

## Technologienachmittag



### Neuigkeiten in der Instrumentellen Analytik von Kunststoffen

Kontakt:  
Kunststoff-Institut Lüdenscheid  
Karolinenstr. 8  
58507 Lüdenscheid  
[www.kunststoff-institut.de](http://www.kunststoff-institut.de)

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

## Highlights



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

## Analysemethoden



### ➤ Thermo Scientific

- Werkstoffanalysen und Materialcharakterisierung mittels Raman-Mikroskopie

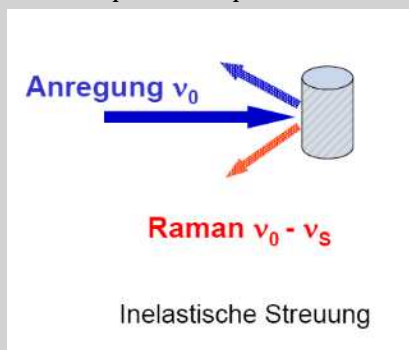
**Thermo**  
SCIENTIFIC

## 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.



Dr. Chandrasekhara Venkata Raman  
Quelle: Nobel Foundation

Quelle: Thermo Scientific

## Analyse und Schadensaufklärung



### ➤ Raman-Mikroskopie

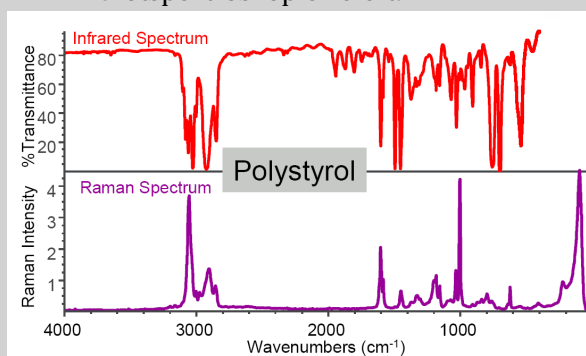
- Die Anregungsenergie ist im Prinzip frei wählbar
- Man kann eine intensive Lichtquelle (Laser) im Bereich des sichtbaren Lichts verwenden
- Da die Ortsauflösung bei der Mikroskopie im Bereich der Wellenlänge des verwendeten Lichts liegt, ist ein deutlich kleinerer Messfleck ( $\sim 1 \mu\text{m}$ )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

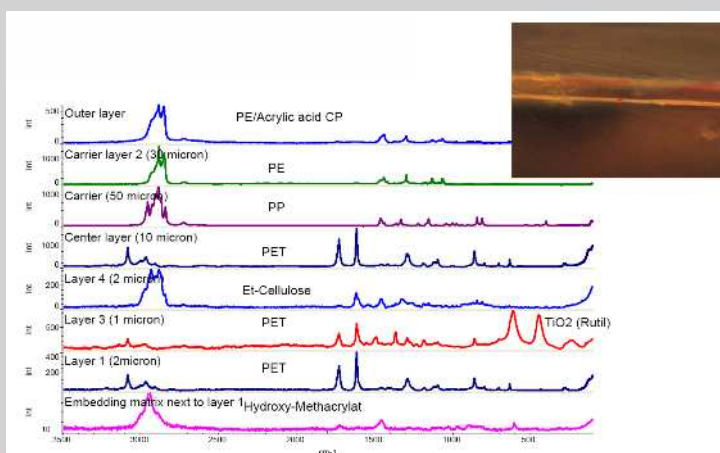
- Die Anwendung des Raman-Effekts war lange wenigen Experten im Bereich der Grundlagenforschung vorbehalten, da zum Nachweis sehr intensive Strahlung und empfindliche Detektoren notwendig waren.
- Der Effekt konnte erst nach der Verfügbarkeit von Laserlichtquellen sinnvoll genutzt werden.
- Mittlerweile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

## Analyse und Schadensaufklärung



### ➤ Raman-Mikroskopie

- Anwendung: Charakterisierung von Mehrschichtfolien



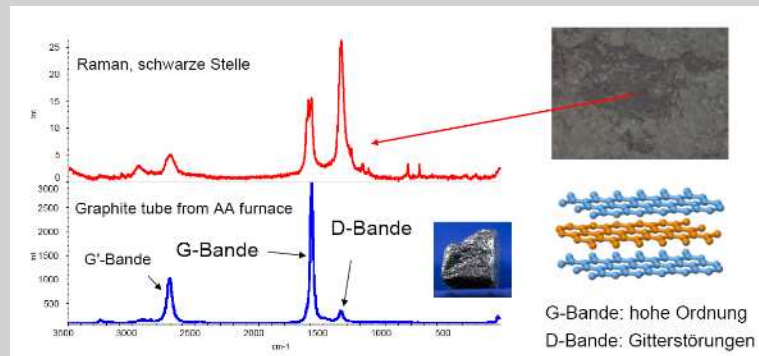
Quelle: Thermo Scientific

## Analyse und Schadensaufklärung



### ➤ Raman-Mikroskopie

- Anwendung: Nachweis vercrackten Materials



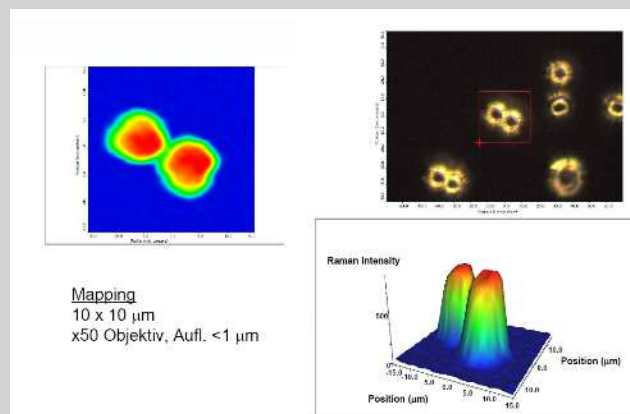
Quelle: Thermo Scientific / Wikipedia

## Analyse und Schadensaufklärung



### ➤ Raman-Mikroskopie

- Anwendung: Mapping



Quelle: Thermo Scientific

## Online-Prozesskontrolle



### ➤ Fraunhofer ICT, Pfinztal

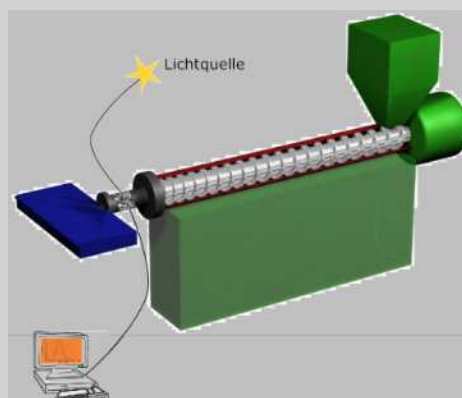
- Turbidimetrische Größenbestimmung von Nanopartikeln in Schmelzesträngen
- Reaktionsmonitoring beim Heißpressen mittels UV/Vis-, NIR- und Ramanspektroskopie



## Online-Prozesskontrolle



### ➤ Turbidimetrische Größenbestimmung von Nanopartikeln in Schmelzesträngen



## Online-Prozesskontrolle



### ➤ Turbidimetrie

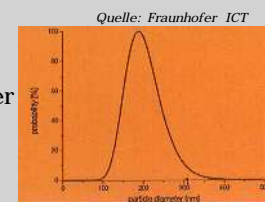
- Partikeln, die in eine Schmelze eincompoundiert werden, streuen das Licht im sichtbaren Bereich.
- Optische Messverfahren, die die Abschwächung des eingestrahnten Lichts messen können, wurden in einen Extruder integriert. Der Trübungsgrad wird gemessen.
- Die Lichtabschwächung (Extinktion) ist abhängig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



## 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 Duomer-Reaktionsgemisches erlaubt somit die Verfolgung der Vernetzung sowie des Restmonomergehalts.

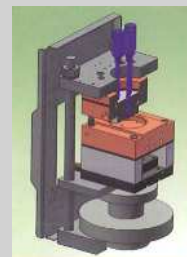


## Online-Prozesskontrolle



### ➤ 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, beispielsweise 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**