

Prüfung von Kunststoffbauteilen mittels Terahertz-Technologie: Der Weg von der Transmissions- zur Reflexionsanordnung

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

Kurzfassung. Die Transparenz der meisten Kunststoffe im Terahertz-(THz)-Bereich eröffnet ein großes Potenzial für die zerstörungsfreie Prüfung (ZfP) von Kunststoffbauteilen. Die Nachfrage nach geeigneten ZfP-Verfahren ist auch aufgrund der stetig anwachsenden Substitution von Metallen durch Kunststoffe groß. In dieser Arbeit wird der neueste Stand der Forschungsarbeiten zur bildgebenden Inspektion von Kunststoffbauteilen mittels zeitaufgelöster THz-Technologie präsentiert.

In zurückliegenden Arbeiten wurde bereits gezeigt, dass sich THz-Wellen zur Detektion von Waddickenunterschieden, Feuchtegehalten und Füllstoffanteilen sowie zur Strukturaufklärung von Bauteilen oder Unterscheidung unterschiedlicher Kunststoffe eignen. Diese Messungen wurden jedoch meist in Transmissionsanordnung vorgenommen, wodurch ein beidseitiger Probenzugang erforderlich ist. Dieser kann aber in vielen praktischen Anwendungen nicht realisiert werden.

Die zerstörungsfreie Bildgebung der Bauteileigenschaften in Reflexionsanordnung, als nächster Schritt in Richtung praktischer Anwendung, wird im Folgenden vorgestellt. Dazu werden der hierzu konzipierte THz-Prüfstand sowie die speziell abgestimmten Auswertelgorithmen für die THz-Zeitbereichsmessungen präsentiert. Letztere sind durch die Reflexionen an Probenvorder- und -rückseite sowie durch das im Vergleich zur Durchstrahlungsanordnung wesentlich niedrigere Signal-zu-Rausch-Verhältnis erforderlich. In diesem Beitrag werden anhand von unterschiedlichen, industriell relevanten Kunststoffen die Detektion von Füllstoff- und Feuchteschwankungen sowie die Ausrichtung von Fasern behandelt.

1. Einführung

Der THz-Spektralbereich liegt im elektromagnetischen Spektrum zwischen den Mikrowellen und der Infrarotstrahlung. Quantitativ kann dieser durch Frequenzen zwischen 100 GHz und 10 THz beschrieben werden, was Wellenlängen von 3 mm bzw. 30 µm entspricht. Da erst seit den letzten Jahrzehnten leistungsfähige Quellen und Detektoren verfügbar sind [1], erschließt die THz-Technologie derzeit industrielle Anwendungen [2,3]. Dabei haben sich unterschiedliche THz-Systemarten am Markt etabliert. Vollelektronische THz-Systeme basieren auf Mikrowellenelektronik und dringen ausgehend von niedrigen Frequenzen in

den THz-Spektralbereich vor. Optische THz-Systeme bedienen sich hingegen Laserstrahlung zur Erzeugung von THz-Wellen in Halbleiter-Antennenmodulen. Es kann damit ein Frequenzbereich von 20 GHz bis hin zu 10 THz abgedeckt werden [2].

THz-Wellen können elektrische Isolatoren und somit auch viele Kunststoffe gut durchdringen [4]. Vor allem unpolare Kunststoffe, wie Polyethylen (PE) oder Polypropylen (PP), zeichnen sich durch eine niedrige Absorption aus. Polyamide (PA) weisen hingegen vergleichsweise hohe Absorptionen auf. Elektrische Leiter, wie Metalle oder Kohlenstofffasern, können von THz-Wellen nicht durchdrungen werden. Bedingt durch die Dipolstruktur des Wassermoleküls wirkt Wasser absorbierend auf THz-Wellen. Bereits ab Frequenzen oberhalb von einem THz wirkt durch die Luftfeuchtigkeit die Atmosphäre absorbierend, sodass im Labor häufig unter getrockneter Luft oder Stickstoff gemessen wird. Flüssiges Wasser wirkt auf THz-Strahlung stark absorbierend sowie reflektierend und kann daher nicht durchdrungen werden. Eine ionisierende Wirkung, wie sie beispielsweise von Röntgenstrahlen ausgeht, liegt bei THz-Strahlung bedingt durch die niedrigen Photonenenergien (einige meV) nicht vor. Begründet durch die oben beschriebenen Eigenschaften von elektromagnetischer Strahlung im THz-Frequenzbereich ergeben sich zahlreiche Alleinstellungsmerkmale, welche die Technologie zur ZfP von Kunststoffen prädestinieren [5].

2. Versuchsaufbau

2.1 THz-Systemtechnik

Die hier gezeigten Messungen an Kunststoffbauteilen wurden mit einem optischen, gepulsten THz-Zeitbereichsspektrometer Tera K15 (Menlo Systems GmbH, Martinsried) aufgenommen. Bei diesem System werden aus ultrakurzen Femtosekunden-Laserpulsen (Wellenlänge 1550 nm) mit Hilfe von fotoleitenden Dipol-Antennen breitbandige THz-Pulse (0,1 bis 4 THz) erzeugt und detektiert. Durch ein optisches Abtasten mit einer Verzögerungsstrecke ist es möglich, die THz-Pulse mit Hilfe der wesentlich kürzeren Laserpulse zu detektieren [1,6]. Im Folgenden wird auf die spezifischen Eigenschaften des verwendeten THz-Spektrometers eingegangen, welche für die Verwendung in dieser Arbeit ausschlaggebend sind.

Das Laserlicht ist vollständig in polarisationserhaltenden Lichtwellenleitern gekapselt, sodass eine hohe Robustheit und Flexibilität gewährleistet werden kann. Lediglich die mechanische Verzögerungseinheit besitzt eine Laserfreistrahlstrecke. Diese ist jedoch ebenfalls durch ein Gehäuse gekapselt. Aufwendige Justagen, wie sie bei THz-Systemen mit Laserfreistrahl erforderlich sind, fallen bei diesem System nicht an. Durch die Faserkoppelung ist eine Drehung der Antennenmodule um die optische Achse realisierbar, was für Messungen mit unterschiedlichen Polarisationsrichtungen erforderlich ist. Mit der Verzögerungsstrecke ist es möglich, THz-Pulse in einem Zeitbereich von 285 ps bei einer Messfrequenz von 2 Hz abzutasten.

2.2 THz-Prüfstand

Zur orts aufgelösten Messung von Kunststoffbauteilen wurde ein THz-Prüfstand in 0°-Reflexionsanordnung verwendet, welcher an einen Transmissionsaufbau angelehnt ist [7]. Die Strahlteilung erfolgte mit einem 3,5 mm dicken Silizium-Strahlteiler, welcher Messungen in 0°-Reflexionsanordnung ermöglicht (siehe Abbildung 1). Der von Sender emittierte THz-Strahl wird durch eine plankonvexe Linse (Polymethylpenten) kollimiert, am Strahlteiler aufgespalten und mit einer weiteren Linse auf die Probe fokussiert. Die Halbwertsbreite des Fokus beträgt 0,9 mm im Frequenzband von 300 bis 400 GHz. Die von der Probe reflektierte Strahlung wird von der identischen Linse kollimiert und trifft erneut auf

den Strahlteiler. Nachdem dieser durchlaufen wurde, werden die THz-Wellen mit einer weiteren Linse auf den Detektor fokussiert. Zur orts aufgelösten Charakterisierung der Proben werden diese zeilenweise mittels x/y-Verfahreinheit durch den Fokus bewegt. Somit werden in jedem Pixel der Probe die reflektierten Pulse im Zeitbereich aufgenommen. Zur Vermeidung von Absorptionspeaks im Spektrum durch Luftfeuchtigkeit ist der komplette Prüfstand mit einer Einhausung versehen. Diese wird mit getrockneter Luft (Taupunkt $< -50\text{ }^{\circ}\text{C}$) gespült. Zur Messung von polarisationsabhängigen Effekten (z. B. Faserorientierung durch Doppelbrechung) sind die linear polarisierten THz-Antennenmodule um ihre optische Achse drehbar. Somit besteht die Möglichkeit, den Winkel des emittierten linear-polarisierten elektrischen Feldes sowie die Orientierung der Detektion beliebig zu variieren.

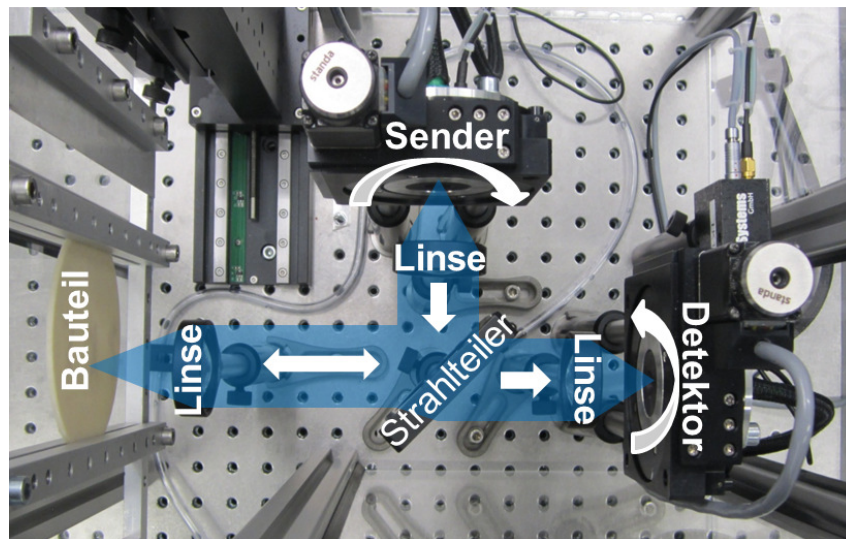


Abbildung 1: THz-Prüfstand zur orts aufgelösten Charakterisierung von Kunststoffbauteilen in Reflexionsanordnung: Ein Strahlteiler aus Silizium ermöglicht Messungen in 0° -Reflexionsanordnung.

3. Datenauswertung

Bei der Datenauswertung der THz-Zeitbereichsrohdaten kamen unterschiedliche Methoden zum Einsatz. Diese werden im Folgenden vorgestellt.

3.1 Auswertung im Zeitbereich

In Abbildung 2 ist das mit dem THz-Prüfstand gemessene Signal an einem PA 6-Bauteil gezeigt. Die beiden THz-Pulse stammen aus der Reflexion an der Vorder- (Puls 1) sowie Rückseite (Puls 2). Die Messdaten wurden bereits um den Untergrund (Messung ohne Probe im Strahlengang) korrigiert. Aufgrund der Reflexion am optisch dichteren Medium, hat Puls 1 einen Phasensprung um π relativ zu Puls 2 erfahren. Aus der Abschwächung des Puls 2 im Vergleich zu Puls 1 kann die Absorption und aus der zeitlichen Verzögerung zwischen den Pulsen der Brechungsindex berechnet werden.

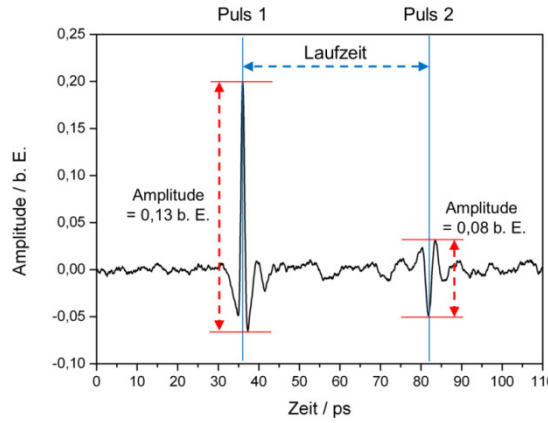


Abbildung 2: THz-Messsignal im Zeitbereich einer 3,9 mm dicken Platte aus PA 6. Puls 1 wird an der Vorderseite reflektiert. Puls 2 ist die Reflexion an der Rückseite. Er hat das Bauteil zweimal durchlaufen und relativ zu Puls 1 einen Phasensprung von π .

Die Pulsenergie (E_{Puls}) berechnet sich aus dem gemessenen zeitlichen Verlauf der THz-Amplitude $A(t)$ zu:

$$E_{Puls} = \int A(t)^2 dt . \quad (1)$$

Die Integrationsgrenzen in Gleichung 1 ergeben sich in der Praxis durch Rechteckfenster, die um den entsprechenden Puls gelegt werden. Bei der Berechnung der Absorption müssen die Reflexionsverluste des Pulses 2 an den Grenzschichten von Bauteil und Luft berücksichtigt werden. Nach den Fresnel'schen Formeln berechnet sich der Reflexionsgrad R aus dem Brechungsindex n bei senkrechtem Einfall zu:

$$R = \left(\frac{n_{Bauteil} - n_{Luft}}{n_{Bauteil} + n_{Luft}} \right)^2 , \quad \text{mit } n_{Luft} \approx 1 \quad (2)$$

Bei bekannter Schichtdicke d kann aus dem Verhältnis der Pulsenergie von Puls 2 zu Puls 1 die Absorption α , korrigiert um die Reflexionsverluste, berechnet werden:

$$\alpha = - \frac{1}{2 \cdot d} \ln \left(\frac{E_{Puls 2}}{E_{Puls 1}} \cdot \frac{1}{(1 - R)^2} \right) \quad (3)$$

Die Gruppenlaufzeit kann vereinfacht aus dem zeitlichen Schwerpunkt des Wellenpaketes ermittelt werden:

$$t_G = \frac{\int A(t)^2 \cdot t dt}{E_{Puls}} \quad (4)$$

In die Berechnung des Brechungsindex geht die Gruppenlaufzeit t_G der beiden Pulse, die Schichtdicke d sowie die Vakuumlichtgeschwindigkeit c ein:

$$n = \frac{(t_{G,Puls 2} - t_{G,Puls 1}) \cdot c}{2 \cdot d} \quad (5)$$

Aus einer Messung in 0°-Reflexion können damit bei bekannter Schichtdicke die Materialparameter Brechungsindex und Absorption bestimmt werden. Eine zusätzliche Referenzmessung (mit einem Metallspiegel o. ä.) ist nicht erforderlich. Folglich kann bei bekanntem Brechungsindex aus der Gruppenlaufzeitdifferenz der Reflexionen auch die Schichtdicke bestimmt werden.

3.2 Dickenkorrektur bei Feuchtemessungen

Bei Wasseraufnahme eines Kunststoffes ist im Allgemeinen die Änderung des Brechungsindex im Vergleich zur Änderung der Absorption zu vernachlässigen. Dieses Verhalten kann genutzt werden, um bei bekanntem Brechungsindex n aus der Gruppenlaufzeitdifferenz Δt_G (siehe auch Abschnitt 3.1) der gemessenen Pulse die Schichtdicke d in jedem Pixel in einfacher Art und Weise zu berechnen:

$$d = \frac{\Delta t_G \cdot c}{2 \cdot n} \quad (6)$$

Somit liegt die Dicke des Bauteils orts aufgelöst vor. Die Auswertung der Pulsabschwächung ist gemäß dem Lambert-Beer'schen Gesetz ein Maß für die Absorption des Bauteils. Mit der unter Abschnitt 3.1 beschriebenen Datenauswertung im Zeitbereich kann die orts aufgelöste Absorption (Gleichung 3) berechnet werden. Mit Hilfe von bekannten Kalibrierungsdaten kann so der Feuchtigkeitsgehalt orts aufgelöst ermittelt werden.

3.3 Auswertung im Frequenzbereich

Die oben beschriebenen Auswertungen im Zeitbereich liefern die mittleren Materialparameter im gesamten Frequenzband des THz-Systemes in einfacher und schneller Weise. Zur frequenzselektiven Datenauswertung wurde zusätzlich eine Auswertung mittels Fast Fourier Transform (FFT) verwendet [8]. Bei diesem Algorithmus werden im Zeitbereich über Puls 1 und Puls 2 jeweils eine Blackman-Fensterfunktion gelegt. Anschließend wird eine FFT in den Frequenzbereich durchgeführt (siehe Abbildung 3). Aus der Amplitude der FFT kann bei bekannter Probendicke in Anlehnung an Gleichung 3 die spektrale Absorption ermittelt werden. Die Phaseninformationen der FFT weisen eine Phasendifferenz zwischen beiden Pulsen auf, welche zusammen mit der Schichtdicke den Brechungsindex liefern.

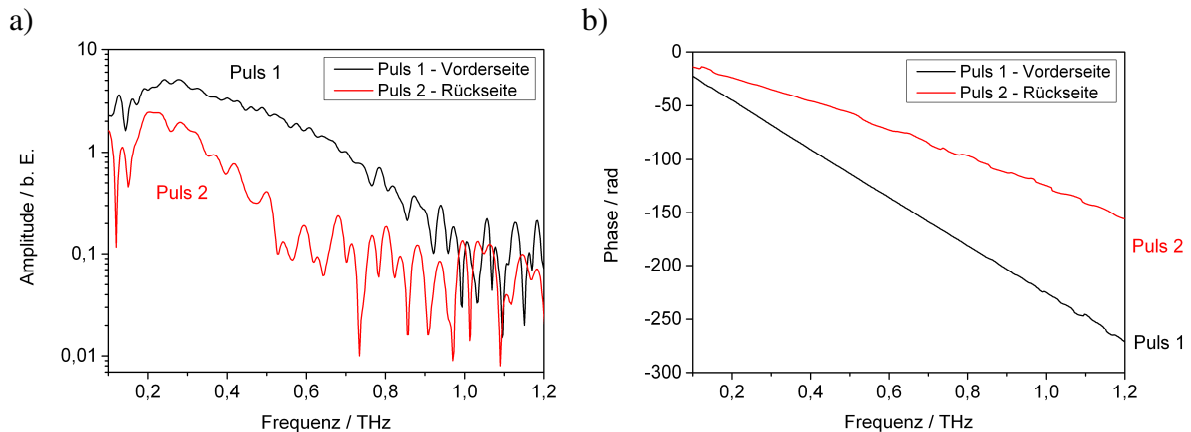


Abbildung 3: Amplituden- a) und Phasenspektrum b) der Pulse an Probenvorder- und Rückseite in Abhängigkeit der Frequenz. Die Daten wurden an einer 3,9 mm dicken PA 6 Platte aufgenommen.

3.4 Bestimmung der Faservorzugsrichtung

Liegt eine Ordnung der Kurzglasfasern in der Kunststoffmatrix vor, so handelt es sich um ein optisch anisotropes Material. Zur Ermittlung der Faservorzugsrichtung wird der Brechungsindex unter verschiedenen Polarisationswinkeln ausgewertet [9]. Insbesondere ist dieser abhängig von dem Winkel, welcher zwischen dem elektrischen Feldvektor der THz-Strahlung und den Glasfasern gebildet wird. In den beiden Extremfällen wird für einen Einfall parallel zu den Glasfasern ein maximaler Brechungsindex, bei einem senkrechten Ein-

fall ein minimaler Brechungsindex beobachtet. Durch Messung unter mindestens drei verschiedenen Winkeln kann ein sog. Orientierungsellipsoid aufgespannt werden (siehe Abbildung 4) [9]. Die Orientierung der Hauptachse gibt die Faservorzugsrichtung an.

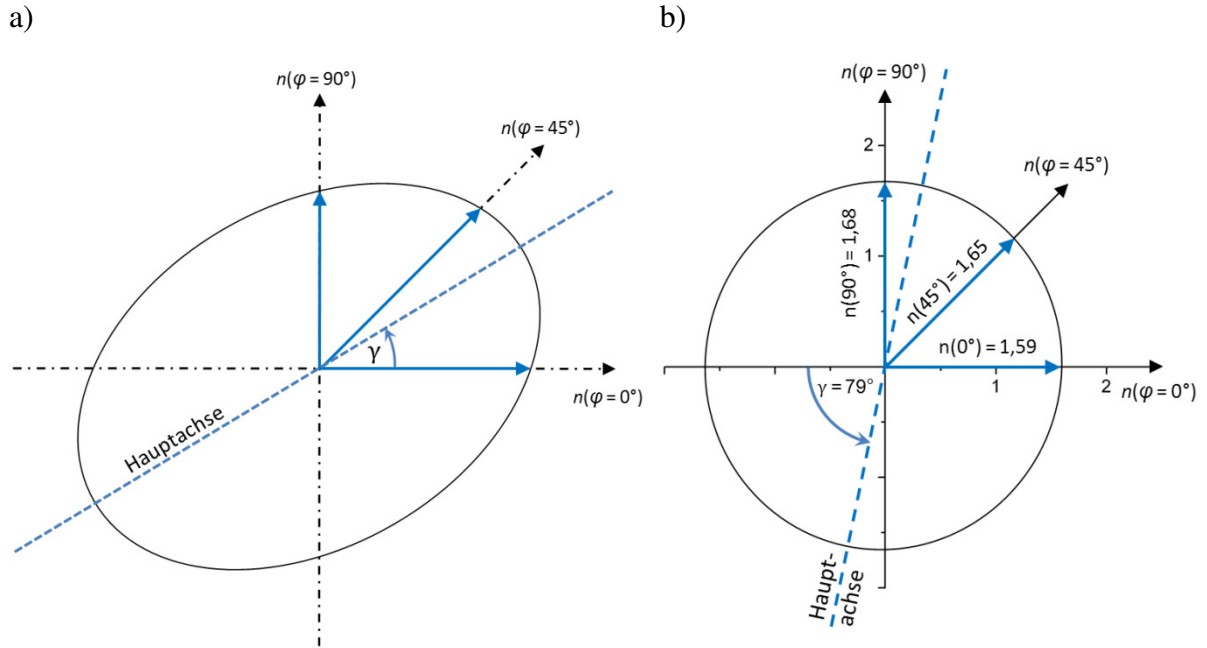


Abbildung 4: Aus der Messung des Brechungsindex unter drei verschiedenen Winkeln wird ein Orientierungsellipsoid aufgespannt. Die Lage der Hauptachse der Ellipse gibt die Faservorzugsrichtung im Bauteil an: a) Schematische Darstellung des Orientierungsellipsoids und b) Messwerte an einer 4 mm dicken PP-Platte, gefüllt mit 30 Gew.-% Glasfasern.

Zur Berechnung der Lage der Hauptachse relativ zur 0° -Richtung wird die Ellipse mittels Kegelschnitten in Polarkoordinaten parametrisiert:

$$An^2\cos^2\varphi + 2Bn^2\cos\varphi\sin\varphi + Cn^2\sin^2\varphi + 2Dn\cos\varphi + 2En\sin\varphi + F = 0 \quad (7)$$

Hierbei ist $n(\varphi)$ der winkelabhängige Brechungsindex. A, B, ... F sind Konstanten. Die drei gemessenen Wertepaare ($n(0^\circ)$, $n(45^\circ)$ und $n(90^\circ)$) werden in die Gleichung 7 eingesetzt. Aus Symmetriegründen erhält man drei weitere Wertepaare von $n(\varphi)$, sodass ein lineares Gleichungssystem, bestehend aus sechs Gleichungen, vorliegt. Das homogene lineare Gleichungssystem wird analytisch gelöst. Aus A, B und C kann in einem weiteren Schritt die Orientierung der Ellipse bestimmt werden. Der Winkel γ zwischen der Hauptachse der Ellipse und der 0° -Richtung (siehe Abbildung 4) berechnet sich aus den Koeffizienten zu:

$$\gamma = \frac{1}{2} \arctan\left(\frac{2B}{A-C}\right) \quad (8)$$

Durch eine Fallunterscheidung wird der berechnete Wert für γ (Wertebereich $-\pi/2, \dots, +\pi/2$) dem entsprechenden Quadranten zugeordnet. Es gilt festzuhalten, dass insbesondere die Schichtdicke des Bauteils für die Datenauswertung nicht von Relevanz ist, da lediglich die relative Änderung des Brechungsindex ausgewertet wird. Statt des Brechungsindex kann alternativ auch die Gruppenlaufzeitdifferenz, gemessen unter drei Polarisationsrichtungen, zur Charakterisierung der Faservorzugsrichtung verwendet werden.

4. Ergebnisse

In diesem Teil werden die Ergebnisse der orts aufgelösten THz-Messungen an Kunststoffbauteilen präsentiert. Alle Messungen wurden, wenn nicht anders angegeben, mit dem oben beschriebenen Aufbau (siehe Abschnitt 1.2) vorgenommen.

4.1 Füllstoffgehaltsdetektion

Zur quantitativen Bestimmung des Füllstoffgehaltes von Kunststoffcompounds wird die lineare Abhängigkeit zwischen volumetrischem Füllstoffgehalt, Dichte und Brechungsindex im THz-Frequenzbereich genutzt [10]. Zunächst wurde in Transmissionsgeometrie mit Messungen an Proben mit definierten Füllstoffgehalten der Brechungsindex bestimmt [7]. An dieser Stelle wurde bewusst die Messgeometrie in Durchstrahlanordnung gewählt, da hier ein vergleichsweise hohes Signal-zu-Rausch-Verhältnis vorliegt und Effekte wie eine Dejustage des Bauteils im Fokus im Vergleich zur Reflexionsmessung eine untergeordnete Rolle spielen. Der Brechungsindex und volumetrische Füllstoffgehalt wurden einer linearen Regression unterzogen [10]. Da der Brechungsindex ein Materialparameter ist, der unabhängig von der Messapparatur ist, kann dieser für eine Quantifizierung der Messungen in Reflexion dienen.

Um die Leistungsfähigkeit der THz-Technologie zur Detektion von Füllstoffgehalten in Reflexion zu demonstrieren, wurden Probekörper mit örtlich unterschiedlichen Füllstoffgehalten mit dem oben beschriebenen Prüfstand charakterisiert. Ausgangspunkt für die Bauteile waren mit unterschiedlichen Füllstoffgehalten compoundingierte Granulate, welche mittels Heißpressens zu Platten verarbeitet wurden. Zur Optimierung der Oberfläche, sowie zur Gewährleistung einer homogenen Schichtdicke wurden die Bauteile spanend nachbearbeitet. In Abbildung 5 ist ein aus zwei verschiedenen Füllstoffgehalten hergestelltes Bauteil aus PP mit Kreide ($\text{Ca}(\text{CO})_3$) dargestellt. Die Platte besitzt einen Füllstoffgehalt von 16 Gew.-% Kreide und die eingebrachten Buchstaben aus 26 Gew.-% $\text{Ca}(\text{CO})_3$. Die Buchstaben wurden aus einer zuvor gepressten Platte ausgesägt und mit Granulat mit 16 Gew.-% Füllstoff zu einem Bauteil gepresst. Anhand des Phasenbildes Abbildung 5 a), welches aus der Gruppenlaufzeitdifferenz der Pulse berechnet wurde, zeigt sich bereits eine höhere Pulsverzögerung im Bereich der Buchstaben, da hier ein höherer Brechungsindex vorliegt. In der orts aufgelösten Auftragung des Verhältnisses der Pulsenergien Abbildung 5 b) sind Inhomogenitäten zu erkennen. Durch eine Auswertung der Daten im Zeitbereich wurde der Brechungsindex und mit einer Kalibrierung der Füllstoffgehalt in Gew.-% orts aufgelöst visualisiert (siehe Abbildung 5 c). Der in den Randbereichen scheinbar niedrigere Füllstoffgehalt rührt aus einer immer noch vorhandenen Abweichung der Bauteildicke.

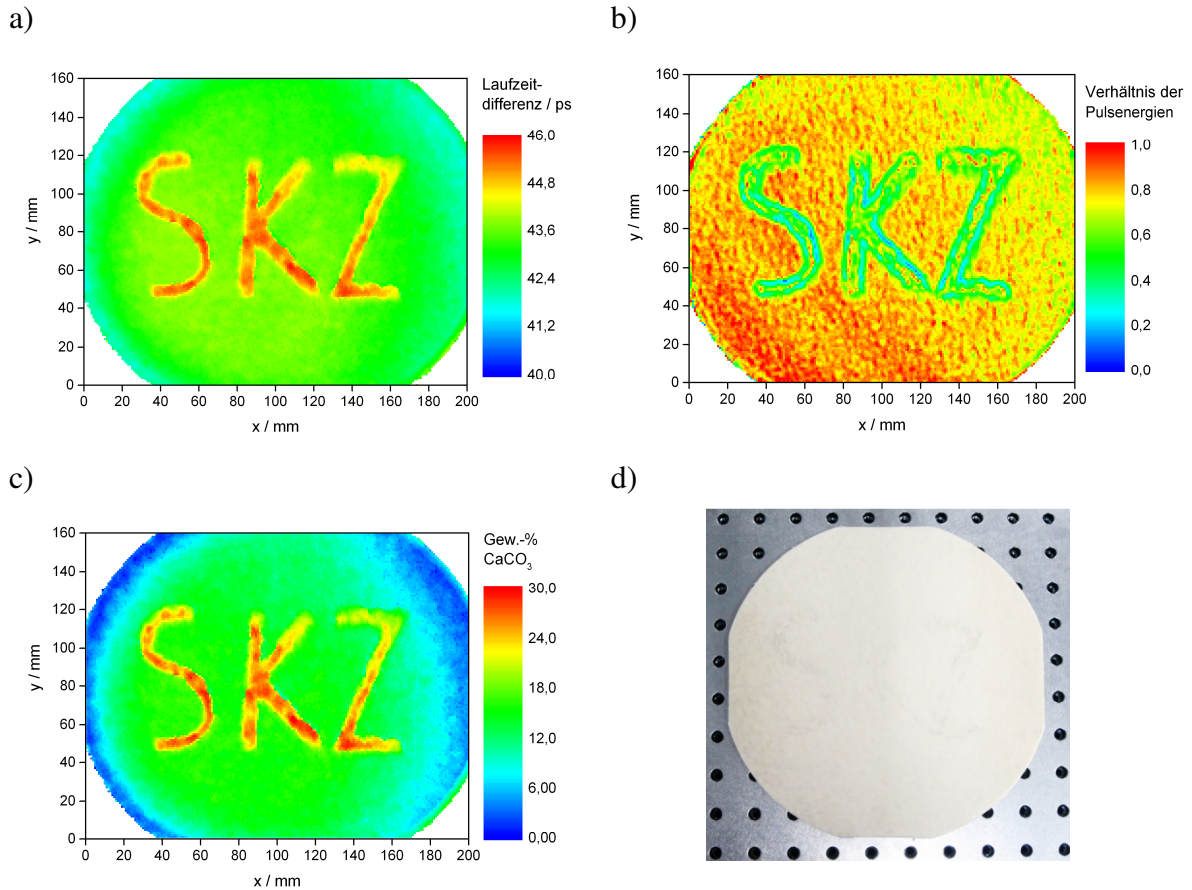


Abbildung 5: THz-Messungen an einer PP-Platte (Dicke 4,2 mm) mit zwei unterschiedlichen Gewichtsanteilen an Kreide gefüllt: a) Differenz der Gruppenlaufzeiten b) Verhältnis der Pulsenergien c) Füllstoffgehalt in Gew.-%, berechnet aus der Gruppenlaufzeitdifferenz d) Foto des Bauteils.

Um die Sensitivität hinsichtlich kleiner Füllstoffgehaltsschwankungen zu untersuchen, wurde ein PP-Bauteil hergestellt, welches in unterschiedlichen Bereichen 0, 16, 18, 20, 22 und 26 Gew.-% Kreide enthält. In Abbildung 6 sind die Ergebnisse der THz-Messungen dargestellt. Die Datenauswertung erfolgte über den Frequenzbereich. Aus dem gemittelten Brechungsindex (Frequenzbereich 400 bis 700 GHz) wurde mit Hilfe einer Kalibrierung der Füllstoffgehalt berechnet. In einem Foto der Probe sind die Soll-Füllstoffgehalte in den jeweiligen Bereichen angegeben.

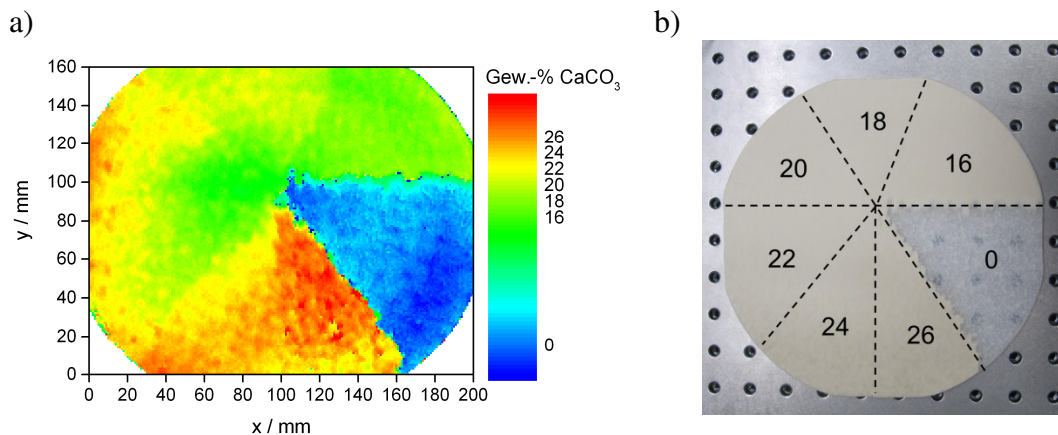


Abbildung 6: a) THz-Messungen an einer PP-Platte (Dicke 3,1 mm), gefüllt mit sieben unterschiedlichen Gewichtsanteilen an Kreide. b) Foto des Bauteils: Die Granulate wurden beim Heißpressen in Kreissegmenten in das Bauteil eingebracht.

In Abbildung 6 ist ersichtlich, dass die Bereiche mit 0, 16, 18, sowie 24 und 26 Gew.-% Kreide zu erkennen sind. Die Sektoren mit 20 und 22 Gew.-% Füllstoff können nicht unterschieden werden. Scheinbare Schwankungen des gemessenen Füllstoffgehaltes in radialer Richtung innerhalb der Bereiche sind durch Dickenänderungen im Kunststoffbauteil zu erklären. Die Proben wurden spanend nachbearbeitet.

4.2 Feuchtigkeitsdetektion

Bei der Detektion von Feuchtigkeit in Kunststoffbauteilen wird die stark absorbierende Wirkung von Wasser im THz-Spektralbereich ausgenutzt. An speziell präparierten Referenzbauteilen wurde der Feuchtigkeitsgehalt durch Einlegen in Wasser erhöht und gravimetrisch bestimmt. Die THz-Messungen an den Kalibrierreihen wurden in Transmissionsanordnung unter getrockneter Luft durchgeführt, da hier ein maximales Signal-zu-Rausch-Verhältnis vorliegt. Abbildung 7 zeigt den Zusammenhang zwischen dem Absorptionskoeffizienten und Feuchtigkeitsgehalt der Proben.

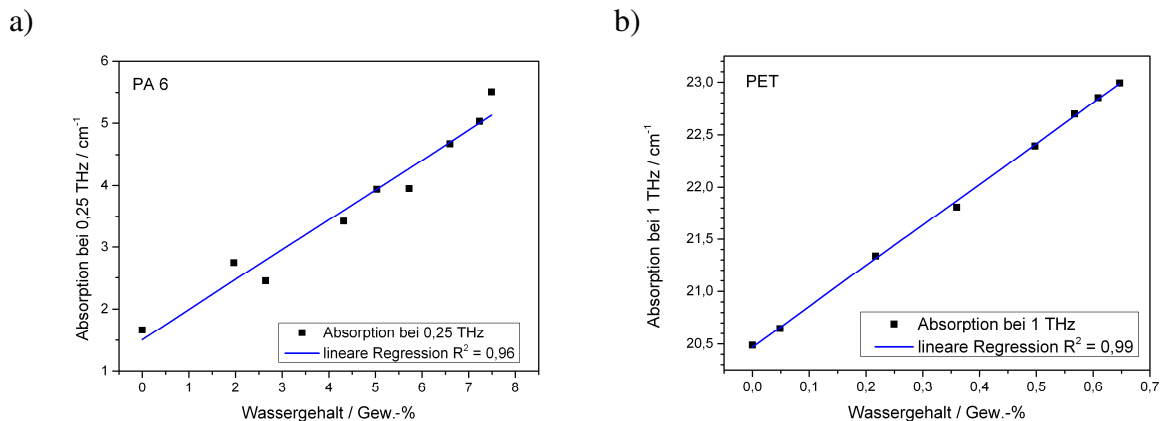


Abbildung 7: Absorption im THz-Spektralbereich gemessen an PA 6 (links) sowie Polyethylenterephthalat (PET) (rechts) bei unterschiedlichen Feuchtegehalten. Die Messungen wurden in Durchstrahlungsanordnung aufgenommen. Es wurde eine lineare Regression der Daten durchgeführt [11].

Bei der Auswertung der THz-Bilder wurde der unter Abschnitt 3.2 beschriebene Algorithmus zur Dickenkorrektur sowie eine Datenauswertung im Zeitbereich verwendet.

Zur Überprüfung des Algorithmus zur Dickenkorrektur wurde zunächst ein vollständig getrocknetes PA 6 Bauteil charakterisiert. In Abbildung 8 ist der mittels THz gemessene Feuchtegehalt des getrockneten Bauteils dargestellt. Es zeigt sich, dass in jeder der drei Schichtdicken (1, 2 und 4 mm) wie erwartet keine Feuchte detektiert wird. Insbesondere zeigt dieses Resultat, dass die Dickenkorrektur korrekt arbeitet, da die Schichtdicke in die Berechnung der Absorption und damit des Feuchtigkeitsgehaltes eingeht (siehe Gleichung 3). Die Abweichungen an den Kanten resultieren aus Beugungseffekten.

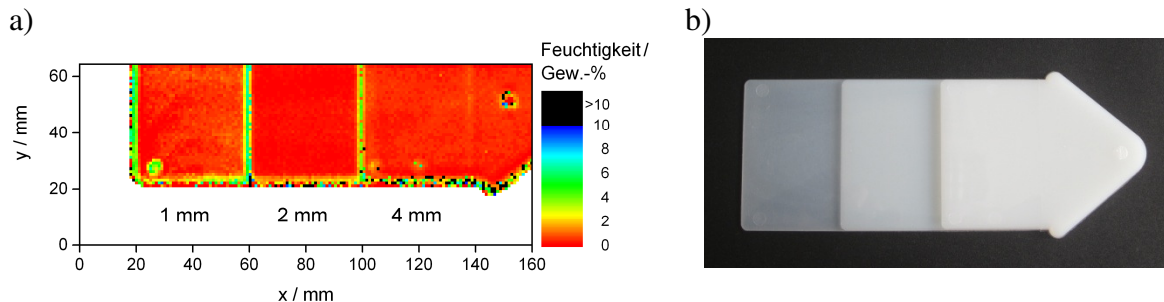


Abbildung 8: a) Mittels THz gemessener Feuchtegehalt an einer getrockneten, spritzgegossenen PA 6-Platte mit drei unterschiedlichen Schichtdicken (1, 2 und 4 mm). b) Foto des PA 6-Bauteils.

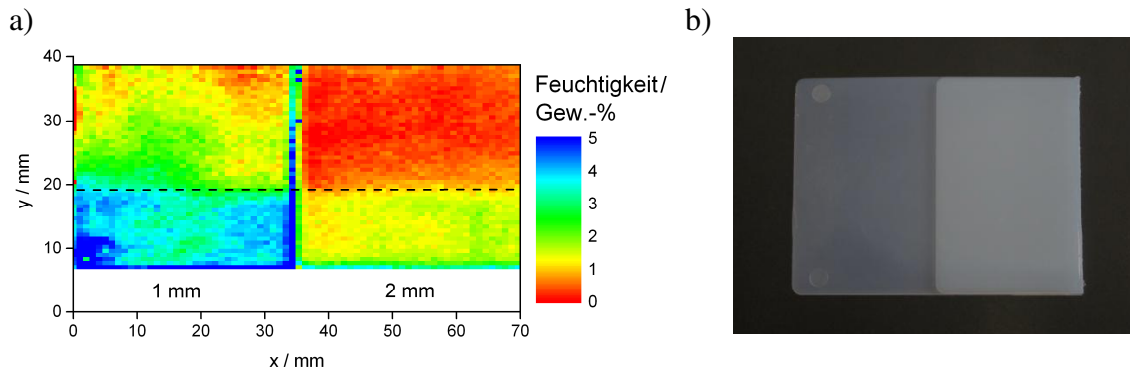


Abbildung 9: a) Mittels THz gemessener Feuchtigkeitsgehalt an einer spritzgegossenen PA 6 Platte mit zwei unterschiedlichen Schichtdicken (1 und 2 mm). b) Foto des PA 6 Bauteils. Die Platte wurde für vier Tage teilweise in Wasser eingelegt und hat dadurch eine durchschnittliche Wasseraufnahme von 1,7 Gew.-% erfahren.

Abbildung 9 zeigt den mittels THz-Technologie bestimmten Feuchtegehalt an einem PA 6 Bauteil, welches nach einer Warmlagerung (60 °C, 48 h) teilweise in Wasser eingetaucht wurde. Zur Demonstration der oben beschriebenen Dickenkorrektur wurde eine spritzgegossene Platte mit zwei verschiedenen Wanddicken gewählt. Es zeigt sich, dass auch in den Bereichen, welche keinen direkten Kontakt mit Wasser hatten, eine Feuchtigkeitsaufnahme detektiert wird. Dies beruht auf einer Migration der Feuchtigkeit. Die Zone mit der niedrigsten Wanddicke zeigt den höchsten Wassergehalt. Im Bereich mit höherer Wanddicke wird eine niedrigere Feuchtigkeitsaufnahme beobachtet, da hier das Wasser über fast die identische Oberfläche in ein größeres Volumen vordringen muss.

4.3 Faserorientierung

In Abbildung 10 ist die mit THz gemessene Faserausrichtung an PP Bauteilen gefüllt mit 30 Gew.-% Kurzglasfasern gezeigt. Bei den Bauteilen handelt es sich um spritzgegossene Platten mit einer Dicke von 4 mm. Die Anspritzrichtung ist in Abbildung 10 mit einem Pfeil dargestellt. In eines der Bauteile wurde ein Fließhindernis eingebracht, welches von der Schmelze umströmt werden muss. Die Bauteile wurden unter drei verschiedenen Polarisationsrichtungen in Reflexion gemessen. Durch eine Datenauswertung im Zeitbereich wurde die Gruppenlaufzeitdifferenz, welche zum Brechungsindex proportional ist, berechnet. Mit der unter Abschnitt 3.4 beschriebenen Methode des Orientierungsellipsoids konnte die Faservorzugsrichtung orts aufgelöst berechnet und durch Vektorpfeile visualisiert werden. In Abbildung 10 b) ist eine Falschfarbendarstellung des berechneten Winkels der Faservorzugsrichtung mit den entsprechenden Faserausrichtungsvektoren überlagert. Um die Ergebnisse zu verifizieren, wurden Messungen mittels Röntgen-Computertomografie (μ CT) durchgeführt (siehe Abbildung 10 a). Die μ CT Aufnahmen stammen aus einer Tiefebene, die mittig im Querschnitt des Bauteils liegt. Die Referenzprüfungen bestätigen die mittels THz bestimmte Faservorzugsrichtung. Insbesondere kann beim Bauteil mit Fließhindernis eine komplexe Ausrichtung der Fasern beobachtet werden. Es bilden sich hier zwei Schmelzefronten aus, die sich nach dem Fließhindernis wieder vereinen.

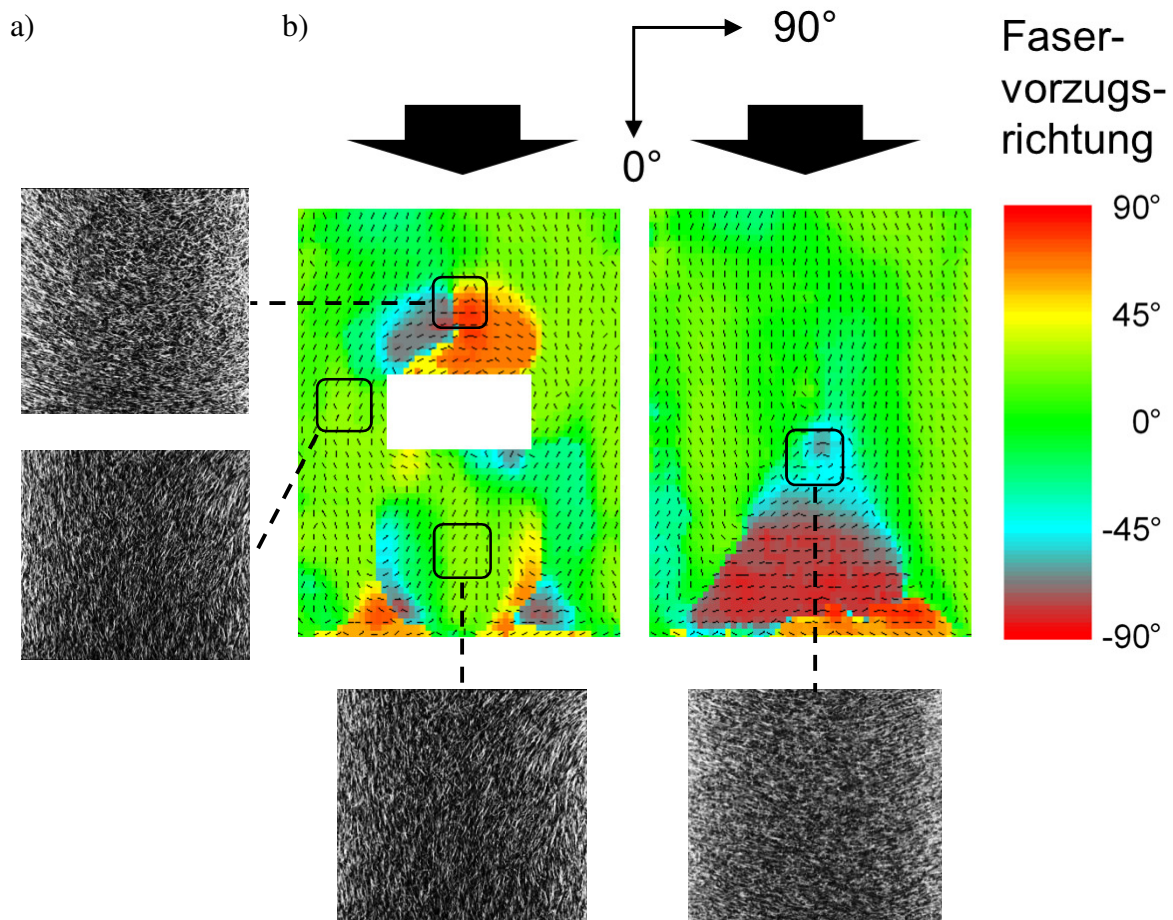


Abbildung 10: Bestimmung der Faserorientierung an mit 30 Gew.-% Glasfasern gefüllten PP-Bauteilen. a) Mittels Röntgen-Computertomografie (μ CT) wurden Referenzprüfungen an ausgewählten Stellen durchgeführt. Die μ CT-Aufnahmen wurden in der zentralen Tiefenebene des Bauteils aufgenommen. b) Die Faser-vorzugsrichtung wurde aus der Gruppenlaufzeitdifferenz, welche unter drei verschiedenen Winkeln gemessen wurde, berechnet. Die Einspritzrichtung der Spritzgussbauteile ist mit Pfeilen gekennzeichnet.

5. Zusammenfassung und Ausblick

Die Bildgebung mittels THz-Zeitbereichsspektroskopie weist in Reflexionsanordnung ein großes Potenzial zur ZiF von Kunststoffbauteilen auf. Der wesentliche Vorteil einer Messung in Reflexionsanordnung ist eine höhere industrielle Relevanz, da nur ein einseitiger Zugang zum Bauteil erforderlich ist. Im Vergleich zu Messungen in Transmissionsanordnung liegen ein niedrigeres Signal-zu-Rausch-Verhältnis sowie eine starke Abhängigkeit des Messsignals vom Einfallswinkel und Oberflächeninhomogenitäten vor. Daher sind spezielle Auswertelgorithmen erforderlich.

Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass in dieser Arbeit spezielle Algorithmen zur Auswertung der in Reflexion gemessenen Daten vorgestellt und erfolgreich demonstriert wurden. Neben einer Auswertung im Zeitbereich wurde auch eine alternative Datenauswertung im Frequenzbereich präsentiert. Durch Messungen an Kunststoffbauteilen konnte eine orts aufgelöste Charakterisierung von Füllstoff- und Feuchtigkeitsgehalten sowie die Faservorzugsrichtung in Kunststoffbauteilen in 0°-Reflexion demonstriert werden. Durch spezielle Auswertelgorithmen ist es möglich, im Falle der Feuchtigkeitsbestimmung eine gleichzeitige orts aufgelöste Dickenmessung des Bauteils vorzunehmen. Da bei

der Bestimmung der Faservorzugsrichtung die Schichtdicke nicht relevant ist, muss lediglich zur quantitativen Inspektion von Füllstoffgehalten die Dicke des Bauteils bekannt sein.

Messungen in Reflexionsanordnung sind ein wichtiger Schritt in Richtung einer industriellen Anwendung der THz-Technologie. Bei der überwiegenden Zahl an denkbaren Einsatzszenarien ist ein beidseitiger Probenzugang unmöglich, sodass Messungen in Reflexion erforderlich sein werden. Um den absorbierenden Einfluss der Luftfeuchte auszuschließen, wurden die in dieser Arbeit präsentierten Ergebnisse unter getrockneter Luftatmosphäre gemessen. Zukünftig ist eine Datenauswertung zur Korrektur der Wasserlinien geplant. Die Messung unter gewöhnlichen atmosphärischen Bedingungen wird damit ermöglicht.

6. Danksagung

Das IGF-Vorhaben 16546 N der Forschungsvereinigung Fördergemeinschaft für das SKZ wird über die AiF im Rahmen des Programms zur Förderung der industriellen Gemeinschaftsforschung und -entwicklung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert. Wir danken dem Fördermittelgeber für die finanzielle Unterstützung.

7. Referenzen

1. C. Fattinger, D. Grischkowsky: Terahertz beams, Appl. Phys. Lett. 54, 490 (1989).
2. T. Hochrein: Markt, Entwicklung und Stand der Technik der Terahertz-Systeme: Vergangenheit, Gegenwart und Zukunft, DGZfP-Jahrestagung, Dresden (2013).
3. J. Hauck, D. Stich, P. Heidemeyer, M. Bastian, T. Hochrein: Industrielle Prozesswanddickenmessung in der Kunststoffrohrextrusion mittels zeitaufgelöster Terahertz-Systeme, DGZfP-Jahrestagung, Dresden (2013).
4. Y. Jin, G. Kim, S. Jeon: Terahertz dielectric properties of polymers, J. Korean Phys. Soc. 49, 513 (2006).
5. T. Hochrein, G. Schober, E. Kraus, P. Heidemeyer, M. Bastian: Ich sehe was, was du nicht siehst, Kunststoffe 11, 70 (2013).
6. P. Y. Han, X-C Zhang: Free-space coherent broadband terahertz time-domain spectroscopy, Meas. Sci. Technol. 12, 1747 (2001).
7. J. Hauck, D. Stich, P. Heidemeyer, M. Bastian, T. Hochrein: Industrielle Untersuchung der Bauteileigenschaften von Kunststoffprodukten mittels zeitaufgelöster Terahertz-Spektroskopie, DGZfP-Jahrestagung, Dresden (2013).
8. P. U. Jepsen, D. G. Cooke, M. Koch: Terahertz spectroscopy and Imaging – Modern techniques and applications, Laser Photonics Rev. 5, 1 (2010).
9. S. Wietzke, C. Jördens, C. Jansen, N. Krumbholz, M. Scheller, O. Peters, M. Bastian, B. Baudrit, T. Hochrein, T. Zentgraf, M. Koch: Terahertz-Spektroskopie an der Schwelle zur industriellen Praxis, Kunststoffe 4, 20 (2010).
10. S. Wietzke, C. Jansen, M. Scheller, N. Krumbholz, O. Peters, C. Jördens, T. Jung, S. Chatterjee, T. Hochrein, M. Koch: Anwendungen für Terahertz-Systeme: Märkte und Perspektiven einer innovativen Technik, Chemie Ingenieur Technik 82, 4 (2010).
11. C. Jördens, S. Wietzke, M. Scheller, M. Koch: Investigation of the water absorption in polyamide and wood plastic composite by terahertz time-domain spectroscopy, Polymer Testing 29, 209 (2010).