

# Analyse de matériaux d'emballages multicouches à l'aide de l'imagerie LDIR (Laser Direct Infrared)



## Introduction

Les matériaux d'emballages stratifiés multicouches constituent un système complexe, aussi bien au niveau structurel que chimique. Ces matériaux, malgré leur épaisseur de quelques centaines de micromètres seulement, comprennent de nombreuses couches distinctes de polymères assurant chacune une fonction spécifique. En fonction de son identité chimique et de son épaisseur, une couche peut procurer de la résistance mécanique, permettre de réguler la perméabilité, ou assurer une protection vis-à-vis de l'environnement. Tout défaut ou erreur d'épaisseur dans un emballage multicouche peut avoir un effet dévastateur, endommageant le produit et faisant courir un risque au consommateur. C'est pourquoi, lors du développement d'emballages multicouches et de la résolution des problèmes associés, il est essentiel de cartographier chaque couche et de mesurer précisément son épaisseur à l'échelle micrométrique.

Le système d'imagerie chimique LDIR (Laser Direct Infrared) Agilent 8700 est un système d'imagerie chimique sophistiqué capable d'identifier chimiquement et de visualiser des couches de polymère avec une grande résolution spatiale. Les fonctionnalités de visualisation avancées du logiciel intuitif Clarity d'Agilent permettent au LDIR 8700 de s'inscrire dans des procédures de travail rapides et efficaces pour l'étude des matériaux d'emballage. Ces procédures de travail révèlent les réponses aux questions clés soulevées par l'assurance qualité, l'analyse des défaillances ou l'ingénierie inverse.

## Principaux avantages et caractéristiques du système d'imagerie chimique LDIR 8700 pour l'analyse des stratifiés

- Le logiciel Clarity d'Agilent fournit un flux de tâches intuitif et automatisé, du chargement des échantillons jusqu'à l'analyse.
- Le porte-échantillons Agilent permet de préparer des échantillons de très faible épaisseur en moins de 5 minutes.
- Le microscope à lumière visible à fort pouvoir grossissant donne une vue d'ensemble de la structure des stratifiés multicouches avec une résolution spatiale pouvant atteindre 1  $\mu\text{m}$ .
- Le retour en direct de l'imagerie pendant le contact avec l'échantillon en mode réflexion totale atténuée (ATR) automatisé assure un contact optimal et permet d'obtenir des spectres et des images de la plus haute qualité.
- La représentation sous forme de mosaïque en ATR est intuitive et simple, et offre un superbe alignement visible-infrarouge, une approche et une libération automatisées, et un traitement de l'arrière-plan.
- L'architecture de balayage par points mesure le centre exact d'un défaut dans une couche ou en un point pour recueillir le spectre le plus pur possible.
- Une source laser brillante et une optique à balayage rapide permettent de réaliser rapidement l'acquisition des spectres et l'imagerie.
- Aucune chimiométrie poussée n'est nécessaire pour la génération des images et l'identification des couches.

## Exemples d'analyse

L'un des stratifiés analysés avec le LDIR 8700 est un matériau d'emballage alimentaire composé de plusieurs couches d'une épaisseur allant jusqu'à 3  $\mu\text{m}$ .

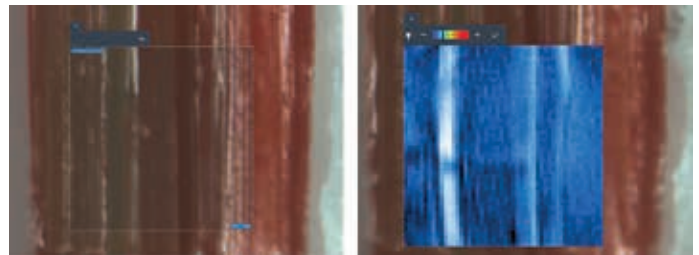
Le porte échantillon pour stratifié et le Sample Planer (un microtome) d'Agilent ont été utilisés pour préparer l'échantillon. Ces outils permettent une préparation rapide des échantillons et ne nécessitent aucune compétence particulière. Le stratifié est simplement inséré dans la pince intégrée au porte échantillon pour stratifié. Puis le stratifié et son support sont tranchés pour créer une surface plane. Cette disposition assure un support parfait, sans pliage, courbure ou fendillement du stratifié lors de la découpe ou de l'imagerie. L'ensemble du processus ne prend que quelques minutes, ce qui est bien plus rapide que l'inclusion en résine et le polissage classiques qui nécessitent de nombreuses heures.

Une fois l'échantillon préparé, la caméra en lumière visible à fort grossissement du système LDIR a permis d'obtenir une vue d'ensemble de la structure du stratifié, révélant de multiples couches (Fig. 1). L'épaisseur totale de l'échantillon était de 117  $\mu\text{m}$ .



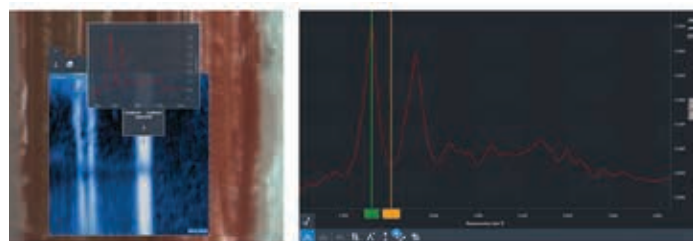
**Figure 1.** Image haute résolution en lumière visible du stratifié (en rouge) prise en sandwich entre les matériaux de support en plastique du porte-échantillon (en blanc).

L'ATR a ensuite permis d'acquérir des spectres infrarouges des couches de stratifié pour visualiser leur distribution à haute résolution spatiale. Le logiciel établit un contact ATR automatisé avec n'importe quelle zone d'intérêt sélectionnée par l'utilisateur. Le retour d'image en direct indique un changement de contraste au tout début de l'entrée en contact avec l'échantillon (Fig. 2).



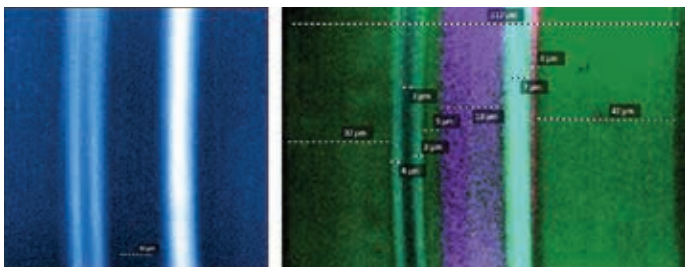
**Figure 2.** (À gauche) Champ de vision de l'ATR (80 x 80  $\mu\text{m}$ ) sélectionné pour l'analyse sur l'image visuelle du stratifié. (À droite) Image ATR en direct après entrée en contact avec l'échantillon.

Une fois l'ATR en contact total avec l'échantillon, un spectre pur a été obtenu en moins de 5 secondes par un simple double-clic (Fig. 3, à gauche). Une recherche automatique dans la bibliothèque a permis d'identifier que la couche de polymère était du polyamide.

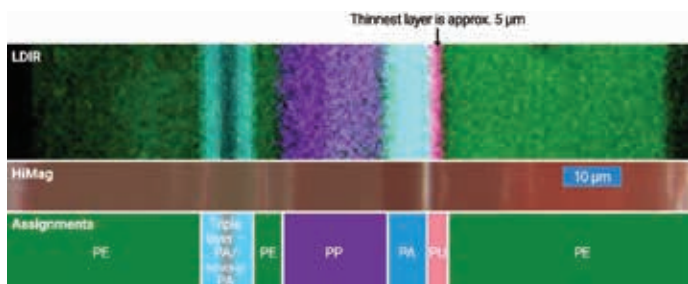


**Figure 3.** (À gauche) Aperçu spectral après un double-clic sur un point d'intérêt. (À droite) Affichage du spectre avec la sélection de bande pour l'imagerie.

Enfin, pour visualiser la distribution d'un groupement fonctionnel chimique dans toutes les couches dans le champ de vision de l'ATR (80 x 80 µm), une bande importante du spectre (Fig. 3, à droite) a été analysée (Fig. 4, à gauche) en moins de 14 secondes avec une taille de pixel de 0,2 µm. Suite à ce processus intuitif, une visualisation chimique infrarouge de toutes les couches du stratifié a été obtenue à l'aide de l'outil d'analyse multicouche associant les images chimiques prises avec différentes bandes spectrales (Fig. 4, à droite) pour chaque couche du stratifié. L'outil de mesure de distance (règle) intégré au logiciel a servi à mesurer l'épaisseur de chaque couche.



**Figure 4.** (À gauche) Distribution de la bande spectrale en polyamide. (À droite) Analyse multicouche de l'échantillon stratifié. Les couches ont été identifiées comme étant du polyéthylène (en vert), du polyamide (en cyan), du polypropylène (en violet), du polyuréthane (en rose) et du poly(éthylène/alcool vinylique) (entre deux couches cyan du côté gauche).



**Figure 5.** (En haut) Analyse LDIR multi pics montrant les couches chimiques de l'échantillon stratifié. (Au milieu) Image à fort grossissement en lumière visible de l'échantillon stratifié. (En bas) Attribution chimique des couches de polymère : polyéthylène (PE), polyamide (PA), poly(éthylène/alcool vinylique) (P(EVOH)), polypropylène (PP) et polyuréthane (PU). La couche la plus mince ayant été observée ne faisait que 2,6 µm d'épaisseur.

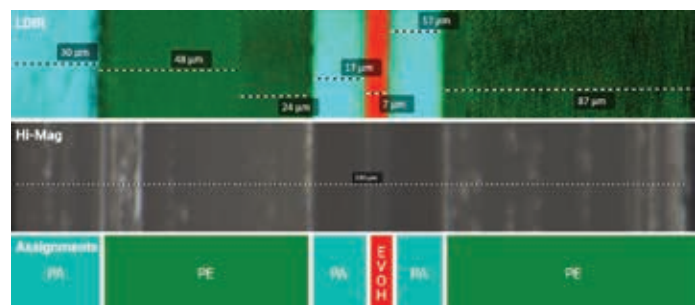
Quatre couches de polymère pur et une couche de polymère mélangé ont été observées dans le stratifié (Fig. 5). Les résultats de la recherche associée au spectre du mélange ont montré que ce mélange contient du polyamide et du poly(éthylène/alcool vinylique) (P(EVOH)). La totalité de la largeur du stratifié a été imagée et subdivisée en réalisant une mosaïque de deux images ATR (Fig. 5). Les couches de l'image infrarouge s'alignent parfaitement avec celles de l'image dans le visible. La couche mince de polyuréthane est indiquée en rose et n'a que 2,6 µm d'épaisseur ; elle n'a pu être mesurée et identifiée que grâce à la haute résolution de la technique LDIR.

L'imagerie chimique avec le LDIR 8700 présente l'avantage de révéler toutes les couches ainsi que leur identité chimique, avec la résolution spatiale la plus élevée pouvant être obtenue par diffraction. L'exemple d'imagerie chimique du stratifié d'emballage alimentaire met en avant deux points

intéressants. Premièrement, il montre que ce qui semblait être une simple couche unique dans l'image de microscopie en lumière visible (Fig. 5, à gauche de l'image centrale « Hi-mag ») correspond en fait à trois couches.

Deuxièmement, il révèle que les couches situées sur le côté droit de l'image du stratifié en lumière visible sont toutes constituées du même composé polymère, du polyéthylène, la seule différence étant la présence d'un colorant rouge (Fig. 5). Un examen visuel seul ne permet pas de déterminer la composition de cet échantillon.

Dans un second exemple d'analyse de stratifié avec le LDIR 8700 (Fig. 6), six couches distinctes ont été identifiées, pour une épaisseur totale de 230 µm. Une image de type mosaïque par ATR avec trois contacts a permis de couvrir toute la largeur de l'échantillon. Le contact ATR avec la zone d'intérêt a été réalisé de manière simple et automatique. Encore une fois, vous noterez l'alignement parfait entre l'image chimique et l'image en lumière visible.



**Figure 6.** (En haut) Image chimique LDIR obtenue à l'aide d'une analyse multicouche de l'échantillon stratifié, montrant différentes couches et épaisseurs. (Au milieu) Image en lumière visible à fort grossissement du stratifié. (En bas) Identités de chaque couche : polyamide (PA), polyéthylène (PE) et éthylène alcool vinylique (EVOH).

## Conclusion

Le système d'imagerie chimique LDIR Agilent 8700 offre la possibilité de rechercher et d'identifier toutes les couches d'un échantillon stratifié. Dans les exemples présentés ci-dessus, le LDIR 8700 a permis d'identifier des couches de moins de 3 µm d'épaisseur. La simplicité d'utilisation de la préparation d'échantillons introduite par Agilent permet aux utilisateurs de se concentrer sur la compréhension de la chimie des stratifiés plutôt que sur la maîtrise de la préparation des échantillons. Des procédures de travail intuitives permettent l'exploration chimique des couches de stratifié en temps réel. De même, la représentation ATR sous forme de mosaïque est simple à réaliser grâce à un alignement parfait infrarouge-visible, une approche et une libération automatisées et la collecte des données de l'arrière-plan. Le système d'imagerie chimique LDIR Agilent 8700 fournit aux utilisateurs un outil pour analyser les matériaux d'emballage à une vitesse sans précédent, avec une qualité spectrale et une résolution spatiale supérieures, assurant ainsi les réponses exigées par l'assurance qualité, l'analyse des défaillances et l'ingénierie inverse.

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

**Destiné à la recherche uniquement. Ne pas utiliser à des fins diagnostiques.**

Ces informations peuvent être modifiées sans préavis.

© Agilent Technologies, Inc. 2018  
Imprimé aux États-Unis, le 26 septembre 2018  
5994-0312FR

