

Identifizierung und Qualifizierung von Polymeren mit DSC und *Identify*

Dr. Alexander Schindler, Research & Development Software

Einleitung

Identify ist ein integraler Bestandteil der *Proteus*®-Analysesoftware und repräsentiert eine einzigartige Datenbank für die thermische Analyse. Mit nur einem Klick können Messkurven – selbst solche, die noch nicht ausgewertet wurden – mit gespeicherten Kurven und Literaturdaten abgeglichen werden. Dadurch erkennt *Identify* automatisch Kurven und Materialien und kann auch im Bereich Qualitätskontrolle eingesetzt werden. Zudem dient *Identify* als Archiv- und Datenverwaltungssystem zur Speicherung von Messungen inklusive Messbedingungen.

Auf einen Blick: *Identify* ...

- ist ein einzigartiges Datenbanksystem für thermische Analyse.
- beinhaltet mehr als 2650 Datenbankeinträge (Messungen und Literaturdaten).
- bietet NETZSCH-Bibliotheken und Nutzerbibliotheken sowie die [KIMW-Datenbank](#).
- deckt die Materialien Polymere, Organika, Lebensmittel, Pharma, Metalle/Legierungen, Keramik, Anorganika ab.

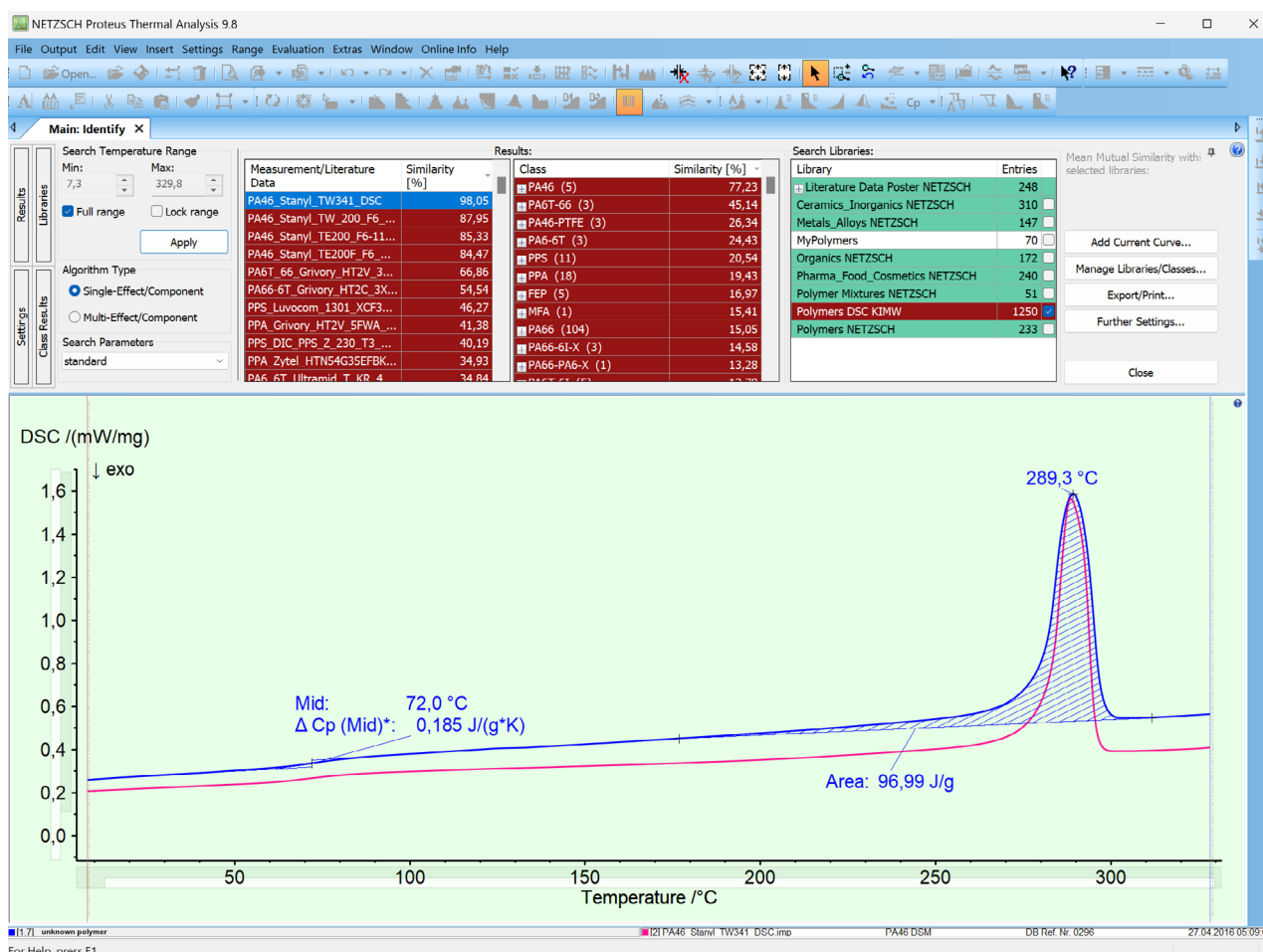
- unterstützt die Mess-/Signaltypen: DSC, TG, *c-DTA*®, STA, DIL, TMA, c_p , DMA.
- kann gleichzeitig TG und DSC oder *c-DTA*® zur Identifizierung einbeziehen.
- dient zur Kurven- und Materialidentifizierung.
- bietet Qualitätskontrolle ("PASS!"/"FAIL!" Validierung).
- erlaubt stets vollen Zugriff auf die gesamte Datenbank (einschließlich Auswertungen und Messbedingungen).
- ermöglicht das Filtern von Datenbankeinträgen.
- kann Messkurven von mehreren Datenbankeinträgen überlagern.
- liefert anpassbare Berichte.

Weitere Informationen einschließlich Anwendungsbeispielen finden Sie auf der [Identify landing page](#).

Identifizierung eines Polymers

Abbildung 1 zeigt die Identifizierung eines Polymers aus der zweiten Aufheizung einer DSC-Messung. Mit einem einzigen Klick wurden der Glasübergang bei 72 °C sowie der Schmelzeffekt mit einer Peak-Temperatur von 289 °C durch *AutoEvaluation* autonom ausgewertet, und die *Identify*-Ergebnisse wurden sofort angezeigt: Der beste

Treffer der Datenbanksuche ist das Polymerprodukt „PA46 Stanyl TW341“. Alle anderen 173 in der ausgewählten KIMW-Datenbank vertretenen Polymertypen, wie etwa PA6T-66, können ausgeschlossen werden, was die Aussagekraft des Ergebnisses erhöht: Das unbekannte Polymer ist mit hoher Sicherheit ein Polyamid vom Typ PA46, insbesondere wurden keine Verunreinigungen festgestellt.

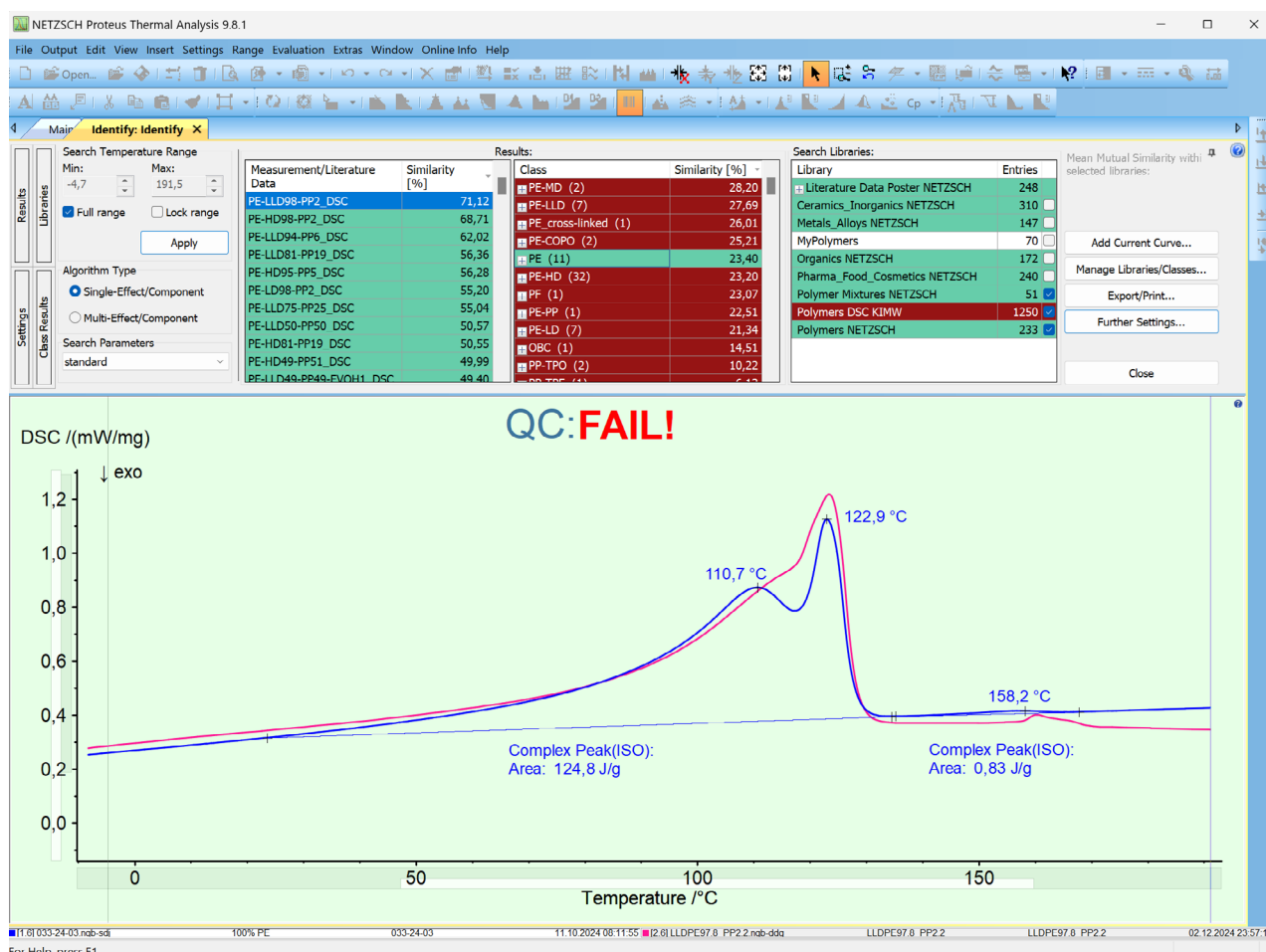


- 1 Identifizierung eines unbekannten Materials als Polymertyp PA46 mithilfe von *Identify*. Die DSC-Kurve des unbekannten Materials (blau) ist mit dem besten Treffer aus der Datenbank (pink) überlagert. Der Glasübergang und der Schmelzpeak, die in der DSC-Kurve des unbekannten Materials auftreten, wurden von *AutoEvaluation* autonom ausgewertet.

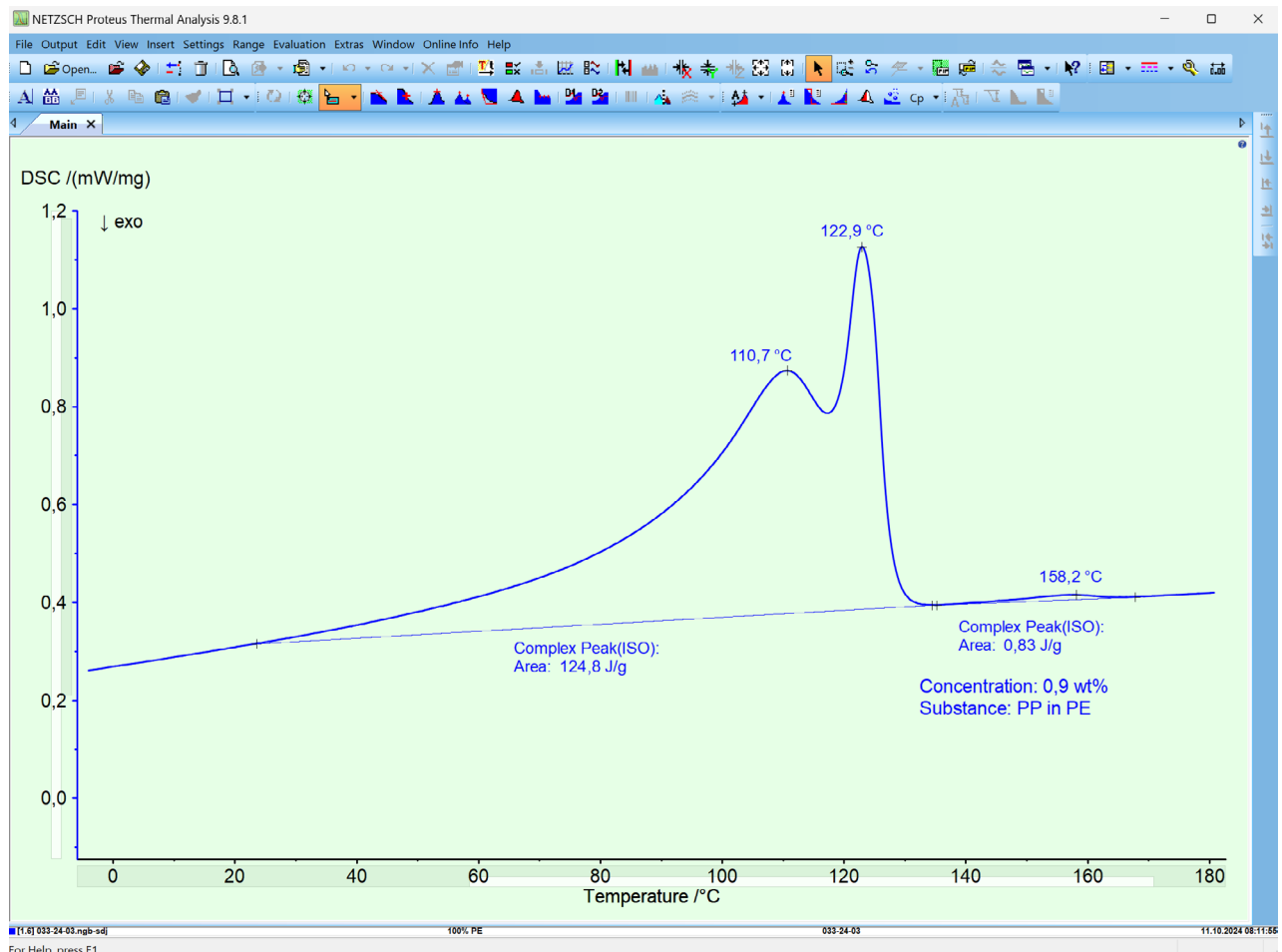
Qualifizierung eines Polymers

Abbildung 2 zeigt eine *Identify*-Analyse einer DSC-Kurve, die an einer nominell reinen Polyethylenprobe („100 % PE“) gemessen wurde. Die Trefferliste und die Überlagerung mit dem besten Treffer „PE-LLD98-PP2_DSC“ (98 % PE-LLD + 2 % PP, pinke Kurve) aus der Bibliothek „Polymer Mixtures NETZSCH“ machen deutlich, dass es sich bei dem Material um den Typ PE-LLD handelt. Dieses Ergebnis rührt von den überlagerten Schmelzeffekten in der DSC-Kurve mit Peak-Temperaturen von etwa 111 °C und 123 °C her. Als zweites Ergebnis zeigt der kleine DSC-Schmelzpeak nahe 158 °C einen Polypropylen (PP)-Anteil von ungefähr 2 % an. Damit war die PE-LLD-Probe kein vollständig reines Polyethylen, sondern enthielt Verunreinigungen in Form von PP.

In diesem Anwendungsbeispiel hat der Benutzer die Qualitätskontroll-Funktionalität von *Identify* aktiviert, wodurch die Meldung „QC: FAIL!“ automatisch ausgelöst wurde (siehe Abbildung 2). Dieses Resultat ist auf einen unterschrittenen benutzerdefinierten Ähnlichkeits-Schwellwert zur ausgewählten Qualitätskontrollklasse – in diesem Fall PE – zurückzuführen. Wäre die Ähnlichkeit über dem Schwellenwert gewesen, hätte die Software die Meldung „QC: PASS!“ angezeigt. Die geringe Ähnlichkeit zur PE-Klasse von nur etwa 23 % ist hauptsächlich auf die festgestellte PP-Verunreinigung zurückzuführen.



- 2 *Identify*-Analyse von verunreinigtem PE (blaue DSC-Kurve). Der beste Treffer aus der Datenbank ist die Polymermischung „PE-LLD98-PP2“ (pinke DSC-Kurve). Die automatisch erzeugte Meldung „QC: FAIL!“ zeigt eine zu geringe Ähnlichkeit mit einer vom Benutzer definierten Qualitätskontrollklasse für PE an.



3 Ergebnisse der Auswertefunktion „Concentration“, angewendet auf die ausgewertete DSC-Kurve des verunreinigten PE (siehe Abbildung 2).

Eine genauere Quantifizierung der PP-Verunreinigung wurde erreicht, indem der in Abbildung 2 gezeigte DSC-Schmelzpeak bei etwa 158 °C mithilfe der Funktion „Concentration“ der *Proteus*-Analyse ausgewertet wurde. Das Ergebnis ist eine PP-Konzentration von 0,9 %, also rund 1 % in der Probe (siehe Abbildung 3).

Zusammenfassung

Es wurde ein Überblick über die Anwendungen und Vorteile von *Identify* gegeben. Insbesondere wurden die Identifizierung von Polymeren und die Erkennung von Verunreinigungen für die Qualitätskontrolle und Schadensanalyse betrachtet. Zusätzlich wurde die Analysefunktion „Concentration“ gezeigt, die es ebenfalls ermöglicht, Polymere anhand einer DSC-Kurve zu quantifizieren. Weitere Informationen finden sich auf der [Identify landing page](#) sowie in [Software Innovation 028: Die neue Identify-Bibliothek "Polymer Mixtures NETZSCH"](#).