

Industrielle Prozesswanddickenmessung in der Kunststoffrohrextrusion mittels zeitaufgelöster Terahertz-Systeme

Johannes HAUCK, Dominik STICH, Peter HEIDEMEYER, Martin BASTIAN,
Thomas HOCHREIN
SKZ - Das Kunststoff-Zentrum
Friedrich-Bergius-Ring 22, 97076 Würzburg,
j.hauck@skz.de

Kurzfassung. Die Bestimmung und Überwachung der Wanddicke während der Extrusion von Kunststoffrohren ist von großer Bedeutung. Herkömmlicherweise werden hierfür meist Ultraschallsysteme verwendet. Diese erfordern jedoch ein Einkoppelmedium, typischerweise ein Wasserbad und stoßen zudem bei geschäumten Kunststoffen und dickwandigen Rohren an ihre Grenzen. Terahertz-(THz)-Strahlung durchdringt Luft und Kunststoffe sehr gut. Die Laufzeiten von THz-Pulsen lassen sich durch optisches Sampling mit einer Genauigkeit im Femtosekundenbereich bestimmen, was zurückgelegten Wegstrecken im Mikrometerbereich entspricht. Somit eröffnen zeitaufgelöste THz-Systeme die Möglichkeit, Wanddicken allein durch den Laufzeitvergleich von reflektierten THz-Pulsen an Grenzflächen mit hoher Genauigkeit zu bestimmen. Im Vergleich zu Ultraschallsystemen besteht der Vorteil, dass kein Wasserbad notwendig ist und an geschäumten Rohren gemessen werden kann. THz-Wellen sind energiearm und nicht ionisierend, womit sie sich von Röntgenstrahlung unterscheiden. In diesem Beitrag berichten wir über die Entwicklung eines Rohrwanddicken-Prozessmesssystems, das auf einem zeitaufgelösten THz-System basiert.

Einführung

Mit rund 80 % stellt das Material bei der Extrusion von Kunststoffrohren den überwiegenden Kostenanteil dar. Daher versuchen Rohrerhersteller möglichst am unteren Limit der Wandstärke zu produzieren, um Material und damit Kosten einzusparen. Dies erfordert eine geeignete Prozesswanddickenmessung. An Gasrohren werden besonders hohe Qualitätsmaßstäbe angelegt, die ohnehin eine 100 %-Kontrolle fordern. Am Markt haben sich unterschiedliche Methoden zur Prozesswanddickenmessung in der Rohrextrusion etabliert. Im Wesentlichen haben sich hier die Ultraschall- und Röntgentechnologie durchgesetzt, die nachfolgend näher beschrieben werden [1].



1. Stand der Technik

1.1 Ultraschallmesstechnik

Die Ultraschallmesstechnik ist in der Extrusion zur Wanddickenbestimmung von vollwandigen Kunststoffrohren dominierend [1]. Bei diesem Verfahren belaufen sich die Systemkosten je nach Größe und Anforderungen in der Größenordnung von 25.000 bis 100.000 €. Zur Einkopplung der Ultraschallpulse in das Rohr durchläuft dieses ein Wasserbad in der Rohrlinie. Die Ultraschallwandler sind radial um das Rohr angeordnet. Je nach Größe und Abdeckung des Umfangs kommen hierbei 4 bis 76 Ultraschallwandler zum Einsatz, welche die Schallwellen emittieren und zugleich detektieren [2]. Auf Grundlage einer Laufzeitmessung der reflektierten Pulse an der Rohraußen- und -innenwand sowie an evtl. vorhandenen Grenzflächen in Mehrschichtrohren können die Schichtdicken berechnet werden. Für absolute Messungen ist die Schallgeschwindigkeit des eingesetzten Polymerwerkstoffes erforderlich. Häufig werden auch der Durchsatz und die Abzugsgeschwindigkeit als Eingangsgröße für die Ermittlung des Volumenstromes und damit der Wandstärke hinzugezogen.

Aufgrund der erforderlichen Einkopplung der akustischen Wellen in das Rohrmaterial ist ein Wasserbad erforderlich. Außerdem stößt die Ultraschallmesstechnik aufgrund der hohen Dämpfung in Kunststoffen v. a. bei der Messung von sehr dickwandigen Rohren an ihre Grenzen. Die Messung geschäumter Rohre gestaltet sich aus dem gleichen Grund als sehr problematisch.

1.2 Röntgenmesstechnik

Neben der weit verbreiteten Ultraschalltechnologie werden auch Röntgengeräte zur Prozessmessung der Rohrwanddicke eingesetzt. Die Röntgenstrahlung zeichnet sich durch ein sehr gutes Durchdringungsvermögen bei Kunststoffen aus. Aus der Detektion der orts aufgelösten transmittierten Strahlabschwächung kann die Rohrwanddicke bestimmt werden. Das Röntgenverfahren besitzt den Vorteil einer absoluten Messmethode hinsichtlich der Geometrieermittlung – auch unabhängig von den verwendeten Rohrmaterialien. Die Systempreise liegen für diese Technologie je nach Anlagengröße und Ausstattung in der Größenordnung von 50.000 bis 110.000 €.

Da Röntgenstrahlung ionisierend ist, handelt, sind besondere sicherheitstechnische Aspekte zu berücksichtigen. Diesen muss durch eine ausreichende Abschirmung sowie der Bestellung eines Strahlenschutzbeauftragten entsprochen werden. Eine Messung von Mehrschichtrohren aus Kunststoffen gestaltet sich häufig schwierig, da aufgrund der marginalen Dichteunterschiede kaum ein ausreichender Kontrastunterschied zwischen verschiedenen Kunststoffsorten besteht.

2. THz-Technologie zur Rohrwanddickenmessung

2.1 Allgemeines

Die THz-Technologie stellt im Anwendungsfeld der Wanddickenmessung einen neuartigen Ansatz dar. Es wurden bereits unterschiedliche andere Anwendungsszenarien für THz-Wellen zur Überwachung von Kunststoffverarbeitungsprozessen angedacht [3,4]. Die elektromagnetischen Wellen mit einer Frequenz von 0,1 bis 10 THz werden dem sogenannten THz-Spektralbereich zugeordnet, der früher bereits als ferninfraroter Bereich bezeichnet wurde. Dieser wird auf der Seite des niederfrequenten Bereiches von elektronischen Quellen z. B. aus der Mikrowellen- oder Radartechnik abgedeckt. Auf der Seite der hohen Fre-

quenzen grenzt das infrarote Licht mit seinen optischen Quellen und Detektoren an. Aufgrund dieser besonderen Lage im elektromagnetischen Spektrum zwischen Elektronik und Optik gelang es erst um die 1990er Jahre, leistungsfähige Quellen und Detektoren für dieses Frequenzfenster zu entwickeln [5,6]. Für die auch als Submillimeterwellen bezeichnete Strahlung sind Photonenenergien im meV-Bereich charakteristisch, wodurch keine ionisierende Wirkung auftritt. Elektrische Isolatoren und somit fast alle Kunststoffe sind für THz-Wellen nahezu transparent. Eine allgemeine Unterscheidung kann erfolgen, indem unpolare Kunststoffe wie Polypropylen oder Polyethylen als gering absorbierend bzw. polare Polymere wie Polyamide als stärker absorbierend charakterisiert werden. Elektrische Leitschirmen hingegen die Strahlen ab. Flüssiges Wasser wirkt stark reflektierend und absorbierend und kann daher nicht durchdrungen werden. Die Luftfeuchtigkeit der Umgebung kann ebenfalls die THz-Messungen beeinflussen, da charakteristische Absorptionslinien von Wasserdampf auftreten.

2.2 THz-Systemtechnik

THz-Systeme können je nach Art der Erzeugung und Detektion der Strahlung in zwei Hauptgruppen eingeteilt werden: Vollelektronische Systeme basieren auf der weiterentwickelten Mikrowellenmesstechnik. Hier sind Systeme mit Frequenzen bis etwa 0,8 THz am Markt verfügbar. Für tiefenaufgelöste Messungen werden die Systeme als frequenzmoduliertes Dauerstrichradar (FMCW) betrieben, die eine Lagebestimmung von Grenzflächen auch in Wellenausbreitungsrichtung ermöglichen [7]. Damit kann der Abstand zweier Grenzflächen auf bis zu 20 μm genau erfolgen, sofern diese Grenzflächen weiter als 3 mm auseinander liegen.

Neben der elektronischen Erzeugung und Detektion von THz-Strahlung sind vor allem THz-Zeitbereichsspektrometer für die berührungslose Schichtdickenmessungen an dielektrischen Materialien prädestiniert. Die in diesem Beitrag beschriebenen Messungen wurden mit einem THz-System durchgeführt, das in Kooperation mit den Partnern Batop GmbH, iBA GmbH, iNOEX GmbH, Menlo Systems GmbH und der Phillips Universität Marburg entwickelt wurde. Analog zur Ultraschall-Technologie bestimmt dieses System die Wanddicke aus Laufzeitmessungen von Pulsen, die an Grenzflächen wie z. B. der inneren und äußeren Rohrwand reflektiert werden.

Zur Erzeugung dieser THz-Pulse werden fotoleitende Dipolantennen mittels eines Femtosekundenlasers kurzzeitig angeregt. Durch den fotoelektrischen Effekt werden im Halbleitermaterial (LT-InGaAs/InAlAs) der Antennen bewegliche Ladungsträger generiert [3]. Die freien Ladungsträger werden im elektrischen Feld der Antenne beschleunigt, was nach der Maxwellschen-Theorie mit der Abstrahlung einer elektromagnetischen Welle verbunden ist. Die Detektion eines THz-Pulses basiert auf einer Umkehrung dieses Prinzips [5]. Durch einen Laserpuls werden freie Ladungsträger generiert und im elektrischen Feld des THz-Pulses beschleunigt. Der daraus resultierende Fotostrom ist proportional zur Amplitude des elektrischen Feldes der THz-Strahlung. In Abbildung 1 ist der schematische Aufbau eines THz-Zeitbereichsspektrometers dargestellt. Das für die hier beschriebenen Arbeiten verwendete THz-System entspricht dem Grundaufbau von bereits an anderer Stelle publizierten Systemen [3].

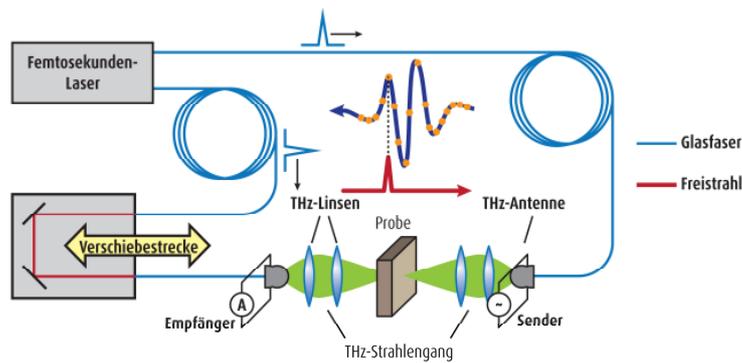


Abbildung 1: Schematische Darstellung eines THz-Zeitbereichssystems: Im Sender werden THz-Pulse durch Laserpulse angeregt. Nach dem Durchlaufen des Probekörpers wird der resultierende Fotostrom der Detektorantenne durch Überlagerung des transmittierten THz-Pulses mit einem zweiten Laserpuls gemessen. Eine Verschiebestrecke dient zum Scannen des THz-Pulses mit dem wesentlich kürzeren Laserpuls.

Der Femtosekundenlaser der Firma Menlo Systems GmbH arbeitet bei einer zentralen Wellenlänge von 1550 nm, wie sie in der Telekommunikationsindustrie üblich ist und besitzt eine maximale Pulsdauer von 100 fs. Der Laser zeichnet sich durch einen neuartigen Mode-Lock-Mechanismus aus, der einen stabilen und zuverlässigen Betrieb gewährleistet. Das THz-System ist vollständig fasergekoppelt, woraus eine deutliche Verbesserung der Stabilität und Industrietauglichkeit des Systems im Vergleich zu konventionellen Freistrahlaufbauten aus dem Laborbereich resultiert. Eine Pulsverbreiterung in der Glasfaser durch Dispersion wird durch eine spezielle Faserstrecke verhindert, die aus zwei unterschiedlichen hintereinandergeschalteten Fasertypen besteht. Die zeitliche Verschiebung zwischen THz- und Laserpuls wird durch eine Verzögerungsstrecke eingestellt, welche den optischen Weg des Laserstrahlenganges variiert. Zu diesem Zweck wird der Laserstrahl aus der Faser ausgekoppelt und nach dem Durchlaufen der variablen Verzögerungsstrecke wieder in die Faser eingekoppelt. Diese ist als gekapselte Einheit ausgeführt. Beim optischen Sampling wird der nur wenige Pikosekunden breite THz-Puls mit dem weniger als 100 fs schmalen Laserpuls gescannt. Um den nur einige Nanoampere betragenden Fotostrom rauscharm zu verstärken, kommt ein Lock-In-Verstärker zum Einsatz. Das System ist mit polarisationserhaltenden Fasern ausgestattet, sodass die Stabilität auch bei einer mechanischen Bewegung der Fasern während einer Messung gewährleistet ist.

Um mit dem vollständig fasergekoppelten THz-Zeitbereichssystem eine Charakterisierung von Kunststoffrohren in Reflexionsanordnung zu realisieren, bedarf es eines geeigneten Sondenkonzepts. In Abbildung 2 ist der optische Aufbau der fasergekoppelten Sonde zur Rohrwanddickenmessung dargestellt.

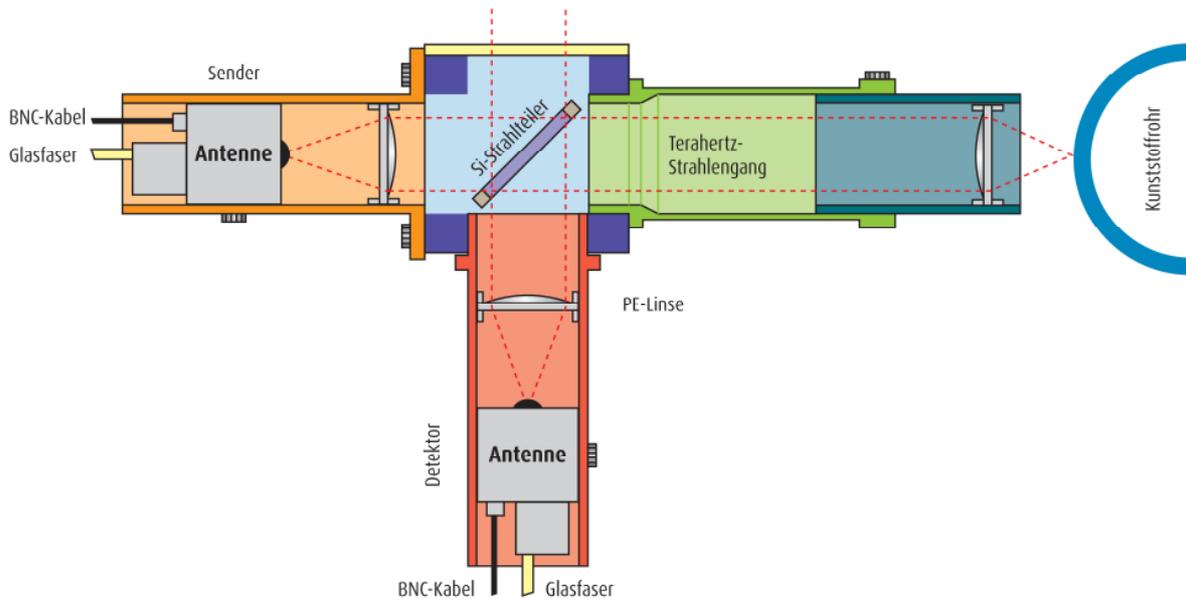


Abbildung 2: Schematische Darstellung der Reflexionssonde zur Messung der Rohrwanddicke: Die vom Sender emittierte THz-Strahlung wird durch den Silizium-Strahlteiler durch eine Linse fokussiert auf die Rohraußenwand projiziert. Die von den Rohrgrenzflächen reflektierten Strahlungsanteile werden wiederum über die Frontlinse gesammelt und durch den Strahlteiler zum einem weiteren Antennenmodul als Detektor reflektiert.

Als Sender bzw. Detektor dienen fasergekoppelte Antennenmodule. Die THz-Strahlung wird mittels HDPE Linsen kollimiert, passiert einen 50:50-Silizium-Strahlteiler und wird durch eine weitere HDPE-Linse auf die Rohrwand fokussiert. Die vom Kunststoffrohr reflektierten Wellen werden durch dieselbe Linse kollimiert und gelangen durch Reflexion am Strahlteiler zum Detektorarm der Sonde. In diesem befindet sich eine weitere HDPE-Linse, welche die Strahlung auf den Detektor fokussiert. Alle optischen Komponenten sind in ein Tubussystem mit einem zentralen Würfel für den Strahlteiler integriert. Der in Abbildung 2 gezeigte Entwurf wurde umgesetzt und erfolgreich getestet. Da jeder THz-Puls den 50:50-Strahlteiler zweimal passiert, resultiert hieraus eine Signalschwächung um mindestens 75 %, die ausschließlich durch den Sondaufbau bedingt ist. Die im Folgenden präsentierten Ergebnisse wurden daher mit einem geringfügig abweichenden Reflexionsaufbau gemessen, der diese Verluste vermeidet.

2.3 Wanddickenmessungen

In Abbildung 3 ist der Verlauf des Strahlenganges beim Einfall einer THz-Welle auf die Wandung eines Vollrohres gezeigt. Ein Teil des einfallenden Strahls wird unmittelbar an der äußeren Wand reflektiert (Teilstrahl 1). Von dem in die Rohrwand transmittierten Anteil wird wiederum ein weiterer Bruchteil an der Grenzschicht der Rohrwandinnenseite zu Luft reflektiert (Teilstrahl 2).

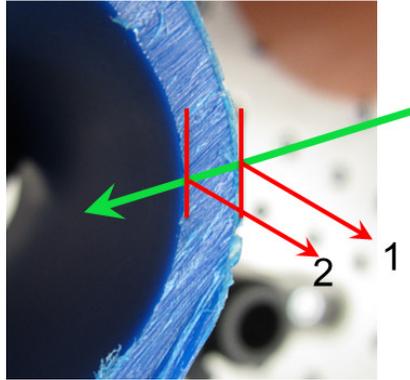


Abbildung 3: Schematische Darstellung des Strahlenganges bei der Rohrwanddickenmessung (HDPE-Rohr mit 40 mm Außendurchmesser) in Reflexionsanordnung. Zur übersichtlicheren Darstellung wurde keine 0°-Reflexion sondern ein schräger Einfallswinkel dargestellt.

Bei bekanntem Brechungsindex des Kunststoffes kann aus einer Laufzeitmessung der beiden reflektierten THz-Pulse an den Grenzflächen (Strahl 1 und 2; siehe Abbildung 3) die Wanddicke bestimmt werden. In Abbildung 4 ist das an einem HDPE-Vollrohr gemessene THz-Signal dargestellt.

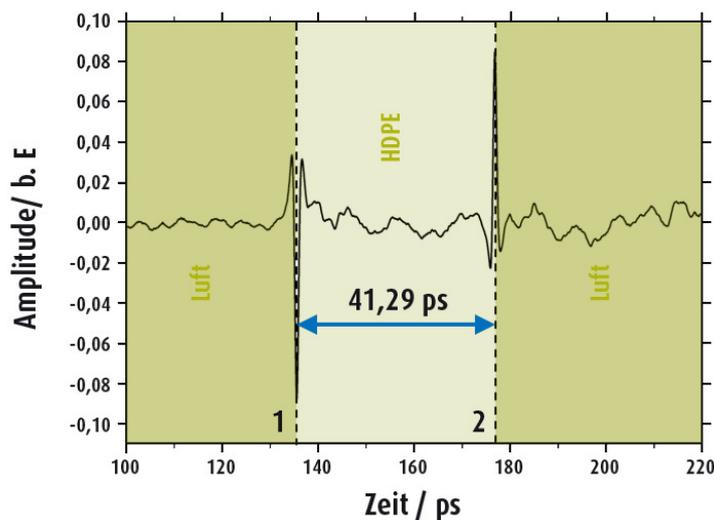


Abbildung 4: In Reflexion gemessenes THz-Signal an einem HDPE-Rohr mit 40 mm Außendurchmesser. Puls 1 wird an der Rohraußenwand reflektiert und erfährt relativ zu Puls 2, welcher an der Rohrinneinnenseite reflektiert wird, eine Verzögerung sowie einen Phasensprung.

Der zeitlich zuerst detektierte Puls entstammt der Reflexion an der Rohraußenwand, der in einem zeitlichen Abstand von $\Delta t = 41,29$ ps folgende Puls aus der Reflexion an der Rohrinneinnenseite. Aus dem Laufzeitunterschied Δt der beiden Pulse kann bei bekanntem Brechungsindex n die Wanddicke d mit der Vakuumlichtgeschwindigkeit c_0 berechnet werden:

$$d = \frac{c_0 \cdot \Delta t}{2 \cdot n} \quad (1)$$

Im Falle des in Abbildung 3 dargestellten HDPE-Rohres ergibt sich aus den THz-Messdaten bei einem Brechungsindex von 1,52 eine Rohrwanddicke von $d = 4,07$ mm. Der verwendete Wert für den Brechungsindex wurde in einer Referenzmessung bestimmt und stimmt gut mit Literaturwerten überein [8]. Die mittels THz-Technologie gemessene

Wanddicke entspricht dem Referenzwert von $4,03 \pm 0,05$ mm, der mit einem Messschieber ermittelt wurde.

Neben der Messung von Vollrohren liegen die Stärken der THz-Technologie vor allem in der Überwachung von geschäumten und mehrschichtigen Rohren. In Abbildung 5 ist der Strahlengang bei der Messung eines PVC-Rohres mit Schaumkern gezeigt. Es liegt in diesem Fall ein Dreischichtsystem bestehend aus der Innen- und Außenhaut sowie dem geschäumten Kern vor.

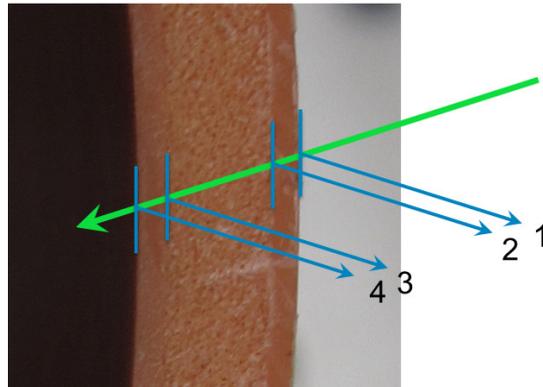


Abbildung 5: Optischer Strahlengang an einem PVC-Rohr mit Schaumkern mit einem Außendurchmesser von 125 mm. Die reflektierten Teilstrahlen sind entsprechend ihrer zeitlichen Abfolge nummeriert. Zur übersichtlicheren Darstellung wurde keine 0° -Reflexion sondern ein schräger Einfallswinkel dargestellt.

Wie in Abbildung 5 und Abbildung 6 ersichtlich ist, wird an jeder Grenzfläche ein Teil des THz-Strahls reflektiert. Im Messsignal äußern sich diese Reflexionen in vier zeitlich aufeinanderfolgenden Reflexpulsen mit abnehmender Intensität. Puls 1 und 4 wird unmittelbar an der äußeren bzw. inneren Rohrwand reflektiert, während Puls 2 und 3 aus Reflexionen an der Grenzfläche Vollmaterial/Schaum bzw. Schaum/Vollmaterial resultieren. Bei bekanntem Brechungsindex können aus den zeitlichen Abständen der Pulse die Schichtdicken berechnet werden. Der Brechungsindex der hier zum Einsatz kommenden Polymerwerkstoffe wurde bei Voruntersuchungen zu $n_{PVC} = 1,70$ und $n_{Schaum} = 1,30$ bestimmt. Mit Gleichung 1 können hieraus die gesuchten Einzelschichtdicken berechnet werden (siehe Tabelle 1).

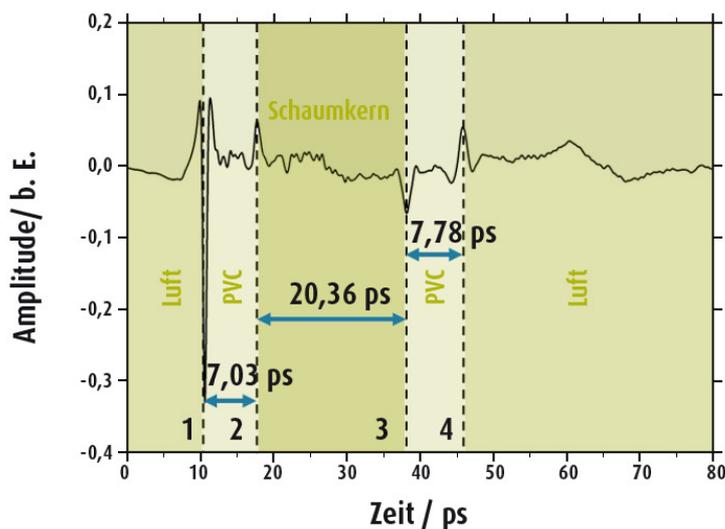


Abbildung 6: Gemessenes THz-Signal im Zeitbereich an einem PVC-Rohr mit Schaumkern und einem Außendurchmesser von 125 mm. Die an den jeweiligen Grenzflächen reflektierten Pulse sind entsprechend ihrer zeitlichen Abfolge nummeriert.

Tabelle 1: Gemessene Wanddicken an einem PVC-Rohr. Die Messungen erfolgten einerseits mit einem Messschieber in Kombination mit einer Bildauswertung zur Bestimmung der Dimension des Schaumkerns sowie andererseits mittels THz-Messtechnik in 0°-Reflexion.

	d₁₋₂ (mm)	d₂₋₃ (mm)	d₃₋₄ (mm)	d₁₋₄ (mm)
THz	0,62 ± 0,01	2,35 ± 0,01	0,69 ± 0,01	3,66 ± 0,02
Messschieber / optisches Verfahren	0,6 ± 0,2	2,4 ± 0,2	0,7 ± 0,2	3,65 ± 0,01
Brechungsindex	1,70	1,30	1,70	-

Tabelle 1 zeigt, dass die mittels THz-Technik gemessenen Werte mit den konventionell ermittelten Referenzwerten im Rahmen der Messgenauigkeit sehr gut übereinstimmen. Da ein kontinuierlicher Übergang zwischen dem Schaumkern und dem umgebenden Vollmaterial vorliegt, wurde der Durchmesser des Schaumkernes durch eine Bildauswertung ermittelt. Da hier ein Gradient und keine scharfe Grenzfläche vorliegt, konnten die Referenzdaten nur vergleichsweise unpräzise ermittelt werden.

Die Genauigkeit der Schichtdickenmessung mit THz-Zeitbereichssystemen ist durch die zeitliche Auflösung gegeben. Typischerweise betragen die Abstände der Datenpunkte im Messsignal 50 fs, woraus sich ein Auflösungsvermögen der Schichtdicken von etwa 5 µm erreichen lässt. Durch die Verwendung von geeigneten Fitting-Routinen kann die zeitliche Position des Pulses mit einer Unsicherheit von ca. 10 fs bzw. einem Auflösungsvermögen von ca. 1 µm ermittelt werden.

Die Messzeit liegt für eine komplette Schichtdickenbestimmung bei etwa einer Sekunde. Dies ist bedingt durch das erforderliche gute Signal-zu-Rauschverhältnis, das durch eine längere Messzeit verbessert werden kann, sowie die Verfahrensgeschwindigkeit der mechanischen Verzögerungsstrecke zur Pulsaufzeichnung. Für beide Aspekte existieren bereits geeignete Lösungsansätze, die zukünftig signifikant kürzere Messzeiten erlauben werden.

3. Zusammenfassung und Ausblick

Das Kunststoff-Zentrum SKZ konnte im Rahmen des Forschungsprojektes zusammen mit den Projektpartnern ein funktionsfähiges THz-System zur Wanddickenmessung entwickeln. Es konnte gezeigt werden, dass damit präzise und berührungslose Schichtdickenmessungen auch an mehrschichtigen und geschäumten Kunststoffrohren in Reflexionsanordnung möglich sind. Die Genauigkeit der Schichtdickenmessung beträgt typischerweise 5 µm und kann durch weitere Verbesserungen auf 1 µm verbessert werden. Die Messzeit liegt derzeit bei etwa einer Sekunde, kann jedoch durch geeignete Maßnahmen signifikant reduziert werden. Die THz-Technologie ist als Nachfolgetechnologie für die Ultraschallmesstechnik bei der prozessbegleitenden Rohrwanddickenmessung prädestiniert.

4. Danksagung

Das Kunststoff-Zentrum SKZ bedankt sich bei den Projektpartnern Batop GmbH, iBA GmbH, iNOEX GmbH, Menlo Systems GmbH und der Phillips Universität Marburg. Das Vorhaben VP2012508AB9 wurde über die AiF im Rahmen des Zentralen Innovationsprogramms Mittelstand (ZIM) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie gefördert. Wir möchten uns an dieser Stelle für die finanzielle Unterstützung bedanken.

5. Referenzen

1. P. Bernhardt: THz-basierte Wanddickenmessung in der Kunststoffextrusion, 1. Fachseminar „Mikrowellen und Terahertz-Prüftechnik in der Praxis“, DGZfP, München: 2012.
2. <http://www.inoex.de/de/aurex/> abgerufen am 27.03.2013.
3. T. Hochrein, N. Krumbholz, S. Wietzke, K. Kretschmer, M. Bastian, M. Koch: Terahertz-Spektroskopie zur Schmelzeanalyse in der Compoundierung, GAK Gummi Fasern Kunststoffe 61, 517 (2008).
4. T. Hochrein, N. Krumbholz, K. Kretschmer, M. Bastian, M. Koch: Terahertz Spectroscopy - a new tool for monitoring compounding processes, Proceedings PPS 24, Salerno: 2008.
5. C. Fattinger, D. Grischkowsky: Terahertz beams, Appl. Phys. Lett. 54, 490 (1989).
6. P. Y. Han, X-C Zhang: Free-space coherent broadband terahertz time-domain spectroscopy, Meas. Sci. Technol. 12, 1747 (2001).
7. H. Quast: 3D-Materialprüfung mit Terahertz und mm-Wellen, DGZfP-Jahrestagung, Münster: 2009.
8. C. Jansen, S. Wietzke, M. Koch: Terahertz Spectroscopy of Polymers, in K.-E. Peiponen, A. Zeitler, M. Kuwata-Gonokami: Terahertz Spectroscopy and Imaging, Springer Series in Optical Science 171, Springer, Berlin: 2013.