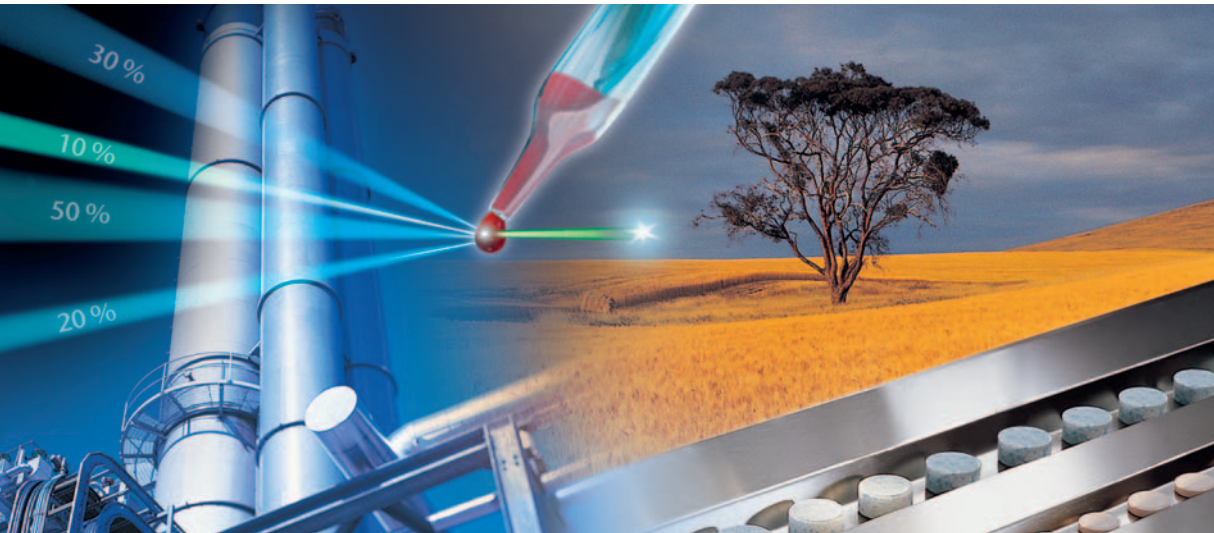


Prozesskontrolle mit *NIR-Spektroskopie*



POLYTEC APPLIKATIONSNOTEN

- A Luft- und Raumfahrt
- B Audio & Akustik
- C Automobilentwicklung
- D Datenspeicher
- G Vibrometrie allgemein
- M Mikrosystemtechnik
- P Fertigungsprüfung**
- S Wissenschaft/Medizin
- T Strukturuntersuchungen
- U Ultraschalltechnik

Polytec Spektrometer-Systeme für die Bestimmung von chemischen und physikalischen Parametern in Labor- und Prozessanwendungen

Die NIR (Nah-Infrarot)-Spektroskopie bietet in der Industrie und Forschung die Möglichkeit, ohne aufwendige Probenvorbereitungen schnelle, zuverlässige und zerstörungsfreie Messungen auszuführen, um Prozesse und Produkte gleichzeitig zu optimieren. Im Rahmen der Qualitätssicherung wird die Prozessanalytik dazu eingesetzt, die definierten Spezifikationen des Endproduktes während des Herstellungsprozesses zu überwachen. Die Produktfunktionalität lässt sich mit dieser Methode sowohl qualitativ als auch quantitativ bestimmen, wobei Messungen in fester und flüssiger Matrix möglich sind. Die Polytec Spektrometer mit faseroptischen Sonden erschließen durch hohe Messgeschwindigkeit und variable Probenpräsentation ein weites Anwendungsfeld vom VIS- bis in den erweiterten NIR-Messbereich.

NIR-Spektroskopie – einfach und flexibel

Der Spektralbereich der optischen Spektroskopie ist in Bild 1 (Seite 2) im Wellenlängenintervall von 200 nm bis 25 µm abgebildet. Dieser gliedert sich in die folgenden Bereiche:

- UV/VIS: 200 – 760 nm
- Nah-Infrarot: 760 – 2500 nm
- Mittleres Infrarot: 2500 nm – 25 µm

Während im UV/VIS-Bereich elektronische Übergänge im Molekül erfolgen, werden im NIR-Bereich Molekülschwingungen durch die elektromagnetische Strahlung angeregt. Die Spektroskopie im

Nah-Infrarot-Bereich wird wegen der variablen Probenpräsentation und der sehr hohen Messgeschwindigkeit in vielen Gebieten der Prozessüberwachung und -steuerung eingesetzt. Die Vorteile dieser Analytikmethode sind die geringen Absorptionskoeffizienten von organischen Molekülen und die damit verbundene verhältnismäßig große Eindringtiefe in die Probe. Somit können die Proben normalerweise ohne Vorbereitung vermessen werden und man erhält Informationen bezüglich der Probenoberfläche und des Probenvolumens. Die Messung erfolgt zerstörungsfrei, d.h. die Proben werden nicht verändert und können weiterverwendet werden. Hierdurch ist eine einfache Integration in automatisierte Fertigungsprozesse gegeben, wobei die Verwendung von Glasfasern sehr flexible Messanordnungen ermöglicht.

Vorteile der NIR-Spektroskopie

- Berührungs- und zerstörungsfreies Verfahren
- Schnelle und automatisierbare Messung
- Vielfältige und flexible Prozessintegration
- Genaue und reproduzierbare Messwerte
- Keine Probenvorbereitung

Theorie der NIR-Spektroskopie

Die Wechselwirkungen der elektromagnetischen Strahlung mit der Probensubstanz lassen sich durch die folgenden Effekte beschreiben:

Polytec GmbH
Optische Messsysteme
Applikationsnote ST-01
Spektroskopie

November 2007

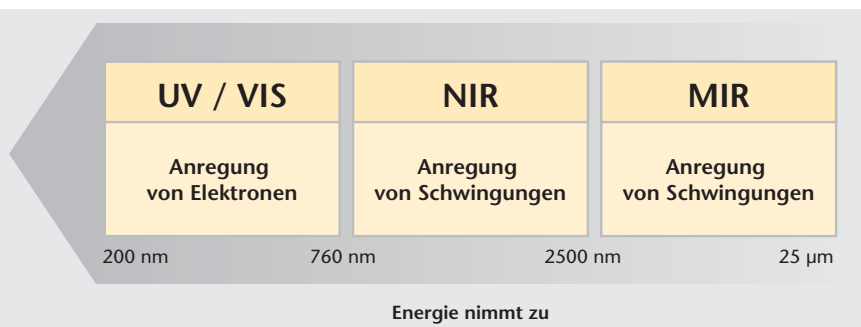


Bild 1: Bereiche der elektromagnetischen Strahlung

- Absorption/Reflexion (Bild 2a)
Aus den Absorptionsspektren lassen sich verschiedenste Inhaltsstoffe qualitativ oder quantitativ bestimmen.
- Oberflächeneffekte (Bild 2b)
Über die Auswertung von Oberflächenstreuungseffekten werden Materialeigenschaften, wie Rauigkeiten oder Korngrößen zugänglich.
- Grenzflächeneffekte (Bild 2c)
Die von Grenzflächen erzeugten Interferenzmuster in den Spektren lassen sich z. B. zur Schichtdickenbestimmung heranziehen.

Die Messungen lassen sich in Transmissions- und Reflexionsanordnungen durchführen, wobei je nach Wechselwirkungsart unterschiedliche Informationen über die Proben gewonnen werden können. Die Auswertungen der Spektren erfordern wegen der Überlagerung der oben genannten Effekte statistische Verfahren zur Datenanalyse.

Auswertungsverfahren

Unter Chemometrie versteht man die Anwendung statistischer Methoden (z. B. Hauptkomponentenanalyse, PCA; Partial Least Squares Regression, PLS) zur Gewinnung von Informationen aus chemischen oder spektroskopischen Daten. Man unterscheidet Verfahren zur qualitativen und quantitativen Multikomponentenanalyse. Eine Quantifizierung, d.h. Herstellung von Zusammenhängen zwischen dem Sensorsignal und der Konzentration, ist

trotz unspezifischer Wechselwirkungen möglich. Zur Kalibrierung des Analysensystems werden Datensätze mit bekannten Konzentrationen der interessierenden Stoffe spektroskopisch untersucht. Die Auswertung dieser Datensätze und die entsprechende Referenzanalytik bilden die Grundlage für die Methodenentwicklung. Hierbei entsteht ein chemometrisches Modell, welches Routinevorhersagen zur Überwachung und Steuerung von Prozessen ermöglicht. Die Integration in den Fertigungsprozess erfolgt in zwei Stufen (Bild 3).

Anwendungsgebiete

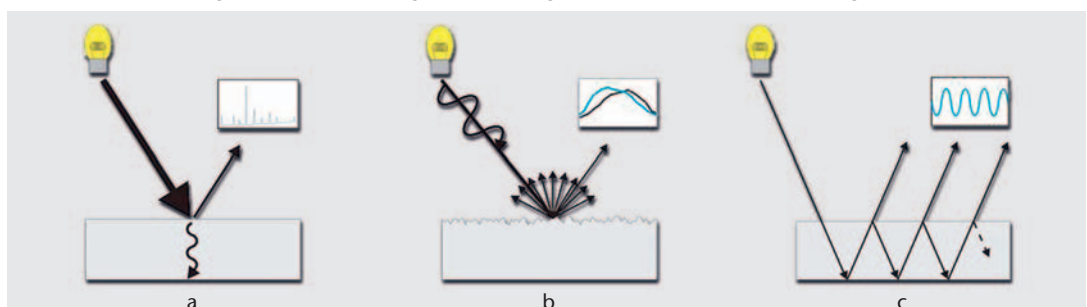
Bei der NIR-Spektroskopie werden kovalente Molekülbindungen zum Schwingen angeregt. Daher ist sie beispielsweise zur Bestimmung des Wassergehaltes landwirtschaftlicher Produkte (Nachwachsende Rohstoffe, Getreide, Milch, Mais) sehr gut geeignet. Weiterhin lassen sich organische und pharmazeutische Produkte auf Proteine (NH-Bindungen) oder den Fettgehalt (CH-Bindungen) untersuchen. In Kunststoffen können verschiedene Strukturelemente, z. B. Carboxylgruppen (COOH) erkannt werden. Aufgrund der beschriebenen Möglichkeiten findet das Verfahren in der chemischen, pharmazeutischen und lebensmitteltechnischen Industrie bei Qualitätsanalysen, sowie in der Prozesskontrolle eine breite Anwendung (mehr dazu ab Seite 3).

Polytec PSS Spektrometer und Module

Die von Polytec entwickelten PSS Polychromatoren (Bild 4) bilden das Herzstück der Polytec PSS Spektrometersysteme oder auch kundenspezifischer Systeme (OEMs). Durch die moderne Diodenzeilen-Technik ergibt sich eine sehr kompakte und durch den Verzicht auf bewegliche Teile auch sehr robuste Bauform.

Die PSS Spektrometer (Bild 5) sind wahlweise im 19"-Tischgehäuse oder als 19"-Einschub zur Integration in einen Industrieschrank erhältlich. Sie können mittels Lichtwellenleiter an unter-

Bild 2: a: Absorption/Reflexion zur Bestimmung von Konzentrationen und zur Identitätskontrolle; b: Messung von Oberflächeneffekten zur Bestimmung von Oberflächenrauigkeit oder Korngröße; c: Schichtdickenbestimmung aus Grenzflächeneffekten



schiedliche Messanordnungen angeschlossen werden, z. B. an Tauchsonden oder Durchflusszellen. Darüber hinaus unterstützen bedienerfreundliche Softwarelösungen unterschiedlichste Applikationen in Labor und Industrie. Die robuste Ausführung der PSS Systeme ermöglicht den direkten Einsatz an Produktionsanlagen und liefert zuverlässige Ergebnisse in Echtzeit. Ergänzend dazu besteht über optische Multiplexer die Möglichkeit, mehrere Messstellen von einem Spektrometer aus anzusteuern.

Applikationsbeispiele

Die vielfältigen Anwendungsmöglichkeiten der NIR-Spektroskopie zur Prozesskontrolle und Laboranalytik werden nachfolgend an einigen ausgewählten Beispielen vorgestellt.

Steuerung von Biogasanlagen

Biogasanlagen werden aufgrund fehlender Messtechnik überwiegend im Unterlastbetrieb gefahren, um Instabilitäten und im Extremfall ein Kippen des Fermentationsprozesses zu verhindern. Hieraus resultieren reduzierte Energieausbeuten und damit finanzielle Defizite. Der effiziente Betrieb der Biogasanlagen erfordert verlässliche und präzise Messtechnik. Eine automatisierte Prozessüberwachung ist daher sehr wünschenswert. Mit NIR-Sonden können verschiedene Prozessparameter direkt im Reaktor quantifiziert und zur Prozesssteuerung eingesetzt werden. Exemplarisch ist die Bestimmung der Essigsäurekonzentration in Bild 6 dargestellt. Ein Überhandnehmen der Essigsäurekonzentration im Fermenter würde zur Hemmung der Biogasproduktion führen.

Überwachung der Lebensmittelqualität in der Produktion

Wasser-, Fett- oder Eiweißgehalt sind in der Nahrungsmittelproduktion kosten- und qualitätsbestimmend. Solche Parameter können mit der NIR-Technologie einfach und schnell ermittelt werden, beispielsweise in Fleischprodukten oder Fertiggerichten, und damit die entsprechenden

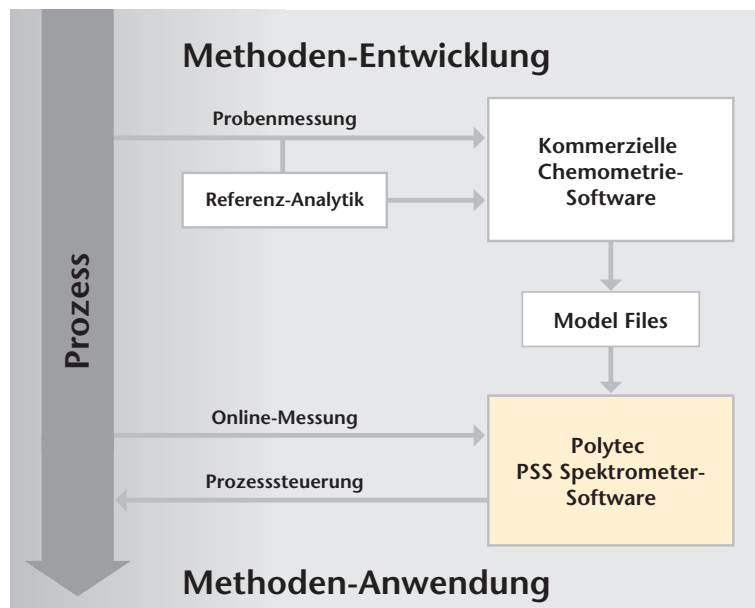


Bild 3: Prozessintegration der NIR-Technologie

Produktions- und Weiterverarbeitungsschritte gesteuert und optimiert werden. Ein Beispiel ist die Bestimmung des Alkoholgehaltes von Bier durch NIR-Spektroskopie (Bild 7).

Erkennung von Kunststoffsorten

Kunststoffe geben sehr charakteristische Spektren (Bild 8). Die Identifizierung von PE, PET, PP, PS etc. ist daher ein optimaler Anwendungsbereich für die PSS NIR-Systeme. Die hohe Messgeschwindigkeit sowie die Erkennungssicherheit ist Grundlage für den industriellen Einsatz in Sortier- und Recyclinganlagen. Bei der Produktion neuer Kunststoffe ist eine einfache und schnelle Überprüfung der Qualität, z. B. des Wassergehaltes von Polymergranulaten, mit NIR-Spektroskopie möglich.

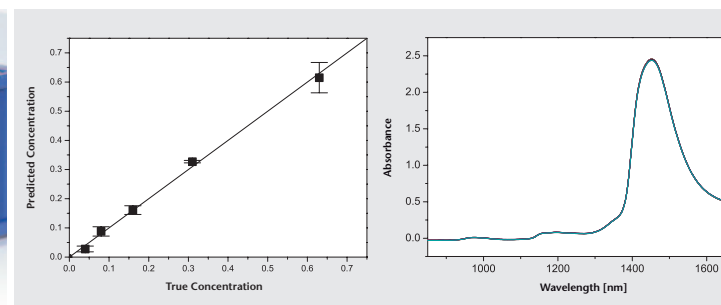
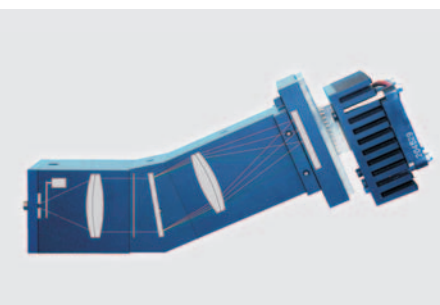
Bestimmung von Schichtdicken

Mittels NIR-Spektroskopie können aus Interferenzmustern dünner Filme berührungsfrei Schichtdicken im Bereich von 100 nm bis einige hundert μm ermittelt werden (Bild 9).

Bild 4: PSS Polychromator

Bild 5: PSS Spektrometer mit Lichtleiter

Bild 6: Überwachung von Prozessparametern bei der Biogaszeugung



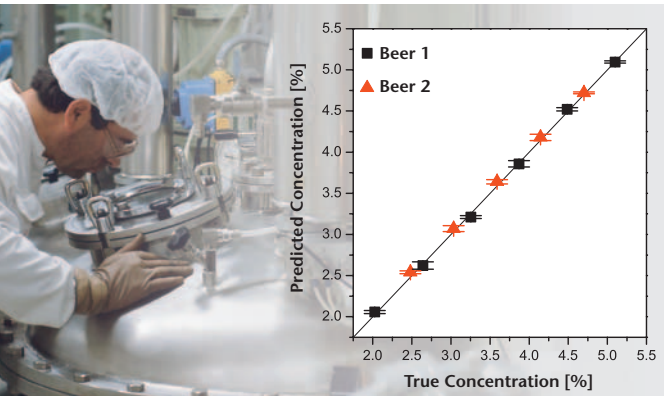


Bild 7: Überwachung des Alkoholgehalts in verschiedenen Biersorten

Dies gilt sogar für Schichten, die im sichtbaren Spektralbereich nicht transparent sind. Eine Anwendung für die Schichtdickenbestimmung nicht transparenter Stoffe ist die Prüfung von Lacken und Druckfarben.

Qualitätskontrolle von Tabletten, Kapseln und Rohstoffen

Mittels faseroptischer Sonden lassen sich pharmazeutische Präparate direkt in der Produktionsanlage sehr einfach und schnell analysieren. Durch die extrem hohe Messgeschwindigkeit kann beispielsweise jede bereits produzierte Tablette oder Kapsel auf ihren Wirkstoffgehalt hin überprüft werden (100 %-Qualitätskontrolle).

NIR – Prozess- und Multikomponentenanalyse in der Chemie

Mit speziellen Sonden, die direkt an Rohrleitungen, Reaktoren usw. angeschlossen werden, ist die Überwachung von Wasser, Alkohol, TOC etc. leicht möglich.

Die quantitative Bestimmung aller an einer Reaktion beteiligten Komponenten ist für die Überwachung und Steuerung vieler chemischer Prozesse entscheidend. Mithilfe anwendungsoptimierter

Sonden können wichtige Kenngrößen (z. B. Viskosität, Zusammensetzung, Dichte etc.) aus den NIR-Spektren in Echtzeit ermittelt werden.

Produktionskontrolle von Papier

Die NIR-Spektroskopie eignet sich hervorragend zur Online-Feuchteüberwachung von Papierbahnen. Zusätzlich können vielseitige kundenspezifische Auftragungen oder Beschichtungen kontrolliert werden.

Zusammenfassung

Mit der NIR-Spektroskopie lassen sich sehr viele unterschiedliche Informationen und Parameter gewinnen, was eine Vielzahl von Anwendungen im Labor und in der Prozesskontrolle erlaubt. In Verbindung mit statistischen Auswerteverfahren sind qualitative und quantitative Aussagen zur Zusammensetzung von Multikomponentengemischen möglich. Durch unterschiedliche Wechselwirkungsprinzipien kann man neben der chemischen Zusammensetzung beispielsweise auch Schichtdicken oder Oberflächenbeschaffenheiten messen. Die eingehende Betrachtung der kundenspezifischen Aufgabenstellung ist die Voraussetzung für eine klare Aussage über die optimale Verwendbarkeit der NIR-Spektroskopie.

www.analytic-web.com oder ST@polytec.de

Bild 8: Erkennung von Kunststoffsorten aufgrund ihrer NIR-Spektren

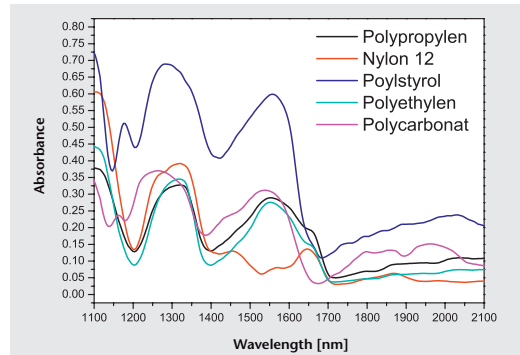


Bild 9: Interferenzmuster dünner Lackschichten (links) und Ergebnis der Schichtdickenbestimmung aus den Interferenzmustern (rechts)

