

Leading Thermal Analysis ■

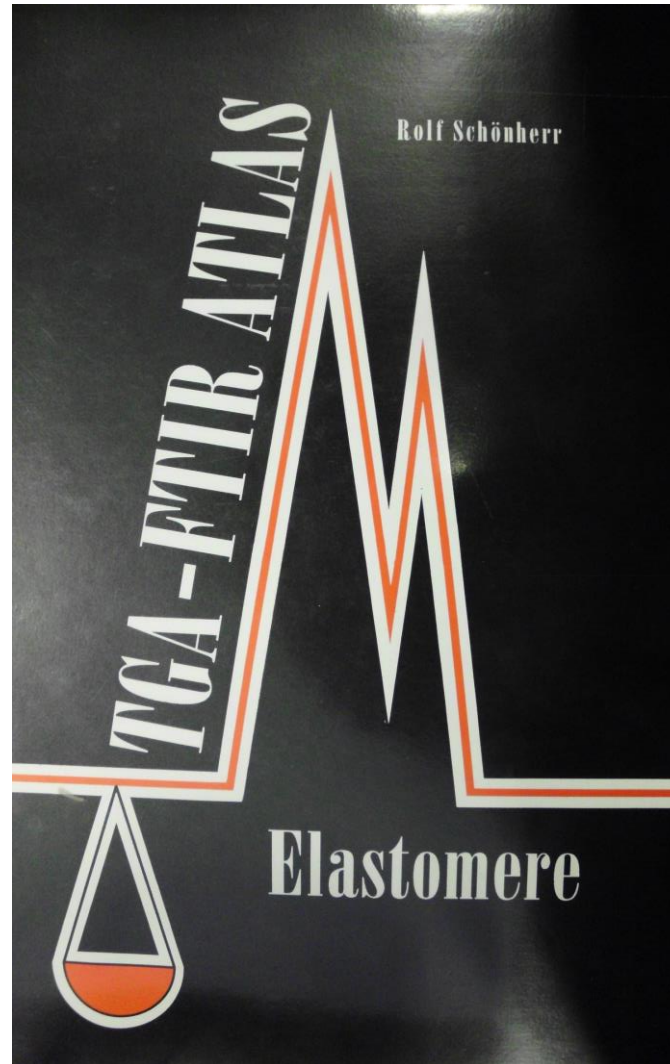
# Automatisierte Qualitätskontrolle von thermoplastischen Compounds mittels DSC

Über den Einsatz von *Identify*, einer thermoanalytischen Datenbank

Hans-Peter Geike, Technischer Vertrieb  
NETZSCH Gerätebau GmbH

IR Datenbanken werden für die Materialcharakterisierung  
verwendet  
(R. Schönherr, 1996)

**NETZSCH**



# Thermogravimetrische Analyse von Butadienkautschuk

**BR** **7.3 Butadienkautschuk**

Butadienkautschuk ist das Polymerisationsprodukt von Butadien. Es handelt sich um einen sterisch besonders einheitlichen Kautschuk, der u.a. Bedeutung als Verschnittkautschuk besitzt.

$$n \text{ CH}_2 = \text{CH} - \text{CH} = \text{CH}_2 \rightarrow \left[ \text{CH}_2 - \text{CH} = \text{CH} - \text{CH}_2 \right]_n$$

Butadien -1,3 Polybutadien

**TGA-FTIR Peak Tabelle** **Zeit-Temperatur-Werte aus der Aufheizkurve**

Laufzeit.....: 43,38 min  
 Zeitliche Auflösung.....: 6,94 sec/Scan-set  
 Spektrale Auflösung.....: 4 cm<sup>-1</sup>  
 Zahl der Scan-sets.....: 376

Lfd. Nr. #	Typ	Retentionszeit [min]	Scan Zentrum	Scan Breite	Zeit [min]	Temperatur [°C]
1	BKGR	2,44	22	27	-	-
2	PEAK	16,32	142	3	16,32	368
3	PEAK	17,25	150	3	17,25	387
4	PEAK	18,17	158	3	18,17	405
5	PEAK	20,02	174	3	20,02	440
6	PEAK	20,95	182	3	20,95	459
7	PEAK	22,68	197	3	22,68	493
8	PEAK	23,84	207	3	23,84	515
9	PEAK	25,00	217	3	25,00	538
10	PEAK	27,78	241	12	27,78	593

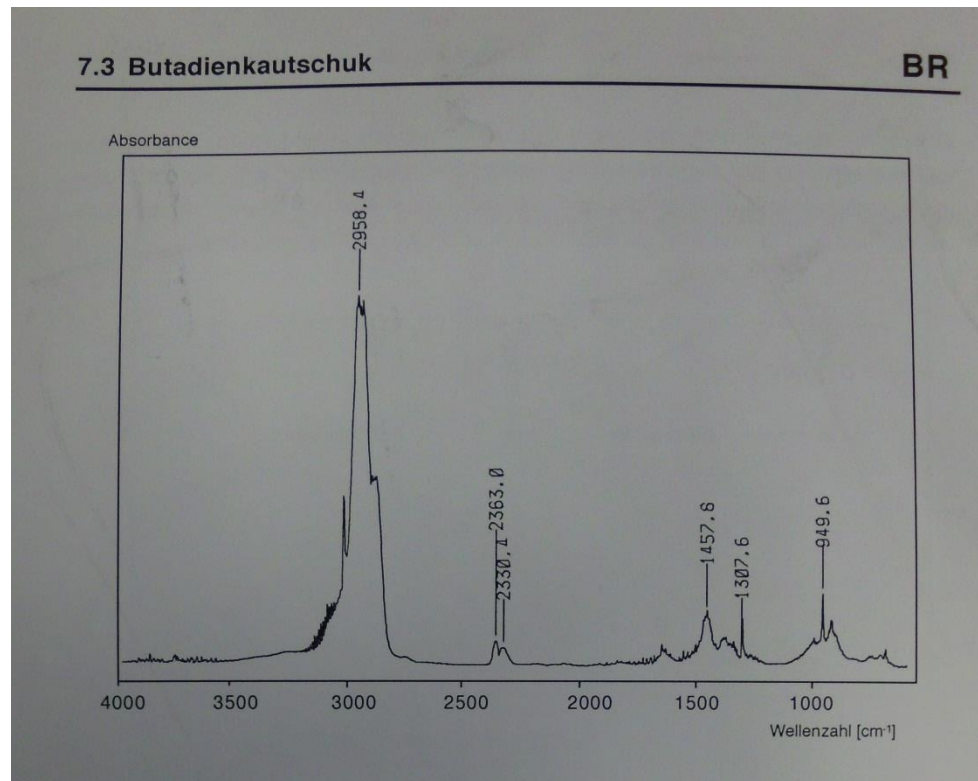
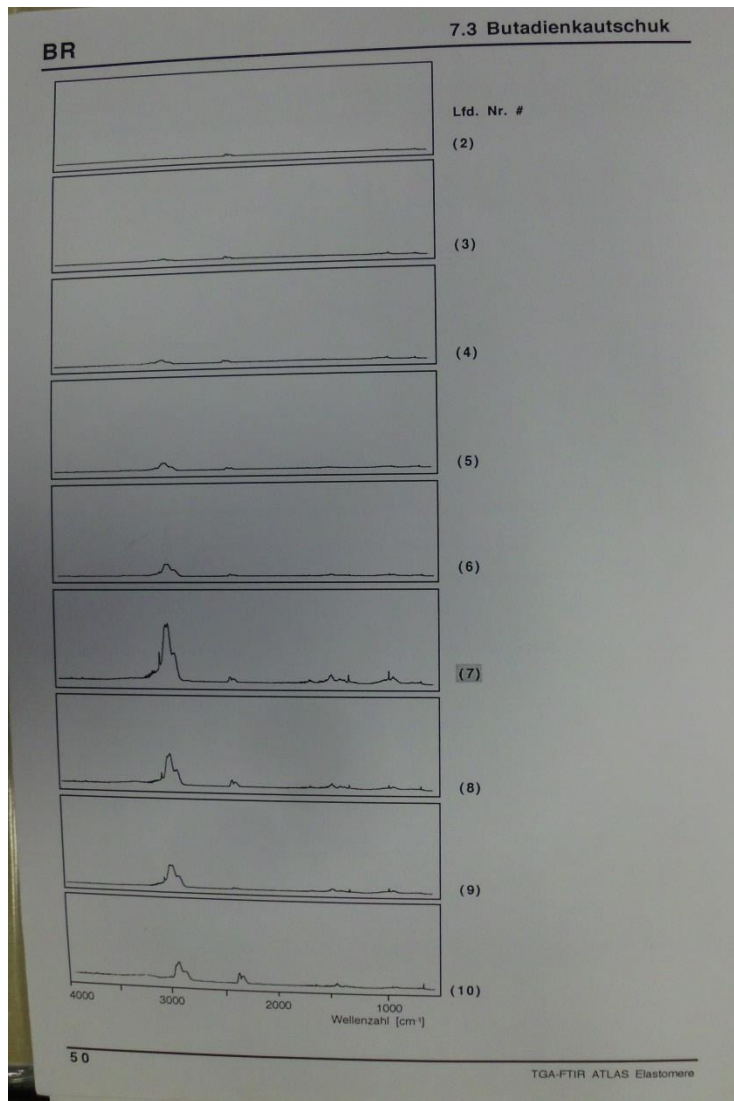
48 TGA-FTIR ATLAS Elastomere

**7.3 Butadienkautschuk** **BR**

Aufheizkurve TG-Ofen

TG-Diagramm

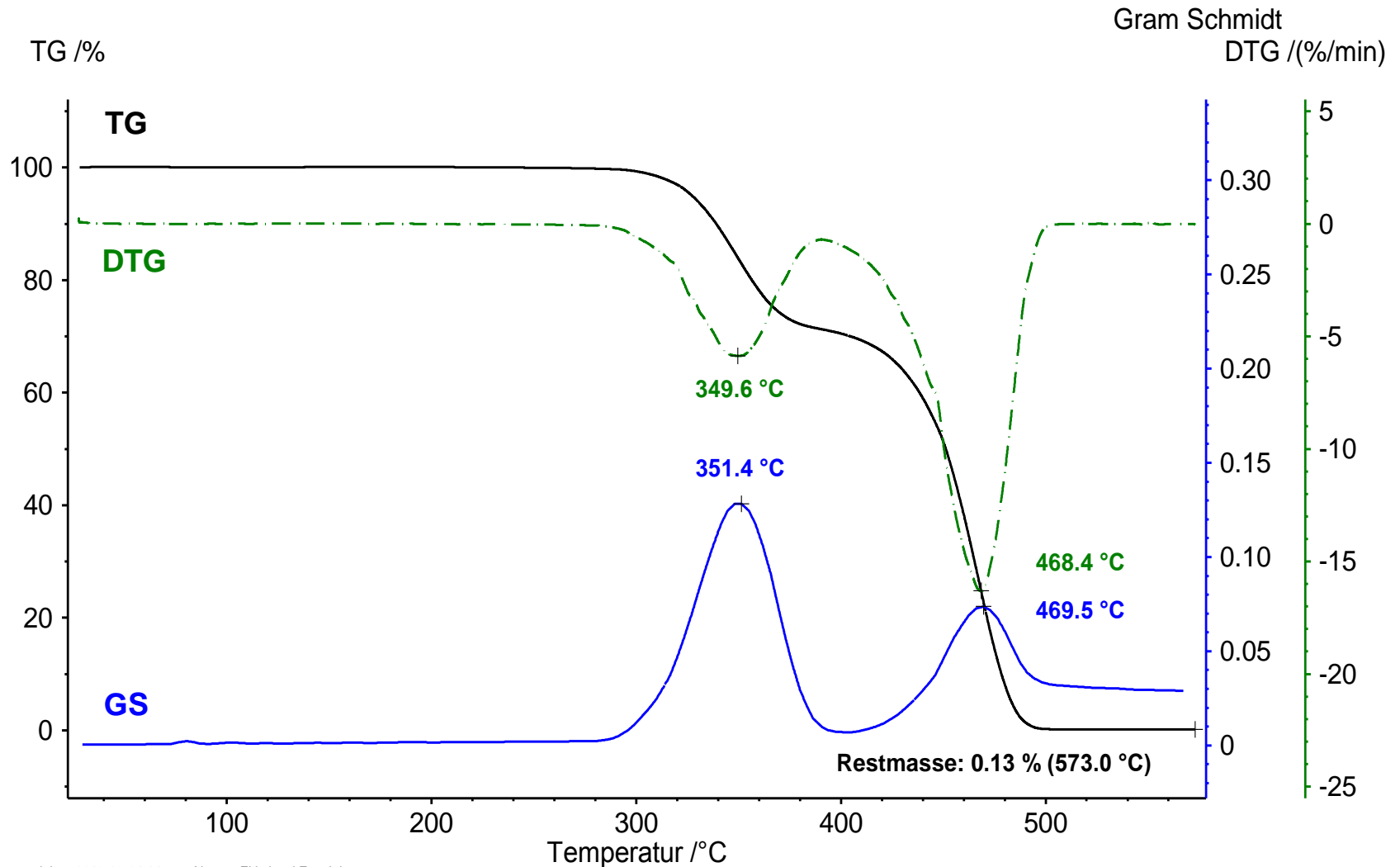
TGA-FTIR ATLAS Elastomere 49





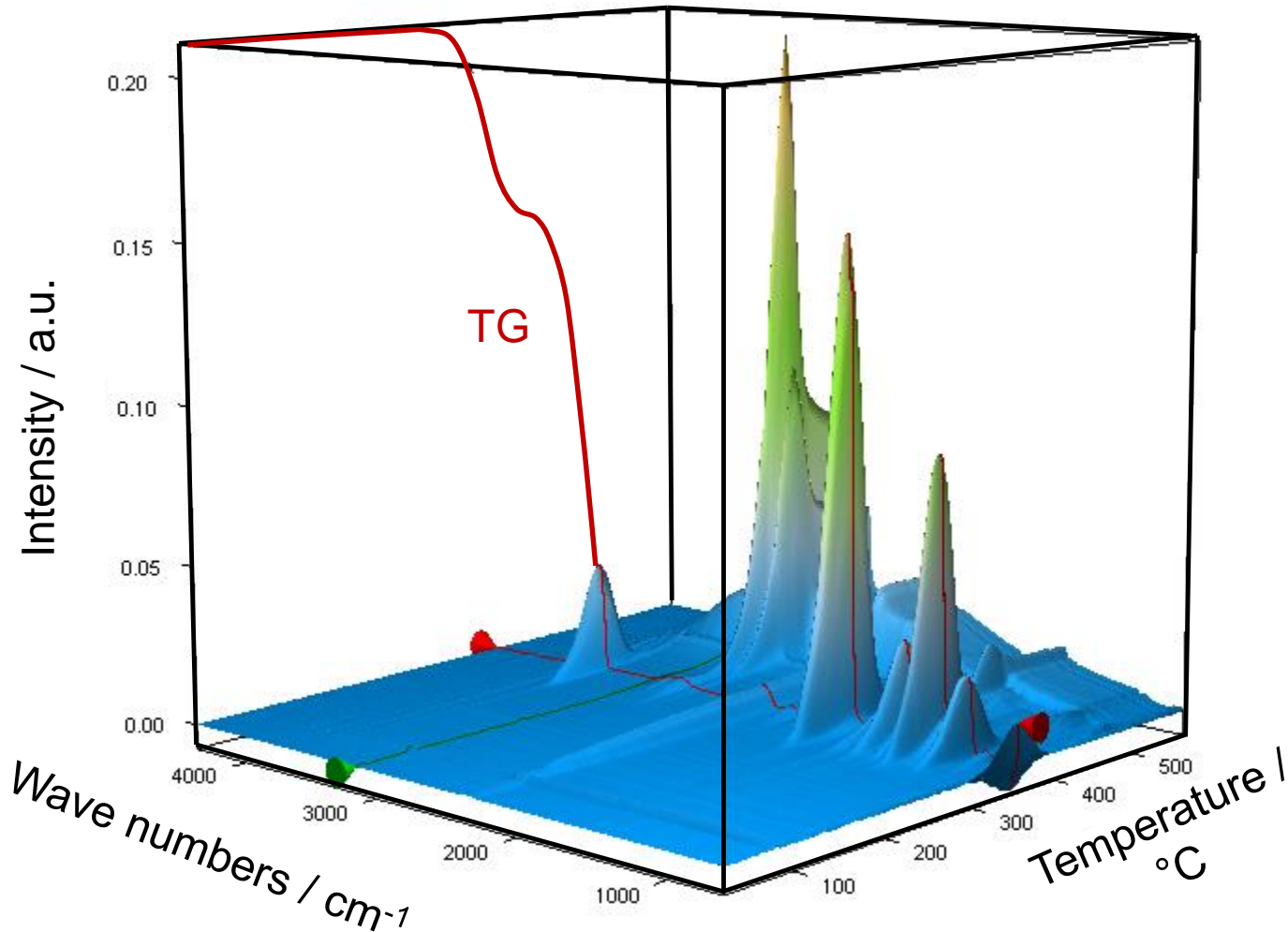
# Thermogravimetrie von Ethylen Vinylacetat Copolymer (EVAC)

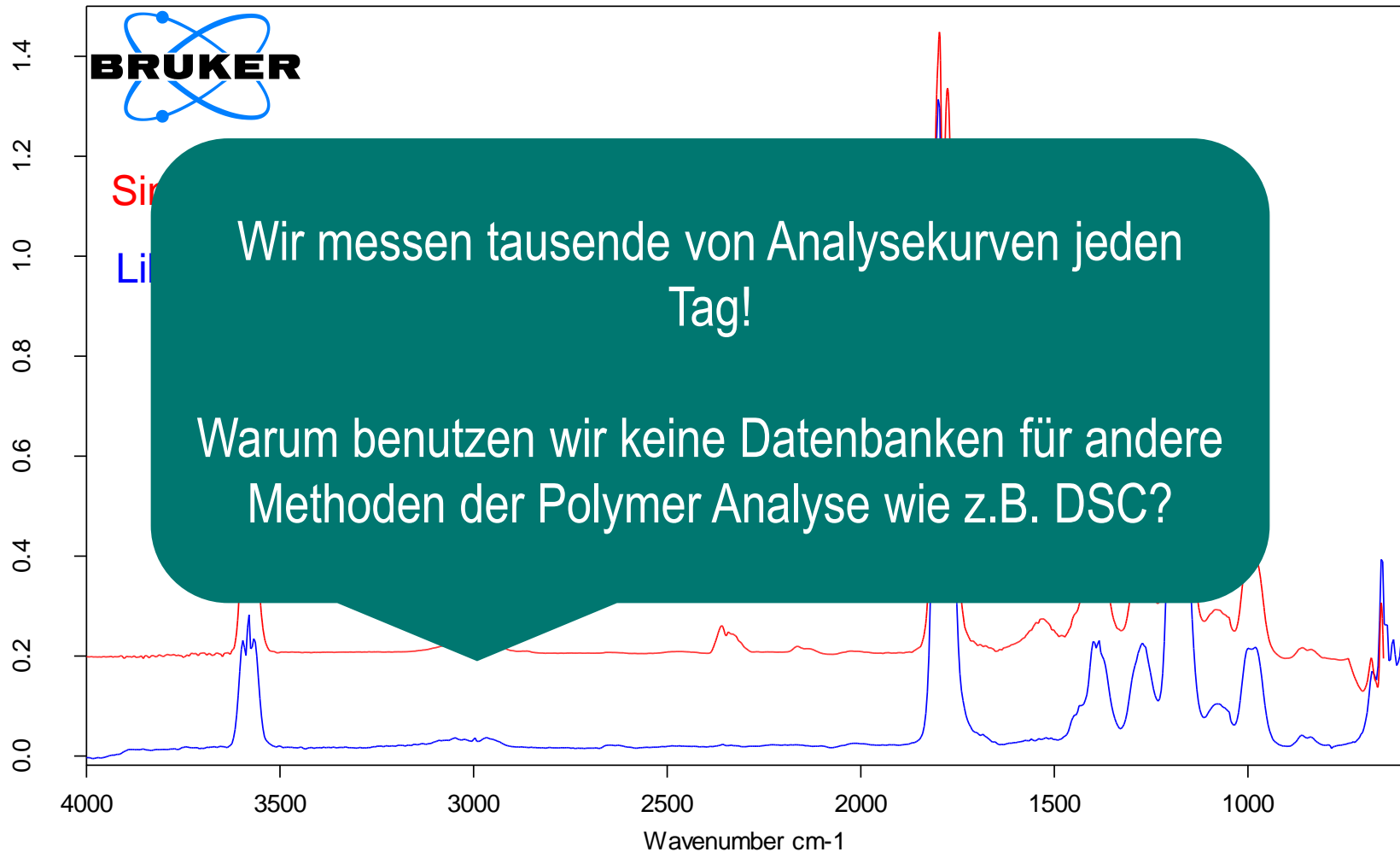
## Zwei Massenverlust Schritte zeigen die EVAC Zersetzung



# FTIR Spectrum von EVAC: 3D-Ansicht

Moderne Analyse zeigt umfassende Informationen über Zersetzung



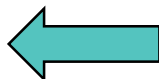






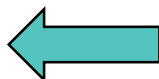
Direkte thermische Werte:

**Glasübergangstemperatur**



Spezifische Wärmekapazität

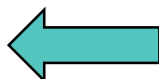
**Schmelztemperatur**



Kristallisationstemperatur

Reaktionstemperatur (z.B. Aushärtung)

**Endotherme Schmelzwärme**



Exotherme Kristallisationswärme

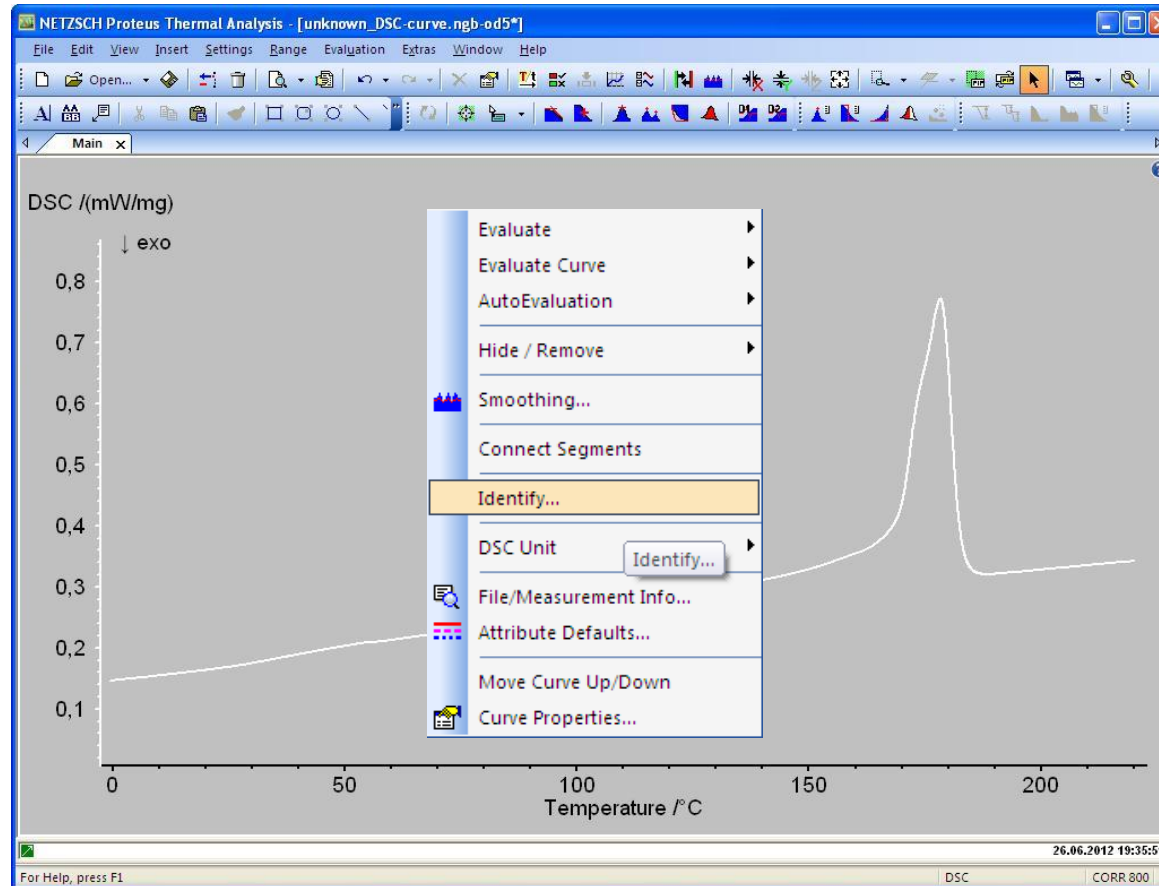
Exotherme Reaktionswärme



Der DSC Temperatur Scan zeigt einen **Material Fingerabdruck** welcher in der **Qualitätskontrolle** genutzt werden kann!

Identify kann Ihre Polymer DSC Kurve analysieren.  
Mit einem Maus Klick...

**NETZSCH**



... identifiziert die Datenbank *Identify* Ihren Polymer..

Results:

Measurement/Literature Data	Similarity [%]	Class	Similarity [%]
PA12_meas	87,51	PA1x_semi-cryst.	59,69
PVF_meas	72,63	POM	13,68
PA11_meas	62,21	PA6.x_semi-cryst.	5,70
PA12_lit	45,30	PVC	2,56
PA11_lit	43,72	PE	0,66
PVDF_meas	34,74		
PP_meas	33,70		
TPU_meas	28,40		

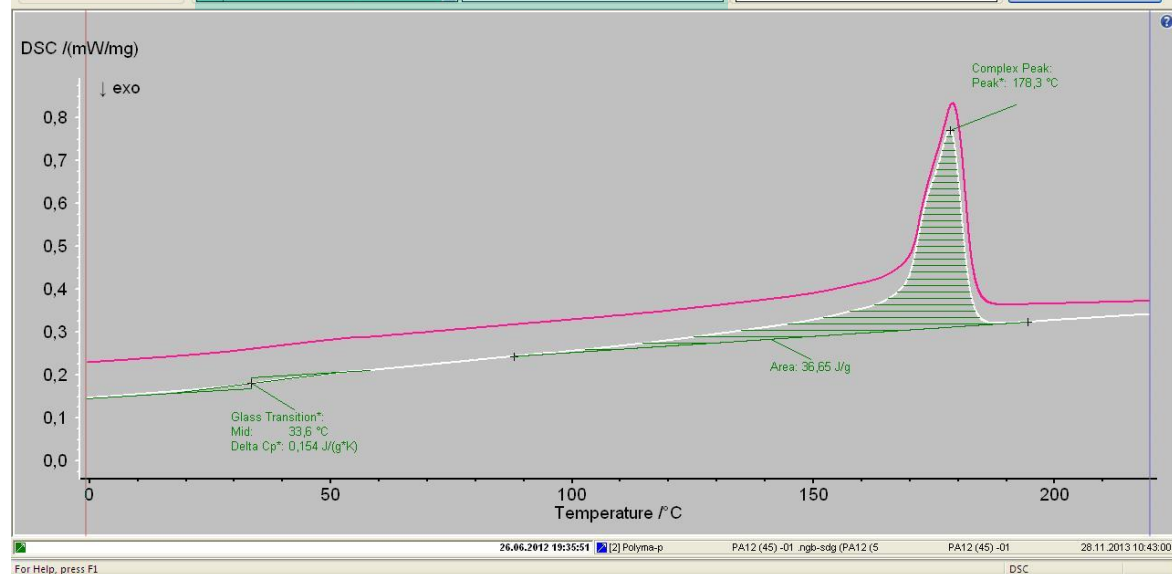
Search Libraries:

Library	Entries
<input checked="" type="checkbox"/> Polymer Measurements NETZSCH	66
<input checked="" type="checkbox"/> Polymer Poster NETZSCH	70
<input type="checkbox"/> Sugars	5
<input type="checkbox"/> test_library	8

Mean Mutual Similarity within selected libraries:  7,62%.

Buttons: Add Current Curve..., Manage Libraries/Classes..., Export Results..., Close

→ Identifikation der unbekanntes Probe als PA12



# NETZSCH Polymer Poster

DSC Kurven der üblichen Polymere sind in der Software enthalten



Thermal Properties of Polymers

This is only a preview of our poster. You can order the original poster via our website in format 560 x 793 mm. [www.netzsch.com/tpop-order](http://www.netzsch.com/tpop-order)

Polymer	Color	Category
ABS	Green	Common Thermoplastics
SAN	Green	Common Thermoplastics
ASA	Green	Common Thermoplastics
SB	Green	Common Thermoplastics
PS	Green	Common Thermoplastics
PE-LD	Green	Common Thermoplastics
PE-LLD	Green	Common Thermoplastics
PE-HD	Green	Common Thermoplastics
PE-UHMW	Green	Common Thermoplastics
EVA	Green	Common Thermoplastics
PP (isotactic)	Green	Common Thermoplastics
PB	Green	Common Thermoplastics
PIB	Green	Common Thermoplastics
PVC-P	Green	Common Thermoplastics
PVC-U	Green	Common Thermoplastics
PVDC	Green	Common Thermoplastics
PVDF	Green	Common Thermoplastics
PVAL	Green	Common Thermoplastics
PLA	Green	Common Thermoplastics
PA11	Green	Common Thermoplastics
PA12	Green	Common Thermoplastics
PA6	Green	Common Thermoplastics
PA66	Green	Common Thermoplastics
PA610	Green	Common Thermoplastics
PA612	Green	Common Thermoplastics
PA65	Green	Common Thermoplastics
PBT	Green	Common Thermoplastics
PET	Green	Common Thermoplastics
PMMA	Green	Common Thermoplastics
POM (homo)	Green	Common Thermoplastics
PEI	Blue	Engineering Thermoplastics
TPC	Orange	High Temperature Resistant Thermoplastic
NBR	Yellow	Thermoplastic Elastomers
EP	Blue	Elastomers
MF	Blue	Elastomers
PF	Blue	Elastomers
PUR	Blue	Elastomers

**PLA**  
Polylactide

45 to 65 °C  
150 to 160 °C  
(na) 350 to 370 °C  
1.43 g/cm³  
W/(m·K)  
(na) 2800 MPa  
\*10<sup>4</sup> K/J

**Polymer type**  
Name

- Common Thermoplastics
- Engineering Thermoplastics
- High Temperature Resistant Thermoplastic
- Thermoplastic Elastomers
- Elastomers
- Thermosets

NETZSCH Polymer Poster  
Winkelmannstraße 42  
95100 Gelnhausen  
Germany  
Tel: +49 9287 88-0  
Fax: +49 9287 88-1505  
info@netzsch.com  
www.netzsch.com

[www.netzsch.com/tpop](http://www.netzsch.com/tpop)

- Reine Polymere
- Polymermischungen: PE-PP

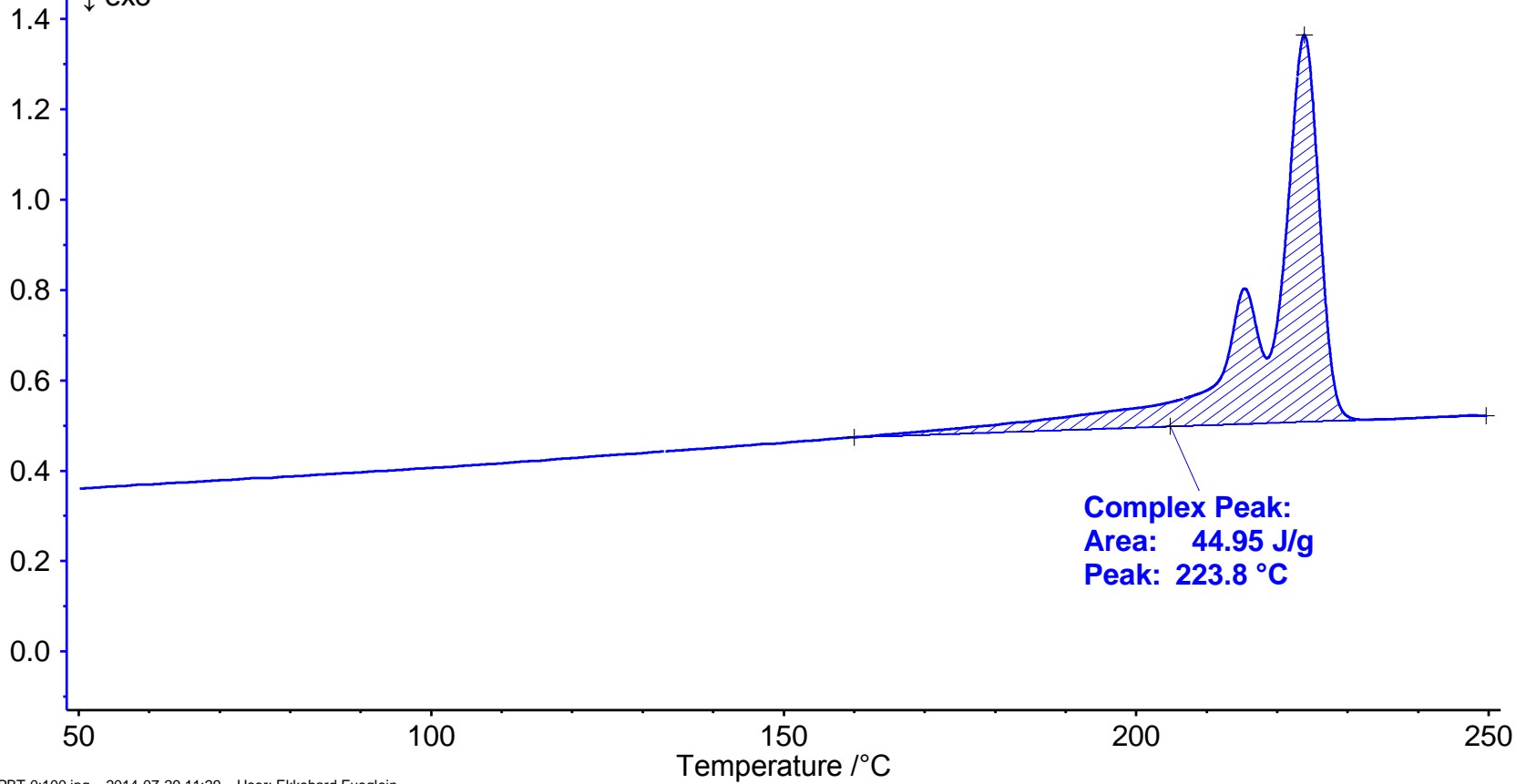
- Reine Polymere

# DSC Messung eines semikristallinen Polymers

## Endothermischer Schmelz Peak

DSC /(mW/mg)

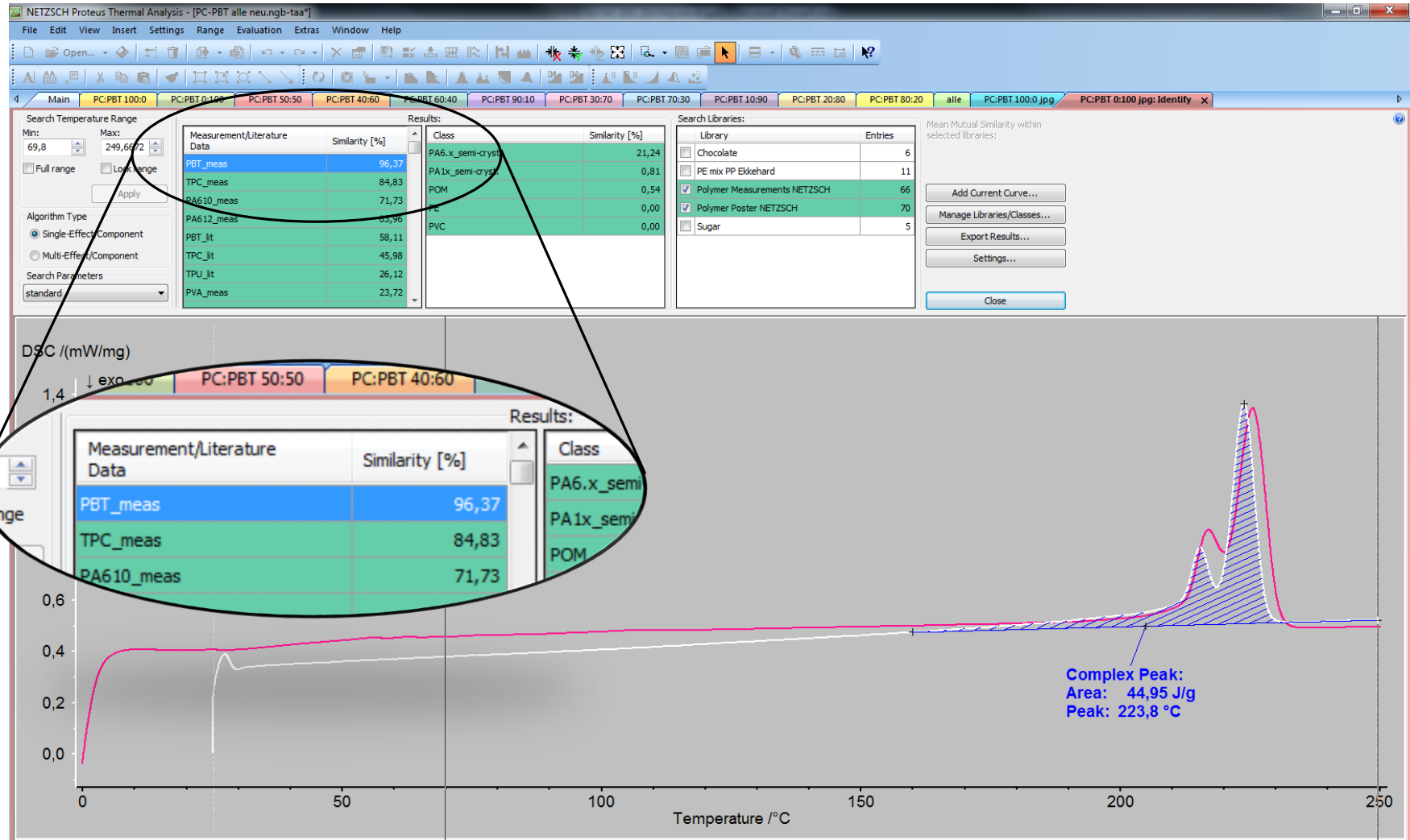
↓ exo





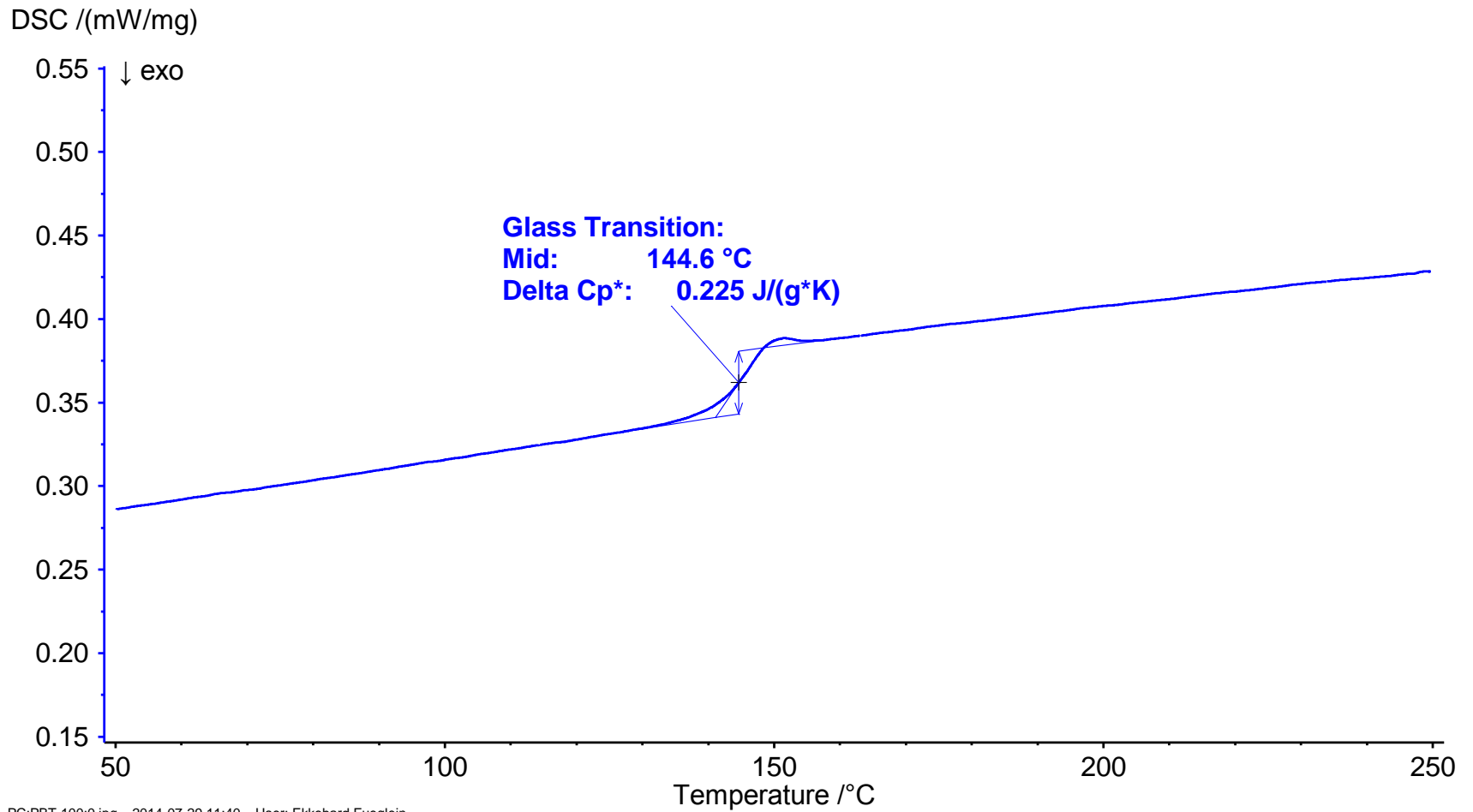
# Polybutylene terephthalate (PBT)

Polymer wird automatisch ausgewertet und in der Datenbank identifiziert



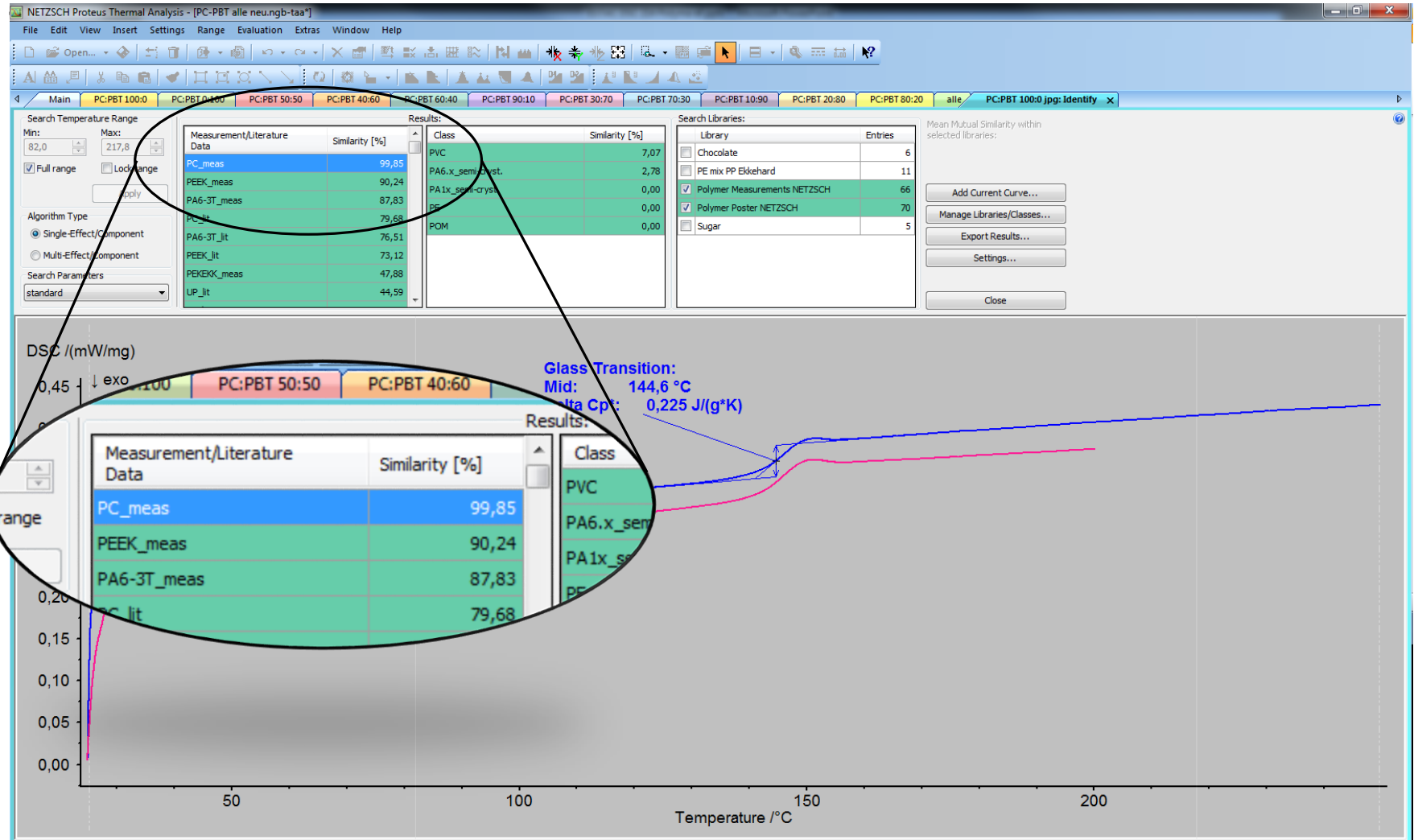
# DSC Messung eines amorphen Polymers

Glasübergang wird gefunden

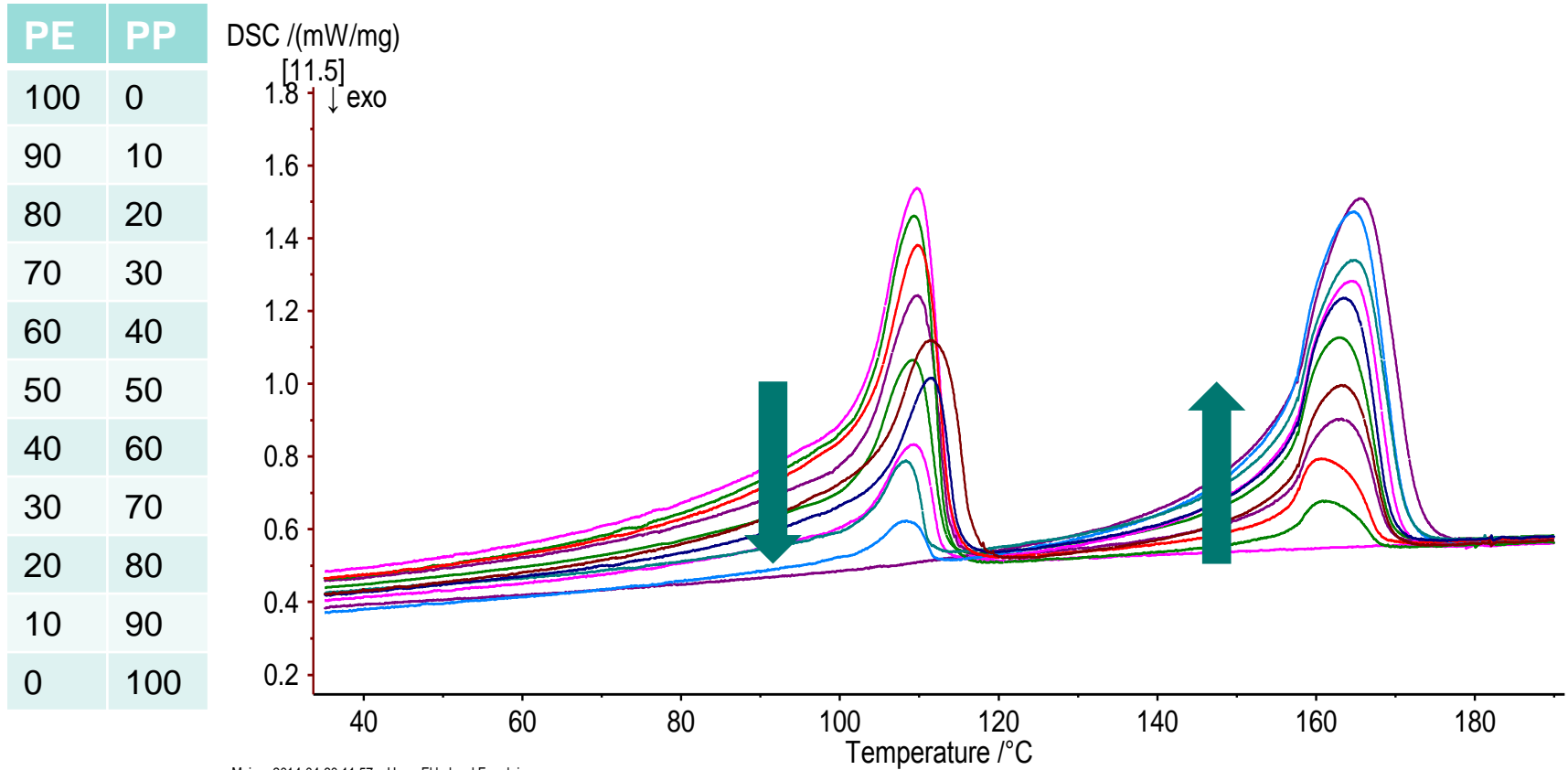


# Polycarbonat (PC)

Polymer wird korrekt bestimmt



- Reine Polymere
- Polymermischungen: PE-PP



Main 2014-04-30 11:57 User: Ekkehard.Fueglein

PE	PP
100	0
90	10
80	20
70	30
60	40
50	50
40	60
30	70
20	80
10	90
0	100

DSC /(mW/mg)

1.4 ↓ exo

1.2

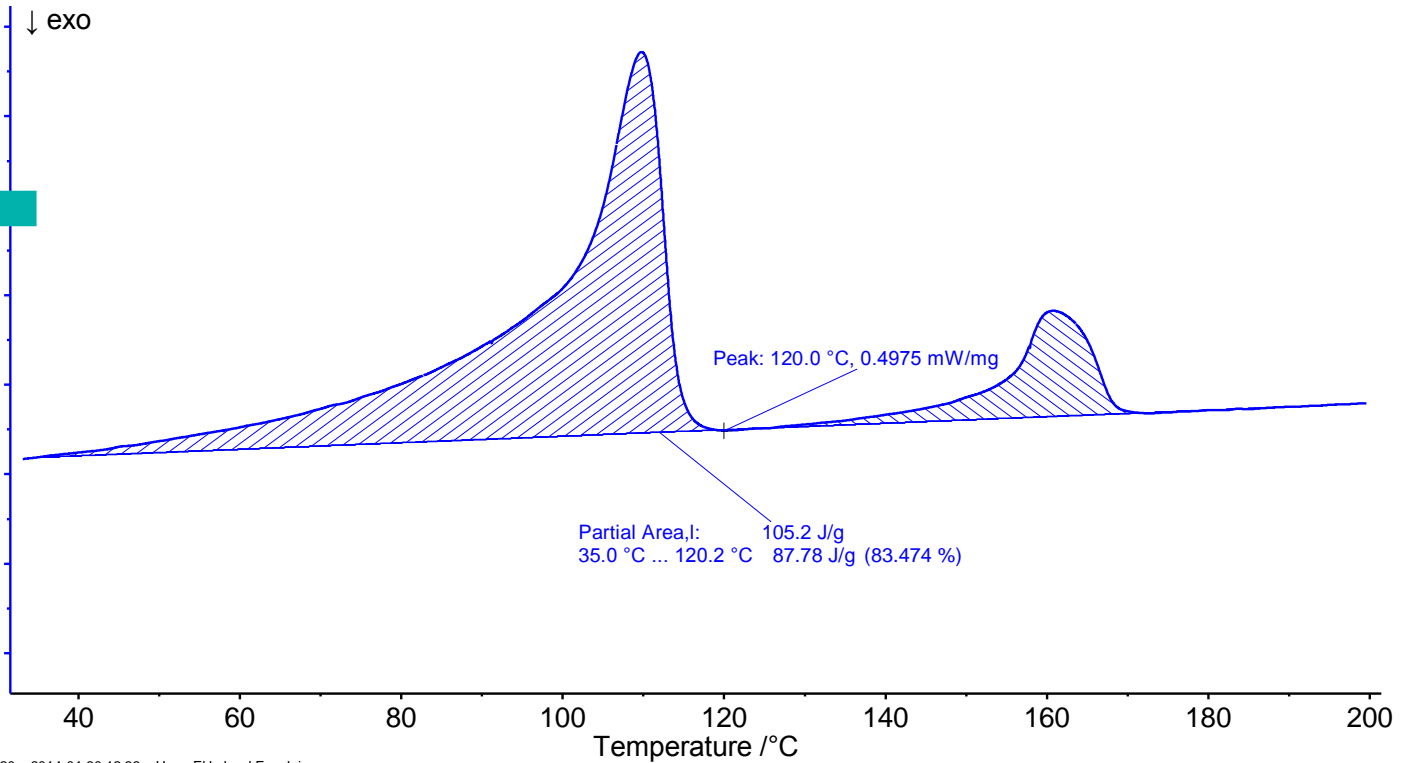
0.8

0.6

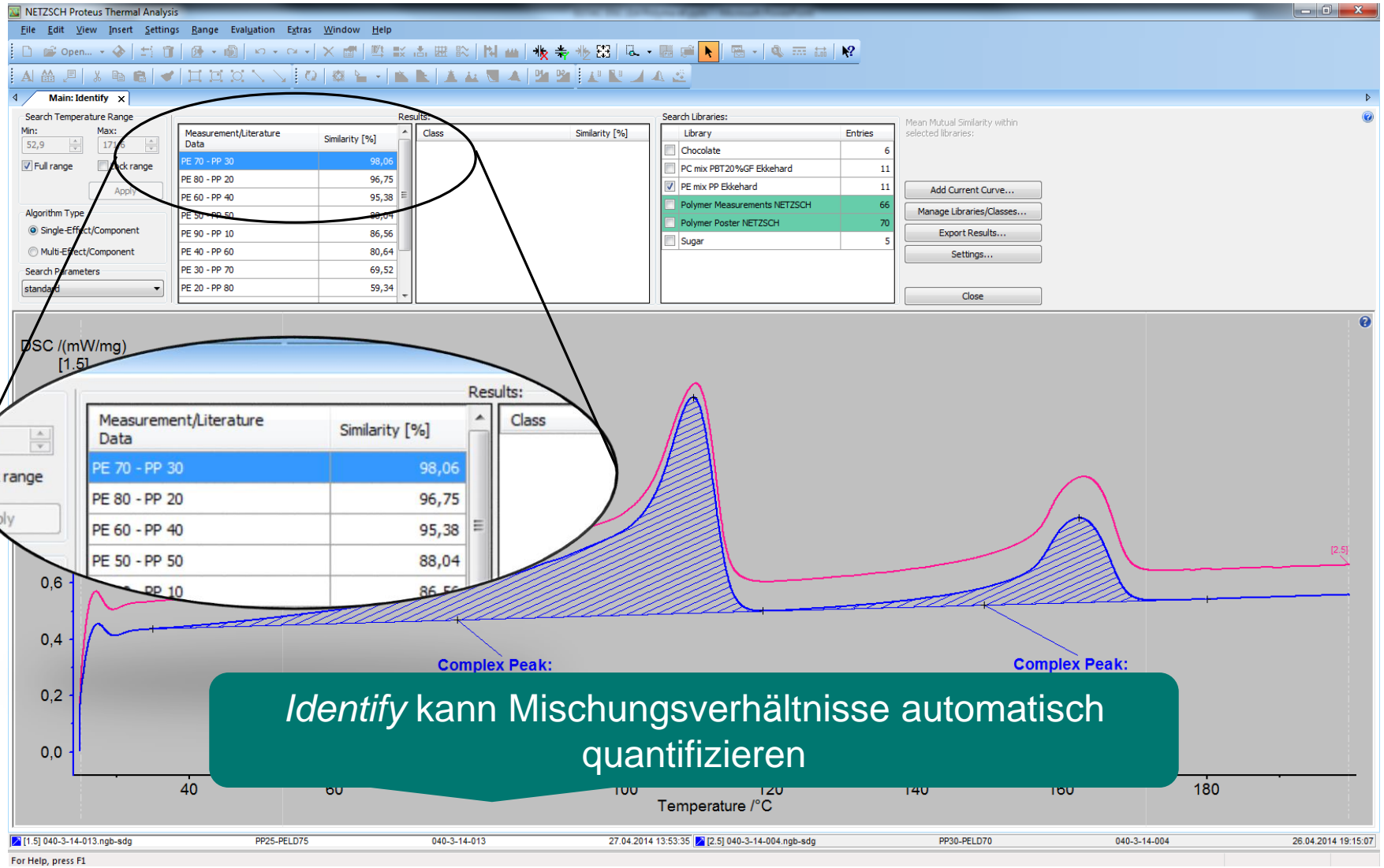
0.4

0.2

0.0

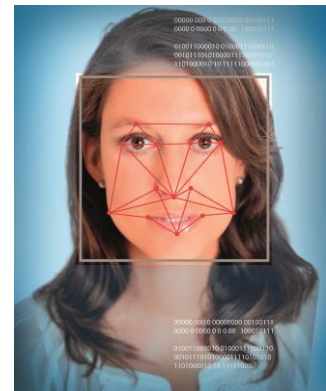
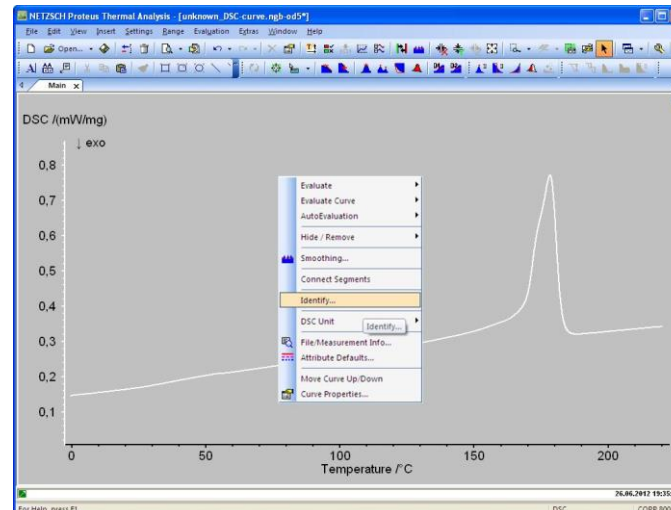


PE: 80 / PP: 20 2014-04-30 12:33 User: Ekkehard.Fueglein



**Identify** ist die erste automatische Datenbank der Thermischen Analyse

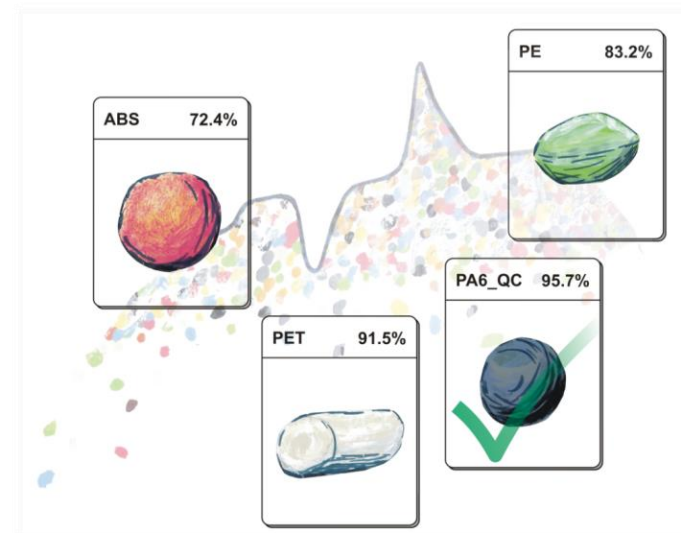
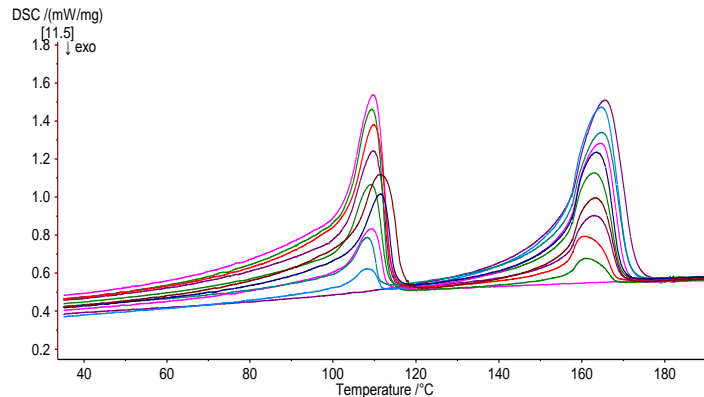
- Sie indentifiziert und Classifiziert DSC Kurven mit **einem Mausklick** (mittels **AutoEvaluation**)
- Sie arbeitet mit reinen Material (**Polymeren**, Zucker, Metalle, Legierungen, etc.) und mit Materialmischungen (HDPE-PP, PC-PBT, PE)





*Identify* kann in der automatisierten Qualitätskontrolle eingesetzt werden

- **Adaptierbar** für kundenspezifische Ansprüche
- Automatisierte **PASS** und **FAIL** Tests können eingerichtet werden
- Automatische Quantifizierung von Materialmischungen
- Sie kann für das Datenmanagement von individuellen Tests, Literaturdaten und Klassen verwendet werden



*Identify* enthält DSC Messkurven von dem NETZSCH Poster „Thermal Properties of Polymers“ der gebräuchlichsten Polymere

Thermal Properties of Polymers

This is only a preview of our poster. You can order the original poster via our website in format 560 x 793 mm. [www.netzsch.com/ttop-order](http://www.netzsch.com/ttop-order)

**PLA**  
Polylactide

45 to 65 °C  
150 to 160 °C

MPa  
g/cm<sup>3</sup>  
W/(m·K)  
J/(kg·K)

NETZSCH-Gesellschaft GmbH  
Wendlingerstraße 42  
91126 Regensburg  
Germany  
Tel: +49 9372 881-0  
Fax: +49 9372 881-369  
www.netzsch.com  
www.netzsch.com

www.netzsch.com/Ttop

**Polymer type**  
Name

- Commodity Thermoplastic
- Engineering Thermoplastic
- High-Temperature Resistant Thermoplastics
- Thermoplastic Elastomers
- Elastomers
- Thermosets

Disclaimer of liability:  
NETZSCH is not responsible for any errors or omissions in this document. NETZSCH is not responsible for any damage or injury caused by the use of this document.

© 2014 NETZSCH-Gesellschaft GmbH. All rights reserved. NETZSCH is a registered trademark of NETZSCH-Gesellschaft GmbH. All other trademarks are the property of their respective owners.

NEW!

NETZSCH

# Die (optionale) KIMW DSC Polymer Datenbank

- 600 DSC Messungen von Polymeren
- Polymer Typen, Lieferanten, Handelsnamen
- Füllgrad, Farbe



Results:

Measurement/Literature Data	Similarity [%]	Class	Similarity [%]
PA6_Akulon_F223-D_DSC	94,17	PA6	81,51
PA6_Ultramid_B3K_DSC	92,99	PBT	52,16
PA6_Domamid_A1-001-N1-N...	92,33	FEP	19,76
PA6_Aquamid_6AV_DSC	91,35	PA66	10,96
PA6_Durethan_B30S_DSC	90,94	PET	6,74
PBT_Celanex_2300_GV1-10...	81,30	ETFE	3,39
PBT_Crastin_S620_F20_DSC	73,96	LCP	1,00
PA6_vernetzt_Betalink_Mast...	71,40	PP	0,19
		TPU	0,06

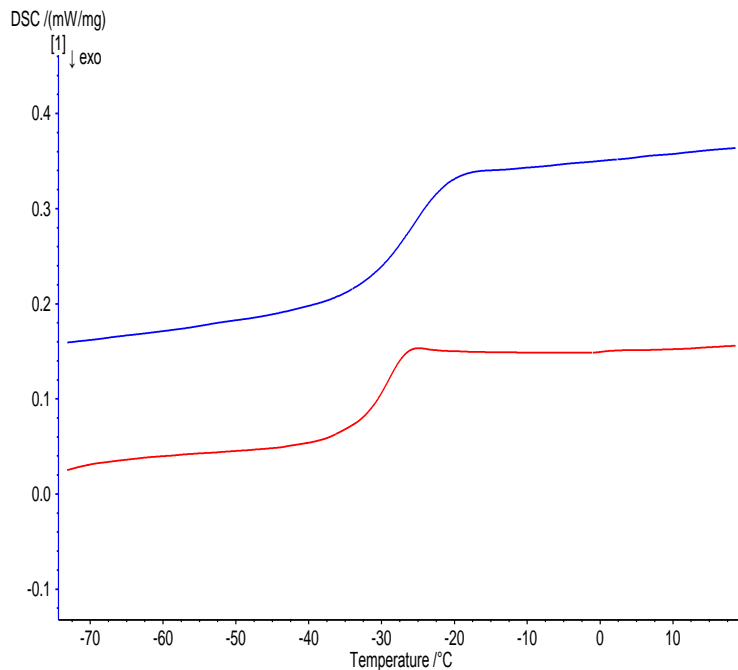
Search Libraries:

Library	Entries
<input checked="" type="checkbox"/> Alloys Poster NETZSCH	42
<input checked="" type="checkbox"/> Ceramics Poster NETZSCH	32
<input checked="" type="checkbox"/> Ceramics_Inorganics NETZSCH	254
<input checked="" type="checkbox"/> Elements Poster NETZSCH	104
<input checked="" type="checkbox"/> Metals_Alloys NETZSCH	135
<input checked="" type="checkbox"/> Organics_Food_Pharma NETZSCH	309
<input checked="" type="checkbox"/> Polymers DSC KIMW	600
<input checked="" type="checkbox"/> Polymers NETZSCH	176
<input checked="" type="checkbox"/> Polymers Poster NETZSCH	70

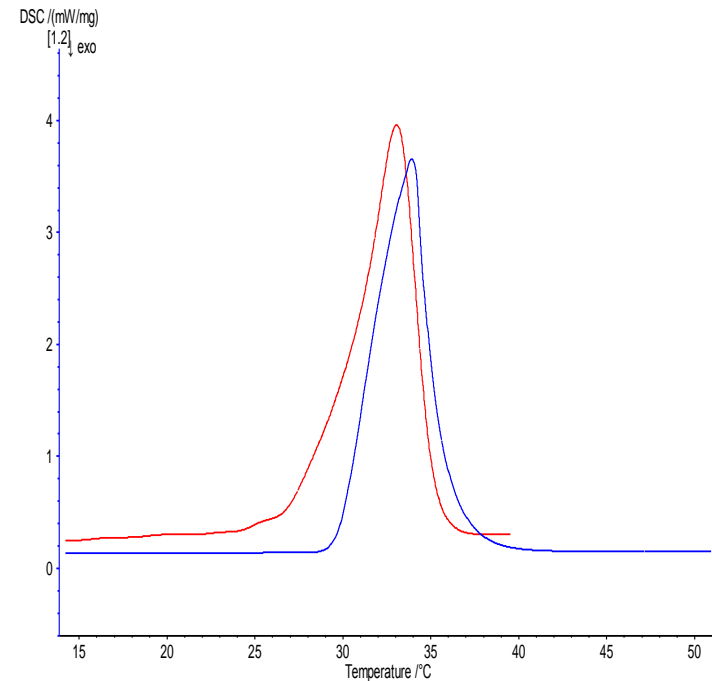
### Mehrere Interpretationen sind möglich

- Verwendung von geeigneten Bibliotheken!
- Nicht nur die beste Übereinstimmung wählen!
- Verwendung von verschiedenen Signalen(DSC, TGA, ...) !
- Mehr Effekte → bessere Identifikation!

Ist es ein Acrylat oder Fruchtgummi?



Ist es Schokolade oder Gallium?

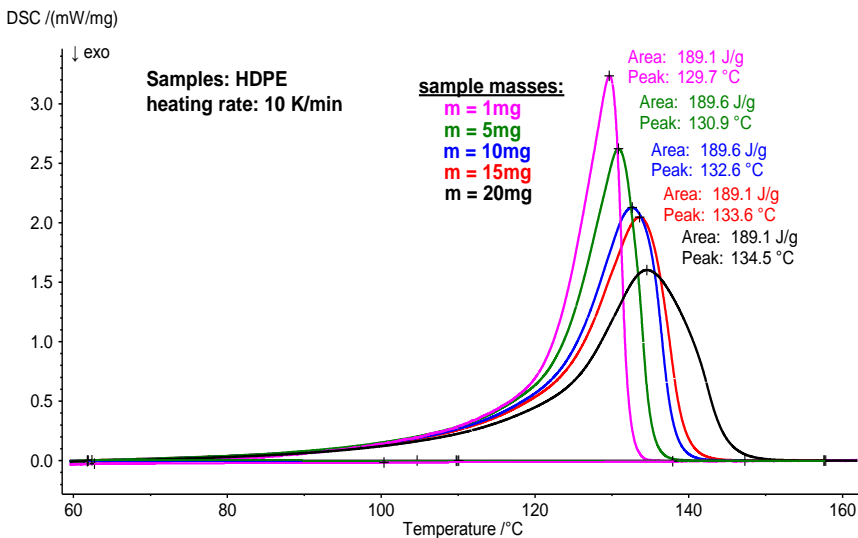


### Mehrere Interpretationen sind möglich

- Verwendung von geeigneten Bibliotheken!
- Nicht nur die beste Übereinstimmung wählen!
- Verwendung von verschiedenen Signalen(DSC, TGA, ...) !

### Abhängig von den Messbedingungen

- Intelligente Algorithmen !
- Einfügen von Messungen in die Datenbank mit unterschiedlichen Messbedingungen !
- Filtern der Datenbankeinträge abhängig von deren Messbedingungen!



### Mehrere Interpretationen sind möglich

- Verwendung von geeigneten Bibliotheken!
- Nicht nur die beste Übereinstimmung wählen!
- Verwendung von verschiedenen Signalen(DSC, TGA, ...) !

### Abhängig von den Messbedingungen

- Intelligente Algorithmen !
- Einfügen von Messungen in die Datenbank mit unterschiedlichen Messbedingungen !
- Filtern der Datenbankeinträge abhängig von deren Messbedingungen!

### Wenn kein ähnlicher Eintrag In der Datenbank ist

- Erweiterung der Datenbank!

## *Identify*

- Ist genauso smart (oder dumm) wie jede andere Datenbank
- Sie ist nur so gut wie die Daten mit der Sie sie füttern

Aber:

- *Identify* bietet **objektive Vorschläge** für unbekannte Materialien basierend auf den gemessenen Daten
- *Identify* gibt zumindest eine **nützliche zweite Meinung** für erfahrene Benutzer
- *Identify* erlaubt eine sinnvolle Bewertung für die automatisierte **QC**

Thank you for your attention!

---

**NETZSCH**

Danksagungen:

Dr. Tobias Pflock, Netzsch Gerätebau GmbH

Dr. Ekkehard Füglein, Netzsch Gerätebau GmbH

Dr. Alexander Schindler, Netzsch Gerätebau GmbH

Dr. Elena Moukhina, Netzsch Gerätebau GmbH

**Hans-Peter Geike**

Technischer Vertrieb

Büro Heidenheim

Tel: 07327 921360

[hans-peter.geike@netzsch.com](mailto:hans-peter.geike@netzsch.com)

<https://vimeo.com/143356782>