

## Die neue *Identify*-Bibliothek "Polymer Mixtures NETZSCH"

Dr. Alexander Schindler

Ab *Proteus*® Version 9.8 ist die neue Bibliothek „Polymer Mixtures NETZSCH“ verfügbar, die serienmäßig im Lieferumfang von *Identify* enthalten ist. *Identify* ist Teil der *Proteus*®-Analyse und dient allgemein zur automatischen Kurvenerkennung, Materialerkennung und somit zur Interpretation auch hinsichtlich einer Qualitätskontrolle. Darüber hinaus kann es als Archiv für Messungen und Messbedingungen genutzt werden. Derzeit werden Messungen bzw. Signale vom Typ DSC, TG, TG-c-DTA®, STA, c<sub>p</sub>, DIL/TMA und DMA unterstützt. Die neue Bibliothek „Polymer Mixtures NETZSCH“ beinhaltet zunächst DSC-Messungen und soll die Identifizierung von Polymermischungen verbessern und auch die Quantifizierung der Polymeranteile erleichtern. Anwendungen finden sich z.B. in der Schadensanalyse oder der Untersuchung von Rezyklaten.

### Analyse einer Mischung aus PE-LD und PP

Abbildung 1 zeigt die Gesamtheit der ab *Proteus*® 9.8 zur Verfügung stehenden *Identify*-Bibliotheken. Die neue Bibliothek „Polymer Mixtures NETZSCH“ beinhaltet zunächst 51 DSC-Messungen an Mischungen aus den Polymeren PE-LD, PE-LLD, PE-HD, PP, EVOH und PET, wobei die Bibliothek in zukünftigen *Proteus*®-Versionen erweitert werden soll. Die verwendeten Proben stammen aus unterschiedlichen Quellen und wurden wie für Polymere üblich mit 10 K/min bis über die Schmelztemperatur aufgeheizt, mit 10 K/min wieder abgekühlt und ein zweites Mal mit 10 K/min aufgeheizt. Für die Analysen mit *Identify* werden die zweiten Aufheizungen herangezogen.

#### Search Libraries:

Library	Entries	
+ Literature Data Poster NETZSCH	248	
Ceramics_Inorganics NETZSCH	310	✓
Metals_Alloys NETZSCH	147	✓
MyPolymers	70	✓
Organics NETZSCH	172	✓
Pharma_Food_Cosmetics NETZSCH	240	✓
Polymer Mixtures NETZSCH	51	✓
Polymers DSC KIMW	1250	✓
Polymers NETZSCH	233	✓

NETZSCH

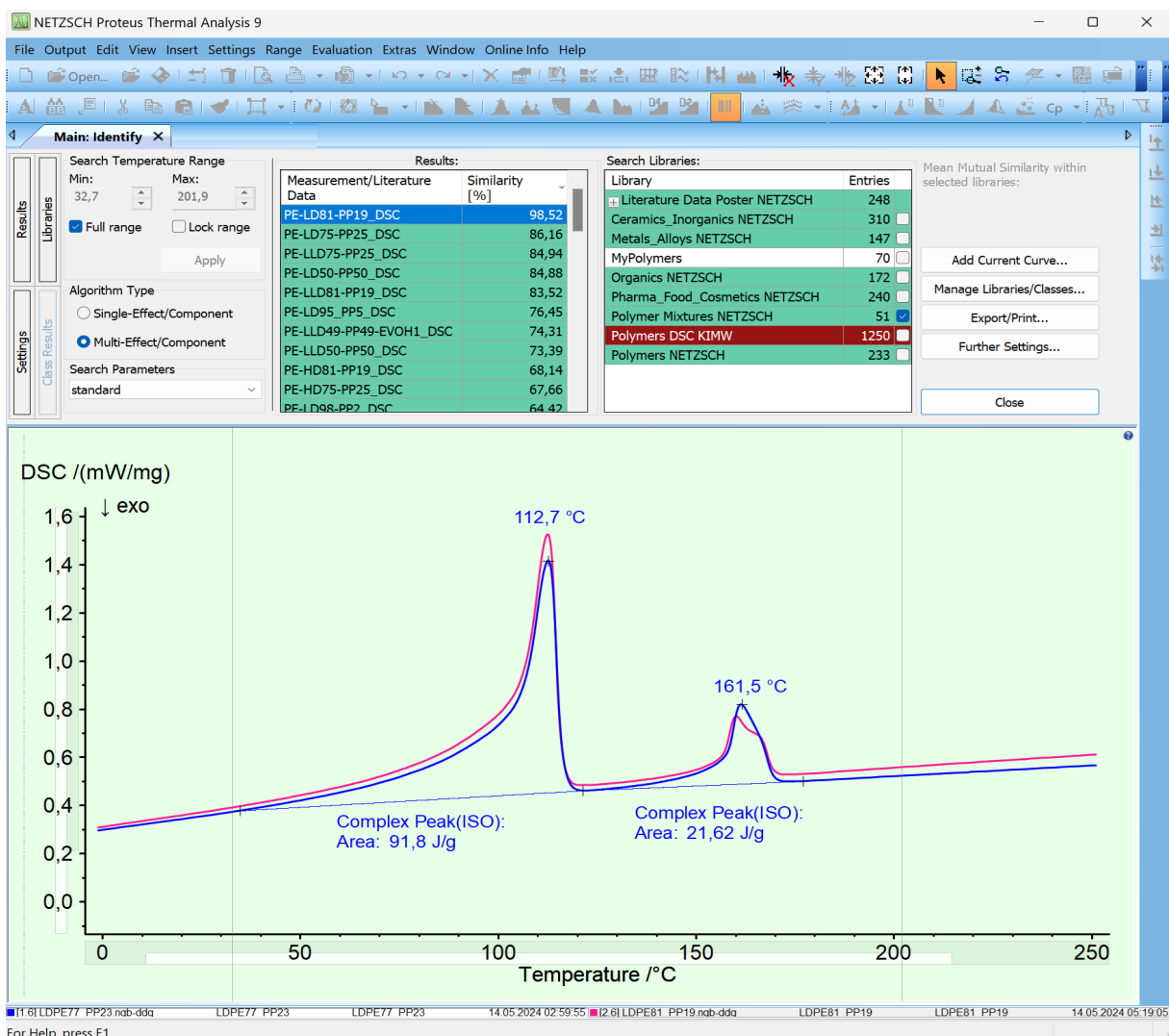
User

KIMW

- 1 *Identify*-Bibliotheken (Stand 10/2025, *Proteus*® 9.8). Die von Anwendern angelegten Bibliotheken („User“) sind unbegrenzt erweiterbar und können im Netzwerk geteilt und gemeinsam genutzt werden; die „KIMW-Bibliothek“ für Polymere ist optional erhältlich.

Abbildung 2a zeigt das Ergebnis einer Untersuchung einer DSC-Kurve\* an einer Polymermischung, die nominell aus 77 % PE-LD und 23 % PP besteht. *Identify* fand bei der Analyse über den ganzen Temperaturbereich die größte Übereinstimmung mit der sehr ähnlichen Datenbank-Kurve „PE-LD81-PP19\_DSC“ (pinke Kurve in Abbildung 2a) aus der Bibliothek „Polymer Mixtures NETZSCH“; die Zusammensetzung der zugrunde liegenden Probe war 81 % PE-LD und 19 % PP. Das bedeutet, die Polymermischung wurde von der Zusammensetzung qualitativ und auch quantitativ innerhalb weniger Prozent korrekt analysiert.

Aus der in Abbildung 2a dargestellten „Trefferliste“ (im Bereich „Results“) erkennt man weiterhin, dass es in der Datenbank auch Kurven mit geringeren oder größeren Anteilen von PE-LD und PP gibt, welche jedoch weniger Ähnlichkeit zu der zu untersuchenden „Eingangskurve“ aufweisen. Dieses Ergebnis erhöht nochmals die Aussagekraft der Analyse.

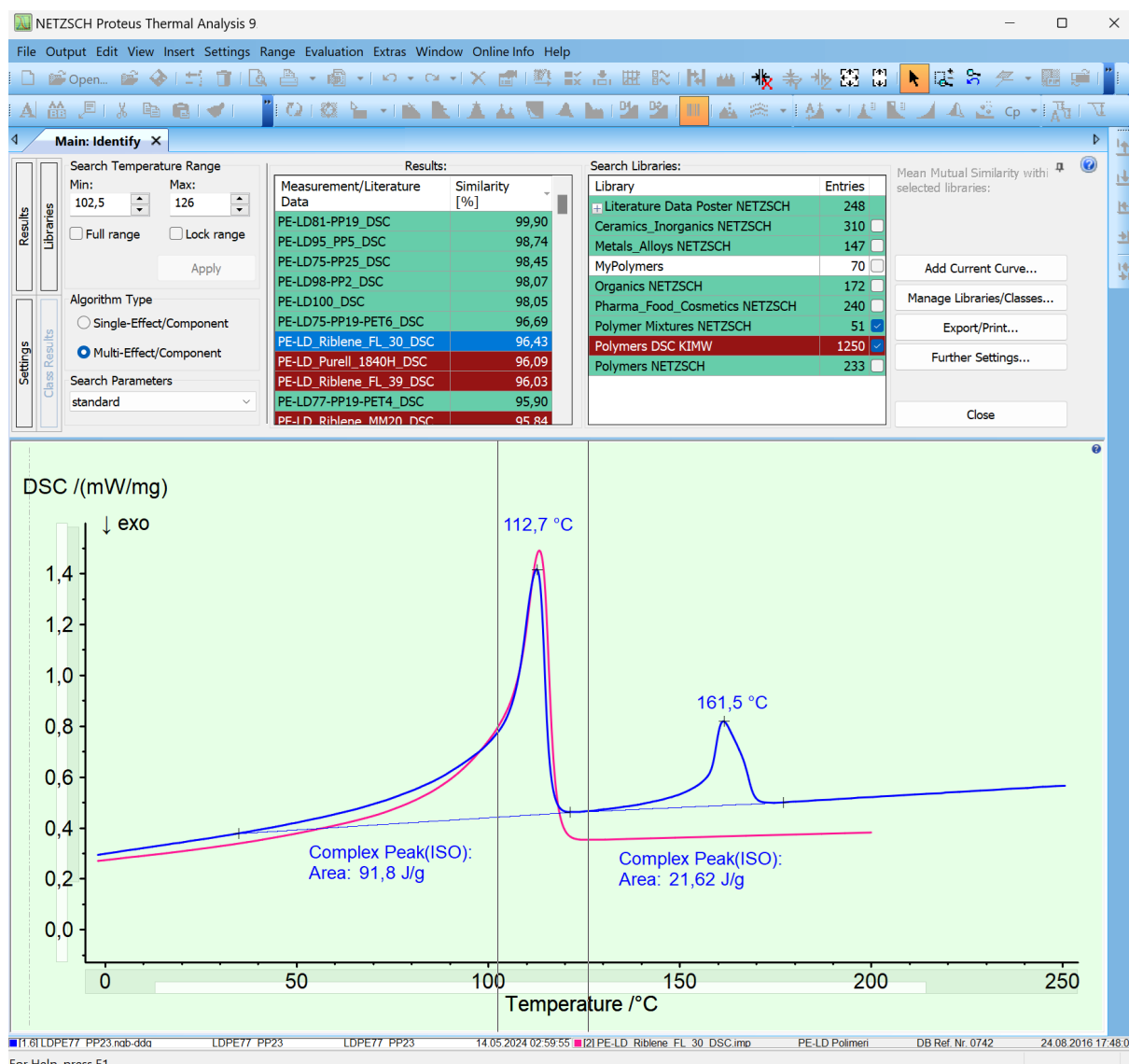


2a *Identify*-Analyse einer Mischung aus PE-LD und PP (blaue DSC-Kurve) über den gesamten Temperaturbereich.

\*Messbedingung analog zu den Kurven in der Bibliothek

*Identify* bietet die Möglichkeit, den Temperaturbereich, in dem der Datenbankabgleich erfolgen soll, einzugrenzen, um z.B. Schmelz-Effekte oder Glasübergänge einzeln zu untersuchen. Dies ist in Abbildung 2b zu erkennen, wobei der gewählte Temperaturbereich den bei tieferer Temperatur auftretenden Schmelzpeak abdeckt. Außerdem wurde zusätzlich zur Bibliothek „Polymer Mixtures NETZSCH“ auch die „KIMW-Bibliothek“ angewählt, die DSC-Kurven von derzeit 1250 unterschiedlichen Polymerprodukten enthält.

Das in Abbildung 2b gezeigte Ergebnis belegt eindeutig, dass der Schmelzpeak bei etwa 113 °C auf PE-LD zurückzuführen ist: Beispielsweise weist die in Pink dargestellte Datenbank-Kurve „PE-LD\_Riblene\_FL\_30\_DSC“ eine hohe Ähnlichkeit mit der Eingangs-Kurve auf. Außerdem zeigt die in Abbildung 2b zu sehende Trefferliste, dass für den Schmelzpeak bei etwa 113 °C praktisch nur PE-LD in Frage kommt. Die übrigen 173 in der KIMW-Datenbank enthaltenen Polymertypen können ausgeschlossen werden, was eine zusätzliche und wertvolle Aussage darstellt.



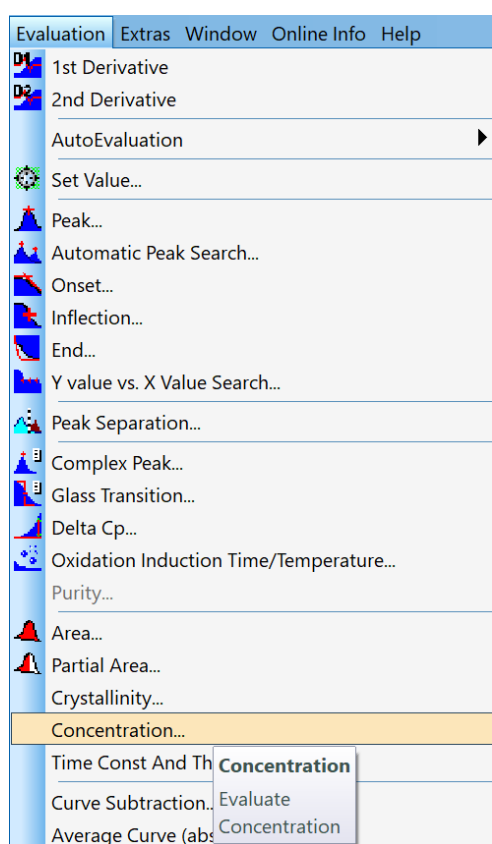
**2b** *Identify*-Analyse einer Mischung aus PE-LD und PP (blaue DSC-Kurve) über den Temperaturbereich 102,5 ... 126 °C. Im Vergleich zur Abbildung 2a wurde zusätzlich die „KIMW-Bibliothek“ angewählt.

### Quantifizierung mit „Concentration“

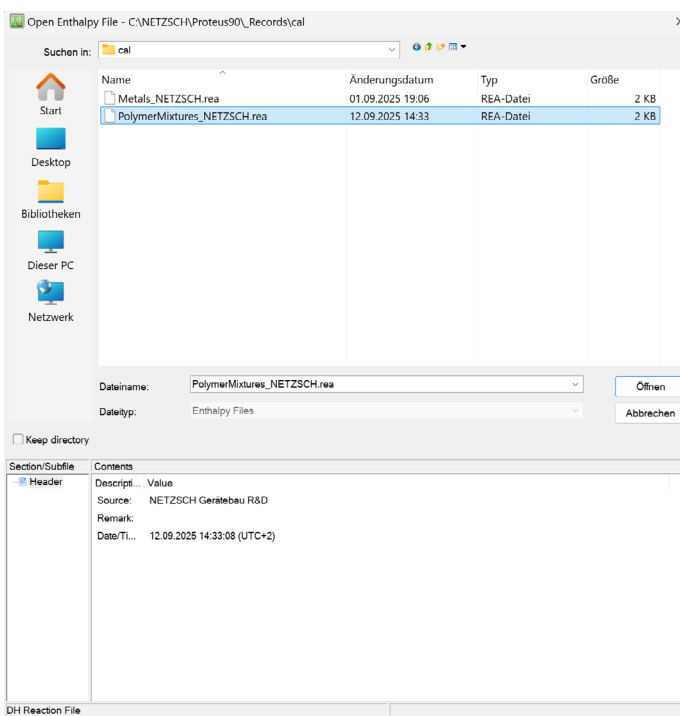
Zur Quantifizierung des Mengenanteils bzw. der Konzentration einer Substanz in einer DSC-Probe steht in der *Proteus*<sup>®</sup>-Analyse auch das Auswerte-Feature „Concentration“ zur Verfügung. Dies wurde im Rahmen der [Software Innovation 07](#) eingeführt. Ruft man die Funktion „Concentration“ auf (siehe Abbildung 3a), muss der Anwender zunächst eine Enthalpie-Bibliothek auswählen, wie in Abbildung 3b gezeigt. Darin sind Schmelzenthalpien reiner Substanzen, d.h. für Konzentration gleich 100 %, hinterlegt. Serienmäßig enthalten sind exemplarische Bibliotheken zu Metallen und Polymer-Mischungen, genauer gesagt zu den in den Mischungen vorkommenden Polymeren PE-LD, PE-LLD, PE-HD, PP, EVOH und PET. Der

Anwender kann auch eigene Enthalpie-Bibliotheken anlegen. Die Enthalpiewerte der Polymere *dHmelt\_100%* sind als Mittelwerte zu verstehen, die im Prinzip jeweils aus der Gleichung  $dHmelt = dHmelt_{100\%} \cdot c$  mit den Schmelzenthalpien *dHmelt* der in den Mischungen vorkommenden Polymeren mit bekannten Konzentrationen *c* bestimmt wurden. Die Berechnung einer unbekanntenen Konzentration erfolgt über  $c = dHmelt / dHmelt_{100\%}$ .

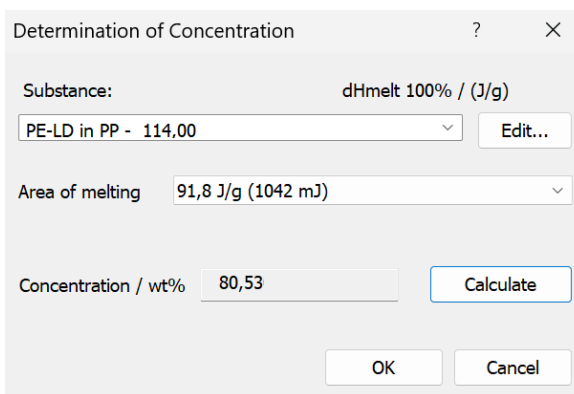
In Abbildung 3c ist die Berechnung der Konzentration von PE-LD aus der Schmelzenthalpie 91,8 J/g des DSC-Peaks bei etwa 113 °C dargestellt. Das Ergebnis beträgt 80,5 %, also rund 81%, und weicht damit um ca. 4 % vom nominellen Wert 77 % ab.



3a Aufruf der Funktion „Concentration“ über das Menü „Auswertung“



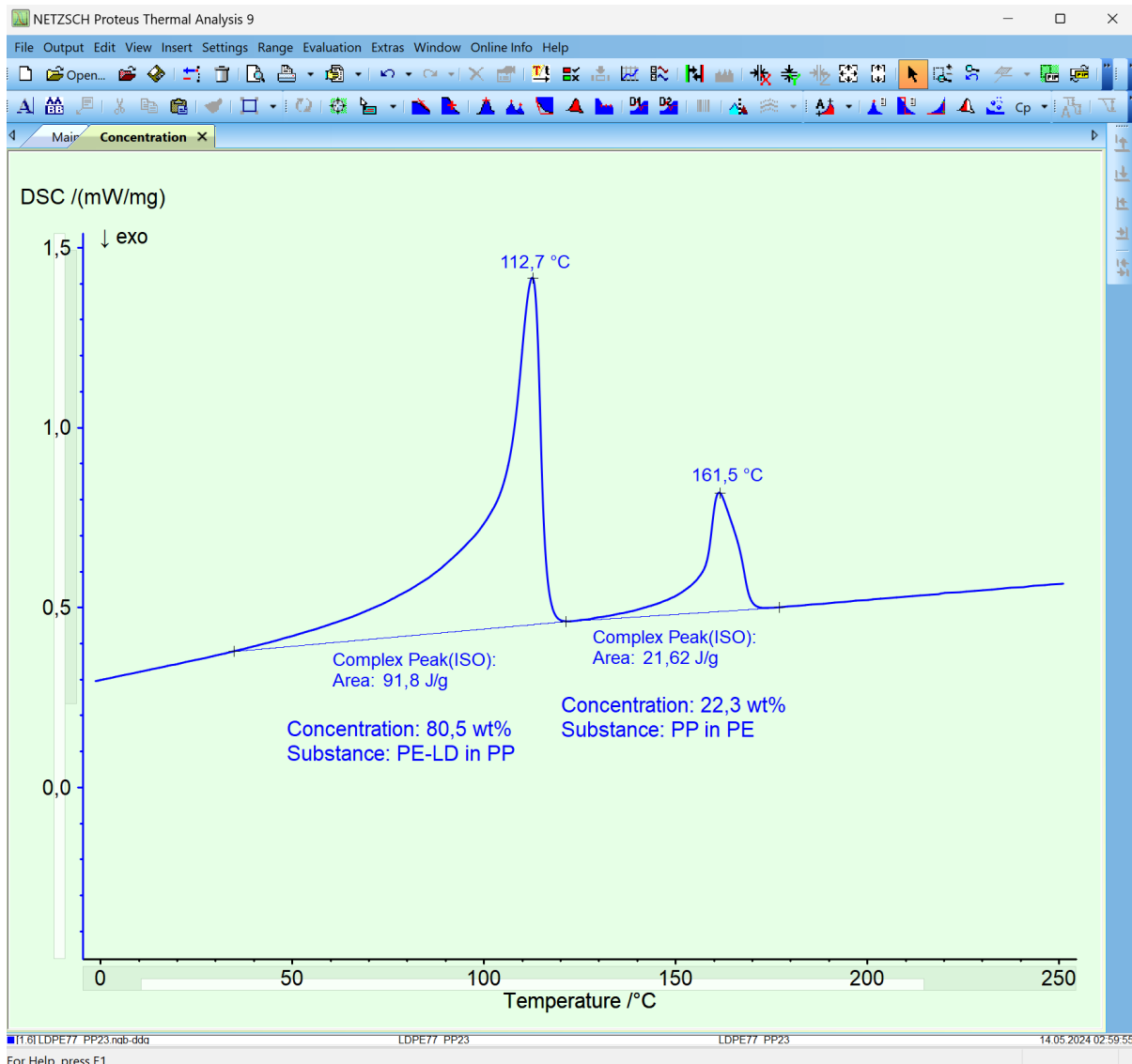
3b Auswahl der Enthalpie-Bibliothek "Polymer Mixtures NETZSCH"



3c Dialog zur Bestimmung der Konzentration nach Auswahl der Substanz

Die Genauigkeit des Verfahrens ist durch die Unsicherheit der Bibliotheks-Werte  $dH_{melt\_100\%}$  und der Bestimmung der auszuwertenden DSC-Peakfläche limitiert. Bei hohen Konzentrationen liegt die Genauigkeit in der Größenordnung  $\pm 5\%$ ; bei kleinen Konzentrationen kann die Genauigkeit auch deutlich besser sein, falls der entsprechende DSC-Peak des Polymers nicht von DSC-Peaks eines

anderen Polymers überlagert ist. In dem diskutierten Beispiel der Mischung aus PE-LD und PP lieferte die Funktion „Concentration“ eine PP-Konzentration von rund 22%, was sehr gut mit der nominellen Konzentration von 23% übereinstimmt (siehe Abbildung 4).

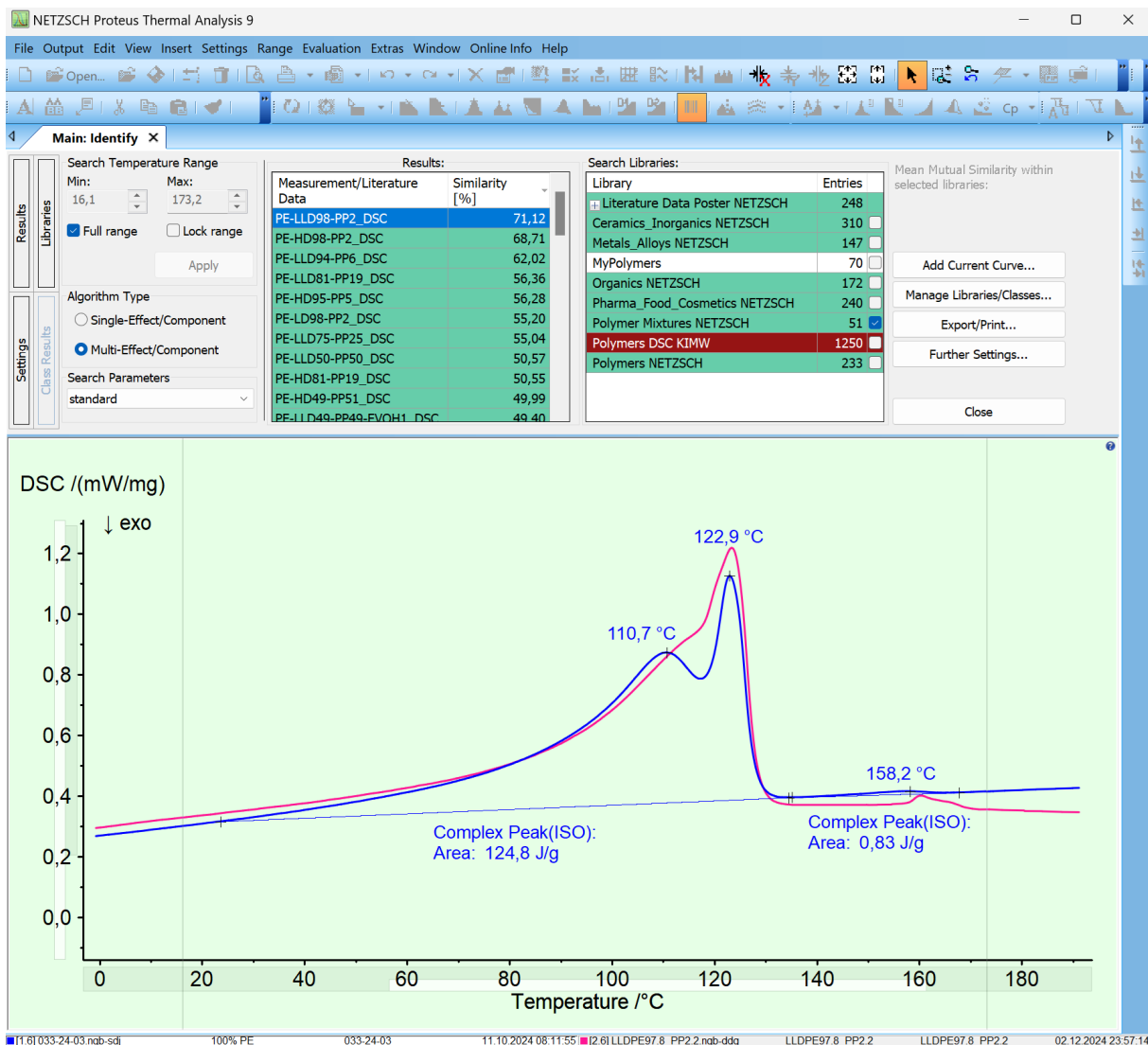


4 Ergebnisse der Analyse-Funktion „Concentration“ angewandt an der ausgewerteten DSC-Kurve der Mischung aus PE-LD und PP.

### Analyse von verunreinigtem PE

In Abbildung 5a ist eine *Identify*-Analyse einer DSC-Kurve dargestellt, die an einer nominell reinen PE-Probe („100 % PE“) gewonnen wurde. Die Trefferliste und der Kurvenvergleich mit dem besten Treffer „PE-LLD98-PP2\_DSC“ (98 % PE-LLD + 2 % PP, pinke Kurve) sagen unmittelbar aus, dass

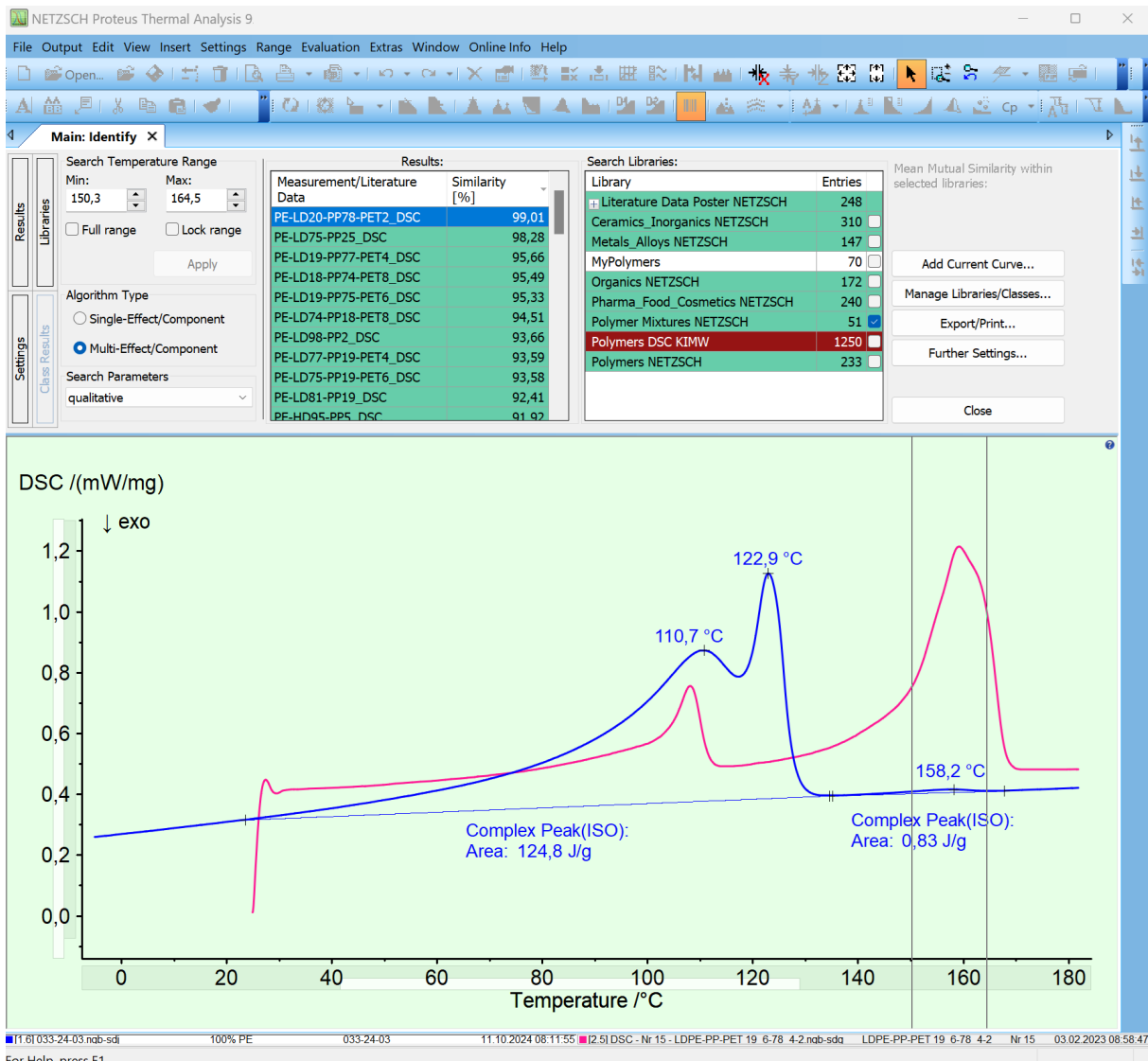
es sich bei der Probe um den Typ PE-LLD handelt, was sich in den überlagerten Schmelzeffekten in der DSC-Kurve bei den Peak-Temperaturen von etwa 111 °C und 123 °C widerspiegelt. Die zweite Aussage ist, dass der kleine DSC-Peak bei etwa 158 °C auf einen PP-Anteil von etwa kleiner 2 % in der Probe zurückzuführen ist, d.h. die PE-LLD-Probe war keine reine PE-Probe, sondern durch PP kontaminiert.



5a *Identify*-Analyse von verunreinigtem PE (blaue DSC-Kurve) über den gesamten Temperaturbereich

Der Ähnlichkeitswert des besten Treffers (pinke Kurve in Abbildung 5a) beträgt mit den gewählten Einstellungen nur etwa 71%, was unter anderem an den sich unterscheidenden Temperaturbereichen des Schmelz-Effektes von PP zurückzuführen ist. Eine separate, qualitative Erkennung

dieses Effektes mit *Identify* zeigt, dass es in der Datenbank durchaus DSC-Kurven gibt, bei denen die Position des von PP herrührenden DSC-Peaks besser mit der in der Eingangs-Kurve übereinstimmt (siehe Abbildung 5b).



**5b** *Identify*-Analyse von verunreinigtem PE (blaue DSC-Kurve) über den Temperaturbereich 150,3 ... 164,5°C. Im Vergleich zur Abbildung 5a wurden die Suchparameter auf „qualitativ“ geändert.

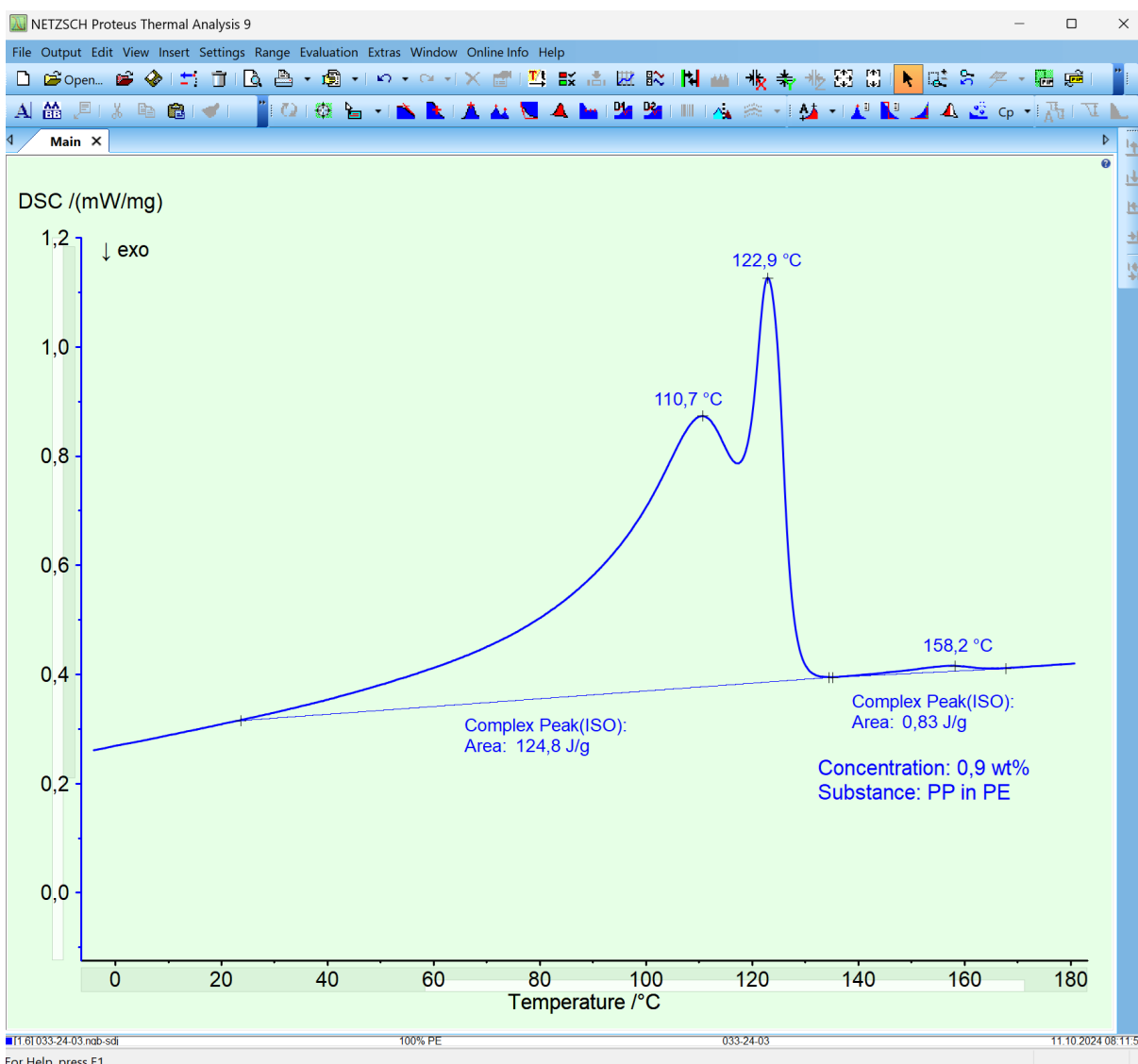


Der in den Abbildungen 5 zu sehende DSC-Peak bei etwa 158 °C aufgrund einer PP-Verunreinigung wurde ebenfalls mit der Funktion „Concentration“ ausgewertet; es ergab sich eine PP-Konzentration von 0,9 %, also rund 1 % (siehe Abbildung 6).

Abschließend soll erwähnt werden, dass sich überlappende DSC-Effekte mit Hilfe der *Proteus*®-Analysefunktion *Peak Separation* durch eine Überlagerung von einzelnen, berechneten DSC-Peaks darstellen lassen. Diese berechneten DSC-Kurven lassen sich sowohl mit *Identify* als auch mit der Funktion „Concentration“ auswerten, was die Genauigkeit der Ergebnisse erhöhen kann.

### Zusammenfassung

Ab *Proteus*® Version 9.8 steht die neue Bibliothek „Polymer Mixtures NETZSCH“ zur Verfügung, die serienmäßig im Lieferumfang von *Identify* enthalten ist. Diese soll die Identifizierung von Polymermischungen verbessern und auch die Quantifizierung der Polymeranteile erleichtern. Zusätzlich wurde die Anwendung der Analyse-Funktion „Concentration“ gezeigt, welche ebenfalls die Quantifizierung von Polymeren anhand einer DSC-Kurve ermöglicht.



6 Ergebnisse der Analyse-Funktion „Concentration“ angewandt an der ausgewerteten DSC-Kurve des verunreinigten PE