

Mikrowellenbasierte Online-Prozessanalytik der Materialeigenschaften bei der Polymerextrusion

Thomas Nacke¹, Ingo Alig², Dieter Beckmann¹, Björn Bujanowski², Dirk Lellinger², Bernd Steinhoff², Yahor Zaikou¹

¹ Institut für Bioprozess- und Analysenmesstechnik e.V., D-37308 Heilbad Heiligenstadt, Rosenhof

² Deutsches Kunststoff-Institut, D-64289 Darmstadt, Schloßgartenstraße 6

Abstract

Mit der vermehrten Anwendung neuartiger Materialkombinationen kommen bestehende Messmethoden zur zerstörungsfreien Prüfung (ZfP), wie z.B. Lock-In-Thermographie, Luft-Ultraschall und Laser-Scanning-Mikroskopie an ihre technischen Grenzen. Durch die Verfügbarkeit von hochintegrierten Hochfrequenzbauteilen zu marktfähigen Preisen können die bereits in der wissenschaftlich-technischen Literatur beschriebenen Mikrowellenmesssysteme [1] für Anwendungen in der Prozessmesstechnik etabliert werden. Die ZfP mit hochfrequenten elektromagnetischen Feldern im Mikrowellenbereich von einigen 100 MHz bis zu 100 GHz ist geeignet, z.B. Kunststoffen, bestehend aus elektrisch isolierenden und optisch nicht transparenten Materialien, gefüllt mit unterschiedlichsten Additiven, mit großer Eindringtiefe bezüglich ihrer frequenzabhängigen komplexen passiven elektrischen Eigenschaften (Leitfähigkeit - σ und Permittivität - ϵ) zu charakterisieren.

1 Einleitung

In der Kunststoffindustrie besteht bezüglich des verschärften Wettbewerbs und den erhöhten Anforderungen an die Produktqualität ein steigender Bedarf an zerstörungsfreier Mess- und Sensortechnik. Die Messtechnik bildet dabei eine Querschnittstechnologie, welche den gesamten Bereich der Materialentwicklung, von der Compoundierung, Extrusion bis zum Fügen umfasst [2]. In Westeuropa werden jährlich bis zu ca. 30% der Kunststoffe zu Folien extrudiert. Damit stellt die Folienextrusion im Kunststoffbereich mengenmäßig die wichtigste produktbezogene Verarbeitungsform dar. Dabei werden Flachfolien u.a. in der Verpackungsindustrie (z.B. Lebensmittelfolien), als Tiefziehfolien, als Ausgangsmaterial für Geldkarten oder als Folien für die Möbelindustrie angewendet. Die Gebrauchseigenschaften von Kunststofffolien werden dabei in oft komplexer Weise sowohl durch die eingesetzten Basismaterialien als auch vom Additiv- bzw. Füllstoffgehalt, dem Verstreckungsgrad, der Kristallmorphologie oder dem Feuchtegehalt bestimmt. Ziel der Entwicklungsarbeiten bestand darin, ein auf Mikrowellen basierendes prozesstaugliches Inline-Monitoringverfahren zu entwickeln, um bei der Extrusion von Flachfolien den Einfluss von Prozessparametern auf die Produktqualität schnell und berührungslos zu erfassen und zu dokumentieren. Der Messaufbau wurde dabei u.a. in die Rollenstrecke einer Flachfolienanlage integriert. Mittels eines Ultra-Breitband-Konzepts, mit einem aktuell verfügbaren Frequenzbereich bis ca. 5 GHz, erfolgten messtechnische Untersuchungen zur Bestimmung der Zusammensetzung (beispielsweise Mischungsverhältnis bei Blends, Additiv- und Füllstoffanteil), der kristallinen Überstruktur und der Foliendicke während der Flachfolienextrusion an der Rollenstrecke, welche mit offline gewonnenen Ergebnissen verglichen wurden. Die praktische Umsetzung erfolgte auf Basis der Ultra Breitband Technologie (UWB) [3]. Der Vorteil des Konzeptes beruht auf der weitgehend digitalen Realisierung des Messsystems für messtechnische Mikrowellensensoren mit großer Flexibilität, welche durch die Integration unterschiedlichster Antennenstrukturen weiter gesteigert werden kann. Bei der Signalgenerierung durch Maximalfolgen für den UWB-Bereich kann die Messzeit für die Aufnahme eines Spektrums sehr kurz gehalten werden (32.000 Spektren pro Sekunde) und durch die Integration von Kalibrationsroutinen wird weiterhin eine hohe Messgenauigkeit erreicht [4].

2 Materialien und Methoden

Messaufbau: Am Institut für Bioprozess- und Analysenmesstechnik (iba) und am Deutschen Kunststoffinstitut (DKI) wurde jeweils ein Labormessplatz aufgebaut und in Betrieb genommen. Das iba konzentriert sich dabei auf Offline-Messungen zur Entwicklung zugeschnittener Antennenstrukturen und das DKI auf Online-Messungen direkt am Extruder. Die Messplätze am iba und DKI (Bild 1) wurden so ausgelegt, dass Messungen beim Transport der Folien online nach der Extrusion oder durch eine Transporteinrichtung im Offline-Verfahren möglich waren. Weiterhin konnten diese mit verschiedenen Antennenstrukturen (Applikatoren) ausgerüstet werden.

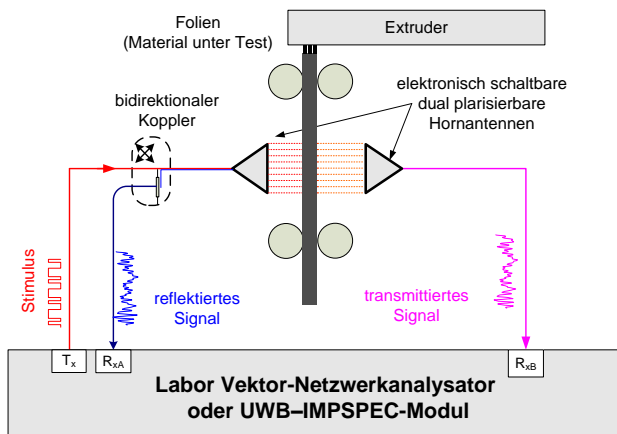


Bild 1 Prinzipieller Messaufbau für die berührungslose Mikrowellenspektroskopie bei der Folienextrusion und im Laborbetrieb

Als prozesstauglicher Vektor-Netzwerkanalysator (VNA) kam erstmalig ein UWB-IMSPEC-Modul der Firma MEODAT GmbH aus Ilmenau mit 5 GHz Bandbreite zum Einsatz. Zum Vergleich und Validierung der Messergebnisse erfolgten im iba Messungen mit einem Labor VNA der Firma Anritsu (MS4644A) mit einer Bandbreite bis 40 GHz.

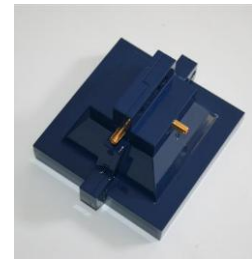
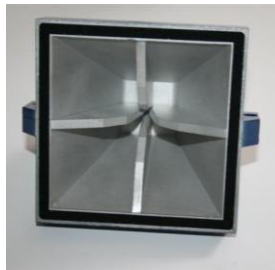


Bild 2 UWB-IMSPEC Modul in der Konfiguration eines VNA und dual polarisierbare Hornantenne (IRK)

Zur Vermeidung von unerwünschten Reflexionen und elektromagnetischen Störeinflüssen sollten die Antennen im Nahfeld betrieben werden. Dabei können Nahfeldeffekte genutzt werden, um Auflösungen zu erreichen, die wesentlich kleiner als eine Wellenlänge sind. Die hier beschriebenen Anwendungen haben z.B. bei einer Anregungsfrequenz (f) von 2,45 GHz eine Wellenlänge (λ) von 122,45 mm, wobei Foliendicken (d) von ca. 200 μm bis 4 mm messtechnisch untersucht werden sollen. Exakte Berechnungsmethoden für die Feldverteilungen im Nahfeld sind in der Literatur für den Mikrowellenbereich nicht auffindbar. Zur Bestimmung der Feldverteilung bzw. für eine exakte physikalische Beschreibung und Berechnung der passiven elektrischen Eigenschaften müssen die Stetigkeitsbedingungen des elektrischen und des magnetischen Feldes für alle Grenzflächen erfüllt sein. Darum sollten die Eigenschaften von angepassten Antennen-Applikator-Kombinationen für praktische Anwendungen gut charakterisierbar sein. Diese Kriterien wurden durch IRK- bei der Modellierung berücksichtigt und beim Bau erster Prototypen der Applikatoren in Form von Hornantennen, Resonatoren und Streifenleiter angewendet.

Datenerfassung und Numerische Berechnungen: Für die Bestimmung der Dicke bzw. Permittivität von Folien mit unterschiedlichen Mischungen und Schichtaufbauten wurde ein vereinfachter mathematischer Ansatz nach Abbildung 3 zur Anwendung gebracht.

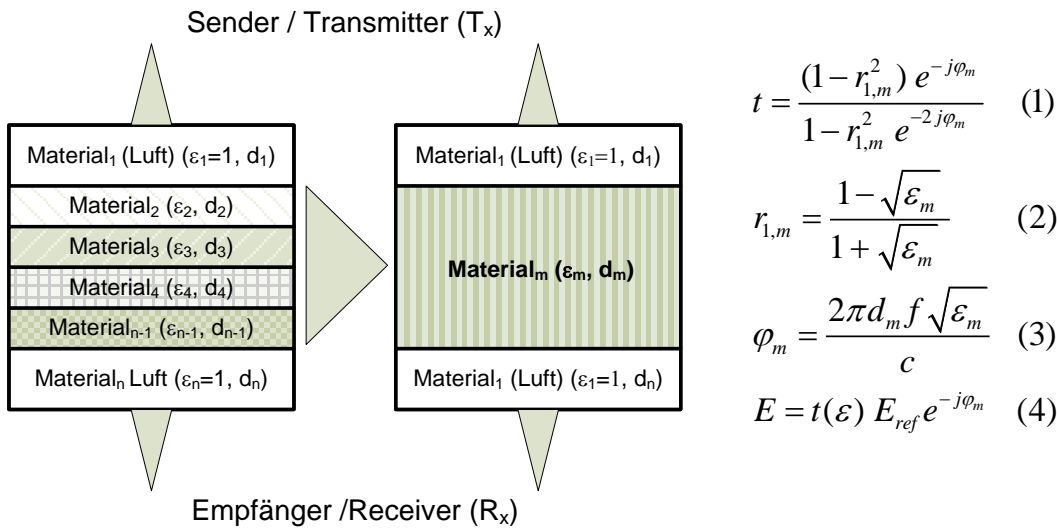


Bild 3 Vereinfachte Darstellung der messtechnischen Anwendung von Transmissions- (t) Reflexions- (r) Messungen und der rechentechnischen Umsetzung (Formeln 1 bis 4)

Die erste Vereinfachung besteht in der Zusammenfassung von geschichteten Materialien als Material_m . Dabei kann auch eine Materialkombination als Mischung vorliegen. Nach der für Hochfrequenzmessungen typischen Kalibrierung des Messsystems („Open, Short“) kann durch Messung der komplexen Amplituden der Transmissions- und Reflexionskoeffizienten (t und r) die bereits aus der Optik bekannte Fresnel-Formel (1) angewendet werden [5]. Zunächst erfolgen frequenzabhängige Referenzmessungen (E_{ref}) mit Folien bekannter Dicke (d) und bekanntem homogenen Materialaufbau. Durch eine Datenvorverarbeitung (z. B. „time-gating“ im Zeitbereich) wurden Störungen durch Mehrfachreflexionen zwischen den Antennen und aus der Umgebung eliminiert. Die Bestimmung einer unbekannten Materialpermittivität erfolgt durch Anwendung der Gleichungen (1) bis (3) und numerischer Methoden für nichtlineare Optimierungslösungen (Gl. 4) unter Verwendung der Matlab-Funktion *fminsearch*. In Gleichung (3) ist c die Lichtgeschwindigkeit. Das Zeichen j steht für die imaginäre Einheit. Eine Veröffentlichung, welche den hier kurz dargestellten Lösungsansatz im Detail beschreiben wird ist in Vorbereitung. Dieser Lösungsansatz kam sowohl für den Messaufbau mit dem VNA MS4644A und dem UWB Modul zur Anwendung.

Untersuchte und extrudierte Polymerfolien: Am DKI wurden Folien aus Polymer-Additiv bzw. Polymer-Füllstoffformulierungen mit Variation der Mischungsverhältnisse und der Abzugsgeschwindigkeit des Folienbands mit Foliendicken zwischen 200 und 500 μm extrudiert und inline vermessen. Am iba erfolgten Offline-Messungen mit dem Labor VNA und dem UWB-Modul. Untersucht wurden:

- Polyethylen (PE) unterschiedlicher Dicken (Folienwerk Wolfen)
- Polypropylen (PP)/Kreide: PP: PP100-GB06 (Ineos); Kreide: Omyalite 50H (Omya)
- Polyethylen (PE)/Ruß: PE: Purell 3020D (LyondellBasell); Ruß: Batch auf PE-Basis Polyblak 1423)
- Polycarbonat (PC)/Multiwalled-Carbon-Nanotubes (MWCNT): PC: Makrolon 2408 (Bayer MaterialScience-BMS); MWCNT: Baytubes C 70 P (Batches mit 5 und 10 Gew.-% Baytubes, (BMS))
- u.a.

Ergebnisse: An dieser Stelle können nur exemplarisch anhand einiger ausgewählter Diagramme die Ergebnisse vorgestellt werden. Neben den Hornantennen (Bild 2) kamen auch Applikatoren in Form von koplanaren Streifenleitern und Rechteckhohlleiter zum Einsatz.

Schwerpunkt der dargestellten Ergebnisse wurde auf den Vergleich zwischen Labor VNA und dem UWB-Modul gelegt, um aus den Ergebnissen Anforderungen an ein Prozessmesssystem auf Basis des digitalen UWB Konzepts abzuleiten.

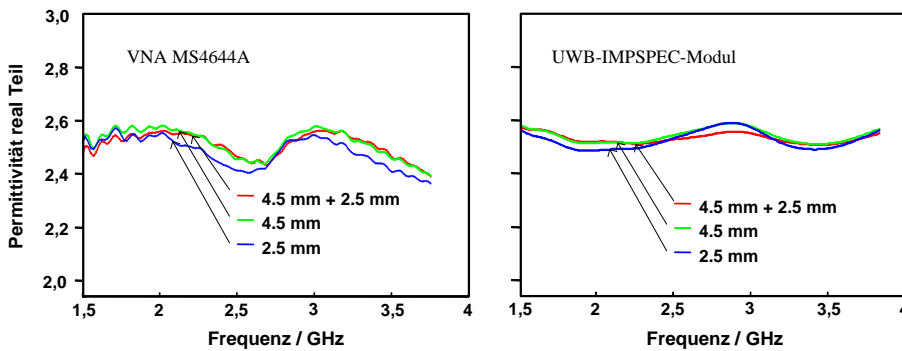


Bild 4 Bestimmung des Realteils der Permittivität von PE Materialien mit unterschiedlicher Dicke

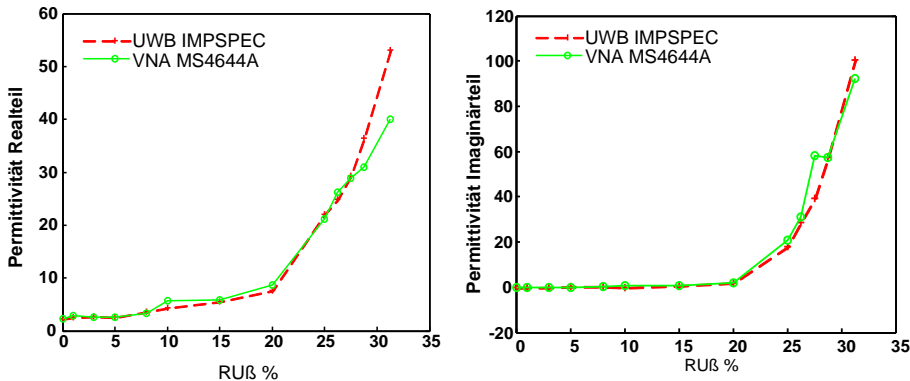


Bild 5 Bestimmung des Real- und Imaginärteils der Permittivität von PE-Folien (320 µm Dicke) mit Rußfüllungen

Die Ergebnisse zeigten deutlich die Anwendbarkeit und die Leistungsfähigkeit des UWB-IMPSPEC-Messkonzepts für den industriellen Einsatz bei der Flachfolienextrusion. Die Ergebnisse stimmten mit bekannten Werten für die Permittivität im Hochfrequenzbereich von reinem PE und mit Ruß als Zuschlagstoff überein.

3 Zusammenfassung und Ausblick

Durch die Entwicklung weiterer sensorbasierter Hochfrequenzmessmethoden als Single-Chiplösung bis in den Frequenzbereich von über 100 GHz soll zukünftig an relevanten Prozessabschnitten entlang der Produktionskette bei der Herstellung von Kunststoffteilen eine Prozess-Qualitätskontrolle entwickelt werden, welche eine PAT (Process Analytical Technology) gerechte kostengünstige Produktionskontrolle ermöglicht. Die auf Mikrowellen basierenden Messverfahren werden die etablierten zerstörungsfreien Prüfverfahren nicht ersetzen können. Allerdings können diese für berührungslose Anwendungen im Nah- und Fernfeld die Materialprüfung ergänzen und vereinfachen. Auch können Materialien, wie z.B. optisch nicht transparente Kunststoffe, mit unterschiedlichen Additiven oder Schaumstoffe, welche mit vorhandenen Methoden nicht oder nur bedingt untersucht werden können, mit Mikrowellen Messsystemen analysiert werden.

Die Arbeiten wurden mit Mitteln der AiF (Förderkennzeichen 305 ZBG) gefördert. Die Autoren bedanken sich für die finanzielle Unterstützung durch die AiF.

Literatur

- [1] S. Predak: Mikrowellen-Orientierungsmessungen zur zerstörungsfreien Charakterisierung kurzfaserverstärkter Kunststoffe. Dissertation. Stuttgart (2008).
- [2] T. Hochrein, I. Alig: Prozessmesstechnik in der Kunststoffverarbeitung. Würzburg: Vogel (2011).
- [3] J. Sachs, P. Peyerl, S. Wöckel, M. Kmec, R. Herrmann, R. Zetik: Liquid and moisture sensing by ultra wideband pseudo noise sequence signals. - In: Meas. Sci. Technol. 18 18, 1074-1087. (2007).
- [4] T. Nacke, A. Barthel, D. Beckmann, J. Friedrich, M. Helbig, P. Peyerl, U. Pliquet, J. Sachs: Messsystem für die impedanzspektroskopische Breitband-Prozessmesstechnik. tm-Technisches Messen 78(1): 3-14. (2010).
- [5] M. Born and E. Wolf: Principles of Optics, 2nd ed. New York: Pergamon (1964).