

## Analyse von Multilayer- Verpackungsmaterialien mit Laser Direct Infrared (LDIR) Imaging



### Einführung

Verpackungsmaterialien aus Multilayer-Verbundstoffen sind hinsichtlich der Struktur- und chemischen Eigenschaften komplexe Systeme. Diese Materialien sind zwar nur wenige hundert Mikrometer dick, enthalten jedoch zahlreiche unterschiedliche Polymerlagen, die alle konstruktionsgemäß eine spezifische Funktion erfüllen. Je nach chemischer Identität und Dicke kann eine Lage für mechanische Stabilität sorgen, die Durchlässigkeit kontrollieren oder vor Umwelteinflüssen schützen. Jegliche Defekte oder Dickenfehler in mehrlagigen Verpackungen können verheerende Folgen haben, Produktschäden verursachen und mit Gefahren für Verbraucher verbunden sein. Daher ist es im Rahmen der Entwicklung von und Fehlersuche bei Multilayer-Verpackungen sehr wichtig, jede Lage abzubilden und ihre Dicke auf Mikrometer genau zu vermessen.

Agilent 8700 Laser Direct Infrared (LDIR) ist ein modernes System für chemisches Imaging, mit dem Polymerlagen chemisch identifiziert und mit hoher räumlicher Auflösung visualisiert werden können. Die Agilent Clarity Software bietet hoch entwickelte Visualisierungsfunktionen, und der Arbeitsablauf mit dem 8700 LDIR System im Rahmen von Verpackungsmaterialstudien ist schnell und effektiv. Er liefert Antworten auf wichtige Fragen für die Qualitätssicherung, die Fehleranalyse oder das Reverse Engineering.

## Wichtige Vorteile und Merkmale des 8700 LDIR Systems für chemisches Imaging für die Verbundstoffanalyse

- Intuitiver und automatisierter Arbeitsablauf von der Ladung der Probe bis zu ihrer Analyse dank Agilent Clarity Software.
- Vorbereitung von dünnen Proben in unter 5 Minuten mit der Agilent Probenhalterung.
- Das stark vergrößernde Lichtmikroskop liefert einen Überblick über die mehrlagige Verbundstoffstruktur mit einer räumlichen Auflösung bis 1  $\mu\text{m}$ .
- Das Bildgebungs-Feedback in Echtzeit während der Probenanalyse im Attenuated Total Reflectance(ATR)-Modus gewährleistet optimalen Kontakt und damit hochwertigste Spektren und Bilder.
- Die Erstellung von ATP-Mosaikbildern ist intuitiv und die Übergänge sind nahtlos – dank der hervorragenden Ausrichtung der Licht- und Infrarotbilder übereinander und dank der automatischen Näherung/Freigabe des Objektivs und der Datenerfassung im Hintergrund.
- Die Punktscan-Architektur erlaubt eine genaue Zentrierung in der Lage bzw. auf einen Punktdefekt, um ein möglichst „reines“ Spektrum zu messen.
- Schnelle Spektrenerfassung und Bildgebung dank lichtstarker Laserquelle und Schnellscan-Optiksystem.
- Für die Erzeugung der Bilder und Identifizierung der Lagen wird keine umfangreiche Chemometrik gebraucht.

### Analysebeispiele

Als Beispiel für einen mehrlagigen Verbundstoff wurde ein Verpackungsmaterial für Lebensmittel mit dem 8700 LDIR analysiert. Dieses Material besitzt mehrere Lagen, die teilweise nur 3  $\mu\text{m}$  dünn sind.

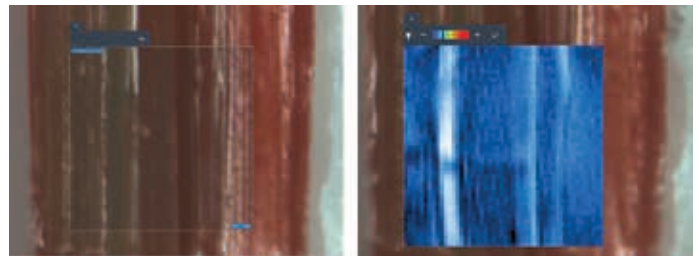
Zur Vorbereitung der Probe dienen die Agilent Verbundstoffhalterung und der Agilent Sample Planer (ein Mikrotom). Mit diesen Tools können Proben schnell und ohne Spezialkenntnisse vorbereitet werden. Der Verbundstoff wird einfach in die integrierte Klemme der Verbundstoffhalterung eingeführt. Dann werden sowohl der Verbundstoff als auch die Halterung in Scheiben geschnitten, um eine plane Oberfläche herzustellen. Dieses Design stützt perfekt, und der Verbundstoff wird beim Schneiden oder Imaging weder gebogen, noch gefaltet oder gespalten. Der gesamte Prozess dauert nur wenige Minuten und ist damit erheblich schneller als die herkömmliche Einbettung in Harz mit anschließender Polierung, die viele Stunden in Anspruch nimmt.

Nach der Probenvorbereitung kann die stark vergrößernde Lichtmikroskop-Kamera des LDIR Systems benutzt werden, um einen Überblick über die Verbundstoffstruktur zu erhalten und die verschiedenen Lagen anzusehen (Abb. 1). Die Gesamtdicke der Probe betrug 117  $\mu\text{m}$ .



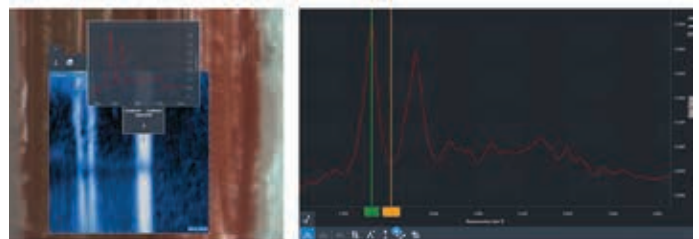
**Abbildung 1:** Hoch aufgelöstes Lichtmikroskopbild des Verbundstoffs (rot) zwischen stützenden Kunststoffmaterialien in der Probenhalterung (weiß).

Anschließend wurden Infrarotspektren der Verbundstofflagen mit ATR aufgenommen, um die Verteilung bei hoher räumlicher Auflösung zu visualisieren. Der Anwender kann dann Zielbereiche wählen, und die Software stellt automatisch einen Kontakt zwischen dem ATR-Objektiv und den ausgewählten Bereichen her. Das Bild-Feedback in Echtzeit zeigt eine Kontraständerung beim ersten Probenkontakt (Abb. 2).



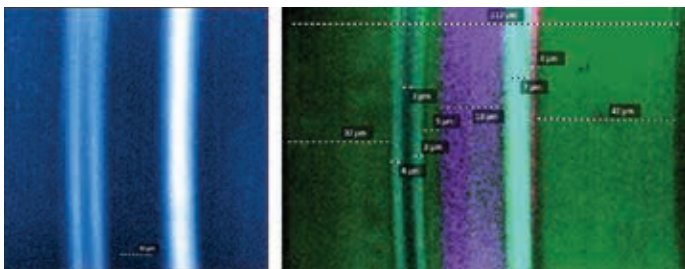
**Abbildung 2:** (links) Das für eine Analyse auf dem Lichtmikroskopbild des Verbundstoffs ausgesuchte ATR-Sichtfeld (80 x 80  $\mu\text{m}$ ). (rechts) ATR-Bild in Echtzeit nach Kontakt mit der Probe.

Wenn der Kontakt des ATR mit der Probe ganz hergestellt worden ist, kann in weniger als 5 Sekunden ein Reinsubstanz-Spektrum aufgenommen werden – mit einfachem Doppelklick (Abb. 3, links). Nach der automatischen Bibliotheksuche wurde die Polymerlage als Polyamid identifiziert.

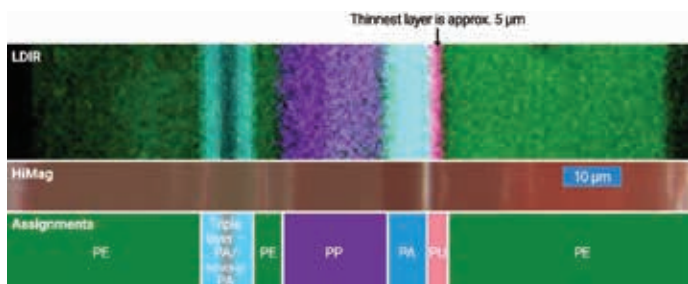


**Abbildung 3:** (links) Spektrenvoransicht nach Doppelklicken eines Zielpunktes. (rechts) Spektrumsansicht mit Bandenauswahl für das Imaging.

Um die Verteilung einer chemischen funktionellen Gruppe in allen Lagen im ATR-Sichtfeld (80 x 80 µm) darzustellen, wurde in weniger als 14 Sekunden und mit einer Pixelgröße von 0,2 µm mit einer ausgeprägten Bande im Spektrum (Abb. 3, rechts) das chemische Imaging durchgeführt (Abb. 4, links). Nach diesem intuitiven Prozess wurde eine chemische Infrarotvisualisierung aller Verbundstofflagen erstellt. Dazu wurde das Multi-Peak-Analysetool benutzt, mit dem für alle Verbundstofflagen die mit verschiedenen Spektrumbanden aufgenommenen Bilder miteinander kombiniert wurden (Abb. 4, rechts). Mit dem Maßstabs-Tool der Software wurde die Dicke jeder Lage gemessen.



**Abbildung 4:** (links) Verteilung der spektralen Bande von Polyamid. (rechts) Multipeak-Analyse der Verbundstoffprobe. Die Lagen wurde wie folgt identifiziert: Polyethylen (grün), Polyamid (türkis), Polypropylen (violett), Polyurethan (rosa) und Poly(ethylen)vinylalkohol (zwischen zwei türkisfarbenen Lagen auf der linken Seite).



**Abbildung 5:** (Oben) Die LDIR-Multipeak-Analyse zeigt die chemisch unterschiedlichen Lagen der Verbundstoffprobe. (Mitte) Stark vergrößertes Lichtmikroskopbild der Verbundstoffprobe. (Unten) Chemische Zuordnung der Polymerlagen: Polyethylen (PE), Polyamid (PA), Poly(ethylen)vinylalkohol (P(EVOH)), Polypropylen (PP) und Polyurethan (PU). Die dünnste gemessene Lage ist nur 2,6 µm dick.

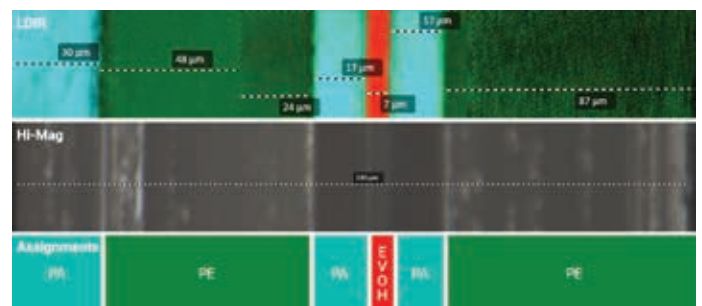
Im Verbundstoff wurden vier reine Polymerlagen und eine Lage mit einer Polymermischung beobachtet (Abb. 5). Das Spektrum der Mischung enthält gemäß den Treffern der Mischanalyse-Suche sowohl Anteile von Polyamid als auch von Poly(ethylen)vinylalkohol (EVOH). Durch Mosaikanordnung von zwei ATR-Bildern wurde die gesamte Breite des Verbundstoffs abgebildet und klassifiziert (Abb. 5). Die Lagen des Infrarotbildes sind perfekt auf die Lagen im Lichtmikroskopbild ausgerichtet. Die rosafarben gekennzeichnete dünne Polyurethan-Lage ist lediglich 2,6 µm dick und konnte nur dank der hohen Auflösung von LDIR gemessen und identifiziert werden.

Das chemische Imaging mit dem 8700 LDIR System hat den Vorteil, dass alle Lagen und ihre chemischen Identitäten mit der höchsten, von der Beugung erlaubten räumlichen Auflösung dargestellt werden können. Bei diesem Beispiel des chemischen Imaging des Lebensmittel-Verpackungsverbundstoffs sind

zwei Dinge bemerkenswert. Erstens besteht das, was im Lichtmikroskop wie eine einzelne Lage aussah (Abb. 5, links im mittleren Lichtmikroskopbild), tatsächlich aus drei Lagen.

Zweitens bestehen die Lagen rechts im mittleren Lichtmikroskopbild alle aus der gleichen Polymerverbindung Polyethylen, und der einzige Unterschied ist ein zugesetzter roter Farbstoff (Abb. 5). Die Beschaffenheit dieser Probe kann durch visuelle Prüfung allein nicht angemessen ermittelt werden.

In einem zweiten Beispiel für die Verbundstoffanalyse mit dem 8700 LDIR (Abb. 6) wurden sechs unterschiedliche Lagen identifiziert. Die Gesamtdicke betrug 230 µm. Ein ATR-Mosaikbild nach drei Kontakten deckte die gesamte Breite der Probe ab. Die ATR-Kontakte mit der Zielregion erfolgten nahtlos und automatisch. Achten Sie wiederum auf die perfekte Ausrichtung zwischen den Lichtmikroskop- und den chemischen Bildern.



**Abbildung 6:** (Oben) Das mit dem LDIR System erhaltene Bild nach einer Multipeak-Analyse der Verbundstoffprobe, auf dem die unterschiedlichen Lagen und Dicken erkennbar sind. (Mitte) Stark vergrößertes Lichtmikroskopbild des Verbundstoffs. (Unten) Identifizierung aller Lagen: Polyamid (PA), Polyethylen (PE) und Ethylenvinylalkohol (EVOH).

## Abschließende Bemerkungen

Das Agilent 8700 LDIR System für chemisches Imaging erlaubt die Ermittlung und Identifizierung aller Lagen einer Verbundstoffprobe. In den obigen Beispielen konnten mit einem 8700 LDIR System Lagen mit einer Dicke unter 3 µm identifiziert werden. Dank der von Agilent eingeführten anwenderfreundlichen Probenvorbereitung können sich die Anwender auf das Verständnis der Verbundstoffchemie konzentrieren statt auf die Probenvorbereitung. Die intuitiven Arbeitsabläufe ermöglichen die chemische Untersuchung von Verbundstofflagen in Echtzeit. Außerdem können nahtlose ATR-Mosaikbilder erstellt werden – dank perfekter Ausrichtung der Lichtmikroskop- und Infrarotbilder, der automatischen Näherung/Freigabe des Objektivs und der Datenerfassung im Hintergrund. Das Agilent 8700 LDIR System für chemisches Imaging ist ein Tool für die Analyse von Verpackungsmaterialien, das unübertroffene Geschwindigkeit mit einer überlegenen Spektrqualität und räumlichen Auflösung kombiniert. So erhalten Sie die von der Qualitätssicherung, der Fehleranalyse und dem Bereich Reverse Engineering geforderten Antworten.

[www.agilent.com/chem/8700-ldir](http://www.agilent.com/chem/8700-ldir)

**Ausschließlich zu Forschungszwecken. Nicht für Diagnoseverfahren geeignet.**

Änderungen vorbehalten.

© Agilent Technologies, Inc. 2018  
Gedruckt in den USA, 26. September 2018  
5994-0312DEE

