異物試料（計 485 点）を当社の EDX と FTIR で分析して取得したデータが格納されています。

図 10 に示すヒットリストより、一致度 0.9160 で白い骨片（リン酸カルシウムとタンパク質の混合物）が最も可能性が高い候補物質として提示されました。一致度は 0~1 の範囲で数値が大きいほど対象データ（取得したデータ）とヒットデータ（ライブラリからヒットしたデータ）がよく類似していることを示します。図 11 に示す対象データとヒットデータの元素含有量と蛍光 X 線プロファイル、図 12 に示す赤外スペクトルを確認すると、非常によく一致していることが読み取れます。また、図 13 に示す試料画像の比較も可能であり、色や形状、質感などからも候補物質との類似性を吟味することができます。ここでは、これら多数の情報から、異物は「骨」であることが判明しました。

順位	一致度	ID	試料名	コメント	詳細
1	0.9160	0362	異物_白 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	
2	0.9150	0363	異物_362_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	
3	0.9046	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 金属光	
4	0.8796	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 金属光	
5	0.8739	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:	

図 10 ヒットリスト

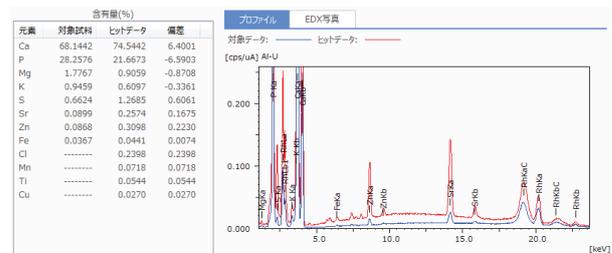


図 11 対象データとヒットデータの元素含有量と蛍光 X 線プロファイル

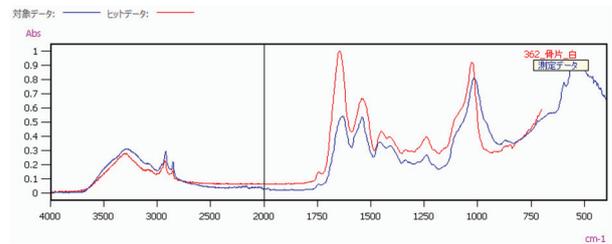


図 12 対象データとヒットデータの赤外スペクトル

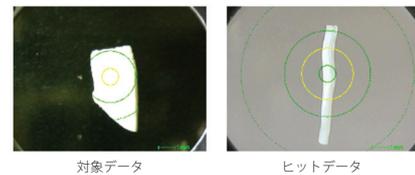


図 13 対象データとヒットデータの試料画像

EDXIR-Analysis を利用することで、EDX による無機元素情報と、FTIR による有機化合物情報を組み合わせた解析結果を簡単かつ迅速に得ることができました。

参考文献

- Application News No. A522A 「EDX-FTIR 統合解析ソフトウェア EDXIR-Analysis を用いた異物分析」
- Application News No. A527 「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」
- Application News No. A537 「異物測定保持・保管容器 EDXIR-Holder のご紹介」