

# Application News

## No. A567

光吸收分析

### 联合 FTIR 和 EDX 进行异物的综合分析

在食品制造厂、化学品制造厂、第三方检测等单位中，对异物进行分析的需求日益增加。伴随着上述需求的扩大，人们对适合金属等无机物分析的能量色散型荧光 X 射线分析装置 (EDX) 和擅长有机物分析的傅立叶红外分光光度计 (FTIR) 的关注度逐渐提高，利用两台设备对同一个样品进行分析的情况增加。但是，除了设备给出的数据外，结果判定还会受到分析人员的知识和经验的影响。于是，我们开发了对 EDX 和 FTIR 测定数据进行综合分析的业内首款“EDX-FTIR 综合分析软件 EDXIR-Analysis”。本软件的详情刊载于 Application News No.A522A1) 以及 A5272) 中。在此，我们介绍一下利用图 1 所示的 EDX-FTIR 综合分析系统进行异物分析的事例。

R. Fuji, T. Nakao



图 1 EDX-FTIR 综合分析软件

### 测定样品

在食品制造工序中发现的异物照片如图 2 所示。该样品约为 4mm，表面颜色为白色，用镊子接触时较硬。将该异物固定于图 3 所示的异物测定用 EDXIR-Holder 上，该支架可以用于 EDX 和 FTIR 异物分析中并进行了测定。另外，EDXIR-Holder 的详情刊载于 Application News No.A5373)。



图 2 食品制造工序中所发现异物的照片



图 3 异物测定保持、储存容器 EDXIR-Holder

### 利用 FTIR 进行测定

图 4 为紧凑型 FTIR IRSpirit 配备单次反射金刚石晶体 ATR 附件 QATR-TM-S 的外观照片，测定状态如图 5 所示，测定条件如表 1 所示。利用 IRSpirit 进行测定时，我们使用了专用程序 IR Pilot，只需选择分析目的和附件，即便是对 FTIR 不精通的人员，也可以轻松地进行分析。图 6 显示了测定数据和标准库中匹配度最高谱图重叠光谱。



图 4 配置单次反射金刚石晶体 ATR 附件的 IRSpirit

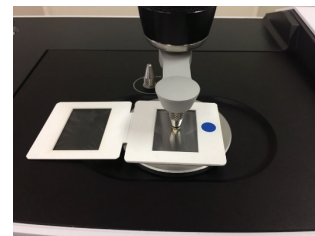


图 5 样品测定的示意图

表 1 测定条件

装置	: IRSpirit-T (KRS-5 光阑板) QATR-S
分辨率	: 4 cm <sup>-1</sup>
扫描次数	: 20
切趾函数	: SqrTriangle
检测器	: DLATGS

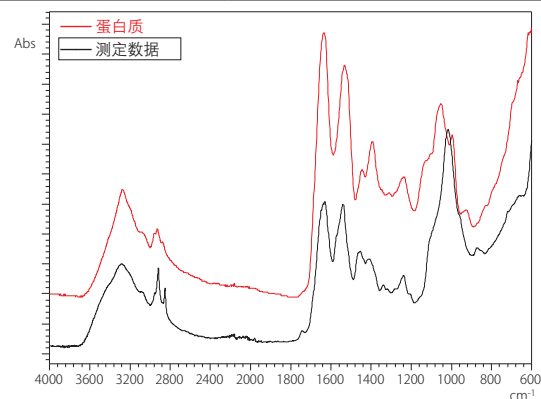


图 6 测定数据和检索结果的红外光谱

## ■ 利用 EDX 测定

图 7 显示了能量色散型荧光 X 射线分析装置 EDX-7000 的外观照片, 测定的情况如图 8 所示, 测定条件如表 2 所示。进行 EDX 分析时关闭 EDXIR-Holder, 将聚丙烯薄膜朝向 X 射线侧(下侧)放置。能尽可能的减少样本更换次数, 提高分析效率。



图 7 能量色散型荧光 X 射线分析装置 EDX-7000

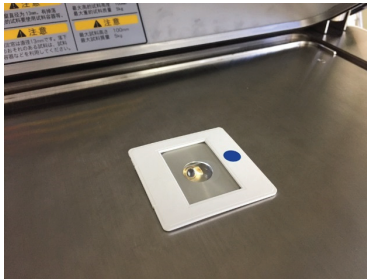
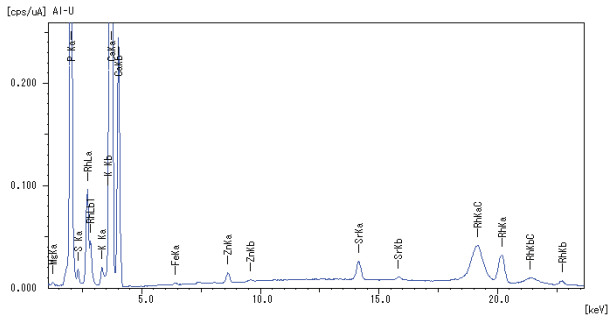


图 8 样品测定示意图

表 2 测定条件整个条件有问题

装置	: EDX-7000
X 射线管靶	: Rh
电压 / 电流	: 50kV(Al-U) / Auto
气体介质	: 真空
分析径	: 1mm φ
滤波器	: 无
积分时间	: 100 秒

定性定量分析结果如图 9 所示。我们发现 20Ca 和 15P 是主要的成分。以往需要根据上述 EDX 和 FTIR 的结果分析异物, 现在可以通过综合分析软件读入两个仪器的分析数据并进行了分析。



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

图 9 定性定量分析结果

EDXIR-Analysis, IRTracer, IRAffinity, EDXIR-Holder, IRSpirit, 以及 QATR 是岛津制作所株式会社的商标。

## ■ 利用 EDXIR-Analysis 进行分析

使用 EDXIR-Analysis 进行了分析。在用于综合解析的异物库中, 我们使用本公司 EDX 和 FTIR 对在自来水管道路、食品厂家协助下得到的自来水管道路异物、食品异物以及其他异物样品(共计 485 份)进行分析, 并获得相关数据。

根据图 10 所示的符合列表, 提示匹配度为 0.9160 的小骨片(磷酸钙和蛋白质的混合物)为最可能的匹配物质。当匹配度在 0~1 的范围内时, 数值越大, 则样品测试与谱库中标准物质数据越匹配。对图 11 所示的对象数据和符合数据的元素含量和荧光 X 射线分布图、图 12 所示的红外光谱进行确认后, 可以看到它们的匹配度非常高。此外, 可以比较图 13 所示的样品图像, 还可以根据颜色和形状、质感等检查与候选物质的类似性。在此, 从这些信息中可以看出, 异物为“骨头”。

順位	一致率	ID	試料名	コメント	詳細
1	0.9160	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	
2	0.9150	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	
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	
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	
5	0.8739	0185	異物 185_回収リン酸塩_灰_D	回収リン酸塩_灰 材質;アワ(イ)リン酸カルシウム (Ca5(PO4)3) 主要元素;Ca,P,Na,Si,Al,Fe 色;	

图 10 符合列表

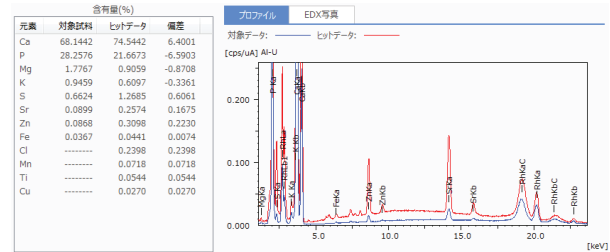


图 11 对象数据和符合列表的元素含量和荧光 X 射线分布图

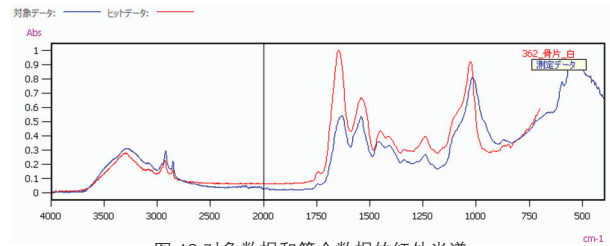


图 12 对象数据和符合数据的红外光谱

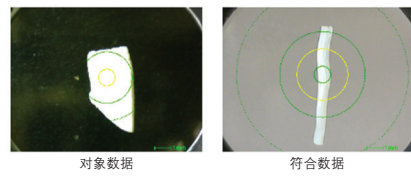


图 13 对象数据和符合数据的样品图像

利用 EDXIR-Analysis, 我们可以通过 EDX 和 FTIR 轻松快速地获得无机元素和有机化合物信息组合起来的分析结果。

### 参考文献

- 1) Application News No.A522A “使用 EDX-FTIR 综合分析软件 EDXIR-Analysis 进行异物分析”
- 2) Application News No.A527 “使用 EDX-FTIR 综合分析软件 EDXIR-Analysis 对应无声交换”
- 3) Application News No.A537 “异物测定保持、储存容器 EDXIR-Holder 的介绍”



岛津企业管理(中国)有限公司  
岛津(香港)有限公司

http://www.shimadzu.com.cn

用户服务热线电话: 800-810-0439  
400-650-0439

### 免责声明:

\* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;  
\* 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。  
如有变动, 恕不另行通知。

第一版发行日: 2018 年 3 月