

Application News

No. A537

光吸收分析

异物分析中的样品固定和储存装置 EDXIR-Holder 的介绍

对异物分析而言，适用于金属和无机物元素分析的 EDX 与适用于高分子和有机物分析的 FTIR 相结合的方法十分有效。上述两种方法均可实现非破坏性分析，非常迅速和简便，因此非常适合用于异物分析。在此，我们将介绍一种能够进行异物测量固定和储存的装置，EDXIR-Holder。它可以极大地方便 EDX 和 FTIR 用于异物分析时的样品处理工作，简化以往劳神费时的样品处理和保存。

S. Iwasaki

EDXIR-Holder 的概述

如图 1(a) 所示，EDXIR-Holder 是一种开闭式固定装置，由能附着样本的、带粘合剂层的膜（厚 35 μm ），与荧光 X 射线（EDX）用的聚丙烯薄膜（厚 5 μm ）组合而成。

异物样品粘贴在带粘合剂层的膜上，在进行 FTIR 分析时，打开装置，直接将粘贴在带粘合剂层的膜上的样本推放到 ATR 棱镜上（图 1(b)）。当进行 EDX 分析时，关闭装置，将聚丙烯薄膜一面朝下放置，朝向 X 射线照射方向（下照式）（图 1(c)）。EDXIR-Holder 装置使样品更换次数降到最低，节省了劳力，使分析工作更高效。

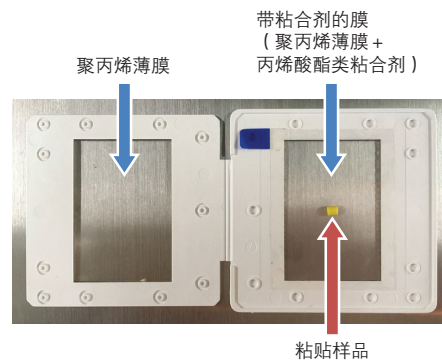
此外，测量后能将样品连同整个固定装置一同保存。该装置在合上的状态下，体积仅为约 5 cm \times 5 cm 的大小，白框部分还能标记样品名等信息。因为无需转移至其他容器或袋子中，不用担心样品会丢失。

推荐适用的异物样品大小为 1.5 mm~5 mm，EDX 分析时的样本厚度为 0.5 mm~1.5 mm，FTIR 分析时的厚度为 0.1 mm~4 mm，样本重量不超过 1 g。尤其是在 EDX 分析中，若样本的大小和重量如上所示，则仅需将样品夹在固定器中，便能简单地固定样品。需要注意的是，如果样品有凸起部位，则可能导致薄膜破损。

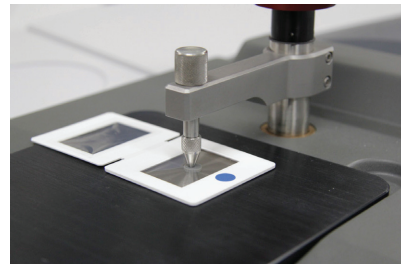
异物分析实例

将在某生产线上发现的异物放入 EDXIR-Holder 中固定，进行了 FTIR 和 EDX 分析。

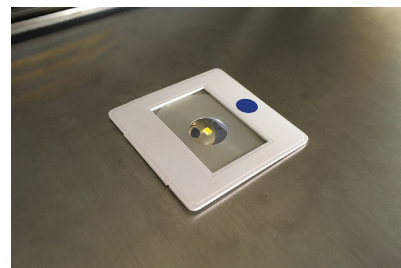
FTIR 的 ATR 光谱和谱库检索结果如图 2 所示。推测异物为含有邻苯二甲酸酯、碳酸钙的聚氯乙烯树脂（PVC）混合物。



(a) 外观（内侧）及结构



(b) FTIR 样品室的设置状态



(c) EDX 样品室的设置状态
图 1 EDXIR-Holder 的概述

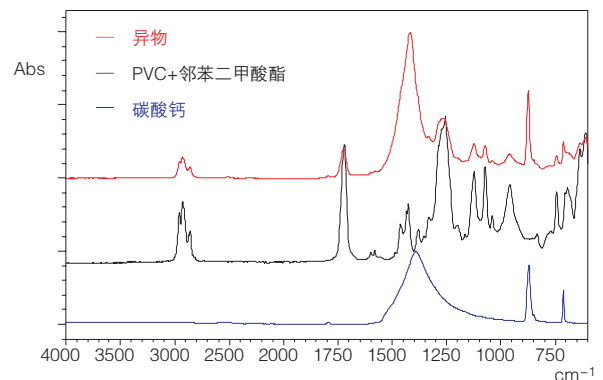
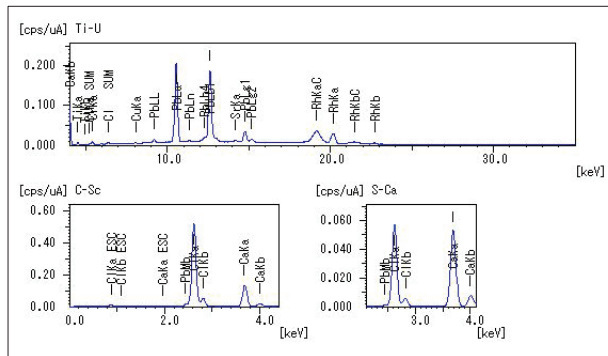


图 2 异物的 ATR 光谱和检索结果：FTIR

通过 EDX 进行的 C₆-U₉₂ 定性定量分析结果如图 3 所示。在此根据 FTIR 的结果, 将主成分 PVC (C₂H₃) 作为平衡(残留物)¹⁾ 给出半定量结果。

确认了异物中含有 Cl、Ca, 可以证明 FTIR 分析中推测的 PVC 和碳酸钙是确定存在的。此外, 还检测到异物中含有 FTIR 中不能分析的 Pb。



成分	Cl	Ca	Pb	Ti	Cr
定量值 (%)	25.14	11.43	0.60	0.062	0.040
成分	Sr	Cu	C ₂ H ₃		
定量值 (%)	0.005	0.003	62.73		

图 3 异物的定性定量分析结果: EDX

测量时的注意点

EDXIR-Holder 能够固定大小约 1.5 mm~5 mm, 重量小于 1 g 的样品。FTIR 分析中使用的 ATR 棱镜直径一般在 1.5 mm 左右, 因此如果样品直径小于这个尺寸, 或呈薄纤维状和薄片状, 使用 EDXIR-Holder 装置固定样品时, 膜上丙烯酸酯粘附层的 ATR 光谱将会与测量样品的 ATR 光谱重叠。

将直径约 0.3 mm 的聚乙烯 (PE) 薄膜片固定在 EDXIR-Holder 上进行测量, 得到的 ATR 光谱和谱库的检索结果如图 4 所示。排在第一位的检索结果为乙烯-丙烯酸共聚物 (EAA), 显然是错误的。于是, 我们求得薄膜片和丙烯酸酯类粘附层的差谱并再次进行谱库检索。如图 5 所示, 搜索结果为 PE, 与样品的实际材质相符。这个例子表明, 在分析易受到丙烯酸酯类粘附层影响的微小样品时需格外注意。

为避免出现诸如上述的误判, 推荐在放置样品时覆盖整个 ATR 棱镜表面。因此, 当样品体积微小时, 可以不使用 EDXIR-Holder, 或按照上述方法, 获得丙烯酸酯类粘附层的 ATR 光谱, 使用差谱法来进行定性也是有效的。但需要注意的是, 在所得的 ATR 光谱中, 如果来源于样品的峰非常小, 则可能会难以通过差谱进行鉴定。

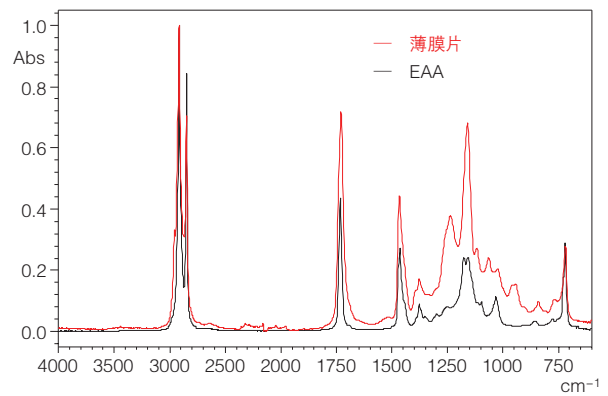


图 4 薄膜片的 ATR 光谱和检索结果: FTIR

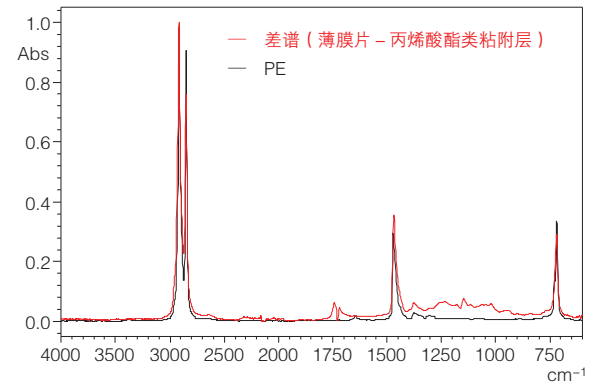


图 5 差光谱和检索结果: FTIR

总结

本文介绍的 EDXIR-Holder 是对异物分析具有丰富经验的岛津公司的原创产品, 是对 EDX 分析和 FTIR 分析非常有效的工具。并且, 在单独进行上述两种分析时也十分适用, 能使分析人员更为省力。

在分析数据时, 可以使用能对 EDX 和 FTIR 两者数据进行综合或单独分析的 EDX-FTIR 综合分析软件, EDXIR-Analysis^{2) 3)}。推荐将 EDXIR-Holder 与 EDXIR-Analysis 软件结合使用。

表 1 设备和分析条件

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)
Instrument	: IRAffinity-1S, MIRacle10 (Diamond prism)
Resolution	: 4 cm ⁻¹
Accumulation	: 40
Apodization	: Happ-Genzel
Detector	: DLATGS

参考文献

- 1) 岛津应用新闻 No. X255
- 2) 岛津应用新闻 No. A522A
- 3) 岛津应用新闻 No. A527



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: 2017 年 4 月