

EDXIR-Analiz Yazılımını Kullanarak “Sessiz Değişimi” Ölçmek

EDX-FTIR Kirlenici Bulucu / Malzeme Denetçisi



Yüksek Kimyager Hakan Aktaş
Servis Mühendisi
Ant Teknik Cihazlar



Kirleniciler, gıda ve içeceklerde küf kokusu, klor kokusu veya diğer anormal kokular ve tatlar da dahil olmak üzere çeşitli şikayetlere neden olabilmekte ve kauçuk, metal ambalajlar ve sızdırmazlık malzemeleri gibi malzemelerden kaynaklanabilmektedir. Kirlenici maddeler altyapı ve ekipmanın eskimesinin yanı sıra kullanıcının vücut ve kıyafetleri ile de ilgili olabilmektedir. Bu nedenlerin ortadan kaldırılması kolay olmamakla birlikte, kirlenici maddelerin olabildiğince hızlı bir şekilde tanımlanması kullanıcıların endişelerinin hafifletilmesine yardımcı olur.

Hammaddelerin, maliyetleri azaltmak amacıyla iş ortaklarına bildirmeden değiştirilmesi eylemi “sessiz değişim” olarak bilinir. Standart olmayan hammaddeler ile üretilen ürünler kalite açısından garanti edilemediğinden ve bu tür malzemelerin kullanımı istenmeyen sonuçlara yol açabileceğinden, bu toplumsal bir konu haline gelmiştir. Güvenli ve kaliteli hammaddelerin yönetimi, yüksek kaliteli ürünlerin üretiminde vazgeçilmezdir. Kızılötesi (IR) spektrometri ve X-ışını

floresan spektrometresi kirlenicileri tanımlamak için etkili bir yol sağlar.

EDXIR Analiz yazılımı ise bir veri karşılaştırma işlevi sunmaktadır. EDX verileri veya FTIR verileri veya her ikisi de, orijinal ürünler ile test ürünleri arasındaki benzerliklerin farklılıklarını ölçmek için kullanılabilir. Bu işlev, hammaddelerin standart malzemeler olarak doğrulanmasını kolaylaştırır ve kabul denetimlerinde (muayenelerde), örnekleme denetimlerinde ve birincil taramada etkili bir işlevidir. Bu yazıda, veri karşılaştırma işlevinin kullanıldığı bir analiz örneğine yer verilecektir.

Toksik Elementler İçeren Plastiklerin Analizi

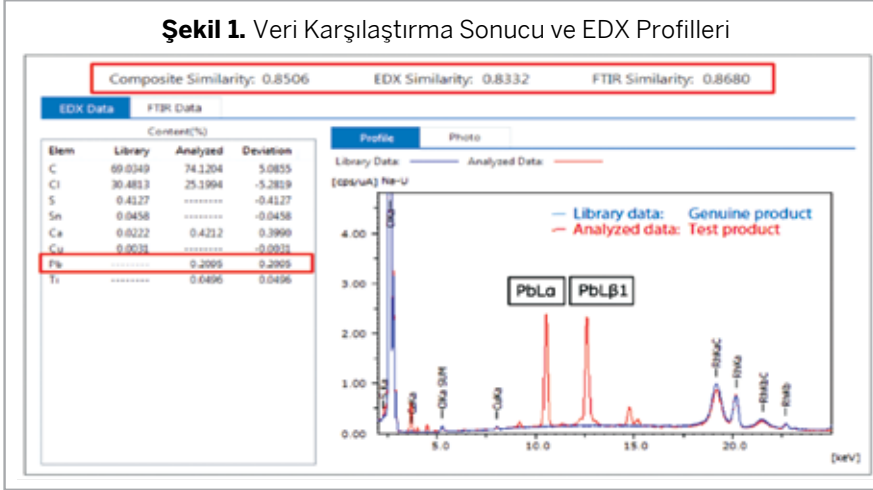
Veri karşılaştırma işlevini kullanmak için, öncelikle orijinal ürün verileri kütüphaneye kaydedilir. Daha sonra, orijinal ürün verileri ile test ürün verilerinin karşılaştırılmasının ardından, EDX analiz verilerinden elde edilen ilgili element içeriklerinin, profillerinin ve EDX görüntülerinin benzerliği ve karşılaştırmaları ile FTIR analiz verilerinden elde edilen FTIR spektrumlarının benzerliği görüntülenir.

Aşağıdaki veri karşılaştırması, polivinil klorür (PVC) plastikten mamül gerçek bir ürün ve test ürünü için yapılmıştır. Sonuçlar, Şekil 1 ve 2’de gösterilmiştir. Veri karşılaştırma fonksiyonu kullanılarak, EDX verileriyle 0.8332 ve FTIR verileriyle 0.8680 benzerlik olduğu belirlenmiş ve kompozit benzerlik 0.8506 olarak oluşmuştur. 0 ila 1 aralığında tanımlanan benzerlik değerlerinde, daha yüksek değerler, veriler arasında daha büyük benzerlik olduğunu göstermektedir. Başka bir deyişle, karşılaştırılan numunelerdeki bileşenler eşdeğer olduğunda 1’e yakın bir değer elde edilmektedir. Bununla birlikte, bu çalışmada test edilen numunenin, kompozit benzerlik değerinin 0.8506 olmasına bakılarak, farklı hammaddelerden üretildiği sonucuna varmak mümkündür. Test ürününün EDX profili ve FTIR spektrumu, aynı zamanda, orijinal üründe algılanmayan, kurşun (Pb) ve akrilikten (Şekil 2’de yıldızlarla gösterilmiştir) türetilen bileşenler içerdiğini de göstermektedir.

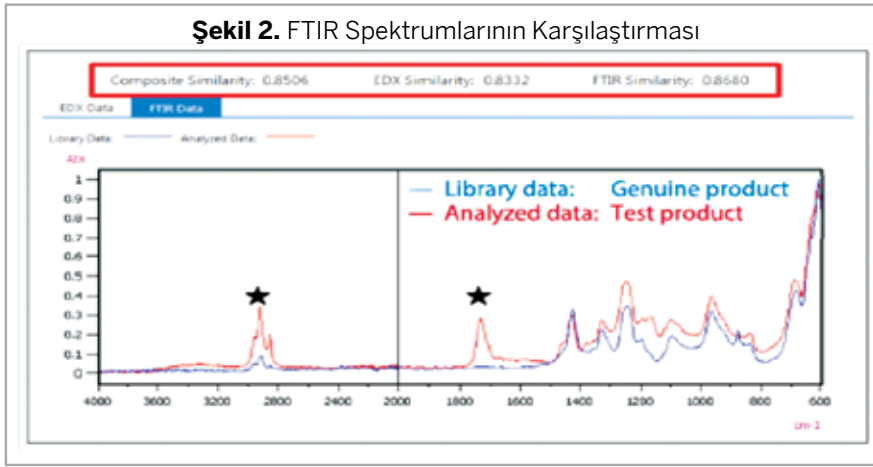
Plastik Malzemelerde Elemental İçerik Farklılıklarının Analizi

RoHS uyumlu ERM-EC680 ve ERM-EC681 polietilen referans malzemeleri, gerçek bir ürün ve test ürünü olarak veri

Şekil 1. Veri Karşılaştırma Sonucu ve EDX Profilleri



Şekil 2. FTIR Spektrumlarının Karşılaştırması



Tablo 2 Benzerlik Hesaplama Sonuçları

N	EDX		FTIR	
	Orijinal ürün	Test ürünü	Orijinal ürün	Test ürünü
1	0.9969	0.9616	0.9790	0.9830
2	0.9948	0.9613	0.9800	0.9800
3	0.9962	0.9613	0.9830	0.9810
4	0.9966	0.9612	0.9820	0.9830
5	0.9960	0.9613	0.9860	0.9790
Ortalama	0.9961	0.9613	0.9820	0.9812
Standart sapma	0.0008	0.0002	0.0027	0.0018
Önemli fark*	Var		Yok	

* t-teste göre (önemli seviyesi %5)

Ticari olarak bulunabilir tablo yazılımı kullanılarak hesaplanmıştır.

Tablo 1 Cihazlar ve Analiz Koşulları

[EDX]	
Cihaz	: EDX-8000
X-Ray Tüpü	: Rh hedefi
Voltaj/Akım	: 15 kV (C-Sc), 50 kV (Ti-U)/Auto
Atmosfer	: Hava
Cihaz Çapı	: 10 mm
Primer Filtre	: Filtresiz (Ti-U, C-Sc), #1 (Rh-Cd), #2 (S-Ca), #3 (Cr-Fe), #4 (Zn-As, Pb)
Entegrasyon Süresi	: 30 sn (Primer Filtre kullanılmadan) 60 sn (Primer filtre ile)
[FTIR]	
Cihaz	: IRAffinity-1S, MIRacle10 (Elmas prizma)
Çözünürlük	: 4 cm ⁻¹
Akümülayon	: 40
Apodizasyon	: Happ-Genzel
Dedektör	: DLATGS

karşılaştırması için seçildi. EDX ile kalitatif ve kantitatif analiz yapıldı ve kızılötesi spektrumlarını ölçmek için bir tekli yansıma ATR ataçmanı kullanıldı. Sonuçlar Şekil 3 ve 4'te gösterildi, cihazlar ve analiz koşulları Tablo 1'de listelendi. Orijinal ürün ve test ürününün sırasıyla EDX profilleri ve FTIR spektrumları üst üste çakıştırıldığında, S, Cl, Cr, Zn, Br, Cd, Sn ve Sb için içerik farklılıkları olsa da, plastik (ana bileşen) açısından bir fark olmadığını görüldü.

Veri karşılaştırma fonksiyonu kullanılarak belirlenen benzerlikler, EDX verileri ile 0.9616 ve FTIR verileriyle 0.9830 olarak hesaplandı ve kompozit benzerlik 0,9723 olarak oluştu. Bu sonuca göre malzemelerde bir farklılık olduğu değerlendirildi. Tablo 2'de, orijinal ürünlerin kendi aralarında ve orijinal ürün ile test ürünü arasındaki benzerlikte, tekrarlanabilirlik doğruluğu açısından anlamlı bir fark olup olmadığını belirlemesine yönelik sonuçlar gösterilmektedir. FTIR veri sonuçları önemli bir farklılık göstermezken, EDX veri sonuçları göstermektedir. Bu da test ürününün elemental içeriğinin orijinal üründen farklı olduğu varsayımını desteklemektedir.

ÖZET

Bu yazıda, orijinal ürünlerin ve test ürünlerinin, EDXIR-Analiz yazılımının veri karşılaştırma fonksiyonu kullanılarak analiz edildiği bir örnek verilmiştir. Örnekler arasındaki farklar, verilerin sadece görsel olarak kontrol edilmekle kalmayıp, aynı zamanda nicelleştirilmesi sayesinde, kolayca ayırt edilmiştir.

EDX ve FTIR cihazlarının her ikisinin de kullanılması, hem organik hem de inorganik maddelerin analizini sağlayarak çok yönlü bir yaklaşıma olanak tanımakta ve güvenlikle ilgisi olan hammaddelerin risk yönetimine yardımcı olmaktadır. Bu yazılım, çeşitli verilerin elektronik dosyalar olarak bağlanması ve saklanması mümkün kılmakta ve sessiz değişime karşı önlemlerin geliştirilmesine güçlü bir destek sağlamaktadır.

KAYNAKÇA

» Shimadzu Aplikasyon Notu A527 – Quantifying “Silent Change” Using EDXIR Analysis Software: EDX-FTIR Contaminant Finder/ Material Inspector

» Shimadzu Broşür C103-E116 – FTIR-EDX Contaminant Analysis System for LabSolutions IR