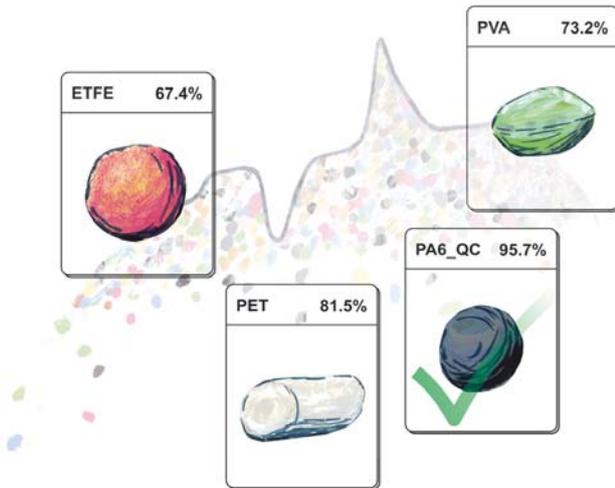


# Identify

Wie eine automatische Erkennung von DSC-Kurven die Polymercharakterisierung vereinfacht

Dr. Alexander Schindler



## Einführung

Die vollkommen neue DSC 214 *Polyma* von NETZSCH macht DSC-Untersuchungen einfacher und aussagekräftiger als je zuvor. In ihr stecken einige clevere Innovationen, die alle Aspekte einer DSC-Untersuchung umfassen (siehe Abbildung 1): Brandneu sind der *Arena*-Ofen und der *Corona*-Sensor der DSC sowie die perfekt darauf abgestimmten *Concavus*-Probenriegel, wodurch insgesamt extrem schnelle und reproduzierbare DSC-Messungen mit höchster Qualität möglich werden.

Ein Highlight der neuen Generation der *Proteus*<sup>®</sup>-Software ist die einfach zu bedienende *SmartMode*-Benutzeroberfläche. Einzigartig ist auch die neue Funktion *AutoEvaluation*, denn sie kann DSC-Kurven völlig selbstständig, reproduzierbar und mit hoher Zuverlässigkeit auswerten.

Der letzte Schritt hin zu einer kompletten DSC-Untersuchung ist die Interpretation der ausgewerteten Messergebnisse. Bislang hat die Interpretation einer DSC-Kurve einige Erfahrung und auch Zeit beansprucht, z.B. zur Literaturrecherche. Die Interpretation wird nun – erstmals in der Geschichte der

thermischen Analyse – durch das bahnbrechende DSC-Kurvenerkennungs- und Datenbanksystem *Identify* erheblich vereinfacht.

Eine Erkennung oder Identifikation einer unbekanntem DSC-Kurve auf Basis bekannter Datenbank-Kurven und Literaturdaten führt letztlich auch zu deren Interpretation. Die DSC-Kurve könnte von einer Probe mit unbekannter Zusammensetzung stammen oder aus der täglichen Qualitätskontrolle (QC), bei der *Identify* die Übereinstimmung mit gespeicherten, von „i.O.-Proben“ stammenden Messungen anzeigen kann. *Identify* ist somit ein äußerst leistungsfähiges Tool sowohl für die Materialerkennung als auch für die Qualitätskontrolle und Schadensanalyse mittels DSC. Weiterhin dient *Identify* zur Archivierung von Messungen, da direkter Zugriff auf bereits in der Datenbank gespeicherte DSC-Kurven samt Auswertung besteht. Aber das Beste kommt zum Schluss: *Identify* liefert Ergebnisse nach einem einzigen Klick!



1 Alle Aspekte (360°-Komplettlösung) einer vollständigen DSC-Untersuchung

## Identify

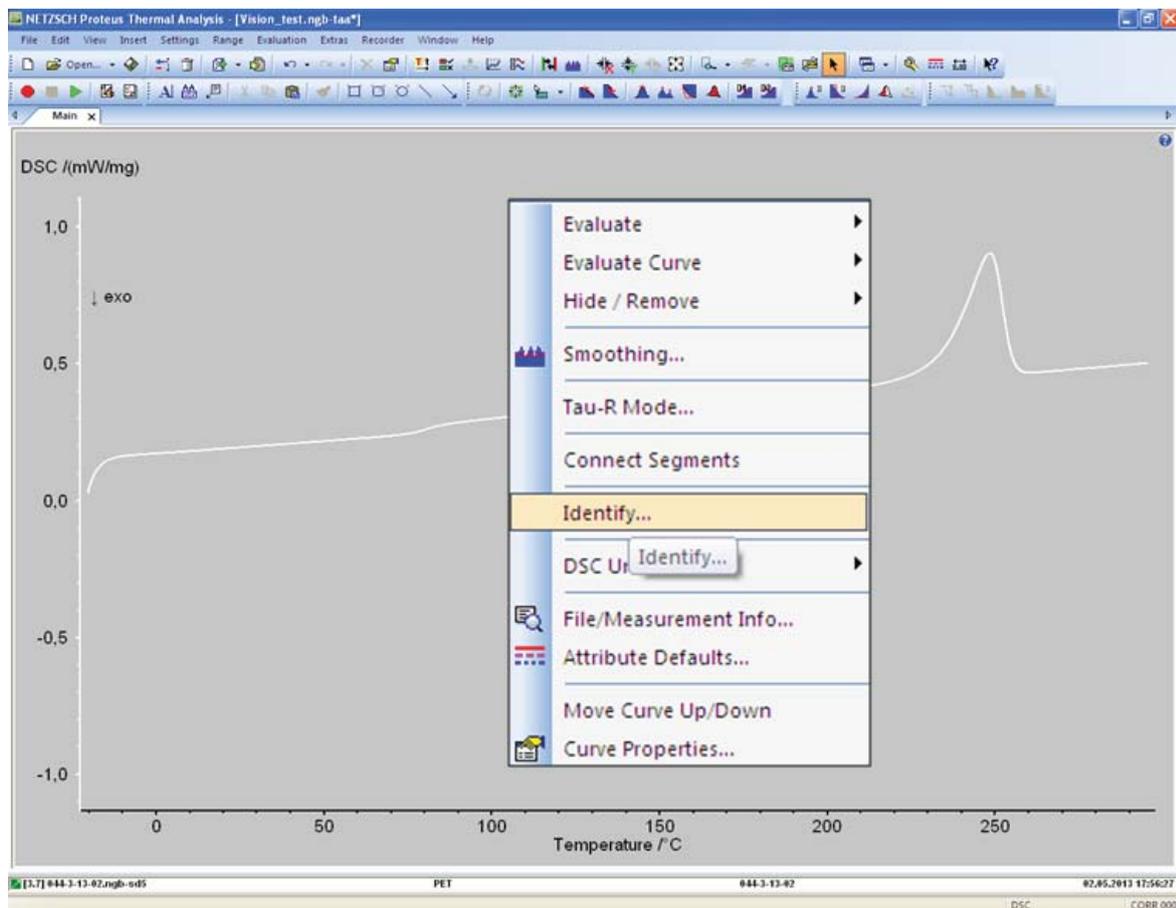
Wie eine automatische Erkennung von DSC-Kurven die Polymercharakterisierung vereinfacht

Als Basis umfasst die Datenbank bei Auslieferung Bibliotheken mit DSC-Messungen und Literaturdaten aus dem bekannten NETZSCH-Poster „Thermische Eigenschaften von Polymeren“. Die Datenbank wächst mit der Erweiterung durch den Anwender, der Bibliotheken und Klassen ganz einfach selbst anlegen kann. Diese beinhalten seine eigenen Messungen und binden letztlich auch sein Wissen mit ein.

### Materialerkennung

Abbildung 2 veranschaulicht, wie *Identify* auf eine noch nicht ausgewertete, unbekannte DSC-Kurve angewendet wird. Nach nur einem Klick innerhalb der

*Proteus*<sup>®</sup>-Software wird die DSC-Kurve mittels *Auto-Evaluation* vollständig ausgewertet und die Ergebnisse von *Identify* erscheinen sofort (siehe Abbildung 3): Die linke Trefferliste zeigt Vergleichsmessungen und Literaturdaten aus der Datenbank sortiert nach Ähnlichkeit zur unbekannt DSC-Kurve. Eine weitere Trefferliste auf der rechten Seite beschreibt die Ähnlichkeit zwischen der unbekannt DSC-Kurve und definierten Datenbank-Klassen, auf die weiter unten im Detail eingegangen wird. Offensichtlich führen der in der DSC-Kurve detektierte Glasübergang bei etwa 80 °C und der Schmelzpeak bei etwa 250 °C zur eindeutigen Identifikation der gemessenen Probe als das Polymer PET.



2 Ausführung von *Identify* an einer noch nicht ausgewerteten, unbekannt DSC-Kurve

## Identify

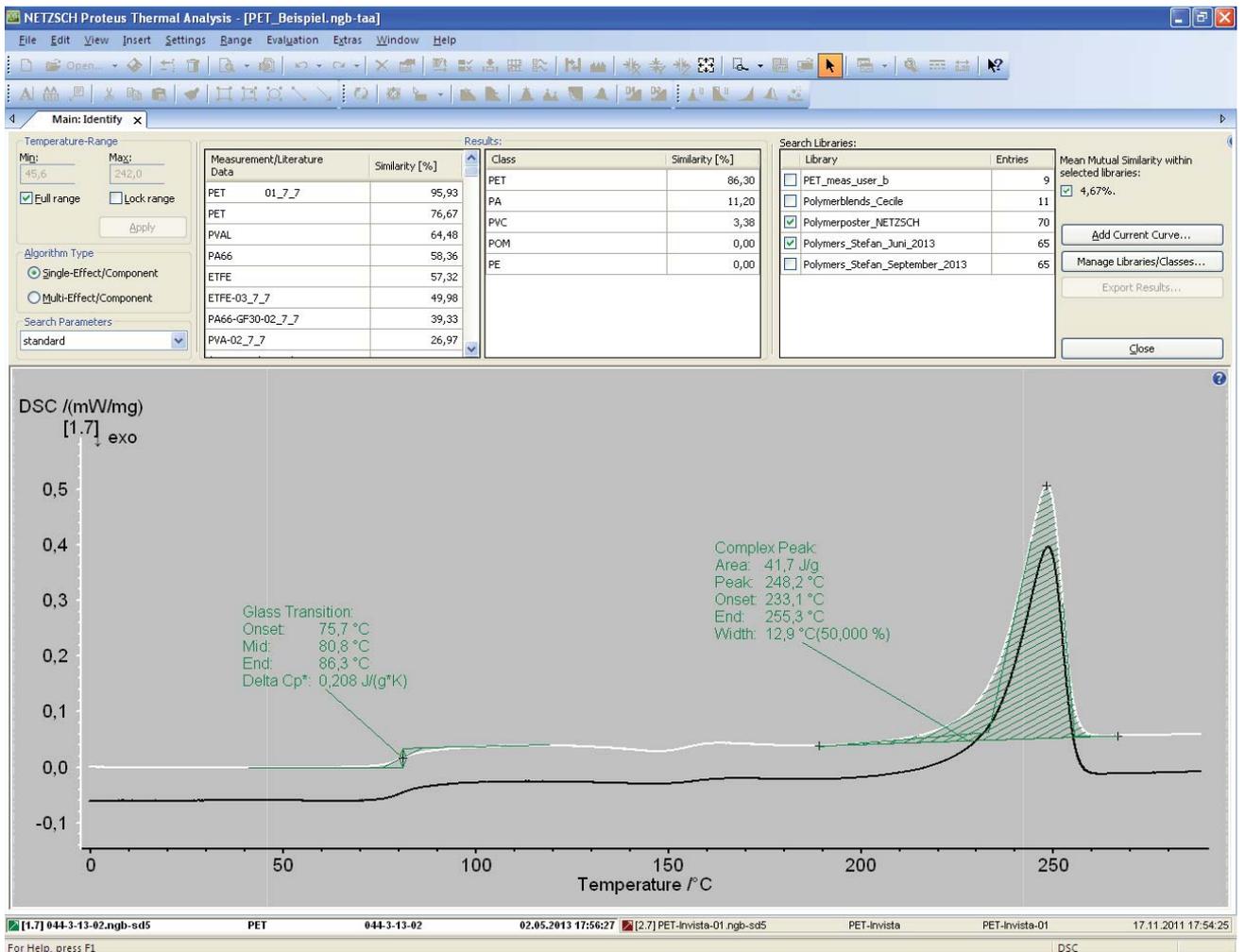
Wie eine automatische Erkennung von DSC-Kurven die Polymercharakterisierung vereinfacht

Results:

Measurement/Literature Data	Similarity [%]
PET 01_7_7	95,93
PET	76,67
PVAL	64,48
PA66	58,36
ETFE	57,32
ETFE-03_7_7	49,98
PA66-GF30-02_7_7	39,33
PVA-02_7_7	26,97

Class	Similarity [%]
PET	86,30
PA	11,20
PVC	3,38
POM	0,00
PE	0,00



3 Ergebnis-Ansicht von *Identify* nach nur einem Klick. Die unbekannte Kurve ist weiß markiert, die ähnlichste Datenbank-Kurve schwarz.

## Identify

Wie eine automatische Erkennung von DSC-Kurven die Polymercharakterisierung vereinfacht

### Wie funktioniert *Identify*?

Die Vorgehensweise von *Identify* ist sehr ähnlich zu der einer Bilderkennung, wie sie heutzutage z.B. zur Identifikation von Objekten oder Personen angewandt wird (siehe Abbildung 4). Der Ablauf lässt sich im Wesentlichen in drei Schritte unterteilen:

#### 1) Segmentierung der gemessenen DSC-Kurve

Signifikante kalorische Effekte wie Glasübergänge oder exotherme und endotherme Effekte müssen identifiziert und von unwichtigen Bereichen der Messkurve abgegrenzt werden. Diese außerordentlich schwierige Aufgabe wird mittels *AutoEvaluation* für den Großteil aller Messungen zuverlässig erledigt – und zwar ohne ein Eingreifen des Anwenders.

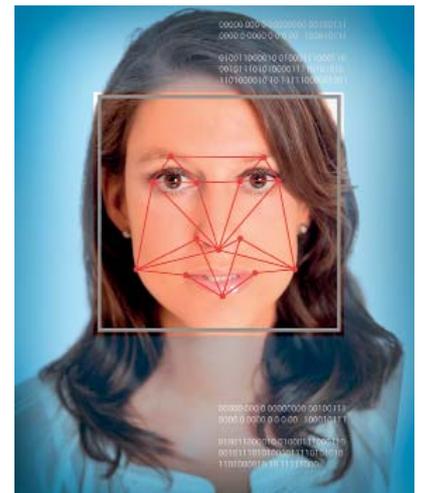
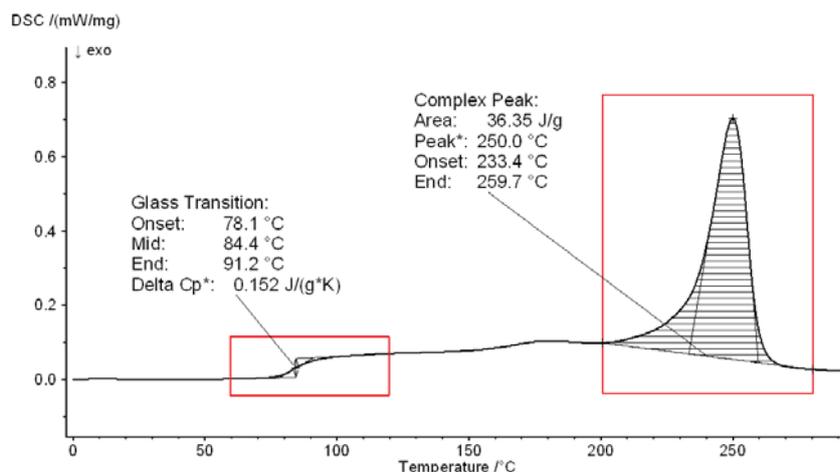
#### 2) Extraktion der Merkmale der gefundenen Effekte

Eigenschaften wie extrapolierte Onset-Temperatur oder Peak-Fläche werden – gemäß der bekannten DIN- und ASTM E-Normen – mit Hilfe bewährter Routinen der NETZSCH *Proteus*®-Software automatisch bestimmt.

#### 3) Eigentliche Erkennung der DSC-Kurve

Die Ähnlichkeiten zwischen der unbekanntem DSC-Kurve und Datenbank-Messungen, -Literaturdaten und -Klassen werden praktisch in-situ unter Verwendung komplexer mathematischer Algorithmen berechnet. Das Ergebnis ist eine Trefferliste aus Datenbank-Einträgen, sortiert nach absteigender Ähnlichkeit zur unbekanntem DSC-Kurve.

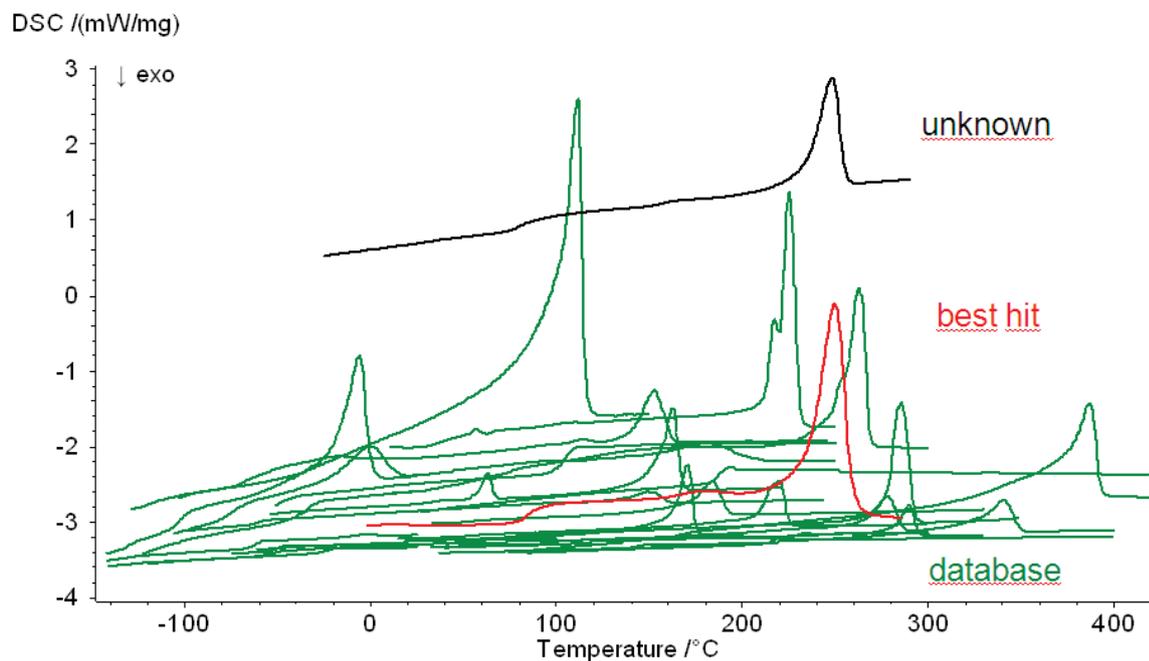
Selbstverständlich kann *Identify* auch DSC-Kurven verwenden, die vom Anwender bereits manuell ausgewertet wurden oder bei denen der Anwender die Ergebnisse von *AutoEvaluation* nachträglich modifiziert hat. Somit kann Schritt 1) zumindest teilweise auch durch den Anwender geschehen.



4 Vorgehensweise von *Identify* in Analogie zu einer Bilderkennung

## Identify

Wie eine automatische Erkennung von DSC-Kurven die Polymercharakterisierung vereinfacht



5 Eine unbekannte DSC-Kurve im Vergleich zu einigen exemplarischen Datenbank-Kurven. Die der unbekanntem am ähnlichste Datenbank-Kurve ist als „best hit“ bezeichnet.

Wie Abbildung 5 veranschaulicht, ist *Identify* in der Lage, aus Hunderten von Datenbank-Kurven diejenigen zu finden, die der unbekanntem DSC-Kurve am ähnlichsten sind – nach nur einem Klick und innerhalb nur einer Sekunde.

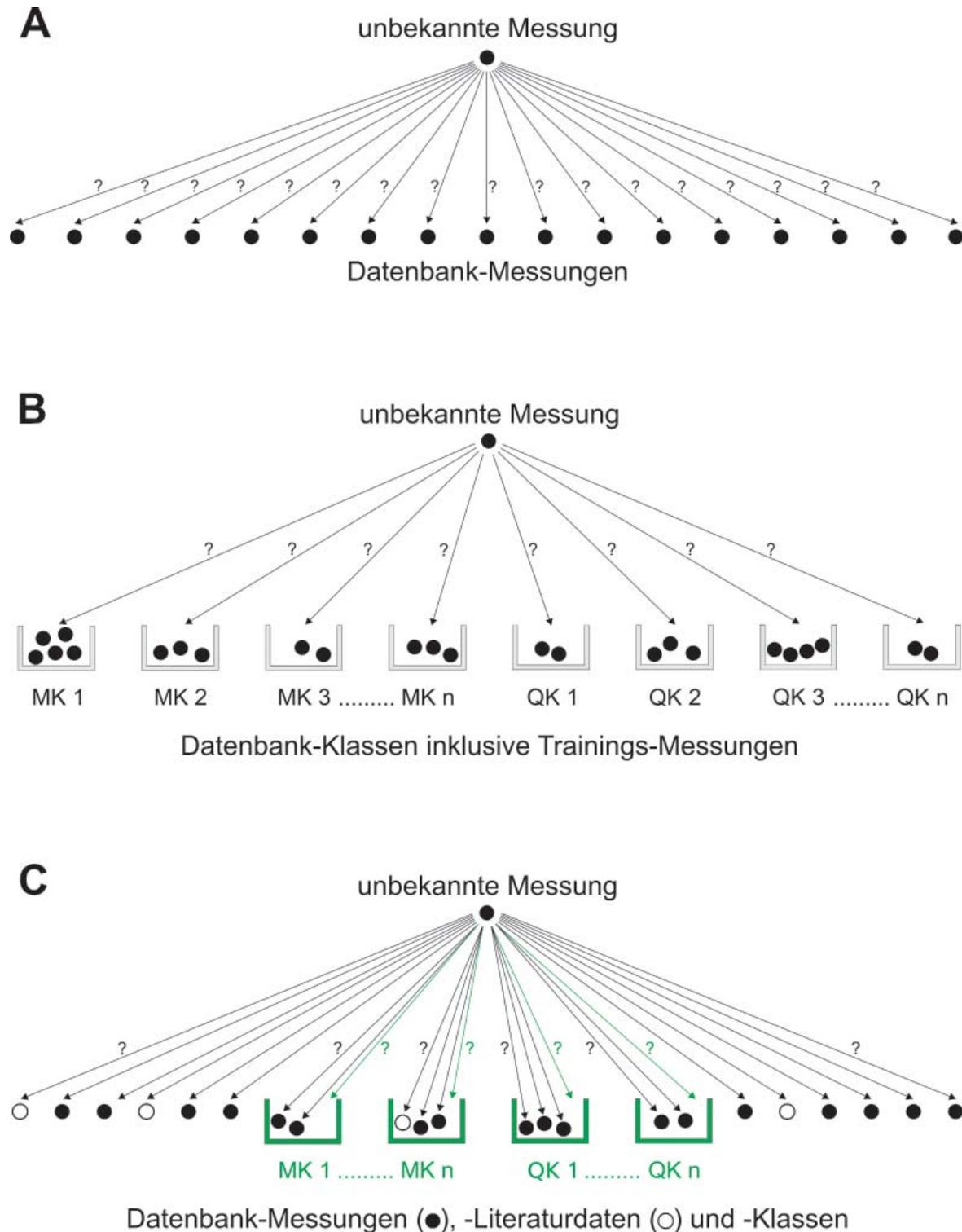
Aufgrund der effekt- und merkmalsbasierten Algorithmen besteht die Datenbank von *Identify* nicht nur aus tatsächlichen DSC-Messkurven, sondern – wie oben erwähnt – zusätzlich noch aus Literaturdaten.

Aber *Identify* kann noch mehr. Hierzu zeigen die Abbildungen 6A und 6B schematisch verschiedene Ansätze einer Datenbanksuche im Allgemeinen: Ein Weg sind sogenannte „Queries“, d.h. Eins-gegen-eins-Vergleiche zwischen der unbekanntem Messung und den Datenbank-Messungen (6A). Der zweite Weg ist eine Klassifikation, bei der die unbekanntem Messung definierten Datenbank-Klassen zugeordnet wird, die jeweils Trainings-Messungen erfordern würden (6B). Solche Klassen könnten

Material-Klassen (MKs) sein, die z.B. alle verfügbaren, an Proben aus dem Polymer PA6 durchgeführten Messungen beinhalten. In Qualitäts-Klassen (QKs) würden sich beispielsweise nur die Messungen an PA6 befinden, die von Gut-Teilen stammen, die die Qualitätskontrolle erfolgreich passiert haben. Wie Abbildung 6C veranschaulicht, vereint *Identify* beides, sowohl „Queries“ als auch Klassifikationen, wobei eine Messung sogar mehreren Klassen gleichzeitig angehören kann. Einige Material-Klassen wie PE oder PET sind standardmäßig bereits in der Software enthalten, der Anwender kann aber selbstverständlich weitere Klassen anlegen, die mit jedem Eintrag hinzulernen. Diese Klassen binden somit das Wissen und die Expertise des Anwenders mit in *Identify* ein, wohingegen die Query-Ergebnisse keinerlei Wissen oder Interaktion des Anwenders erfordern. Diese hängen – falls *AutoEvaluation* verwendet wurde – einzig von der DSC-Messkurve selbst ab und nicht vom Anwender, was zu objektiven Auswertungen und Interpretationen führt.

## Identify

Wie eine automatische Erkennung von DSC-Kurven die Polymercharakterisierung vereinfacht



6 Verschiedene Ansätze einer Datenbanksuche: Queries (A), Klassifikation (B) und die *Identify*-Lösung (C), die beides vereint

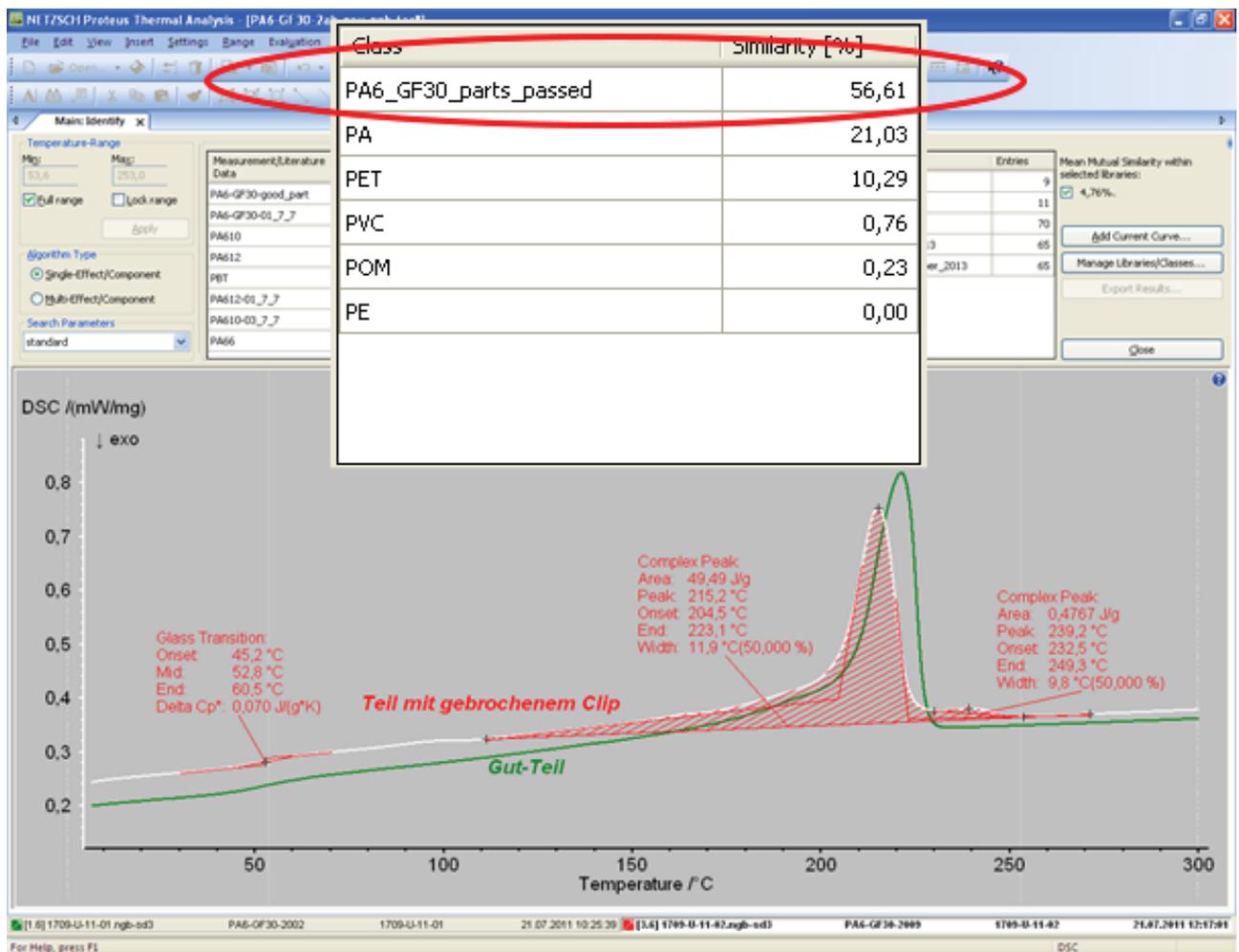
## Identify

Wie eine automatische Erkennung von DSC-Kurven die Polymercharakterisierung vereinfacht

### Anwendung in der Qualitätskontrolle

In Abbildung 7 erkennt man, wie eine DSC-Messung an einem Schlecht-Teil (mit gebrochenem Clip), das nominell aus PA6 besteht, mit *Identify* analysiert wird. Im Vergleich zu den Gut-Teilen ist der Schmelzpeak beim Schlecht-Teil zu niedrigerer Temperatur verschoben und es tritt ein zusätzlicher kleiner Peak bei ca. 240 °C in der DSC-Kurve auf, was insgesamt zu einer relativ geringen Ähnlichkeit (von 56,61 %) zur Klasse "PA6\_GF30\_parts\_passed"

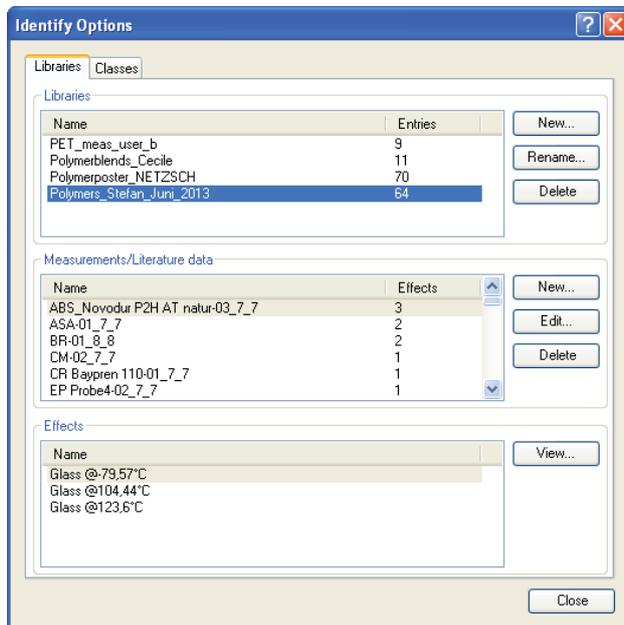
der Gut-Teile führt. Höchstwahrscheinlich besteht das Schlecht-Teil nicht aus reinem PA6, sondern aus einer Mischung verschiedener PA-Typen wie PA6 und PA66. Die beschriebene Anwendung ist ein klassischer Fall von Schadensanalyse. Dennoch wird klar, wie eine routinemäßige Qualitätskontrolle sowohl an Rohmaterialien als auch an Endprodukten mit Hilfe der neuen DSC 214 *Polyma* mit serienmäßiger *Identify*-Software Produktausfälle im Feld minimieren kann.



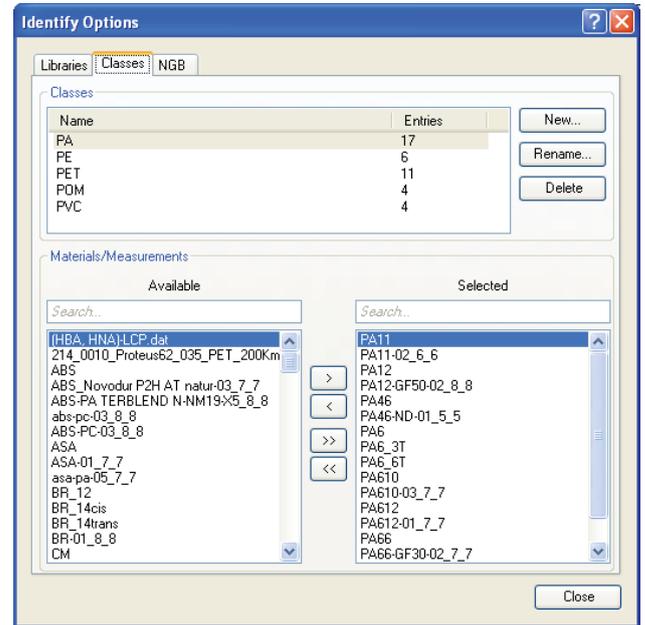
7 Analyse einer DSC-Messung an einem Schlecht-Teil (mit gebrochenem Clip, nominell PA6) mit *Identify*

## Identify

Wie eine automatische Erkennung von DSC-Kurven die Polymercharakterisierung vereinfacht



8 Management von Bibliotheken, Messung und Literaturdaten unter *Identify Options*



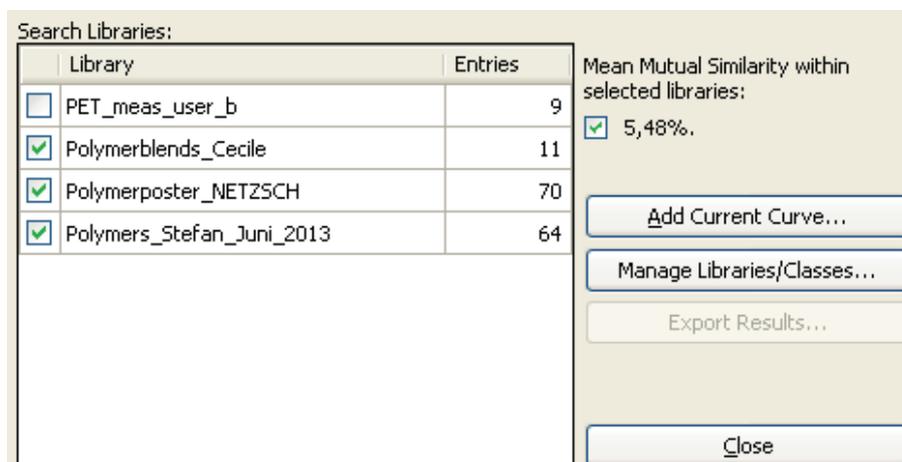
9 Management von Klassen unter *Identify Options*

### Anwendung und optionale Einstellungen von *Identify*

Obwohl *Identify* hohe Ansprüche erfüllt, ist es sehr einfach in der Anwendung. Die Ergebnisse erscheinen nach nur einem Klick und auch was das Management der Bibliotheken, wie die Erzeugung oder die Erweiterung, und deren Einträge betrifft, ist alles auf Anhieb verständlich (siehe Abbildung 8). Das Management von Klassen ist ebenfalls komfortabel, wie Abbildung 9 zeigt: Zur Verfügung stehende Messungen und Literaturdaten können sehr

einfach einer Klasse hinzugefügt oder aus einer Klasse entfernt werden – insbesondere unter Verwendung der alphabetischen Suchfilter.

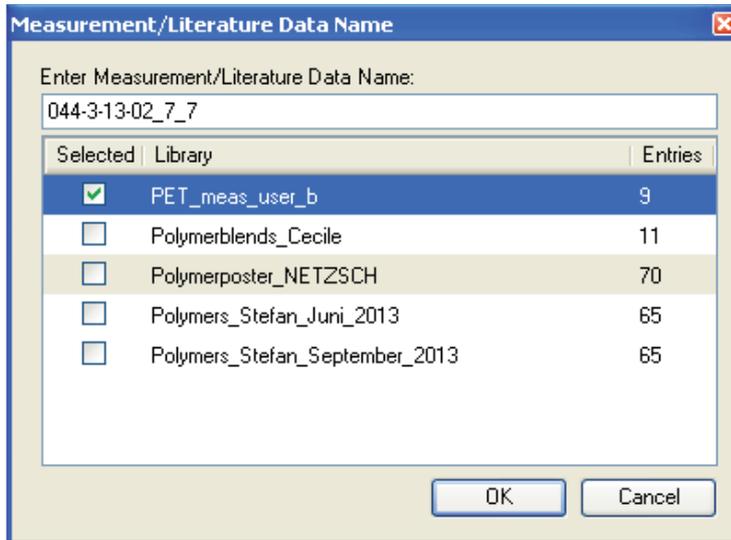
Vorhandene Bibliotheken lassen sich über Checkboxes in der Hauptansicht von *Identify* in die aktuelle Datenbanksuche mit einbeziehen oder davon ausschließen – wie in Abbildung 10 dargestellt. Nach Änderung der Auswahl dieser Such-Bibliotheken werden die Trefferlisten sofort angepasst.



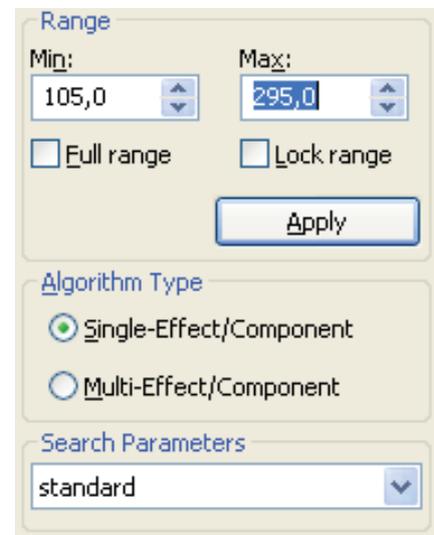
10 Auswahl der aktiven Such-Bibliotheken

## Identify

Wie eine automatische Erkennung von DSC-Kurven die Polymercharakterisierung vereinfacht



11 Dialog nach dem Anwählen von „Add Current Curve ...“



12 Optionale Einstellmöglichkeit, zugänglich direkt in der Hauptansicht von *Identify*

Ebenfalls ganz einfach und schnell lässt sich eine DSC-Kurve zu einer Bibliothek hinzufügen (siehe Abbildung 11): Wenn man den automatischen Namensvorschlag für den neuen Bibliothekseintrag verwendet, sind nur noch die entsprechenden Ziel-Bibliotheken anzuwählen.

Weiterhin besteht in der Hauptansicht von *Identify* die Möglichkeit, einige Einstellungen zu verändern und dadurch die Analyseergebnisse zu optimieren (siehe Abbildung 12). Mit der Einschränkung des aktiven Temperaturbereichs lässt sich die Suche und dadurch auch die Interpretation auf Teile der DSC-Kurve wie z.B. auf einzelne Effekte beschränken oder – anders ausgedrückt – Teile der DSC-Kurve können ignoriert werden. Die Algorithmen-Typen „Single“ oder „Multi“ berücksichtigen, ob die DSC-Kurve von einer Ein- oder Multikomponenten-Probe, wie z.B. von einem Polymerblend stammt. In diesem Fall nimmt *Identify* an, dass die unbekannte DSC-Kurve eine Überlagerung mehrerer Einzelkurven widerspiegelt. Die neben „standard“ optional einstellbaren Parametersätze wie z.B. „qualitativ“, „amorph“ oder „kristallin“ würden entsprechende Informationen, die der Benutzer über die Probe haben könnte, berücksichtigen. Grundsätzlich werden Algorithmen-Typ und Parametersatz unter Berücksichtigung der DSC-Kurve automatisch voreingestellt.

### Der Autor

Dr. Alexander Schindler ist seit mehr als 15 Jahren auf den Gebieten der experimentellen Physik, Thermischen Analyse und Thermo-physikalischen Eigenschaften tätig. Er ist ein anerkannter Experte für Methoden zur thermischen Charakterisierung und deren Anwendung.

### Zusammenfassung

Insgesamt ist *Identify* ...

- ... ein neues und einzigartiges System zur DSC-Kurven-erkennung und Interpretation, das Ergebnisse nach nur einem Klick liefert.
- ... nützlich zur Materialerkennung und Qualitätskontrolle.
- ... einfach anzuwenden und erfüllt trotzdem hohe Ansprüche!
- ... ein Datenbanksystem mit NETZSCH-Bibliotheken (für Polymere) als Basis, das vom Benutzer beliebig erweitert werden kann.
- ... in der Lage, Messungen, Literaturdaten und Klassen zu verwenden, die auch das Wissen des Anwenders mit einbeziehen.