

Technologienachmittag

**KUNSTSTOFF
INSTITUT
LÜDENSHEID**

Neuigkeiten in der Instrumentellen Analytik von Kunststoffen



Kontakt:
Kunststoff-Institut Lüdenscheid
Karolinenstr. 8
58507 Lüdenscheid
www.kunststoff-institut.de

Dr. Andreas Balster
+49 (0) 23 51.10 64-193
balster@kunststoff-institut.de

Dieses Dokument ist urheberrechtlich geschützt. Die Vervielfältigung – auch auszugsweise – bedarf der ausdrücklichen Genehmigung des Kunststoff-Instituts Lüdenscheid (K.I.M.W.).

Highlights

**KUNSTSTOFF
INSTITUT
LÜDENSHEID**

- **Materialanalytik mittels Raman-Mikroskopie**
- **Neue Möglichkeiten der Online-Prozesskontrolle**
- **Zerstörungsfreie Prüfung: μ -CT**
- **Wareneingangskontrolle mittels TMA („Identipol“)**

Analysemethoden



➤ **Thermo Scientific**

- Werkstoffanalysen und Materialcharakterisierung mittels Raman-Mikroskopie

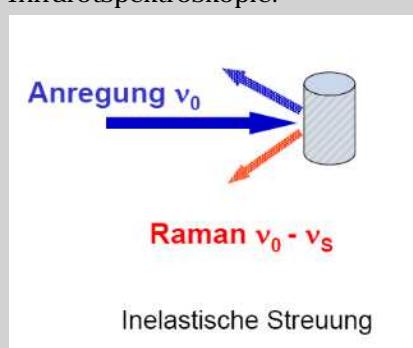


Analyse und Schadensaufklärung



➤ **Raman-Spektroskopie**

- Bei der Raman-Spektroskopie handelt es sich um eine Analysemethode, die Informationen über die chemische Struktur der Probe liefert. Sie ist eng verwandt mit der Infrarotspektroskopie.



Anregung ν_0
Raman $\nu_0 - \nu_s$
Inelastische Streuung

Quelle: Thermo Scientific



Dr. Chandrasekhara Venkata Raman
Quelle: Nobel Foundation

Analyse und Schadensaufklärung



➤ Raman-Mikroskopie

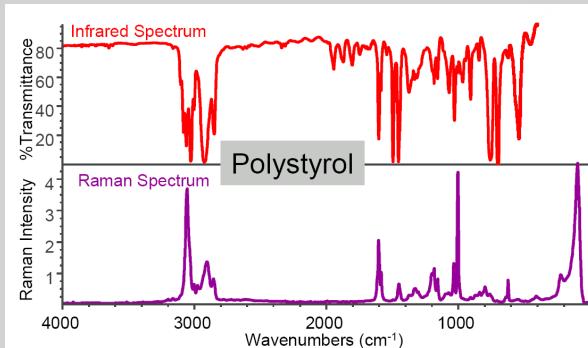
- Die Anregungsenergie ist im Prinzip frei wählbar
- Man kann eine intensive Lichtquelle (Laser) im Bereich des sichtbaren Lichts verwenden
- Da die Ortsauflösung bei der Mikroskopie im Bereich der Wellenlänge des verwendeten Lichts liegt, ist ein deutlich kleinerer Messfleck ($\sim 1 \mu\text{m}$) als bei der FTIR-Mikroskopie ($\sim 10 \mu\text{m}$) möglich.

Analyse und Schadensaufklärung



➤ Raman-Spektroskopie vs. FTIR-Spektroskopie

- Bei der Raman-Spektroskopie handelt es sich um eine Analysemethode, die komplementäre Ergebnisse zur Infrarotspektroskopie liefert.



Quelle: Thermo Scientific

Analyse und Schadensaufklärung



➤ Raman-Mikroskopie

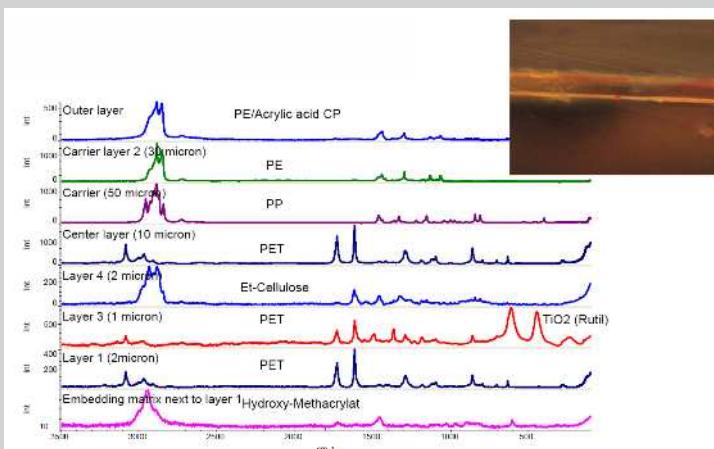
- Die Anwendung des Raman-Effekts war lange wenigen Experten im Bereich der Grundlagenforschung vorbehalten, da zum Nachweis sehr intensive Strahlung und empfindliche Detektoren notwendig waren.
- Der Effekt konnte erst nach der Verfügbarkeit von Laserlichtquellen sinnvoll genutzt werden.
- Mittlerweile existieren Routinegeräte, mit denen die Ramanspektroskopie und –mikroskopie schnell und zuverlässig möglich ist.

Analyse und Schadensaufklärung



➤ Raman-Mikroskopie

- Anwendung: Charakterisierung von Mehrschichtfolien



The figure displays a series of stacked Raman spectra corresponding to different layers of a multilayered film. The layers are labeled from top to bottom: Outer layer (PE/Acrylic acid CP), Carrier layer 2 (0.5 micron) (PE), Carrier (50 micron) (PP), Center layer (10 micron) (PET), Layer 4 (2 micron) (Et-Cellulose), Layer 3 (1 micron) (PET), Layer 1 (2 micron) (PET), and Embedding matrix next to layer 1 (Hydroxy-Methacrylat). The x-axis represents wavenumber in cm⁻¹, ranging from 2800 to 3000. The y-axis represents intensity. A small inset image shows a micrograph of the film's surface.

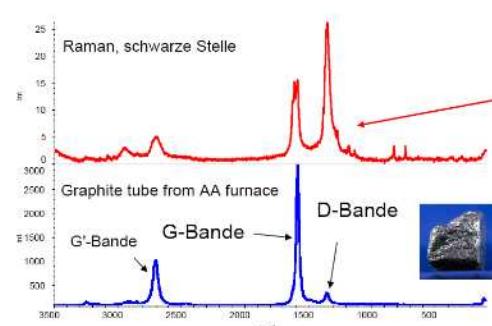
Quelle: Thermo Scientific

Analyse und Schadensaufklärung



➤ Raman-Mikroskopie

- Anwendung: Nachweis vercrackten Materials



Raman, schwarze Stelle

Graphite tube from AA furnace

G'-Bande G-Bande D-Bande

Quelle: Thermo Scientific / Wikipedia



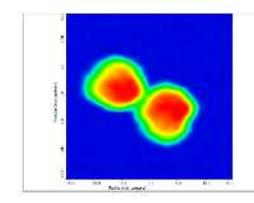
G-Bande: hohe Ordnung
D-Bande: Gitterstörungen

Analyse und Schadensaufklärung

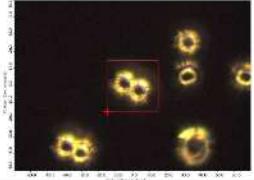


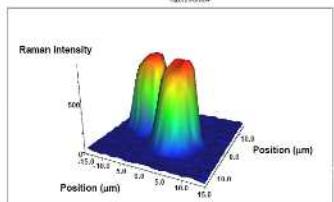
➤ Raman-Mikroskopie

- Anwendung: Mapping



Mapping
10 x 10 µm
x50 Objektiv, Aufl. <1 µm





Raman Intensity

Position (µm)

Online-Prozesskontrolle

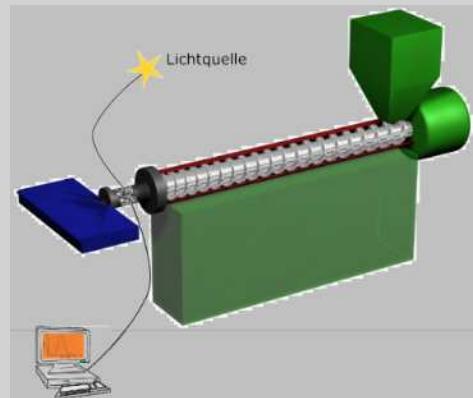
Fraunhofer ICT, Pfinztal

- Turbidimetrische Größenbestimmung von Nanopartikeln in Schmelzesträngen
- Reaktionsmonitoring beim Heißpressen mittels UV/Vis-, NIR- und Ramanspektroskopie

Fraunhofer
ICT

Online-Prozesskontrolle

Turbidimetrische Größenbestimmung von Nanopartikeln in Schmelzesträngen



Online-Prozesskontrolle



Turbidimetrie

- Partikeln, die in eine Schmelze eincompoundiert werden, streuen das Licht im sichtbaren Bereich.
- Optische Messverfahren, die die Abschwächung des eingestrahlten Lichts messen können, wurden in einen Extruder integriert. Der Trübungsgrad wird gemessen.
- Die Lichtabschwächung (Extinktion) ist abhängig von der Partikelgröße. Als Ergebnis wird eine Partikelgrößenverteilung erhalten.

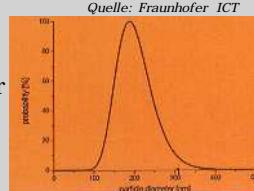
Online-Prozesskontrolle



Turbidimetrie

- Messungen können innerhalb von Sekundenbruchteilen vorgenommen werden
- Agglomerationen können daher mit geringer Zeitverzögerung erkannt werden.
- Die Untersuchungen wurden an Schichtsilikaten als Nanopartikeln vorgenommen.
- Die Transmissionseigenschaften der Schmelze (z. B. durch Einfärbung) dürfen nicht zu schlecht sein

Quelle: Fraunhofer ICT



Online-Prozesskontrolle



➤ **Reaktionsmonitoring beim Heißpressen mittels UV/Vis-, NIR- und Ramanspektroskopie**



Quelle: Fraunhofer ICT

Online-Prozesskontrolle



➤ **Reaktionsmonitoring**

- Das Voranschreiten einer chemischen Reaktion ist mit der Änderung der spektralen Eigenschaften der Reaktionsmischung verbunden
- Apparativ besonders schnell verfolgt werden kann diese Änderung z. B. im Bereich sichtbaren Lichts, des UV-Bereichs und im nahen Infrarotbereich.
- Eine zeitaufgelöste Spektrometrie eines Duromer-Reaktionsgemisches erlaubt somit die Verfolgung der Vernetzung sowie des Restmonomergehalts.

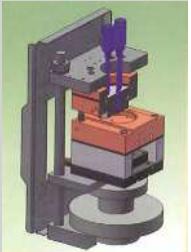
Online-Prozesskontrolle



➤ Reaktionsmonitoring

- Durch die Integration einer Faseroptik in ein Heißpresswerkzeug konnte diese Technik im Labormaßstab überzeugend demonstriert werden. Bis zu vier Messköpfe wurden in ein Versuchswerkzeug integriert.
- Die Online-Messung von UV/Vis-, NIR- und Ramanspektren unter den Versuchsbedingungen von bis zu 150 bar bzw. 180 °C ist machbar.
- Gleichzeitig ist es möglich, die korrespondierende Gasphase gaschromatographisch / massenspektrometrisch zu analysieren.

Quelle: Fraunhofer ICT



Online-Prozesskontrolle



➤ Reaktionsmonitoring

- Die Integration in Spritzgießwerkzeuge ist geplant.
- Mögliche Anwendungen bestehen hier in der Verfolgung von Abbaureaktionen, beispielweise von Stabilisatoren oder auch der Schmelze selbst
- Hier ist die besondere Herausforderung, haltbare Optiken im Bereich der herrschenden Drücke, Temperaturen und abrasiven Beanspruchung der Messköpfe zu entwickeln



Zerstörungsfreie Prüfungen

- **Das Kunststoff-Institut Lüdenscheid wird Sie in Zukunft verstärkt hinsichtlich**
- der Methodenwahl für Ihren Anwendungsfall,
 - der Vermittlung von entsprechenden Dienstleistungen,
 - der Interpretation von Ergebnissen sowie
 - diverser Messungen in unserem Haus
- unterstützen. Sprechen Sie uns an!**

Dr. Andreas Balster
+49 (0) 23 51.10 64-193
balster@kunststoff-institut.de

M. Sc. Dipl.-Ing. Meike Kling
+49 (0) 23 51.10 64-157
kling@kunststoff-institut.de

Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit