

Application News

No. A517

光吸收分析
Spectrophotometric Analysis

使用红外光谱仪 (FTIR) 和荧光 X 射线分析装置 (EDX) 对变色和着色成分进行分析

Analysis of Discoloration and Coloration Using FTIR and EDX

近年来, 商品的微小变色可能导致客户投诉, 因而需要迅速查明变色的原因。由于变色原因有各种各样, 进行识别并非易事。

变色及着色的成分含量为微量时, 一般萃取后进行分析。此次我们灵活运用了 FTIR 和 EDX 的特长, 无需预处理即可直接进行测定, 进而对其成分进行了识别。本文向您介绍组合使用 FTIR 和 EDX, 从有机物和无机物两个方面对变色及着色原因进行分析的示例。

■ 使用 FTIR 对变色纸进行分析

Analysis of Discolored Paper Using FTIR

使用 FTIR 测定和比较正常纸和变色纸, 对其变色原因进行分析。图 1 为样品图像; 表 1 为 FTIR 分析条件。

- (1) 样品
正常纸和变色纸



图 1 正常纸 (左) 和变色纸 (右)
Normal Paper (left) and Discolored Paper (right)

- (2) 分析
方法: 单次反射 ATR 法

表 1 FTIR 分析条件
FTIR Analytical Conditions

仪器	: IRTTracer-100, MIRacle 10 (金刚石晶体)
分辨率	: 4.0 cm ⁻¹
扫描次数	: 40
变迹函数	: Happ-Genzel
检测器	: DLATGS

- (3) 结果
分析: 通过数据运算功能计算差异光谱

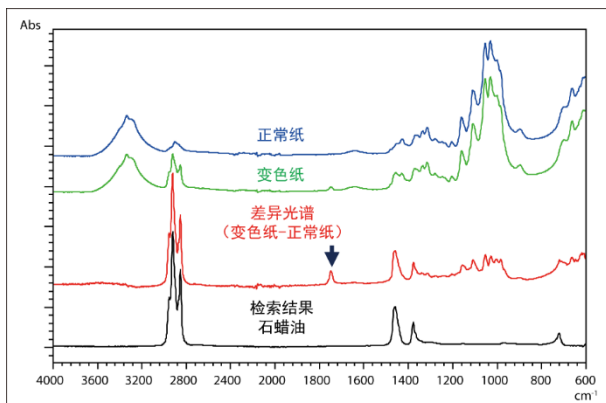


图 2 红外光谱和检索结果
Infrared Spectra and Search Result

图 2 为正常纸和变色纸的红外光谱差异光谱 (变色纸-正常纸) 以及差异光谱的检索结果。在检索结果中发现了石蜡油, 由于石

蜡通常在常温下为无色, 所以变色原因可能是附着了含有机油等添加剂的石蜡油。

图 2 中箭头所示的差异光谱中在 1750 cm⁻¹ 附近存在波峰 (C=O 键), 可以推测其源于掺有机油的石蜡油中所含的添加物。

因为变色纸的光谱主要受母材成分的影响, 所以与正常纸的光谱间差异并不明显。然而通过计算差异光谱可使差异变得明显, 从而轻松进行识别。

■ 使用 EDX 对变色树脂产品进行分析

Analysis of Discolored Resin Product Using EDX

使用 EDX 测定并比较树脂产品的正常部分和变色部分, 对该变色原因进行分析。图 3 为样品图像; 表 2 为 EDX 分析条件。

- (1) 样品
部分变色的树脂产品

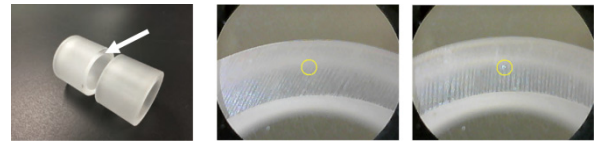


图 3 树脂产品 (左)、正常部分 (中央)、变色部分 (右)
Resin Product (left), Normal Area (center) and Discolored Area (right)

- (2) 分析
方法: ⁶C-⁹²U 定性定量分析

表 2 EDX 分析条件
EDX Analytical Conditions

仪器	: EDX-8000
X 射线管	: Rh 靶材
管电压/管电流	: 50 kV(Al-U) / 自动
氛围	: 真空
测定直径	: 1 mm φ
积分时间	: 100 sec

- (3) 结果
分析: 通过空白校正功能计算差减轮廓图
检测到的元素: ¹³Al (99.8%)、²⁶Fe (0.2%)

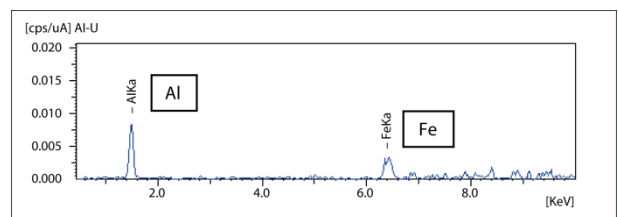


图 4 空白校正后的定性轮廓图
Blank-Corrected Qualitative Profile

图 4 为从变色部分的轮廓图中扣减正常部分轮廓图, 再对其进行空白校正后得到的定性轮廓图。由图可知, 仅从变色部分检测到 ¹³Al 和 ²⁶Fe, 定量结果 ¹³Al 为 99.8%、²⁶Fe 为 0.2%。由此可推测变色源于铝合金碎片, 可能是切割时附着在刀尖上的碎片。

■ 使用 FTIR 和 EDX 对着色成分进行分析

Analysis of Coloration Using FTIR and EDX

使用 FTIR 和 EDX 测定白色树脂和绿色树脂，再对其着色成分进行分析。图 5 为样品图像；表 3-1 为 FTIR 分析条件；表 3-2 为 EDX 分析条件。

(1) 样品

白色树脂和绿色树脂

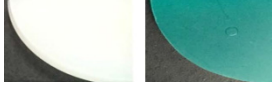


图 5 白色树脂（左）和绿色树脂（右）
White Resin (left) and Green Resin (right)

(2) 分析

方法 (FTIR)：单次反射 ATR 法

方法 (EDX)： ^{60}Co 定性定量分析

表 3-1 FTIR 分析条件
FTIR Analytical Conditions

仪器	: IRTTracer-100, MIRacle 10 (金刚石晶体)
分辨率	: 4.0 cm^{-1}
扫描次数	: 40
变迹函数	: Happ-Genzel
检测器	: DLATGS

表 3-2 EDX 分析条件
EDX Analytical Conditions

仪器	: EDX-8000
X 射线管	: Rh 靶材
管电压/管电流	: 15 kV(C-Sc,S-K)
	: 50 kV(Ti-U,Zn-As,Pb)/自动
氛围	: 真空
测定直径	: 10 mm ϕ
积分时间	: 60 sec

(3) 结果

解析：通过数据运算功能计算差异光谱

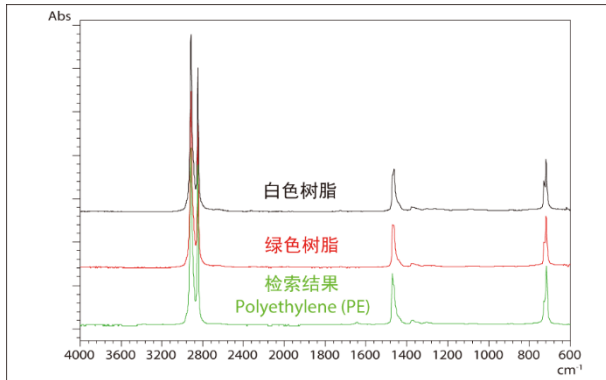


图 6 红外光谱和检索结果
Infrared Spectra and Search Result

图 6 为白色树脂和绿色树脂的红外光谱及其检索结果。由图可知，白色和绿色树脂成分均为聚乙烯。因为仅含有微量的着色成分，所以未能检测到。

(4) 使用 EDX 得到的定性定量分析结果

表 4 定量结果
Quantitative Results

单位：% - 未检测到

	Cl	Si	P	Al	S	Cu	C ₂ H ₄
白色	—	0.010	0.007	0.007	0.003	—	99.97
绿色	0.030	0.012	0.007	0.006	0.003	0.002	99.94

*将聚乙烯 (C₂H₄) 设为均衡标准¹⁾

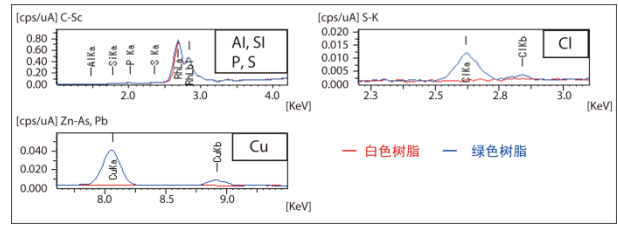


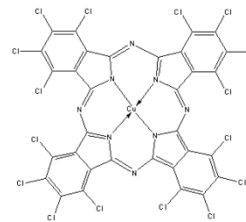
图 7 定性轮廓图
Qualitative Profiles

表 4 为定量结果，图 7 为定性轮廓图。由此可知，在白色树脂和绿色树脂中均检测到 ^{13}Al 、 ^{14}Si 、 ^{15}P 和 ^{16}S ，在绿色树脂中检测到 ^{17}Cl 和 ^{29}Cu 。通过 FTIR 分析可知树脂成分为聚乙烯。而通常聚乙烯为半透明，因此可以推测检测到的元素对着色有所影响。

因为白色树脂中的 ^{14}Si 、 ^{15}P 、 ^{13}Al 和 ^{16}S 在绿色树脂也同样存在，所以可以认为此类元素并非为着色成分，而是用于提高树脂性能的添加剂。含有 ^{13}Al 和 ^{14}Si 的添加剂可推测为填充剂硅酸铝（高岭土： $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ ）。抗氧化剂大都含有 ^{15}P 和 ^{16}S 元素。

根据测定结果可知，仅绿色树脂中含有 ^{17}Cl 和 ^{29}Cu 。含有此类元素的绿色颜料包括有机颜料酞菁绿 ($\text{C}_{32}\text{Cl}_{16}\text{CuN}_8$) 和无机颜料氯铜矿 ($\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl}$) 等。另外，绿色颜料还含有铁类、镉类、铬类等元素，但其组成与检测到的元素不一致，说明并不匹配。根据 EDX 的定量结果， ^{17}Cl 为 0.03 %、 ^{29}Cu 为 0.002 %，相比 ^{29}Cu 和 ^{17}Cl 的含量更多。将候补颜料的组成与 EDX 的定量结果相比较，可知酞菁绿是最匹配的成分。

通过上述内容可推断树脂中的白色源自添加剂，绿色则源自颜料酞菁绿。图 8 为酞菁绿的结构，仅供参考。



出处：独立行政法人
产品评估技术基础机构
化学物质综合信息提供系统
(CHRIP)

图 8 酞菁绿
Phthalocyanine Green

■ 总结

Conclusion

在变色分析中，使用 FTIR 可快速分析源于有机物的变色，而使用 EDX 则可快速分析源于无机物的变色。在着色材料分析中，FTIR 可对主成分进行有效地测定，EDX 则可对颜料进行有效地识别。

综上所述，组合使用 FTIR 和 EDX 可进行非破坏性分析，有助于对变色和着色的成分进行快速分析。

参考文献

1) 岛津应用报告 No. X255