

### Qualitativ hochwertige, standardisierte Trainingsdaten als Basis für die zuverlässige KI-basierte Quantifizierung von Polymeren

Dr. Sara Simon, Sector Manager Polymers, und Dr. Natalie Rudolph, Division Manager Polymers

#### Qualitätskontrolle trifft Kreislaufwirtschaft

Recyclate unterscheiden sich grundlegend von Primärpolymeren. Während Primärpolymere unter streng kontrollierten Bedingungen mit exakt definierten Spezifikationen hergestellt werden, stellen Recyclate oft unbekannte Materialsysteme dar. Selbst wenn sie als „PP“ oder „PP-Mix“ vermarktet werden, bestehen weiterhin erhebliche Unsicherheiten hinsichtlich Verunreinigungen, Mischungsanteilen, Additivpaketen, Degradationshistorie sowie Schwankungen zwischen verschiedenen Lieferanten. Technische Datenblätter, sofern vorhanden, sind häufig unvollständig und unzuverlässig. Bereits geringe Abweichungen in der Zusammensetzung von Polymerblends können unverhältnismäßig große Auswirkungen auf das Verarbeitungsverhalten sowie auf die resultierenden Materialeigenschaften haben. Mögliche Konsequenzen sind eine verringerte mechanische Stabilität, prozessbedingte Defekte sowie eine langfristige Verschlechterung der Materialeigenschaften. Diese Unsicherheiten führen zu konservativen Auslegungsstrategien, wie etwa Overengineering, der Herabstufung von Materialien oder der vollständigen Ablehnung von Rezyklaten. Derartige Vorgehensweisen mindern den ökonomischen Wert recycelter Werkstoffe und verzögern die Transformation hin zu einer zirkulären Kunststoffwirtschaft.

#### Proteus® Now Quantify

Um diese analytische Lücke zu schließen, hat NETZSCH Proteus® Now Quantify entwickelt: eine KI-gestützte Lösung auf Basis der Dynamischen Differenz-Kalorimetrie (DSC), die es ermöglicht unbekannte Polymermaterialien zu identifizieren und quantifizieren. Eine zentrale Erkenntnis aus der Entwicklung dieser Lösung ist, dass die Zuverlässigkeit der KI-basierten Quantifizierung maßgeblich von der Qualität, Konsistenz und Standardisierung der zugrunde liegenden Trainingsdaten abhängt.

#### KI kann eine schlechte Datenqualität nicht kompensieren

Algorithmen des maschinellen Lernens sind grundsätzlich nicht in der Lage, inkonsistente Versuchsdurchführungen, systematische Messfehler oder fehlerhafte Daten nachträglich zu korrigieren. Stattdessen lernen sie die in den Datensätzen vorhandenen statistischen Zusammenhänge – unabhängig davon, ob diese auf physikalischem Materialverhalten oder auf experimentellen Artefakten beruhen. Wenn Messparameter variieren, Kalibrierungen abweichen oder Datenlabels inkonsistent sind, lernt das Modell diese Abweichungen als valide Muster und integriert sie in seine Vorhersagen.

Eine erfolgreiche Implementierung von Proteus® Now Quantify erfordert daher deutlich mehr als die bloße Aggregation großer Datenmengen. Entscheidend ist die Generierung von Trainingsdaten unter strikt kontrollierten und eindeutig definierten experimentellen Bedingungen. Diese Notwendigkeit ergibt sich aus den inhärenten Eigenschaften der Dynamischen Differenzkalorimetrie (DSC) sowie aus der Art und Weise, wie deren Signale durch maschinelle Lernmodelle interpretiert werden. DSC-Kurven stellen einen thermischen „Fingerabdruck“ von Polymersystemen dar und geben Aufschluss über Schmelz- und Kristallisationsverhalten sowie über Glasübergänge. Diese Eigenschaften sind für die Identifizierung und Quantifizierung von Polymeren sehr aufschlussreich. Sie sind jedoch hoch empfindlich gegenüber Variationen experimenteller Parameter wie Heizrate, Probenmasse, Atmosphärenbedingungen oder Gerätekalibrierung. Aus Sicht des maschinellen Lernens ist die daraus resultierende Signalvariabilität jedoch statistisch nicht eindeutig von jener zu unterscheiden, die durch Unterschiede in der Materialzusammensetzung verursacht wird.

Daraus erfolgt, dass sowohl Trainingsdaten als auch unbekannte Proben unter identischen, streng standardisierten Messbedingungen erfasst werden müssen, um eine physikalisch valide und industriell belastbare KI-basierte Quantifizierung zu gewährleisten.

**APPLICATIONNOTE** Qualitativ hochwertige, standardisierte Trainingsdaten als Basis für die zuverlässige KI-basierte Quantifizierung von Polymeren

**Standardisierte Messbedingungen für Proteus® Now Quantify**

**Probenmasse**

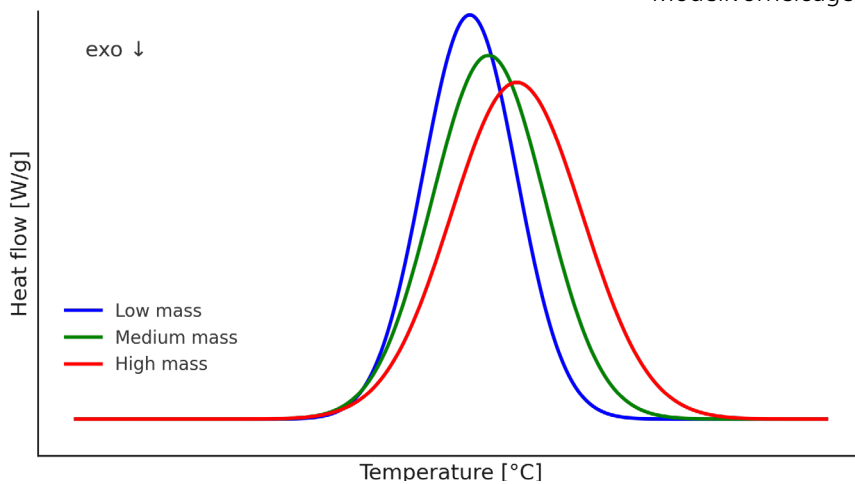
Die Probenmasse hat direkten Einfluss auf die Form und Breite der DSC-Peaks:

- Hohe Probenmassen führen zu thermischen Gradienten innerhalb der Probe sowie zu einer erhöhten thermischen Trägheit. In der temperaturskalierten Darstellung führt dies zu einer Peakverbreiterung, Temperaturverschiebungen und einer reduzierten Auflösung zwischen überlappenden thermischen Übergängen.

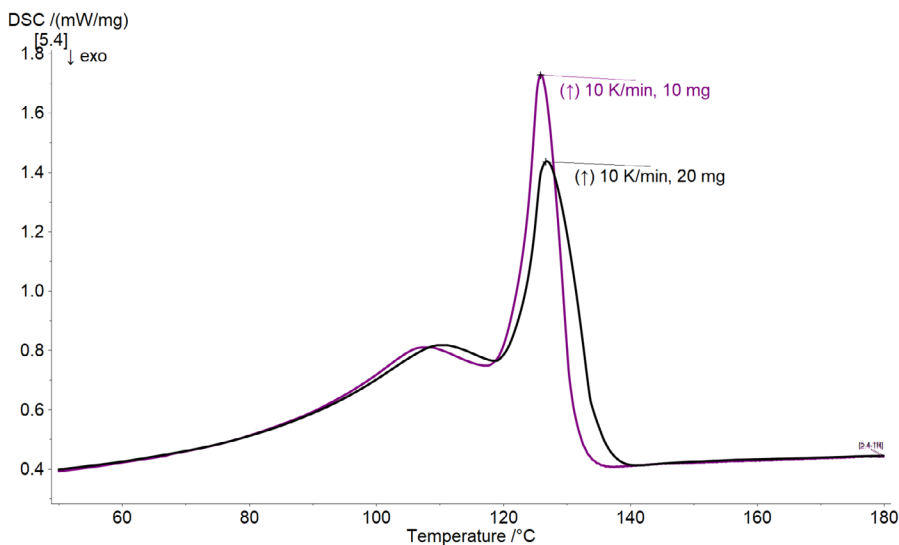
- Geringe Probenmassen führen zu einer Reduktion des absoluten Wärmestromsignals und damit zu einem verschlechterten Signal-zu-Rausch-Verhältnis. Dies äußert sich in erhöhter Basislinienrauschamplitude und einer steigenden Unsicherheit bei der Bestimmung von Peakparametern.

Dieser Zusammenhang ist schematisch in Abbildung 1 dargestellt, während Abbildung 2 ein experimentelles Beispiel an einer Polymermischung zeigt.

In *Proteus® Now Quantify*, wird standardmäßig eine Probenmasse von 10 mg verwendet. Dieser Wert wurde als Trainingsbedingung für das ML-Modell von *Quantify* eingesetzt; Abweichungen davon beeinflussen sowohl die Signalstärke als auch die Peakform und können somit die Modellvorhersage systematisch verzerren.



1 Schematische Darstellung des Einflusses der Probenmasse auf die Peakverbreiterung in DSC.



2 Einfluss der Probenmasse (10 vs. 20 mg) bei 10 K/min auf ein HDPE/LDPE/LLDPE-Blend (je 33,3 %).

## APPLICATIONNOTE Qualitativ hochwertige, standardisierte Trainingsdaten als Basis für die zuverlässige KI-basierte Quantifizierung von Polymeren

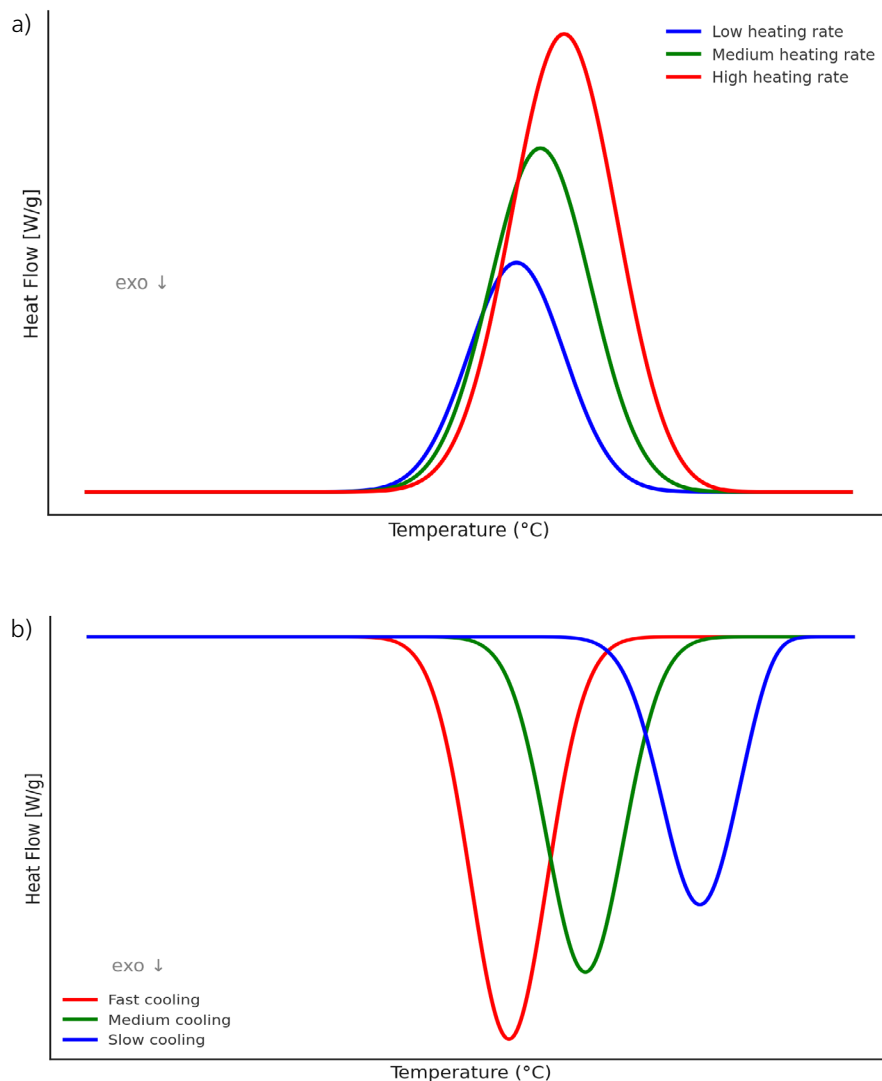
### Heiz- und Kühlraten

Heiz- und Kühlraten beeinflussen die Position und Form der DSC-Peaks. Selbst bei identischen Materialien führen unterschiedliche Raten zu systematischen Verschiebungen in Peakposition und -morphologie.

- Erhöhte Heizraten führen zu einer Verschiebung thermischer Übergänge zu höheren Temperaturen sowie zu einer Peakverbreiterung infolge kinetischer Verzögerung, wodurch die Auflösung eng benachbarter thermischer Ereignisse reduziert wird.

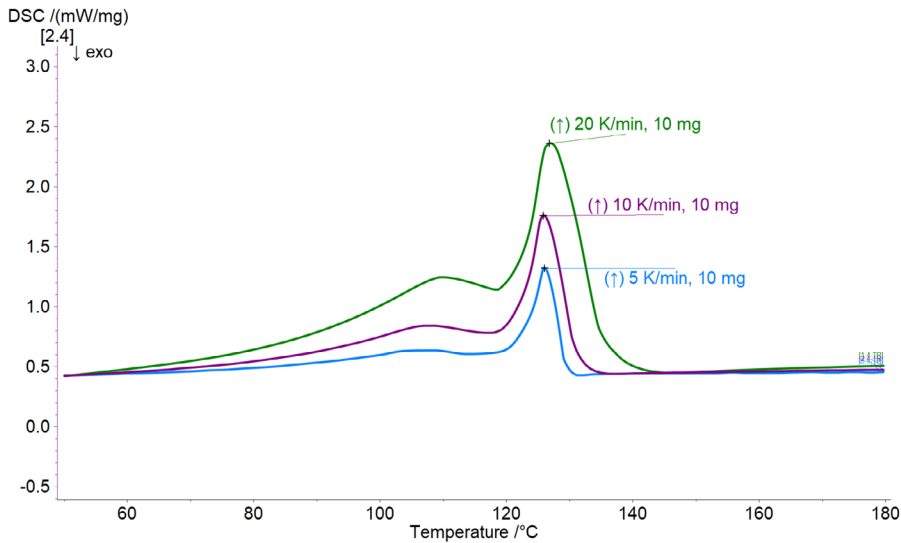
- Erhöhte Kühlraten verschieben Kristallisationseffekte zu niedrigeren Temperaturen und beeinflussen sowohl die Peakmorphologie als auch die scheinbare Kristallinität infolge veränderter Kristallisationskinetik.

Diese Zusammenhänge sind in Abbildungen 3a und 3b schematisch dargestellt, während die Abbildungen 4 und 5 experimentelle Beispiele an einer Polymermischung zeigen.

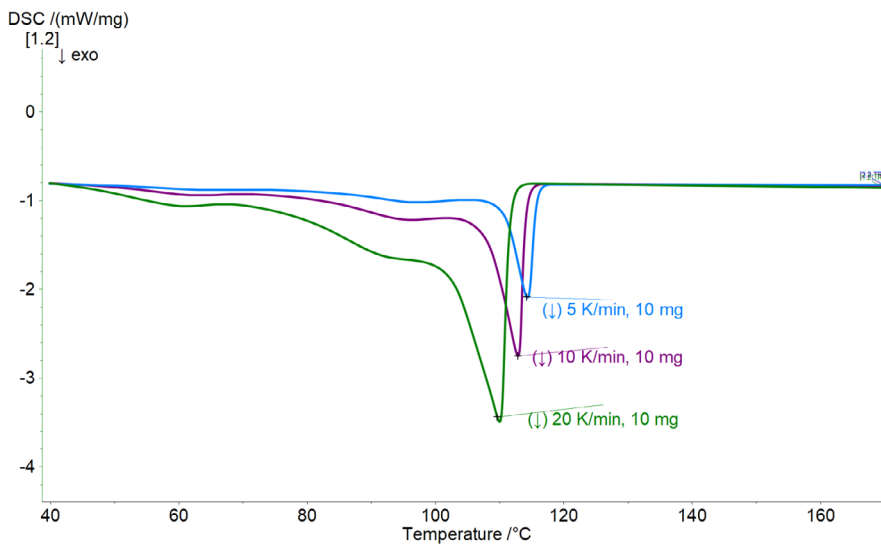


3 Schematische Darstellung des Einflusses der Heiz- (a) und Kühlraten (b) auf die Peakform und Position in DSC.

**APPLICATIONNOTE** Qualitativ hochwertige, standardisierte Trainingsdaten als Basis für die zuverlässige KI-basierte Quantifizierung von Polymeren



4 Einfluss der Heizrate (5, 10, 20 K/min) für 10 mg auf ein HDPE/LDPE/LLDPE-Blend (je 33,3 %).



5 Einfluss der Kühlrate (5, 10, 20 K/min) für 10 mg auf ein HDPE/LDPE/LLDPE-Blend (je 33,3 %).

Zur Sicherstellung der Vergleichbarkeit zwischen Trainingsdaten und Anwendungsmessungen werden sowohl Heiz- als auch Kühlraten vorgegeben. In *Proteus® Now Quantify* wird standardmäßig eine Rate von 10 K/min verwendet. Dieser Parameter stellt einen

Kompromiss zwischen thermischer Auflösung und Messdauer dar und wurde gezielt gewählt, um eine robuste und reproduzierbare Modellperformance zu gewährleisten.

## APPLICATIONNOTE Qualitativ hochwertige, standardisierte Trainingsdaten als Basis für die zuverlässige KI-basierte Quantifizierung von Polymeren

### Anforderungen and die Kalibrierung von DSC-Geräten

Neben standardisierten Messparametern ist eine ordnungsgemäße Kalibrierung der Geräte unerlässlich, um sicherzustellen, dass die DSC-Kurven physikalisch aussagekräftig sind und über Zeit sowie zwischen verschiedenen Geräten hinweg vergleichbar bleiben.

- Wärmekalibrierung (Empfindlichkeit): Sie liefert korrekte Enthalpie-Werte (J/g), die für die Quantifizierung der Zusammensetzung entscheidend sind.
- Temperatukalibrierung (TempCal): Sie sorgt für genaue Onsettemperaturen, Schmelzpunkte und Glasumwandlungstemperaturen, die für die Materialidentifizierung verwendet werden.
- Basislinienkalibrierung (*BeFlat*<sup>®</sup>): Sie sorgt für eine stabile und artefaktfreie Basislinie, um systematische Signalverzerrungen zu minimieren, die andernfalls vom maschinellen Lernmodell als materialinhärente Merkmale fehlinterpretiert werden könnten.

Ohne diese Kalibrierungen können systematische Messabweichungen in die Trainingsdaten eingehen und vom Modell fälschlicherweise als kompositionsbedingte Unterschiede interpretiert werden.

### Integrität der Trainingsdaten als entscheidender Faktor gegenüber großen Datenmengen

*Proteus*<sup>®</sup> *Now Quantify* wurde auf Basis kalibrierter Polymermischungen mit definierter Zusammensetzung trainiert, die als verlässliche Referenzdaten für das überwachte Lernen dienen.

Dabei zeigt sich, dass die Integrität der Datennotation entscheidender ist als die reine Datensatzgröße. Eine Erhöhung der Datenmenge führt nicht zwangsläufig zu einer verbesserten Modellperformance, vielmehr kann die Robustheit des Modells durch inkonsistente Beschriftungen, variierende Messbedingungen oder unscharf definierte Klassen sogar beeinträchtigt werden. Eine zuverlässige KI-basierte Quantifizierung erfordert daher:

- rückverfolgbare Referenzmaterialien
- konsistent definierten Klassen und Abgrenzungskriterien
- Fachliche Validierung und Überprüfung der Trainingsdatensätze durch Experten
- Strikte Einhaltung standardisierter Messprotokolle

### Ausblick

*Proteus*<sup>®</sup> *Now Quantify* unterstützt derzeit Polyolefine; eine Erweiterung auf weitere Polymerfamilien ist in Entwicklung. Die kontinuierliche Modellverbesserung erfolgt durch strukturierte Datengenerierung, iterative Re-Trainingszyklen sowie durch systematisches Feedback von Entwicklungspartnern und Early Adopters.

KI allein ist nicht ausreichend, um die komplexen Herausforderungen im Recycling zu adressieren. In Kombination mit standardisierten Messprotokollen, sorgfältiger Gerätekalibrierung und qualitativ hochwertigen Trainingsdaten stellt sie jedoch ein leistungsfähiges Werkzeug dar, um fortschrittliche Materialanalytik in industriellen Qualitätskontrollumgebungen reproduzierbar, skalierbar und breit zugänglich zu machen.

### Kurze Checkliste: Messbedingungen für *Proteus*<sup>®</sup> *Now Quantify*

Stellen Sie bitte vor der Analyse unbekannter Proben sicher, dass die folgenden Bedingungen erfüllt sind:

#### Messparameter

- ✓ Probenmasse: 10 mg ± 1 mg
- ✓ Aufheizrate: 10 K/min
- ✓ Abkühlrate: 10 K/min

#### Kalibrierstatus

- ✓ Wärmeflusskalibrierung (Empfindlichkeit) auf dem neuesten Stand
- ✓ Temperatukalibrierung (TempCal) auf dem neuesten Stand
- ✓ Anwendung der Basislinienkalibrierung (*BeFlat*<sup>®</sup>)

### Weiterführende Literatur

Themen wie Variabilität zwischen verschiedenen Qualitäten und Lieferanten innerhalb einer Polymerklasse, der Zusammensetzung zwischen Trainingsdaten auf Basis von Primärpolymeren und der Analyse von Rezyklaten sowie die Komplexität von Mischungen (einschließlich überlappender Peaks und Co-Kristallisationsgrenzen) werden in separaten Application Notes behandelt.

[Link zu Application Note: Mittels DSC Polymermischungen quantifizieren – Möglichkeiten und Herausforderungen](#)

[Link zu Application Note: DSC-Messungen an Rezyklaten: Objektive Interpretation mit \*Proteus\*<sup>®</sup> \*Now Quantify\*](#)