Laser-Speckle-Photometrie – optische Sensorik zur Zustands- und Prozessüberwachung

Beatrice Bendjus, Ulana Cikalova, Shohag Roy Sudip

*Fraunhofer-Institut für Keramische Technologien und Systeme, Dresden, Deutschland,
beatrice.bendjus@ikts.fraunhofer.de*

Abstract:

Das Fraunhofer IKTS am Standort Dresden-Klotzsche entwickelt innovative Methoden und Prüfsysteme, mit denen die Eigenschaften von Werkstoffen charakterisiert, die Produktqualität kontrolliert oder Fertigungsprozesse und Anlagenkomponenten überwacht werden können. Das Institut kann auf langjährige Erfahrungen auf dem Gebiet der zerstörungsfreien Zustandsüberwachung zurückgreifen, ausgehend von sensorischen Elementen über elektronische Komponenten zur Signalverarbeitung bis zur Vernetzung von Teilsystemen und deren Einbindung in komplexe Überwachungseinrichtungen. Ein möglicher Prüfansatz sind dabei optische Methoden. Das IKTS verfügt über umfangreiches Know-how zu lasergestützten Mess- und Prüfverfahren, wie z.B. Raman, Fluoreszenz, Interferometrie, Ellipsometrie und die Laser-Speckle-Photometrie (LSP) [1, 2]. Letztere ist eine von der Fraunhofer-Gesellschaft entwickelte, völlig neue Methode, die bisher im Labor erprobt wurde und nun in industrielle Anwendungen überführt werden soll.

Im Gegensatz zu den ebenfalls Speckle-basierten Interferometrie-Verfahren zeichnet sich die Laser-Speckle-Photometrie durch einen sehr einfachen und robusten Aufbau aus. So wird hier die Oberfläche mit nur einem Laserstrahl zur Anregung der Speckle beleuchtet. Die gewonnenen Signale werden direkt mit einem CCD- oder CMOS-Chip erfasst. Entsprechende Optiken im Strahlengang gestatten Auflösungen bis $< 10 \mu\text{m}$ bzw. die Beleuchtung auch größerer Flächen. Die LSP bestimmt berührungslos und schnell qualitätsrelevante Werkstoffkenngrößen und Defekte und erlaubt so ein Prozess-Monitoring in zahlreichen Industriebranchen. Beispiele unter anderem aus der Online-Überwachung biotechnologischer und lasergestützter Fertigungen demonstrieren das Potential der Methode für die Prozessüberwachung und –steuerung.

Key words: Laser-Speckle-Photometrie, Prozess-Monitoring, Defekt-Monitoring, Auftragsschweißen, additive Fertigung, Biomasse

Einleitung

Für den Einsatz in der Industrie sind neue zerstörungsfreie Prüfverfahren und entsprechende Sensoren sowohl zur Erkennung von Fehlern, wie z. B. Porositäten oder Delaminationen, als auch zur Bestimmung von Parametern, die Materialeigenschaften oder deren Veränderungen im Herstellungsprozess beschreiben, gesucht. Geeignete Messverfahren ermöglichen in der Fertigung die Anpassung der Verfahrensparameter zur Vermeidung von Ausschuss. Bei Reparaturarbeiten bieten sie eine wertvolle Hilfestellung für den Anwender. Darüber hinaus sollen die neuen Sensoren zur Inline-Prozessüberwachung in die Fertigungsanlagen integriert werden.

Eigenschaften eines derartigen, hier vorgestellten Sensors für die Prozessüberwachung sind:

- Verwendung eines robusten und kostengünstigen Aufbaus, der Industrieanforderungen genügt
- die Messung und Berechnung erfolgt in situ und in Echtzeit ohne Probenahme und Analyse
- das vorgestellte Messsystem ist modular aus Sensor, Elektronik und Software aufgebaut
- die einfache Einbindung in vorhandene industrielle Prozessleittechnik ist möglich
- das Messsystem ist sehr präzise und lässt sich leicht kalibrieren
- die Datenausgabe ermöglicht die Weiterverwendung der Berechnungsgrößen z.B. als Regelgrößen und die Erstellung eines Trends
- die universelle Messmethode lässt sich für das Monitoring einer Vielzahl von ähnlichen Prozessen anpassen und einsetzen.

Basis der beschriebenen Sensorik ist das Verfahren der Laser-Speckle-Photometrie (LSP). Dieses Verfahren bestimmt berührungslos und schnell qualitätsrelevante Werkstoffkenngrößen und Defekte und erlaubt so eine lückenlose Online-Überwachung des Fertigungsprozesses. Die zu entwickelnde Sensorik umfasst dabei die optischen und elektronischen Komponenten, die Auswertelgorithmen sowie die gesamte Steuer- und Regelungs-Software (Abbildung 1). Die Prozessüberwachung ist dabei mit der maschineninternen Steuerung zu synchronisieren, einschließlich der Anpassung der Mess- und Auswertegeschwindigkeiten an die hohe Fertigungsgeschwindigkeit. Es zeichnet sich durch einen einfachen, robusten Aufbau und im Vergleich zu konkurrierenden Messmethoden geringe Kosten aus. Die extrem kurzen Messzeiten prädestinieren es für den inline-Einsatz in der industriellen Produktion und für in-situ-Messungen bei Wartungs- und Reparaturaufgaben. Die Ansätze zur Verwendung der LSP-Methode zu zerstörungsfreier Prozessüberwachung werden detaillierter dargestellt.

Laser-Speckle-Photometrie

Ein Speckle-Muster entsteht, wenn eine raue Oberfläche mit einer kohärenten Lichtquelle beleuchtet wird [3]. Die Streuwellen von verschiedenen Punkten der beleuchteten Fläche interferieren auf der rauen Oberfläche in der Beobachtungsebene und erzeugen dort das Speckle-Muster - eine räumliche Struktur mit zufällig verteilten Intensitätsminima und -maxima, die mittels CCD-/CMOS-Chip detektiert werden können. Ein Speckle-Muster trägt in sich eine Fingerprint-Information über die 3D-Beschaffenheit der Oberfläche [2]. Wird das untersuchte Objekt thermisch, z. B. durch einen Laser angeregt, lassen sich aus den statischen und dynamischen Speckle-Mustern die Zusammenhänge Materialcharakterisierung ziehen. Durch die Anwendungsbreite der Speckle-Methoden und deren Auswerteverfahren für Messungen können sie an einer großen Vielfalt von Materialien angewendet werden.

Die zeitaufgelöste Laser-Speckle-Photometrie (LSP) als neues optisches Verfahren, das hauptsächlich auf der Auswertung der zeitlichen Veränderung von Speckle-Mustern basiert, eröffnet die Möglichkeit, die Porosität und Oberflächendefekte ohne größeren Aufwand zu ermitteln [4].

Abbildung. 1. Schematischer Aufbau der Laser-Speckle-Photometrie. Ein Beleuchtungslaser bestrahlt technisch raue Oberfläche erzeugt dabei ein Interferenzmuster = Speckle-Muster. Durch thermische/mechanische Anregung des Werkstoffs entstehen Verformungen, die eine Änderung der Speckle-Muster hervorrufen. Die zeitlichen und örtlichen Änderungen der Speckle-Muster erlauben bei geeigneter Auswertung Rückschlüsse auf Werkstoffkenngrößen.

Anwendungsbereich: Überwachung von Schweißprozessen

Leitfähige Kontakte in der Elektroindustrie werden heute mittels Galvanik oder Anschweißen/Plattieren aufgebracht. Diese kosten- und zeitintensiven Verfahren sind gekennzeichnet durch einen hohen Verbrauch an Material und Energie und die anfallenden großen Mengen an umweltschädlichen Chemikalien. Die Entwicklung eines alternativen additiven Verfahrens mit der notwendigen Funktionalität ist deshalb von hohem Interesse. Beim Mikro-Laserauftragschweißen wird Gold in einer Paste mittels eines Dispensers aufgetragen, zur Entfernung der Bindergehalte getrocknet und anschließend mit Laserstrahlung zur Verdichtung und Anbindung an das Substrat umgeschmolzen. Sowohl für die Phase der Entwicklung des neuen Kontaktierungsverfahrens als auch im Hinblick auf die spätere prozessintegrierte Qualitätskontrolle bietet sich ein inline-fähiges, laserbasiertes und berührungsloses Prüfverfahren an. Die zeitaufgelöste LSP wurde für diese Anwendung entwickelt und adaptiert. Die Abbildung 2 zeigt die integrierte LSP -Technik in eine entsprechende Labor-Anlage [5].

Abbildung 2. Integrierte LSP-Technik in der Kontaktherstellung mittels Auftragsschweißen; Speckle-Muster zur Bestimmung des Edelmetallgehalts.

Der Aufmischungsgrad des Kontakts mit dem Substrat wurde mit Hilfe des Parameters fraktale Dimension D_F der dynamischen Speckles des reflektierenden Bereichs bestimmt. Die Ermittlung der Kalibrierkurve zur Berechnung des Edelmetallgehalts erfolgte anhand einer chemischen Analyse mittels EDX des Kontaktmaterials. Die geometrische Kontaktvermessung erfolgte gleichzeitig zur Goldgehaltbestimmung. Durch die Berechnung des Durchmessers des inneren umhüllenden Kreises des Schattens wurde die Höhe des Kontakts ermittelt. Zu Bestimmung der Abmessung einzelner Kontakte wurde der innere umhüllende Kreis des reflektierenden Bereichs verwendet. Als Kalibrierverfahren für die geometrische Bestimmung der Kontaktgröße diente die Konfokalmikroskopie. Abbildung 3 zeigt die resultierenden Kalibrierkurven, die aus einer linearen Regression der experimentellen Werte und der mit LSP gemessenen Werte entstanden sind.

Abbildung 3: oben) Kalibrierkurve des Goldgehalts mittels EDX vs. Goldgehalt mittels LSP; unten) Kalibrierkurve der Höhe der Kontakte mittels Konfokalmikroskopie vs. Höhe mittels LSP.

Zur Beurteilung der Genauigkeit der Ergebnisse wurde die Toleranz der beiden Messungen berechnet. Die Ergebnisse hierzu sind in Tabelle 1 zusammengefasst.

Tabelle 1: Erreichte Messgeschwindigkeit und –genauigkeit.

Messgeschwindigkeit	bis 100 Kontakte pro Minute
Toleranz der Bestimmung des Edelmetallgehalts	6,658%.
Toleranz der Messung der Höhe	4,026%

Anwendungsbereich: Überwachung von biologischen Prozessen

Vor dem Hintergrund der zunehmenden Verknappung fossiler Rohstoffe, der steigenden Bevölkerungsdichte in den Entwicklungs- und Schwellenländern einerseits und des demographischen Wandels in den Industrienationen andererseits, sowie der damit verbundenen Konkurrenz um landwirtschaftliche Anbauflächen, rücken moderne biotechnologische Produktionsprozesse für die Herstellung von Wirk- und Zusatzstoffen für z. B. die Pharma-, Kosmetik oder Lebensmittelindustrie unter Verwendung pflanzlicher Zell- und Gewebekulturen (z. B. Hairy roots) und heterogener Mikroorganismen (z. B. filamentöse Pilze) vermehrt in den Fokus der Forschung und Entwicklung. Zurzeit laufen mehrere Forschungsarbeiten zur Entwicklung von wirtschaftlichen Produktionsprozessen für pflanzliche Sekundärmetabolite (pharmazeutisch- und ernährungsphysiologisch hochwirksame Substanzen) mit Hairy root Kulturen zur Gewinnung von Enzymen [6]. Eine wirtschaftliche Führung der Kultivierung biotechnologischer Prozesse zur Wirkstoffgewinnung erfordert die Bestimmung der Biomasse und die Ermittlung ihrer

Wachstumskinetik. Die am Markt etablierten Methoden lassen sich aufgrund der inhomogenen Verteilung der Wurzelsegmente für die Anforderungen der Kultivierung von Hairy roots nicht verwenden. Um den Optimierungszeitraum zu verkürzen, ist eine quantitative und bevorzugt direkte Messmethode zur Bestimmung der aktuellen Biomassekonzentration notwendig. Daher ist die Entwicklung eines vollautomatischen, nichtinvasiven Sensors für die Bestimmung der Biomassekonzentration sowie unterschiedlicher Morphologieparameter in heterogenen biotechnologischen Systemen von großem Interesse. Den prinzipiellen Aufbau zur Auswertung der zeitlichen Veränderung der Biomasse durch die Methode der LSP ist in Abbildung 4 dargestellt.

Abbildung 4: Schematische Darstellung der nichtinvasiven Technik zur Kontrolle des Wachstums von Biomasse.

Abbildung 5: Anstieg des das Biomassewachstum beschreibenden Parameters der fraktalen Dimension mit der Dauer der Kultivierung.

Abbildung 6: Veränderung des dargestellten zeitlichen Kontrasts der Speckle-Muster mit der Dauer der Kultivierung der Hairy Roots. Je heller der Bereich der Pflanze dargestellt ist, desto höher ist die Aktivität des Wachstums in dem Bereich.

Zur Bewertung der aktuellen Biomassekonzentration ist die Auswertung der Skaleneigenschaften der Speckle-Muster gut

geeignet. Sie bewertet, wie „zerklüftet“ das untersuchte Objekt zu einem bestimmten Zeitpunkt ist und beschreibt diese Eigenschaft mit einem absoluten Wert, dem Parameter Fraktale Dimension D_F . In der Abbildung 5 ist zu sehen, dass die Fraktale Dimension bei vier unabhängig untersuchten Proben mit der Dauer der Kultivierung steigt. Zur Bewertung der Wurzelaktivität ist anhand der Berechnung von Speckle-Kontrast gegeben. Bei der Darstellung der zeitaufgelösten Kontrastwerte sind immer die Bereiche mit der höchsten Änderung bzw. Wachstum mit niedrigem Kontrast versehen. In der Abbildung 6 sind z. B. die Stellen, an denen die Wurzelbereiche momentan wachsen, fast weiß zu sehen. In den Folgetagen werden an diesen Stellen die Abzweigungen gebildet.

Anwendungsbereich: Additive Fertigung

Basierend auf der Auswertung der Temperaturleitung können durch LSP konkrete Werkstoffkenngrößen wie die Porosität gewonnen werden. Dieses Auswertekonzept kann zur Prozessregelung der Herstellung von additiv gefertigten Bauteilen umgesetzt werden. Darüber hinaus können beim Laserstrahlschmelzen auftretende Prozessfehler, wie die Ausprägung von Poren und Mikrorissen, unmittelbar nach ihrer Entstehung erkannt und durch geeignete Gegenmaßnahmen, wie durch erneutes Aufschmelzen des betroffenen Bereichs, behoben werden. Hierdurch kann der Bedarf an nachgelagerten, und demzufolge zeit- und kostenintensiven Werkstoffprüfungen und Nachbearbeitungen deutlich reduziert werden. Das Sensorsystem soll dazu beitragen, die Prozessabbruchquote entscheidend zu reduzieren und somit den Energie-, Material- und Inertgasverbrauch im Umfeld der additiven Fertigung von Metallbauteilen signifikant zu senken. Ein Vorschlag zum Aufbau des neuen LSP-Sensors ist in Abbildung 7 dargestellt. Dieser Sensor wird direkt in die Fertigungsmaschine eingebunden. Die Kommunikation der beiden Verfahren wird durch die Entwicklung der Elektronik und Algorithmik für ein Regelungskonzept realisiert.

Abbildung 7: Schematisches Prinzip der neuartigen LSP-Sensorik zur Optimierung und Steuerung additiver Fertigungsprozesse.

Erste Untersuchungen erfolgten an Testkörpern (siehe Abbildung 8 links), von denen einige mit reduziertem Energieeintrag (grün markiert) hergestellt wurden und so hauptsächlich oberflächennahe Defekte aufweisen, sowie an Proben mit stark erhöhtem Energieeintrag (B2, D3) und entsprechenden Defekten/Inhomogenitäten. Im Vergleich dazu dienten die Messungen an Proben, die bei optimalen Bedingungen gefertigt wurden, als Referenz (Zeile 4). Sie zeigten kaum Fehlstellen. Mittels LSP-Messung konnten die Defekte und Inhomogenitäten in den Proben, die mit reduziertem und stark erhöhtem Energieeintrag hergestellt wurden, detektiert werden.

Abbildung 8: Links) Der Testkörper zur Bestimmung von Fehlern in den mittels additiven Verfahren hergestellten Proben. Grün markiert: Proben mit reduziertem Energieeintrag; B2, D3: Proben mit stark erhöhtem Energieeintrag; Referenzparameter: Zeile 4. Rechts) Ergebnis der LSP: mit roter Farbe sind die identifizierten Fehlstellen markiert.

Gleichzeitig wurde anhand der Berechnung der Temperaturleitfähigkeit aus der optischen Speckle-Temperatur, die sogenannte Speckle-Diffusivität, bestimmt. In Abbildung 9 ist zu sehen, dass die berechnete Speckle-Diffusivität mit steigender Porosität der Proben abnimmt. Die Temperaturleitfähigkeit des Werkstoffs hängt hauptsächlich von seiner Dichte, aber auch von der Wärmeleitfähigkeit ab. Je kleiner die Dichte und Wärmeleitfähigkeit, wie bei porösen Werkstoffen, desto niedrigere Temperaturleitfähigkeiten weisen sie auf. Eine mögliche Verfälschung der Ergebnisse könnte aufgrund starker Reflexion des Laserlichts verursacht werden.

Abbildung 9: Oben) Abfall der Speckle-Diffusivität (bzw. der Temperaturleitfähigkeit) mit steigender Porosität. Unten) Abbildungen zur Bestimmung der Porosität durch optische Analyse.

Zusammenfassung

In den hier beschriebenen Arbeiten wurde die am Fraunhofer IKTS entwickelte Laser-Speckle-Photometrie als neue Prüfmethode vorgestellt. Sie zeichnet sich durch einen einfachen und sehr flexiblen Aufbau aus, der an eine Vielzahl von Problemstellungen angepasst werden kann. Im Vergleich zu anderen optischen, auch Speckle-basierten Verfahren bietet die LSP die Möglichkeit, neben Defekten und geometrischen Kenngrößen auch Werkstoffparameter wie die Porosität und Härte zu bestimmen sowie Spannungsänderungen an der Oberfläche zu verfolgen. Mit dem Parameter „Fraktale Dimension“ gelingt es darüber hinaus, prozessspezifische Kenngrößen, wie hier den Goldgehalt elektrischer Kontakte oder den Biomassegehalt im Reaktor, inline zu bestimmen. Entwicklungsbedarf zeichnet sich bei der Genauigkeit des Verfahrens ab. Hier gilt es,

passende Referenzverfahren zu finden, die vergleichbare Areale des Werkstoffs bewerten. Die Messgeschwindigkeit ist für einige Anwendungen mit momentan 50 Bildern pro Sekunde einschließlich Messung und Auswertung bereits sehr hoch. Durch die Anwendung von Hochgeschwindigkeits- und Smart-Embedded-Kameras werden die Bildgrabbing-Raten vergrößert und damit perspektivisch sowohl Messgeschwindigkeit als auch die Genauigkeit erhöht.

Danksagung

Die Autoren bedanken sich herzlich bei den Kollegen folgender Institutionen, die als Projektpartner die Untersuchungen intensiv unterstützt haben:

Fraunhofer-Institut für Lasertechnik Aachen, Abteilung Beschichten, Wärmebehandlung

Technische Universität Dresden, Institut für Lebensmittel- und Bioverfahrenstechnik

Universität Duisburg-Essen, Institut für Produkt Engineering, Fertigungstechnik

Literatur

- [1] U. Cikalova, B. Bendjus, J. Schreiber, Laser-Speckle-Photometry - a Method for Non-Contact Evaluation of Material Damage, Hardness and Porosity, MP Materials Testing Volume 54 2/2012, S 80-84 (2012).
- [2] J. Nicolai, U. Cikalova, B. Bendjus, J. Schreiber, Laser-Speckle-Photometrie - Ein Verfahren zur schnellen und berührungslosen Bestimmung von Werkstoffzuständen, DGZfP-Jahrestagung 2013, Poster 64, Dresden, Oktober (2013).
- [3] J. W. Goodman, Laser Speckle and Related Phenomena, New York: Springer Verlag (1984)
- [4] H. J. Rabal, R. A. Braga Jr. (Eds), Dynamic laser speckle and applications. CRC Press, (2009). M. Mouse, D. Duck, The Beagle Boys for President, *Journal of Applied Nonsense* 13, 123-134 (2011); doi: 10.1234/s10000
- [5] U. Cikalova, B. Bendjus, A. Lehmann, A. Gommlich, S.R. Sudip, Laser-Speckle-Photometrie zur integrierten Qualitätskontrolle des Mikro-Laserauftragsschweißens, Werkstoffwoche 2015, Dresden.
- [6] C. Schott, Th. Bley, J. Steingroewer, B. Bendjus, U. Cikalova, Th. Werner, J. Eigner, BioSpeckle: Development of a non-invasive sensor for determination of biomass in biotechnological processes by Laser-Speckle-Photometry, DECHEMA Himmelfahrtstagung 2015, 11.-13.05.