

Analisi di materiale da imballaggio multistrato mediante imaging LDIR (Laser Direct Infrared)



Introduzione

I materiali da imballaggio laminati multistrato sono sistemi complessi, dal punto di vista sia strutturale sia chimico. Nonostante abbiano uno spessore di poche centinaia di micrometri, questi materiali includono numerosi strati distinti di polimeri, ognuno dei quali è progettato per una funzione specifica. A seconda dell'identità chimica e dello spessore che lo caratterizzano, uno strato può fornire forza meccanica, controllo della permeabilità o protezione ambientale. Qualsiasi difetto o errore di spessore in un imballaggio multistrato può avere effetti devastanti, provocando il danneggiamento del prodotto e rischi per i consumatori. Pertanto, durante lo sviluppo di un imballaggio multistrato e la risoluzione dei problemi a esso relativi è fondamentale mappare ogni strato e misurarne in modo preciso lo spessore alla scala micrometrica.

Il sistema LDIR Chemical Imaging Agilent 8700 è un sofisticato sistema di chemical imaging in grado di identificare chimicamente e visualizzare gli strati polimerici con elevata risoluzione spaziale. Grazie alle funzioni avanzate di visualizzazione disponibili con l'intuitivo software Agilent Clarity, il sistema LDIR 8700 offre un flusso di lavoro rapido ed efficace per lo studio dei materiali da imballaggio. Questo flusso di lavoro consente di trovare la risposta a domande fondamentali nell'ambito del controllo qualità, dell'analisi dei problemi e del reverse engineering.

Principali vantaggi e caratteristiche del sistema di imaging LDIR 8700 per l'analisi dei laminati

- Il software Agilent Clarity offre un flusso di lavoro intuitivo e automatizzato, dal caricamento del campione all'analisi.
- Il supporto per campioni Agilent consente di preparare campioni sottili in meno di 5 minuti.
- Il microscopio a luce visibile a grande ingrandimento offre un'anteprima delle strutture laminate multistrato con una risoluzione spaziale fino a 1 μm .
- La verifica visiva dal vivo durante il contatto del campione con l'ATR (riflettanza totale attenuata, Attenuated Total Reflectance) garantisce il contatto ottimale e la massima qualità di spettri e immagini.
- I mosaici ottenuti mediante ATR sono intuitivi e continui, con un perfetto allineamento tra immagini visibili e infrarosse, avvicinamento e rilascio automatizzati e la raccolta di dati in background.
- L'architettura di scansione per punti misura il centro esatto di uno strato o di un punto difettoso per raccogliere lo spettro più puro possibile.
- La luminosa sorgente laser e l'ottica a scansione rapida consentono di effettuare velocemente l'acquisizione dello spettro e l'imaging.
- La generazione delle immagini e l'identificazione degli strati non richiedono alcuna chemiometria approfondita.

Esempi di analisi

Uno dei laminati analizzati mediante il sistema LDIR 8700 è un materiale da imballaggio per alimenti formato da più strati di spessore fino a un minimo di 3 μm .

Il campione è stato preparato utilizzando il supporto per laminati Agilent e il sistema Agilent Sample Planer (un dispositivo microtomico). Con questi strumenti, la preparazione del campione è rapida e non richiede abilità particolari. Il laminato viene semplicemente inserito nel morsetto integrato nel supporto per laminati. Sia il laminato sia il supporto vengono quindi tagliati per creare una superficie piana. Questo design permette di ottenere un sostegno perfetto senza flettere, ripiegare o strappare il laminato durante il taglio o l'imaging. L'intero processo richiede solo pochi minuti ed è quindi immensamente più rapido rispetto alla tecnica tradizionale di inclusione in resina e lucidatura, che richiede molte ore.

Dopo la preparazione del campione, è stata utilizzata la fotocamera a luce visibile a grande ingrandimento del sistema LDIR per ottenere un'anteprima della struttura del laminato, rivelando più strati (Fig. 1). Lo spessore totale del campione era di 117 μm .



Figura 1. Immagine visibile ad alta risoluzione del laminato (rosso) inserito tra due strati di materiale plastico di sostegno nel supporto per campioni (bianco).

Quindi è stato utilizzato l'ATR per acquisire spettri infrarossi degli strati del laminato e visualizzarne la distribuzione con un'elevata risoluzione spaziale. Il software esegue un contatto ATR automatizzato con qualsiasi regione di interesse selezionata dall'utilizzatore. La verifica visiva dal vivo mostra una variazione del contrasto nel primo momento di contatto del campione (Fig.2).

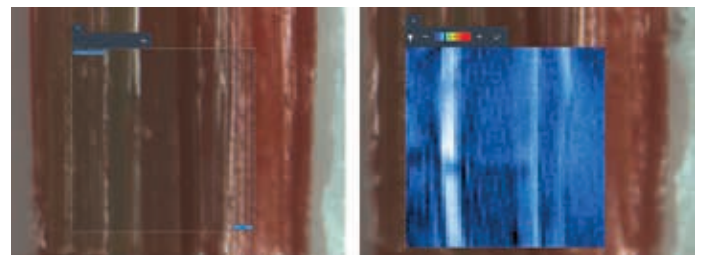


Figura 2. (Sinistra) Campo visivo ATR (80 x 80 μm) selezionato per l'analisi sull'immagine visiva del laminato. (Destra) Immagine ATR dal vivo dopo il contatto con il campione.

Quando l'ATR era in pieno contatto con il campione, è stato sufficiente fare doppio clic per ottenere uno spettro puro in meno di 5 secondi (Fig.3, sinistra). La ricerca automatica nella libreria ha identificato il polimero come poliammide.

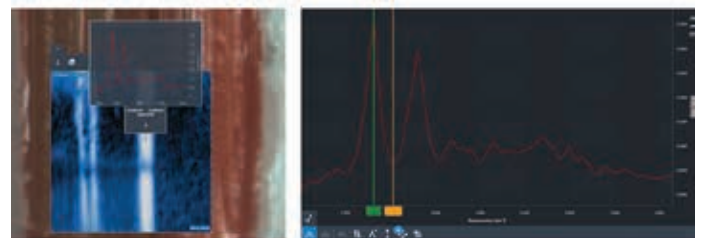


Figura 3. (Sinistra) Anteprima spettrale ottenuta facendo doppio clic in un punto di interesse. (Destra) Vista dello spettro con la selezione della banda per l'imaging.

Infine, per visualizzare la distribuzione di un gruppo funzionale chimico attraverso tutti gli strati all'interno del campo visivo ATR (80 x 80 µm), è stato realizzato l'imaging (Fig. 4, sinistra) di una banda prominente dello spettro (Fig. 3, destra) in meno di 14 secondi, con una dimensione dei pixel di 0,2 µm. Seguendo questo processo intuitivo, è stata effettuata la visualizzazione chimica infrarossa di tutti gli strati del laminato utilizzando lo strumento di analisi multipicco che combina le immagini chimiche realizzate con differenti bande spettrali (Fig. 4, destra) per ogni strato del laminato. Lo strumento righello presente nel software è stato utilizzato per misurare lo spessore di ogni strato.

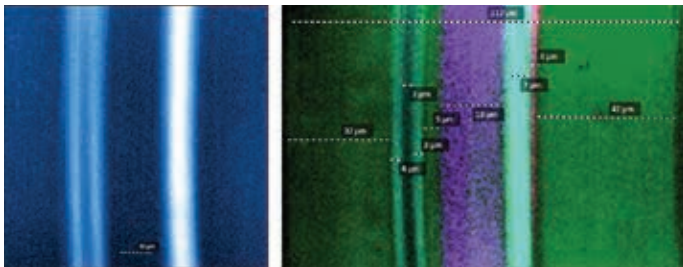


Figura 4. (Sinistra) Distribuzione della banda spettrale della poliammide. (Destra) Analisi multipicco del campione di laminato. Gli strati sono stati identificati come polietilene (verde), poliammide (ciano), polipropilene (viola), poliuretano (rosa) e poli(etilene) vinil alcol (tra due strati di colore ciano sulla sinistra).

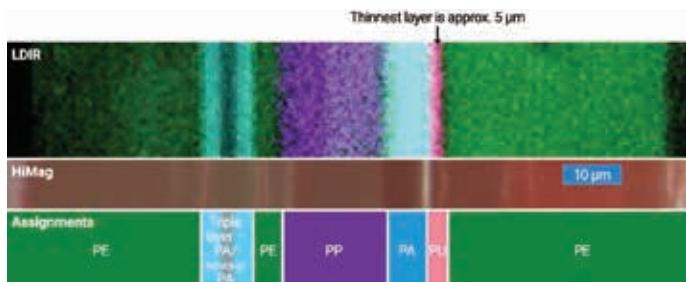


Figura 5. (In alto) Analisi LDIR multipicco che mostra gli strati chimici del campione di laminato. (Al centro) Immagine visibile a grande ingrandimento del campione di laminato. (In basso) Identificazione chimica degli strati polimerici come polietilene (PE), poliammide (PA), poli(etilene vinil alcol) (P(EVOH)), polipropilene (PP) e poliuretano (PU). Lo strato più sottile osservato ha uno spessore di soli 2,6 µm.

Nel laminato sono stati osservati quattro strati di polimero puro e uno strato costituito da una miscela di polimeri (Fig. 5). Dai risultati della ricerca effettuata sull'analisi della miscela, si è trovato che lo spettro misto contiene sia poliammide sia poli(etilene vinil alcol) (EVOH). L'intera estensione del laminato è stata visualizzata e classificata mediante il mosaico di due immagini ATR (Fig.5). Gli strati dell'immagine infrarossa si allineano perfettamente con quelli dell'immagine visiva. Il sottile strato di poliuretano evidenziato in rosa ha uno spessore di soli 2,6 µm, che è stato possibile misurare e identificare solo grazie all'elevata risoluzione del sistema LDIR.

Il vantaggio del chemical imaging mediante il sistema LDIR 8700 è che tale sistema è in grado di rivelare tutti gli strati, con la rispettiva identità chimica, con la massima risoluzione spaziale

consentita dalla diffrazione. L'esempio di chemical imaging del laminato da imballaggio per alimenti presenta due aspetti degni di nota. Per prima cosa, si nota che quello che appariva come un singolo strato nell'immagine ottenuta con il microscopio con luce visibile (Fig. 5, immagine centrale a grande ingrandimento, sulla sinistra), corrisponde di fatto a tre strati.

Inoltre, si nota che gli strati nella parte destra dell'immagine visibile del laminato corrispondono tutti allo stesso composto polimerico, il polietilene, con l'unica differenza dell'aggiunta di inchiostro rosso (Fig. 5). La semplice ispezione visiva non è adeguata per determinare la struttura di questo campione.

In un secondo esempio di analisi di laminato mediante il sistema LDIR 8700 (Fig. 6), sono stati identificati sei strati distinti entro uno spessore totale di 230 µm. Un'immagine a mosaico ATR realizzata con tre contatti copre l'intera estensione del campione. Il contatto ATR con la regione di interesse è stato realizzato in modo automatico e continuo. Si nota di nuovo il perfetto allineamento tra l'immagine visibile e quella chimica.

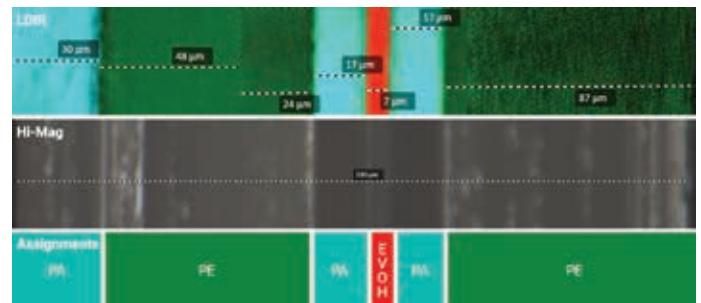


Figura 6. (In alto) Immagine chimica LDIR ottenuta utilizzando un'analisi multipicco del campione di laminato che mostra differenti strati e i relativi spessori. (Al centro) Immagine in luce visibile a grande ingrandimento del laminato. (In basso) Identificazione degli strati: poliammide (PA), polietilene (PE) ed etilene vinil alcol (EVOH).

Conclusioni

Il sistema LDIR Chemical Imaging Agilent 8700 offre la capacità di trovare e identificare tutti gli strati di un campione di laminato. Negli esempi illustrati in precedenza, il sistema LDIR 8700 ha identificato strati di spessore inferiore a 3 µm. La facilità nella preparazione del campione introdotta da Agilent consente agli utilizzatori di concentrare la propria attenzione sulla comprensione della struttura chimica del laminato invece che sulle tecniche di preparazione del campione. Flussi di lavoro intuitivi consentono l'esplorazione degli strati del laminato in tempo reale. Allo stesso modo, il perfetto allineamento tra immagini visibili e infrarosse, l'avvicinamento e rilascio automatizzati e la raccolta di dati in background conferiscono perfetta continuità ai mosaici realizzati mediante ATR. Il sistema LDIR Chemical Imaging Agilent 8700 offre agli utilizzatori uno strumento per analizzare i materiali di imballaggio a una velocità senza precedenti e con livelli eccezionali di qualità spettrale e risoluzione spaziale, consentendo di trovare le risposte necessarie per il controllo qualità, l'analisi dei problemi e il reverse engineering.

www.agilent.com/chem/8700-ldir

Solo per scopi di ricerca. Non utilizzabili per procedure diagnostiche.

Le informazioni fornite possono variare senza preavviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2018
Stampato negli Stati Uniti, 26 settembre 2018
5994-0312ITE

