

## Análisis de materiales de envases multicapa mediante adquisición de imágenes por microscopía infrarroja directa por láser (LDIR)



### Introducción

Los materiales laminados de los envases multicapa son un sistema complejo, tanto estructural como químicamente. Estos materiales, a pesar de que solo tienen unos pocos cientos de micrones de grosor, contienen numerosas capas diferenciadas de polímeros, cada una de ellas diseñada para una función específica. En función de su identidad química y grosor, una capa puede aportar resistencia mecánica, control de la permeabilidad o protección frente al entorno. Cualquier defecto o error de grosor en el envase multicapa puede tener enormes consecuencias y provocar daños en el producto o generar un riesgo para los consumidores. Por lo tanto, al desarrollar envases multicapa y realizar tareas de resolución de problemas que los afecten, es fundamental cartografiar cada capa y medir con precisión su grosor en la escala micrométrica.

El sistema de adquisición de imágenes químicas por microscopía infrarroja directa por láser (LDIR) Agilent 8700 es un sofisticado instrumento que permite identificar químicamente y visualizar las capas poliméricas con una alta resolución espacial. Gracias a las funciones de visualización avanzadas que aporta el intuitivo software Agilent Clarity, el sistema LDIR 8700 facilita un flujo de trabajo rápido y eficaz para el estudio de los materiales de los envases. Este flujo de trabajo da respuesta a las principales preguntas en los procesos de garantía de calidad, análisis de fallos o ingeniería inversa.

## Principales ventajas y características del sistema de adquisición de imágenes químicas LDIR 8700 para el análisis de materiales laminados

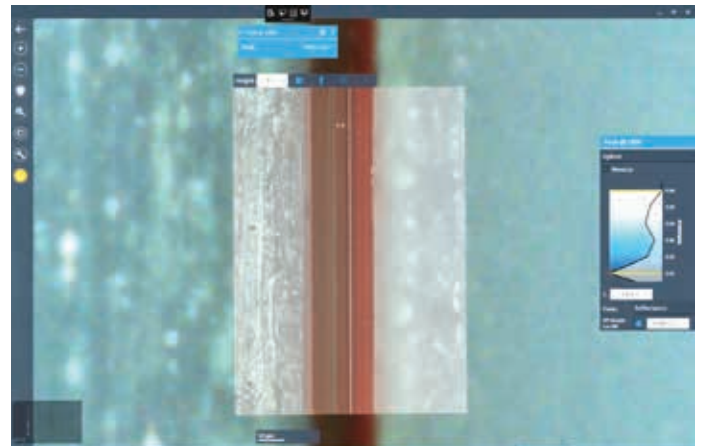
- El software Agilent Clarity proporciona un flujo de trabajo intuitivo y automatizado desde la carga de muestras hasta el análisis.
- El soporte de muestras Agilent permite preparar muestras finas en menos de 5 minutos.
- El microscopio de luz visible y gran aumento ofrece una visión general de la estructura del material laminado multicapa con una resolución espacial de hasta 1  $\mu\text{m}$ .
- La retroalimentación de imágenes en tiempo real durante el contacto de la muestra con el sistema automatizado de reflectancia total atenuada (ATR) asegura un contacto óptimo y espectros e imágenes de máxima calidad.
- La obtención de imágenes en mosaico de ATR es intuitiva y sencilla gracias al excelente alineamiento visible-infrarrojo, al planteamiento y el lanzamiento automatizados y a la adquisición de datos de referencia.
- La arquitectura de barrido por puntos mide el centro exacto de una capa o un defecto puntual para obtener el espectro más puro posible.
- La fuente láser brillante y la óptica de barrido rápido permiten adquirir espectros e imágenes químicas con rapidez.
- No se necesitan quimiometrías complejas para la generación de imágenes y la identificación de capas.

## Ejemplos de análisis

Uno de los materiales laminados analizados con el sistema LDIR 8700 es un material de un envase alimentario compuesto por varias capas de solo 3  $\mu\text{m}$  de grosor.

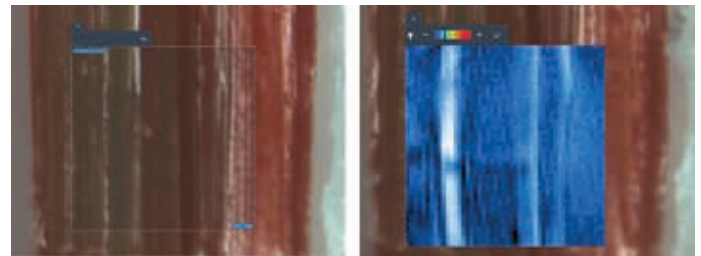
Para la preparación de la muestra se utilizaron el soporte para materiales laminados Agilent y el Agilent Sample Planer (un microtomo). Con estas herramientas, la preparación de muestras resulta rápida y no requiere competencias especiales. Basta con insertar el material laminado en la abrazadera integrada en el soporte para materiales laminados. Luego, tanto el material laminado como el soporte se cortan para crear una superficie plana. Este diseño garantiza un soporte perfecto, sin que el material laminado pandee, se doble o se divida durante el corte o la adquisición de imágenes. Todo el proceso lleva tan solo unos minutos; es decir, es inmensamente más rápido que el proceso convencional de incrustación en resina y pulido, que requiere varias horas.

Después de la preparación de la muestra, se utilizó la cámara visible de gran aumento del sistema LDIR para obtener una panorámica de la estructura del material laminado, en la que se pueden observar múltiples capas (Fig. 1). El grosor total de la muestra fue de 117  $\mu\text{m}$ .



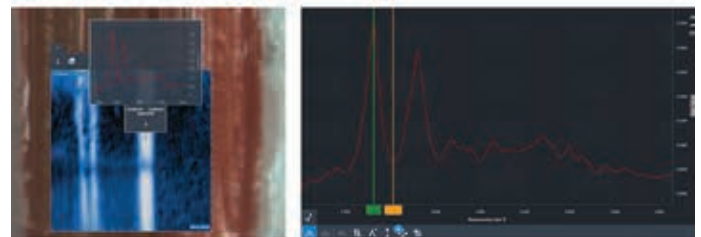
**Figura 1.** Imagen visible de alta resolución del material laminado (rojo) intercalado entre materiales plásticos de soporte en el soporte de muestras (blanco).

A continuación, se utilizó el modo de ATR para adquirir el espectro infrarrojo de las capas del material laminado y visualizar su distribución con una alta resolución espacial. El software lleva a cabo el contacto del sistema ATR de forma automatizada en cualquier área de interés seleccionada por el usuario. La imagen retroalimentada en tiempo real muestra un cambio de contraste en el momento del contacto inicial con la muestra (Fig. 2).



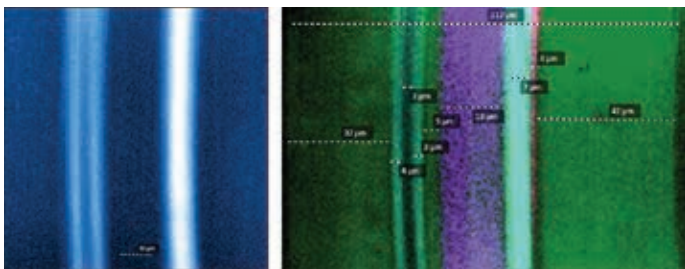
**Figura 2.** Izquierda: campo de visualización de ATR (80 x 80  $\mu\text{m}$ ) seleccionado para el análisis de la imagen visual del material laminado. Derecha: imagen de ATR en tiempo real después del contacto con la muestra.

Una vez que el sistema ATR estuvo en contacto total con la muestra, se obtuvo un espectro puro en menos de 5 segundos, simplemente haciendo doble clic (Fig. 3, izquierda). La búsqueda automática en la biblioteca identificó la capa de polímero como poliamida.

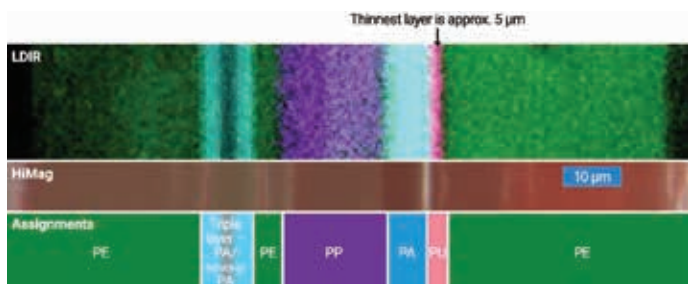


**Figura 3.** Izquierda: vista previa del espectro después de hacer doble clic en un punto de interés. Derecha: vista del espectro con la banda seleccionada para la adquisición de imágenes.

Por último, para visualizar la distribución de un grupo funcional químico en todas las capas dentro del campo de visualización de ATR (80 x 80  $\mu\text{m}$ ), se adquirió una imagen (Fig. 4, izquierda) de una banda amplia del espectro (Fig. 3, derecha) en menos de 14 segundos con un tamaño de píxel de 0,2  $\mu\text{m}$ . Tras este intuitivo proceso, se obtuvo una imagen química infrarroja de todas las capas del material laminado con la herramienta de análisis múltipico, que combinó las imágenes químicas adquiridas con diferentes bandas espectrales (Fig. 4, derecha) para cada capa del material laminado. Se utilizó la regla disponible en el software para medir el grosor de cada capa.



**Figura 4.** Izquierda: distribución de la banda espectral de la poliamida. Derecha: análisis de múltiples picos de la muestra de material laminado. Las capas fueron identificadas como polietileno (verde), poliamida (cian), polipropileno (púrpura), poliuretano (rosa) y copolímero de etileno y alcohol vinílico (entre dos capas de color cian situadas a la izquierda).



**Figura 5.** Arriba: análisis LDIR múltipico que muestra las capas químicas de la muestra de material laminado. Centro: imagen visible de gran aumento de la muestra de material laminado. Abajo: asignación química de las capas de polímero como polietileno (PE), poliamida (PA), copolímero de etileno y alcohol vinílico (EVOH), polipropileno (PP) y poliuretano (PU). La capa más delgada observada tenía solo 2,6  $\mu\text{m}$  de grosor.

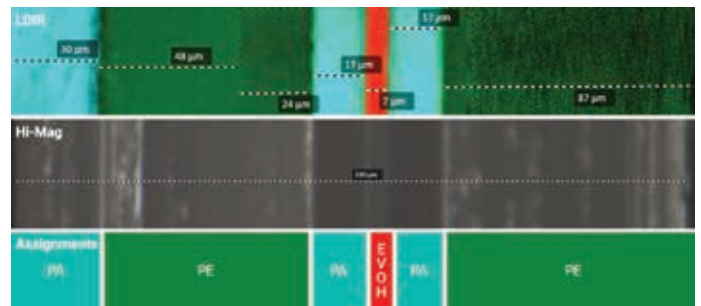
En el material laminado se observaron cuatro capas de polímero puro y una capa polimérica mixta (Fig. 5). A partir de los resultados de la búsqueda de análisis de mezclas, se comprobó que el espectro mixto contenía poliamida y un copolímero de etileno y alcohol vinílico (EVOH). El ancho total del material laminado se representó y clasificó mediante un mosaico de dos imágenes de ATR (Fig. 5). Las capas de la imagen infrarroja se alinean perfectamente con las de la imagen visible. La fina capa de poliuretano que aparece destacada en rosa es de solo 2,6  $\mu\text{m}$  de grosor, y solo se puede medir e identificar con la alta resolución del sistema LDIR.

La ventaja de la adquisición de imágenes químicas con el sistema LDIR 8700 es que muestra e identifica todas las capas con la resolución espacial máxima permitida por la difracción. Hay dos cosas que vale la pena destacar de este ejemplo de adquisición de imágenes químicas de un material laminado

para envases alimentarios. En primer lugar, muestra que lo que parecía ser una sola capa en la imagen del microscopio visible (Fig. 5, imagen central de gran aumento a la izquierda) son de hecho tres capas.

En segundo lugar, muestra que las capas del lado derecho de la imagen visible del material laminado son todas del mismo polímero (polietileno), con la única diferencia de que se le ha agregado tinte rojo (Fig. 5). La inspección visual por sí sola no es adecuada para determinar la composición de esta muestra.

En un segundo ejemplo de análisis de un material laminado con el sistema LDIR 8700 (Fig. 6), se identificaron seis capas distintas con un grosor total de 230  $\mu\text{m}$ . La imagen en mosaico por ATR de tres contactos abarcó todo el ancho de la muestra. El contacto del sistema ATR con el área de interés se realizó de forma impecable y automática. Una vez más, cabe destacar el perfecto alineamiento entre las imágenes visibles y químicas.



**Figura 6.** Arriba: imagen química obtenida por LDIR mediante un análisis de múltiples picos de la muestra de material laminado, en el que pueden observarse diferentes capas y grosores. Centro: imagen de luz visible de gran aumento del material laminado. Abajo: identificación de cada capa: poliamida (PA), polietileno (PE) y copolímero de etileno y alcohol vinílico (EVOH).

## Conclusión

El sistema de adquisición de imágenes químicas LDIR Agilent 8700 permite detectar e identificar todas las capas de una muestra de material laminado. En los ejemplos anteriores, el sistema LDIR 8700 identificó capas de menos de 3  $\mu\text{m}$  de grosor. La facilidad de uso del sistema de preparación de muestras de Agilent permite a los usuarios centrarse en la comprensión de las características químicas de los materiales laminados en lugar de en dominar la preparación de muestras. Los flujos de trabajo intuitivos permiten estudiar la estructura química de las capas de un material laminado en tiempo real. Del mismo modo, la adquisición de imágenes en mosaico de ATR es impecable gracias al perfecto alineamiento visible-infrarrojo, al planteamiento y el lanzamiento automatizados y a la recogida de datos de referencia. El sistema de adquisición de imágenes químicas LDIR Agilent 8700 proporciona a los usuarios una herramienta para analizar materiales de envases a una velocidad inigualable y con una calidad espectral y una resolución espacial excelentes, lo que permite obtener respuesta a las preguntas que suelen plantearse en los procesos de garantía de calidad, análisis de fallos e ingeniería inversa.

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

**Solo para uso en investigación. Prohibido su uso en procedimientos diagnósticos.**

Esta información está sujeta a cambios sin previo aviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2018  
Impreso en EE. UU., 26 de septiembre de 2018  
5994-0312ES

