

Анализ материала многослойной упаковки с использованием лазерной системы визуализации с помощью направленного инфракрасного излучения (LDIR)



Введение

Многослойные упаковочные материалы представляют собой сложную как по структуре, так и по химическому составу систему. Несмотря на толщину всего в несколько сотен микрон, эти материалы включают множество отдельных полимерных слоев, каждый из которых разработан для выполнения конкретной функции. В зависимости от химических характеристик и толщины слой может обеспечивать механическую прочность, контроль проницаемости или защиту от воздействия окружающей среды. Любые дефекты или отклонения толщины от нормы в многослойной упаковке могут иметь катастрофические последствия, вызывая порчу продукта и представляя риск для потребителей. Поэтому при разработке многослойной упаковки и устранении проблем очень важно отображать каждый слой и точно измерять его толщину по микрометровой шкале.

Лазерная система визуализации химических свойств Agilent 8700 с использованием инфракрасного излучения (LDIR) представляет собой сложную систему химической визуализации, которая способна химически идентифицировать и визуализировать полимерные слои с высоким пространственным разрешением. Благодаря имеющимся передовым возможностям визуализации и понятному программному обеспечению Agilent Clarity система 8700 LDIR обеспечивает быстроту и эффективность исследования упаковочных материалов. Данный процесс дает ответы на самые важные вопросы обеспечения качества, анализа повреждений или реверсивного проектирования.

Основные преимущества и особенности системы визуализации химических свойств Agilent 8700 LDIR для анализа многослойных материалов

- Программное обеспечение Agilent Clarity обеспечивает понятный и автоматизированный процесс от загрузки проб до их анализа.
- Держатель пробы Agilent позволяет приготовить тонкие образцы менее чем за 5 минут.
- Оптический микроскоп с сильным увеличением обеспечивает анализ многослойной структуры с пространственным разрешением до 1 мкм.
- Обратная связь при визуализации в реальном времени в процессе контакта пробы с автоматизированным нарушенным полным внутренним отражением (НПВО) обеспечивает оптимальный контраст и высокое качество спектров и изображений.
- Формирование непрерывного (бесшовного) мозаичного изображения с помощью НПВО является интуитивно понятным и прекрасно согласуется с результатами, полученными с помощью инфракрасного и видимого излучения, автоматизированным методом исследования и выводом данных, а также обработкой в фоновом режиме.
- Архитектура точечного сканирования определяет точный центр слоя или точечный дефект для получения наиболее четкого спектра.
- Яркий источник лазерного излучения и оптики для быстрого сканирования позволяет осуществлять быстрый сбор спектральных данных и формирование изображения.
- Не требуется никакой расширенной хеометрии для формирования изображения и идентификации слоев.

Примеры анализа

Одним из слоев, проанализированных с помощью Agilent 8700 LDIR, является материал для упаковки пищевых продуктов, состоящий из нескольких слоев толщиной до 3 мкм.

Держатель многослойного материала Agilent и Sample Planer (микротом) использовались для приготовления пробы. При помощи этих инструментов пробоподготовка осуществляется быстро и не требует никаких особых навыков. Многослойный материал просто вставляется во встроенный зажим держателя. Далее делают срез многослойного материала с помощью держателя для создания гладкой поверхности. Такая конструкция обеспечивает превосходную поддержку без изгиба, раскалывания или образования складок многослойного материала в процессе подготовки среза или получения изображения. Весь процесс занимает всего несколько минут, что гораздо быстрее по сравнению с традиционной заливкой смолы и полировкой, на которые требуется несколько часов.

После подготовки пробы чувствительная к видимому свету камера с сильным увеличением в системе LDIR использовалась для получения общего представления о многослойной структуре с наглядной демонстрацией нескольких слоев (рис. 1). Общая толщина пробы составляла 117 мкм.

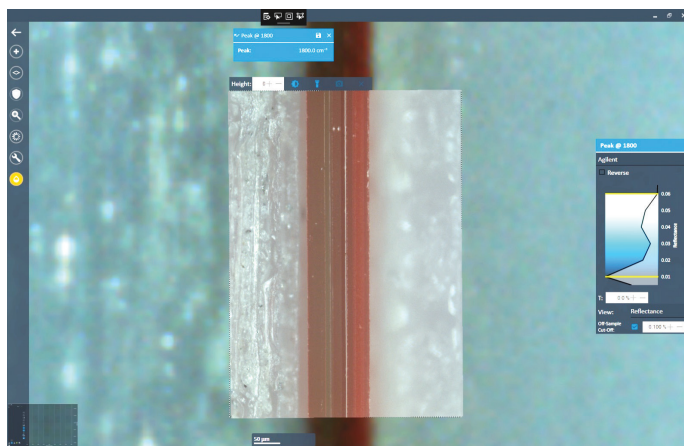


Рис. 1. Видимое изображение многослойного материала с высоким разрешением (красный), помещенного между поддерживающими пластиковыми пластинами держателя пробы (белый)

Далее для получения инфракрасного спектра слоев многослойной структуры и визуализации их распределения при высоком пространственном разрешении использовалось НПВО. Программное обеспечение осуществляло автоматизированный контакт НПВО с любой представляющей интерес областью, выбранной пользователем. Обратная связь с изображением в реальном времени демонстрирует изменение контраста в первый момент контакта с пробой (рис. 2).

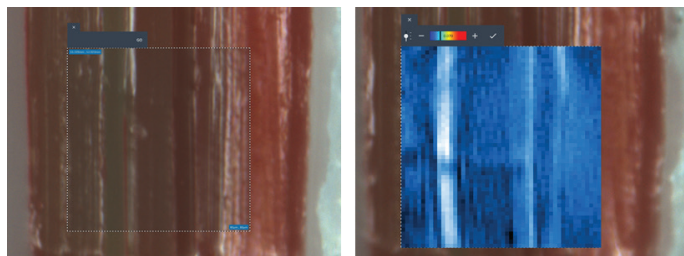


Рис. 2. (слева): Поле обзора НПВО (80 × 80 мкм), выбранное для анализа видимого изображения многослойного материала. (справа) Изображение НПВО в реальном времени после контакта с пробой

После полного контакта НПВО с пробой был получен чистый спектр менее чем за 5 секунд просто при помощи двойного нажатия кнопки мыши (рис. 3, слева). При автоматическом поиске по библиотеке полимерный слой был идентифицирован как полиамид.

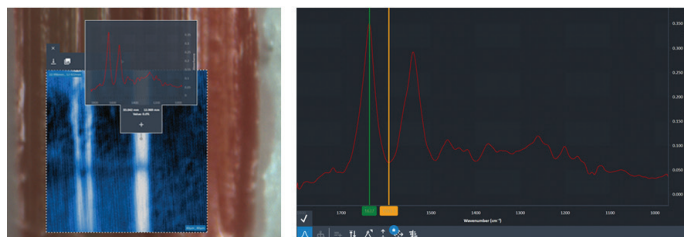


Рис. 3. (слева): Предварительный просмотр спектра после двойного нажатия кнопкой мыши на представляющую интерес точку. (справа) Вид спектра с выбором полосы для визуализации

В заключение — для визуализации распределения химических функциональных групп во всех слоях в пределах поля зрения НПВО (80 × 80 мкм) — выраженная полоса спектра (рис. 3, справа) была отображена (рис. 4, слева) менее чем за 14 секунд при размере пикселя 0,2 мкм. В соответствии с этим понятным процессом химическая визуализация всех слоев многослойного материала при помощи инфракрасного излучения была выполнена с использованием инструмента анализа совокупности пиков, который совмещает химические изображения, полученные с различных спектральных полос (рис. 4, справа) для каждого из слоев. Линейка, присутствующая среди инструментов программного обеспечения, использовалась для измерения толщины каждого слоя.

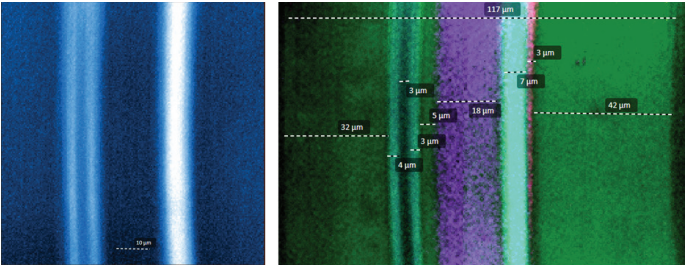


Рис. 4. (Слева): Распределение спектральной полосы полиамида. (справа) Анализ совокупности пиков пробы многослойного материала. Слои были идентифицированы как полиэтилен (зеленый), полиамид (голубой), полипропилен (фиолетовый), полиуретан (розовый) и поли(этилен)-виниловый спирт (между двумя голубыми слоями с левой стороны)

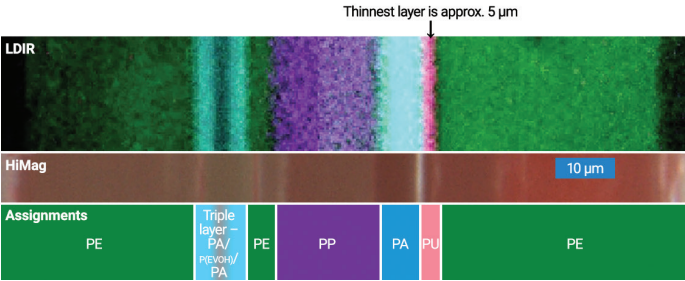


Рис. 5. (Вверху): Анализ совокупности пиков НПВО, демонстрирующий химические слои пробы многослойного материала. (посередине) Видимое изображение с сильным увеличением пробы многослойного материала. (внизу) Выделение согласно химическому составу полимерных слоев полиэтилена (ПЭ), полиамида (ПА), поли(этилен)-винилового спирта (Р(EVOH)), полипропилена (ПП) и полиуретана (ПУ). Толщина самого тонкого наблюдаемого слоя 2,6 мкм

В многослойном материале были отмечены четыре слоя чистого полимера и один слой сополимера (рис. 5). По результатам поиска при анализе спектра смеси было выявлено, что смесь содержит как полиамид, так и поли(этилен)-виниловый спирт (EVOH). Полная толщина многослойного материала была отображена и классифицирована путем комбинирования двух НПВО-изображений (рис. 5). Слои, полученные при помощи инфракрасного излучения, полностью совпадали с таковыми, полученными с использованием видимого изображения. Толщина тонкого слоя полиуретана, выделенного розовым, составляет всего 2,6 мкм, что может быть измерено и идентифицировано только при высоком разрешении LDIR.

Преимущество визуализации химических свойств при помощи системы Agilent 8700 LDIR заключается в наглядной демонстрации всех слоев и их химических характеристик с помощью высокого пространственного разрешения, обеспечиваемого за счет дифракции. Следует отметить две вещи, касающиеся примеров химической визуализации многослойных материалов для упаковки пищевых продуктов. Во-первых, показано, что то, что выглядело как один слой на видимом изображении, полученном при помощи микроскопа (рис. 5, центр изображения при большом увеличении слева), в действительности является тремя слоями.

Во-вторых, показано, что все слои в правой стороне видимого изображения многослойного материала представляют собой полиэтилен с той лишь разницей, что к ним добавлен красный краситель (рис. 5). Одного только визуального осмотра недостаточно для определения состава данной пробы.

Во втором примере анализа многослойного материала при помощи Agilent 8700 LDIR (рис. 6) было идентифицировано шесть отдельных слоев с общей толщиной 230 мкм. Мозаичное НПВО изображение, полученное при трехкратном контакте, охватывает всю толщину пробы. Контакт НПВО с представляющей интерес областью осуществлялся непрерывно и автоматически. Кроме того, следует отметить прекрасное совпадение видимых изображений и изображений, полученных с помощью химической визуализации.

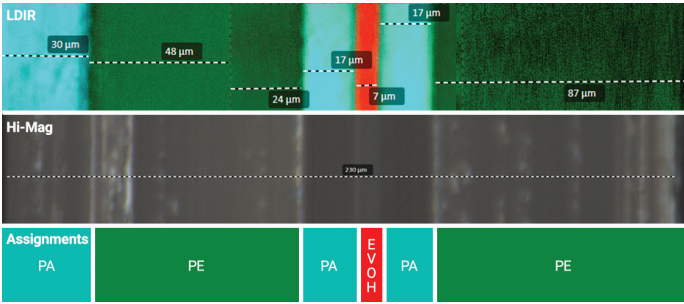
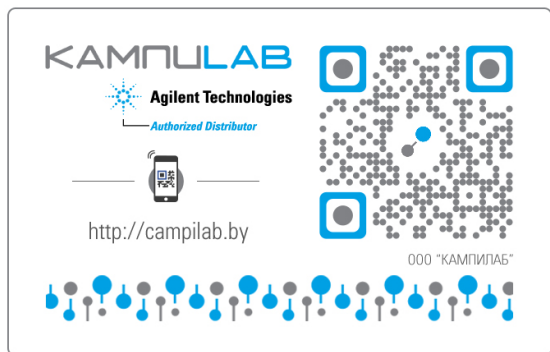


Рис. 6. (Вверху): Химическое изображение LDIR, полученное с помощью анализа совокупности пиков пробы многослойного материала, демонстрирующее различные слои и их толщину. (посередине) Изображение многослойного материала в видимом свете при сильном увеличении. (внизу) Идентификация каждого слоя: Полиамид (ПА), полиэтилен (ПЭ) и этилен-виниловый спирт (EVOH)

Выводы

Система визуализации химических свойств Agilent 8700 LDIR позволяет обнаружить и идентифицировать все слои пробы многослойного материала. В приведенных выше примерах с помощью системы 8700 LDIR были идентифицированы слои толщиной менее 3 мкм. Простая в использовании пробоподготовка, предложенная компанией Agilent, позволяет пользователям сфокусироваться на понимании химии многослойных материалов вместо освоения подготовки проб. Понятный процесс дает возможность исследовать химию слоев многослойных материалов в режиме реального времени. Таким образом, мозаичное изображение НПВО формируется непрерывно благодаря превосходному совпадению видимых и инфракрасных изображений, автоматизированному методу исследования и выводу данных, а также сбору данных в фоновом режиме. Система визуализации химических свойств Agilent 8700 LDIR обеспечивает пользователя инструментом для анализа упаковочных материалов с высокой скоростью, превосходным качеством спектров и пространственным разрешением, давая ответы, необходимые для обеспечения качества, анализа повреждений или реверсивного проектирования.



www.agilent.com/chem/8700-lidir

Только для исследовательских целей. Не для использования в диагностических процедурах.

Информация в этом документе может быть изменена без предупреждения.

© Компания Agilent Technologies, Inc., 2018.
Напечатано в США 26 сентября 2018 г.
5994-0312RU