# Charakterisierung von Folien durch präzise Materialanalyse

**Dr. Daniel Wachtendorf**

*Die Materialcharakterisierung von Folien spielt eine entscheidende Rolle in der Forschung und Industrie, insbesondere bei der Entwicklung und Qualitätssicherung von Verpackungsmaterialien, technischen Folien und Verbundwerkstoffen. Um die Struktur, Zusammensetzung und thermischen Eigenschaften dieser Materialien genau zu analysieren, kommen verschiedene bewährte Verfahren zum Einsatz.*

Die genaue Analyse von Verbundfolien ist essenziell, um deren Struktur und Eigenschaften zu verstehen. Sie wird häufig zur Klärung folgender Fragestellungen benötigt:

**1. Materialinformation:**
Wie ist die Folie aufgebaut? Diese Frage ist besonders relevant, wenn das Material unbekannt ist – beispielsweise zur Beurteilung der Recyclingfähigkeit.

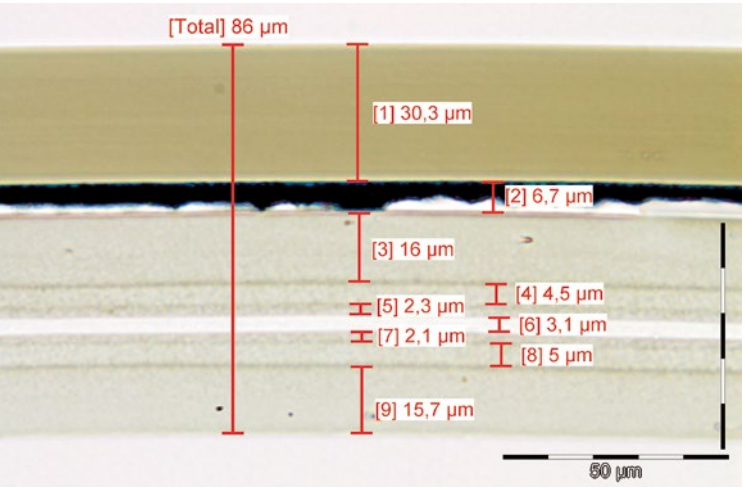
**2. Verwechslung vermeiden:**
Entspricht die gelieferte Folie tatsächlich der bestellten Spezifikation?

**3. Fehlersuche in der Rezeptur:**
Liegt eine Abweichung oder Verwechslung in der Zusammensetzung vor?

**4. Wettbewerbsanalyse:**
Welche Folienvarianten existieren am Markt – auch von Mitbewerbern – für spezifische Anwendungen?
Der Innoform Testservice in Oldenburg bietet ein umfassendes Analysenpaket zur präzisen Bestimmung des Folienaufbaus und der Materialzusammensetzung. Dieses umfasst Mikrotomquerschnitte, DSC (Differential Scanning Calorimetry), Polarisationsthermomikroskopie und Infrarot-(IR)-Spektroskopie. Mit diesen Methoden lassen sich fundierte Erkenntnisse gewinnen, die für Qualitätssicherung, Produktentwicklung und Marktanalysen unverzichtbar sind.

Beim Eingang der Kundenprobe wird zunächst ein schneller Mikrotomquerschnitt angefertigt. Dieser gibt eine erste Übersicht über die Komplexität der Probe und dient als Grundlage für die Planung weiterer Untersuchungen. Nach der Ermittlung des erforderlichen Analyseaufwands wird ein detaillierterer Mikrotomquerschnitt erstellt, der unter hoher Vergrößerung meist im Durchlicht betrachtet wird. Diese Methode erlaubt es, die Anzahl der Schichten, deren Dicken und grundlegenden Aufbau exakt zu bestimmen.

Die erstellten Bilder dienen nicht nur als Orientierung für weiterführende Analysen, sondern auch zur anschaulichen Visualisierung für den Auftraggeber. Moderne Mikroskope liefern dabei exzellente Ergebnisse und sind eine wesentliche Voraussetzung für die nachfolgende Materialcharakterisierung. Der Mikrotomquerschnitt bildet somit einen zentralen Bestandteil der Analyse und stellt zusammen mit der tabellarischen Ergebniszusammenfassung das Herzstück unserer Berichte dar.




Quelle: Innoform Testservice

*Der Mikrotomquerschnitt einer Folie*

| DSC-Gesamtprobe Tpm [°C] | Schicht Nr. | Schichtdicke [µm] | Tm [°C] (mikroskopisch) | IR-Analyse charakteristische Banden von: | Werkstoff (Interpretation auf Basis der durchgeführten Untersuchungen) |
|---|---|---|---|---|---|
| 110,0<br>121,2<br>161,3<br>180,2* | 1 | 30 (≤ 1 / 30) | 165 | PP | PP- Coex (orientiert) |
| | 2 | 7 | - | PUR + ? | Druckfarbe + Kleber |
| | 3** (3a / 3b) | 16 | 110 | PE | PE |
| | | | 109 | PE | PE |
| | 4 | 5 | 123 | PE | PE |
| | 5 | 2 | 123 | PE | möglicherweise Haftvermittler auf PE-Basis |
| | 6 | 3 | 180 | EVOH | EVOH |
| | 7 | 2 | 123 | PE | möglicherweise Haftvermittler auf PE-Basis |
| | 8 | 5 | 123 | PE | PE |
| | 9** (9a / 9b) | 16 | 109 | PE | PE |
| | | | 110 | PE | PE |
| | Summe | 86 | | | |

Quelle: Innoform Testservice

*Zusammenfassung der Untersuchungsergebnisse einer Folie*

## Thermische Analyse

Der zweite Schritt ist die Differential Scanning Calorimetry (DSC), eine präzise Methode zur thermischen Analyse der Probe. Vor Beginn dieser Untersuchung müssen jedoch Halogene ausgeschlossen werden. Dies erfolgt mithilfe der Beilsteinprobe, einer einfachen chemischen Nachweismethode für Halogene wie PVC oder PVDC. Dabei wird ausgenutzt, dass Halogene in Gegenwart von Kupfer charakteristische grüne Flammenfärbungen erzeugen. Enthält die Folie Halogene, wird auf die DSC-Analyse verzichtet, da entstehende Gase den Sensor des Geräts beschädigen könnten.

Fällt die Beilsteinprobe negativ aus, wird ein Thermogramm der Probe erstellt. Dieses liefert wichtige thermische Parameter wie Schmelztemperaturen, Schmelzenthalpien (Energieaufnahme oder -abgabe) sowie Kristallinitäts- und Glasübergangstemperaturen. Obwohl die DSC keine schichtspezifischen Ergebnisse liefert, bietet sie einen umfassenden Überblick über die thermischen Eigenschaften der gesamten Probe. Besonders in Kombination mit der Heiztischmikroskopie lassen sich typische Werk-

stoffe wie Polyethylen (PE) präzise identifizieren.

### Analyse des Schmelzverhaltens einzelner Schichten

Ein weiterer wichtiger Schritt der Materialcharakterisierung ist die Heiztischmikroskopie. Diese ermöglicht die detaillierte Untersuchung des Schmelzverhaltens einzelner Schichten von Verbundfolien. Nach der Anfertigung eines Mikrotomquerschnitts wird die Probe ohne Medium auf einem Glasträger im Durchlichtmikroskop positioniert. Dort wird sie schrittweise in einer Art „Miniofen" erhitzt und kontinuierlich beobachtet.

Durch spezielle Polarisationsfilter entsteht ein Dunkelfeld, in dem teilkristalline Schichten als helle Bereiche sichtbar werden. Durch eine kontrollierte Temperaturerhöhung lassen sich die Schmelzbereiche exakt bestimmen. Beim Erreichen des Schmelzpunkts verschwindet die Doppelbrechung, wodurch die zuvor hellen Schichten dunkel erscheinen. Dieses Verfahren erlaubt es, die thermischen Eigenschaften einzelner Schichten genau zu bestimmen – auch bei eingefärbten Schichten, beispielsweise mit $TiO_2$, die eine besondere Herausforderung darstellen.

### Chemische Analyse der Zusammensetzung

Zur Ergänzung der thermischen Analysen kommt die Infrarot-(IR)-Spektroskopie zum Einsatz. Diese Methode liefert detaillierte chemische Informationen über die Zusammensetzung der einzelnen Schichten. Zunächst werden die Außenschichten der Probe mittels ATR (abgeschwächte Totalreflexion)-Spektroskopie untersucht. Anschließend wird ein Mikrotomquerschnitt erstellt, der in einem speziell entwickelten Edelstahlhalter für Durchlichtmessungen positioniert wird.

Mithilfe eines Infrarot-Spektrometers können Spektren der einzelnen Schichten aufgenommen und mit Referenzspektren verglichen werden. Diese Untersuchung ergänzt die thermischen Analysen und dient als zweite Verifizierung der Ergebnisse. Auch die Zwischenschichten einer Probe können mithilfe des IR-Mikroskops analysiert werden, so dass sich ein vollständiger und detaillierter Aufbau der Verbundfolie ergibt.

### Fazit: Umfassende Charakterisierung durch kombinierte Analysen

Durch die Kombination mechanischer, thermischer und chemischer Analysen bietet das Analysenpaket von Innoform Testservice eine Möglichkeit, Folien detailliert zu charakterisieren. Vom ersten Mikrotomquerschnitt bis hin zur abschließenden IR-Spektroskopie entsteht ein umfassendes Bild der Materialstruktur und Zusammensetzung.

Diese präzise Vorgehensweise liefert nicht nur wertvolle Erkenntnisse für technische und industrielle Anwendungen, sondern setzt auch einen hohen Standard in der modernen Foliencharakterisierung. ■

*„Der Innoform Testservice in Oldenburg bietet ein umfassendes Analysenpaket zur präzisen Bestimmung des Folienaufbaus und Materialcharakterisierung an."*