

Laser Direct Infrared (LDIR) イメージングによる多層包装材料の分析



はじめに

多層のラミネート包装材料は、構造的にも化学的にも複雑な構成を有しています。これらの材料は、数百ミクロンの厚さにもかかわらず、特定の機能を付加するために多数の異なるポリマー層で構成されています。各層は、化学的同一性と厚さに応じて、力学的強度、透過性の制御、外部環境からの保護などの機能性を付与します。多層包装に何らかの不良や厚さの誤差があると、製品の損傷を招いたり消費者へのリスクが生じるなど、致命的な影響を与える可能性があります。このため、多層包装の開発やトラブルシューティングの際には、各層をマッピングして厚さをミクロン単位で精密に測定することが重要です。

Agilent 8700 Laser Direct Infrared (LDIR) ケミカルイメージングシステムは、ポリマー層を化学的に同定して高い空間分解能で視覚化できる高度なケミカルイメージングシステムです。直観的な Agilent Clarity ソフトウェアの最先端の視覚化機能により、包装材料研究のための高速かつ効果的なワークフローを提供します。このワークフローにより、品質保証、不良解析、リバースエンジニアリングにおける主な問題の解決策を導き出せます。

ラミネート分析における 8700 LDIR イメージングシステムの主な利点と機能

- Agilent Clarity ソフトウェアが、サンプルのロードから分析までの直観的で自動化されたワークフローを提供
- Agilent サンプルホルダを用いて、薄い試料を 5 分以内に調製可能
- 高倍率の可視光観察により、多層ラミネートの層構造の概要を 1 μm の高空間分解能で把握が可能
- 自動の減衰全反射 (ATR) 測定では、サンプルに接触中のライブイメージフィードバックにより、最適な接触を確実にし、最高品質のスペクトルおよびイメージを取得
- 可視光と赤外光の優れたアライメント、自動化された操作、バックグラウンドデータ収集により、直観的でシームレスな ATR モザイク測定が可能
- ポイントスキミングでは、層の中央または欠陥ポイントを測定し、可能な限り最も純粋なスペクトルを測定
- 明るいレーザー光源と高速スキャン光学系により、迅速なスペクトルの取得とイメージングが可能
- 層のイメージ生成や同定に大がかりなケモメトリックスが不要

分析例

8700 LDIR を用いて、厚み 3 μm の層を含む食品包装材料のラミネートを分析しました。

Agilent ラミネートホルダおよびサンプルプレーナ (マイクロームデバイス) を使用してサンプルを前処理しました。これらのツールを使用すると、特別なスキルを習得しなくても、サンプルを迅速に前処理できます。ラミネートをラミネートホルダのクランプ部に挿入するだけです。これで、ラミネートとホルダの両方がスライスされ、平面が作成されます。この方法により、平面作成時やイメージング測定時にラミネートが曲がったり、折れたり、割れたりすることなく、確実なサンプルの保持が可能になります。この前処理はわずか数分で完了し、数時間かけて樹脂に埋め込んで研磨する従来の方法と比べて、時間を大幅に短縮できます。

サンプル前処理の後、LDIR システムの高倍率可視カメラを使用してラミネートの層構造の概要を撮影し、多層構造を解明しました (図 1)。サンプル全体の厚さは 117 μm でした。



図 1. サンプルホルダの保持用プラスチック材料 (白) に挟まれたラミネート (赤) の高解像度可視イメージ

次に、ATR 測定にてラミネート層の赤外スペクトルを取得し、高空間分解能で分布をイメージ化しました。ユーザーが選択した任意の領域に ATR 結晶の接触が、ソフトウェアによって自動的に実行されました。サンプルと接触するとすぐに、ライブイメージフィードバックでコントラストが変化します (図 2)。

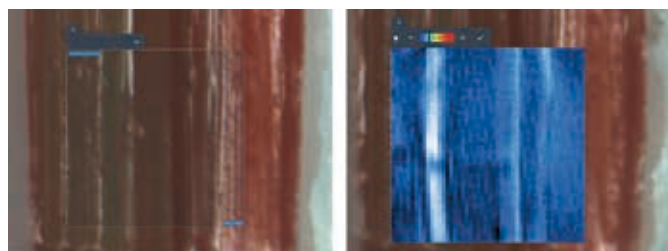


図 2. (左) ラミネートの可視イメージ上で設定された ATR の視野 (80 x 80 μm)。 (右) サンプル接触後のライブ ATR イメージ

ATR 結晶がサンプルと完全に接触したら、任意のポイントをダブルクリックするだけで、純粋なスペクトルが 5 秒以内に得られました (図 3、左)。自動ライブラリ検索によりポリマー層はポリアミドと同定されました。

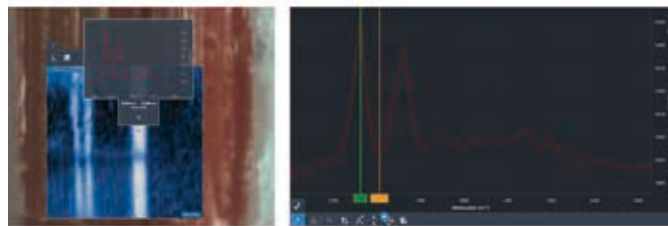


図 3. (左) 任意のポイントをダブルクリックした後のスペクトルプレビュー。 (右) イメージ化のためのバンド選択のスペクトルビュー

最後に、ATR の視野 (80 x 80 μm) 内のすべての層について、官能基グループの分布を視覚化するために、スペクトルの顕著なバンド (図 3、右) を、0.2 μm のピクセルサイズで 14 秒以内にイメージしました (図 4、左)。この直観的なプロセスに続いて、マルチピーク分析ツールを使用し、各ラミネート層 (図 4、右) の異なるスペクトルバンドで取得したイメージを組み合わせ、すべてのラミネート層の赤外ケミカルイメージが得られました。ソフトウェアのルーラーツールを使用して各レイヤの厚さを測定しました。

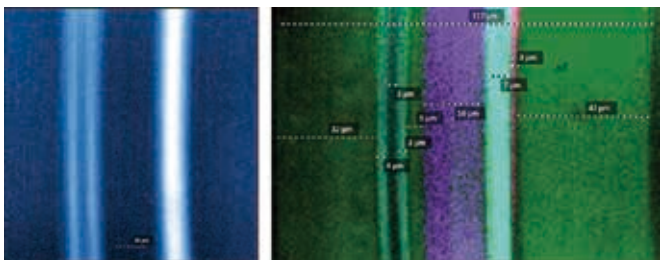


図 4. (左) ポリアミドのスペクトルバンドの分布。(右) ラミネートサンプルのマルチピーク分析。各層は次のように同定されました: ポリエチレン (緑)、ポリアミド (シアン)、ポリプロピレン (紫)、ポリウレタン (ピンク)、ポリエチレンビニルアルコール (左側の 2 つのシアン層の間)

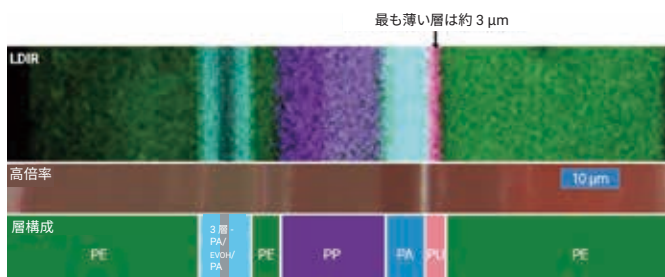


図 5. (上) LDIR マルチピーク分析によって示されたラミネートサンプルの層構成イメージ。(中) ラミネートサンプルの高倍率可視イメージ。(下) ポリエチレン (PE)、ポリアミド (PA)、ポリエチレンビニルアルコール (EVOH)、ポリプロピレン (PP)、ポリウレタン (PU) の層構成概略図。観察された最も薄い層はわずか 2.6 μm の厚さでした

ラミネートには、4 種類の純粋なポリマー層と 1 つの混合ポリマー層が観察されました (図 5)。混合物分析検索の結果から、ポリアミドとポリエチレンビニルアルコール (EVOH) の両方を含む混合スペクトルであることがわかりました。2 つの ATR イメージのモザイク化によって、ラミネートの全幅がイメージ化され分類されました (図 5)。赤外光イメージでの層と、可視光イメージでの層は完全に一致しています。ピンク色で強調されたポリウレタンの薄い層は、わずか 2.6 μm で、分解能の高い LDIR であるからこそ、測定および同定が可能でした。

8700 LDIR によるケミカルイメージングの利点は、回折限界に迫る最高の空間分解能で、化学的な同定によりすべての層を明らかにできる点です。食品包装ラミネートのケミカルイメージングの例で、特筆すべきことが 2 つあります。一つは、可視光イメージでは単層のように観察されたものが、実際には 3 層であることが示されています (図 5、中央の高倍率イメージの左側)。

もう一つは、ラミネートの可視光イメージで右側の層はすべて同じ高分子化合物のポリエチレンであり、唯一の違いはこの層に赤い色素が付加されている点です (図 5)。目視検査のみで、このサンプルの構成を決定することは適切ではありません。

8700 LDIR を使用したラミネート分析の 2 つ目の例 (図 6) では、全体の厚さが 230 μm の中にある 6 つの異なる層を同定しました。3 回の接触による ATR モザイクイメージで、サンプルの全幅を測定しました。測定領域への ATR 結晶の接触はシームレスかつ自動的に実行されました。この場合も、可視イメージとケミカルイメージが完全に一致していることに注目する必要があります。

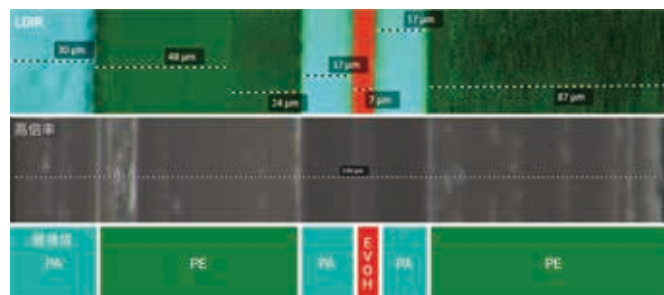


図 6. (上) 異なる層および厚さを示すラミネートサンプルのマルチピーク分析を使用して得た LDIR ケミカルイメージ。(中) ラミネートの高倍率可視イメージ。(下) 各層の同定: ポリアミド (PA)、ポリエチレン (PE)、エチレンビニルアルコール (EVOH)

結論

Agilent 8700 LDIR ケミカルイメージングシステムにより、ラミネートサンプルのすべての層を検出し、同定することができます。上の例で、8700 LDIR は 3 μm 未満の層を同定しました。アジレントが採用した使いやすいサンプル前処理により、ユーザーはサンプル前処理の習得よりも、ラミネートの化学的性質の解釈に集中できます。直観的なワークフローによって、ラミネート層の化学的分析がリアルタイムで可能です。同様に、可視光と赤外光の完全なアライメント、自動化された操作、バックグラウンドデータ収集により、シームレスな ATR モザイク測定を可能にします。Agilent 8700 LDIR ケミカルイメージングシステムは、包装材料を優れたスペクトル品質と空間分解能できわめて高速に分析するためのツールを備えており、品質保証、不良解析、リバースエンジニアリングにおけるニーズに対応します。

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンター

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、
医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。
本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに
変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2018

Printed in Japan, September 26, 2018

5994-0312JAJP