

UNTERSUCHUNGEN ZUR QUALITÄTSSICHERUNG IN DER KLEBSTOFFVERARBEITUNG MITTELS ELEKTRISCHER TOMOGRAFIEVERFAHREN

Vom Fachbereich für Produktionstechnik
der
Universität Bremen

zur Erlangung des Grades
Doktor der Ingenieurwissenschaften (Dr.-Ing.)
genehmigte

Dissertation

von

Sascha Torben Voß, M.Sc.

Gutachter: Prof. Dr. Bernd Mayer - Universität Bremen
Zweitgutachter: Prof. Dr. Stefan Böhm - Universität Kassel

Tag der mündlichen Prüfung: 24.08.2023

Vorwort und Danksagung

Die vorliegende Dissertation entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Fraunhofer Institut für Fertigungstechnik und angewandte Materialforschung - IFAM, Bremen.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr. Bernd Mayer, der mit seiner herausragenden Betreuung, wertvollen Anregungen und der ausgezeichneten Unterstützung maßgeblich zum Erfolg dieser Arbeit beigetragen hat. Des Weiteren danke ich Herrn Prof. Dr. Stefan Böhm für seine konstruktiven Ratschläge und die Übernahme des Zweitgutachtens.

Darüber hinaus bedanke ich mich bei Herrn Dr. Heinrich Kordy für die fachliche Unterstützung und Betreuung sowie Herrn Dr. Till Vallée, Frau Amelie Knappe und Herrn Patrick Teetz für die intensive Durchsicht dieser Arbeit.

Abschließend gilt mein großer Dank meiner Familie und meiner Partnerin Laura Sommer, ohne deren Unterstützung die Verwirklichung dieser Dissertation nicht möglich gewesen wäre.

Bremerhaven, im April 2023

Sascha Voß

Zusammenfassung - Abstract

Kurzfassung

Kleben ist ein spezieller Prozess, welcher hohe Anforderungen an die Qualitätssicherung stellt. Daher besteht eine große Nachfrage nach innovativen Verfahren zur Überwachung wichtiger qualitätsbeeinflussender Kenngrößen von Klebprozessen. Im Rahmen dieser Arbeit wird die elektrische Kapazitätstomografie (ECT) als neuartige Methode zur prozessnahen Überwachung des Mischungsverhältnisses und der Mischgüte zweikomponentiger Klebstoffe untersucht. Basis der Arbeit bildet die gezielte Anpassung einer kommerziell erhältlichen ECT an die Anforderungen von Klebprozessen. Dies beinhaltet den Schutz der Sensorik vor reaktiven Klebstoffen sowie die Entwicklung einer klebtechnisch angepassten Software zur Auswertung von ECT-Messungen. Durch die systematische Untersuchung der Permittivität von kommerziellen Klebstoffsystemen wird deren Eignung für das Messverfahren ECT nachgewiesen und eine Methodik zur Quantifizierung der Eignung entwickelt. Die klebtechnisch angepasste ECT wird abschließend im Labor und im Praxisversuch erfolgreich getestet, die Leistungsfähigkeit bewertet und Einflussgrößen auf die Leistungsfähigkeit der ECT untersucht.

Abstract

Adhesive bonding is a special process that places high demands on quality assurance. Therefore, there is a great demand for innovative methods to monitor important quality influencing parameters of bonding processes. In this work, electrical capacitance tomography (ECT) is investigated as a novel method for monitoring the mixing ratio and mixing quality of two-component adhesives. The basis of the work is the specific adaptation of a commercially available ECT to the requirements of adhesive bonding technology. This includes the protection of the sensor technology against reactive adhesives as well as the development of an adhesive-optimized software for the evaluation of ECT measurements. By systematically investigating the permittivity of commercial adhesive systems, their suitability for the ECT measurement procedure is demonstrated and a methodology for quantifying suitability is developed. Finally, the optimized ECT is successfully tested in the laboratory and in practical trials, its performance is evaluated and influencing variables on the performance of the ECT are investigated.

Inhaltsverzeichnis

Kapitel 1	Motivation	1
Kapitel 2	Stand des Wissens	3
2.1	Einführung: Qualitätssicherung in der Klebtechnik	4
2.2	Allgemeine Einführung Tomografieverfahren	7
2.3	Elektrische Kapazitätstomografie	13
2.3.1	Einführung in die elektrische Kapazitätstomografie.....	13
2.3.2	Definition und Messung von Permittivitäten	14
2.3.3	Permittivität von Mischungen	17
2.3.4	Relative Permittivität von Klebstoffen	19
2.3.5	Ablauf einer ECT-Messung	20
2.3.6	Normierungsverfahren.....	22
2.3.7	Rekonstruktionsverfahren.....	27
Kapitel 3	Zielstellung und Vorgehensweise	33
Kapitel 4	Elektrische Kapazitätstomografie im Kontext der Klebtechnik	37
4.1	Anforderungen für den Einsatz der ECT in der Klebtechnik	38
4.2	Kommerzielle ECT	39
4.3	Schutz der Sensorik	40
4.3.1	Liner	40
4.3.2	Einfluss des Liners	41
4.4	Entwicklung einer klebtechnisch orientierten Software zur Auswertung von ECT-Messungen .	45
4.4.1	Zielsetzung.....	45
4.4.2	Umsetzung und Implementierung.....	46
4.4.3	Anpassung der ECT	50
4.4.4	Test der klebtechnischen Anpassungen.....	54
4.4.5	Grenzen der Liner-Korrektur	58
4.4.6	Betrachtung der Rekonstruktionsalgorithmen.....	59
4.5	Definition ECT-Eignungsindex.....	62

Kapitel 5	Entwicklung Permittivitäts-Messgerät	65
5.1	Vorüberlegungen und Konstruktion	66
5.2	Messablauf	68
5.3	Kalibrierung und Verifikation.....	69
Kapitel 6	Experimentelle Arbeiten und Ergebnisse	73
6.1	Permittivität von Klebstoffkomponenten	74
6.2	Permittivität von gemischten Klebstoffen.....	76
6.2.1	Abhängigkeit Permittivität - Mischungsverhältnis.....	77
6.2.2	Anwendbarkeit Lichtenecker und Rother	78
6.2.3	Bestimmung des Formfaktors für die Normierung nach Maxwell-Wagner-Sillars.....	79
6.2.4	Bestimmung ECT-Eignungsindex	80
6.2.5	Einfluss der Temperatur auf die Permittivität.....	81
6.2.6	Diskussion.....	83
6.3	ECT im Labormaßstab.....	85
6.3.1	Setup	85
6.3.2	Referenzmessung am Klebstoff EPX_A2	87
6.3.3	Einfluss der Normierung.....	89
6.3.4	Einfluss der Value-Korrektur	90
6.3.5	Einfluss der Liner-Korrektur	91
6.3.6	Einfluss des Liners.....	92
6.3.7	Einfluss der Referenzen auf den gemessenen Härteranteil	94
6.3.8	Einfluss der Rekonstruktion.....	99
6.3.9	Einfluss Härtingsreaktion auf den gemessenen Harzanteil.....	102
6.3.10	Betrachtung der Mischgüte.....	103
6.3.11	Einfluss des ECT-Index auf ECT-Messungen	106
6.3.12	Diskussion.....	107
6.4	ECT im Praxistest.....	113
6.4.1	Setup	113
6.4.2	Detektion Mischungsverhältnis.....	115
6.4.3	Detektion von Mischgüte und Mischfehlern	117
6.4.4	Temperatureinfluss.....	121
6.4.5	Diskussion.....	123

Kapitel 7	Übergreifende Betrachtung und Diskussion	127
7.1	Anpassung einer kommerziellen ECT für klebtechnische Anwendungen	128
7.2	Eignung von Klebstoffen für die Inline-Mischungskontrolle mittels ECT	131
7.3	Beurteilung der Leistungsfähigkeit einer klebtechnisch angepassten ECT	135
Kapitel 8	Zusammenfassung und Ausblick	137
Literaturverzeichnis	I
Abbildungsverzeichnis	VIII
Tabellenverzeichnis	XI
Abkürzungen	XII
Formelzeichen	XIII
Publikationen	XIV
Eidesstattliche Erklärung	XV

Kapitel 1

Motivation

„ Die höchsten Türme fangen beim Fundament an. “

(Thomas Alva Edison)

Kleben - als innovatives Fügeverfahren - ist in vielen Industrien zum Standard geworden. Dennoch ist Kleben mehr als das simple Verbinden zweier Füge­teile mit Hilfe eines Klebstoffes. Es ist ein komplexer Fügeprozess mit vielen qualitätsbeeinflussenden Einflussgrößen und damit vielen potentiellen Fehlerquellen. Eine qualitativ hochwertige Klebung setzt die Einhaltung definierter Randbedingungen voraus. Beispielhaft seien hier eine adäquate Vorbereitung der Füge­teile und die Einhaltung definierter Prozessbedingungen genannt. Abweichungen von diesen Randbedingungen können zu fehlerhaften Klebungen und immensen Schäden führen. Eine Hauptursache für fehlerhafte Klebungen stellen Anwendungsfehler dar. Insbesondere die Verarbeitung zweikomponentiger Klebstoffe stellt aufgrund der zusätzlichen Prozessschritte „Dosieren“ und „Mischen“ erhöhte Anforderungen an den Klebprozess und das klebtechnische Personal. Die Einhaltung des klebstoffspezifischen Mischungsverhältnisses und eine homogene, blasenfreie Durchmischung bilden die Basis für eine qualitativ hochwertige Klebung. Um die Qualität von Klebungen konstant gewährleisten zu können, wird an passenden Qualitätssicherungskonzepten gearbeitet. Eine lückenlose Überwachung und Dokumentation prozessrelevanter klebtechnischer Parameter, zu denen das Mischungsverhältnis und die Homogenität des gemischten Klebstoffes zählen, ist hierbei fundamental. Stand der Technik zur Überwachung des Mischungsverhältnisses in Dosieranlagen ist die Auswertung anlagenspezifischer Kenngrößen, wie den Druckverhältnissen an verschiedenen Positionen des Dosierstranges und die Überwachung charakteristischer Pumpenparameter (Drehzahl / Kolbenposition). Alternativ erfolgt der Einbau von Messzellen zur getrennten Detektion der Volumenströme von Harz und Härter. Diese Verfahren haben unter anderem den Nachteil, dass das Mischungsverhältnis nur indirekt ermittelt werden kann. Zudem sind Fehler in der Durchmischung (Abweichungen der Mischungsgüte) und der Eintrag von Gasblasen nicht detektierbar. Derzeit gibt es keine direkte Methode zur kontinuierlichen Überwachung des Mischungsverhältnisses und der Homogenität des Klebstoffes während des Dosierprozesses.

Im Rahmen der vorliegenden Dissertation wird als Lösungsansatz die elektrische Kapazitätstomografie (ECT) betrachtet. Die ECT ermöglicht im Allgemeinen die Detektion räumlicher Materialverteilungen mit Hilfe kapazitiver Messungen. Aus der gemessenen Materialverteilung lässt sich im Anschluss das vorliegende Mischungsverhältnis ableiten. Obwohl die ECT vor über 50 Jahren entwickelt wurde und in einigen Industrien (Lebensmittel- und Getränkeindustrie) eingesetzt wird, ist diese Technologie für die Klebtechnik gänzlich neu. Das Ziel dieser Arbeit ist es, die Grundlagen für den Einsatz der ECT in der Klebtechnik zu schaffen. Dies beinhaltet zum einen die Definition von Anforderungen der Klebtechnik an ein Inline-Messverfahren zur Detektion des Mischungsverhältnisses und der Klebstoffhomogenität sowie die Anpassung der ECT an die Anforderungen der Klebtechnik. Zum anderen die wissenschaftliche Ermittlung von notwendigen Materialkennwerten kommerzieller Klebstoffe, die Identifikation von Einflussgrößen auf die ECT und den anwendungsnahen Test der ECT unter klebtechnischen Gesichtspunkten.

Kapitel 2

Stand des Wissens

„ The quality endures when the price is long forgotten! ”

(Sir Frederick Henry Royce, Co-founder of the Rolls Royce company)

2.1 Einführung: Qualitätssicherung in der Klebtechnik

Was ist Produktqualität? Für den Laien obliegt die Definition von guter oder schlechter Produktqualität der individuellen Beurteilung jedes Einzelnen und ist eng mit der Erfüllung bestimmter Erwartungen an ein Produkt verknüpft. Oft ist mit der Entscheidung für ein bestimmtes Produkt eine Erwartungshaltung verbunden. Crosby versuchte bereits 1980 den Qualitätsbegriff zu objektivieren und definierte Qualität als „die Erfüllung von definierten Anforderungen“ [1, S.13–20]. Eine vergleichbare Definition wurde mit der DIN ISO 9000 eingeführt, welche Qualität als „Grad, in dem ein Satz inhärenter Merkmale eines Objekts Anforderungen erfüllt“ bezeichnet [2].

Ein Produkt guter Qualität hat demnach nicht zwingend den Anspruch, die höchsten (Kunden-) Anforderungen zu erfüllen. Vielmehr zeichnet sich ein Produkt guter Qualität dadurch aus, nach der Produktion und über die gesamte Lebensdauer des Produktes stets über dieselben, vom Hersteller definierten, charakteristischen Eigenschaften zu verfügen. [3]

Analog kann der Begriff „Qualität“ im Sinne der Klebtechnik definiert werden. Eine qualitativ hochwertige Klebung verfügt stets über dieselben vorab festgelegten Eigenschaften und erreicht demnach nicht automatisch maximale Festigkeitskennwerte oder eine maximale Lebensdauer, sondern die bei der Auslegung definierte Eigenschaften. [4,5]

Eine konstante Qualität während der Herstellung zu gewährleisten, ist Aufgabe der Qualitätssicherung. Das Ziel der Qualitätssicherung ist es, die zuvor definierten Eigenschaften zu garantieren und deren Einhaltung zu überprüfen [6]. Im Kontext der Klebtechnik ist diese Anforderung an die Qualitätssicherung nicht trivial. Kleben gilt im Sinne der DIN 9001 als sogenannter "Spezieller Prozess" [7]. Dies bedeutet, dass die Qualität von Klebungen, insbesondere deren mechanischen Eigenschaften, nicht vollständig durch zerstörungsfreie Methoden geprüft werden können. Um die Qualität einer Klebung dennoch gewährleisten zu können, ist es von entscheidender Bedeutung, die gesamte Prozesskette - beginnend bei den Rohstoffen bis zum geklebten Endprodukt - zu betrachten [8,9]. Etwa 90 % der fehlerhaften Klebungen gehen auf Anwendungsfehler zurück [8]. Diese Fehler reichen von einer ungenügenden Vorbereitung der Fügeflächen bis zu einer fehlerhaften Verarbeitung des Klebstoffes.

Daher werden vermehrt technische Möglichkeiten zur automatisierten und inlinefähigen Überwachung kritischer qualitätsbeeinflussender Parameter entwickelt. Jedes dieser Systeme ist in der Lage, einen Teil der klebtechnischen Prozesskette zu überwachen. Beispielhaft seien an dieser Stelle der patentierte Aerosol Wetting Test zur Überwachung der Fügeflächen [10] oder kamerabasierte Systeme zur automatisierten Überwachung von Klebstoffraupen [11] genannt. Derzeit existiert kein gesamtheitliches System zur vollständigen Überwachung aller Einzelschritte einer klebtechnischen Prozesskette.

Diese Lücke in der Überwachung stellt insbesondere bei der Verwendung von chemisch härtenden zweikomponentigen-Klebstoffen (2K-Klebstoffen) ein erhöhtes Risiko dar. Bei der Verarbeitung von 2K-Klebstoffen ist im Vergleich zu einkomponentigen-Klebstoffen (1K-Klebstoffen) zusätzlich die konsequente Einhaltung des richtigen Mischungsverhältnisses von Harz und Härter sowie eine vollständige Durchmischung der Komponenten sicherzustellen. Die Prozessschritte „Dosieren“ und „Mischen“ stellen somit eine zusätzliche Fehlerquelle der Klebstoffverarbeitung dar. [12,13] Der Einfluss der Klebstoffhomogenität auf die Qualität einer Klebung wird durch verschiedene Studien verdeutlicht.

Meschut et al. [14] haben im Jahr 2015 den Einfluss verschiedener Prozessparameter, wie Mischtechnik und Art der Verarbeitungsanlagen, auf die Qualität von 2K-Klebstoffen beleuchtet. Als Bewertungskriterien dienten eine visuelle Inspektion der aufgetragenen Klebstoffraupen sowie Zugversuche nach DIN EN ISO 527 [15]. Es wurde festgestellt, dass zu Beginn und am Ende der Dosierung Abweichungen vom vorgegebenen Mischungsverhältnis im Bereich von 4 % bis 7 % auftreten können. Ein Einfluss auf die resultierenden Zugfestigkeiten konnte bei den in dieser Studie verwendeten Klebstoffen jedoch nicht nachgewiesen werden. Dagegen konnte Szabelski [16] erfolgreich zeigen, dass eine Erhöhung des Härtergehalts eines 2K-Epoxidharzklebstoffes um 10 % bereits zu einer signifikanten Abnahme der Zugfestigkeit um etwa 30 % führt. Darüber hinaus wurde in weiteren Studien [17–19] nachgewiesen, dass die thermo-mechanischen Eigenschaften von 2K-Klebstoffen durch das Verhältnis von Harz und Härter sowie durch die angewandten Mischbedingungen erheblich beeinflusst werden. Yorkgitis [20] hingegen nennt in seiner Studie zur Robustheit von 2K-Klebstoffen eine Abweichung vom vorgegebenen Mischungsverhältnis von $\pm 10\%$ für die in der Automobilindustrie eingesetzten Klebstoffe als tolerierbar. Im Allgemeinen ist die Robustheit von 2K-Klebstoffen gegenüber Abweichungen des Mischungsverhältnisses von verschiedenen Faktoren, wie dem Klebstofftyp, dem Vernetzungsmechanismus und der jeweiligen Formulierung abhängig.

Es existieren vereinzelte Ansätze, um das Mischungsverhältnis von 2K-Klebstoffen messtechnisch zugänglich zu machen. Stand der Technik ist die Messung der Volumenströme einzelner Klebstoffkomponenten nach den Dosierpumpen und vor dem Mischen. Einen Überblick bieten Böhm et al. sowie Dilger et al. [21,22], die im Jahr 2009 verschiedene Methoden zur Volumenstrommessung, wie volumetrische-, Coriolis- und Ultraschall-Messzellen, hinsichtlich der Messgenauigkeit verglichen haben. Gemeinsam ist allen genannten Verfahren, dass sich das Mischungsverhältnis indirekt, als Verhältnis der Volumenströme der Einzelkomponenten, erfassen lässt.

Bezmonov und Ignatov [23] verfolgen mit Hilfe von Drucksensoren ein anderes Konzept zur Steuerung der Dosierung von 2K-Klebstoffen in Dosieranlagen. Der Kern der Methode ist die Überwachung des Druckverlustes innerhalb der Anlage über die Zeit. Die Anwendbarkeit dieser Methode hängt jedoch von vielfältigen Faktoren ab. Beispielsweise seien hier verschiedene Dosierparameter und die physikalischen und chemischen Eigenschaften des Klebstoffes, wie Dichte, Temperatur und Viskosität genannt. Daher ist diese Methode für viele Polymere unpraktikabel.

Ein weiteres Verfahren ist das „Tagging“ [20]. Beim Tagging wird eine Klebstoffkomponente mit einem Marker („Tag“) versehen. Der Marker definiert, zum Beispiel, die elektromagnetischen Eigenschaften der getaggtten Klebstoffkomponente (z. B. des Harzes), welche messtechnisch erfassbar sind. Wenn das getaggte Harz mit dem ungetaggtten Härter gemischt wird, unterscheiden sich die elektromagnetischen Eigenschaften des Gemisches von denen des reinen Harzes. Diese Änderung lässt einen Rückschluss auf das vorliegende Mischungsverhältnis zu (vgl. Abbildung 1).

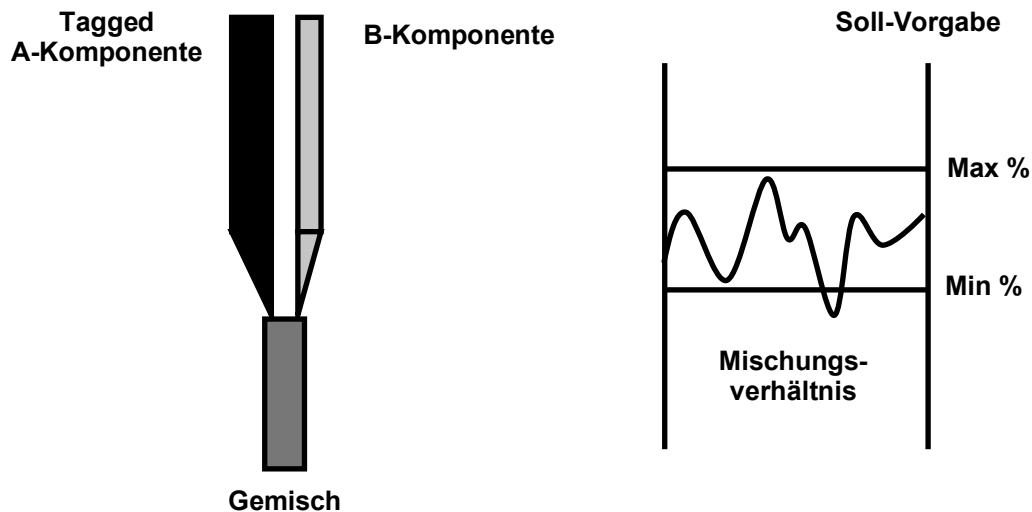


Abbildung 1 - Prinzip des Taggings nach [20]

Basierend auf den elektromagnetischen Eigenschaften von Reinstoffen und Gemischen werden in verschiedenen Industriezweigen vermehrt die nachfolgend definierten Tomografieverfahren eingesetzt, um Mischungen zu überwachen und zu charakterisieren [24]. Vergleichbare Methoden zur Überwachung der Verarbeitungsqualität von Klebstoffen sind wünschenswert, jedoch nicht Stand der Technik.

2.2 Allgemeine Einführung Tomografieverfahren

Die Welt der Tomografieverfahren ist vielfältig. Das Wort Tomografie geht auf die griechischen Begriffe „tomos“ und „graph“ zurück, was mit „Schnittbild“ übersetzt werden kann. Im Allgemeinen sind Tomografieverfahren als bildgebende, nichtinvasive Verfahren zur Analyse von Materialverteilungen zu verstehen.

Das Prinzip von Tomografieverfahren jeglicher Art besteht darin, ein zwei- oder dreidimensionales Abbild (Schnittbild oder Tomogramm) eines Objektes bzw. einer Materialverteilung, zu erzeugen. Dazu werden Messungen einer verfahrensabhängigen physikalischen Größe in verschiedenen Ebenen des zu untersuchenden Objektes durchgeführt. Diese Messungen bilden einen Datensatz, welcher ortsabhängige Informationen mit dem Messwert der physikalischen Messgröße verknüpft [25]. Aus diesem Datensatz lässt sich über verschiedene Rekonstruktionsverfahren (vgl. Kapitel 2.3.7) ein ortsaufgelöstes Tomogramm bestehend aus Pixeln (zweidimensional) oder Voxeln (dreidimensional) berechnen. Die Tomogramme werden zumeist in Form von Grauwerten oder Farbskalen dargestellt. Ein bekanntes Beispiel hochauflösender Tomografieverfahren bildet die aus der Medizintechnik bekannte Computertomografie „CT“ [26].

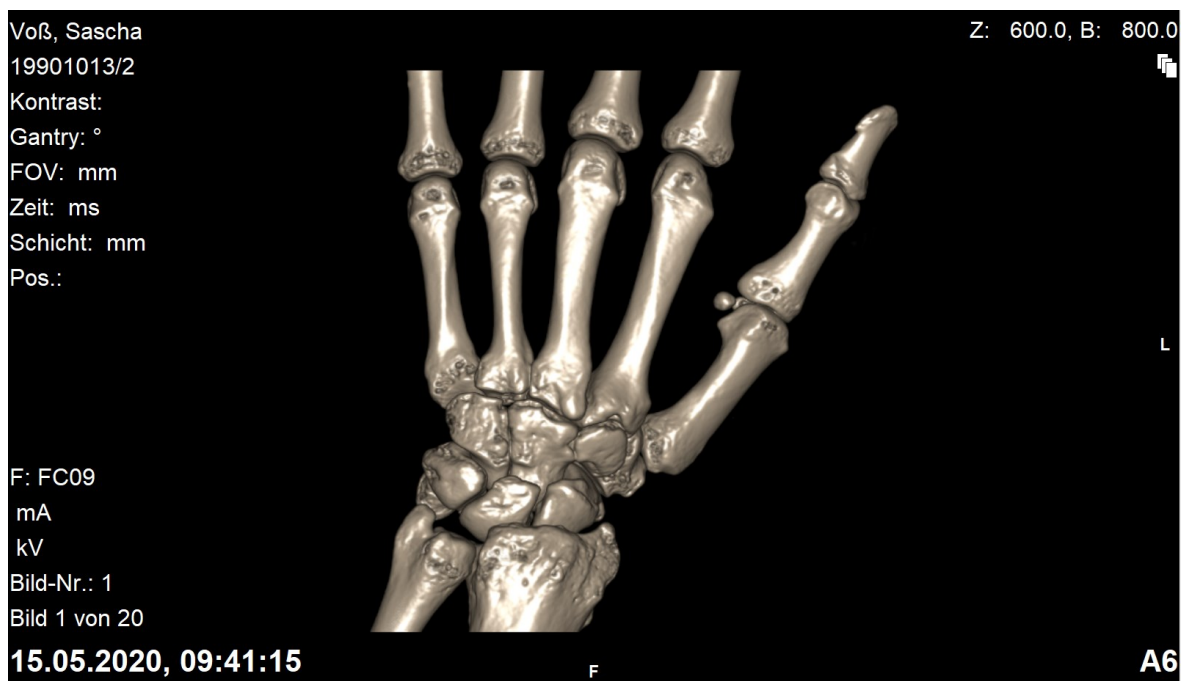


Abbildung 2 - Beispielhaftes CT-Tomogramm eines menschlichen Handgelenkes in dreidimensionaler Darstellung

Tomografieverfahren lassen sich nach ihren physikalischen Messgrößen und ihrer physikalischen Wechselwirkung einteilen. Diese Messgrößen können unter anderem optischer, elektrischer oder magnetischer Natur sein. Bei der genannten Computertomografie ist die genutzte Messgröße Röntgenstrahlung, welche den zu untersuchenden Körper durchdringt (Transmission). Einen guten Überblick bieten Reinecke et Al. [27], welche verschiedene Tomografieverfahren zusammengestellt und verglichen haben. Tabelle 1 fasst übliche Tomografieverfahren zusammen.

Tabelle 1 - Übersicht verschiedener Tomografieverfahren nach [27]

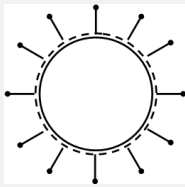
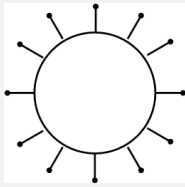
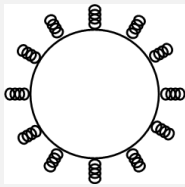
Tomografie Verfahren	Physikalische Messgröße	Wechselwirkung
Linearbeschleuniger (LINAC)	Korpuskularstrahlung [28]	Transmission
Optische Tomografie (OT)	(Licht-) Strahlung [29]	Transmission, Reflexion, Brechung, Beugung, Streuung, Emission
Computertomografie (CT)	Röntgenstrahlung [30]	Transmission
Nuclear magnetic Resonance (NMR)	Niederenergetische elektromagnetische Wellen [31]	Emission
Positron Emission Tomografie (PET)	Korpuskularstrahlung [32]	Emission
Mikrowellen Tomografie (MT)	Niederenergetische elektromagnetische Wellen [33]	Reflexion
Ultraschalltomografie (UST)	Ultraschall [34]	Transmission, Reflexion
Elektrische Tomografie (ET)	Quasistationäre elektromagnetische Felder [35]	Transmission, Emission

Viele der Tomografieverfahren, wie die Computertomografie (CT), Ultraschalltomografie (UST) oder Magnetresonanztomografie (MRT) haben ihren Ursprung und Nutzen in der Medizintechnik. Das erste leistungsfähige CT-System wurde von Godfrey Hounsfield entwickelt und 1971 im Atkinson Morley Hospital in London eingesetzt [36]. Was damals als Besonderheit galt und mit dem Nobelpreis für Medizin ausgezeichnet wurde [37], ist längst zum Standard geworden. Heute dienen Tomografieverfahren unter anderem der berührungslosen Detektion von Flüssigkeitsansammlungen, Gewebeveränderungen oder Knochenbrüchen. Im technischen Umfeld ist ein häufiger Anwendungsfall die Untersuchung von mehrphasigen Strömungen und Gemischen. Hier sind insbesondere das Mischungsverhältnis sowie der Grad der Durchmischung von unterschiedlichen Fluiden und Feststoffen von Interesse. Auch die Detektion von Durchmischungsfehlern oder Gasblasen im laufenden Prozess findet Anwendung. In diesem Bereich werden bevorzugt elektrische Tomografieverfahren genutzt [38].

Die auf der Änderung von quasistationären elektrischen Feldern basierenden Tomografieverfahren verfügen über eine hohe zeitliche Auflösung, was vornehmlich bei der Inline-Untersuchung von Materialströmen ein großer Vorteil ist [39]. Die hohe zeitliche Auflösung liegt darin begründet, dass keine mechanisch beweglichen Teile notwendig sind und die Messung elektrischer Größen mit sehr hohen Messfrequenzen und geringer Latenz möglich ist.

Elektrische Tomografieverfahren lassen sich, nach Ihrer elektrischen Messgröße, in drei unterschiedliche Systeme einteilen. Die elektrische Widerstandstomografie (ERT) nutzt die elektrische Leitfähigkeit bzw. den komplexen Wechselstromwiderstand. Das zu messende Gemisch wird in eine Anordnung von Elektroden gebracht, welche mit einem definierten Strom beaufschlagt werden und der resultierende Spannungsabfall gemessen wird. Die elektrische Kapazitätstomografie (ECT) nutzt ebenfalls eine Anordnung von Elektroden. Im Gegensatz zur Widerstandstomografie wird die elektrische Kapazität als Messgröße genutzt. Die Elektroden werden mit einer definierten Spannung beaufschlagt und der Spannungsabfall über verschiedene Elektrodenkonfigurationen gemessen. Der Spannungsabfall wird maßgeblich durch die Permittivität des Dielektrikums im Sensor bestimmt. Bei der elektromagnetischen Tomografie (EMT) wird ein monofrequenter sinusförmiger Impuls genutzt. Die physikalische Messgröße ist die Induktivität. Einen Überblick über elektrische Tomografieverfahren bietet York [40].

Tabelle 2 - Übersicht elektrischer Tomografieverfahren nach [40]

Methode	Anordnung	Messgröße	Material- eigenschaften	Typische Materialien
ECT	Kondensatorplatten 	Kapazität C	$\epsilon_r 10^0 - 10^2$ $\kappa < 10^{-1}$	Öl Deionisiertes Wasser Nichtmetallische - Pulver Polymere Brennende Gase
ERT	Elektroden- anordnung 	Impedanz R(Z)	$\epsilon_r 10^0 - 10^2$ $\kappa < 10^{-1} - 10^7 \text{ S/m}$	(Salz-) Wasser Geologische Materialien Halbleiter
EMT	Spulenanordnung 	Selbstinduktion (L/M)	$\sigma < 10^2 - 10^7 \text{ S/m}$ $\kappa > 10^0 - 10^4$	Metalle Mineralien Magnetische Materialien Ionisiertes Wasser

Aktuelle Anwendungsbeispiele elektrischer Tomografieverfahren finden sich in der Getränkeindustrie. Hier wird die elektrische Widerstandstomografie eingesetzt, um das Mischungsverhältnis und den Grad der Durchmischung von Getränkesirup und Wasser in Echtzeit zu überwachen. Der elektrische Widerstand des Gemisches wird inline über sechzehn kreisförmig angeordnete Elektroden gemessen und in situ ausgewertet. Lokale Änderungen des elektrischen Widerstandes werden im Tomogramm sichtbar gemacht und lassen einen Rückschluss auf die (lokale) Sirup-Konzentration und das Mischungsverhältnis zu. Abbildung 3 zeigt das Prinzip im Laboraufbau. [41]

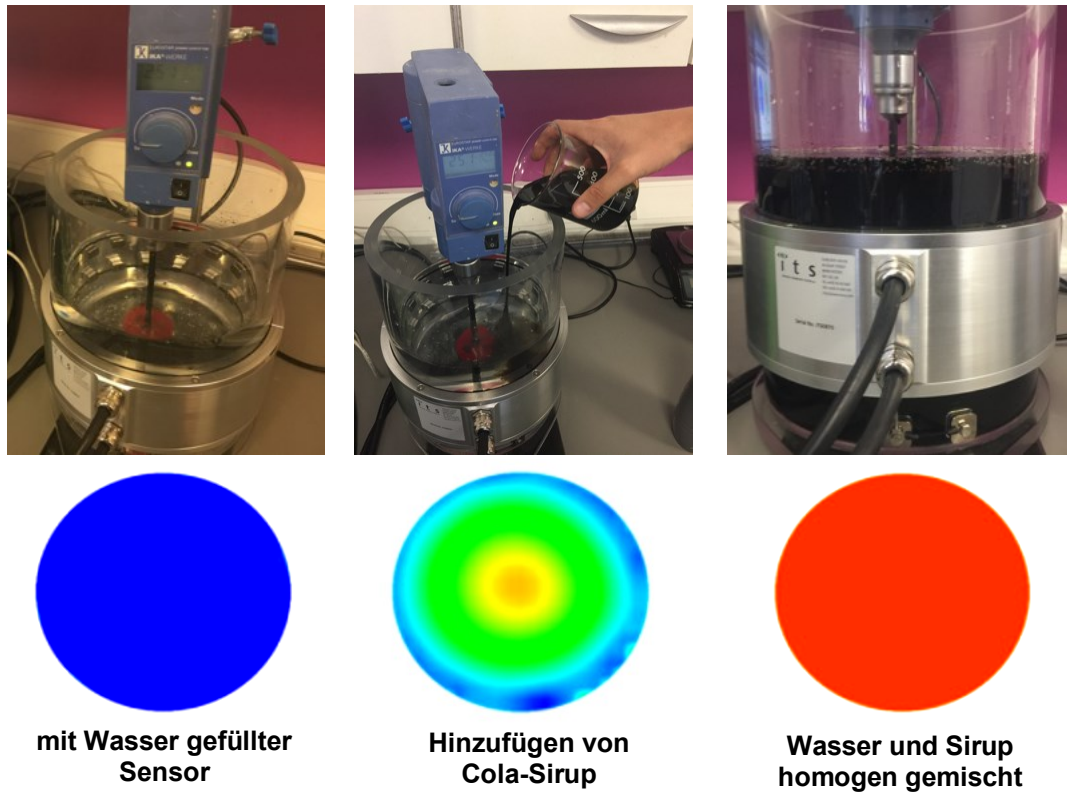


Abbildung 3 - Anwendung der elektrischen Widerstandstomografie am Beispiel der Getränkeindustrie nach [41]

Die Auswahl eines geeigneten Tomografieverfahrens hängt stark vom jeweiligen Anwendungsfall, den Anforderungen an die Messfrequenz und die örtliche Auflösung sowie von verschiedenen materialspezifischen Faktoren ab [27]. Als erstes Auswahlkriterium wird die physikalische Eignung herangezogen. Das bedeutet, dass eine Änderung der zu untersuchenden Materialeigenschaft (z. B. eine Änderung des Mischungsverhältnisses zweier Stoffe) eine Änderung der physikalischen Messgröße des Tomografieverfahrens bewirken muss (vgl. Tabelle 1). Als zweites Auswahlkriterium dient die geforderte örtliche und zeitliche Auflösung. Soll etwa das Mischungsverhältnis und die Mischungsgüte eines 2K-Klebstoffes inline untersucht werden, dann ist ein Verfahren hoher zeitlicher Auflösung gefragt (elektrische Tomografieverfahren). Sollen feine Strukturen untersucht werden, beispielsweise Knochenbrüche im Bereich der Medizin, wird ein Verfahren mit hoher örtlicher Auflösung benötigt (Computer-Tomografie). Eine Einordnung erreichbarer örtlicher und zeitlicher Auflösungen der genannten Verfahren bietet die folgende Abbildung 4.

Nachgelagerte Auswahlkriterien sind unter anderem Kosten, Gefährdungspotential (beispielsweise durch Röntgenstrahlung) sowie der benötigte Bauraum und geometrische Anordnung der Sensorik.

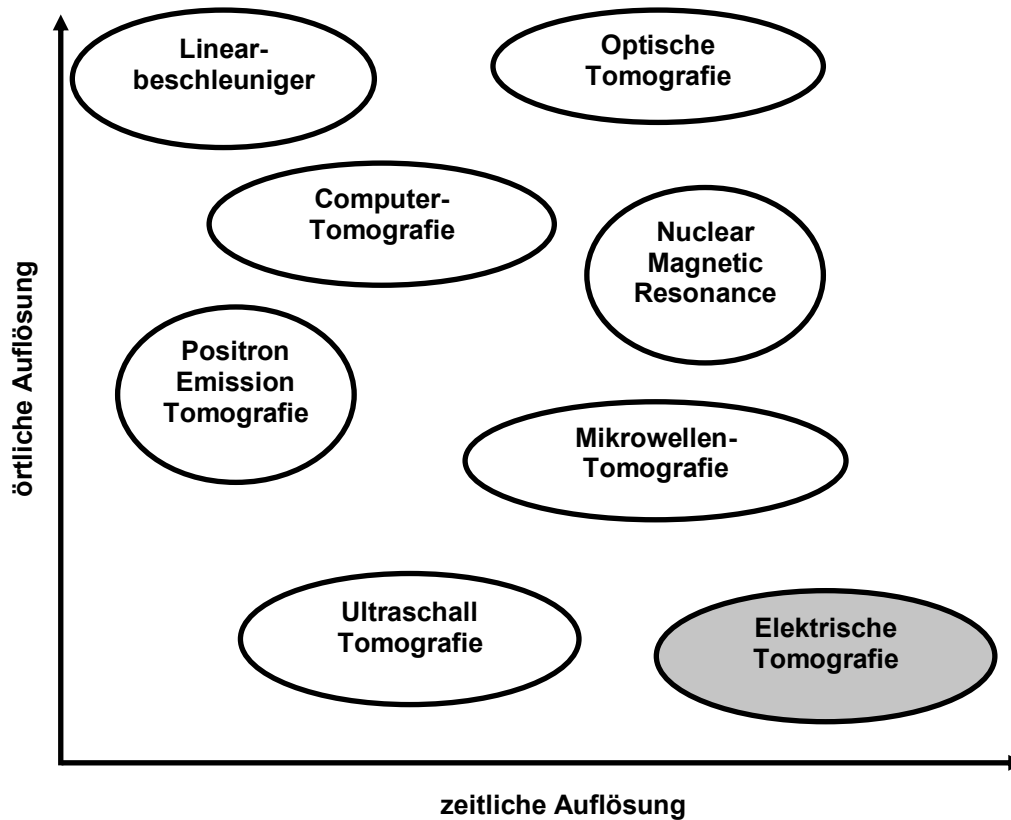


Abbildung 4 - Vergleich der zeitlichen und örtlichen Auflösung verschiedener Tomografieverfahren nach Reinecke [27]

Für den Anwendungsfall der Inline-Mischungsanalyse von 2K-Klebstoffen bietet sich aufgrund der hohen zeitlichen Auflösung von bis zu 20 ms pro Messung, der kontaktlosen Messmethode und der geometrischen Anordnung der Sensorik, welche die Konstruktion eines kontinuierlich durchströmten Sensors ermöglicht, die elektrische Kapazitätstomografie an. Der Nachteil der ECT liegt in der geringen örtlichen Auflösung.

2.3 Elektrische Kapazitätstomografie

2.3.1 Einführung in die elektrische Kapazitätstomografie

Die Kapazitätstomografie gehört zur Gruppe der elektrischen Tomografieverfahren. Forschungsarbeiten zum Prinzip der ECT gehen bis in die 70er-Jahre des 20. Jahrhunderts zurück. [42]. Die erste funktionstüchtige ECT wurde vom US-Department for Energy [43] entwickelt und für die Detektion von Mischungsverhältnissen in Strömungen eingesetzt. Echtzeitmessungen wurden in den 1980er-Jahren durch Weiterentwicklungen vom Department of Electrical Engineering and Electronics (UMIST) in Manchester, UK, ermöglicht [44,45].

Die ECT erlebte mit der zunehmenden Entwicklung der Computertechnologie in den 90er- und 2000er-Jahren ein Comeback. Beck et al haben den Stand der Technik der Prozesstomografie 1997 zusammengefasst [46]. Viele Arbeiten aus dieser Zeit beschäftigen sich mit der Optimierung der Verfahren, der erreichbaren Auflösungen und der Datenverarbeitung [47–49]. Derzeit existieren weltweit zwei relevante kommerzielle Unternehmen, welche EC-Tomografen herstellen und vertreiben. Beide Unternehmen sind im Vereinigten Königreich ansässig und bieten ECT-Systeme primär für den Laborbetrieb und ausgewählte industrielle Anwendungen an. [50,51]

Ein kommerzielles ECT-System besteht aus den drei Komponenten ECT-Sensor, Messelektronik und Recheneinheit mit Auswertesoftware. In der Regel ist der ECT-Sensor als Röhre ausgeführt, durch dessen Inneren das zu untersuchende Gemisch fließt. Um den Querschnitt der Röhre sind radial acht bis zwölf elektrisch isolierte Elektroden angeordnet, welche von Schirmelektroden umgeben sind [52]. Vereinzelt wird von Systemen mit sechzehn Elektroden berichtet [53]. Der von der Elektrodenanordnung umschlossene Bereich bildet das Detektionsvolumen.

Als physikalische Messgröße dient die elektrische Kapazität, welche im Wesentlichen durch die elektrische Permittivität der zu untersuchenden Materialien, im Folgenden Dielektrika genannt, beeinflusst wird. Die eigentliche Kapazitätsmessung erfolgt durch eine geeignete Messelektronik, welche die gemessenen Kapazitäten an eine Recheneinheit übergibt. Die Recheneinheit erstellt aus dem gewonnenen Datensatz über verschiedene Rekonstruktionsmethoden die eigentlichen Tomogramme. [44]

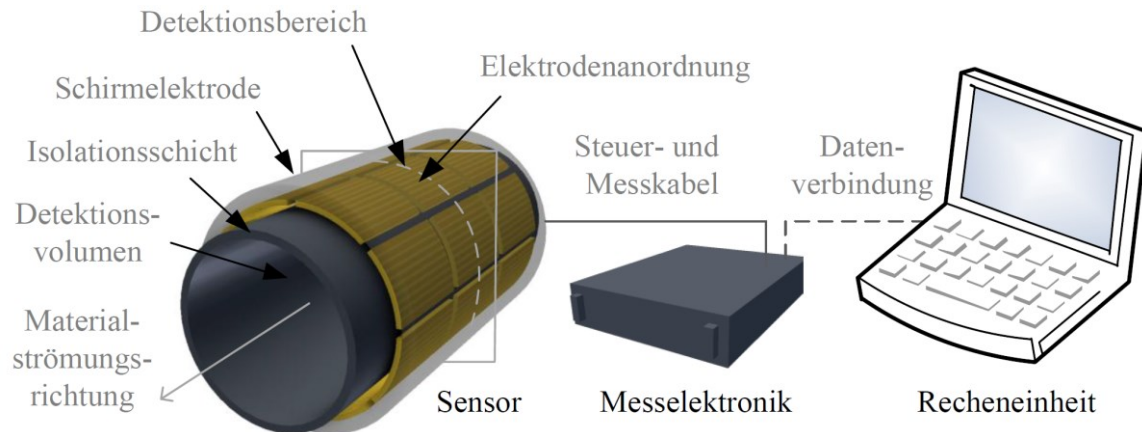


Abbildung 5 - Komponenten eines ECT - Systems [54]

Bei der Rekonstruktion sind zwei mathematisch-physikalische Probleme zu lösen, das Vorwärtsproblem und die Rückprojektion. Das Vorwärtsproblem beschreibt den Zusammenhang von einer beliebigen Permittivitätsverteilung im Sensor zu den Kapazitäten als Resultat der Messung. Dieser Zusammenhang kann empirisch oder über Simulationen bestimmt werden. Die Rückprojektion beschreibt die Umkehrung des Vorwärtsproblems, also die Rekonstruktion einer realen Permittivitätsverteilung aus Kapazitätsmesswerten. Die Rückprojektion stellt mathematisch ein unterbestimmtes Gleichungssystem dar, welches nicht eindeutig lösbar ist. Ansätze hierzu werden im Kapitel Rekonstruktionsverfahren beschrieben. (vgl. Kapitel 2.3.7)

2.3.2 Definition und Messung von Permittivitäten

Die Deutsche Kommission Energie und Elektrotechnik definiert die (absolute) Permittivität als „skalare oder tensorielle Größe, deren Produkt mit der elektrischen Feldstärke E in einem Medium gleich der elektrischen Flussdichte D ist.“ [55]. Im Allgemeinen kann die Permittivität ϵ als eine dielektrische Materialeigenschaft verstanden werden, welche die Polarisationsfähigkeit eines Materials (Dielektrikum) beschreibt.

Häufig wird die relative Permittivität ϵ_r verwendet, welche im ingenieurwissenschaftlichen Gebrauch oft mit der (absoluten) Permittivität ϵ gleichgesetzt wird. Die relative Permittivität ϵ_r leitet sich direkt aus der absoluten Permittivität ϵ eines Dielektrikums und der absoluten Permittivität des Vakuums ϵ_0 ab und ist eine dimensionslose Größe. [56]

$$\epsilon_r = \frac{\epsilon}{\epsilon_0} \text{ mit } \epsilon_0 = 8,8542 \cdot 10^{-12} \frac{\text{A s}}{\text{V m}} \quad (1)$$

Die Permittivität steht in direktem Zusammenhang mit der Kapazität C eines Kondensators und ist daher die entscheidende physikalische Größe der elektrischen Kapazitätstomografie. Die Kapazität eines Kondensators wird über den Quotienten der Ladungsmenge Q auf den Elektroden und der Potentialdifferenz U beschrieben und lässt sich auf die Permittivitätsverteilung $\varepsilon(x, y)$ zwischen den Elektroden, der Elektrodenfläche A und die Potentialverteilung auf den Elektroden $\Phi(x, y)$ zurückführen. [42]

$$C = \frac{Q}{U} = - \frac{1}{U} \iint_A \varepsilon(x, y) \nabla \Phi(x, y) dA \quad (2)$$


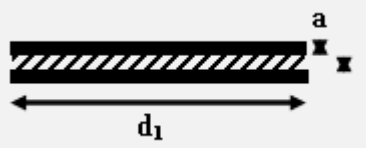
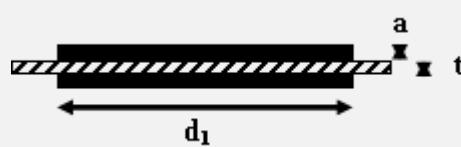
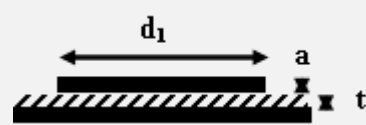
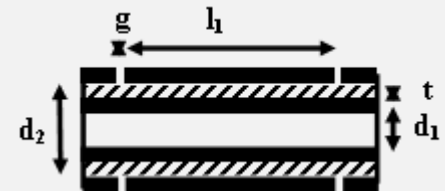
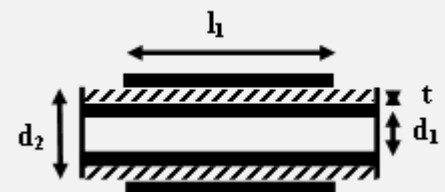
Für den Fall eines Zweiplattenkondensators mit homogener Permittivitätsverteilung kann unter Berücksichtigung der Schichtdicke d des Dielektrikums zwischen den Kondensatorplatten Gleichung (3) verwendet werden.

$$C = \varepsilon_0 \cdot \varepsilon_r \cdot \frac{A}{d} \quad (3)$$

Die relative Permittivität ist eine komplexe Größe, welche aus dem Realteil der Permittivität ε'_r , früher Dielektrizitätskonstante genannt, und dem komplexwertigen Verlustindex ε''_r besteht. Der Realteil der Permittivität wird als Speichervermögen des Dielektrikums und der Imaginärteil als Maß für den Energieverlust verstanden. Der Quotient beider Größen wird als dielektrischer Verlustfaktor $\tan \delta$ bezeichnet. Permittivität und Verlustfaktor sind, bezogen auf einen Kondensator im Wechselstromkreis, frequenzabhängig. Diese Frequenzabhängigkeit wurde bereits 1929 von Debey [57] für polare Moleküle beschrieben.

Die Permittivitäten können mit einem einfachen Aufbau bestimmt werden. Die Normen DIN EN IEC 62631-2-1 [58] und ASTM D150-98 [59] beschreiben Prüfverfahren zur Bestimmung der Permittivität und des Verlustfaktors. Die Verfahren basieren auf dem Prinzip des Zweiplattenkondensators. Es werden verschiedene Elektrodenkonfigurationen (vgl. Tabelle 3) vorgeschlagen. Häufig werden die Elektroden mit Schutzringen versehen, um unerwünschte Randeffekte des elektrischen Feldes zu eliminieren. Zur Bestimmung der Kapazität des gewählten Aufbaus können beispielsweise bekannte und kommerziell erhältliche Impedanz-Analyseverfahren oder LCR-Messgeräte ausreichender Messgenauigkeit verwendet werden.

Tabelle 3 - Übersicht verschiedener Elektrodenkonfigurationen nach ASTM D150 [59]

Elektrodentyp	Inter-Elektroden Kapazität im Vakuum [pF]
<p>Flache Elektroden mit Schirmelektrode</p>  <p>Flache Elektroden mit Schirmelektrode Durchmesser Elektrode = Durchmesser Dielektrikum</p> 	$C_V = \epsilon_0 \frac{A}{t} = 0,0088542 \frac{A}{t}$ $A = \frac{\pi}{4} (d_1 + B^A g)^2$
<p>Gleiche Elektroden, kleiner als Dielektrikum</p> 	$C_V = 0,0069541 \frac{d_1^2}{t}$
<p>Ungleiche Elektroden</p> 	<p>---</p>
<p>Zylindrische Elektroden mit Schirmelektrode</p> 	$C_V = \frac{0,055632 (l_1 + B^A g)}{\ln \frac{d_2}{d_1}}$
<p>Zylindrische Elektroden ohne Schirmelektrode</p> 	$C_V = \frac{0,055632 l_1}{\ln \frac{d_2}{d_1}}$

2.3.3 Permittivität von Mischungen

In den vergangenen Jahrzehnten sind verschiedene Theorien entstanden, welche eine allgemeine Beschreibung der Permittivität von Gemischen liefern. Einen guten Überblick lieferte Persch im Jahr 1997 [60]. Sie unterscheidet zwischen drei Arten von Modellen:

- a. Empirische Modelle, die aus der Anpassung experimentell ermittelter Metriken gewonnen werden
- b. Modelle, die sich auf zusätzliche Eigenschaften einer Mischung stützen und auf dem Debye-Modell [57] basieren
- c. Modelle, die sich auf die Materialeigenschaften der einzelnen Komponenten stützen

Insbesondere die empirischen Modelle haben keinen allgemeinen Charakter und eine auf die jeweilige Anwendung beschränkte Gültigkeit. Modelle dieser Art sind beispielsweise nur für bestimmte Stoffe, Stoffkombinationen, Randbedingungen oder Temperaturen gültig [61]. Modelle, die sich auf zusätzliche Eigenschaften einer Mischung stützen, haben den Nachteil, dass diese Kenngrößen inline messtechnisch schwer zugänglich sind. Daher sind insbesondere Modelle von besonderem Interesse, die auf messbaren Materialeigenschaften der Einzelkomponente basieren.

Bereits im Jahr 1913 beschrieb Wiener [62] ein Modell zur Berechnung der Permittivität einer Mischung aus zwei Dielektrika anhand deren Volumenanteile. Wieners Überlegungen basieren auf einem Zweiphasensystem, wobei sich unterschiedliche Volumenanteile V_A und V_B der Dielektrika zwischen den Elektroden eines Zwei-Platten-Kondensators befinden. Wiener nahm an, dass die Kapazität des Kondensators von der Verteilung der Komponenten zwischen den Kondensatorplatten abhängig ist. Sein Modell unterscheidet zwei wesentliche Arten von dielektrischen Anordnungen, die als Parallel- (4) oder Reihenschaltung (5) mehrerer Einzelkondensatoren verstanden werden können. Diese können durch die folgenden zwei Gleichungen (4) und (5) ausgedrückt werden:

$$\varepsilon_M = V_A \cdot \varepsilon_A + (1 - V_A) \cdot \varepsilon_B \quad (4)$$

$$\frac{1}{\varepsilon_M} = \frac{V_A}{\varepsilon_A} + \frac{1 - V_A}{\varepsilon_B} \quad (5)$$

Dabei sind V_A und V_B die Volumenanteile der einzelnen Dielektrika, ϵ_A und ϵ_B die zugehörigen Permittivitäten und ϵ_M die Permittivität des Gemischs. Beide Gleichungen lassen sich durch Einführung des Formkoeffizienten u in die allgemeine Wiener Gleichung überführen. Der Formkoeffizient berücksichtigt den Winkel zwischen den Schichten der beiden Dielektrika in Bezug auf das elektrische Feld. Wobei $u \rightarrow \infty$ mit der parallelen Wienergleichung (4) und $u \rightarrow 0$ mit der seriellen Wienergleichung (5) korrespondiert.

$$\epsilon_M = \frac{\epsilon_A \cdot (-\epsilon_A \cdot (V_B - 1) \cdot u + \epsilon_B \cdot V_B \cdot u + \epsilon_B)}{\epsilon_A \cdot (V_B + u) - (\epsilon_B \times V_B) + \epsilon_B} \quad (6)$$

Ein zweiter Ansatz wurde von Lichtenecker entwickelt und von Rother mathematisch begründet. Die gemeinsame Theorie von Lichtenecker und Rother (L&R) [63] wurde im Jahr 1931 vorgelegt. Die Autoren wählten einen analytischen Ansatz, um eine Gleichung zu entwickeln, welche die Beziehung zwischen den Permittivitäten ϵ_M , ϵ_A und ϵ_B sowie den Volumenanteilen der Dielektrika V_A und V_B beschreibt. Lichtenecker und Rother nahmen an, dass eine derartige Funktion basierend auf den physikalischen Zusammenhängen bestimmte Bedingungen erfüllen muss. Die Funktion muss nach Lichtenecker und Rother ...

- a. ... nach den drei Variablen ϵ_A , ϵ_B und V_A ableitbar sein.
- b. ... kontinuierlich und monoton sein.
- c. ... die Bedingungen für Linearität und Homogenität erfüllen.

Ferner führten Lichtenecker und Rother den Exponenten K ein, der mit dem Wiener'schen Formkoeffizienten vergleichbar ist:

$$\epsilon_M^K = V_A \cdot \epsilon_A^K + (1 - V_A) \cdot \epsilon_B^K \quad (7)$$

mit $K \neq 0$

Bei näherer Betrachtung zeigt sich, dass die Ansätze von Wiener und von Lichtenecker und Rother zu vergleichbaren Ergebnissen führen und ineinander überführbar sind.

2.3.4 Relative Permittivität von Klebstoffen

Wichtige Größen für die Untersuchung von 2K-Klebstoffen mittels elektrischer Kapazitätstomografie sind die Permittivitäten von Harz und Härter im unausgehärteten Zustand. Des Weiteren sind Informationen über den Zusammenhang zwischen Mischungsverhältnis und Permittivität der Mischung von Harz und Härter notwendig. Aktuelle Publikationen beziehen sich, bis auf wenige Ausnahmen, auf die dielektrischen Eigenschaften ausgehärteter Polymere [64–66].

Ausführliche Untersuchungen wurden durch Dang et al. [67] im Jahre 2012 veröffentlicht. Dang et al. beschreiben die Beeinflussung der dielektrischen Eigenschaften von Polymeren durch verschiedene keramische und elektrisch leitfähige Zusätze. So führte beispielsweise im Falle von Polymethylmethacrylat der Zusatz von 5 % Bariumtitanat zu einem signifikanten Anstieg der Permittivität im niedrigen einstelligen Bereich. Zudem konnte bei verschiedenen Polymeren ein Anstieg der Permittivität in Abhängigkeit der Temperatur beobachtet werden.

Untersuchungen, die sich auf die Beziehung zwischen der Permittivität von unausgehärtetem Klebstoff und dem Mischungsverhältnis konzentrieren, sind kaum publiziert worden. Ein wichtiger Beitrag auf diesem Gebiet wurde 1988 von Day [68] geleistet. Day untersuchte den Einfluss des stöchiometrischen Mischungsverhältnisses eines Epoxidharzklebstoffs auf das Aushärtungsverhalten sowie auf die elektrischen Eigenschaften, einschließlich der Permittivität. Day stellte einen signifikanten Einfluss des molaren Mischungsverhältnisses sowohl auf die elektrischen Eigenschaften vor als auch nach der Aushärtung fest. Er beobachtete eine nahezu lineare Abhängigkeit zwischen Mischungsverhältnis und Permittivität der Mischung.

Strohkark [69] wies im Zusammenhang mit Untersuchungen zur Mikrowellenerwärmung an gehärteten Klebstoffproben nach, dass die Permittivität von Kompositen durch Füllstoffe beeinflussbar ist. Zur Beeinflussung der Permittivität wurden Rußpartikel genutzt. Eine signifikante Änderung der Permittivität wurde ab Füllstoffgehalten $> 3\%$ erreicht. Ein wesentlicher Einfluss der Partikelgröße konnte aufgrund begrenzter Messgenauigkeiten der eingesetzten Verfahren nicht nachgewiesen werden. Zudem zeigen die Untersuchungen, dass die Permittivität von Klebstoffen mit zunehmendem Aushärtegrad sinkt.

Pethrick et al. [70] sowie McConnell und Pethrick [71] kombinierten in ihren Studien dielektrische und mechanische Messmethoden, um den Einfluss von Alterungseffekten auf mechanische und dielektrische Klebstoffeigenschaften zu beschreiben. In Bezug auf die Permittivität von ausgehärteten Klebstoffen wiesen sie nach, dass die Alterung in Wasser zu einem zeitabhängigen Anstieg der messbaren Permittivität führt.

2.3.5 Ablauf einer ECT-Messung

Eine ECT-Messung besteht im Wesentlichen aus fünf Schritten, welche nacheinander ablaufen:

1. Referenzieren (einmalig zu Beginn der Messreihe)
2. Kapazitätsmessung
3. Normierung der Kapazitäten
4. Rekonstruktion eines Tomogramms
5. Berechnung relevanter Informationen (Mischungsverhältnis, Mischgüte)

Zu Beginn einer Messreihe muss das ECT-System mit einer Zweipunkt-Kalibrierung referenziert werden. Die Referenzierung erfolgt üblicherweise mit den beiden Reinkomponenten der späteren Mischung. Es gibt auch vereinzelte Ansätze, als Referenz zwei Dielektrika bekannter Permittivität zu verwenden [72]. In beiden Fällen wird der Sensor zunächst mit dem Dielektrikum der niedrigeren Permittivität gefüllt und eine Kapazitätsmessung durchgeführt. Analog erfolgt eine Messung der Kapazitäten des Dielektrikums mit der höheren Permittivität. Diese beiden Messungen sind von entscheidender Bedeutung, da alle folgenden Messungen (der Mischung) anhand der Referenzierung auf einen Bereich zwischen 0 und 1 normiert werden. Der Wert „0“ entspricht somit dem reinen Dielektrikum niedriger Permittivität, der Wert „1“ dem reinen Dielektrikum höherer Permittivität. Alle Werte im Zahlenraum $0 \leq M \leq 1$ repräsentieren eine Mischung beider Komponenten mit variablen Anteilen.

Nach der Referenzierung erfolgt die Messung von Mischungen beider Dielektrika. Hierzu wird, wie bei der Referenzierung, eine Kapazitätsmessung an einer im Detektionsbereich befindlichen Mischung aus zwei (zuvor referenzierten) Dielektrika mit unbekanntem Mischungsverhältnis und unbekannter Mischgüte durchgeführt. Die Elektroden werden nacheinander mit einer definierten Spannung beaufschlagt und der Spannungsabfall über jede Elektrodenkonfiguration gemessen. Der Spannungsabfall korreliert mit der Kapazität der jeweiligen Elektrodenkonfiguration. Als Ergebnis liegt ein Datensatz von Kapazitäten verschiedener Elektrodenkombinationen vor. Dieser Datensatz umfasst jeweils 28 (acht-Elektroden-Sensor) bzw. 66 (zwölf-Elektroden-Sensor) unabhängige Kapazitäten und enthält sowohl ortsabhängige Informationen (Elektrodenkonfiguration) als auch Informationen über die Zusammensetzung des Gemisches (Wert der Kapazität) [73].

Anschließend werden die gemessenen Kapazitäten auf den Wertebereich $\{0 \dots 1\}$ normiert. Im einfachsten Fall erfolgt die Normierung einzig anhand der zuvor aufgenommenen Referenzen (Parallelmodell). Beim Parallelmodell wird davon ausgegangen, dass der Zusammenhang zwischen gemessener Kapazität - letztlich auch der Permittivität - und Mischungsverhältnis proportional ist.

Ist dies nicht der Fall, muss ein entsprechendes Modell, welches den Zusammenhang zwischen Mischungsverhältnis und Permittivität beschreibt, berücksichtigt werden [74]. Ausgewählte Ansätze zur Normierung werden ausführlich in Kapitel 2.3.6 erläutert.

Aus dem normierten Datensatz wird in einem weiteren Schritt ein Tomogramm rekonstruiert, welches die reale Permittivitäts-Verteilung widerspiegelt. Die Tomogramme der elektrischen Kapazitätstomografie bestehen (nach dem Stand der Technik) üblicherweise aus einem Raster von $32 \times 32 = 1024$ Pixeln. Von den 1024 zur Verfügung stehenden Pixeln, befinden sich 812 Pixel innerhalb des Detektionsvolumens und sind somit nutzbar. Bei Sensoren mit zwölf Elektroden kommen Darstellungen mit 64×64 Pixeln zur Anwendung. Jedem Pixel ist eine normierte Permittivität zugeordnet. Die normierte Permittivität ist dem Mischungsverhältnis unter Berücksichtigung der Referenzierung und Normierung gleichzusetzen. Meist werden die Tomogramme zur besseren Visualisierung in Graustufen oder über eine Farbskalierung dargestellt. [75]

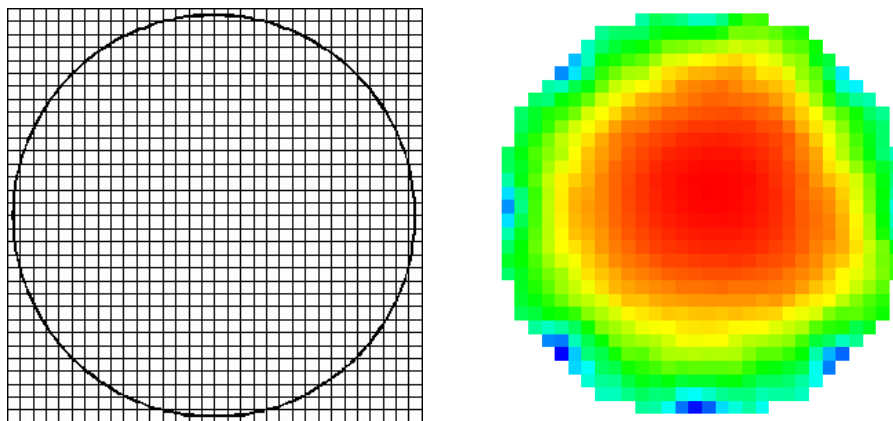


Abbildung 6 - Übliche Rasterung des Messvolumens und Tomogramm eines ECT Sensors [75]

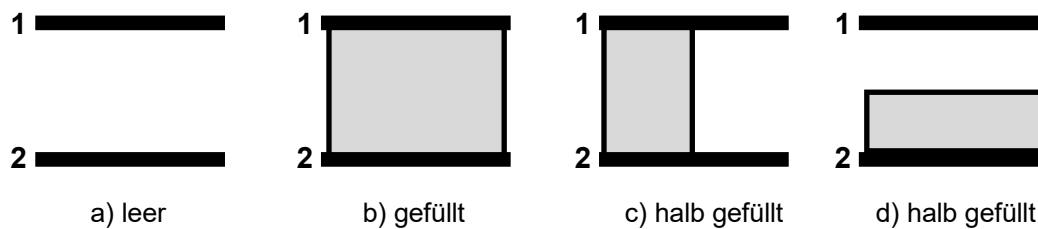
Die Rekonstruktion der Tomogramme erfolgt mathematisch über die Lösung eines nicht linearen Gleichungssystems mit 28 Variablen (Kapazitäten) und 812 Unbekannten (lokalen Mischungsverhältnissen / Permittivitäten) dar. In der Literatur sind unter dem Begriff Rekonstruktionsverfahren diverse Ansätze zu finden, welche sich mit der Tomogramm-Erstellung und Optimierung beschäftigen [76–78]. Ausgewählte Ansätze werden im folgenden Kapitel 2.3.7 dargestellt.

Den Abschluss bildet die Auswertung der Tomogramme. Der Mittelwert aller lokalen Mischungsverhältnisse ergibt das Mischungsverhältnis im Detektionsvolumen. Die Streuung der lokalen Mischungsverhältnisse ist ein Maß für die Mischgüte im Detektionsvolumen.

2.3.6 Normierungsverfahren

Das Ziel der Normierung ist es, die aufgenommenen Kapazitäten für die folgende Rekonstruktion auf den Zahlenraum $\{0-1\}$ zu normieren. Hierbei ist der Zusammenhang zwischen Permittivität und Mischungsverhältnis zu berücksichtigen [74]. Im einfachsten Fall besteht ein proportionaler, linearer Zusammenhang zwischen messbarer Kapazität und Mischungsverhältnis zweier Dielektrika. In der Praxis ist der Zusammenhang zwischen Kapazität bzw. Permittivität und Mischungsverhältnis nicht immer linear. Vielmehr hängt dieser Zusammenhang von den Eigenschaften des Dielektrikums und der Verteilung der Phasen im ECT Sensor ab [79].

Verdeutlichen lässt sich das Problem der nicht-Linearität anhand eines Gedankenspiels, welches Process Tomography Ltd. in der Veröffentlichung „Fundamentals of ECT“ dargestellt haben [80]. Wird ein Zweiplattenkondensator, der mit einer einzelnen Elektrodenkonfiguration der ECT vergleichbar ist, mit einem Gemisch zweier Dielektrika niedriger ϵ_l und hoher ϵ_h Permittivität mit den zugehörigen Volumenanteilen V_l und V_h betrachtet, so lassen sich für den Volumenanteil V_h im Kondensator drei unterschiedliche Zustände definieren.



1. Der Kondensator ist vollständig mit dem Dielektrikum der Permittivität ϵ_l gefüllt
2. Der Kondensator ist vollständig mit dem Dielektrikum der Permittivität ϵ_h gefüllt
3. Der Kondensator ist mit einer beliebigen Mischung der Anteile V_l und V_h gefüllt
 - a) Fallunterscheidung: Die zwei Phasen liegen parallel vor
 - b) Fallunterscheidung: Die zwei Phasen liegen in Serie vor

Abbildung 7 - Verschiedene Zustände eines Zweiplattenkondensators nach [81]

Die jeweiligen Kapazitäten der Kondensatoren ergeben sich nach der allgemeinen Gleichung zur Berechnung der Kapazität eines Zweiplattenkondensators nach der Gleichung (3).

Für die Fälle 1 und 2 ergeben sich - unter Annahme eines idealen Zweiplattenkondensators - somit folgende Kapazitäten:

$$1) \quad C_1 = \varepsilon_0 \varepsilon_l \cdot \frac{A}{d} \quad (8)$$

$$2) \quad C_h = \varepsilon_0 \varepsilon_h \cdot \frac{A}{d} \quad (9)$$

Im 3. Fall können die einzelnen Phasen als eine Reihen- bzw. Serienschaltung von zwei Einzelkondensatoren verstanden werden. Zur Vereinfachung wird ein Mischungsverhältnis von $V_l: V_h$ von 1:1 angenommen. Demnach ergeben sich die Kapazitäten zu:

$$3a) \quad C_{\text{eff}} = C_l + C_h \quad (10)$$

$$3b) \quad \frac{1}{C_{\text{eff}}} = \frac{1}{C_l} + \frac{1}{C_h} \rightarrow C_{\text{eff}} = \frac{C_l \cdot C_h}{C_l + C_h} \quad (11)$$

Aus den Gleichungen geht hervor, dass bei Betrachtung des Falls 3 die Anordnung der Dielektrika im Kondensator einen signifikanten Einfluss auf die gemessene Kapazität des Kondensators hat, obwohl die Mischungsverhältnisse im Detektionsvolumen identisch sind (vgl. Kapitel 2.3.3). Es ist demnach notwendig, eine fallspezifische Korrektur der Normierung vorzunehmen, um diesen Umstand zu berücksichtigen.

In der Praxis liegen, auch bei schlecht gemischten Systemen, in der Regel keine Parallel- oder Serienschaltungen vor. Vielmehr handelt es sich um ein nicht lineares Materialverhalten zwischen Permittivität und Mischungsverhältnis, welches bei der Auswertung der Ergebnisse einer ECT-Messung berücksichtigt werden muss. [79]

Normierung nach dem Parallelmodell (Standardverfahren)

Die Normierung nach dem Parallelmodell ist das Standardverfahren der Normierung. Es wird eine parallele Anordnung der Phasen eines Gemisches angenommen (vgl. Fall 3a). Die gemessenen Kapazitäten werden anhand der aufgenommenen Referenzen C_l und C_h normiert. Es ergibt sich über den kompletten Messbereich zwischen niedriger und hoher Referenz ein linearer Verlauf der Kapazitäten. [74,82]

Die Normierung erfolgt nach der Gleichung (12). C_P entspricht der nach dem Parallel-Modell normierten Kapazität, C_h und C_l den Kapazitäten der Dielektrika und C_M der gemessenen Kapazität der Mischung. Wie in Abbildung 8 zu sehen, entspricht der Wert der Kapazität C_l der normierten Kapazität 0 und der Wert der Kapazität C_h einer normierten Kapazität 1. Die normierte Kapazität C_P verhält sich proportional zur gemessenen Kapazität C_M .

$$C_P = \frac{C_M - C_l}{C_h - C_l} \text{ mit } C_l \leq C_M \leq C_h \quad (12)$$

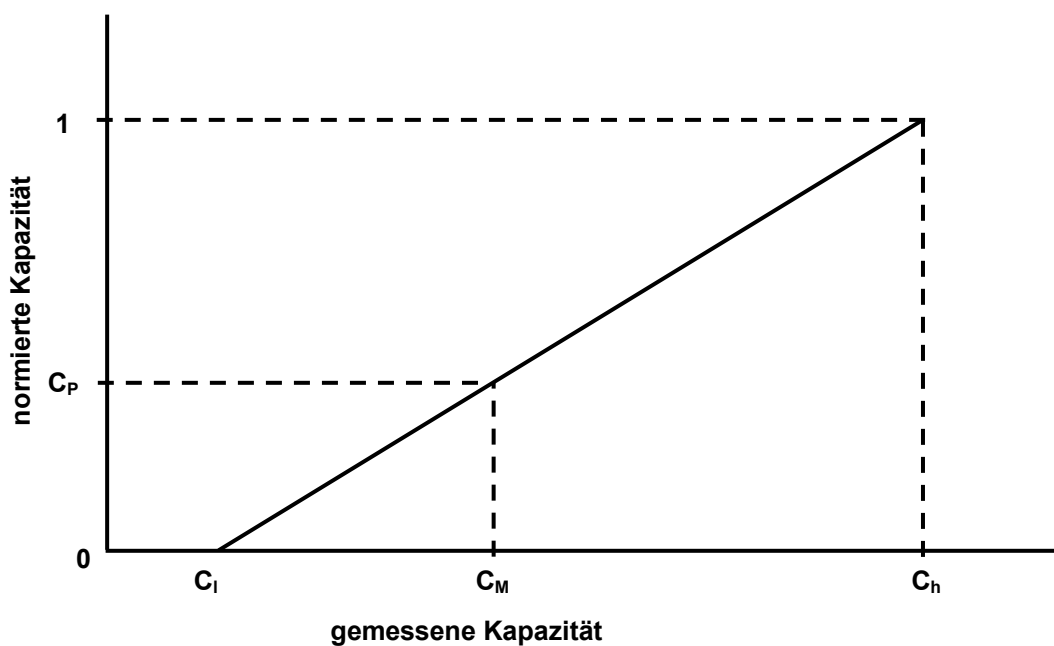


Abbildung 8 - Normierung auf Basis des Parallel-Modells nach [80]

Normierung nach dem Serienmodell

Das Serienmodell entspricht dem zuvor gezeigten Fall 3b und ist die stärkste Form der Korrektur. Im Vergleich zum zuvor gezeigten Parallelmodell ist die normierte Kapazität des Serienmodells bei ansonsten gleichen Voraussetzungen deutlich geringer. Der Zusammenhang zwischen Kapazität und normierter Kapazität wird durch Gleichung (13) beschrieben [83]. C_S entspricht der normierten Kapazität nach dem Serien-Modell, C_h und C_l den Kapazitäten der Reinstoffe und C_M der gemessenen Kapazität der Mischung.

$$C_S = \frac{\frac{1}{C_M} - \frac{1}{C_l}}{\frac{1}{C_h} - \frac{1}{C_l}} \quad (13)$$

Mit den Gleichungen (13) und (3) lässt sich die nach dem Serienmodell normierte Kapazität C_S auf die normierte gemessene Kapazität C_P (Parallelmodell) und den Quotienten der Permittivitäten der Dielektrika k zurückführen:

$$C_S = \frac{C_P \cdot K}{1 + C_P \cdot (K - 1)} \quad \text{mit } k = \frac{\epsilon_h}{\epsilon_l} \quad (14)$$

Je größer der Quotient k , desto niedriger ist die normierte Kapazität. Die Differenz der Kapazitäten der Reinkomponenten hat einen direkten Einfluss auf die Intensität der Korrektur. In Abbildung 9 sind zur Verdeutlichung die normierten Kapazitäten bei unterschiedlichen Quotienten k gegenübergestellt.

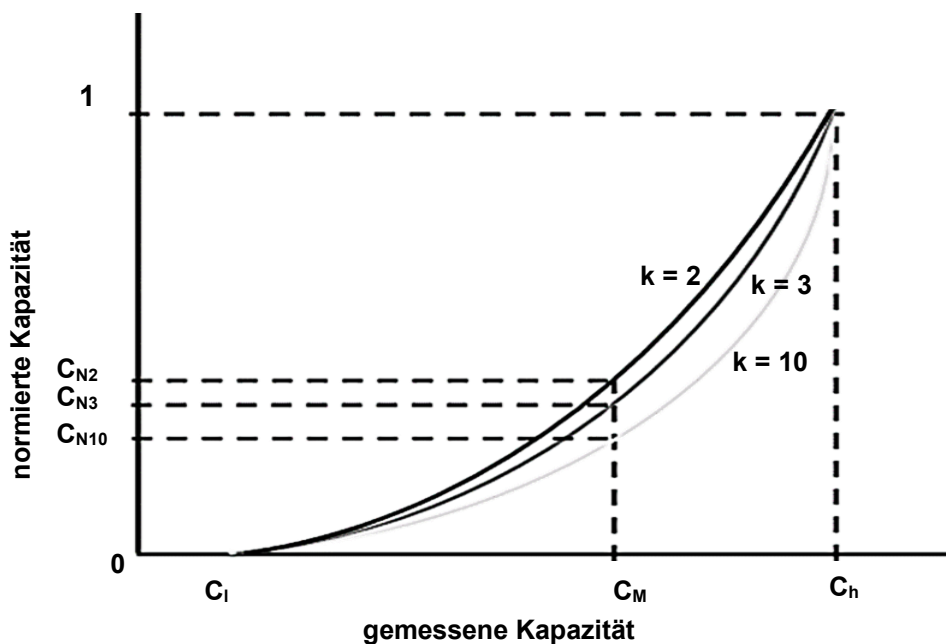


Abbildung 9 - Einfluss von k bei Verwendung des Serien-Modells nach [81]

Normierung nach dem Modell von Maxwell-Wagner-Sillars

Es existieren in der Literatur weitere Ansätze, eine Korrektur der Kapazitäten einer ECT-Messung vorzunehmen, um das Materialverhalten der untersuchten Stoffe zu beschreiben. [84]

Ein Modell basiert auf Arbeiten von Maxwell aus dem Jahr 1873 [85]. Das Modell geht auf Untersuchungen zur Permittivität eines Feststoff-Flüssigkeits-Gemisches zurück [86]. Streng genommen ist das Modell nach Maxwell nur für sphärische Partikel geringer Permittivität in einer flüssigen Phase höherer Permittivität gültig. Das Modell wurde von Sillars 1937 auf nicht runde Partikel erweitert [87]. Die Intensität der Korrektur ist zwischen dem Parallel- und dem Serienmodell einzuordnen.

$$C_{\text{Max}} = \frac{C_P \cdot (2 + k)}{3 + C_P \cdot (k - 1)} \text{ mit } k = \frac{\epsilon_h}{\epsilon_l} \quad (15)$$

Eine Erweiterung stellt das Maxwell-Wagner-Sillars Modell (MWS) dar. Forschungsarbeiten haben gezeigt, dass sowohl Parallel- als auch Serienmodell Spezialfälle des erweiterten Maxwell-Wagner-Sillars-Modells sind [80]. Die Normierung nach Maxwell-Wagner-Sillars beinhalten die Permittivität der Mischung ϵ_M , die Permittivitäten der Dielektrika ϵ_l und ϵ_h sowie den Formfaktor N.

$$\epsilon_{\text{MWS}} = \frac{(\epsilon_M - \epsilon_l) \cdot (\epsilon_h + \epsilon_l \cdot (N - 1))}{\epsilon_l \cdot N \cdot (\epsilon_h - \epsilon_l) + (\epsilon_M - \epsilon_l) \cdot (\epsilon_h - \epsilon_l)} \quad (16)$$

$$N \geq 1$$

Und bezogen auf Kapazitäten:

$$C_{\text{MWS}} = \frac{(C_M - C_l) \cdot (C_h + C_l \cdot (N - 1))}{C_l \cdot N \cdot (C_h - C_l) + (C_M - C_l) \cdot (C_h - C_l)} \quad (17)$$

$$N \geq 1$$

Der Formfaktor N , beschreibt die Form bzw. die Orientierung der Festkörperpartikel in der flüssigen Phase (vgl. Kapitel 2.3.2). Der Einfluss des Formfaktors ist in Abbildung 10 dargestellt. Für den Formfaktor $N = 1$ entspricht Gleichung (17) und damit die Korrektur dem Serienmodell nach Gleichung (14), für $N = 3$ dem Maxwell Modell (15) und für $N = \infty$ dem Parallelmodell (12).

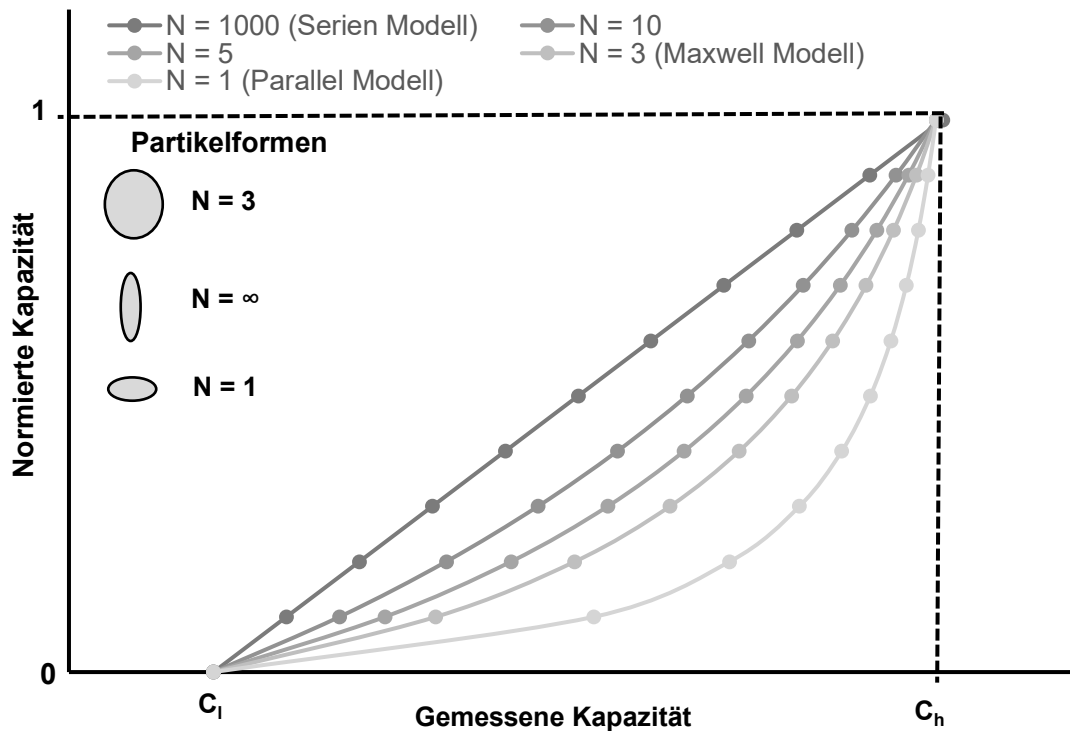


Abbildung 10 - Einfluss des Formfaktors nach Maxwell-Wagner-Sillars auf die Normierung nach [81]

2.3.7 Rekonstruktionsverfahren

Die Rekonstruktion beschreibt die Berechnung zweidimensionaler oder dreidimensionaler Darstellungen aus einem Datensatz physikalischer Messgrößen und stellt den Kern vieler Tomografieverfahren dar [88]. Alle Rekonstruktionsverfahren haben die zentrale Herausforderung, dass nur eine begrenzte Anzahl an Messwerten zur Berechnung der Pixelwerte zur Verfügung steht. Mathematisch stellt dies ein unbestimmtes Gleichungssystem dar. Zur Berechnung derartiger Gleichungssysteme gibt es diverse Ansätze und Verfahren. Die Verfahren unterscheiden sich in ihrer Rekonstruktionsgüte und Berechnungsgeschwindigkeit [89]. Insbesondere bei der elektrischen Kapazitätstomografie liegt der Vorteil in der hohen zeitlichen Auflösung bedingt durch eine schnelle Messwertaufnahme. Um die Mischungen in Echtzeit bewerten zu können, müssen die Rekonstruktionsverfahren über eine ebenso hohe zeitliche Auflösung verfügen, wie die ECT selbst.

Häufig kommen einfache, lineare Algorithmen zum Einsatz. Standardverfahren sind die lineare Rückprojektion (Linear Backprojection „LBP“), iterative Verfahren und die Tikhonov Rekonstruktion. Die Leistungsfähigkeit moderner Computer steigt stetig. Daher beschäftigen sich aktuelle Forschungsarbeiten vermehrt mit komplexen nicht linearen Verfahren, um die Rekonstruktionsgüte zu steigern. [89,90]

Lineare Rückprojektion

Die lineare Rückprojektion ist eine der ältesten Rekonstruktionsmethoden für die elektrische Kapazitätstomografie. Sie wurde bereits 1975 von Brooks und Di Chiro [88] beschrieben und im Jahr 1989 von Xie et al [91] im Kontext der ECT vorgestellt. Das Verfahren der LBP gilt immer noch als Standardverfahren der Rekonstruktion [92].

Die Herausforderung besteht darin, aus einem Datensatz mit einer begrenzten Anzahl Kapazitäten C ein Tomogramm mit der Permittivitätsverteilung G zu berechnen. Das Tomogramm spiegelt die reale Permittivitätsverteilung im Detektionsvolumen wider. Der Zusammenhang zwischen den gemessenen Kapazitäten und der Permittivitätsverteilung der Mischung ist, wie von Wiener gezeigt, nicht linear. Dennoch kann unter der Voraussetzung, dass die Permittivitätsdifferenz der Dielektrika gering ist, vereinfacht folgende Annahme werden:

$$\vec{C} = S \cdot G \quad (18)$$

\vec{C} ist ein Vektor der Dimension $n \times 1$ und enthält die gemessenen Kapazitäten. G ist die Permittivitätsverteilung im Detektionsvolumen in der Dimension $m \times 1$ und S die sogenannte Sensitivitätsmatrix in der Dimension $m \times n$. Die Sensitivitätsmatrix ist eine sensorspezifische Matrix, welche den Zusammenhang zwischen einer angenommen Permittivitätsverteilung im Sensor und resultierender Änderung der Kapazität beschreibt. Dieser Zusammenhang lässt sich über eine FEM-Analyse oder Simulationen bestimmen. Gleichung (18) ist in der Literatur unter dem Begriff Vorwärtsproblem bekannt und ermöglicht die Berechnung der zu erwartenden Kapazitäten bei bekannter Permittivitätsverteilung. Die Umkehrung (Rückprojektion) erfolgt mathematisch über die inverse Sensitivitätsmatrix S' .

$$G = S' \cdot C \quad (19)$$

Die Inverse einer Matrix lässt sich nur bestimmen, wenn die Ursprungsmatrix quadratisch ist. Dies ist der Fall, wenn die Anzahl der Pixel des Tomogramms der Anzahl von Kapazitätsmessungen entspricht. Die maximal erreichbare Auflösung liegt bei einem acht Elektroden Sensor demnach bei 28 Pixeln. Für höhere Auflösungen sind eine Vielzahl unabhängiger Messwerte - respektive mehr Elektroden - notwendig. Die maximale Anzahl der Elektroden ist durch den Bauraum um das Detektionsvolumen begrenzt.

Häufig wird als Näherung für S^{-1} die transponierte Sensitivitätsmatrix S^T verwendet. Diese Methode ist aufgrund der geringen benötigten Rechenleistung sehr schnell, führt jedoch zu einem erheblichen Rekonstruktionsfehler ($S^{-1} \neq S^T$), welcher zu Lasten der Rekonstruktionsgüte geht. Die fehlerbehaftete Rekonstruktion G^* und damit die Permittivitätsverteilung als Ergebnis der linearen Rückprojektion ergibt sich zu:

$$G^* = S^T \cdot C \quad (20)$$

Iterativer Ansatz

Zur Verbesserung der Rekonstruktionsgüte wurden auf Grundlage des LPB-Algorithmus iterative Varianten entwickelt. [93] Der iterative Algorithmus arbeitet mit einer Rückkopplung zwischen Vorwärtsproblem und Rückprojektion auf Basis der Gleichungen (18) und (19). Hierbei wird nach der Berechnung der Rekonstruktion über die transponierte Sensitivitätsmatrix S^T erneut das Vorwärtsproblem gelöst und die so berechneten Kapazitäten mit den gemessenen Kapazitäten verglichen. Auf diese Weise lässt sich ein kapazitiver Fehlervektor ΔC bestimmen. Dieser Fehlervektor wird anschließend auf vordefinierte Limits trunziert und mit einem Verstärkungsfaktor multipliziert. Unter Berücksichtigung des Fehlervektors ΔC wird durch erneute Multiplikation mit der transponierten Sensitivitätsmatrix die Differenz der berechneten Permittivitäten zu den im vorherigen Schritt bestimmten Permittivitäten ermittelt und diese korrigiert.

Diese Schritte werden beliebig oft iterativ wiederholt. Ein Nachteil des Verfahrens ist die mit zunehmender Anzahl an Iterationen abnehmende zeitliche Auflösung.

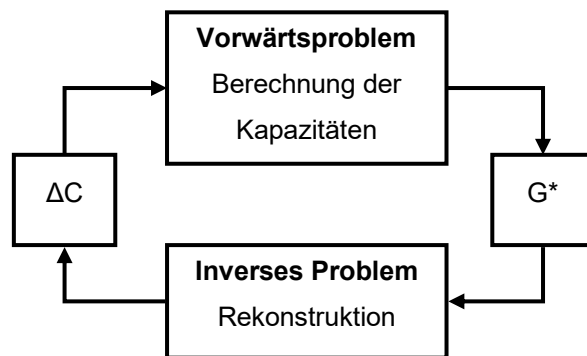


Abbildung 11 - Ablaufdiagramm des iterativen-Algorithmus

Tikhonov-Transformation

Die Tikhonov-Transformation geht auf den Mathematiker Andrey Tikhonov [94] zurück und löst das Problem der abnehmenden zeitlichen Auflösung mit zunehmender Anzahl der Iterationsschritte. Seine Überlegungen basieren auf dem Ergebnis der linearen Rückprojektion, welche sich unter Verwendung der Gleichungen (18) und (20) folgendermaßen darstellen lässt:

$$G^* = S^T \cdot S \cdot G \quad (21)$$

Unter Berücksichtigung von Gleichung (19) und nach Umstellung ergibt sich Gleichung (22):

$$G = \frac{S^T \cdot C}{S^T \cdot S} \quad (22)$$

Bei der Matrixmultiplikation von S^T und S besteht das Risiko, dass die Werte der Hauptdiagonalen geringe Werte oder den Wert 0 annehmen. Um dies zu verhindern, wurde der Tikhonov-Koeffizient t eingeführt, welcher multipliziert mit der Einheitsmatrix I zum Nenner addiert wird. Das Verfahren bietet den Vorteil, dass die Tikhonov-Matrix Q^T , welche die inverse Sensitivitätsmatrix ersetzt, einmalig zu Beginn der Messungen berechnet und gespeichert werden kann. Die erreichbaren Geschwindigkeiten der Rekonstruktion sind demnach mit der linearen Rückprojektion vergleichbar.

$$G = \frac{S^T \cdot C}{S^T \cdot S + t \cdot I} = Q^T \cdot C \quad (23)$$

Die Tikhonov-Transformation ermöglicht eine Steigerung der Rekonstruktionsgüte, da die Rückprojektion mit der optimierten Tikhonov-Matrix, statt mit der transformierten Sensitivitätsmatrix durchgeführt wird. Die erreichbaren Rekonstruktionsgüten hängen jedoch stark vom gewählten Tikhonov-Koeffizienten ab.

Ein zu klein gewählter Koeffizient führt zu unerwünschten Artefakten in der Rekonstruktion und verrauschten Tomogrammen. Für zu groß gewählte Koeffizienten ist das Ergebnis mit der LBP identisch. Übliche Werte für den Tikhonov-Koeffizienten t liegen im Bereich 0,1 bis 100. [95,96]

Weitere Verfahren

Es existiert umfangreiche Literatur zu verschiedensten Ansätzen der Rekonstruktion, um das Problem der Rückprojektion zu lösen. Eine gute Übersicht über den Stand der Technik von 2016 bieten Cui et al. [97]. Die Autoren unterscheiden zwischen indirekten Methoden, die auf Basis einer Sensitivitätsmatrix oder Jacobimatrix arbeiten (vgl. lineare Rückprojektion, iterativer Ansatz und Tikhonov-Transformation) und direkten Methoden, welche mit nicht linearen Ansätzen arbeiten. Beispielhaft seien hier der von Lanying Li et al 2014 [98] veröffentlichte Image Fusion Algorithmus oder der von Weifu Fang [99] veröffentlichte total-variation-based image reconstruction Algorithmus zu nennen. Neueste Arbeiten, wie der von Zheng et al. veröffentlichte Ansatz, basieren auf dem Einsatz neuronaler Netzwerke zur Verbesserung der Rekonstruktionsgüten [100]. Die Ansätze haben den Vorteil einer höheren Rekonstruktionsgüte, was aufgrund komplexerer Rechenmethoden häufig zu Lasten der zeitlichen Auflösung geht. Abbildung 12 fasst die Rekonstruktionsgüten und Rechenzeiten verschiedener Verfahren zusammen. Details zu einzelnen Verfahren sind in [97] zu finden.

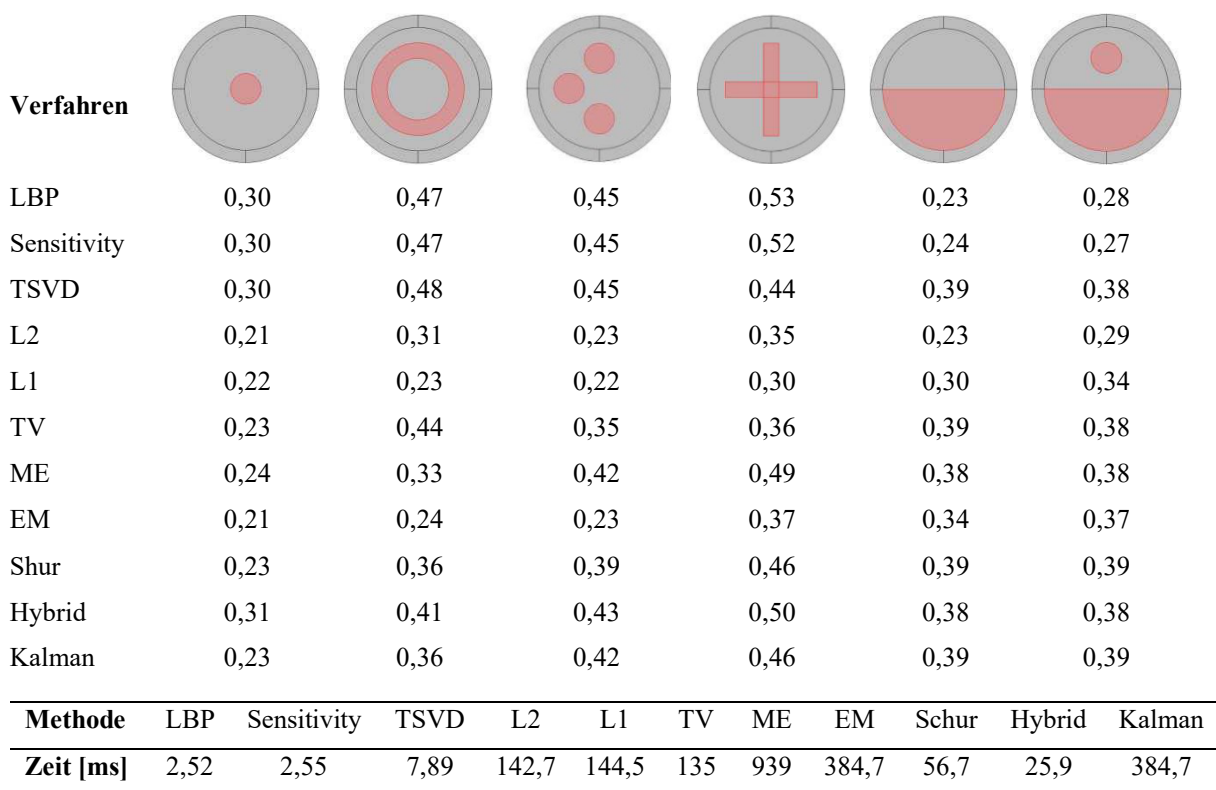


Abbildung 12 - Vergleich der Rekonstruktionsgüten und Rechenzeiten unterschiedlicher Rekonstruktionsverfahren nach [97]

Kapitel 3

Zielstellung und Vorgehensweise

„ Niemand kann einem garantieren, dass man ein Ziel in einer bestimmten Zeit erreicht, aber man wird garantiert nie ein Ziel erreichen, das man sich nie gesetzt hat.“

(David McNally, amerik. Schauspieler)

Zielstellung

Die Qualitätssicherung ist ein essenzieller Bestandteil der Klebtechnik. Umso wichtiger ist ein vollumfängliches Verständnis klebtechnischer Prozesse und eine adäquate Überwachung qualitätsbestimmender Parameter. Insbesondere bei der Verarbeitung von 2K-Klebstoffen zeigen sich jedoch Lücken im Stand der Technik. Methoden zur Überwachung des Mischungsverhältnisses und der Homogenität einer Mischung stehen nicht in ausreichendem Maße zur Verfügung. Geeignete Sensoren, die eine kontinuierliche Inline-Überwachung der Einflussfaktoren - Mischungsverhältnis, Mischgüte und Blasenfreiheit - auf die Homogenität ermöglichen, sind derzeit nicht auf dem Markt verfügbar. Gleichzeitig belegen Studien die Notwendigkeit einer Überwachung der Homogenität für ein vollumfängliches Qualitätssicherungskonzept in der Klebtechnik. Daher besteht dringender Bedarf an neuartigen Methoden, die eine effiziente und kontinuierliche Überwachung der Mischgüte von 2K-Klebstoffen während der Verarbeitung ermöglichen.

Die vorliegende Dissertation soll diese Lücke durch die wissenschaftliche Betrachtung der elektrischen Kapazitätstomografie im Kontext der Klebtechnik schließen. Die wissenschaftliche Leitfrage der Arbeit lautet:

Ist die elektrische Kapazitätstomografie geeignet, Homogenität und das Mischungsverhältnis von 2K-Klebstoffen inline in ausreichender Güte zu messen?

Aus der Leitfrage werden drei Arbeitshypothesen abgeleitet:

- a. Eine kommerziell erhältliche ECT ist für die Bestimmung des Mischungsverhältnisses und der Homogenität von 2K-Klebstoffen geeignet.
- b. Harz und Härter von 2K-Polyurethan- und 2K-Epoxidklebstoffen verfügen über eine ausreichende Permittivitätsdifferenz und sind somit für eine Überwachung mittels ECT geeignet.
- c. Die ECT ist in der Lage, das Mischungsverhältnis und die Mischungsgüte von 2K-Polyurethan- und 2K-Epoxidklebstoffen in einer ausreichenden Güte von $\pm 10\%$ messen. (üblicher Toleranzbereich im Automobilssektor [20])

Vorgehensweise

Die Arbeit gliedert sich in drei Abschnitte.

1. Analyse, Beurteilung und Anpassung eines kommerziellen ECT-Systems auf Basis der Anforderungen der Klebtechnik in Verbindung mit dem Stand der Technik
2. Entwicklung und Validierung der Eignung eines Permittivitäts-Messgerätes zur dielektrischen Charakterisierung und Bestimmung notwendiger Materialeigenschaften ausgewählter kommerziell erhältlicher Klebstoffe
3. Verifizierung der Leistungsfähigkeit der klebtechnisch angepassten ECT in Labor- und Praxisversuchen und Beurteilung von Einflussgrößen auf die ECT

In Abschnitt 1 werden die Anforderungen an ein klebtechnisches ECT-System definiert und mit der Leistungsfähigkeit eines kommerziellen ECT-Systems verglichen. Differenzen werden herausgearbeitet und dargestellt. Im Anschluss wird das ECT-System durch Methoden des Standes der Technik und darüber hinausgehende Überlegungen auf die Anforderungen der Klebtechnik angepasst. (vgl. Kapitel 1)

Im zweiten Teil der Dissertation wird die bestehende Lücke im Stand der Technik bezüglich der Permittivität ungehärteter fluider Klebstoffe geschlossen. Des Weiteren wird der Zusammenhang zwischen Mischungsverhältnis eines Klebstoffes und der Permittivität der Mischung untersucht. Zur schnellen und effizienten Bestimmung der Permittivitäten wird ein Permittivitäts-Messgerät (PMG) entwickelt. Das PMG wird mit verschiedenen Dielektrika bekannter Permittivität kalibriert und die Funktionsweise validiert. Mit Hilfe des PMG werden die Permittivitäten der Einzelkomponenten von sechzehn handelsüblichen 2K-Klebstoffen (Epoxide und Polyurethane) gemessen und die Klebstoffe dielektrisch charakterisiert. Für vier ausgewählte Klebstoffe wird der Zusammenhang zwischen Permittivität und Mischungsverhältnis untersucht und mit den aus der Literatur bekannten Theorien zur Permittivität von Mischungen abgeglichen. Zudem wird ein Konzept vorgestellt, um die Eignung von Klebstoffen für die elektrische Kapazitätstomografie mit geringem Messaufwand zu beurteilen.

Im letzten Teil der Arbeit werden in Laborversuchen mit ausgewählten Klebstoffen verschiedene Einflussfaktoren auf die Ergebnisse der ECT-Messungen untersucht. Gleichfalls werden die entwickelten Algorithmen angewandt und deren Potential bewertet. Die Erkenntnisse der Laborversuche werden anschließend in die Praxis überführt. Hierzu wurde ein Teststand entwickelt, um die ECT im praxisnahen Versuchsumfeld zu testen und zu bewerten.

Kapitel 4

Elektrische Kapazitätstomografie im Kontext der Klebtechnik

„Für so manche Schlüsseltechnologie muß der Schlüssel erst noch gefeilt werden.“

(Jürgen Köditz - Aphoristiker und Schriftsteller)

4.1 Anforderungen für den Einsatz der ECT in der Klebtechnik

Die Anforderungen an die elektrische Kapazitätstomografie für einen Einsatz in der Klebtechnik lassen sich in zwei Bereiche einteilen. Zum einen die technischen Anforderungen, welche sich aus dem Prinzip der ECT und den zugrundeliegenden physikalischen Gesetzen ergeben. Zum anderen in die Anforderungen der klebtechnischen Prozesskette und der Klebstoffe selbst. Die ermittelten Anforderungen orientieren sich an anwendungsnahen Szenarien der Klebtechnik auf Basis mehrerer Gespräche mit Produzenten klebtechnischer Anlagen sowie Anwendern. Insbesondere folgende Forderungen wurden in den Gesprächen hervorgehoben:

- a. Analyse des Mischungsverhältnisses / der Mischungshomogenität in Echtzeit
- b. Geringes Klebstoffvolumen innerhalb der Sensorik
- c. Leichte Reinigung aller klebstoffführenden Teile
- d. Einfache Bedienung

Diese Forderungen wurden mit den technisch-physikalischen Anforderungen zusammengeführt.

Daraus ergeben sich folgende Kriterien für eine klebtechnisch orientierte ECT:

- a. Keine Beeinflussung der Dosierleistung (Innendurchmesser des Sensors vergleichbar mit klebstoffführenden Leitungen in Dosieranlagen)
- b. Kompatibilität zu üblichen Dosier- und Mischsystemen
- c. Keine Beeinflussung des Klebstoffes (mechanische, physikalische oder chemische Eigenschaften)
- d. Schutz des ECT-Sensors mit geeignetem, wechselbarem Liner
 - Schutz gegenüber abrasiven Klebstoffen
 - elektrisch isolierend
 - leicht wechselbar
- e. Detektion von Abweichungen im Mischungsverhältnis besser $\pm 10\%$ (üblicher Toleranzbereich im Automobilssektor [20])
- f. Inlinefähigkeit sowie Auswertung in Echtzeit
- g. Grafische Benutzeroberfläche
- h. Integration von Standard-Algorithmen zur Optimierung der Bildverarbeitung

4.2 Kommerzielle ECT

Als Ausgangspunkt für die vorliegende Arbeit wird ein kommerziell erhältliches ECT-System der Firma Industrial Tomography Systems (ITS) verwendet. Das System besteht aus der m3c-Elektronik (Messbox) mit zugehöriger Software und einem ECT-Sensor, welcher nach den zuvor ermittelten Anforderungen ausgelegt wurde.

Die m3c-Elektronik ist das Standard-System der Firma ITS zur Aufnahme von ECT-Messwerten. Das System arbeitet mit einer konstanten Frequenz von 1 MHz bei einer sinusförmigen Wechselspannung von 18 V (Peak to Peak). Die maximal erreichbare Genauigkeit liegt laut Hersteller, je nach Messbereich, bei 0,01 pF bis 1,0 pF. Die ECT-Sensoren werden über Koaxial-Kabel mit BNC-Anschlüssen mit der m3c-Elektronik verbunden.

Das ECT-System wird mit einer zweistufigen Software betrieben. Für die eigentliche Messung und Steuerung der m3c-Elektronik wird das Programm MMTC verwendet. Die Software ermöglicht die Erstellung individueller Messprogramme, bestehend aus vorgefertigten Bausteinen. Die Daten lassen sich nach Abschluss der Messung - offline - mit der ITS-Toolsuite auswerten. Dies widerspricht der Forderung nach einem inlinefähigen System. Zudem bietet die Software lediglich eine modifizierte Normierung nach dem Parallelmodell. Daher wird im Rahmen dieser Arbeit eine eigene, inlinefähige Softwarelösung auf Basis von Matlab/Octave mit grafischer Benutzeroberfläche entwickelt.

Der eigentliche ECT-Sensor wurde individuell nach den zuvor genannten Anforderungen von der Firma ITS gefertigt. Der Sensor verfügt über einen Innendurchmesser von 14 mm bei einer Gesamtlänge von 125 mm. Der Innendurchmesser sowie die Anzahl der Elektroden sind durch den Bauraum und die Leistungsfähigkeit der m3c-Elektronik begrenzt. Je kleiner die Elektrodenfläche, desto kleiner wird die zu messende Kapazität. Der vorliegende Sensor enthält acht konzentrisch angeordnete und geschirmte Elektroden mit einer Länge von jeweils 40 mm. Somit ergibt sich ein Detektionsvolumen von ca. 6160 mm³. Der Sensor hat keinen integrierten Liner, da dieser gemäß Anforderungsliste austauschbar sein soll. Abbildung 13 zeigt eine Skizze des ECT-Sensors.

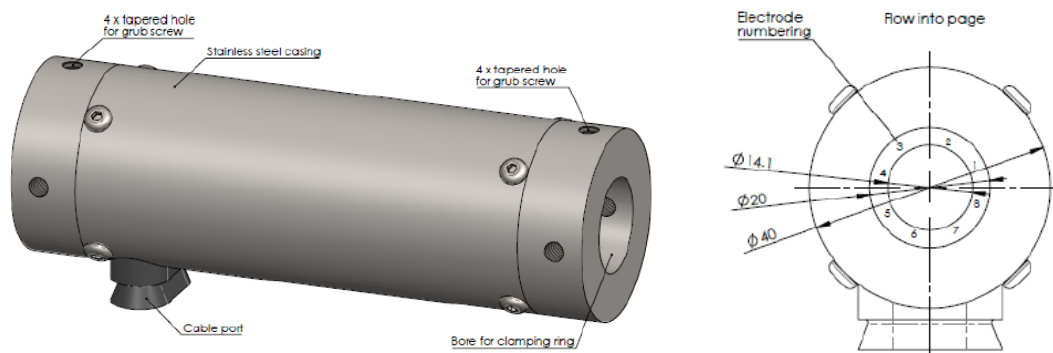


Abbildung 13 - Skizze eines ECT-Sensors ©ITS

4.3 Schutz der Sensorik

4.3.1 Liner

Der ECT-Sensor muss vor direktem Kontakt zu Klebstoffen geschützt werden, andernfalls besteht die Gefahr, dass der Sensor durch Klebstoffanhaftungen oder ausgehärteten Klebstoffen unbrauchbar werden könnte. Gleichzeitig muss die Sensorik einfach zu reinigen sein, um etwaige Anhaftungen schnell entfernen zu können. Auf Basis der Anforderungsliste wurde eine intensive Marktrecherche bei einschlägigen Lieferanten von Kunststoffprodukten durchgeführt. Als Ergebnis wurde ein Liner aus Polytetrafluorethylen (PTFE) mit einer Permittivität von 2,1 von der Firma Goodfellow gewählt. PTFE ist elektrisch isolierend, verfügt über eine geringe Haftwirkung gegenüber Klebstoffen und ist unter Wärmeeinfluss verformbar. Diese Verformbarkeit ermöglicht eine individuelle Anpassung des Liners an den Innendurchmesser des Sensors. Für nachfolgende Versuche werden zwei unterschiedliche Liner-Wandstärken betrachtet.

Liner-Variante 1 hat mit 0,07 mm eine sehr geringe Wandstärke. Der Liner liegt unbearbeitet als flacher Schlauch mit einem Durchmesser von 14 mm vor. Um Formstabilität herzustellen und den Liner auf den Innendurchmesser des Sensors anzupassen, wird dieser über einen speziell angefertigten Dorn gezogen und unter Hitze (250 °C) aufgeschrumpft. Der Durchmesser des Dornes entspricht dem Innendurchmesser des Sensors abzüglich der doppelten Liner-Wandstärke. Der Liner liegt anschließend als formstabiles Röhrchen vor. Dennoch ist dieser Liner empfindlich gegenüber mechanischer Beanspruchung und neigt zur Faltenbildung.

Die zweite Liner-Variante hat eine Wandstärke von 1,0 mm. Dadurch ist dieser Liner deutlich robuster. Es wird erwartet, dass die dickere Wandstärke einen deutlichen Einfluss auf die ECT-Messungen hat.

Abbildung 14 zeigt beide Liner-Varianten im Vergleich.

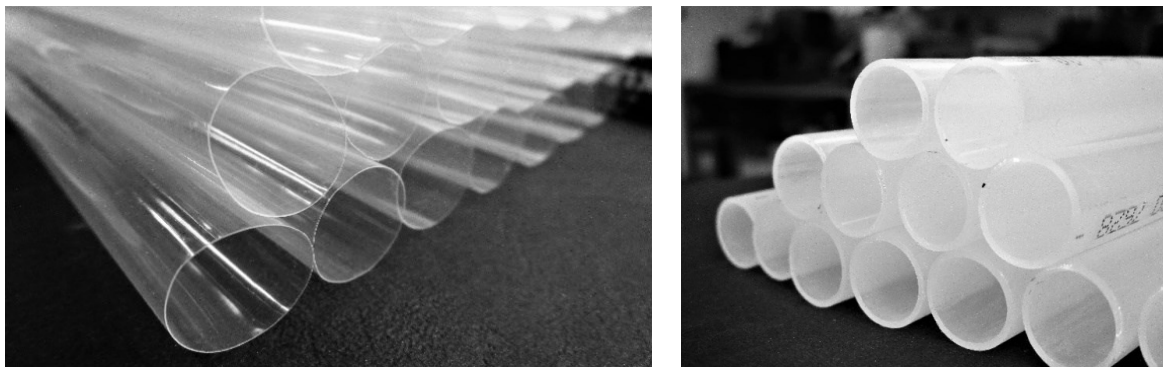


Abbildung 14 - links: Liner mit 0,07 mm Wandstärke; rechts: Liner mit 1,0 mm Wandstärke

4.3.2 Einfluss des Liners

Der Einsatz eines wechselbaren Liners bietet viele Vorteile. Bei Verschleiß oder Verschmutzung kann der Liner getauscht werden, ohne den ECT-Sensor zu beschädigen. Gleiches gilt bei einer unbeabsichtigten Aushärtung von Klebstoffen im Sensor. Der Nachteil eines austauschbaren Liners liegt darin, dass sich dieser im Detektionsvolumen des ECT-Sensors befindet und sich der Einfluss des Liners auf die Messung beim Liner-Wechsel ändert. Der Grund für den wechselnden Einfluss sind unter anderem kleine Abweichungen in den Liner-Wandstärken. Der Einfluss des Liners wurde über die nachfolgend beschriebene Versuchsanordnung untersucht. Als Dielektrika niedriger Permittivität dient Umgebungsluft mit einer Permittivität $\epsilon_l = 1$. Als Dielektrika hoher Permittivität dienen Glasstäbe unterschiedlicher Durchmesser im Bereich 3 bis 14 mm. Die Stäbe sind aus Borosilikatglas 3-3 der Firma SIMAX® gefertigt und verfügen über eine definierte Permittivität von $\epsilon_h = 4,6$. Die Borosilikat-Glasstäbe bieten den Vorteil, dass zur Beurteilung des Mischungsverhältnisses ein definiertes Verhältnis beider Dielektrika (Luft und Glas) in den Sensor eingebracht werden kann. Zudem wird aufgrund des runden Querschnitts der Stäbe eine Beurteilung der Rekonstruktionsgüte ermöglicht. Die Messungen wurden unter Berücksichtigung des Serien- und des Parallelmodells ausgewertet. Die Versuche wurden ohne Liner sowie mit den Liner-Varianten 1 (0,07 mm) und 2 (1,0 mm) durchgeführt und verglichen. Die Glasstäbe wurden mittig in den Sensor eingebracht. Tabelle 4 zeigt die für die Versuche genutzten Stabdurchmesser sowie den resultierenden Füllgrad des ECT-Sensors. Der Füllgrad berücksichtigt die Reduzierung des Detektionsvolumens durch den Liner.

Tabelle 4 - Durchmesser der Borosilikat-Glasstäbe und resultierender Glasanteil im ECT-Sensor

Durchmesser Glasstab [mm]	Füllgrad ohne Liner [%]	Füllgrad Liner 1 (0,07 mm) [%]	Füllgrad Liner 2 (1,00 mm) [%]
3,05	4.73	4.82	6.35
4,02	8.21	8.38	11.04
5,00	12.70	12.96	17.08
5,97	18.11	18.47	24.34
7,01	24.96	25.47	33.56
8,00	32.51	33.17	43.71
9,10	42.07	42.92	56.56
9,95	50.30	51.31	67.62
10,95	60.91	62.15	81.90
12,1	74.38	75.89	100.00
13,08	86.92	88.68	---
14,03	100.00	100.00	---

Abbildung 15 zeigt die Ergebnisse der Messung des Mischungsverhältnisses ohne Liner und unter Verwendung der Liner-Varianten 1 und 2. Die schwarze Linie zeigt die Soll-Vorgabe (Referenz), errechnet aus den Durchmessern der Glasstäbe und dem damit verbundenen Füllgrad des Sensors. Die roten Markierungen zeigen die unter Verwendung des Parallel-Modells ermittelten und die blauen unter Verwendung des Serien-Modells ermittelten Mischungsverhältnisse. Die Liner-Variante hat im Fall des Parallel-Modells keinen signifikanten Einfluss auf die Ermittlung des Mischungsverhältnisses. Der reale Glasanteil wird unabhängig von der Liner-Variante deutlich unterschätzt.

Unter Verwendung des Serien-Modells liegen die gemessenen Glasanteile deutlich näher an der Referenz. Ohne Liner beträgt die mittlere Abweichung 2,0 %, wobei die maximale Abweichung im Bereich niedriger Glasanteile (kleiner Glasstabdurchmesser) 3,6 % beträgt. Unter Verwendung von Liner-Variante 1 (0,07 mm) ist die mittlere Abweichung mit 1,3 % geringer. Die maximale Abweichung wurde im Gegensatz zu den Versuchen ohne Liner im Bereich höherer Glasanteile gemessen (3,8 %). Insgesamt wird unter Verwendung des dünnen Liners der Glasanteil unterschätzt. Liner-Variante 2 (1,0 mm) zeigt einen deutlichen Einfluss auf das gemessene Mischungsverhältnis. Die mittlere Abweichung beträgt 3,7 %, wobei die maximale Abweichung im Bereich höherer Glasanteile 11,0 % beträgt.

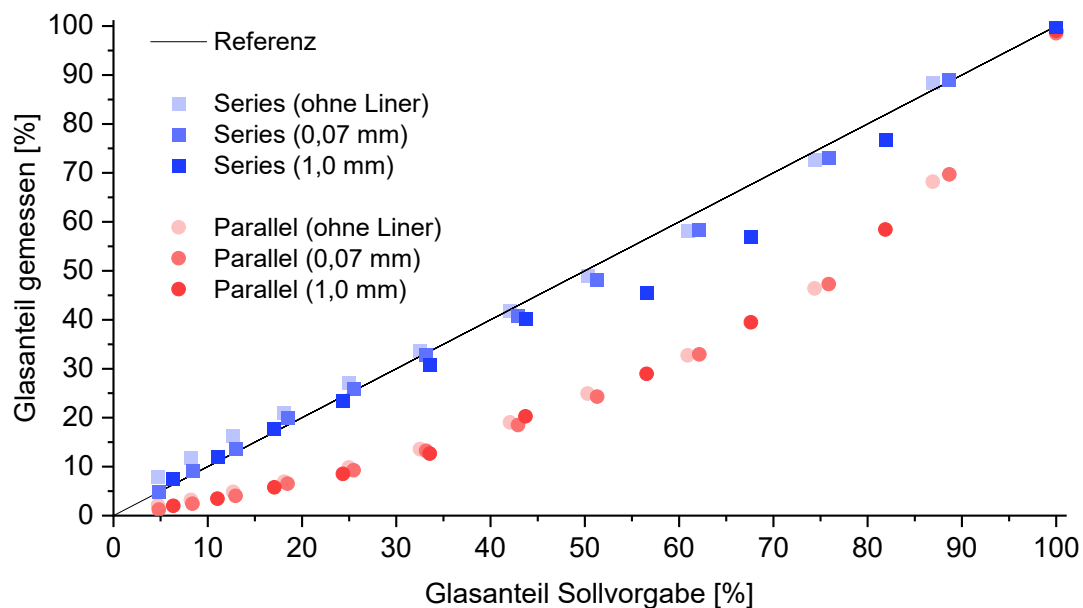
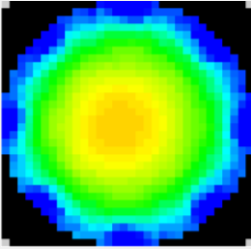
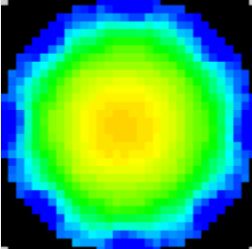
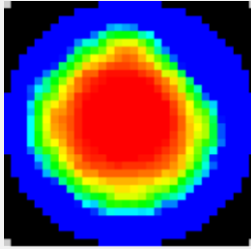
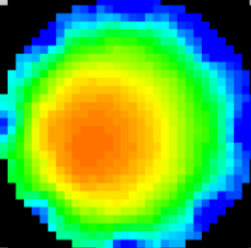
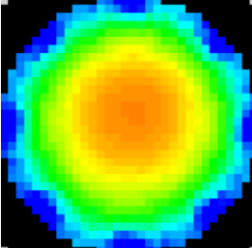
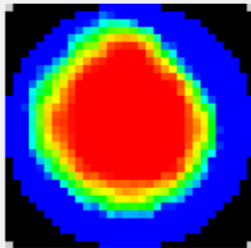
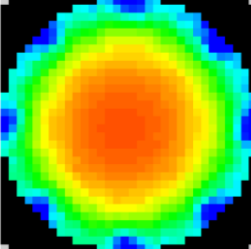
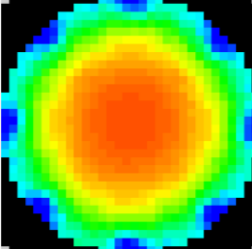
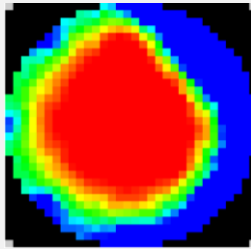
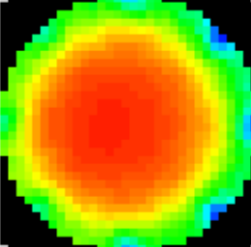
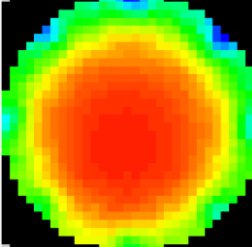
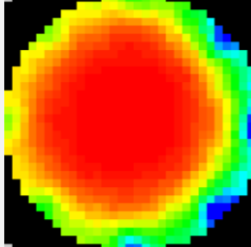





Abbildung 15 - Einfluss des Liners auf die Ermittlung des Mischungsverhältnisses

Während der Messung ist zudem ein von der Liner-Variante abhängiges Ansprechverhalten der Randelektroden zu beobachten. Mit zunehmender Liner-Wandstärke sinkt die Empfindlichkeit der Randelektroden deutlich. Die Auswertung erfolgt unter Verwendung des Serienmodells. Es ist ein deutlicher Unterschied zwischen den Tomogrammen ohne Liner und der Verwendung der Liner-Variante 2 zu erkennen.

Tabelle 5 - Einfluss der Liner-Variante auf die Tomogramme (Serien-Modell)

Füllung	Ohne Liner	Füllung	Liner Variante 1 (0,07 mm)	Füllung	Liner Variante 2 (1,0 mm)
42,1 %		42,9 %		43,7 %	
50,3 %		51,3 %		56,6 %	
60,9 %		62,2 %		67,6 %	
74,4 %		75,9 %		81,9 %	
100 %		100 %		100 %	

Aus den Tomogrammen ist zu erkennen, dass Liner-Variante 1 - vergleichbar zur Auswertung des Mischungsverhältnisses - keinen signifikanten Einfluss auf die ECT-Messung hat. In beiden Fällen liegt im mittleren Bereich des Tomogramms das höchste gemessene Mischungsverhältnis vor (gelb/roter Bereich). Das gemessene Mischungsverhältnis nimmt nach außen ab (grüner Bereich). Die Zone des abnehmenden Mischungsverhältnisses wird kleiner, je höher die Glaskonzentration im Sensor ist. Unter Verwendung von Liner-Variante 2 ist zwischen dem Bereich eines hohen Mischungsverhältnisses und dem Randbereich eine deutliche Trennung zu erkennen. Der Übergang zwischen beiden Bereichen ist im Vergleich deutlich kleiner und das Tomogramm randschärfer. Dies ist darauf zurückzuführen, dass die Empfindlichkeit von benachbarten Randelektroden durch den Liner deutlich reduziert wird. Bei Betrachtung der Rohwerte (elektrische Spannung) sowie der Differenz der Rohwerte zwischen niedriger und hoher Referenz (Messbereich) fällt auf, dass diese Differenz unter Verwendung des Liners höherer Wandstärke deutlich geringer ist (vgl. Abbildung 16). Der Liner führt zu einer Verkleinerung des Spannungsmessbereiches benachbarter Elektroden.

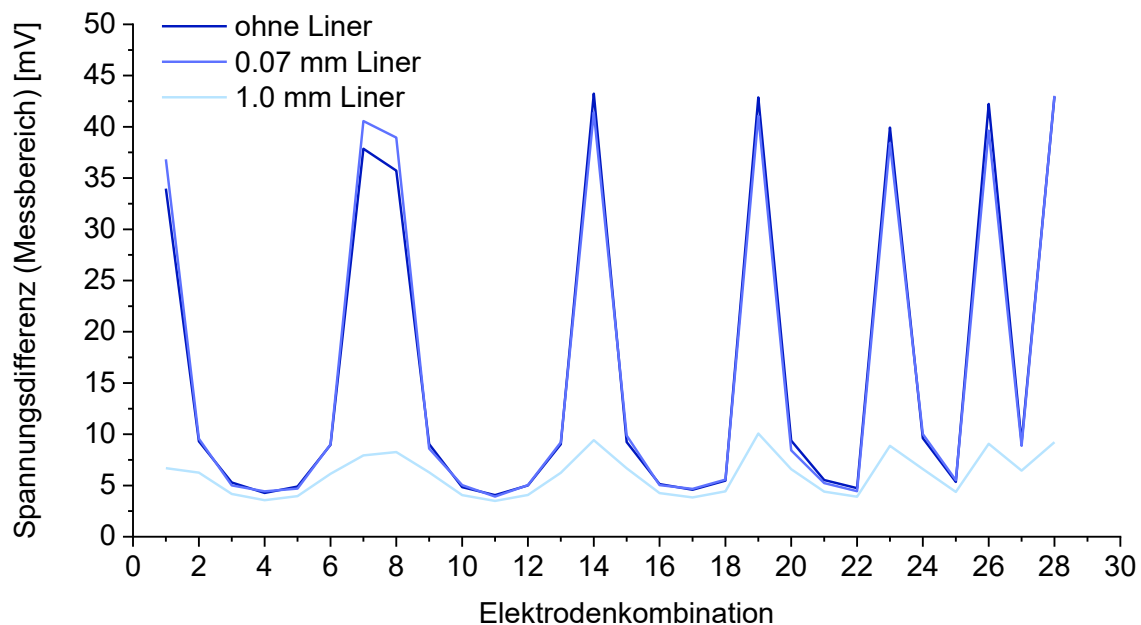


Abbildung 16 - Messbereich der ECT (absolut) in Abhängigkeit der Elektrodenkombination

Die Ergebnisse lassen den Schluss zu, dass der Einfluss des Liners von den jeweiligen Elektrodenkombinationen abhängig ist. Gegenüberliegende Elektroden werden durch den Liner wesentlich weniger beeinträchtigt als benachbarte Elektroden. Abbildung 17 zeigt den berechneten Einfluss beider Liner-Varianten in Abhängigkeit der Elektrodenkombinationen. Aus der Abbildung ist zu erkennen, dass insbesondere die Liner-Variante dickerer Wandstärke einen deutlichen Einfluss auf die Messung hat. Es werden zur Prinzip-Darstellung lineare Feldlinienverteilungen angenommen.

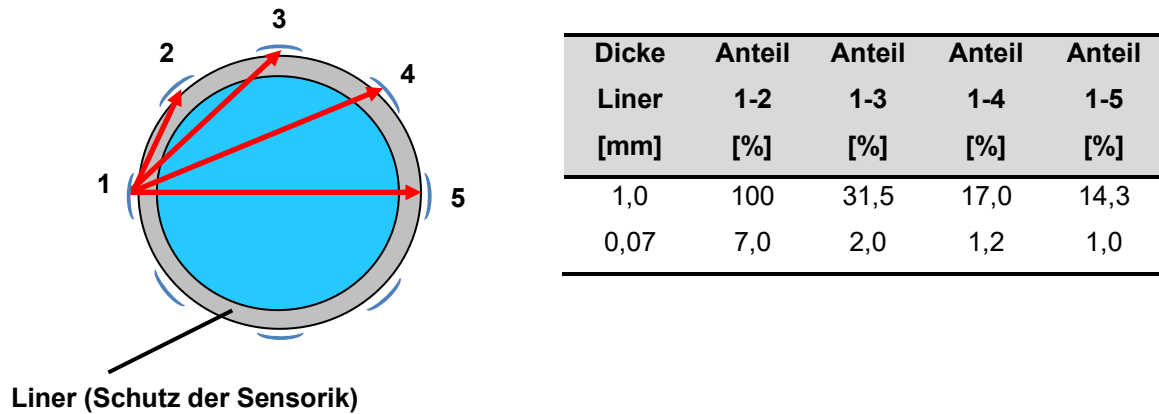


Abbildung 17 - links: Prinzip-Skizze eines ECT Sensors mit Liner; rechts Anteil des Liners am Detektionsvolumen einzelner Elektrodenkombinationen

4.4 Entwicklung einer klebtechnisch orientierten Software zur Auswertung von ECT-Messungen

4.4.1 Zielsetzung

Im Rahmen der vorliegenden Dissertation wurde eine auf die Anforderungen der Klebtechnik ausgerichtete Software zur Auswertung und Verarbeitung der ECT-Messungen entwickelt. Dieser Schritt ermöglicht die Forderung nach Inlinefähigkeit zu erfüllen sowie beliebige Auswertemethoden und Algorithmen zu integrieren. Folgende Kern-Funktionen wurden implementiert:

- a. Universelle Normierung nach Maxwell-Wagner-Sillars
- b. Drei Rekonstruktionsverfahren (Linear Backprojection, Iterativer-Ansatz, Tikhonov-Ansatz)
- c. Grafische Benutzeroberfläche (GUI)
- d. Online-Modus (Echtzeit-Auswertung)
- e. Offline-Modus
- f. Darstellung und Auswertung der Homogenität als Histogramm
- g. Speicherung von Mischungsverhältnis, Tomogrammen und Histogrammen
- h. Einlesen und Neuberechnung historischer Daten
- i. Zusatzfunktionen (Optimierungen, View-Modus)

4.4.2 Umsetzung und Implementierung

Die Software wurde in Octave geschrieben. Octave ist eine freie Software-Alternative zu Matlab und dient der numerischen Lösung verschiedener mathematischer Probleme, insbesondere Matrizenoperationen. Zudem wird die Möglichkeit der Implementierung einer grafischen Benutzeroberfläche (GUI) geboten. Bei der in dieser Arbeit durchgeführten Programmierung der grafischen Benutzeroberfläche wurde Wert auf eine einfache Bedienung gelegt. Die GUI wurde daher in fünf Bereiche gegliedert:

The screenshot shows the GUI for 'Fraunhofer IFAM - InlineDoseControl'. It is organized into five main sections, each with a green header:

- Einstellungen:** Includes fields for 'Versuchsname' (Parallel_1-00mm-liner), 'Sensitivitätsmatrix' (Sens_ITS_mod), 'Colormap' (colormap64_norm), 'Erster Frame' (1), 'Letzter Frame' (15), 'Erste Datei' (1), 'Letzte Datei' (20), and checkboxes for 'Online Mode' and 'View Mode'.
- Material- und Sensordaten:** Includes fields for 'Perm. Ref. low' (1), 'Perm. Ref. high' (4.6), 'Perm. Liner' (2.1), 'Sensordurchm.' (14), and 'Dicke Liner' (1).
- Permittivitätsmodell:** Includes a dropdown for 'Permittivitätsmodell' (Parallel) and a field for 'N =' (1.45).
- Berechnungsansätze:** Includes checkboxes for 'Modellbasierte Berechnung' (checked), 'Iterative Berechnung', 'Original ITS Berechnung', and 'Berechnung nach Tikhonov'. Below these are input fields for 'Iterationen' (100), 'Gain' (1.5), 'tmin' (-0.05), and 'tmax' (0.05). A 'Tikhonov Gain: 1.0' field with navigation arrows is also present.
- Optionen:** Includes dropdowns for 'Value Korrektur' (Aus), 'Histogramm speichern' (Mode 10), and 'Liner Korrektur' (Aus). It also has checkboxes for 'Bild speichern' (checked), 'Liner Korr. Series', and 'Voidage speichern' (checked).

At the bottom, there are two large buttons: 'Unterbrechen' and 'Berechnen'.

Abbildung 18 - GUI der entwickelten ECT-Auswertesoftware

Der Bereich „Einstellungen“ bietet die Möglichkeit grundlegende Daten, wie den Versuchsnamen, die genutzte Sensitivitätsmatrix oder die Farbgebung der Tomogramme zu hinterlegen. Des Weiteren wird für den offline Modus die Option angeboten, ausgewählte Frames oder Dateien auszuwerten. Zudem lässt sich der „view mode“ - jeder Frame wird eine Sekunde angezeigt - sowie der Online-Modus zur live-Auswertung aktivieren.

Der zweite Bereich beinhaltet die Eingabe aller benötigten Material- und Sensorkennwerte. Dies sind vornehmlich die Permittivitäten der niedrigen und hohen Referenzen, die Permittivität des Liners sowie dessen Materialstärke und den Sensordurchmesser.

Abschnitt drei bietet verschiedene Normierungsverfahren an. Als Direktauswahl sind die Normierung nach dem Parallel-, Serien- und Maxwell-Modell vorgegeben. Zudem wird die Möglichkeit einer manuellen Eingabe des Formfaktors „N“ für die Normierung nach Maxwell-Wagner-Sillars gegeben.

Das Rekonstruktionsverfahren wird in Abschnitt 4 ausgewählt. Es stehen die lineare Rückprojektion, ein iterativer-Ansatz sowie der Tikhonov-Ansatz mit den jeweils benötigten Variablen zur Verfügung. Des Weiteren wurde der von der Software des Herstellers der ECT genutzte Algorithmus hinterlegt.

Der letzte Abschnitt bietet verschiedene Ansätze der Optimierung, insbesondere die Liner-Korrektur sowie die Value-Korrektur (vgl. Anpassung der ECT 4.4.3). Zudem besteht die Möglichkeit, die Tomogramme, das Mischungsverhältnis sowie die Mischungshomogenität als Histogramm zu speichern.

Das Programm selbst ist modular nach den verschiedenen Funktionen gegliedert. Zunächst wird die GUI geladen. Nachdem alle relevanten Daten eingegeben wurden, wird das eigentliche Programm gestartet. Die Daten der GUI werden anschließend auf Plausibilität geprüft und an das Hauptprogramm übergeben. Anschließend werden die relevanten Sekundärdaten (Sensitivitätsmatrix, Colormap, Systemzeit und das aktuelle Datum) geladen und alle vorab möglichen Berechnungen durchgeführt. Dies betrifft speziell, sofern ausgewählt, die Berechnung der Tikhonov-Matrix. Zudem werden Dateien zur Speicherung des Mischungsverhältnisses und der Histogramme initialisiert. Diese Maßnahmen dienen der Reduktion der Rechenzeiten während der eigentlichen Messungen, wo nur Berechnungen durchgeführt werden, welche von den eigentlichen Messungen abhängig sind. Nach der Initialisierung erfolgt eine Unterscheidung zwischen Online- und Offlinemodus.

Der Onlinemodus ermöglicht eine Auswertung von Messungen / Daten in Echtzeit. Zu Beginn wird die ECT einmalig mit der Software MMTTC (Ansteuerungssoftware der ECT) referenziert. Die Daten der Referenzierung werden in die Auswertesoftware eingelesen und in separaten Matrizen hinterlegt. Nun wird die Messung mit einem vorgegebenen Zeitintervall in der MMTTC-Software gestartet.

Die Rohdaten, bestehend aus einem Datensatz mit Informationen über die Framenummer, Datum, Uhrzeit und 28 Spannungsmesswerten, werden direkt über eine standardisierte DDE-Schnittstelle an die Auswertesoftware übergeben und verarbeitet.

Der Offlinemodus ermöglicht die Auswertung zuvor aufgenommener Datenreihen. Im Gegensatz zum Onlinemodus liegen die Daten in kommagetrennten CSV-Dateien vor, welche zu Beginn eingelesen werden. Die Referenzierung ist in den CSV-Dateien enthalten. Für jede Datei werden die Rohdaten - wie im Onlinemodus - Frame für Frame an die Auswertung übergeben.

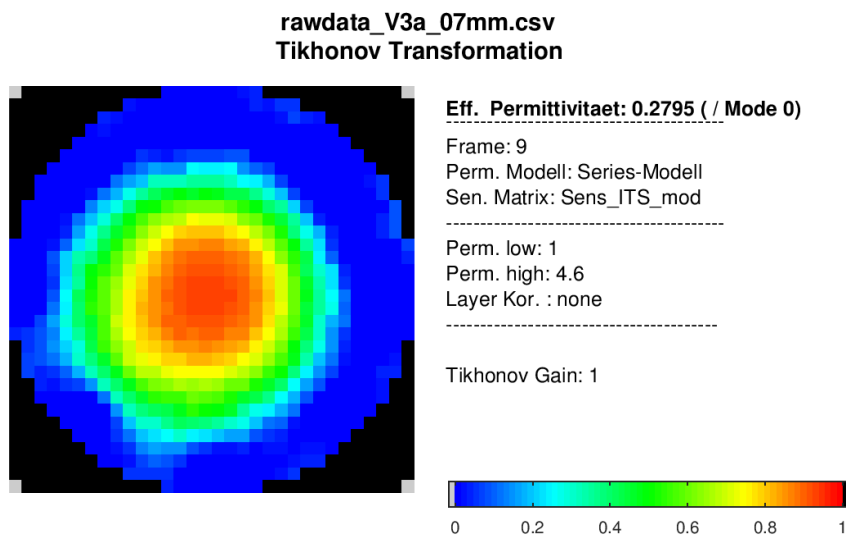


Abbildung 19 - Beispielhafte grafische Darstellung eines ECT-Tomogramms

Die Verarbeitung der Rohdaten erfolgt für beide Modi identisch. Zunächst werden die Berechnung von Kapazitäten aus den Spannungsrohdaten eines Frames und die Normierung nach dem in der GUI ausgewählten Verfahren durchgeführt. Die normierten Daten werden anschließend an die Funktion „Rekonstruktion“ übergeben, nach den ausgewählten Rekonstruktionsverfahren verarbeitet und für die grafische Darstellung aufbereitet. Im Anschluss wird das Mischungsverhältnis als Mittelwert über die 812 normierten Pixelwerte und das Histogramm der Pixelwerte berechnet. Die Ergebnisse werden grafisch als Tomogramm dargestellt und im Anschluss gespeichert (siehe Abbildung 19). Danach erfolgt eine Abfrage, ob es sich um den letzten Frame handelt oder ob die Messung abgebrochen wurde. In diesem Falle wird das Programm beendet. Abbildung 20 visualisiert die vereinfachte Programmstruktur.

4.4.3 Anpassung der ECT

Für den Einsatz der ECT in der Klebtechnik wird ein Liner verwendet, um den Sensor vor reaktiven Klebstoffen zu schützen. Es wurde im vorherigen Kapitel nachgewiesen, dass der Liner einen signifikanten Einfluss auf die Messung hat (vgl. Kapitel 4.3.2). Ziel der Anpassung ist es, diesen Einfluss softwareseitig zu minimieren. Die im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Methoden wurden in die Auswertesoftware integriert und stehen für nachfolgende Versuche zur Verfügung.

Klebtechnisch optimierte Normierung

Um den Liner bei der Normierung zu berücksichtigen, wird zunächst dessen Einfluss auf die gemessenen Kapazitäten betrachtet. Durch den Einsatz eines Liners wird eine zusätzliche Komponente mit konstantem Volumenanteil in das Detektionsvolumen eingebracht. Die im Detektionsvolumen befindliche Materialkombination kann als Reihenschaltung des Liners mit der eigentlichen Probe - einem Gemisch aus zwei Dielektrika - verstanden werden. Diese Betrachtungsweise wurde bereits 1996 von Yang im Rahmen einer Veröffentlichung zur Rekalibrierung von ECT-Sensoren vorgestellt [92]. Das Ziel der Arbeit von Yang ist es, den Messbereich einer ECT nachträglich über berechnete Kapazitäten zu erweitern. Yang nutzt zwei Messungen von Dielektrika bekannter Permittivität, um die Kapazität der Wandung und die resultierende Kapazität eines mit Luft gefüllten Sensors zu bestimmen. Wobei C_m die gemessene Kapazität, C_x der Anteil der Kapazität der Probe und C_w der Anteil der Kapazität der Wandung beschreibt.

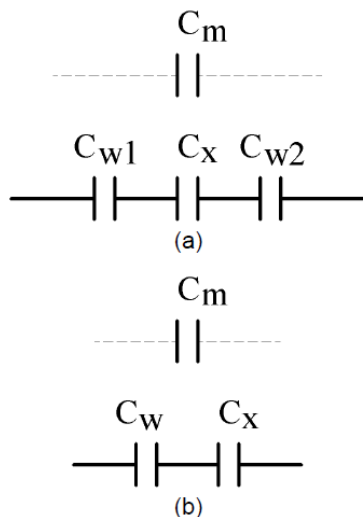


Abbildung 21 - Betrachtung der Kapazität eines Kondensators als Serienschaltung von Liner und Probe [92]

Für die effektive Permittivität, welche sich aus der Kombination Dielektrikum und Liner ergibt, gelten folgende Zusammenhänge:

- a. Ist die Permittivität des Dielektrikums - der Klebstoffmischung - kleiner als die des Liners, so wird die effektive Permittivität größer.
- b. Ist die Permittivität des Dielektrikums - der Klebstoffmischung - größer als die des Liners, so wird die effektive Permittivität kleiner.
- c. Der Einfluss steigt mit zunehmendem Betrag der Permittivitätsdifferenz und mit zunehmender Liner-Wandstärke.

Dies bedeutet zum einen, dass die beiden Referenzen der ECT-Kalibrierung ungleichmäßig vom Liner beeinflusst werden. Zum anderen ist der Einfluss des Liners als eine Funktion der Permittivität des Dielektrikums und damit des Mischungsverhältnisses zu verstehen. Diese Funktion wiederum hängt von der Elektrodenpaarung ab. Die Betrachtungsweise einer Serienschaltung von Probe und Wandung nach Yang kann genutzt werden, um den Einfluss des Liners für verschiedene Elektrodenkombinationen über bekannte Materialgrößen zu ermitteln.

Für die Normierung der durch die Mischung zweier Dielektrika beeinflussten Kapazitäten nach Maxwell-Wagner-Sillars sind die Permittivitäten ϵ_l und ϵ_h der beiden Dielektrika entscheidend. Bei der Verwendung eines Liners wird nicht die Kapazität C_x des gemischten Klebstoffes, sondern die durch den Liner beeinflusste Kapazität C_M gemessen. Damit ist eine Normierung mit den Permittivitäten ϵ_l und ϵ_h fehlerbehaftet. Stattdessen werden für die Normierung die effektive Permittivität ϵ_{eff_l} und ϵ_{eff_h} verwendet, welche sich aus den jeweiligen Volumenanteilen der Dielektrika und des Liners als Serienschaltung nach Gleichung (24) errechnen. Die effektive Permittivität ϵ_{eff_x} ergibt sich aus der Permittivität des Liners ϵ_L , der Permittivität des Dielektrikums als Reinstoff ϵ_x und dem Volumenanteil des Liners V_L zu:

$$\epsilon_{\text{eff}_x} = \frac{\epsilon_L \cdot \epsilon_x}{\epsilon_L + V_L \cdot \epsilon_x - V_L \cdot \epsilon_L} \quad (24)$$

Die effektive Permittivität wird im Rahmen der Liner-Korrektur für jede Elektrodenkombination individuell berechnet.

Value-Korrektur

Während einer ECT-Messung kann es vorkommen, dass einzelne Kapazitätsmesswerte einen geringeren Wert als die niedrige Referenz annehmen. In diesem Fall nimmt die normierte Kapazität einen negativen Wert an, was in der nachfolgenden Rekonstruktion zu unerwünschten Artefakten führen kann. Um die Artefakte zu vermeiden, wurde die Value-Korrektur entwickelt und implementiert. Hierbei wird geprüft, ob Kapazitätsmesswerte kleiner als die niedrige Referenz sind. Ist dies der Fall, werden diese Werte mit der niedrigen Referenz gleichgesetzt.

Alternative Referenzierung

Eine weitere Möglichkeit, negative Werte der normierten Kapazität zu vermeiden, ist die Verwendung einer alternativen Referenzierung der ECT. Die ECT wird nicht auf die beiden zu messenden Dielektrika, sondern auf bekannte und homogene Dielektrika niedrigerer Permittivität und / oder höherer Permittivität referenziert. Dies kann z. B. Luft als niedrige Referenz sein. Mit diesem Vorgehen kann der Messbereich der ECT erweitert werden. Bei dieser Methode muss im Nachhinein eine erneute Normierung durchgeführt werden, um das korrekte Mischungsverhältnis zu erhalten. Abbildung 22 zeigt beispielhaft eine Referenzierung mit Luft als niedrige Referenz und einem Harz als hohe Referenz. Der genutzte Permittivitätsmessbereich befindet sich zwischen dem Messwert für den Härter und dem Harz. Um das korrekte Mischungsverhältnis zu erhalten, müssen die Permittivitäten auf den genutzten Messbereich normiert werden.

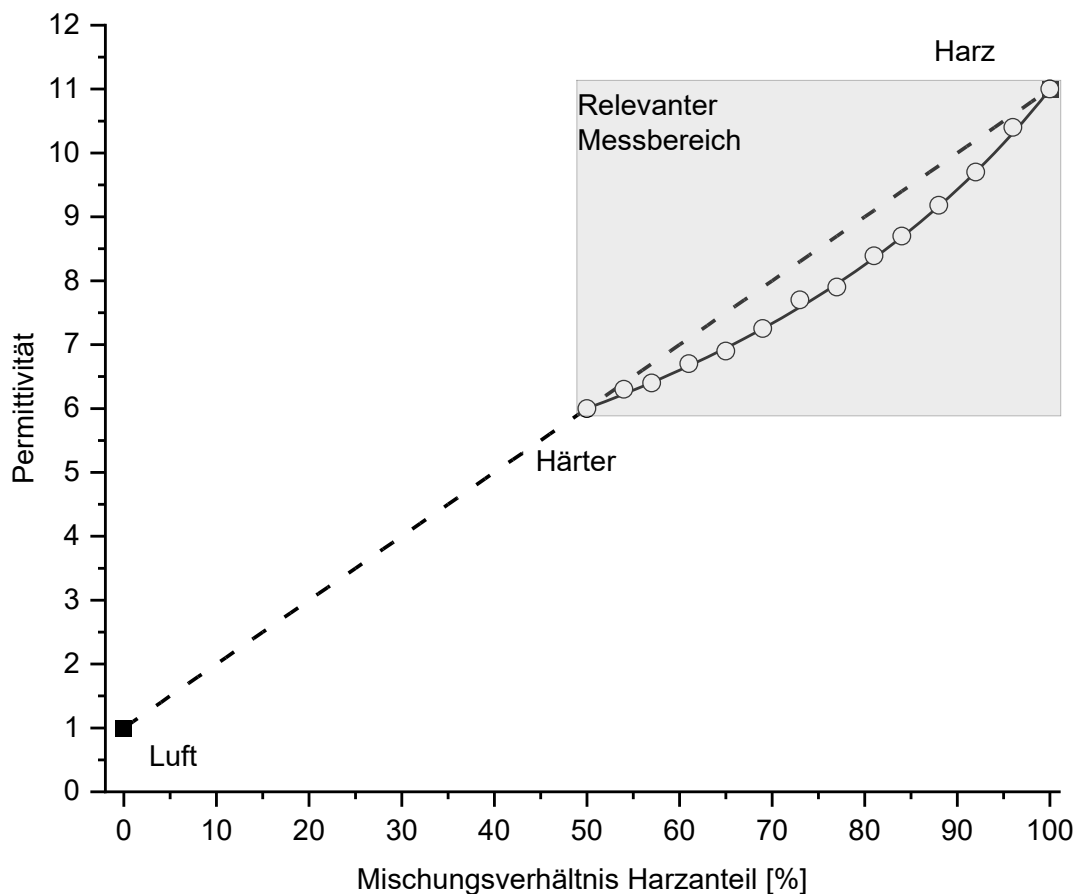
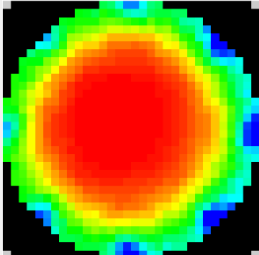
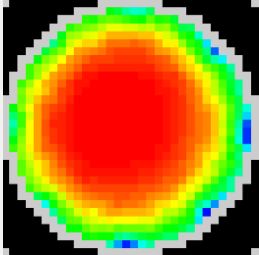
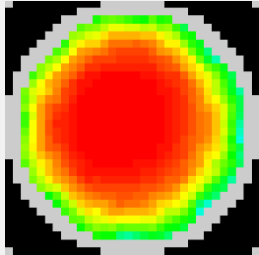


Abbildung 22 - Beispielhafte Referenzierung der ECT mit Luft und Harz

Klebtechnisch optimierte Rekonstruktion

Der Liner befindet sich im Detektionsvolumen des ECT-Sensors. Dies führt zu zwei Herausforderungen. Der Liner fließt permanent in die Berechnung des Mischungsverhältnisses im Detektionsvolumen ein. Gleichzeitig wird das nutzbare Detektionsvolumen des ECT-Sensors in Abhängigkeit der Materialstärke des Liners reduziert. Insbesondere der Randbereich der Tomogramme zeigt einen deutlichen Einfluss des Liners und verfälscht somit das gemessene Mischungsverhältnis. Daher wurde in die Software ergänzend zur klebtechnischen optimierten Normierung die Liner-Korrektur integriert. Diese Korrektur schließt, je nach Einstellung, die außen liegenden Pixel bzw. die außen liegenden zwei Pixelreihen aus der Berechnung des Mischungsverhältnisses aus. Die Variante „812 Pixel“ ist bei dem verwendeten 14 mm ECT-Sensor für Liner-Wandstärken bis 0,5 mm vorgesehen. Die Variante „688 Pixel“ für Liner-Wandstärken von 0,5 mm bis 1,5 mm und die Variante „632 Pixel“ von 1,5 mm bis 2,5 mm. Tabelle 6 zeigt eine beispielhafte Anwendung der klebtechnisch optimierten Rekonstruktion. Das Tomogramm zeigt im Randbereich durch den eingesetzten Liner Bereiche niedrigerer Permittivität. Durch die optimierte Rekonstruktion wird der durch den Liner beeinflusste Randbereich aus der Betrachtung ausgeschlossen. Das gemessene Mischungsverhältnis steigt.

Tabelle 6 - Einfluss der klebtechnisch optimierten Rekonstruktion auf die Tomogramme

812 Pixel	688 Pixel	632 Pixel
 <p data-bbox="437 1384 528 1417">70,3 %</p>	 <p data-bbox="809 1384 900 1417">77,6 %</p>	 <p data-bbox="1181 1384 1272 1417">81,4 %</p>

4.4.4 Test der klebtechnischen Anpassungen

Die Software und die klebtechnischen Anpassungen werden mit Hilfe der Datensätze aus Kapitel 4.3.2 (Glasstäbe) getestet. Die Datensätze beinhalten die Messung verschiedener Glasanteile im ECT-Sensor und dienen der Beurteilung des Einflusses der Liner-Varianten 1 und 2 auf die Ergebnisse einer ECT-Messung. Der Einfluss soll mit Hilfe der klebtechnisch angepassten Algorithmen kompensiert werden.

Die Bewertung der Algorithmen erfolgt anhand der Genauigkeit der Detektion des Mischungsverhältnisses (Abweichung vom Optimum) und der visuellen Beurteilung der Tomogramme. Als Referenz wird eine Messung ohne Liner verwendet. Die Referenz wird mit den Ergebnissen der Datensätze der Liner-Varianten 1 und 2 unter Verwendung der optimierten Algorithmen verglichen.

Folgende Kombinationen werden untersucht:

- | Referenz | Ohne Liner |
|----------|---|
| a. | Ohne Korrektur |
| b. | Value-Korrektur |
| c. | Value-Korrektur + Liner-Korrektur (812 Pixel) |
| d. | Value-Korrektur + Liner-Korrektur (688 Pixel) |
| e. | Value-Korrektur + Liner-Korrektur (632 Pixel) |
| f. | Liner-Korrektur (812 Pixel) |
| g. | Liner-Korrektur (688 Pixel) |
| h. | Liner-Korrektur (632 Pixel) |

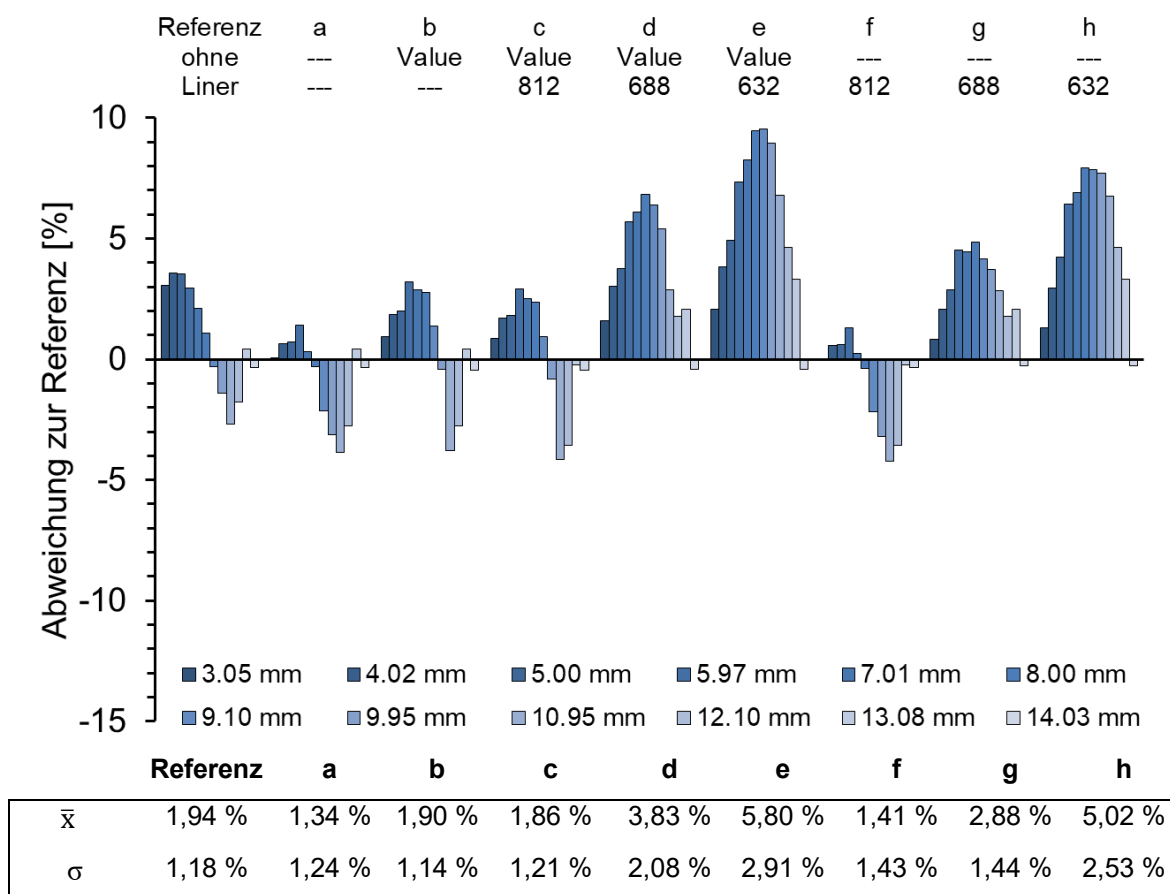


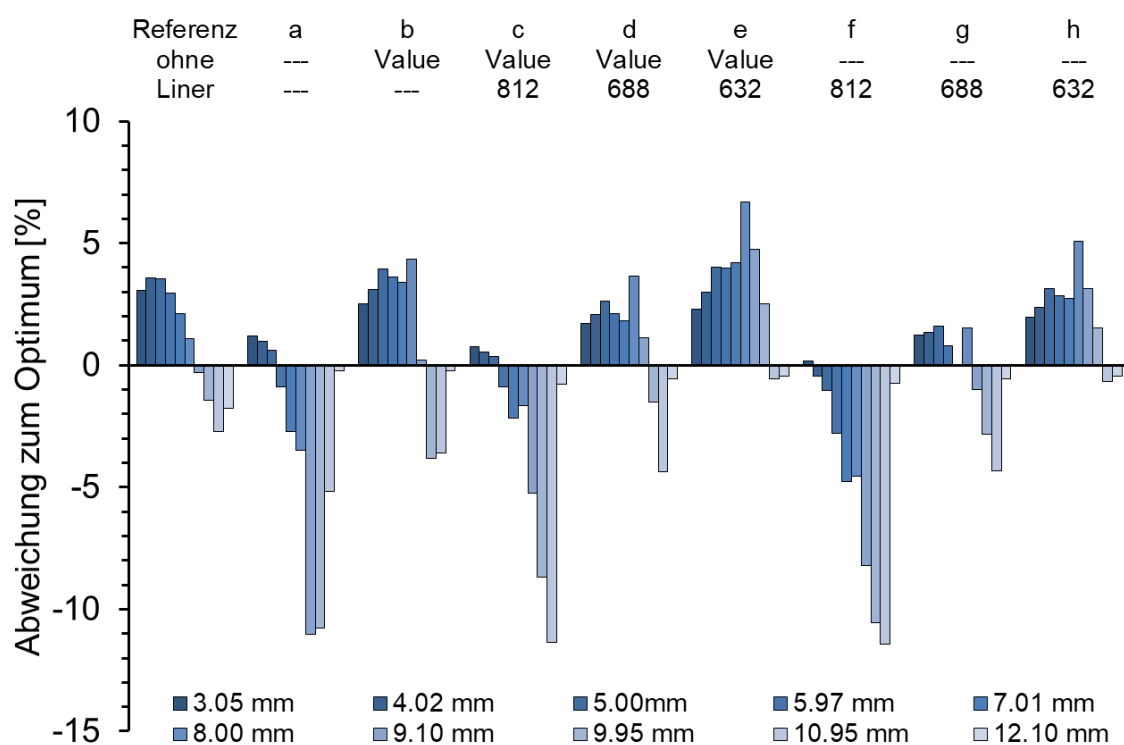
Abbildung 23 - Einfluss der klebtechnischen Anpassungen auf die Messgenauigkeit der ECT (Liner Variante 1 - 0,07 mm)

Die Ergebnisse der Liner-Variante 1 sind in Abbildung 23 visualisiert. Die Referenz ohne Liner zeigt eine mittlere Abweichung vom Optimum von $1,94 \% \pm 1,18 \%$. Ohne Liner wird das Mischungsverhältnis im Bereich geringer Glasanteile überschätzt. Der Einsatz des Liners führt im Vergleich zur Referenz zu einer leichten Verbesserung der Bestimmung des Mischungsverhältnisses, insbesondere im Bereich niedriger Glasanteile. Dies ist darauf zurückzuführen, dass der Liner aufgrund seiner niedrigen Permittivität zu einer Verringerung des gemessenen Mischungsverhältnisses führt, was in diesem Fall ein Vorteil darstellt, jedoch nicht grundsätzlich angenommen werden darf. Die Liner-Korrektur (812 Pixel) zeigt im Vergleich zur Referenz keine signifikante Verbesserung, was auf den geringen Einfluss des 0,07 mm Liners auf die Messung zurückzuführen ist. Die Value-Korrektur sowie die Kombination aus Value-Korrektur und Liner-Korrektur (812 Pixel) führen zu mit der Referenz vergleichbaren Ergebnissen. Die für den Einsatz bei größeren Liner-Wandstärken vorgesehenen Liner-Korrekturen mit 688 und 632 ausgewerteten Pixeln überschätzen das Mischungsverhältnis deutlich.

Aus den Ergebnissen wird geschlossen, dass für Liner-Variante 1 der Einsatz der Value-Korrektur in Verbindung mit der Liner-Korrektur (812 Pixel) dem Materialverhalten ohne Liner entspricht.

Liner-Variante 2 (1,0 mm) führt im Vergleich zur Referenz zu einer deutlichen Unterschätzung des Mischungsverhältnisses bei Füllgraden > 40 %. Die mittlere Abweichung von der Sollvorgabe beträgt $3,71 \% \pm 3,88 \%$. Die Unterschätzung des Mischungsverhältnisses kann durch die Value-Korrektur signifikant reduziert werden. In Verbindung mit der Liner-Korrektur (688 Pixel) ist der gemessene Glasanteil mit der Referenz vergleichbar. Im Falle der Liner-Korrektur (812 Pixel) wird der Glasanteil hingegen um $3,25 \% \pm 3,7 \%$ unterschätzt, im Falle der Liner-Korrektur (632 Pixel) um $3,24 \% \pm 1,81 \%$ überschätzt.

Für Liner-Variante 2 wird der Einsatz der Value-Korrektur in Verbindung mit der Liner-Korrektur (688 Pixel) als geeignet angesehen.



	Referenz	a	b	c	d	e	f	g	h
\bar{x}	2,25 %	3,71 %	2,88 %	3,25 %	2,16 %	3,24 %	4,47 %	1,52 %	2,40 %
σ	1,04 %	3,88 %	1,41 %	3,70 %	1,08 %	1,81 %	4,04 %	1,17 %	1,28 %

Abbildung 24 - Einfluss der klebtechnischen Anpassungen auf die Messgenauigkeit der ECT (Liner Variante 2 - 1,0 mm)

Die Auswertung erfolgt analog zu den Untersuchungen des Liner-Einflusses unter Verwendung des Serienmodells mit denselben Rohdaten. Mit der Liner-Korrektur ist kein signifikanter Unterschied zwischen den Tomogrammen ohne Liner und der Verwendung der Liner-Variante 1 und 2 zu erkennen. Die klebtechnische Anpassung war somit erfolgreich.

Tabelle 7 - Einfluss der Liner-Variante auf die Tomogramme

Füllung	Ohne Liner	Füllung	Liner-Variante 1 (0,07 mm)	Füllun g	Liner-Variante 2 (1,0 mm)
42,1 %		42,9 %		43,7 %	
50,3 %		51,3 %		56,6 %	
60,9 %		62,2 %		67,6 %	
74,4 %		75,9 %		81,9 %	
100 %		100 %		100 %	

4.4.5 Grenzen der Liner-Korrektur

Die in Kapitel 4.4.4 erzielten Ergebnisse zeigen, dass die Value-Korrektur und insbesondere die Liner-Korrektur zu einer deutlich besseren Detektion des Mischungsverhältnisses führen. Zudem kann der Liner-Einfluss auf die Qualität der Tomogramme nahezu vollständig kompensiert werden.

Weiterführende Untersuchungen zeigen, dass die Effektivität der Liner-Korrektur von der Permittivitätsdifferenz zwischen Liner und Dielektrikum sowie von der Permittivität des Liners selbst abhängt. Hierzu wurden Messungen mit Lösungsmitteln bekannter Permittivität, mit und ohne Liner, durchgeführt. Die ECT wurde mit Luft ($\epsilon_l = 1$) und Ethanol ($\epsilon_n = 25,4$) referenziert. Mit dieser Referenzierung wurden Isopropanol ($\epsilon_{m1} = 20,3$) und Aceton ($\epsilon_{m2} = 21,1$) gemessen. Die Rohwerte wurden anschließend mit und ohne Liner-Korrektur ausgewertet. Das zu erwartende Mischungsverhältnis entspricht der normierten Permittivität.

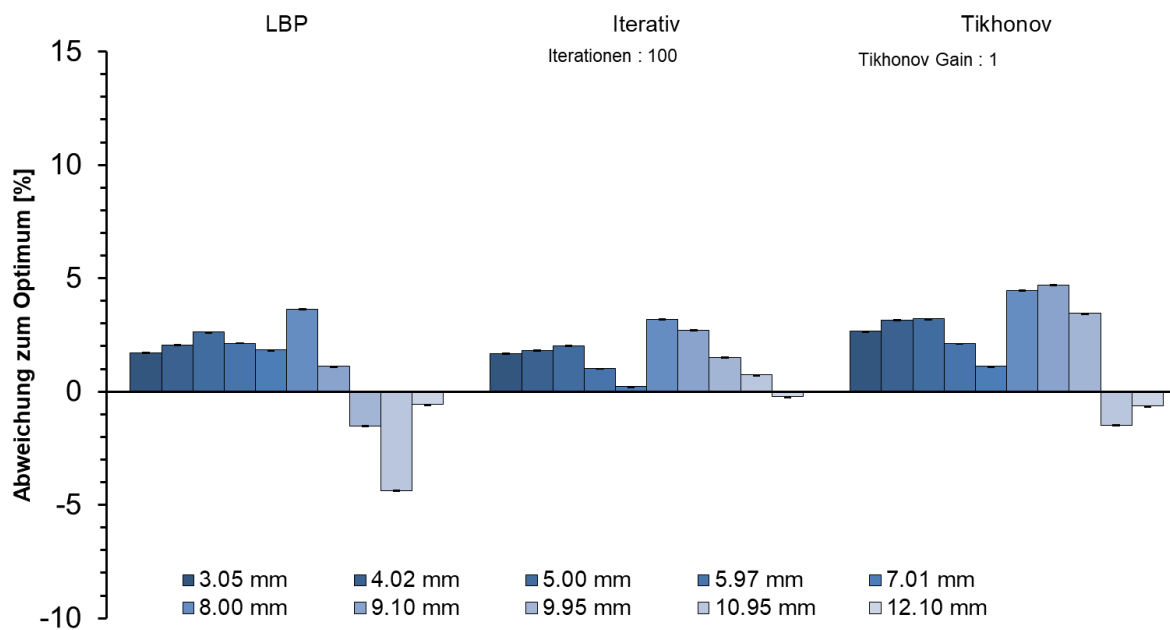
Tabelle 8 - Einfluss der Liner-Variante auf die Messung der Permittivität von Lösungsmitteln

	Permittivität	Normalisierte Permittivität	ohne Liner [%]	0,07 mm Liner [%]	1,0 mm Liner [%]	0,07 mm Liner korr. [%]	1,0 mm Liner korr. [%]
Luft	1,00	0,00	0,14	0,08	0,04	0,08	0,04
Isopropanol	20,30	0,79	81,36	88,15	96,36	88,14	95,00
Aceton	21,13	0,82	82,41	90,15	97,00	90,14	95,89
Ethanol	25,41	1,00	99,76	99,20	100,00	98,54	100,00

Es zeigt sich, dass bei großen Permittivitätsdifferenzen zwischen Liner und Dielektrikum die Effektivität der Liner-Korrektur abnimmt. Das Mischungsverhältnis wird aufgrund der starken Beeinflussung der Referenz hoher Permittivität durch den Liner überschätzt. Dennoch sind Permittivitätsunterschiede von $\Delta\epsilon = 0,8$ - auch mit Liner - detektierbar. Ergänzend zur Liner-Korrektur ist die Aufnahme einer Referenzierungsfunktion mit verschiedenen Mischungsverhältnissen zur Kompensation des Liner-Einflusses notwendig.

4.4.6 Betrachtung der Rekonstruktionsalgorithmen

Zum Vergleich der Rekonstruktionsalgorithmen wird der Datensatz aus dem Test der klebtechnischen Anpassungen (Kapitel 4.4.4) genutzt. Der Datensatz der Liner-Variante 2 (1,0 mm) wird unter Verwendung der Value-Korrektur und der Liner-Korrektur (688 Pixel) mit den Algorithmen LBP, iterativ sowie Tikhonov ausgewertet und verglichen. Das Ergebnis ist in Abbildung 25 dargestellt. Die mittlere Abweichung vom Optimum des LBP-Algorithmus beträgt 2,16 %. Durch die Verwendung des iterativen-Algorithmus wird die Abweichung auf 1,52 % reduziert. Der Tikhonov-Algorithmus führt zu einer stärkeren Abweichung von 2,7 %.



	LBP	Iterativ	Tikhonov
\bar{x}	2,16 %	1,52 %	2,7 %
σ	1,08 %	0,94 %	1,29 %

Abbildung 25 - Vergleich verschiedener Rekonstruktionsverfahren in Bezug auf die Messgenauigkeit der ECT

Die Qualität der Tomogramme unterscheidet sich zwischen den Algorithmen deutlich. Der Glasstab wird mit Hilfe des iterativen-Algorithmus am optimal rekonstruiert. Als ungenau ist der LBP-Algorithmus einzuschätzen.

Tabelle 9 - Einfluss des Rekonstruktions-Algorithmus auf die Tomogramme

Füllung	LBP	Füllung	Iterativ	Füllung	Tikhonov
43,7 %		43,7 %		43,7 %	
56,6 %		56,6 %		56,6 %	
67,6 %		67,6 %		67,6 %	
81,9 %		81,9 %		81,9 %	
100 %		100 %		100 %	

Der iterative-Algorithmus zeigt in Bezug auf die Qualität des Tomogramms die besten Rekonstruktionsergebnisse. Jedoch sind bedingt durch die Iterationsschritte die Rechenzeiten erheblich höher. Die Rechenzeiten sind beispielhaft für einen Datensatz bestehend aus zehn Dateien mit je 15 Frames ermittelt worden und dienen dem Vergleich der Algorithmen untereinander. Es zeigt sich, dass die Rechenzeiten des iterativen-Algorithmus im Vergleich zum LBP-Algorithmus um den Faktor 2,2 (100 Iterationen) bzw. Faktor 2 (50 Iterationen) länger sind. Der Tikhonov-Algorithmus hingegen ist etwa 8 % schneller als der LBP-Algorithmus.

Tabelle 10 - Rekonstruktionszeiten verschiedener Algorithmen

LBP [s]	Iterativ 100 Iterationen [s]	Iterativ 50 Iterationen [s]	Tikhonov [s]
6,71	15,00	13,48	6,15
6,75	14,94	13,38	6,14
6,69	15,13	13,53	6,20
6,75	14,96	13,70	6,21
6,73	15,32	13,61	6,38
6,73	15,07	13,54	6,21

4.5 Definition ECT-Eignungsindex

Die Eignung einer Materialkombination für die ECT wird in erster Näherung durch die Permittivitätsdifferenz beider Dielektrika bestimmt. Es muss sichergestellt sein, dass eine definierte Änderung im Mischungsverhältnis zweier Klebstoffkomponenten eine messbare Änderung der Permittivität und damit eine messbare Änderung der Kapazität zwischen den Elektroden der ECT hervorruft.

Zur Quantifizierung der Eignung wird der ECT-Index eingeführt. Der ECT-Index, bzw. die ECT-Indizes ε_{ECT-R} und ε_{ECT-H} beschreiben die zu erwartende Änderung der Permittivität ε_M eines Gemisches bei einer definierten Abweichung von $\pm 10\%$ ausgehend vom Soll-Mischungsverhältnis eines Klebstoffes. Die Schwelle von $\pm 10\%$ wurde in Anlehnung an die Anforderungen aus Kapitel 4.1 festgelegt. Die ECT-Indizes bilden somit eine dimensionslose und vergleichbare Größe zur Beschreibung der ECT-Eignung eines Klebstoffes.

Die ECT Indizes lassen sich nach Formel (26) sowie Formel (27) bestimmen, wobei ε_{Soll} die nach L&R zu erwartende Permittivität beim Soll-Mischungsverhältnis, K der Formfaktor nach L&R, ε_R und ε_H die Permittivitäten von Harz und Härter und V_{R_Soll} und V_{H_Soll} die Anteile von Harz und Härter bei Soll-Mischungsverhältnis sind.

$$\varepsilon_{Soll} = \sqrt[K]{V_R \cdot \varepsilon_R^K + (1 - V_R) \cdot \varepsilon_H^K} \quad (25)$$

$$\text{mit } K \neq 0 \text{ und } V_R = \frac{V_{R_Soll}}{V_{R_Soll} + V_{H_Soll}}$$

$$\varepsilon_{ECT-H} = \left| \varepsilon_{Soll} - \sqrt[K]{V_{ECT-H} \cdot \varepsilon_R^K + (1 - V_{ECT-H}) \cdot \varepsilon_H^K} \right| \quad (26)$$

$$\text{mit } K \neq 0 \text{ und } V_{ECT-H} = \frac{V_{R_Soll}}{V_{R_Soll} + 0,9 \cdot V_{H_Soll}}$$

$$\varepsilon_{ECT-R} = \left| \varepsilon_{Soll} - \sqrt[K]{V_{ECT-R} \cdot \varepsilon_R^K + (1 - V_{ECT-R}) \cdot \varepsilon_H^K} \right| \quad (27)$$

$$\text{mit } K \neq 0 \text{ und } V_{ECT-R} = \frac{0,9 \cdot V_{R_Soll}}{0,9 \cdot V_{R_Soll} + V_{H_Soll}}$$

Die Abbildung 26 visualisiert das Prinzip der ECT-Indizes.

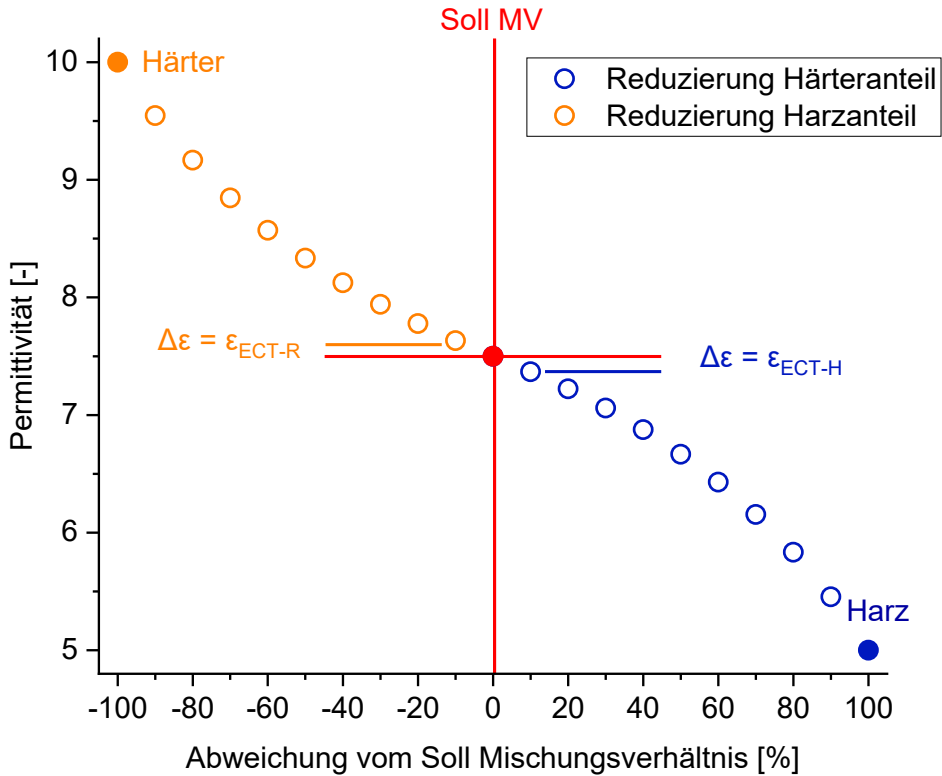


Abbildung 26 - Prinzip-Darstellung des ECT-Indizes

Kapitel 5

Entwicklung Permittivitäts-Messgerät

„ Je mehr Möglichkeiten die Technologie bietet, desto wichtiger wird das Streben nach Einfachheit. ”

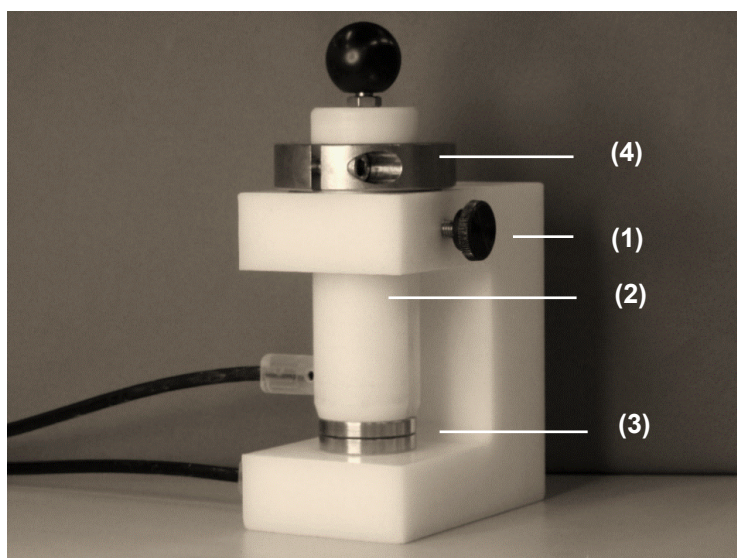
(Hermann Simon - deutscher Unternehmensberater und Unternehmer)

5.1 Vorüberlegungen und Konstruktion

Die Permittivitäten von kommerziell erhältlichen Klebstoffen sind weitgehend unbekannt. Um diese Lücke zu schließen, werden im Rahmen dieser Arbeit Untersuchungen zur Permittivität ausgewählter Klebstoffe durchgeführt. Dieser Schritt bildet die Grundlage zur Beurteilung der Eignung von Klebstoffen für die Überwachung mittels ECT-Technik. Zur Bestimmung der Permittivität und der Permittivitäts-Mischungsverhältnis-Funktion kommerzieller Klebstoffsysteme wird ein geeignetes Messverfahren über den Stand der Technik hinaus benötigt.

Bei der Entwicklung des Permittivitäts-Messgeräts (PMG) stehen zwei wesentliche Aspekte im Vordergrund. Zum einen soll die benötigte Zeit einer Messung auf ein Minimum (≤ 90 Sekunden) reduziert werden, um die Messung gemischter Klebstoffkomponenten zu ermöglichen und einen Einfluss der Härtingsreaktion auf die gemessenen Permittivitäten auszuschließen. Zum anderen soll das PMG einfach in der Handhabung sein. Es wird auf das Prinzip des Zweiplattenkondensators zurückgegriffen. Aufgrund ihrer guten Feldlinienverteilung (vgl. Kapitel 2.3.2) werden zylinderförmige Elektroden eingesetzt. Als Elektrodenmaterial wird Edelstahl verwendet, da Edelstahl weitgehend inert auf Klebstoffe reagiert und somit chemische Reaktionen an der Elektrodenoberfläche minimiert werden.

Abbildung 27 zeigt den Entwurf des PMG. Die Konstruktion besteht aus einem elektrisch isolierten Polyoxymethylen Grundrahmen (1), einem beweglichen Stempel (2), der innerhalb des Rahmens geführt wird, sowie zwei polierten Edelstahl-Elektroden (3), welche den eigentlichen Kondensator bilden. Die Elektroden ($\varnothing = 32$ mm) werden durch Präzisionsunterlegscheiben und einer Klemme (4) auf einem definierten Abstand gehalten. Mit den Unterlegscheiben können Klebeschichtdicken von 0,5 mm, 0,7 mm und 1,0 mm eingestellt werden.



(1) Grundrahmen

(2) Stempel

(3) Elektroden

(4) Klemme

Abbildung 27 - Konstruktion des Permittivitäts-Messgerätes (PMG)

Die eigentliche Kapazitätsmessung wird mit einem Kapazitätsmessgerät vom Typ Alpha KM 1000 (Zadow Electronics, Deutschland) durchgeführt. Das Gerät deckt einen Kapazitätsbereich von 1 bis 1000 pF ab und arbeitet - wie die ECT - mit einer Frequenz von 1 MHz. Die Messergebnisse sind sofort verfügbar, was besonders bei kurzen Topfzeiten wichtig ist. Das PMG deckt einen breiten Permittivitäts-Messbereich ab. Der Messbereich des PMG ist in Tabelle 11 dargestellt und wird durch den Elektrodendurchmesser, den Abstand der Elektroden sowie den Kapazitätsbereich des Kapazitätsmessgerätes bestimmt.

Tabelle 11 - Messbereich des PMG in Abhängigkeit der Klebschichtdicke

Kapazitäts- Messbereich [pF]	Klebschichtdicke		
	0,5 mm	0,7 mm	1,0 mm
1-10	0.70	0.98	1.40
10-100	7,00	9.83	14,00
100-1000	70,00	98.30	140,00

Die Permittivität des Dielektrikums lässt sich unabhängig von der Geometrie des Kondensators direkt aus der gemessenen Kapazität bestimmen:

$$\epsilon_{\text{PMG}} = \frac{(C^* - C_p)}{\epsilon_0} \cdot \frac{d}{A} \quad (28)$$

Wobei ϵ_{PMG} die Permittivität des Dielektrikums, C^* die durch das Dielektrikum beeinflusste Kapazität und ϵ_0 die Permittivität des Vakuums sind. Die Variablen d und A beschreiben die Geometrie des Kondensators und C_p ist die parasitäre Kapazität. Letztere umfasst Kapazitäten, die durch Kabel, Anschlüsse und das PMG selbst verursacht werden. Diese werden in der nachfolgenden Kalibrierung bestimmt und sind somit bei jeder der vorgestellten PMG-Messungen berücksichtigt worden.

5.2 Messablauf

Zur Durchführung einer PMG-Messung wird das in Abbildung 28 gezeigte Verfahren angewandt. In einem ersten Schritt wird die gewünschte Unterlegscheibe in das PMG eingelegt und somit die Höhe des Klebspalts festgelegt. Alle Oberflächen, die den Elektrodenabstand beeinträchtigen könnten, werden gründlich mit Isopropanol von Verunreinigungen befreit. Der Stempel wird in die oberste Position gebracht und fixiert (Schritt a). Anschließend werden die Klebstoffkomponenten eingewogen und mit einem Speedmixer Typ 800.2 VAC P (Hauschild und Co. KG, Deutschland) für 50 s bei 800 U/min unter Vakuum (0,3 bar) gemischt (Schritt b). Das Vakuum dient der Entgasung des Klebstoffes zur Vermeidung unerwünschter Luftpneinschlüsse. Danach wird das jeweilige Dielektrikum mit einem Spatel mittig auf die untere Elektrode aufgetragen (Schritt c), gleichmäßig verteilt (Schritt d) und in der gewünschten Dicke verpresst (Schritt e). Zuletzt werden die Elektroden kontaktiert und die eigentliche Kapazitätsmessung durchgeführt (Schritt f). Eine Messung (Schritte b-e) dauert etwa 90 Sekunden.

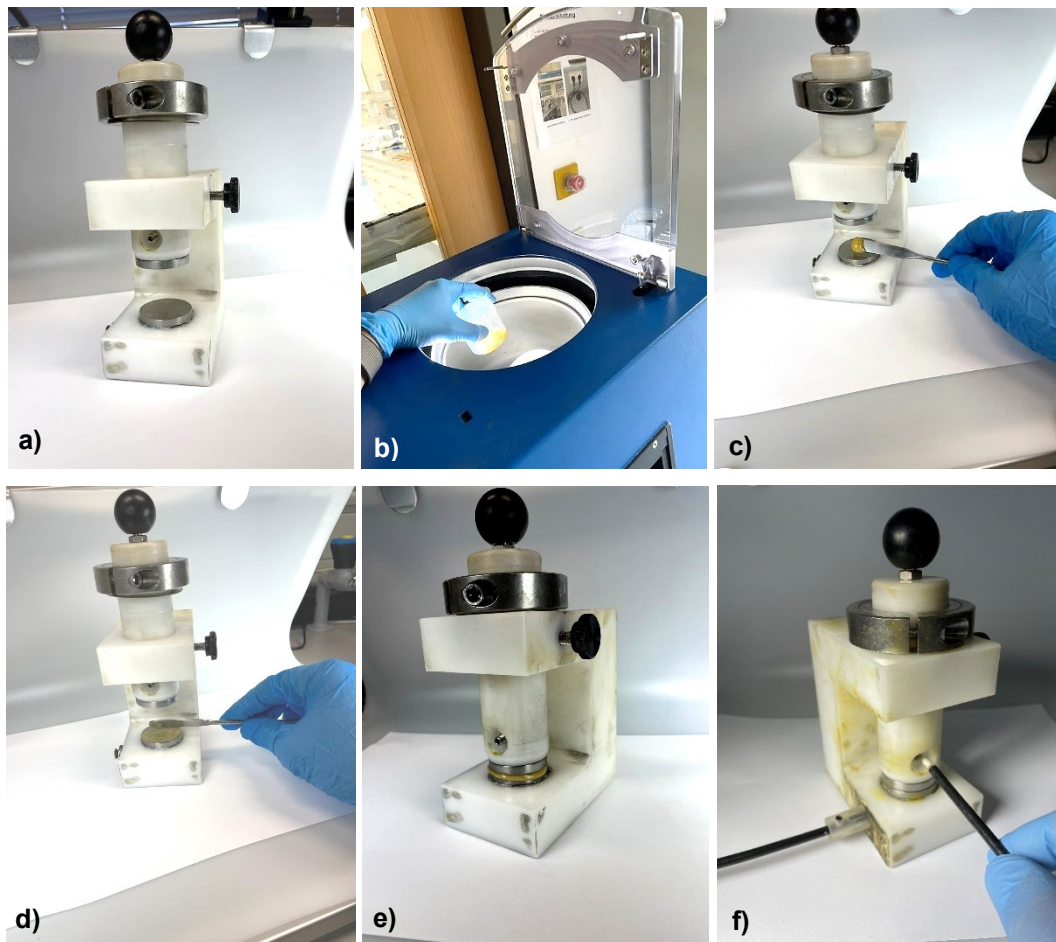


Abbildung 28 - PMG-Messverfahren

5.3 Kalibrierung und Verifikation

Zur Bestimmung der parasitären Kapazität C_P wird der Aufbau zunächst kalibriert. Zur Kalibrierung werden Präzisionskondensatoren unterschiedlicher Kapazität verwendet und die gemessenen mit den tatsächlichen Kapazitäten verglichen. Als Ergebnis liegt eine vom Absolutwert der Kapazität abhängige Kalibrierkurve vor, welche die parasitären Kapazitäten, welche durch Kabel und Klemmen entstehen, sowie die Charakteristik des TDR 1000 und des PMG beschreibt. Anschließend wird der Aufbau mit Dielektrika bekannter Permittivität und unter Berücksichtigung der Kalibrierkurve validiert.

Die Validierung erfolgt mit Lösungsmitteln sowie mit Wasser bei Raumtemperatur. Die Literaturwerte stammen aus der Dortmunder Datenbank für thermophysikalische und thermodynamische Daten von Reinstoffen und Gemischen [101]. Die für die Validierung verwendeten Dielektrika sind in Tabelle 12 aufgeführt. Um einen breiten Kapazitätsbereich abzudecken, werden die Messungen mit allen verfügbaren Klebschichtdicken wiederholt. Pro Klebschichtdicke und Dielektrikum werden drei Messungen durchgeführt.

Tabelle 12 - Dielektrika zur Kalibrierung des PMG

Dielektrikum	Permittivität ϵ ,	Klebschichtdicke [mm]	Wiederholung	Gesamtzahl Messungen
	bei RT und 1 MHz			
Aceton	21,1	0,5; 0,7; 1,0	3	9
Ethanol	25,4	0,5; 0,7; 1,0	3	9
Isopropanol	20,3	0,5; 0,7; 1,0	3	9
Methylethylketon	18,5	0,5; 0,7; 1,0	3	9
Wasser	79,7	0,5; 0,7; 1,0	3	9
			Σ	45

Die mit dem PMG gemessenen Permittivitäten der Referenzmaterialien sind in Abbildung 29 und Abbildung 30 dargestellt. Die Daten zeigen, dass die ermittelten Permittivitäten für die Referenzdielektrika sehr gut mit den Literaturwerten übereinstimmen, wobei die durchschnittlichen relativen Abweichungen zwischen den Wiederholungsmessungen weniger als 0,1 % betragen. Die größten Abweichungen zur Literatur werden bei einer Klebstoffschichtdicke von 0,7 mm festgestellt, bei der die Permittivitäten im Vergleich zum jeweiligen Literaturwert um 2,9 % höher (Methylethylketon) bzw. 2,9 % niedriger (Ethanol) sind. Darüber hinaus zeigt sich, dass die Klebstoffschichtdicke insgesamt einen vernachlässigbaren Einfluss auf die gemessenen Permittivitäten hat. Die Standardabweichungen der Permittivität zwischen den drei untersuchten Dicken liegen zwischen 0,08 (Aceton) und 0,29 (Methylethylketon und Isopropanol).

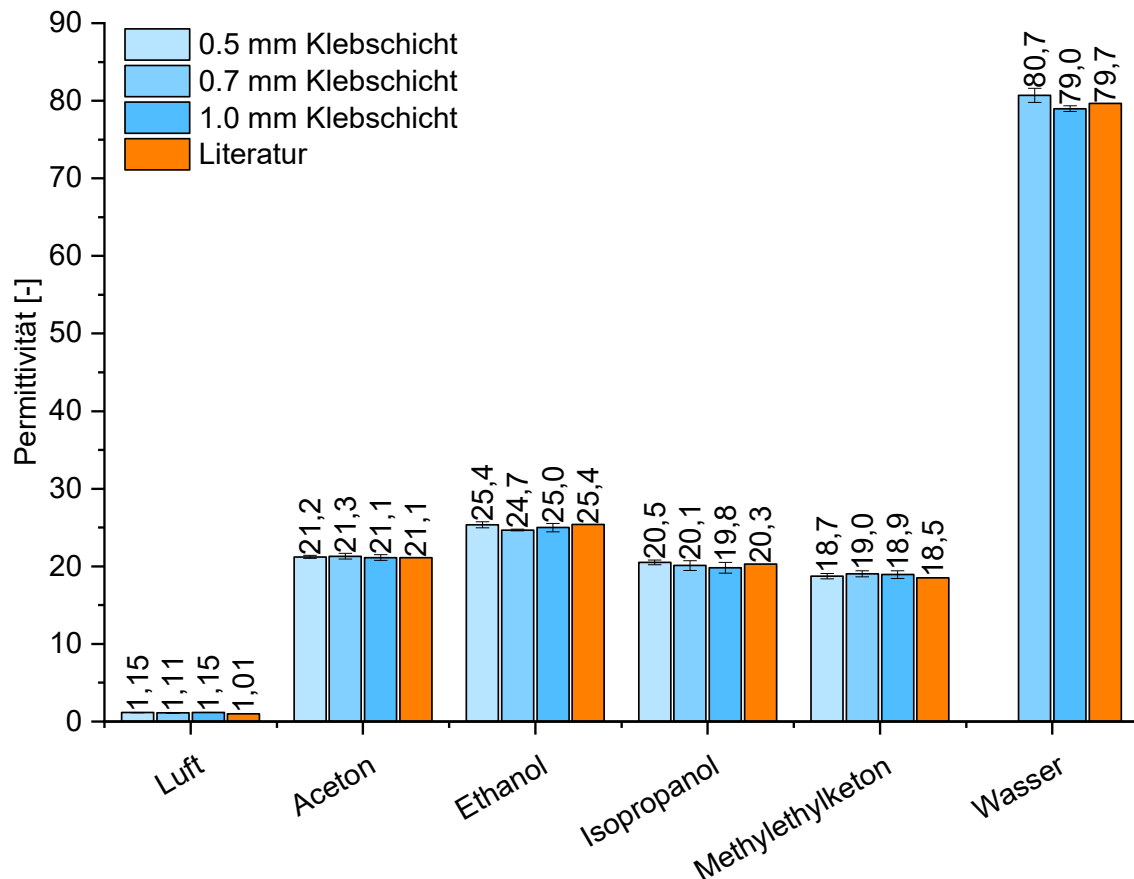


Abbildung 29 - Vergleich der Permittivitätsmessungen verschiedener Referenz Dielektrika mit Literaturwerten

Im nächsten Schritt der Validierung wird nachgewiesen, dass das PMG über den gesamten Kapazitätsmessbereich valide Ergebnisse liefert. Dazu werden die theoretischen Kapazitäten der Referenzdielektrika für die verschiedenen Klebschichtdicken (0,5 mm, 0,7 mm und 1,0 mm) mit Gleichung (28) berechnet. Die Kapazitäten sind in Abbildung 30 (x-Achse, durchgezogene Linie) gegen die experimentell bestimmten Kapazitäten der Referenzdielektrika (y-Achse, blaue Markierung) aufgetragen. Es ist zu erkennen, dass ein breiter Kapazitätsbereich von 140-800 pF durch das PMG abgedeckt wird, wobei die gemessenen Kapazitäten über den gesamten Messbereich eine sehr hohe Übereinstimmung mit den theoretisch berechneten Werten aufweisen.

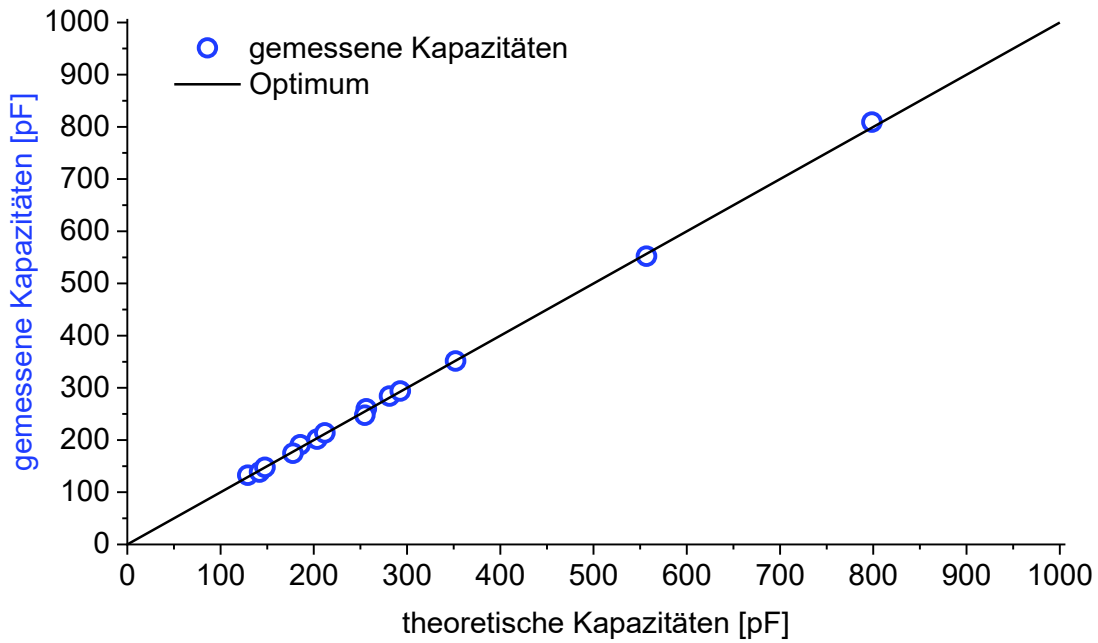


Abbildung 30 - Vergleich von berechneten und gemessenen Kapazitäten der Validierungsmessungen

Die Validierung des entwickelten PMG zeigt eine sehr gute Übereinstimmung zwischen den Messungen und den Literaturwerten für alle betrachteten Referenzdielektrika. Die relativen Abweichungen liegen bei allen Wiederholungen unter 3 %. Das PMG deckt einen Permittivitätsmessbereich von 3 bis 80 und somit den typischen Bereich von Polymeren/Klebstoffen ab. Die für eine Permittivitätsmessung einschließlich für das Mischen benötigte Zeit liegt unter 90 Sekunden.

Kapitel 6

Experimentelle Arbeiten und Ergebnisse

„ Um einen Hafen zu erreichen, müssen wir segeln - segeln, nicht ankern - segeln, nicht treiben. ”

(Franklin D. Roosevelt - 32. Präsident der Vereinigten Staaten)

6.1 Permittivität von Klebstoffkomponenten

Die Untersuchungen zur Permittivität von Klebstoffkomponenten umfassen sechzehn 2K-Klebstoffe. Darunter befinden sich acht Epoxide und acht Polyurethane, nachfolgend als 2K_EPX und 2K_PUR bezeichnet. Alle Klebstoffe sind kommerziell erhältliche Produkte von sechs verschiedenen Klebstoffherstellern, nachfolgend mit A bis D bezeichnet. Die ausgewählten Klebstoffe sowie die jeweilige Kurzbezeichnung sind in Tabelle 13 zusammengefasst. Die Auswahl deckt ein breites Spektrum von Mischungsverhältnissen von 0,17 : 1 bis 3,45 : 1 ab. Darüber hinaus variieren die Topfzeiten der Produkte zwischen 0,13 und 120 Minuten. Eine Ausnahme bildet der Klebstoff EPX_C1. Dieser ist heißhärtend, die Topfzeit beträgt bei RT 15 Tage.

Tabelle 13 - Kennwerte der verwendeten Klebstoffe

Kürzel	Hersteller	Name	Mischungsverhältnis [nach Gewicht] (Harz : Härter)	Topfzeit [min]
EPX_A1	3M	DP490	2,00 : 1	90
EPX_A2	3M	SA9816 AOV	3,45 : 1	120
EPX_A3	3M	SA9816	3,45 : 1	120
EPX_B1	Delo	Duopox CR8021	0,58 : 1	60
EPX_B2	Delo	Duopox CR8031	2,37 : 1	85
EPX_B3	Delo	Duopox TC8686	2,22 : 1	45
EPX_B4	Delo	Duopox SJ8665	1,65 : 1	15
EPX_C1	Hexion	Epicote 600-2K	0,8 : 1	15 Tage bei RT
PUR_A1	Delo	PUR 9895	100 : 100	30
PUR_B1	Sika	SikaForce7570 HP L05	100 : 17	5
PUR_B2	Sika	SikaForce-825 L04	100 : 55	4
PUR_B3	Sika	SikaForce-7888 L10	100 : 70	10
PUR_B4	Sika	Sikaflex-953 L30	100 : 10	30
PUR_C1	Daltoped	Polyol AP45324	100 : 94	<0.2
PUR_C2	Daltoped	Polyol AP16309	100 : 65	<0.2
PUR_D1	BASF	Elastolit Polyol	100 : 58	<0.2

Die Permittivitätsmessungen werden mit dem in Kapitel 1 entwickelten PMG durchgeführt. Der Messablauf entspricht dem Vorgehen aus Kapitel 5.2. Es werden pro Klebstoffkomponente zwei unterschiedliche Klebschichtdicken (0,7 mm und 1,0 mm) mit jeweils drei Wiederholungen gemessen. Die Ergebnisse der Permittivitätsmessungen für die einzelnen Komponenten der 2K-EPX-Klebstoffe sind in Abbildung 31 dargestellt.

Die gemessenen Permittivitäten der Harz-Komponenten (blau) liegen zwischen 5,7 und 10,6. Die Permittivitäten der Härter-Komponente (orange) decken den Bereich von 3,3 bis 25,5 ab. Die ermittelten Permittivitätsdifferenzen (blaue Linie) - als Indikator für die ECT-Eignung - variieren stark von 0,1 bis 19,8. Die höchsten Permittivitätsdifferenzen werden bei den folgenden 2K-EPX-Klebstoffen gemessen: EPX_A2 ($\Delta\epsilon = 19,8$), EPX_A3 ($\Delta\epsilon = 11,0$), EPX_B1 ($\Delta\epsilon = 4,9$) und EPX_C1 ($\Delta\epsilon = 4,9$). Die Streuung aller EPX-bezogenen Messungen wird als sehr gering angesehen, wobei die Abweichungen vom arithmetischen Mittelwert in den meisten Fällen $\pm 2\%$ beträgt.

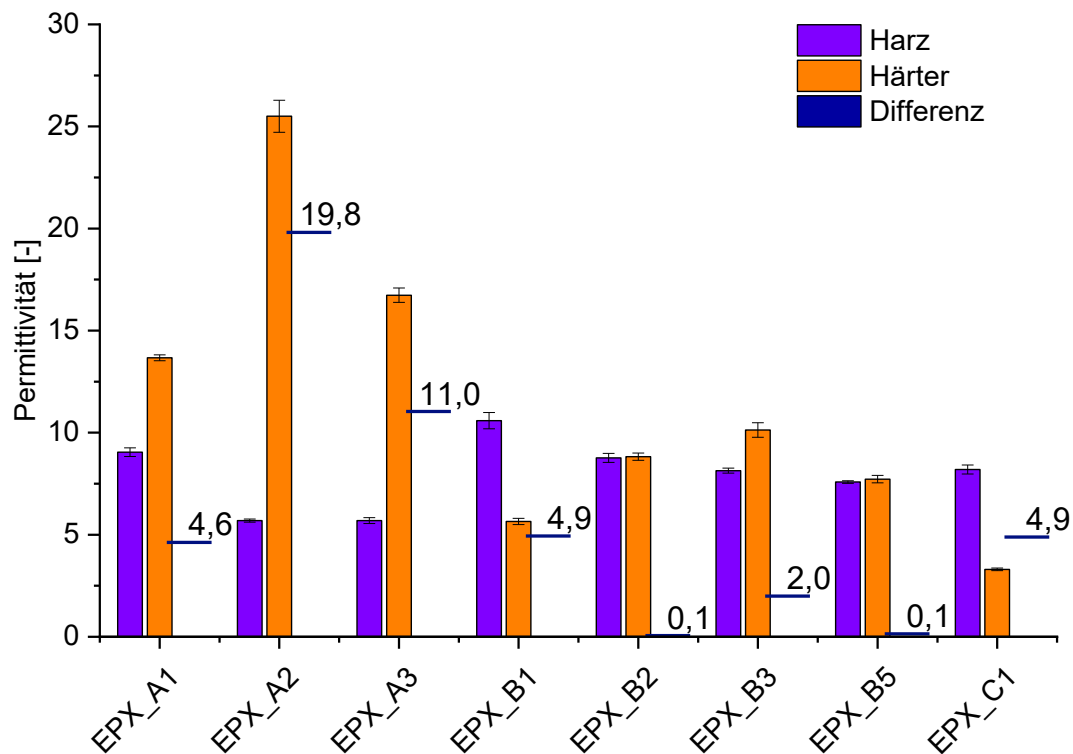


Abbildung 31 - Ergebnisse der Permittivitätsmessung an 2K-Epoxidharzklebstoffen

Analog zu den Ergebnissen der Epoxide sind in Abbildung 32 die Ergebnisse der Permittivitätsmessungen für die einzelnen Komponenten der 2K-PUR-Klebstoffe dargestellt. Die gemessenen Permittivitäten der Harz-Komponenten (blau) liegen zwischen 5,8 und 17,3. Die Permittivitäten der Härter-Komponente (orange) decken einen Bereich von 6,4 bis 24,4 ab. Die ermittelten Permittivitätsdifferenzen variieren analog zu den Ergebnissen der Epoxide stark von 0,4 bis 17,7. Die höchsten Permittivitätsdifferenzen wurden bei den folgenden 2K-PUR-Klebstoffen gemessen: PUR_B4 ($\Delta\epsilon = 17,7$), PUR_B2 ($\Delta\epsilon = 10,9$), PUR_C1 ($\Delta\epsilon = 8,5$) und PUR_B1 ($\Delta\epsilon = 4,5$). Die Streuung wird analog zu den Ergebnissen der Messungen an Epoxid-Klebstoffen als sehr gering angesehen ($\pm 2,2\%$).

In Übereinstimmung mit den Ergebnissen der in 5.3 vorgestellten Validierung hat die Klebschichtdicke einen vernachlässigbaren Einfluss auf die resultierenden Permittivitäten, wobei die Standardabweichungen bei den verschiedenen Klebstoffschichtdicken 1,5 % beträgt.

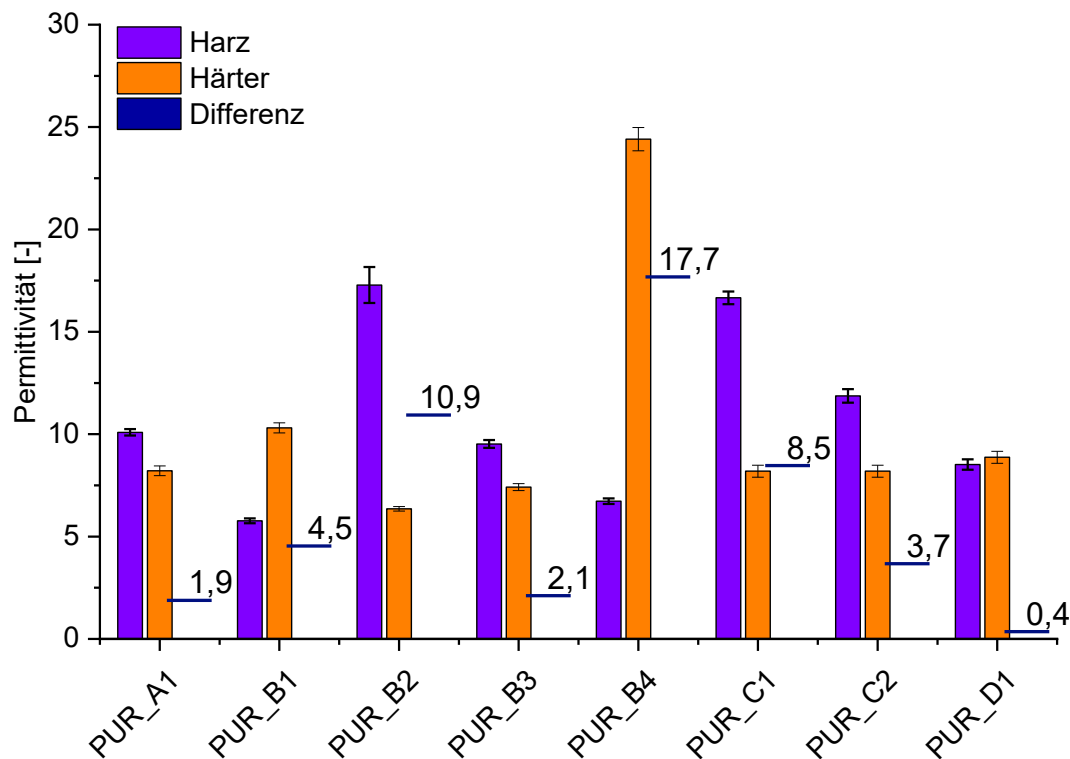


Abbildung 32 - Ergebnisse der Permittivitätsmessung an 2K-Polyurethanklebstoffen

6.2 Permittivität von gemischten Klebstoffen

Analog zu der Bestimmung der Permittivität von Klebstoffkomponenten wird die Permittivität von gemischten Klebstoffen in Abhängigkeit des Mischungsverhältnisses untersucht. Die Messungen werden ebenfalls mit dem in Kapitel 1 entwickelten PMG durchgeführt. Der Messablauf entspricht dem Vorgehen aus Kapitel 5.2. Alle Messungen, mit Ausnahme der Untersuchungen zur Temperaturabhängigkeit der Permittivität, werden bei Raumtemperatur durchgeführt.

Die Messungen werden für folgende vier, aufgrund ihrer charakteristischen Eigenschaften (Mischungsverhältnis, Topfzeit) ausgewählten, Klebstoffe vorgenommen:

- a. EPX_A2
- b. EPX_A3
- c. EPX_C1
- d. PUR_C1

Die Auswertung wird beispielhaft am Klebstoff EPX_A2 gezeigt.

6.2.1 Abhängigkeit Permittivität - Mischungsverhältnis

Die Ergebnisse der Permittivitätsbestimmung des Klebstoffes EPX_A2 in Abhängigkeit des Mischungsverhältnisses sind in Abbildung 33 dargestellt. Den Ausgangspunkt bildet das Soll-Mischungsverhältnis von 3,45 : 1 (22,5 % Härteranteil). Ausgehend vom Soll-Mischungsverhältnis wird der Härteranteil schrittweise bis zum Vorliegen des reinen Harzes / des reinen Härters verändert. Da insbesondere der Bereich um das Soll-Mischungsverhältnis interessant ist, werden die Änderungen so gewählt, dass diese einer Abweichung ausgehend vom Soll-Mischungsverhältnis von $\pm 20\%$; $\pm 40\%$; $\pm 60\%$, $\pm 80\%$ und $\pm 100\%$ bezogen auf den Härteranteil entsprechen.

Die Ergebnisse zeigen eine nicht lineare Abhängigkeit zwischen dem Mischungsverhältnis und dem Härteranteil des Klebstoffes. Das reine Harz verfügt über eine Permittivität von 5,9 und der reine Härter von 26,3. Die Permittivität steigt zunächst mit einer konstanten Steigung von 0,32 pro 5 % Erhöhung des Härteranteils bis zum Erreichen des Soll-Mischungsverhältnisses an (Permittivität 7,1). Im weiteren Verlauf steigt mit zunehmendem Härteranteil die Permittivität des Gemisches stärker. Der Fehler, als Standardabweichung der Permittivität, ist mit 0,066 gering.

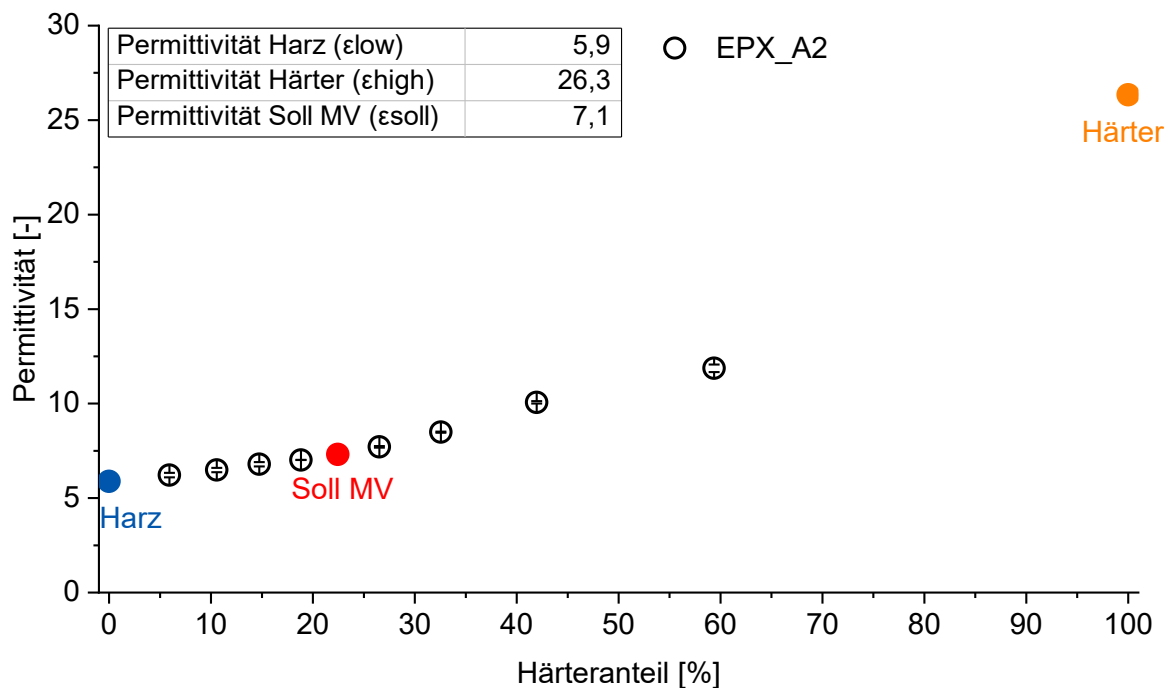


Abbildung 33 - Abhängigkeit der Permittivität vom Härteranteil für EPX_A2

6.2.2 Anwendbarkeit Lichtenecker und Rother

Die Theorie von Lichtenecker und Rother (L&R) bietet die Möglichkeit, Permittivitäten von Gemischen anhand der Permittivitäten der Reinstoffe sowie dem empirisch zu ermittelndem Formfaktor „K“ vorherzusagen. Dieser Ansatz wird auf die Permittivitätsmessungen an gemischten Klebstoffen übertragen und K aus den Permittivitätsmessungen an Gemischen über das Verfahren der kleinsten Fehlerquadrate ermittelt. Abbildung 34 zeigt den Fit der zuvor beschriebenen Permittivitätsbestimmung des EPX_A2 mit der Gleichung von L&R.

Für den Klebstoff EPX_A2 wird der Formfaktor K zu -0,61 bestimmt. Das Bestimmtheitsmaß R^2 beträgt 0,994.

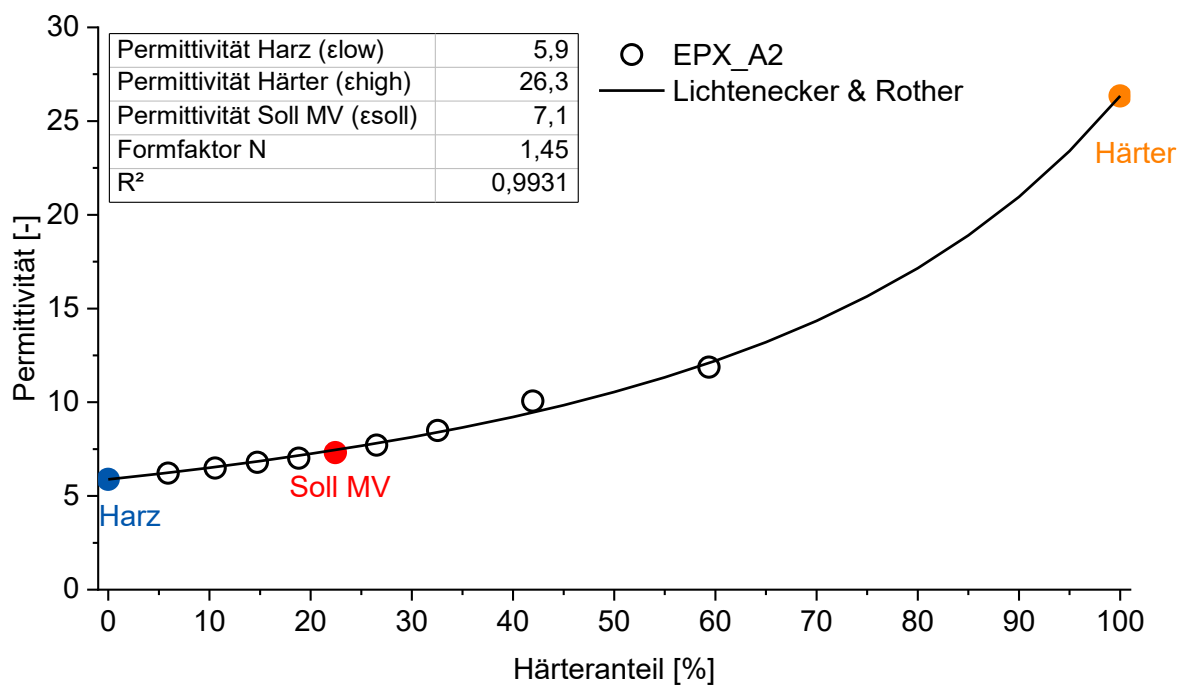


Abbildung 34 - Abhängigkeit der Permittivität vom Härteranteil für EPX_A2 (Vergleich mit der Theorie von Lichtenecker und Rother)

6.2.3 Bestimmung des Formfaktors für die Normierung nach Maxwell-Wagner-Sillars

Die Normierung nach Maxwell-Wagner-Sillars bietet die Möglichkeit Permittivitäten in ein direkt ablesbares und normiertes Mischungsverhältnis zu überführen. Neben den Permittivitäten der Einzelkomponenten wird ein empirisch zu ermittelnder Formfaktor N benötigt (vgl. mit dem Formfaktor K von L&R). Der Formfaktor wird aus den Permittivitätsmessungen an Gemischen nach dem Prinzip der kleinsten Fehlerquadrate bestimmt und beträgt bei Raumtemperatur 1,45 ($R^2 = 0,993$). Die Normierung erfolgt für jeden Messpunkt nach Gleichung (16) und den in Tabelle 14 aufgeführten und zuvor ermittelten Parametern.

Tabelle 14 - Ermittelte dielektrische Parameter des Klebstoffes EPX_A2

Permittivität Harz (ϵ_{low})	5,9
Permittivität Härter (ϵ_{high})	26,3
Permittivität Soll MV (ϵ_{soll})	7,1
Formfaktor K - L&R (R^2)	-0,61 (0,9943)
Formfaktor N - MWS (R^2)	1,45 (0,9931)

Abbildung 35 zeigt die nach Maxwell-Wagner-Sillars normierten Ergebnisse und ermöglicht einen direkten Vergleich der realen (x-Achse) mit den gemessenen (y-Achse) Härteranteilen.

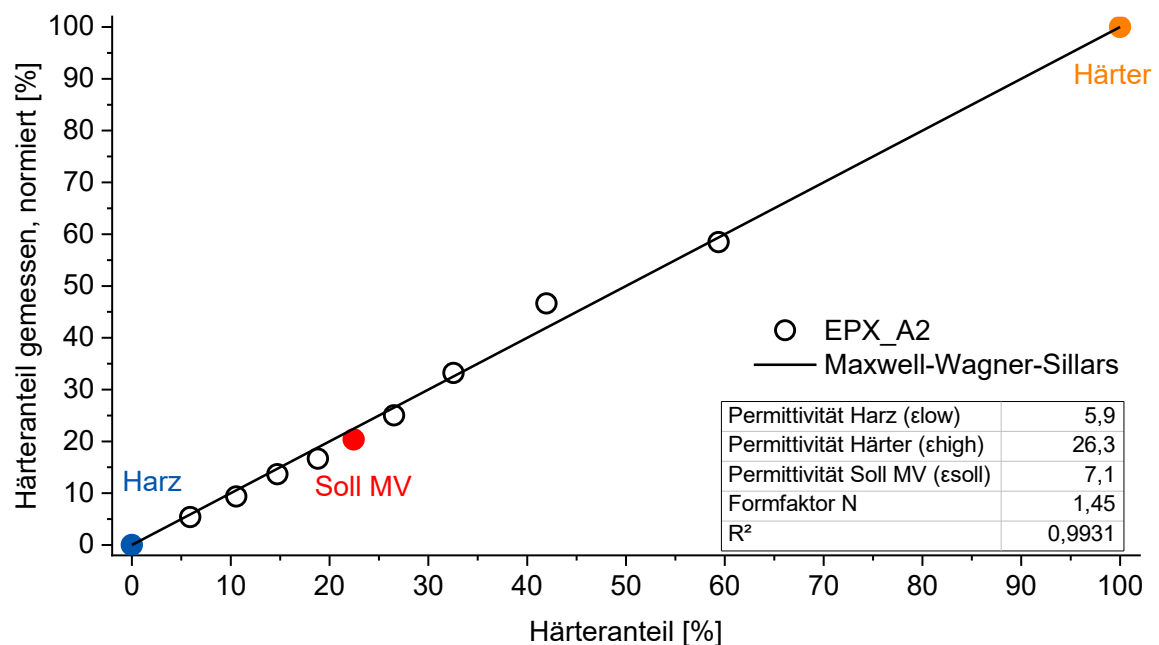


Abbildung 35 - Normierung des gemessenen Härteranteils von EPX_A2 nach Maxwell-Wagner-Sillars

6.2.4 Bestimmung ECT-Eignungsindex

Die ECT-Indizes stellen eine unabhängige Größe zur Beurteilung der Eignung eines Klebstoffes für die ECT dar. Abbildung 36 zeigt den Permittivitätsverlauf des EPX_A2 über der Abweichung vom Soll-Mischungsverhältnisses. Analog zu 6.2.1 ist zu erkennen, dass bei einer Reduktion des Härteranteils (blaue Markierung) die Permittivität mit einem konstanten Faktor von 0,12 pro 10% Abweichung abnimmt. Bei einer Reduktion des Harzanteils (orangefarbene Markierung) verhält sich die Permittivität bis zu einer Abweichung von 40 % linear, bevor diese stark ansteigt. Über den Fit nach L&R wird die zur erwartende Permittivitätsdifferenz bei einer Abweichung vom Soll-Mischungsverhältnis von $\pm 10\%$ - und damit die ECT-Indizes bestimmt.

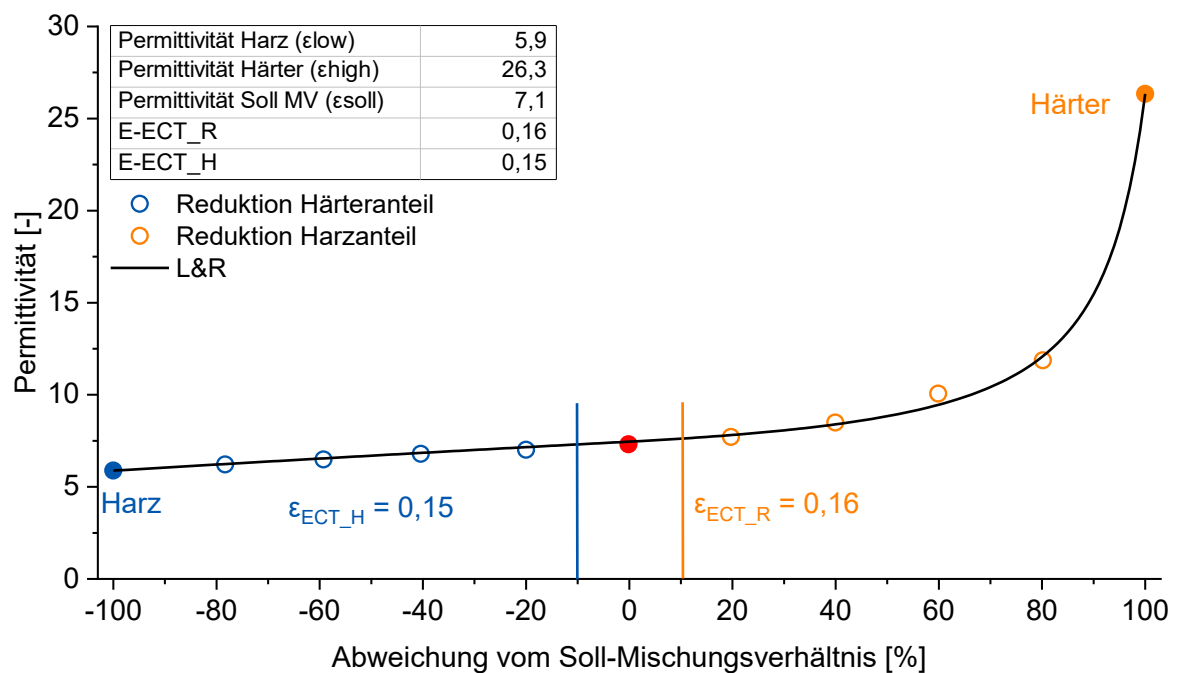


Abbildung 36 - Prinzip-Darstellung der Ermittlung des ECT-Indizes des Klebstoffes EPX_A2

6.2.5 Einfluss der Temperatur auf die Permittivität

Es ist bekannt, dass Permittivitäten verschiedener Materialien temperaturabhängig sein können. Daher wird neben der Ermittlung der zuvor gezeigten Materialparameter die Temperaturabhängigkeit der Permittivität von Klebstoffen untersucht. Für diese Untersuchungen wird der Klebstoff EPX_C1 ausgewählt. EPX_C1 ist ein warmhärtendes Epoxid, verfügt über eine sehr lange Topfzeit und eignet sich daher gut für die nachfolgenden Untersuchungen. Harz und Härter werden zunächst getrennt im Ofen für eine Stunde auf die jeweilige Temperatur (30 °C; 50 °C; 70 °C und 90 °C) temperiert und anschließend im gewünschten Mischungsverhältnis im Speedmixer (vgl. Kapitel 5.2) gemischt. Anschließend erfolgte eine weitere Temperierung im Ofen von 15 Minuten. Die Proben wurden entnommen und die Permittivität unverzüglich mittels PMG bestimmt.

Die Ergebnisse zeigen eine signifikante Temperaturabhängigkeit des EPX_C1 im Bereich 30 bis 90 °C. Sowohl die Permittivität des Harzes als auch die Permittivität des Härters und die Permittivität der Mischung steigen mit zunehmender Temperatur. Der stärkste Anstieg der Permittivität des Härters ist mit einem $\Delta\epsilon_H$ von 0,7 zwischen 30 °C und 50 °C zu beobachten. Der stärkste Anstieg der Permittivität des Harzes hingegen bei einer Temperatur zwischen 70 °C und 90 °C ($\Delta\epsilon_R = 0,7$). Die Formfaktoren steigen zwischen 30 °C und 90 °C mit der Temperatur von -0,01 auf 0,35 (L&R) sowie von 2,7 auf 4,4 (MWS).

Tabelle 15 - Einfluss der Temperatur auf dielektrische Kennwerte des Klebstoffes EPX_C1

	30 °C	50 °C	70 °C	90 °C
Permittivität Harz (ϵ_{low})	8,3	8,5	8,9	9,6
Permittivität Härter (ϵ_{high})	3,3	4,0	4,4	4,6
Permittivität Soll MV (ϵ_{soll})	5,5	6,2	6,6	6,9
Formfaktor K (L&R)	-0,01	0,09	0,23	0,35
Formfaktor N (MWS)	2,66	2,75	3,33	4,40
E_{ECT_R} (Reduktion Harzanteil)	0,13	0,13	0,12	0,13
E_{ECT_H} (Reduktion Härteranteil)	0,13	0,13	0,12	0,13

Der Verlauf der Permittivität in Abhängigkeit der Temperatur stellt eine stetige Funktion dar (vgl. Abbildung 37).

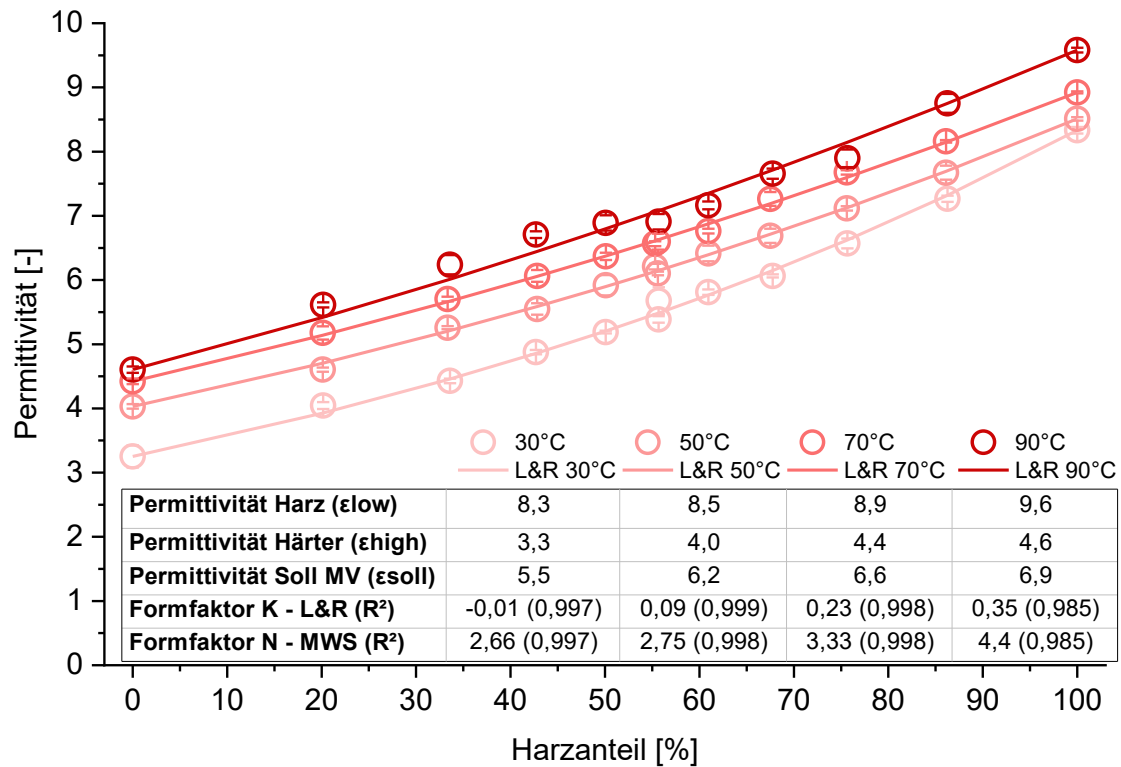


Abbildung 37 - Einfluss der Temperatur und des Harzanteils auf die Permittivität des Klebstoffes EPX_C1

6.2.6 Diskussion

Um für eine ECT-Anwendung geeignet zu sein, müssen beide Komponenten des Klebstoffs eine messbare Permittivitätsdifferenz aufweisen, die laut Hersteller der ECT-Hardware einen Wert größer als zwei haben sollte. Von den untersuchten Klebstoffen besitzen etwa die Hälfte eine signifikante Permittivitätsdifferenz. Allerdings variieren die Permittivitäten von Harz und Härter zwischen den untersuchten Klebstoffen stark, sodass keine allgemeinen Schlüsse auf die Eignung bestimmter Klebstoffklassen oder Komponenten höherer Permittivität gezogen werden können. Das Vorhandensein einer Permittivitätsdifferenz muss daher experimentell ermittelt werden.

Der Ansatz Lichtenecker und Rother zur Vorhersage der Permittivität von Mischungen auf Basis der Permittivitäten der Reinstoffe sowie dem Formfaktor K ist auf Klebstoffe übertragbar. Es wird gezeigt, dass die Theorie von L&R geeignet ist, um die Permittivität von gemischten Klebstoffkomponenten als Funktion des Mischungsverhältnisses zu beschreiben. Mit Hilfe der gezeigten Messungen kann der notwendige Formfaktor K empirisch ermittelt werden. Gleiches gilt für das Normierungsverfahren von Maxwell-Wagner-Sillars. Dieses Verfahren wird als geeignet angesehen, die Permittivitäten von Klebstoffen in Mischungsverhältnisse zu überführen. Der notwendige Formfaktor N kann ebenfalls aus den gezeigten Messungen empirisch ermittelt werden. Dies ermöglicht für zukünftige Messungen eine deutliche Reduktion des Messaufwandes, da für die Bestimmung der Formfaktoren und damit für die Beschreibung des Zusammenhanges zwischen Permittivität und Mischungsverhältnis eines Klebstoffs nur noch drei Messungen (Reinkomponenten + eine Mischung) notwendig sind. Diese Erkenntnisse bilden die Basis zur Bestimmung der ECT-Indizes als unabhängiges Maß für die Eignung eines Klebstoffs für die ECT. Der ECT Index ist dabei als individueller Materialkennwert zu verstehen und für jeden Klebstoff empirisch zu ermitteln. Im Falle der vier untersuchten Klebstoffe liegt der ECT-Index im Bereich von 0,11 bis 0,2. Nachfolgend sind die Ergebnisse in Tabelle 16 für ausgewählter Klebstoffe zusammengefasst:

Tabelle 16 - Übersicht der dielektrischen Kennwerte für EPX_A2, EPX_A3, EPX_C1 und PUR_C1

	EPX_A2 (21 °C)	EPX_A3 (21 °C)	EPX_C1 (30 °C)	PUR_C1 (21 °C)
Permittivität Harz (ϵ_{low})	5,9	5,7	8,3	16,1
Permittivität Härter (ϵ_{high})	26,3	16,7	3,3	8,3
Permittivität Soll MV (ϵ_{soll})	7,1	6,8	5,5	11,1
Formfaktor K (L&R)	-0,61	-0,53	-0,01	-0,68
Formfaktor N (MWS)	1,45	1,51	2,66	1,3
$E_{ECT,R}$ (Reduktion Harzanteil)	0,15	0,11	0,13	0,20
$E_{ECT,H}$ (Reduktion Härteranteil)	0,16	0,12	0,13	0,19

Des Weiteren wird nachgewiesen, dass die Permittivität von Klebstoffen sowie die Formfaktoren nach Lichtenecker und Rother sowie Maxwell-Wagner-Sillars temperaturabhängig sind. Abbildung 38 visualisiert die Temperaturabhängigkeit dieser charakteristischen Größen des untersuchten Klebstoffs EPX_C1. Die Ergebnisse wurden mit einem polynomiellen Fit 2. Ordnung bzw. im Falle des Formfaktors K linear interpoliert. Das Bestimmtheitsmaß R^2 beträgt in allen Fällen mehr als 0,998. Sowohl die Permittivität als auch die Formfaktoren nehmen mit steigender Temperatur zu. Die Temperatur ist demnach ein wichtiger Parameter und für ECT-Messungen in der Klebtechnik zu berücksichtigen.

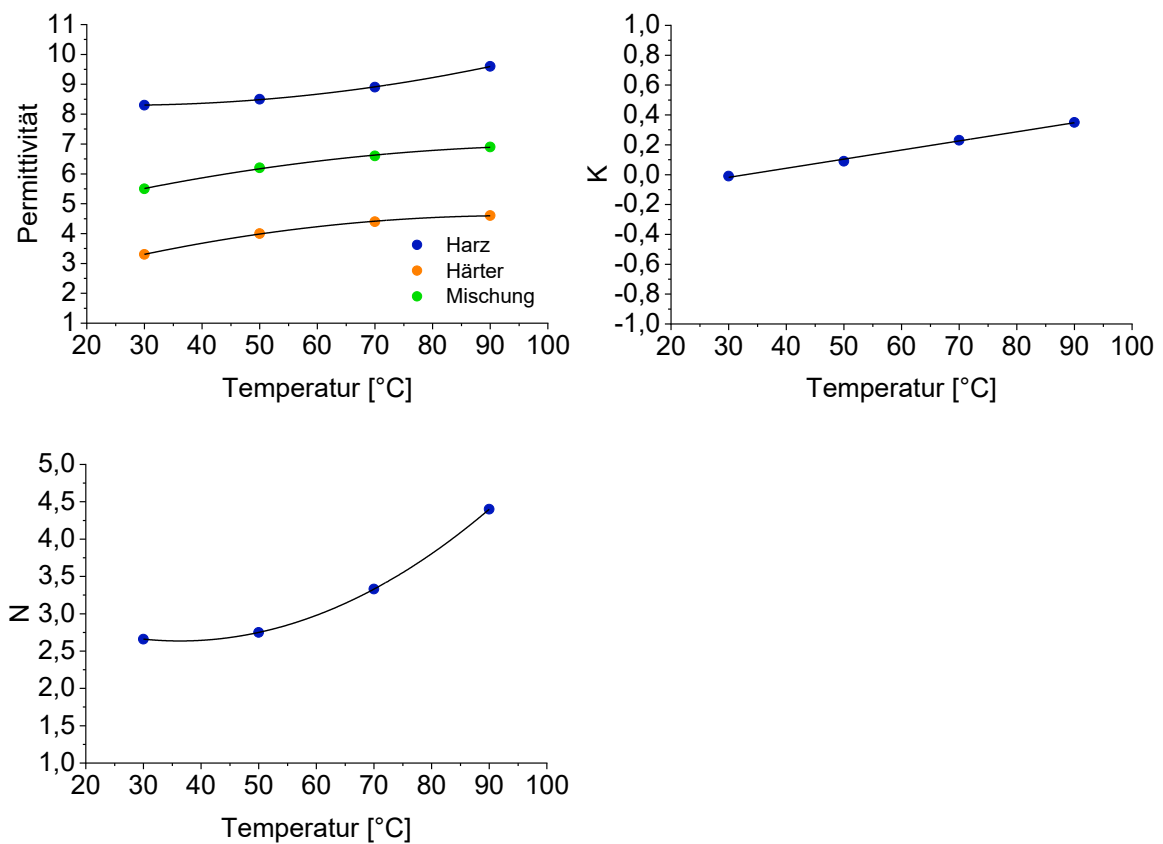


Abbildung 38 - Einfluss der Temperatur auf die Permittivität und die Formfaktoren K sowie N des Klebstoffs EPX_C1

6.3 ECT im Labormaßstab

Auf Basis der Permittivitätsbestimmung werden zunächst ECT-Messungen im Labormaßstab durchgeführt. Das Ziel der Versuche ist es, die Leistungsfähigkeit der ECT, der Algorithmen sowie der Normierungsverfahren und klebtechnischen Anpassungen unter kontrollierten Laborbedingungen zu untersuchen. Des Weiteren werden die gewonnenen Erkenntnisse zur Permittivität von Klebstoffen auf die ECT übertragen und die vorherigen Ergebnisse, insbesondere die Ermittlung des Formfaktors, verifiziert.

6.3.1 Setup

Für die nachfolgenden Versuche wird der Klebstoff EPX_A2 verwendet. EPX_A2 kann bei Raumtemperatur verarbeitet werden und verfügt mit 120 Minuten über eine ausreichend lange Topfzeit zur händischen Verarbeitung. Um den Klebstoff mit der ECT messen zu können, wird dieser blasenfrei in Musterröhrchen (Liner) gefüllt. Dieser Vorgang sollte möglichst schnell vollzogen werden, um unerwünschte Effekte, beispielsweise durch einsetzende Härtungsreaktionen, zu vermeiden. Für die Füllung der Liner wird daher ein Adapter entwickelt und im 3D-Druck Verfahren gefertigt. Der Adapter ermöglicht ein direktes Füllen der Liner aus Speedmixerdosen (vgl. Abbildung 39).

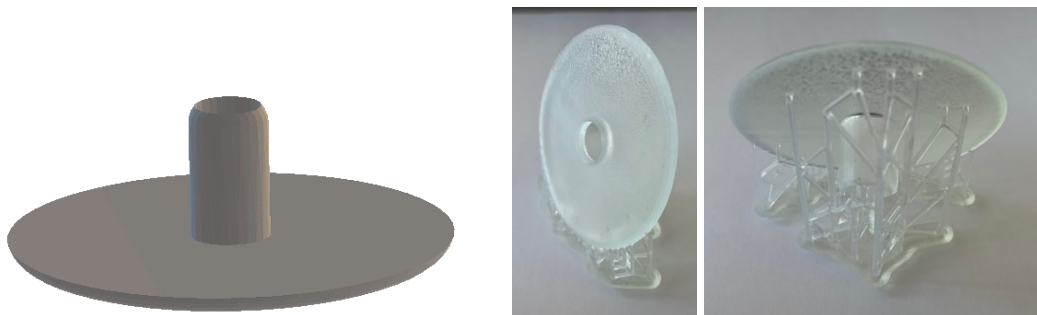
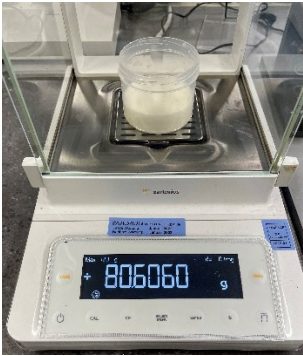


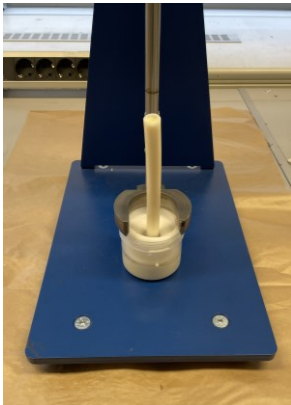




Abbildung 39 - Adapter zum Füllen von Musterröhrchen

Der Ablauf der Probenpräparation und der ECT-Messung ist in Tabelle 17 gezeigt. Beide Klebstoffkomponenten werden zunächst für drei Stunden im Labor auf 21 °C vorkonditioniert und anschließend von Hand im gewünschten Mischungsverhältnis in Speedmixerdosen eingewogen (a). Um eine möglichst homogene Mischung zu gewährleisten, wird der Klebstoff anschließend in zwei Durchgängen im Speedmixer für 50 Sekunden bei 800 U/min und 0,3 bar Druck gemischt (b). Zum Füllen wird eine Kniehebelpresse (c) verwendet. Diese ermöglicht mit Hilfe des entwickelten Adapters das direkte, blasenfreie Füllen der Musterröhrchen aus den Speedmixerdosen (d). Die gefüllten Musterröhrchen werden umgehend in die vorbereitete ECT eingebracht und gemessen (e und f). Der Vorgang dauert vom ersten Kontakt der Klebstoffkomponenten bis zur Messung maximal 180 Sekunden.

Tabelle 17 - Ablauf einer ECT-Labormessung

 <p>a)</p>	 <p>b)</p>	 <p>c)</p>
 <p>d)</p>	 <p>e)</p>	 <p>f)</p>

Auf diese Weise werden pro Klebstoff Messungen an neun Mischungen sowie den beiden Reinkomponenten durchgeführt. Ausgangsbasis bildet das vorgegebene Soll-Mischungsverhältnis. Anschließend wird der Harz- bzw. Härteranteil, bezogen auf die Masse, in 10 %-Schritten bis zu einer maximalen Abweichung von 40 % variiert. Jede Messung besteht aus 100 Tomogrammen, von denen ca. 20 Tomogramme (Frames) ausgewertet werden. Die Auswertung des Mischungsverhältnisses erfolgt als Mittelwert dieser 20 Frames. Die Standardabweichung ist - sofern relevant - als Fehlerbalken dargestellt. Die Messungen werden mit beiden Liner-Varianten durchgeführt. Es handelt sich jeweils um dieselben Mischungen und innerhalb der Liner-Variante um dasselbe Musterröhrchen. Dies ermöglicht eine Vergleichbarkeit der Ergebnisse der Untersuchungen untereinander. Die gewonnenen Datensätze wurden anschließend differenziert nach den vorgestellten klebtechnischen Anpassungen ausgewertet. Als Referenz dient die Standardauswertung nach dem LBP-Verfahren. Ergänzend erfolgen Untersuchungen zum Einfluss einer Härtingsreaktion anhand des Klebstoffes EPX_C1 sowie eine Betrachtung des ECT-Index anhand des Klebstoffes EPX_A3.

6.3.2 Referenzmessung am Klebstoff EPX_A2

Der Referenzdatensatz wird unter Verwendung der Liner-Variante 2 (1,0 mm) aufgenommen. Die ECT wird mit den beiden Einzelkomponenten - Harz und Härter - des Klebstoffes EPX_A2 referenziert. Die niedrige Referenz entspricht somit einer Permittivität von 5,9 und die hohe Referenz einer Permittivität von 26,3.

Der Datensatz wird unter Verwendung der „Linearen Rückprojektion“ mit der Normierung nach dem Parallelmodell ausgewertet. Da zu erwarten ist, dass der gemessene Härteranteil aufgrund der nicht linearen Korrelation zwischen Permittivität und Mischungsverhältnis unterschätzt wird (vgl. Kapitel 6.2.1), ist zum Vergleich der zu erwartende Härteranteil nach Lichtenecker und Rother (schwarz durchgezogene Linie) bezogen auf die Ergebnisse der Reinkomponenten herangezogen worden. Das Ergebnis ist in Abbildung 40 (links) dargestellt. Die schwarz gestrichelte Linie stellt das optimale Ergebnis (Härteranteil gemessen = Härteranteil real) dar.

Die Messung des reinen Harzes (0 % Härteranteil) wird mit einem gemessenen Härteranteil von 10 % überschätzt. Im Mittel zeigt sich, dass der Härteranteil deutlich unterschätzt wird. Nachfolgende Proben mit steigendem Härteranteil unterscheiden sich nur geringfügig untereinander und führen nicht zu einem steigenden, gemessenen Härteranteil. Es ist keine Abhängigkeit des gemessenen Härteranteils vom tatsächlichen Härteranteil erkennbar. Einzig die Messung des reinen Härters stimmt mit dem Optimum überein.

Die Messwerte werden im Anschluss nach L&R normiert (Abbildung 40 rechts). Die Absolutwerte der Einzelmessungen liegen im vorgegebenen Bereich zwischen 15 und 30 % Härteranteil. Aufgrund der fehlenden Abhängigkeit zwischen Messergebnis und Härteranteil besteht auch keine Korrelation zur Theorie von L&R. Drei von neun Messwerten liegen im Bereich von $\pm 5\%$ um das Optimum.

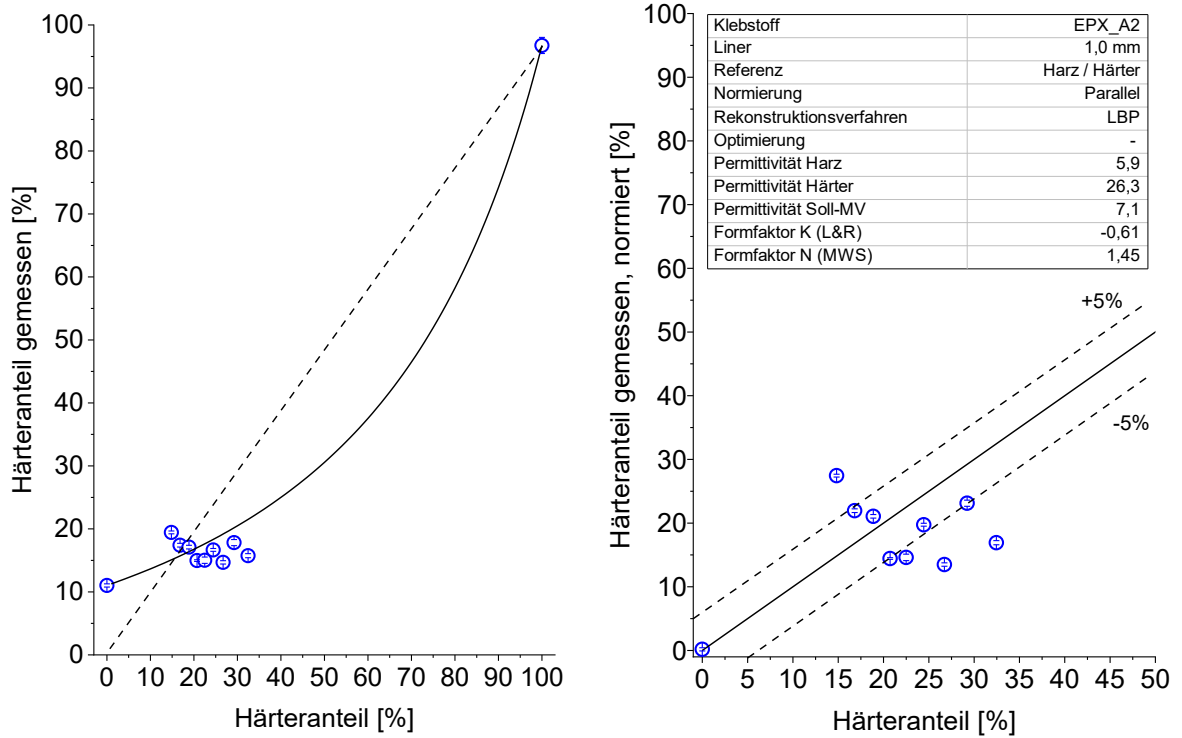


Abbildung 40 - Messung des Härteranteils an EPX_A2 (links: Referenz; rechts: Referenz normiert nach L&R)

6.3.3 Einfluss der Normierung

Der Datensatz wird im Anschluss unter Verwendung der Normierung von Maxwell-Wagner-Sillars mit dem zuvor ermittelten Formfaktor $N = 1,45$ ausgewertet (vgl. Abbildung 41 links). Die Ergebnisse zeigen, im Gegensatz zur Referenz, eine Abhängigkeit zwischen Mischungsverhältnis und gemessenem Härteranteil. Im Falle einer Vorgabe von 0 % Härteranteil (reines Harz) beträgt der gemessene Härteranteil 25 %. Die Messung des reinen Härters (100 % Härteranteil) liegt im Bereich des Optimums. Normiert auf die Messung der beiden Einzelkomponenten, liegen fünf von neun Messwerten im Bereich von $\pm 5\%$ um das Optimum. Zwei Proben wurden um 7 % bzw. 14 % überschätzt. Zwei weitere Proben um jeweils 15 % unterschätzt.

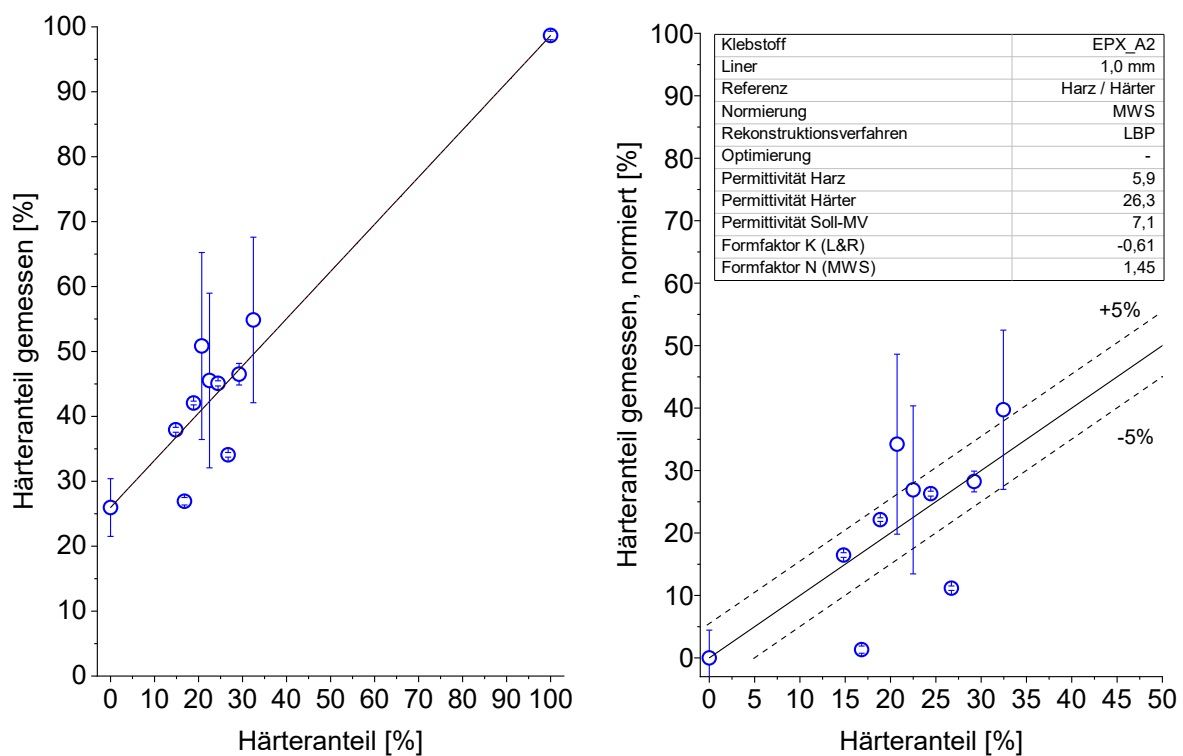


Abbildung 41 - Messung des Härteranteils an EPX_A2 (links: Rekonstruktion nach MWS; rechts: Rekonstruktion nach MWS, normiert)

6.3.4 Einfluss der Value-Korrektur

In einem weiteren Schritt wird ergänzend die „Value-Korrektur“ verwendet. Diese prüft, ob einzelne Kapazitätsmesswerte kleiner als die niedrige Referenz vorliegen. Ist dies der Fall, werden diese mit der niedrigen Referenz gleichgesetzt. Dieses Vorgehen soll ungewünschte Artefakte der Rekonstruktion vermeiden.

Bei Verwendung der Value-Korrektur liegt der gemessene Härteranteil beim reinen Harz bei 10 % - vergleichbar mit der Referenz. Der Härteranteil der Probe mit reinem Härter liegt im Optimum. Im Gegensatz zur Referenz ist eine deutliche Abhängigkeit zwischen realem und gemessenem Härteranteil zu erkennen. Normiert auf die Messwerte der Reinkomponenten liegen acht von neun Messwerten im Bereich von $\pm 5\%$ um das Optimum. Die durchschnittliche Abweichung vom Optimum beträgt 2,1 % und die maximale Abweichung beträgt 5,2 %.

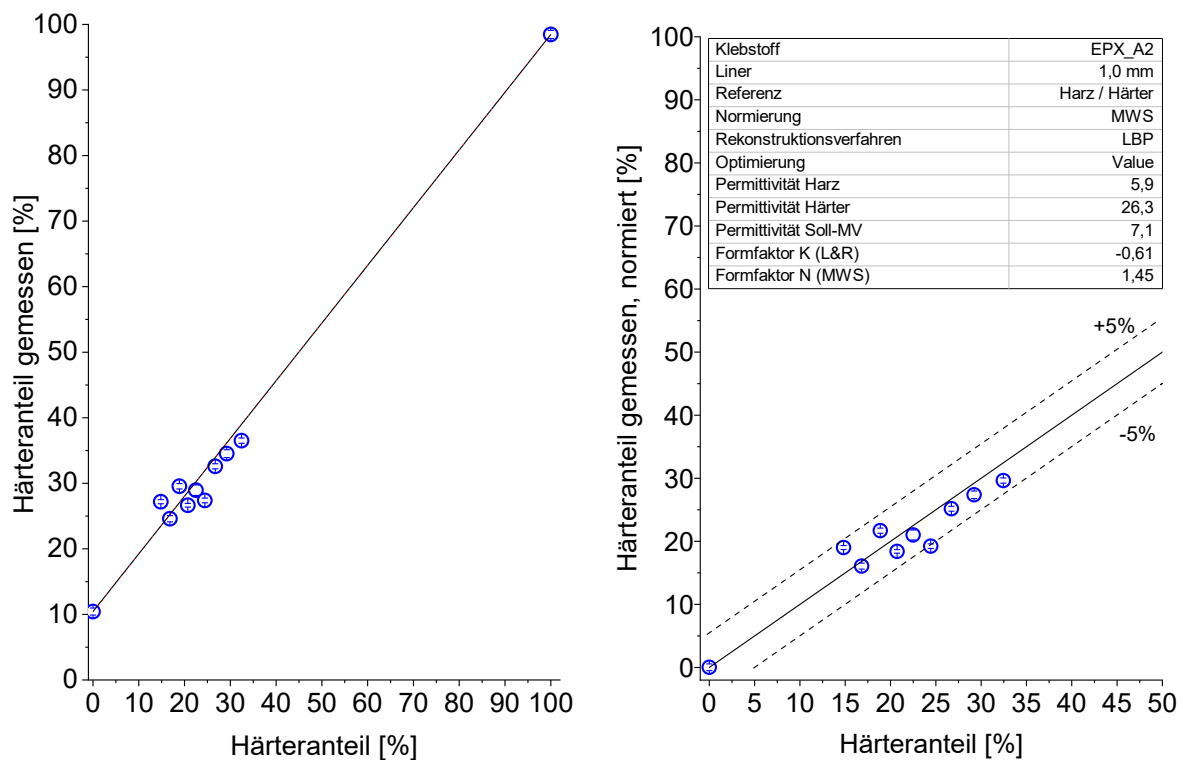


Abbildung 42 - Messung des Härteranteils an EPX_A2 (links: Rekonstruktion nach MWS + Value-Korrektur; rechts: Rekonstruktion nach MWS + Value-Korrektur, normiert)

6.3.5 Einfluss der Liner-Korrektur

Die Verwendung der Liner-Korrektur (632 Pixel, Permittivität Liner = 2,1) führt bei einer Messung des reinen Harzes zu einer Überschätzung des gemessenen Härteranteils um 4,4 %. Die Messung des reinen Härters liegt weiterhin im Optimum. Wird der Datensatz auf die beiden Reinkomponenten normiert, liegen alle Messwerte innerhalb des Bereiches von $\pm 5\%$ um das Optimum. Die mittlere Abweichung vom Optimum beträgt 1,7 % bei einer maximalen Abweichung von 3,4 %.

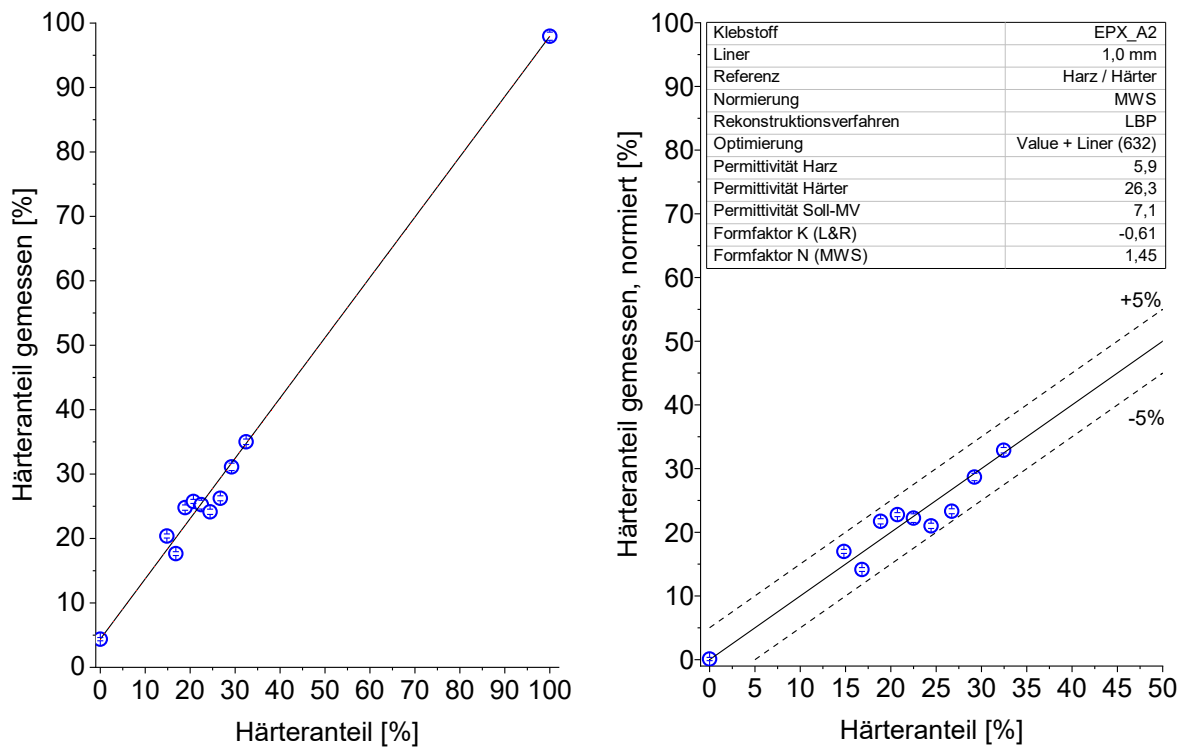


Abbildung 43 - Messung des Härteranteils an EPX_A2 (links: Rekonstruktion nach MWS + Value-Korrektur + Liner-Korrektur; rechts: Rekonstruktion nach MWS + Value-Korrektur + Liner-Korrektur, normiert)

6.3.6 Einfluss des Liners

Um den Einfluss des Liners untersuchen zu können, wird die zuvor dargestellte Messreihe für Liner-Variante 1 (0,07 mm) wiederholt. Es handelt sich um dieselbe Mischung wie bei den vorherigen Untersuchungen. Als Referenz dient - wie zuvor - die Auswertung nach dem Standardverfahren (LBP, Parallelmodell). Die Werte wurden mit der Theorie nach L&R gefittet. Die Referenzmessung zeigt eine Korrelation zur Theorie von L&R. Der Härteranteil der Messung des reinen Harzes wird um 5 % überschätzt. Die Normierung auf die Funktion von L&R zeigt, dass sechs von neun Messwerten innerhalb der $\pm 5\%$ Zone um das Optimum liegen.

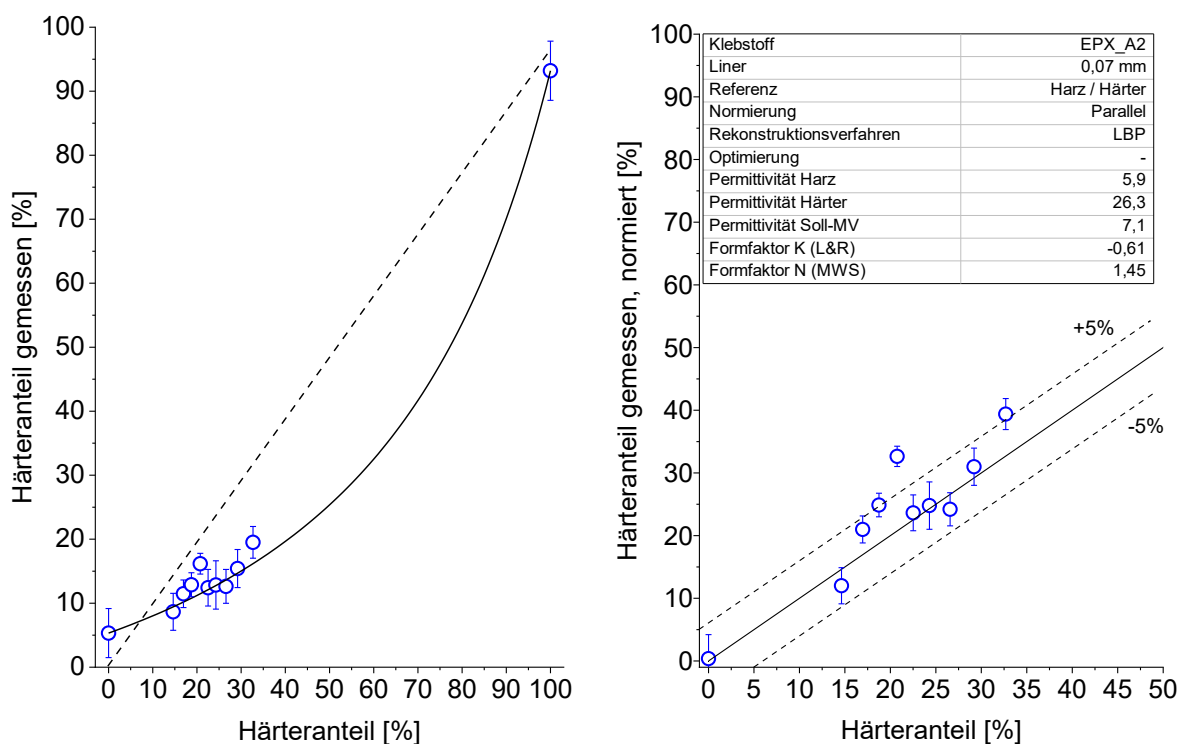


Abbildung 44 - Messung des Härteranteils an EPX_A2 unter Verwendung von Liner-Variante 1 (0,07 mm) (links: Referenz; rechts: Referenz normiert nach L&R)

Nach der Normierung nach Maxwell-Wagner-Sillars und der zusätzlichen Value-Korrektur zeigen bereits eine gute Übereinstimmung mit dem prognostizierten Optimum. Die Normierung nach MWS unterschätzt das gemessene Mischungsverhältnis im Durchschnitt um 3,9 %, wobei die maximale Abweichung bei 7,2 % beträgt. Die Unterschätzung des Mischungsverhältnisses wird durch die Value-Korrektur ausgeglichen. Die durchschnittliche Abweichung beträgt bei Verwendung der Value-Korrektur 1,6 %, bei einer maximalen Abweichung von 5,3 %. Die Liner-Korrektur führt bei Verwendung von Liner-Variante 1 zu keiner signifikanten Verbesserung der Ergebnisse (Abbildung 46).

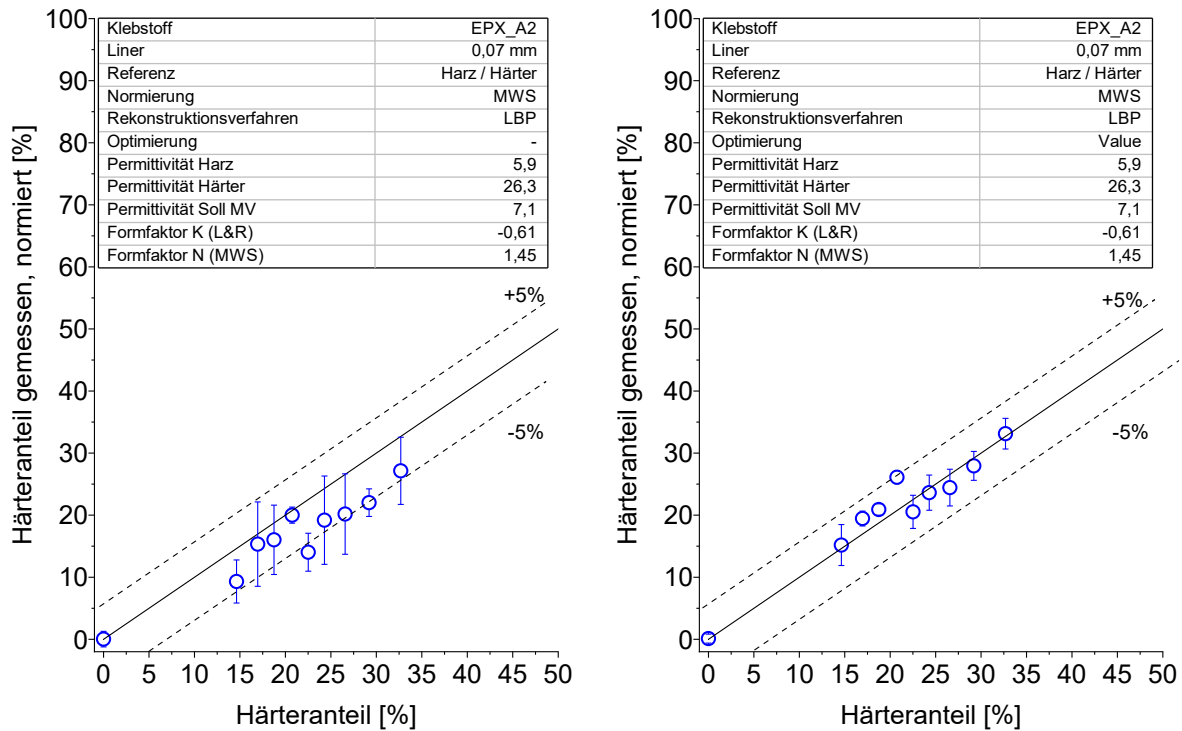


Abbildung 45 - Messung des Härteranteils an EPX_A2 unter Verwendung von Liner-Variante 1 (0,07 mm) (links: Rekonstruktion nach MWS; rechts: Rekonstruktion nach MWS + Value-Korrektur, normiert)

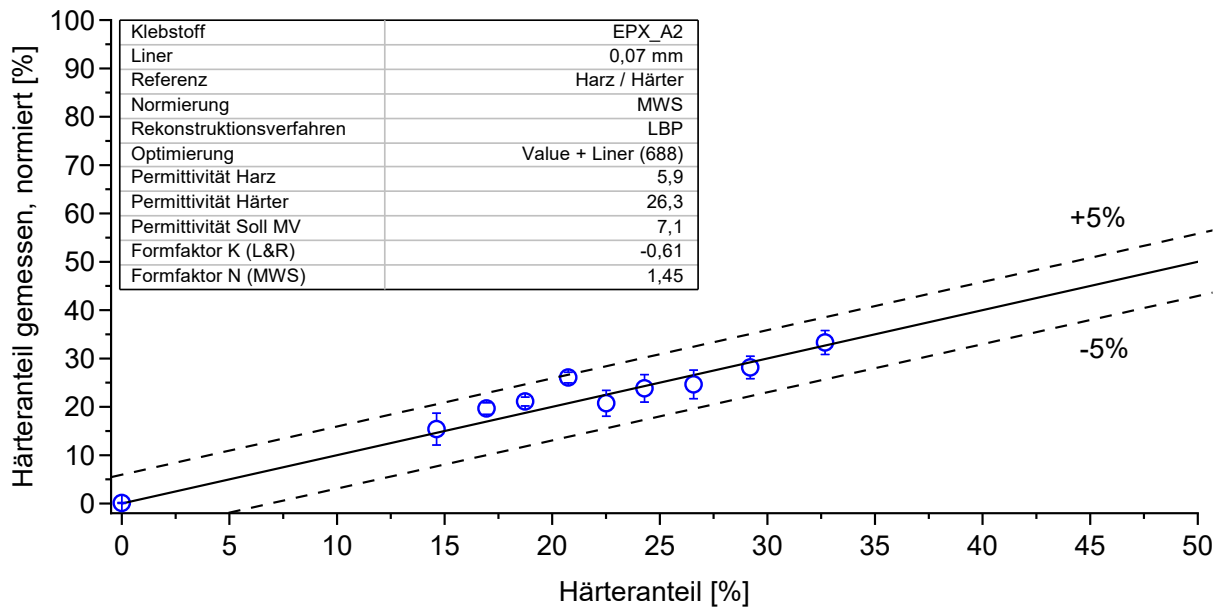


Abbildung 46 - Messung des Härteranteils an EPX_A2 unter Verwendung von Liner-Variante 1 (0,07 mm) (MWS + Value-Korrektur + Liner-Korrektur, normiert)

6.3.7 Einfluss der Referenzen auf den gemessenen Härteranteil

Der Einfluss der Referenzen wird anhand der Konfiguration aus 6.3.6 unter Verwendung von Liner-Variante 1 (0,07 mm) und der Value- sowie Liner-Korrektur untersucht. Es werden dieselben Proben verwendet und unter der Verwendung dreier Referenzierungen gemessen. Abbildung 47 zeigt die Ergebnisse der drei durchgeführten Messreihen. Die hellblaue Reihe (Quadrate) zeigt die Ergebnisse unter Verwendung der Standard-Referenzierung mit den beiden Reinkomponenten Harz und Härter. Für die anderen beiden Messreihen werden die Referenzierung Luft-Härter und Luft-Isopropanol verwendet. Die Referenzierung mit Luft und Isopropanol erfolgen ohne Liner. Dies bietet den Vorteil, dass im Gegensatz zur Verwendung der Reinkomponenten als Referenz, was nur mit Liner möglich ist, sehr homogene Referenzen erzeugt werden können.

Die Ergebnisse der Referenzierung mit den beiden Reinkomponenten (Harz + Härter) entsprechen denen aus Abbildung 46. Das reine Harz wird mit einem Härteranteil von 5 % leicht überschätzt, die reine Härterkomponente wird korrekt mit 100 % Härteranteil bestimmt.

Die zweite Messreihe wird mit der Referenzierung mittels niedriger Referenz (Luft, Permittivität 1) sowie der hohen Referenz (reinen Härterkomponente, Permittivität 26,3) aufgenommen. Der gemessene Wert der reinen Harzkomponente verschiebt sich vor der Normierung durch die alternative Referenzierung mit Luft, dessen Permittivität deutlich unter der Permittivität der Harzkomponente liegt, auf 52,4 %. Die reine Härterkomponente wird weiterhin mit 100 % Härteranteil gemessen.

Die dritte Messreihe wird mit der Referenzierung Luft (Permittivität 1) und Isopropanol (Permittivität 20,3) aufgenommen. Die Messung der reinen Harzkomponente liegt vor der Normierung bei 32,2 % Härteranteil. Die reine Härterkomponente wird mit 80,0 % gemessen.

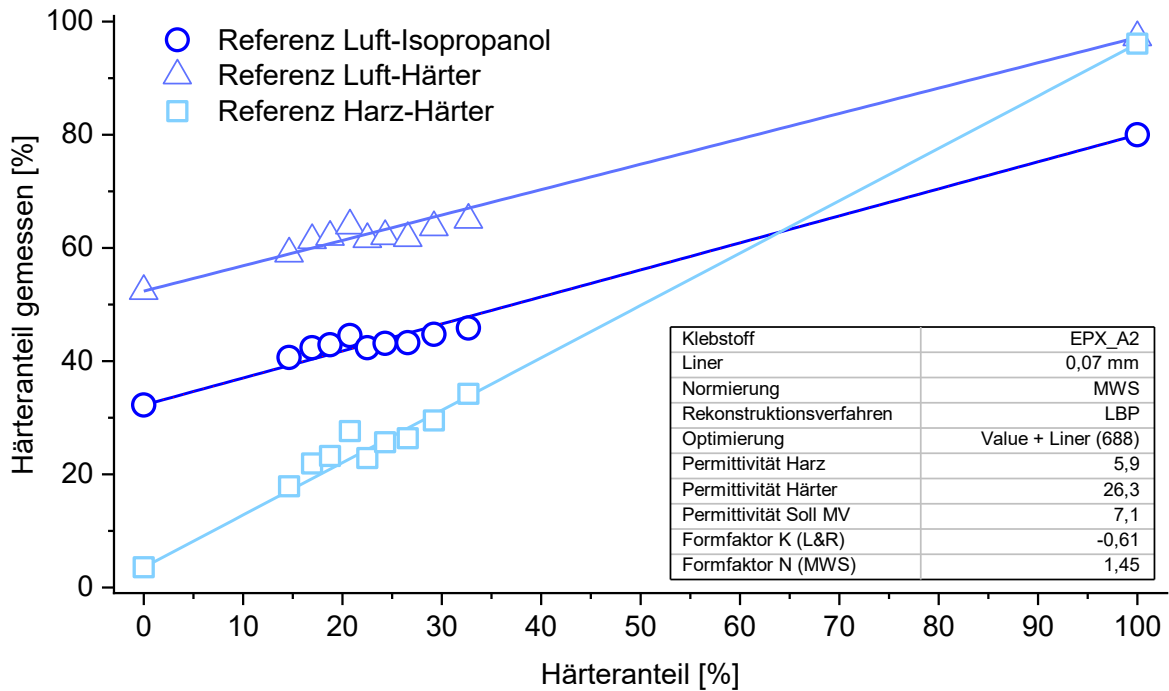


Abbildung 47 - Einfluss verschiedener Referenzen auf den gemessenen Härteranteil von EPX_A2

Anschließend werden die Datensätze auf die Messungen der Reinkomponenten normiert. Es zeigt sich, dass zwischen den drei Referenzierungsvarianten bezüglich der Detektion des Mischungsverhältnisses keine signifikanten Unterschiede bestehen. Lediglich der Messbereich vor der Normierung verschiebt sich entsprechend der verwendeten Referenzierung.

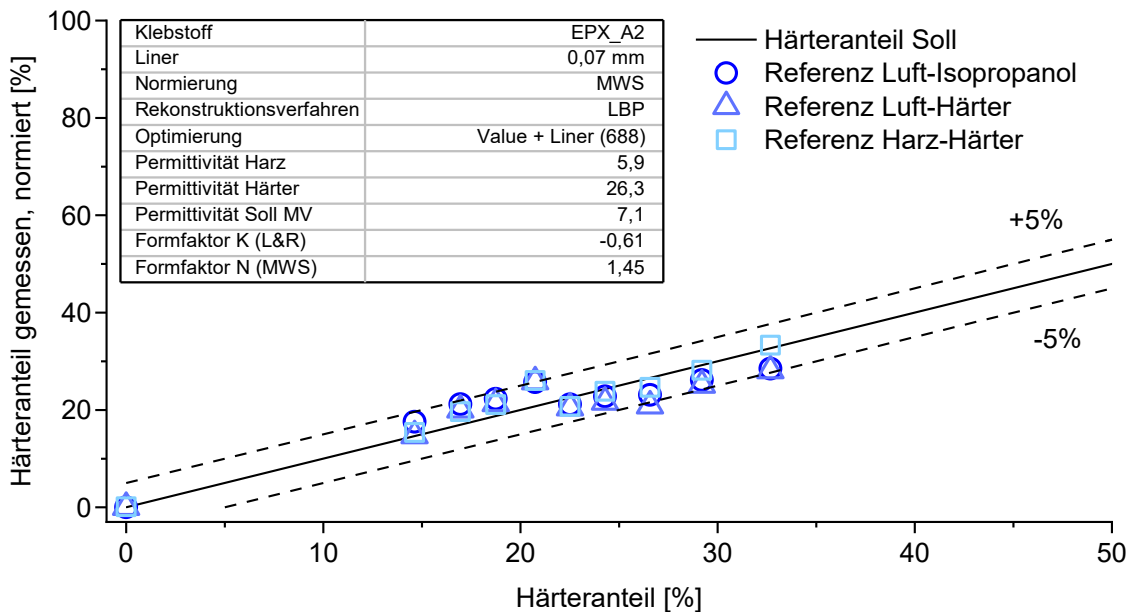
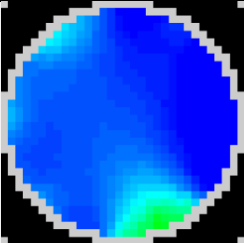
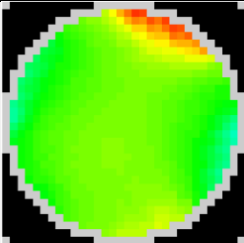
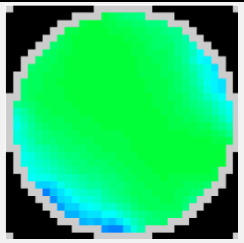
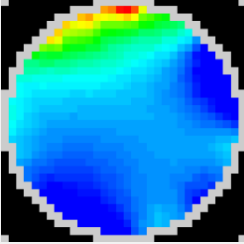
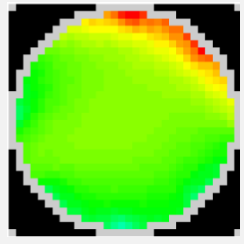
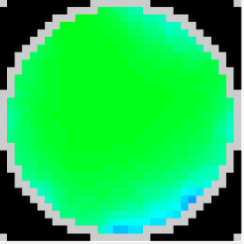
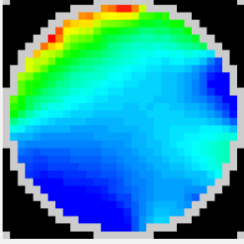
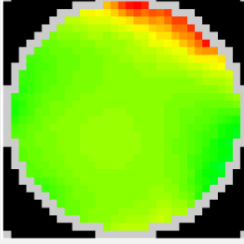
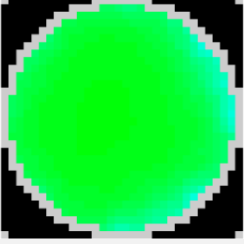
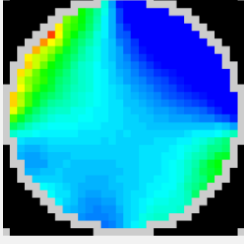
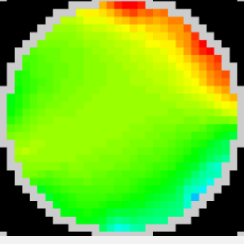
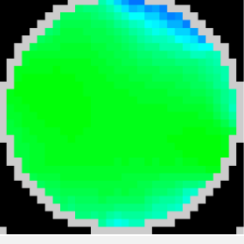
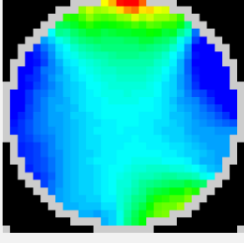
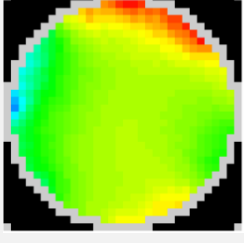
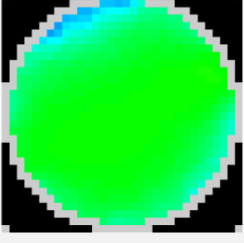
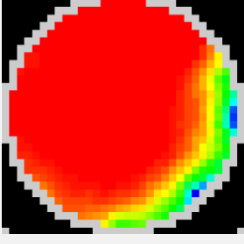
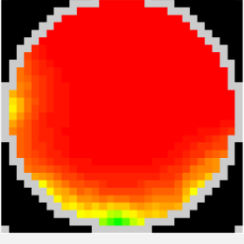
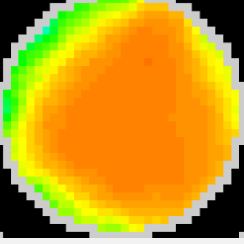


Abbildung 48 - Einfluss verschiedener Referenzen auf den gemessenen Härteranteil von EPX_A2 (normiert)

Tabelle 18 zeigt die Tomogramme der Datensätze bei der Verwendung unterschiedlicher Referenzierungen. Es ist zu erkennen, dass die Tomogramme bei Verwendung der Standard-Referenzierung - trotz homogenen Klebstoffes - deutliche Artefakte aufweisen. Die Artefakte gehen jeweils von zwei der acht Elektroden des Sensors aus und ziehen sich durch das gesamte Tomogramm. Die Verwendung einer alternativen Referenzierung mit einer Musterreferenz, Luft und dem reinen Härter, reduziert die Artefaktbildung deutlich. Im oberen Bereich der Tomogramme ist über alle Messungen ein Artefakt mit höherer Permittivität zu erkennen.

Eine deutliche Verbesserung stellt die Verwendung einer alternativen Referenzierung mit zwei Musterreferenzen, wie Luft und Isopropanol dar. Die Anzahl und Intensität der Artefakte werden signifikant reduziert. Im Randbereich sind Zonen mit niedriger Permittivität zu erkennen, welche auf Lufteinschlüsse zwischen Liner-Außenwand und Sensor-Innenwand schließen lassen. Diese Lufteinschlüsse werden erst mit der alternativen Referenzierung sichtbar.

Tabelle 18 - Einfluss verschiedener Referenzen auf die Tomogramme von EPX_A2

Soll Vorgabe	Harz-Härter	Luft-Härter	Luft-Isopropanol
0 %			
16,9 %			
20,7 %			
24,2 %			
29,2 %			
100 %			

Die Homogenität der Tomogramme wird anhand der Standardabweichung aller Pixel des Tomogramms beurteilt. Dies bietet die Möglichkeit, die Homogenität auf einen objektiven Zahlenwert zurückzuführen. Abbildung 49 zeigt die Homogenität der jeweiligen Proben als Mittelwert über 20 ausgewertete Tomogramme pro Messpunkt. Die hellblauen Balken entsprechen der Referenzierung mit Harz und Härter. Die Standardabweichung liegt, mit Ausnahme der Messung der Reinkomponenten, im Bereich 17 bis 25 %, was auf Inhomogenitäten hindeutet. Bei der Verwendung einer Musterreferenz (Luft + Härter) ist die Homogenität mit einer Standardabweichung von 9 bis 11,5 % deutlich besser. Die Verwendung zweier Musterreferenzen führt zu einer weiteren Verbesserung der Homogenität auf Standardabweichungen zwischen 4,5 bis 8,2 %.

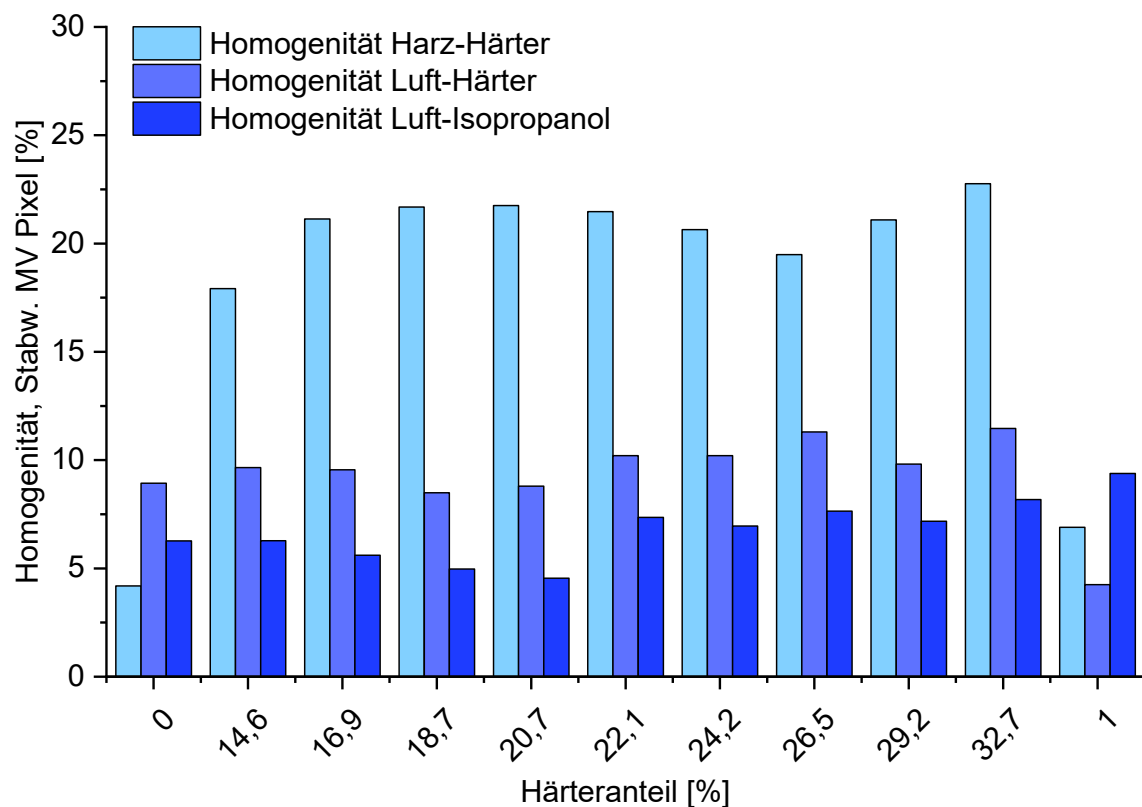


Abbildung 49 - Mittlere Homogenität der Tomogramm als Standardabweichung der Pixel

6.3.8 Einfluss der Rekonstruktion

Zusätzlich zum Rekonstruktionsalgorithmus LPB wird der iterative-Algorithmus betrachtet. Der iterative-Algorithmus kann durch mehrere Iterationsschritte die Qualität der Rekonstruktion verbessern. Für die vorliegende Untersuchung wird derselbe Datensatz des Klebstoffes EPX_A2 bei Verwendung der Liner-Variante 1 (0,07 mm) mit dem LBP- und dem iterativen-Algorithmus ausgewertet und verglichen.

Bezogen auf den Toleranzbereich der Ermittlung des Mischungsverhältnisses zeigt der iterative-Algorithmus keinen signifikanten Unterschied zum LBP-Algorithmus (Abbildung 50). Zwar zeigt Messpunkt 5 bei Verwendung des iterativen-Algorithmus geringere Abweichung zum Optimum im Vergleich zum LBP-Algorithmus, jedoch ist bei der mittleren Abweichung vom Soll-Härteranteil keine signifikante Verbesserung zu erkennen. Im Mittel betragen die Abweichungen 1,625 % (LBP) und 1,76 % (Iterativ). Auch bezogen auf die Homogenität als Standardabweichung der Pixel der Tomogramme ist keine Verbesserung ersichtlich (vgl. Abbildung 51).

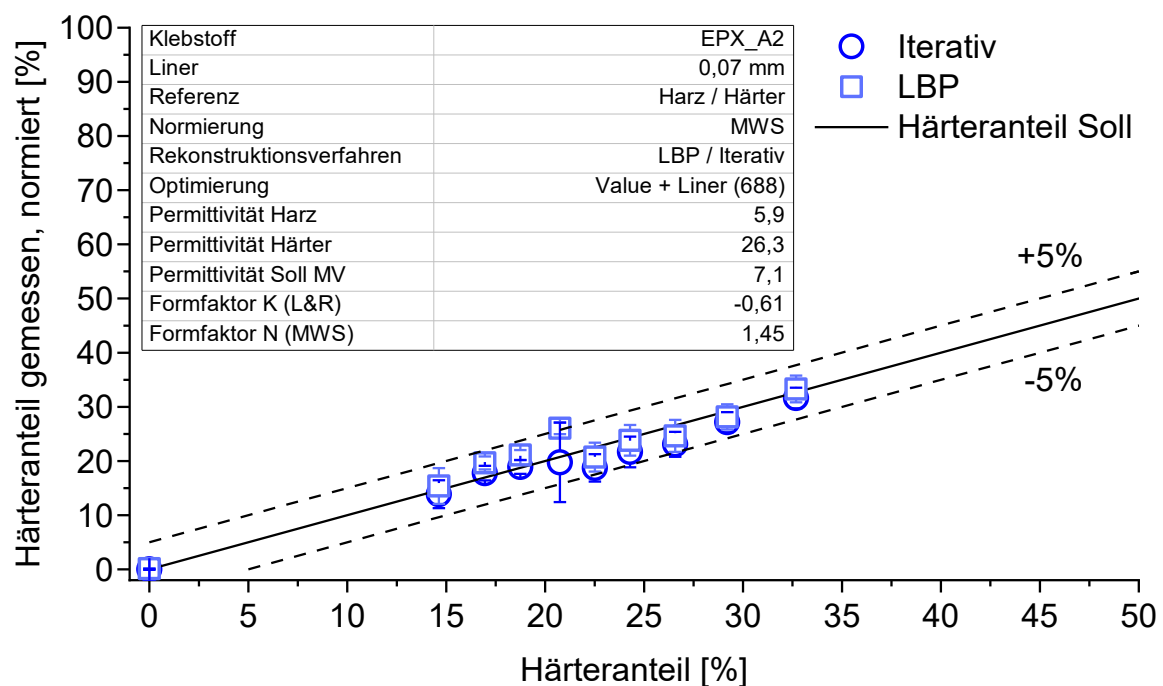


Abbildung 50 - Vergleich der Messung des Härteranteils vom Iterativen-Algorithmus und der LBP

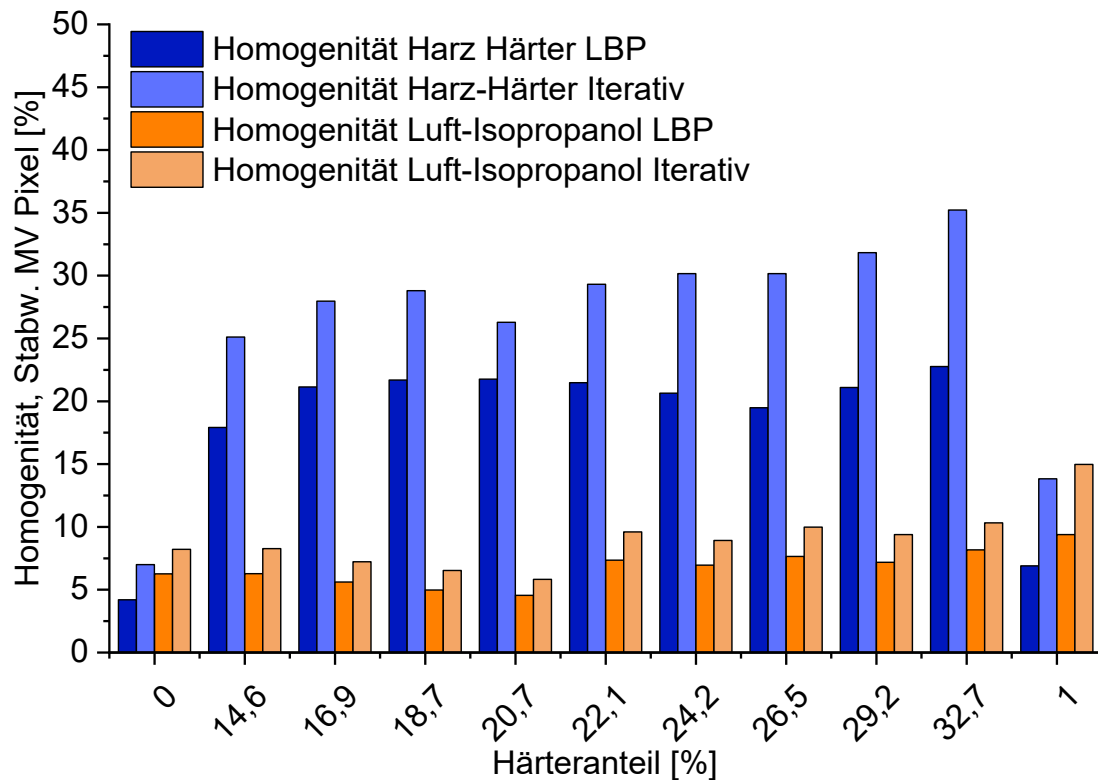


Abbildung 51 - Vergleich der Messung der Homogenität vom Iterativen-Algorithmus und der LBP

Tabelle 19 zeigt die Tomogramme bei Verwendung des Iterativen- und des LBP-Algorithmus im Vergleich. Es ist jeweils derselbe Frame dargestellt. Die Tomogramme des iterativen-Algorithmus zeigen keine homogenere Verteilung, obwohl von einer homogenen Mischung auszugehen ist. Es ist zu erkennen, dass Rekonstruktionsfehler, wie sie bei der Verwendung der Standardreferenzen „Harz und Härter“ auftreten (vgl. Kapitel 6.3.7 - Einfluss der Referenzen) bei Verwendung vom iterativen-Algorithmus deutlich verstärkt werden. Bei Verwendung von Musterreferenzen, wie z. B. Luft und Isopropanol, ist der Unterschied zwischen LPB- und iterativem-Algorithmus geringer.

Tabelle 19 - Vergleich der Tomogramme vom Iterativen-Algorithmus und der LBP

Soll	Harz-Härter	Luft-Härter	Luft-Isopropanol	Luft-Isopropanol
Vorgabe	LBP	Iterativ	LBP	Iterativ
0 %				
16,9 %				
20,7 %				
24,2 %				
29,2 %				
100 %				

6.3.9 Einfluss Härtingsreaktion auf den gemessenen Harzanteil

Die Härtingsreaktionen von 2K-Klebstoffen führen in der Regel zu einer Verringerung der Permittivität. Diese Verringerung der Permittivität ist mit der ECT messbar. Für folgende Untersuchung wird der Klebstoff PUR_C1 aufgrund der schnellen Härtung ausgewählt. Der Sensor wird mit Luft und der Harzkomponente referenziert. Die beiden Klebstoffkomponenten werden getrennt eingewogen und anschließend von Hand gemischt. Der gemischte Klebstoff wurde im Anschluss in den mit Liner-Variante 1 (0,07 mm) präparierten Sensor (a) gefüllt. Das Einbringen des Klebstoffes führt zu einem Anstieg des gemessenen Harzanteils (b), bzw. der Permittivität des im Sensor vorhandenen Dielektrikums. Sobald der Sensor vollständig gefüllt ist, bildet sich ein Plateau (c) aus. Aus diesem Plateau lässt sich das Mischungsverhältnis nach Normierung auf die Reinkomponenten ableiten. Die einsetzende Härtingsreaktion geht mit einem Abfall des gemessenen Harzanteiles (der Permittivität) einher (d). Nach Abschluss der Härtingsreaktion bleibt das Niveau konstant (e).

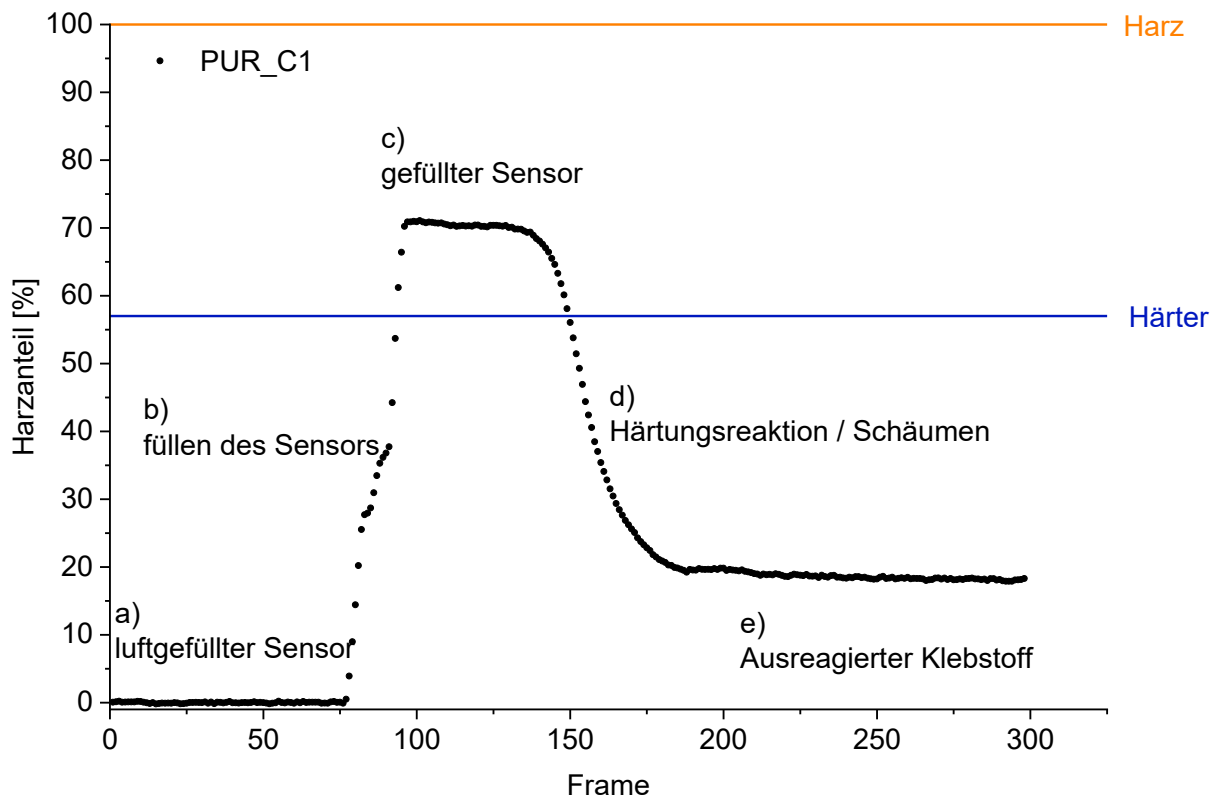


Abbildung 52 - Einfluss der Härtung auf den gemessenen Harzanteil des Klebstoffes PUR_C1

6.3.10 Betrachtung der Mischgüte

Zur Betrachtung der Mischgüte wird, im Gegensatz zu den bisherigen Versuchen, der Klebstoff EPX_A2 direkt aus den vom Hersteller gelieferten Kartuschen im Soll-Mischungsverhältnis verarbeitet. Als Mischelement dient der zugehörige Statikmischer mit 23 Mischelementen. Zur Erzeugung unterschiedlicher Mischgüten wird die Mischwendel auf verschiedene Längen gekürzt (vgl. Abbildung 53). Zusätzlich werden Versuche ohne Mischwendel mit gekürztem Statikmischer (0 %; 25 %; 50 % und 75 % der ursprünglichen Länge) durchgeführt. Der Liner wird mit dem ECT-Sensor direkt an den jeweiligen Statikmischer angeschlossen. Es werden beide Liner-Varianten verwendet. Die Auswertung wird beispielhaft an Liner-Variante 2 gezeigt.

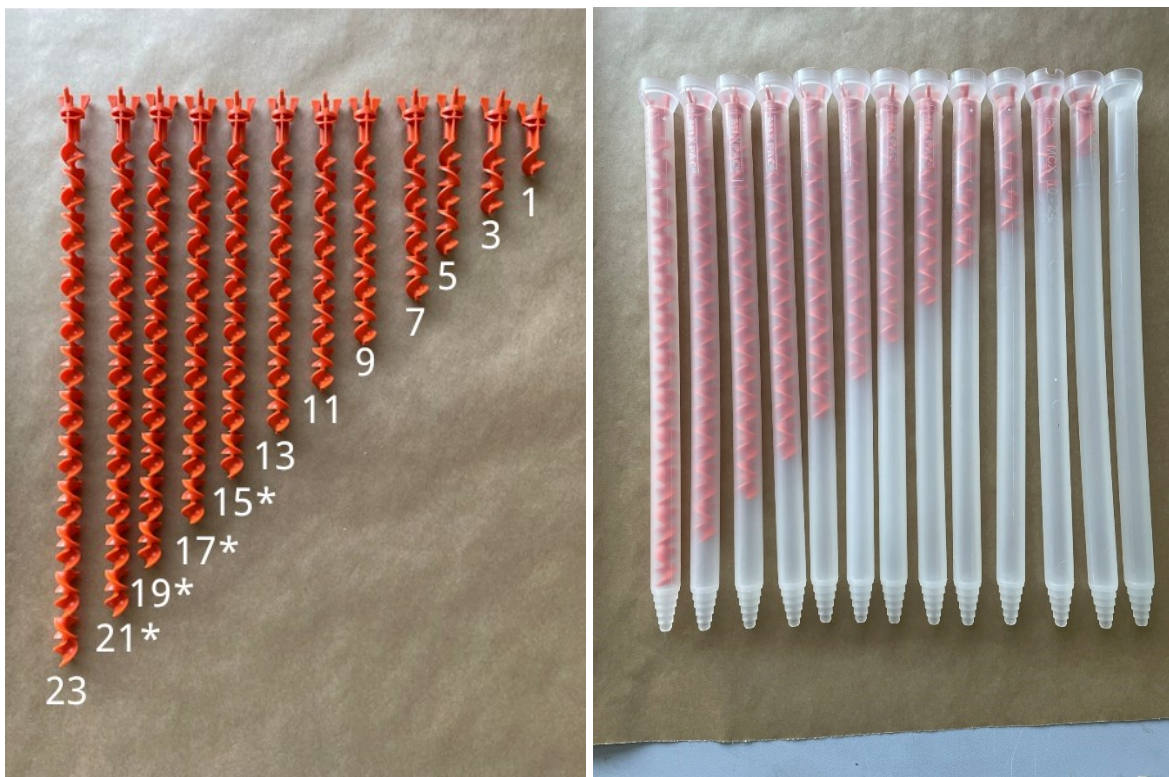


Abbildung 53 - Gekürzte Mischwendeln zur Erzeugung unterschiedlicher Mischgüten (* wurden nicht untersucht)

Abbildung 54 zeigt die Statikmischer sowie die Liner nach dem Versuch. Im Einlaufbereich der Statikmischer sind Harz und Härter zu erkennen. Im weiteren Verlauf nimmt der Klebstoff eine homogene schwarze Farbgebung an. In nahezu allen Fällen ist der Klebstoff optisch homogen gemischt. Lediglich im Falle des Statikmischer ohne Mischwendel sind leichte Schlieren zu erkennen.



Abbildung 54 - Statikmischer (links) sowie Liner (rechts) nach dem Versuch

Die Auswertung der Homogenität erfolgt über die Standardabweichung aller Pixel der jeweiligen Tomogramme. Das Ergebnis ist in Abbildung 55 grafisch dargestellt. Die ersten 4 Messpunkte zeigen die Messung mit gekürztem Statikmischer ohne Mischwendel. Die Homogenität ist in dieser Konfiguration am schlechtesten. Mit steigender Anzahl der Mischwendeln steigt die Homogenität des Gemisches. Ab sieben Mischwendeln ist die mit der ECT gemessene Homogenität als konstant anzusehen.

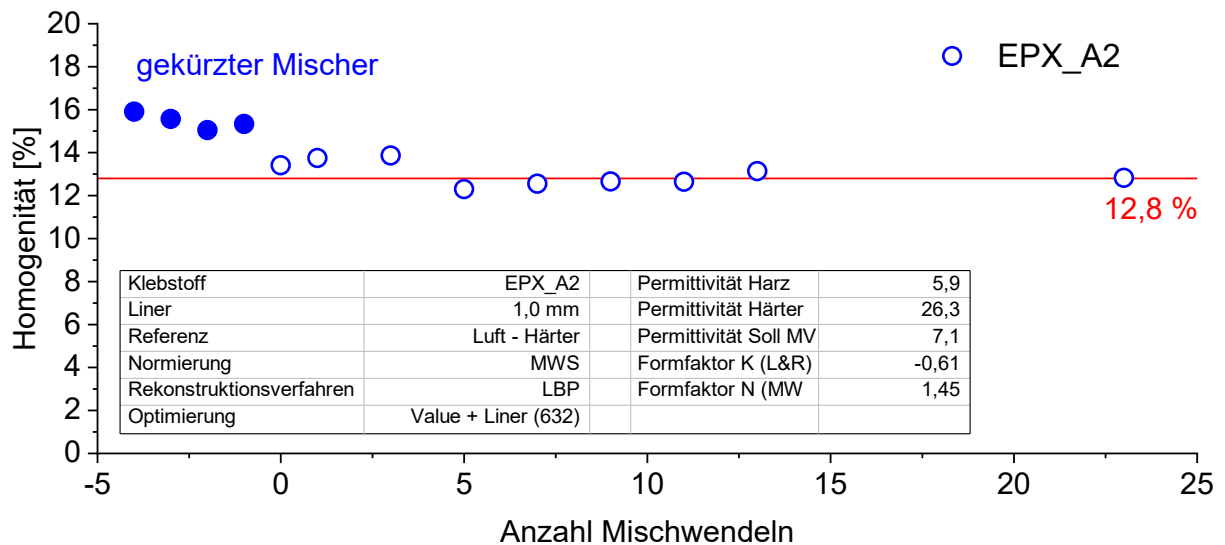


Abbildung 55 - Gemessene Homogenität in Abhängigkeit der Anzahl von Mischwendeln

Deutlicher zeigt sich der Einfluss der Anzahl von Mischwendeln in der Messung des Mischungsverhältnisses. Der Soll-Härteranteil beträgt 22,5 %. Zu Beginn der Messung (gekürzter Statikmischer) weicht der gemessene Härteranteil mit 41,6 % deutlich von der Soll-Vorgabe ab. Mit zunehmender Anzahl der Mischelemente nähert sich der gemessene Härteranteil der Soll-Vorgabe an. Ab einer Anzahl von dreizehn Mischwendeln ist das Soll-Mischungsverhältnis erreicht. Eine weitere Erhöhung der Anzahl von Mischelementen beeinflusst den gemessenen Härteranteil nicht.

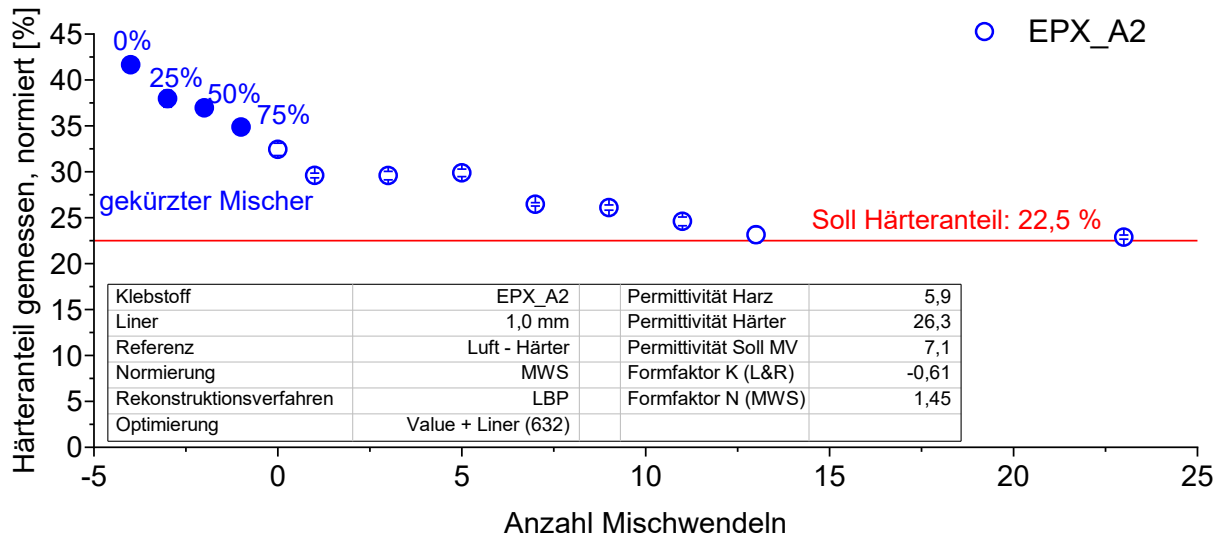


Abbildung 56 - Gemessener Härteranteil in Abhängigkeit der Anzahl von Mischwendeln

6.3.11 Einfluss des ECT-Index auf ECT-Messungen

Der ECT-Index dient als Maß für die Eignung eines Klebstoffes für die ECT. Die vorhergehenden Untersuchungen mit dem Klebstoff EPX_A2 zeigen, dass ein ECT-Index von 0,15 / 0,16 für eine erfolgreiche ECT-Messung ausreichend ist. Vergleichend wurden Messungen mit dem Klebstoff EPX_A3, bei welchem es sich um eine abgewandelte Form von EPX_A2 handelt, durchgeführt. EPX_A3 hat einen geringeren ECT-Index von 0,11 / 0,12. Die Untersuchungen zeigen, dass eine erfolgreiche ECT-Messung auch bei diesen ECT-Indizes möglich ist.

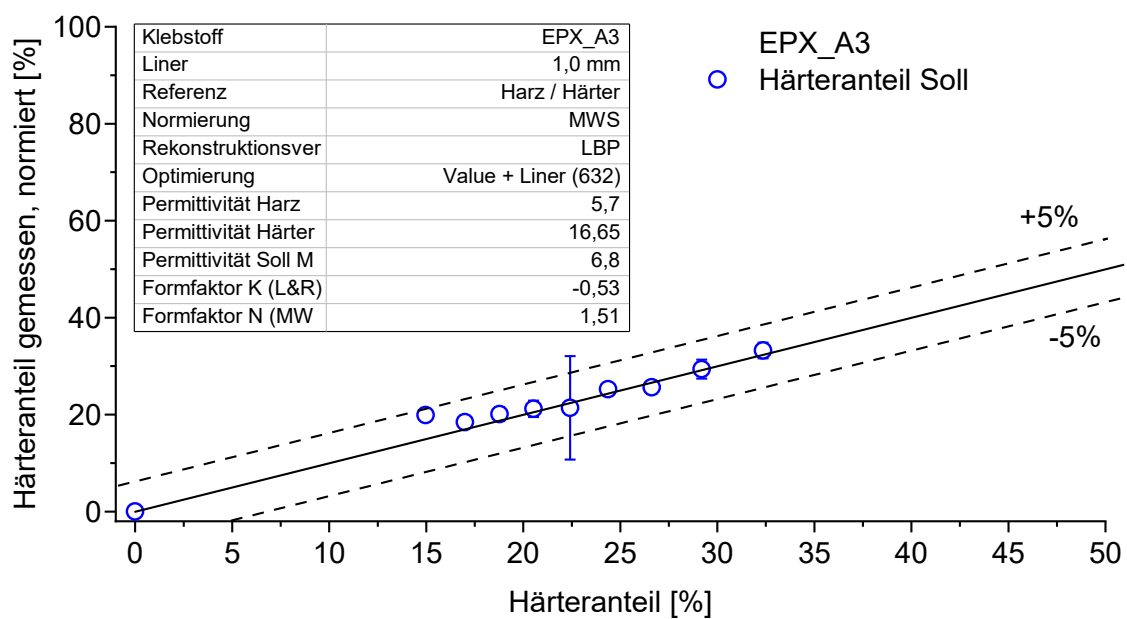


Abbildung 57 - Bestimmung des Härteranteils von EPX_A3

6.3.12 Diskussion

Der entwickelte Versuchsaufbau hat sich als geeignet erwiesen, die relevanten materialabhängigen Einflussgrößen der ECT im Kontext der Klebtechnik zu untersuchen. Die Ergebnisse zeigen, dass der Einsatz geeigneter Algorithmen essenziell für den Erfolg einer ECT-Messung in Verbindung mit Klebstoffen ist. Als Referenz für die Untersuchungen wird ein Datensatz mit elf verschiedenen Mischungsverhältnissen unter Verwendung des LBP-Algorithmus und der Normierung nach dem Parallel-Modell genutzt. Die Ergebnisse liegen im von Lichtenecker und Rother prognostizierten Bereich und zeigen in dieser Konstellation keine messbare Abhängigkeit der ECT-Messungen vom vorgegebenen Mischungsverhältnis. Die Standardverfahren der kommerziell erhältlichen ECT, wie die Normierung nach dem Parallelmodell, sind demnach für den Einsatz mit Klebstoffen nicht geeignet.

Aus den Ergebnissen der Permittivitätsmessungen wird geschlossen, dass die Normierung nach Maxwell-Wagner-Sillars für Klebstoffe anwendbar ist. Für den untersuchten Klebstoff EPX_A2 entspricht der Formfaktor $N = 1,45$ dem Materialverhalten des Klebstoffes. Diese Annahme wird durch die ECT-Messungen aus der Versuchsreihe 6.3.3 bestätigt. Die Verwendung der MWS-Normierung in Verbindung mit den zuvor ermittelten Materialparametern ermöglicht eine Differenzierung zwischen unterschiedlichen Mischungsverhältnissen.

Dennoch sind die Ergebnisse von starken Streuungen geprägt, welche auf Artefakte der Rekonstruktion zurückzuführen sind. Diese Artefakte treten vermehrt im vom Liner dominierten Randbereich auf und sind primär auf Inhomogenitäten während der Referenzierung zurückzuführen. Die Inhomogenitäten können beispielsweise Verschmutzungen der Sensorinnenwand oder Lufteinschlüsse zwischen Liner-Außenwand und Sensor-Innenwand während der Referenzierung sein. Die Artefakte sind deutlich in den Einzelmessungen (Abbildung 58) erkennbar. Im Versuche V-30 (oben links) wird das Mischungsverhältnis deutlich überschätzt. Die Messung ist über alle Frames konstant. Im Versuch V-10 (oben rechts) streuen die Einzelmesswerte aufgrund von Artefakten nahezu über den gesamten Messbereich. Die dazugehörigen Tomogramme sind in der folgenden Abbildung zu sehen.

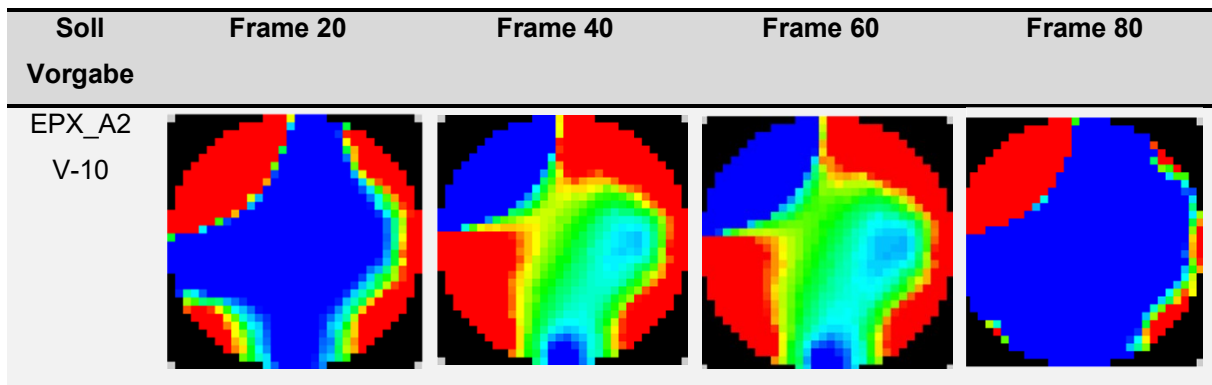
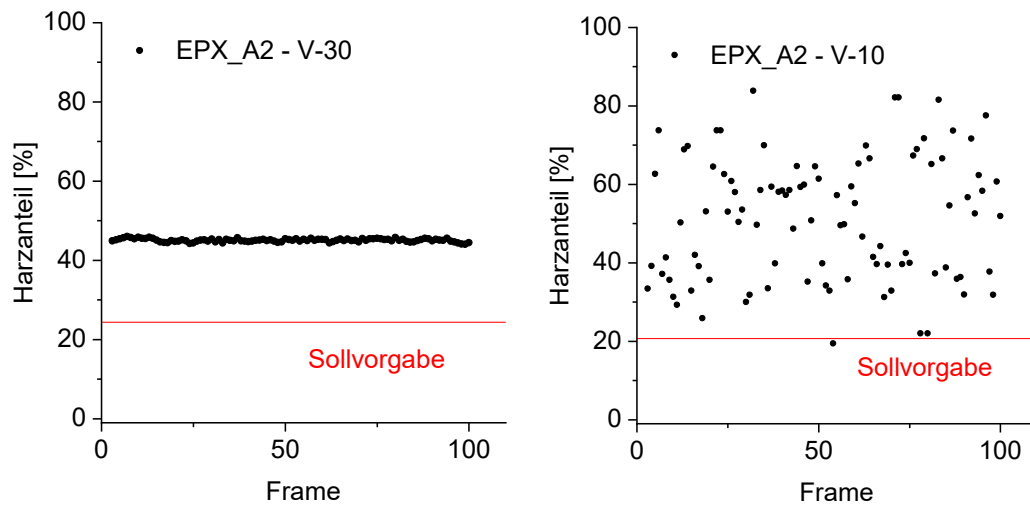


Abbildung 58 - Beispielhafte Messung des Harzanteils von EPX_A2 ohne (Versuch 30, links) und mit Artefakten (Versuch 10, rechts + unten)

Treten während der Referenzierung Inhomogenitäten auf, so führt dies zu fehlerhaften Kapazitätsmessungen. Ursächlich für die in Abbildung 58 gezeigten Artefakte sind insbesondere fehlerhafte Messwerte benachbarter Elektrodenkonfigurationen. Mögliche Ursachen sind:

- Negative Kapazitätsdifferenz zwischen einzelnen Kapazitäten der hohen und niedrigen Referenz
- Inhomogenitäten in einzelnen Kapazitäten der niedrigen Referenz
- Inhomogenitäten in einzelnen Kapazitäten der hohen Referenz
- Verringerter Messbereich einzelner Elektrodenkombinationen durch den Liner

Die Untersuchungen zeigen, dass negative Permittivitätsdifferenzen (a) durch die Verwendung der Value-Korrektur ausgeglichen werden können. Die gleichen Einzelmessungen sind unter Verwendung der Value-Korrektur in Abbildung 59 dargestellt. Es sind keine signifikanten Streuungen zu erkennen. Zudem nähern sich die Messwerte der Soll-Vorgabe an. Im Randbereich verbleiben einzelne Artefakte, welche für eine konstante Abweichung 2 % bzw. 6 % sorgen.

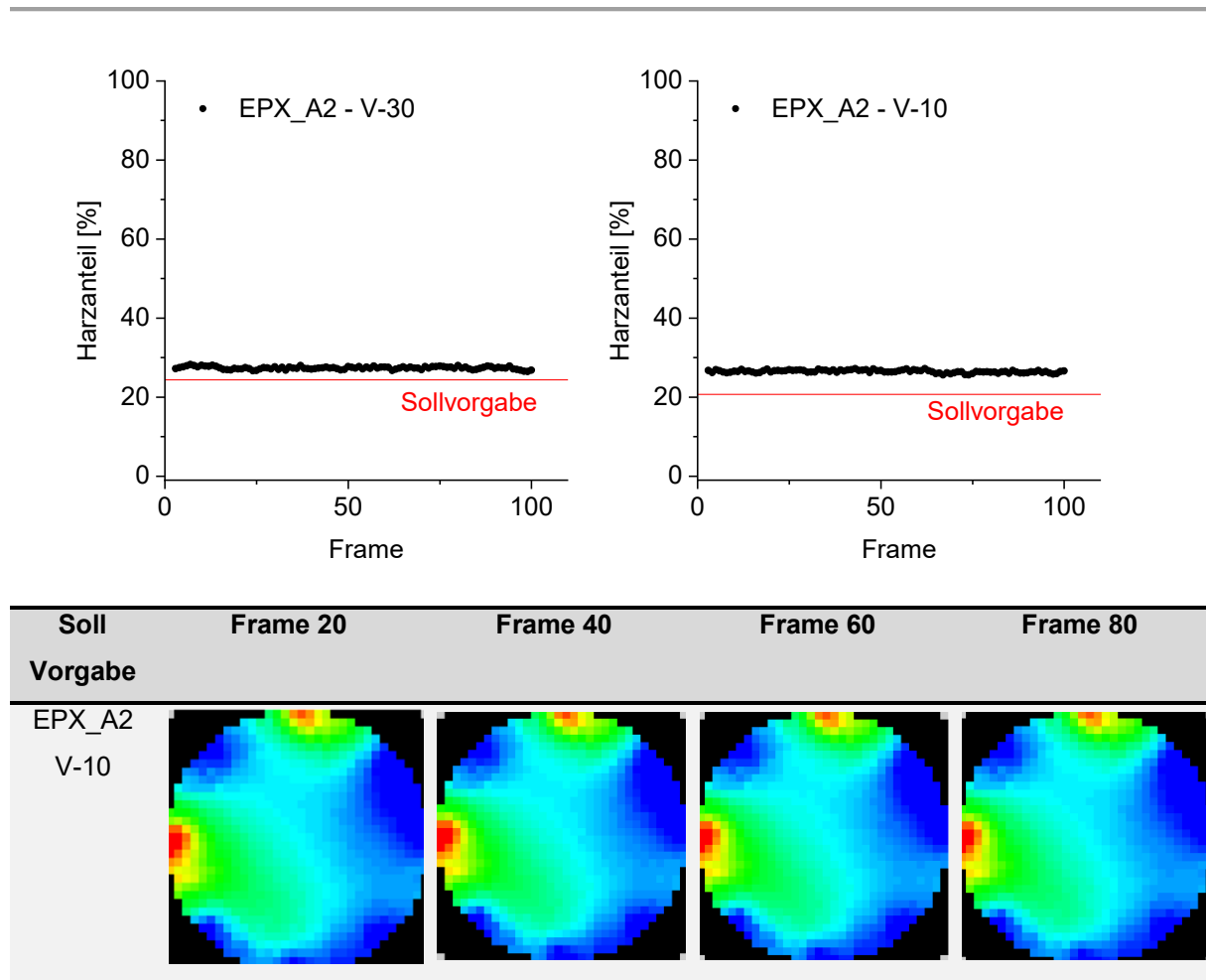


Abbildung 59 - Beispielhafte Messung des Harzanteils von EPX_A2 unter Verwendung der Value-Korrektur (Versuch 30, links; Versuch 10, rechts + unten)

Zusätzlich zur Value-Korrektur führt die Anwendung der Liner-Korrektur zu einer Verbesserung der Rekonstruktionsergebnisse. Wobei der Einfluss der Liner-Korrektur geringer ausfällt als der Einfluss der Value-Korrektur. Der Grund liegt darin, dass der Liner bereits bei der Referenzierung berücksichtigt wurde. Dennoch kann die Liner-Korrektur verbleibende Inhomogenitäten bzw. ungleichmäßige Beeinflussung einzelner Kapazitäten der niedrigen bzw. hohen Referenz (b, c) in Teilen ausgleichen, indem die fehlerbehafteten Kapazitäten durch den berechneten Linereinfluss ergänzt werden. Alternativ kann Liner-Variante 1 (0,07 mm) verwendet werden. Der Einfluss des dünnen Liners ist deutlich geringer.

Ein wesentlicher Einflussfaktor auf die Rekonstruktionsgüte der ECT-Messungen ist eine homogene Referenzierung. Es werden drei unterschiedliche Referenzierungsmethoden untersucht. Zum einen die klassische Referenzierung mit den beiden Reinkomponenten Harz und Härter. Zum anderen eine Variante, bei der die niedrige Referenz durch eine homogene Musterreferenz ersetzt wird, sowie eine Variante, bei der beide Referenzen durch Musterreferenzen ersetzt werden. Die Ergebnisse zeigen, dass sich mit einer alternativen Referenzierung der nutzbare Messbereich erweitern lässt. Der erweiterte Messbereich verhindert die zuvor beschriebene Bildung von Artefakten analog zur Value-Korrektur.

Der erreichbare Toleranzbereich wird durch den Einsatz von Musterreferenzen nicht signifikant beeinflusst. Der Einsatz von Musterreferenzen setzt zwingend eine nachträgliche Normierung auf die Harz- und Härterkomponente voraus, um das Mischungsverhältnis direkt ablesen zu können.

Im Gegensatz zum erreichbaren Toleranzbereich der Messung des Mischungsverhältnisses wird die Güte der Tomogramme im Laborversuch durch eine alternative Referenzierung in Verbindung mit den vorgeschlagenen Korrekturalgorithmen deutlich verbessert. Die alternativen Referenzen wurden im Versuch ohne Liner aufgenommen, um eine gleichmäßigere Referenz zu erhalten. Auffällig ist, dass im Falle der Verwendung der beiden Musterreferenzen Luft (Permittivität 1) und Isopropanol (Permittivität 20,3) die reine Härterkomponente des EPX_A2 (Permittivität 26,34) trotz der im Vergleich zu Isopropanol höheren Permittivität im durch die Referenzen aufgespannten Messbereich liegt. Dieser Effekt kann auf den Liner zurückgeführt werden. Der Liner reduziert aufgrund seiner geringen Permittivität die effektive Permittivität der Materialkombination PTFE (Liner) und Härter und damit die gemessenen Kapazitäten zwischen den Elektroden. Dadurch ist die effektive Permittivität der Härterkomponenten - mit Liner - kleiner als die Permittivität des Isopropanols ohne Liner.

Deutlich wird dies bei der Betrachtung der gemessenen Spannungen. Abbildung 60 zeigt die resultierenden Spannungen verschiedener Elektrodenkombinationen eines mit Isopropanol gefüllten Sensors ohne Liner (dunkelblaue Linie) und mit Liner-Varianten 1 und 2 (mittelblaue und hellblaue Linie). Unter Verwendung eines Liners sinken die gemessenen Spannungen deutlich in Abhängigkeit der Linerdicke. Dies lässt darauf schließen, dass die effektive Permittivität des im Sensor befindlichen Dielektrikums durch den Liner stark abgesenkt wird. Die Randelektroden-Kombinationen werden deutlich mehr beeinflusst als die gegenüberliegenden Elektroden.

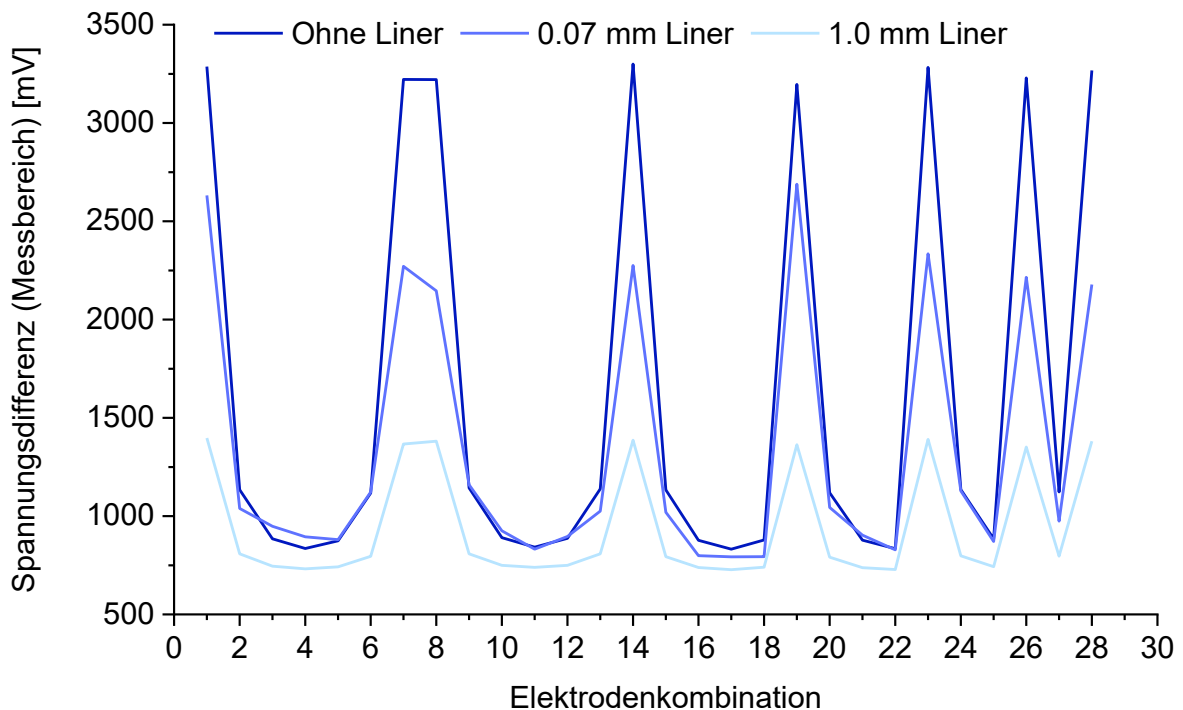


Abbildung 60 - ECT-Rohwerte (Spannungsmesswerte) von Isopropanol-Proben unter Verwendung verschiedener Liner

Abbildung 61 zeigt den durch die Musterreferenzen Luft und Isopropanol (ohne Liner) aufgespannten Spannungs-Messbereich resultierend aus den Permittivitäten der Musterreferenzen. Die orangefarbene Linie gibt jeweils die resultierenden Spannungen der Härterkomponente und die blaue Linie die resultierenden Spannungen der Harzkomponente an. Es ist zu erkennen, dass sowohl Harz-, als auch Härterkomponente im aufgespannten Messbereich liegen, obwohl die Permittivität der reinen Härterkomponente über der des Isopropanols liegt. Ebenso ist der Linereinfluss auf die Harz- und Härterkomponente zu erkennen. Der nutzbare Messbereich zwischen Harz und Härter wird durch den Liner deutlich reduziert und ist im Falle von benachbarten Elektroden nicht mehr vorhanden. Für die Messung mit Liner-Variante 2 (1,0 mm) sind die Randlelektroden demnach irrelevant. Dies reduziert die Anzahl der für die Rekonstruktion nutzbaren Messwerte von 28 auf 21. Die Ergebnisse zeigen, dass eine erfolgreiche ECT-Messung dennoch möglich ist.

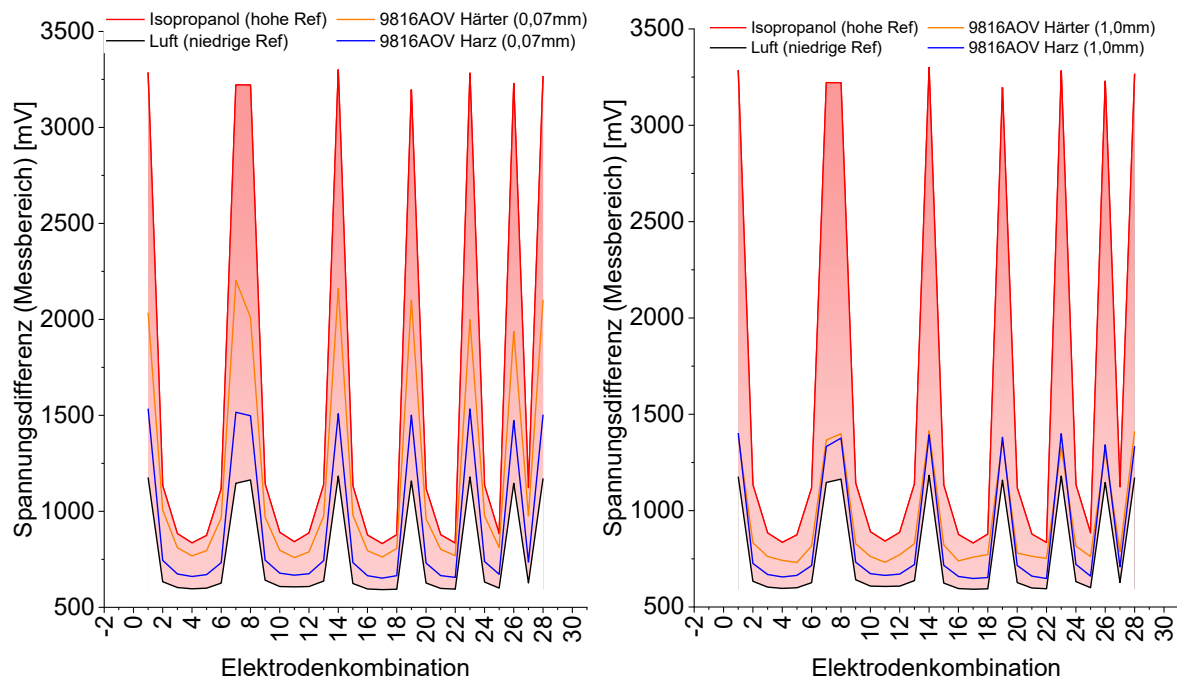


Abbildung 61 - Spannungsmessbereich unter Verwendung von Luft und Isopropanol. links: 0,07 mm Liner; rechts 1,0 mm Liner

Zur Rekonstruktion der Tomogramme können verschiedene Algorithmen, wie die lineare Rückprojektion (LBP) und iterative-Algorithmen, genutzt werden. Die vorliegenden Untersuchungen zeigen, dass für die betrachteten Klebstoffe der LBP-Algorithmus ausreichend ist. Der iterative-Ansatz bietet keinen signifikanten Vorteil in Bezug auf die Rekonstruktionsergebnisse. Die Rechenzeit des iterativen-Algorithmus ist etwa doppelt so hoch, wie beim LBP-Algorithmus. Für Inline-Messungen der Homogenität von Klebstoffen ist daher der LBP-Algorithmus besser geeignet.

Weiterführende Untersuchungen zeigen, dass Härtingsreaktionen prinzipiell detektierbar sind. Die Härtung bewirkt in Übereinstimmung mit der Literatur eine messbare Abnahme der Permittivität der Klebstoffe. In der Praxis ist jedoch ohne Zusatzinformationen nicht zu unterscheiden, ob eine gemessene Permittivitätsabnahme, welche sich durch eine Abnahme des detektierten Mischungsverhältnisses zeigt, auf ein verändertes Mischungsverhältnis, Luftenintrag oder eine Härtingsreaktion zurückzuführen sind. Zusatzinformationen können beispielsweise Durchflussmessungen oder Druckmessungen innerhalb der Dosieranlagen sein. Hat kein Durchfluss stattgefunden oder ist ein Druckanstieg bei der Dosierung messbar, so kann eine Permittivitätsabnahme auf eine Härtingsreaktion schließen lassen.

In Bezug auf die Detektion der Mischgüte hat sich gezeigt, dass die Auswertung als Standardabweichung der Pixel eines Tomogramms funktioniert. Zudem wird nachgewiesen, dass das Mischungsverhältnis durch eine schlechte Durchmischung messbar beeinflusst wird.

6.4 ECT im Praxistest

6.4.1 Setup

Die gewonnenen Erkenntnisse werden abschließend im Praxistest verifiziert. Hierzu wird der Klebstoff EPX_C1 verwendet. Die Permittivität von EPX_C1 ist temperaturabhängig (vgl. Tabelle 20), was neben der Untersuchung des Mischungsverhältnisses auch eine Untersuchung des Temperatureinflusses ermöglicht.

Tabelle 20 - Temperaturabhängigkeit der Permittivität für EPX_C1 (* = extrapoliert)

	70 °C	80 °C *	90 °C
Permittivität Harz (ϵ_{low})	8,9	9,2	9,6
Permittivität Härter (ϵ_{high})	4,4	4,5	4,6
Permittivität Soll MV (ϵ_{soll})	6,6	6,8	6,9
Formfaktor K (L&R)	0,23	0,29	0,35
Formfaktor N (MWS)	3,33	3,80	4,4

Die Versuche werden in einer temperierbaren Kammer durchgeführt (vgl. Abbildung 62). Die Dosierung des EPX_C1 erfolgt über zwei getrennt steuerbare Kolbendosierer. Die Klebstoffkomponenten werden vortemperiert und getrennt voneinander in die Kammer geleitet. Dort werden die Komponenten zusammengeführt und über ein statisches Mischelement gemischt. Unmittelbar nach dem Mischelement befindet sich der ECT-Sensor. Der ECT-Sensor ist in einem leicht ansteigenden Winkel montiert, damit Luftblasen entweichen können und sich nicht im Sensor sammeln. In der Kammer selbst sind mehrere Temperatursensoren verbaut.

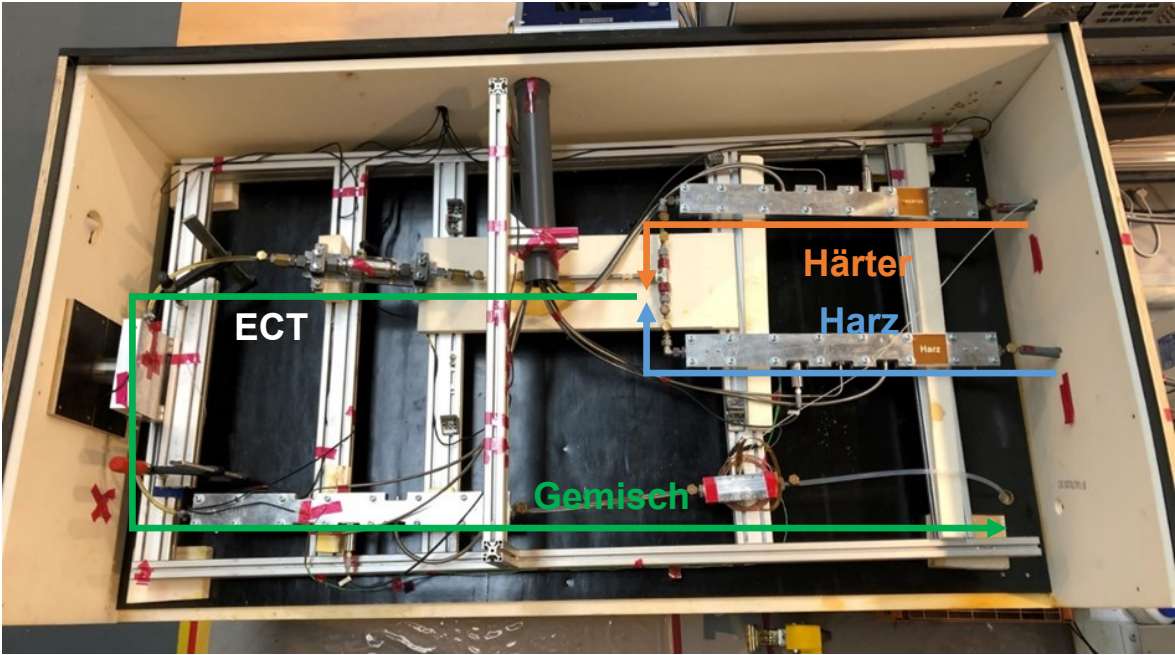


Abbildung 62 - Kammer für den ECT-Praxisversuch



Abbildung 63 - Montage-Position des ECT-Sensors

Die Versuche werden, mit Ausnahme der Untersuchungen zum Temperatureinfluss, bei einer Soll-Temperatur von 80 °C durchgeführt. Die Temperatur wird kontinuierlich überwacht. Die Durchflussrate beträgt 150 g/min. Pro Schuss werden ca. 200 g EPC_C1 dosiert.

Gemäß den Erfahrungen aus den Laborversuchen wird Liner-Variante 1 (0,07 mm) verwendet. Die Referenzierung der ECT erfolgt mit der Harz- und der Härterkomponente des Klebstoffes. Hierzu wird zu Beginn der Versuche die Anlage mit der Härterkomponente gespült und die niedrige Referenz bei fließendem Härter aufgenommen. Im Anschluss wird die Anlage gründlich mit der Harzkomponente gespült und analog die hohe Referenz aufgenommen.

6.4.2 Detektion Mischungsverhältnis

Die erste Versuchsreihe dient der Untersuchung der Detektierbarkeit unterschiedlicher Mischungsverhältnisse im Strömungsversuch. Die Ergebnisse sind in Abbildung 64 grafisch dargestellt. Es werden 100 unterschiedliche Mischungsverhältnisse mit steigendem Harzanteil von 51,26 % bis 60,57 % gemessen. Ebenso werden im Anschluss sechs Messungen zur Kontrolle wiederholt (schwarze Markierung). Zudem ist die Kammertemperatur aufgetragen (rote Markierung). Zur Orientierung ist die Soll-Vorgabe des Harzanteils (schwarze Linie), eine Abweichung von $\pm 2,5$ % (schwarz gestrichelte Linie) sowie die Temperatur bei der Referenzierung von 80 °C (rot gestrichelte Linie) angegeben.

Zu Beginn der Versuche ist im Bereich niedriger Harzanteile eine deutliche Abweichung (> 8 %) zur Sollvorgabe erkennbar. Die zum Zeitpunkt der Messung aufgenommene Temperatur liegt etwa 10 °C über der vorgegebenen Kammertemperatur und damit über der Temperatur bei der Referenzierung der ECT. Die Kammertemperatur nähert sich im weiteren Versuchsverlauf der Vorgabe von 80 °C an. Zeitgleich zeigen die gemessenen Mischungsverhältnisse eine bessere Übereinstimmung mit der Sollvorgabe des Harzanteils. Die mittlere Abweichung (Messungen zu Beginn ausgenommen) beträgt 1,1 %, wobei nahezu alle Messwerte im Bereich um $\pm 2,5$ % um die Sollvorgabe liegen. Die im Anschluss der Versuche durchgeführten Kontrollmessungen bestätigen die Ergebnisse und liegen, auch bei niedrigen Harzanteilen, im Bereich von $\pm 2,5$ % um die Sollvorgabe. Es ist zudem eine Korrelation zwischen Kammertemperatur und gemessenem Mischungsverhältnis erkennbar. Eine sinkende Kammertemperatur führt zu einem niedrigeren gemessenem Harzanteil.

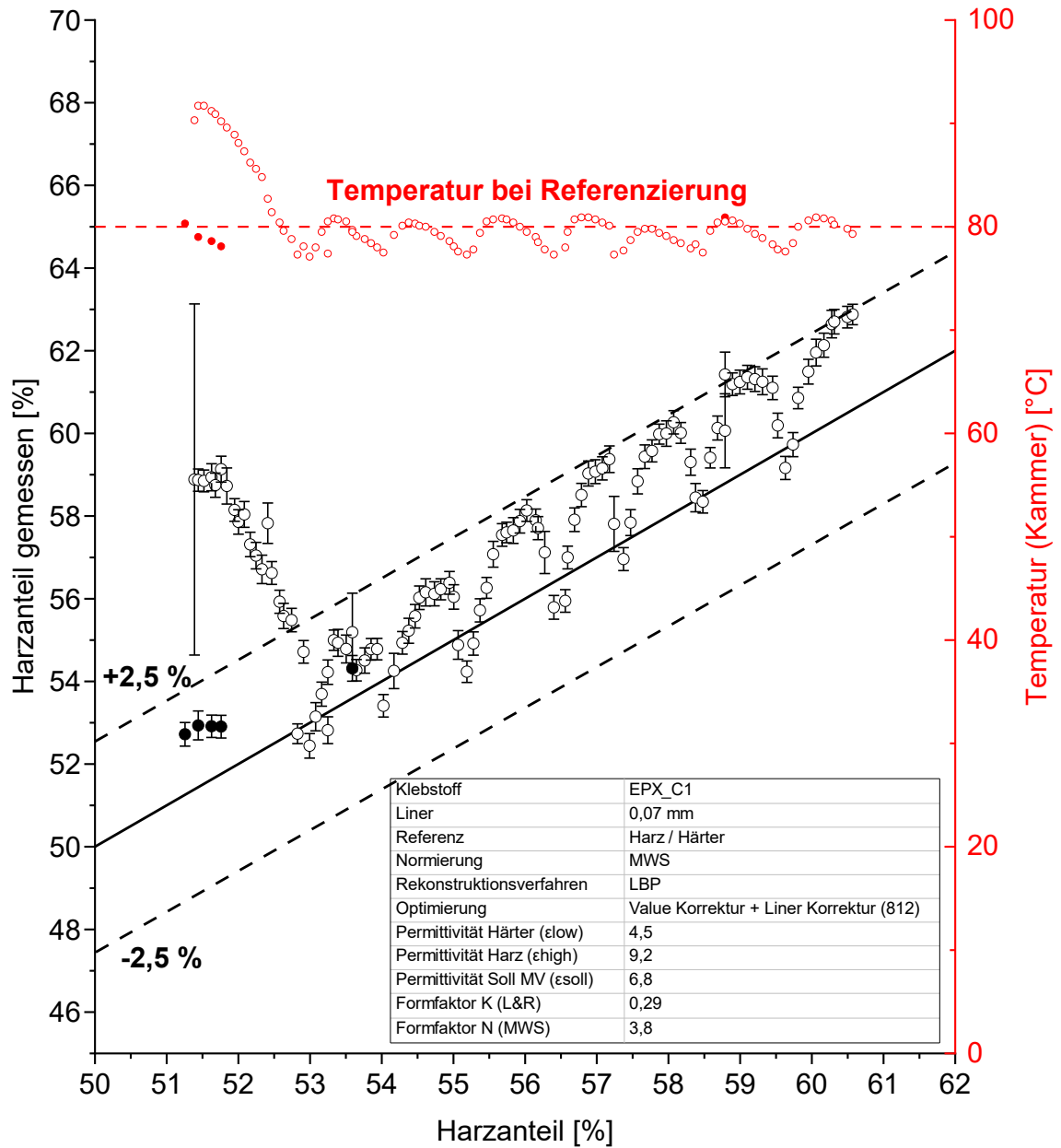


Abbildung 64 - Detektion unterschiedlicher Harzanteile im Praxisversuch am Klebstoff EPX_C1

6.4.3 Detektion von Mischgüte und Mischfehlern

Die Auswertung der Mischgüte erfolgt anhand von Histogrammen, welche die Verteilung der Pixel in Bezug zum gemessenen Harzanteil wiedergeben. Abbildung 65 zeigt die Homogenität eines beispielhaften Tomogramms mit einem Soll- Harzanteil von 55,18 %. In diesem Versuch liegen 558 / 812 Pixel im Bereich 50 bis 60 % Harzanteil. Die mittlere Abweichung über alle Pixel (Homogenität) beträgt in diesem Versuch 8,73 %.

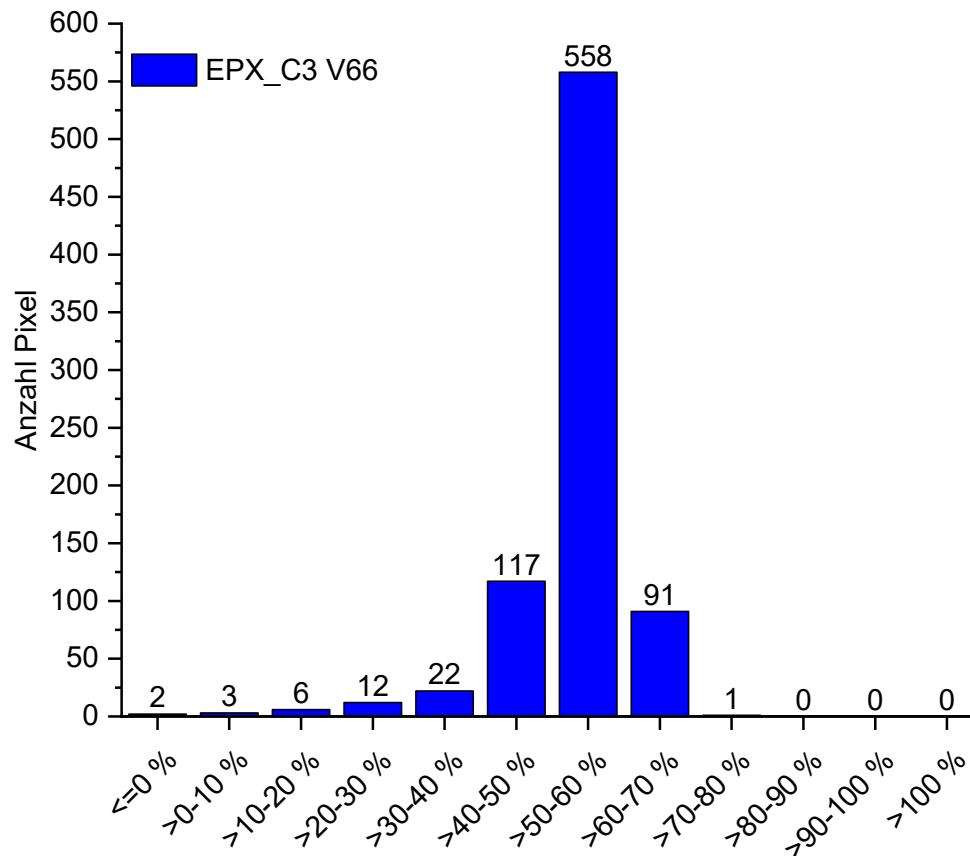


Abbildung 65 - Beispielhaftes Histogramm des Versuches Nr. 66 (54,17 % Harzanteil)

Der Einfluss der Kammertemperatur zeigt sich ebenfalls in der Auswertung der Homogenität als Standardabweichung der einzelnen Pixel der Tomogramme (Abbildung 66). Der zyklische Temperaturverlauf spiegelt sich in der Homogenität wider. Die mittlere Homogenität über alle Messungen beträgt 9,24 % und liegt somit in dem aus den Laborversuchen bekannten Bereich.

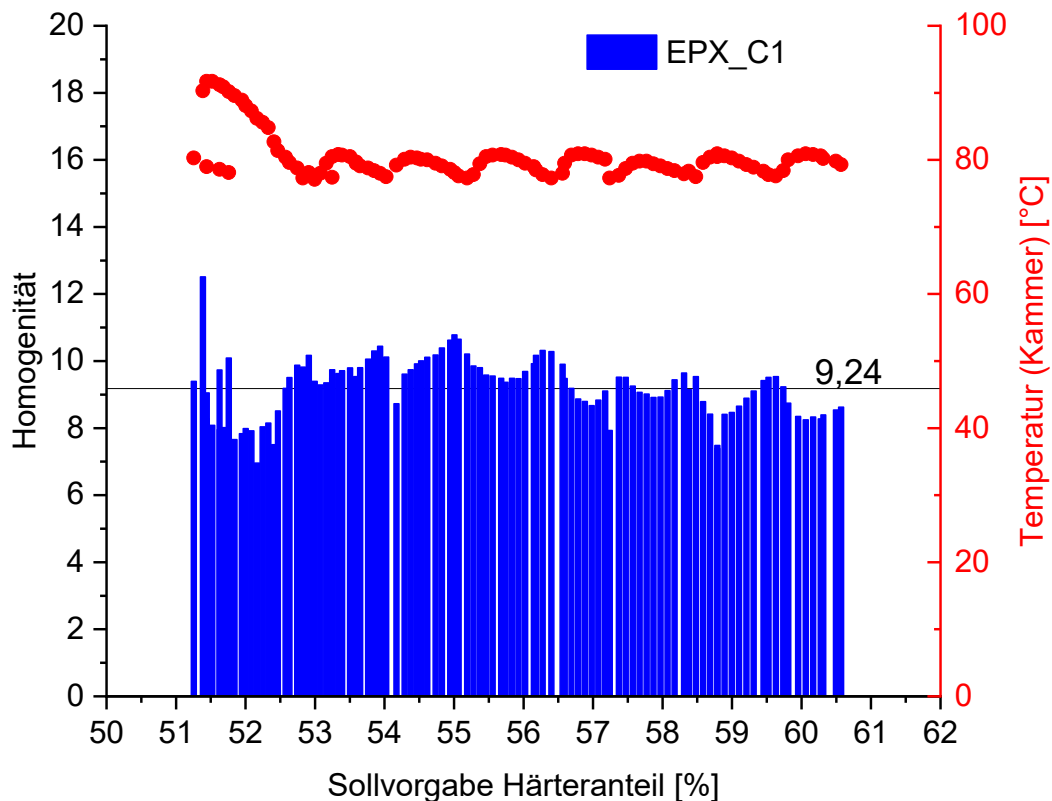


Abbildung 66 - Auswertung der Homogenität im Praxisversuch

Ein weiterer wichtiger Aspekt bei der Klebstoffverarbeitung sind Störungen während der Dosierung. Dies können, neben Abweichungen im Mischungsverhältnis, der Ausfall einer Klebstoffkomponente oder der Eintrag von Luftblasen in den Dosierstrang sein. Diese Störungen werden im nachfolgenden Versuch simuliert. Die Simulation eines Pumpenausfalls erfolgt durch das temporäre Abklemmen der Harzleitung. Die Unterbrechung des Harzflusses erfolgte in den Versuchen für 2, 5 und 18 Sekunden.

Ausgehend vom Grundniveau von 61,8 % Harzanteil sinkt bei einer Unterbrechung des Harzflusses von 2 Sekunden der gemessene Harzanteil auf etwa 59,5 % ab, bevor nach 8 Sekunden wieder das Ursprungsniveau erreicht wird. Bei einer Unterbrechung von 5 Sekunden sinkt der gemessene Harzanteil stärker ab. Das Minimum wird bei 57,3 % Harzanteil erreicht. Die Zeit bis zum Erreichen des Ursprungsniveaus beträgt 20 Sekunden. Wird die Harzleitung für 18 Sekunden unterbrochen, so ist ein deutliches Absinken des gemessenen Harzanteils auf 36 % zu erkennen. Es folgt ein Überschwingen auf 68 % Harzanteil. Die Dauer bis zum Erreichen des Ursprungszustandes beträgt etwa 70 Sekunden.

Ebenso sind Luftblasen deutlich im gemessenen Mischungsverhältnis zu erkennen. Diese führen ebenfalls zu einem Absinken des gemessenen Harzanteils.

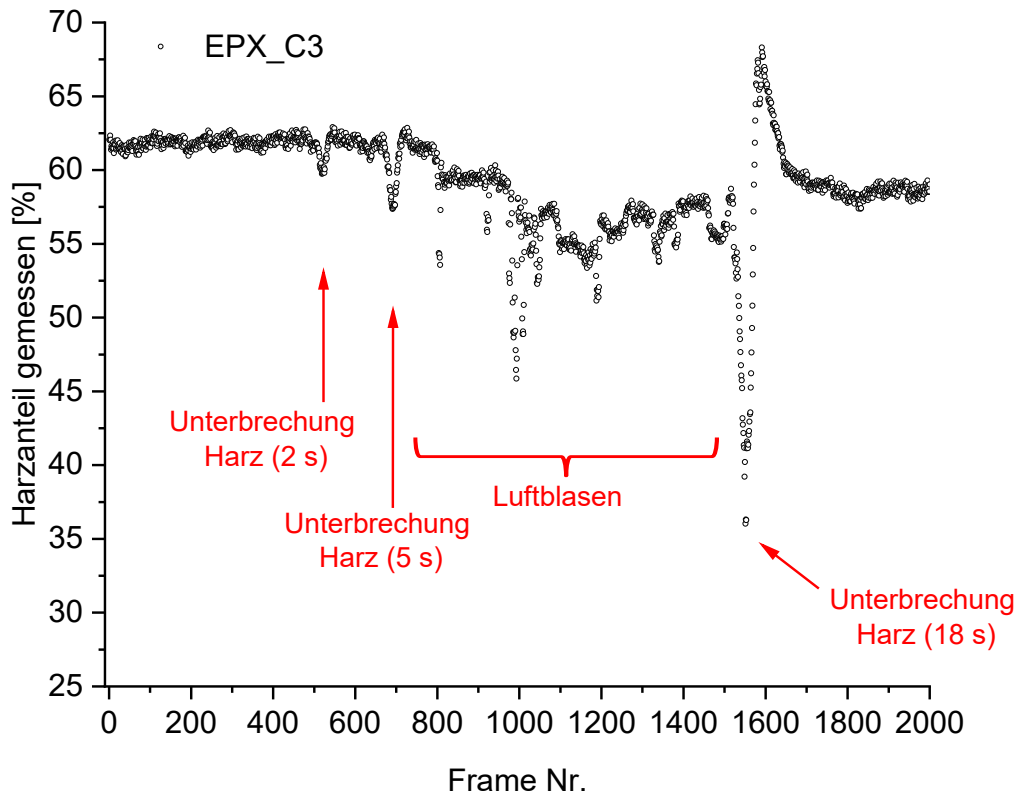
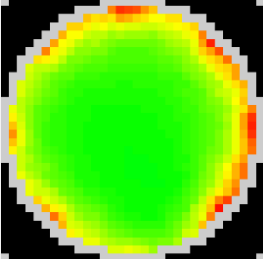
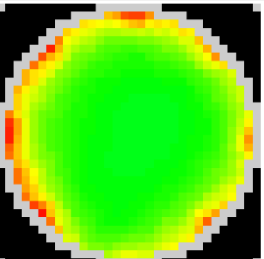
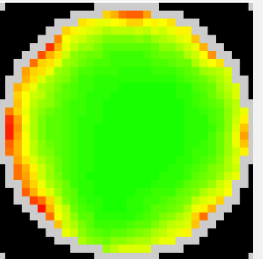
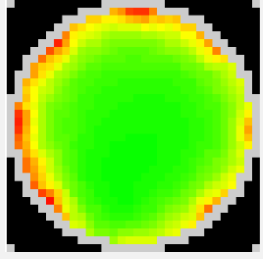
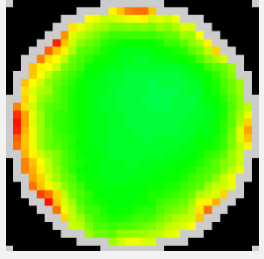
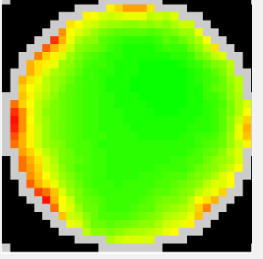
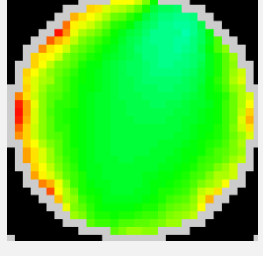
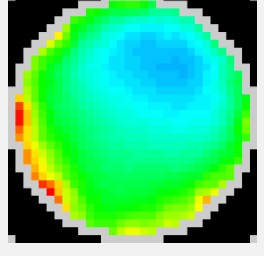
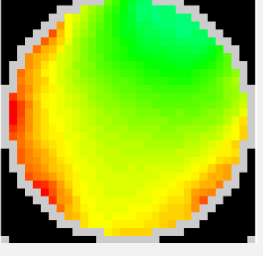


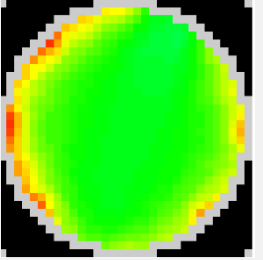
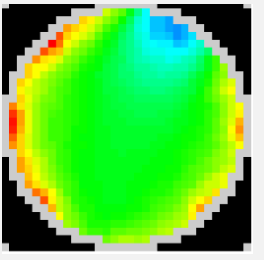
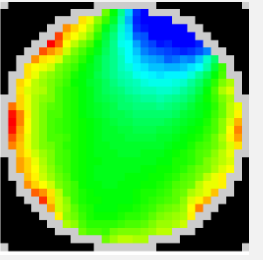
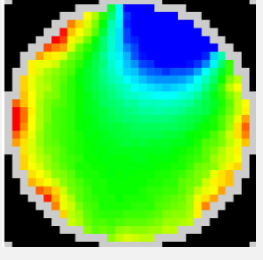
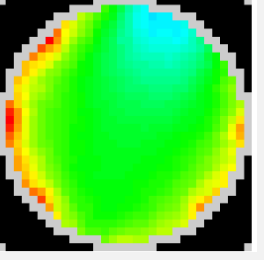
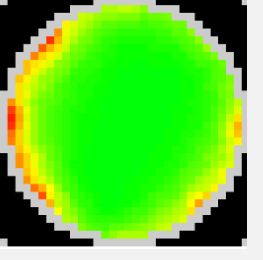
Abbildung 67 - Detektion von Störungen der Homogenität im Praxisversuch

Die zu Abbildung 67 gehörenden Tomogramme sind in Tabelle 21 zusammengefasst. Es wird deutlich, dass kurzzeitige Unterbrechungen der Harzversorgung im Tomogramm optisch nicht erkennbar sind. Wenngleich der gemessene Harzanteil sinkt, wirkt die Mischung dennoch homogen. Bei länger andauernden Unterbrechungen wird der erhöhte Härteranteil im Tomogramm in Form einer Störung sichtbar. Hier wird ein Bereich geringerer Permittivität (blau) angezeigt. Diese Störung liegt im oberen Teil des Sensors vor. Der anschließende Überschwinger zu höherem Harzanteil wird im unteren Bereich des Sensors detektiert.

Luftblasen führen hingegen zu einer punktuellen Störung im oberen Randbereich des Sensors. Diese Störung ist, aufgrund der niedrigen Permittivität von Luft, geprägt durch einen deutlich abgegrenzten Kontrast zur Umgebung. Im Verlauf des Durchwanderns einer Luftblase nimmt die detektierte Störung zunächst ausgehend vom Randbereich zu (Luftblase a bis c), bis diese ihr Maximum (Luftblase d) erreicht. Im Anschluss klingt die Störung schnell ab (Luftblase e bis f).

Tabelle 21 - Detektion von Störungen der Homogenität im Praxisversuch - Tomogramme

	Tomogramm 1 Vor dem Event	Tomogramm 2 Während des Events	Tomogramm 3 Nach dem Event
Unterbrechung Harz (2 s)			
Unterbrechung Harz (5 s)			
Unterbrechung Harz (18 s)			

Luftblasen	a)	b)	c)
			
	d)	e)	f)
			

6.4.4 Temperatureinfluss

Zur Untersuchung des Temperatureinflusses wird die ECT bei 70 °C mit den beiden Reinkomponenten des Klebstoffes EPX_C1 referenziert. Anschließend wird der Testaufbau mit dem Klebstoff EPX_C1 im Soll-Mischungsverhältnis gefüllt und 30 Minuten auf 70 °C vorkonditioniert. Im Folgenden wird die Temperatur der Kammer in zwei Schritten von 70 °C auf 80 °C und 90 °C erhöht und jeweils nach einer Konditionierungs-Phase von 20 Minuten für weitere 10 Minuten konstant gehalten. Das Mischungsverhältnis und die Kammertemperatur werden kontinuierlich gemessen.

Die Ergebnisse des Versuches zum Temperatureinfluss sind in Abbildung 68 dargestellt. Die Temperatur bei der Kalibrierung der ECT beträgt 70 °C (rot gestrichelte Linie). Der Klebstoff wird im Soll-Mischungsverhältnis von 55,6 % Harzanteil (schwarz gestrichelte Linie) gemischt und während des gesamten Versuches statisch im Sensor belassen. Der gemessene Harzanteil wird zu Beginn des Versuches (mittlere Temperatur 71,8 °C) mit 60,1 % gemessen und somit um etwa 4,5 % überschätzt. Mit zunehmender Temperatur steigt das gemessene Mischungsverhältnis an. Bei 84,9 °C beträgt der gemessene Harzanteil 63,7 % und bei 95,8 °C Kammertemperatur 66,7 %. Es ist eine Korrelation zwischen Temperatur und gemessenem Mischungsverhältnis zu erkennen. Die Abweichung des gemessenen Mischungsverhältnisses zur Sollvorgabe in Abhängigkeit der Temperatur beträgt etwa 0,5 % pro Kelvin.

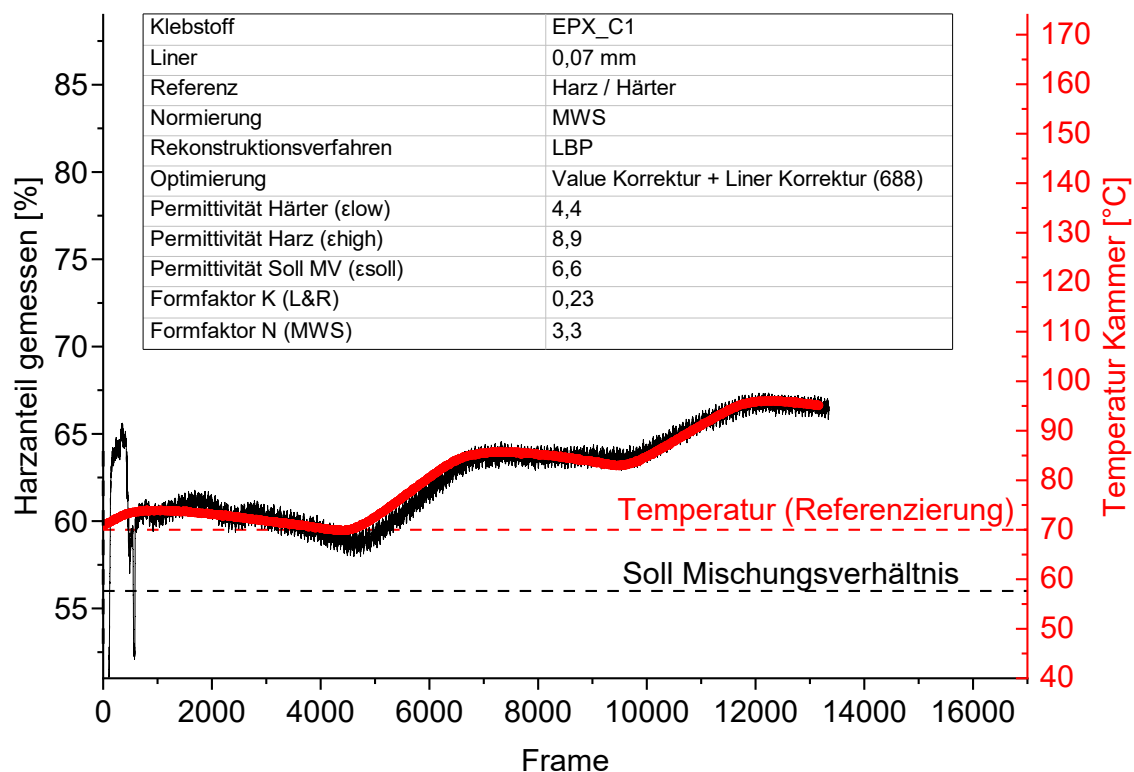
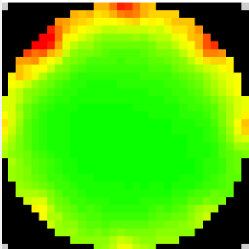
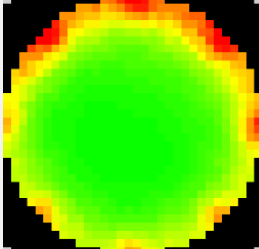
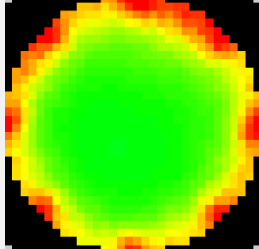


Abbildung 68 - Einfluss der Temperatur auf den gemessenen Harzanteil im Praxisversuch

Bei Betrachtung der zugehörigen Tomogramme fällt auf, dass sich zwei Bereiche ausbilden. Während im Zentrum des Sensors ein homogenes Gemisch vorherrscht, wird im Randbereich ein erhöhter Harzanteil gemessen. Dieser erhöhte Harzanteil erhöht sich mit steigender Temperatur.

Tabelle 22 - Einfluss der Temperatur auf den gemessenen Harzanteil im Praxisversuch - Tomogramme

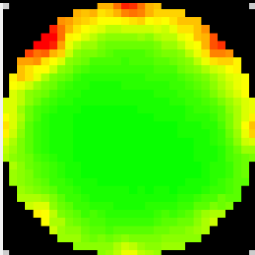
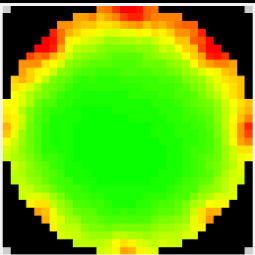
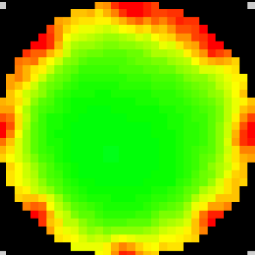
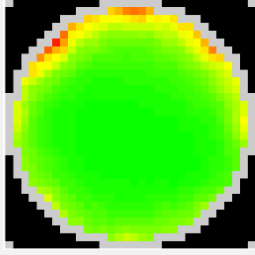
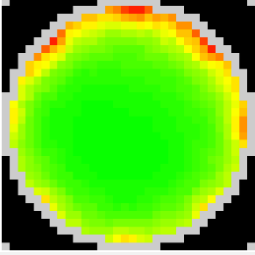
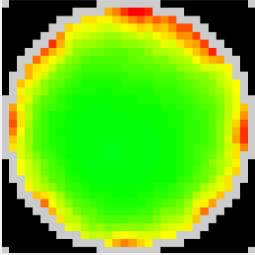
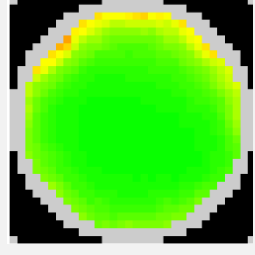
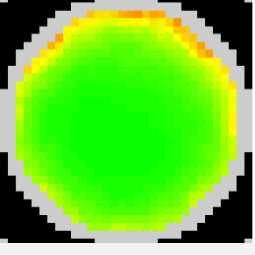
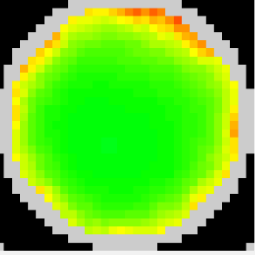
Soll	70 °C	80 °C	90 °C
Vorgabe	Frame 3000	Frame 9000	Frame 13000
812 Pixel			

6.4.5 Diskussion

Die Praxisversuche zeigen, dass die ECT in der Lage ist, Mischungsverhältnisse von Klebstoffen mit einem Toleranzbereich von $\pm 2,5\%$ zu messen. Zudem sind Störungen, wie Luftblasen und Unterbrechungen der Klebstoffzuführung zuverlässig detektierbar. Die Ergebnisse der Permittivitätsbestimmung, als Grundlage für den Einsatz der ECT mit Klebstoffen, sowie die Ergebnisse der Laborversuche werden im Praxisversuch bestätigt.

Ein signifikanter Einflussfaktor auf die Ergebnisse der ECT-Messungen stellt die Temperatur dar. Insbesondere bei ruhendem Klebstoff treten aufgrund einer ungleichmäßigen Temperaturverteilung Randeffekte auf. Diese Randeffekte äußern sich in Form eines Anstieges des gemessenen Harzanteils im Randbereich des Sensors. Es wird davon ausgegangen, dass dies auf die von außen auf den Sensor einwirkende Temperatur und der damit im Randbereich steigenden Permittivität (vgl. 6.2.5) zurückzuführen ist. Dieser Effekt kann durch die Verwendung der für dickere Liner-Varianten gedachten Liner-Korrektur (632 Pixel) kompensiert werden. Bei fließendem Klebstoff werden die Störungen im Randbereich kaum beobachtet.

Tabelle 23 - Anwendung der Liner-Korrektur zur Kompensation von Randeffekten

Soll	70 °C	80 °C	90 °C
Vorgabe	Frame 3000	Frame 9000	Frame 13000
812 Pixel			
688 Pixel			
632 Pixel			

Wird die Liner-Korrektur (632 Pixel) auf die Messungen des Temperatureinflusses angewendet, so ist zu erkennen, dass bei Erreichen der Referenztemperatur (blauer Kreis) das gemessene Mischungsverhältnis dem vorgegebenen Soll-Mischungsverhältnis annähert. Der verbleibende Offset vom Soll-Mischungsverhältnis bei Referenztemperatur beträgt 1,3 %.

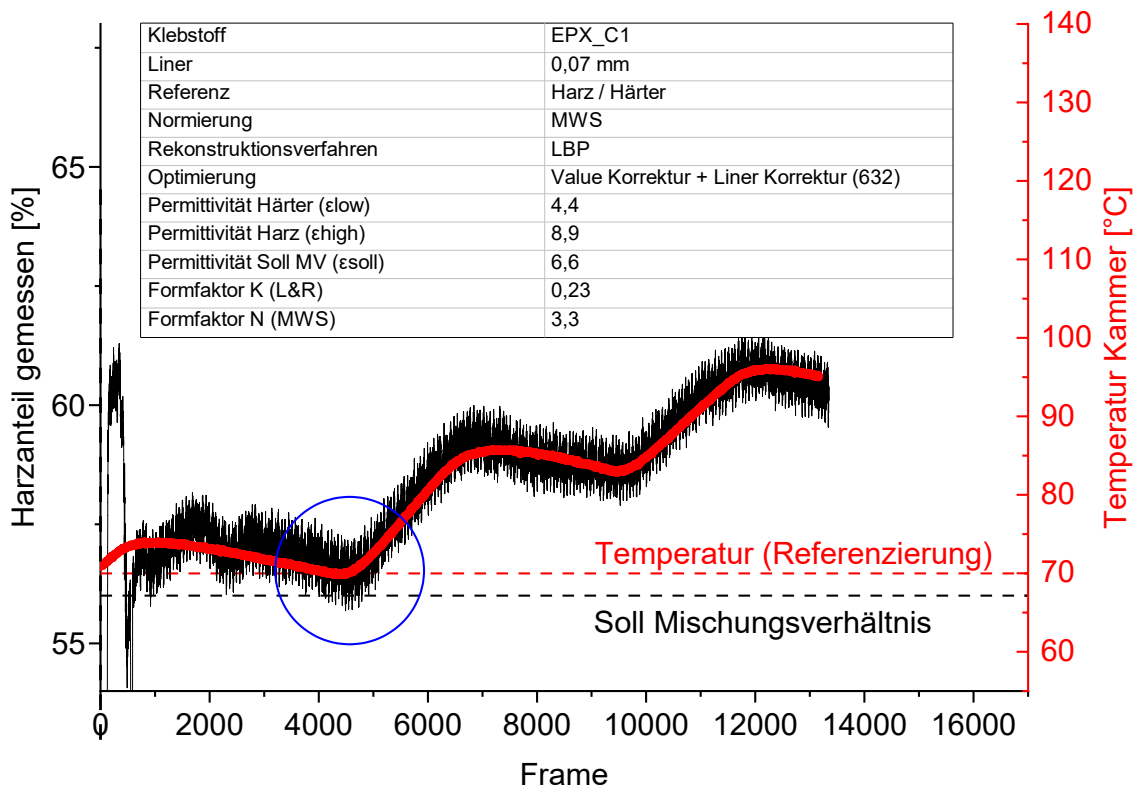


Abbildung 69 - Messung des Temperatureinflusses unter Verwendung der Liner-Korrektur

Der Einfluss der Temperatur wird gleichfalls in den Messungen unterschiedlicher Mischungsverhältnisse deutlich. Insbesondere zu Beginn der Messungen wird die Referenztemperatur von 80 °C um ca. 10 °C überschritten. Dies führt zu einer deutlichen Überschätzung des Harzanteils. Wird der aus den Untersuchungen ermittelte Faktor zum Temperatureinfluss von 0,5 %/K (vgl. Kapitel 6.4.4) zur Korrektur genutzt, so führt dies, insbesondere im Falle der ersten Messungen, zu einer signifikanten Verbesserung des detektierten Mischungsverhältnisses (vgl. Abbildung 70). Der verbliebene Offset beträgt im Mittel 1,6 % und korreliert somit zum Offset der Messungen zum Temperatureinfluss.

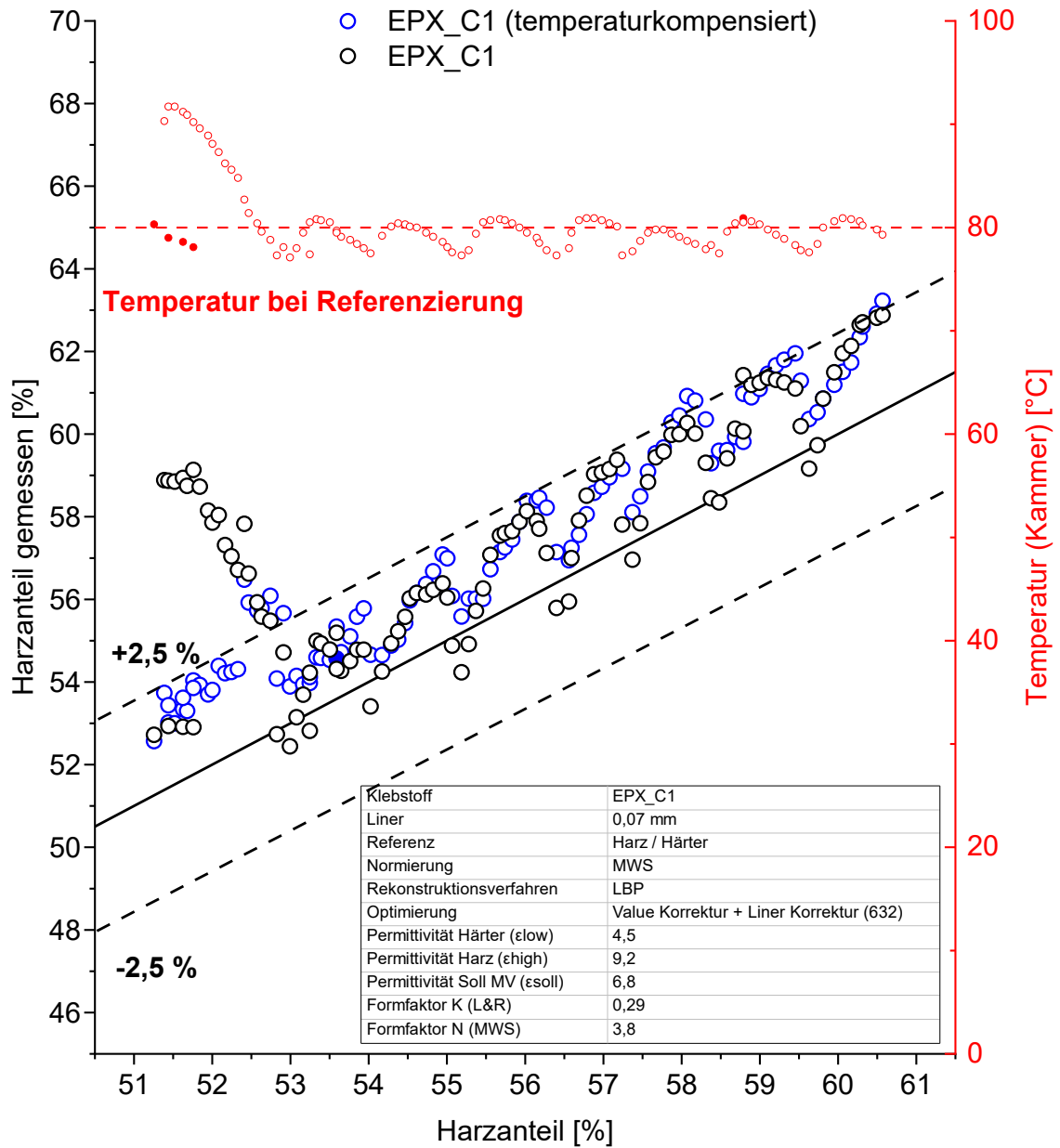


Abbildung 70 - Detektion unterschiedlicher Harzanteile im Praxisversuch am Klebstoff EPX_C1, temperaturkompensiert

Kapitel 7

Übergreifende Betrachtung und Diskussion

„ Für einen Forscher sind die unvergessenen Momente seines Lebens jene seltenen, die nach Jahren mühsamer Arbeit entstanden sind, wenn das Geheimnis um die Natur plötzlich gelüftet ist und wenn das, was dunkel und chaotisch war, in einem klaren und schönen Licht und Muster erscheint. “

(Gerty Cori, Biochemikerin)

Die Leitfrage dieser Dissertation lautet „*Ist die ECT geeignet, um die Homogenität von Klebstoffen inline in ausreichender Güte zu messen?*“, . Um diese Frage beantworten zu können, ist eine Betrachtung aller zuvor aufgezeigten Aspekte und der aufgestellten Arbeitshypothesen erforderlich.

- a. Eine kommerziell erhältliche ECT ist für die Bestimmung des Mischungsverhältnisses und der Homogenität von 2K-Klebstoffen geeignet.
- b. Harz und Härter von 2K-Polyurethan- und 2K-Epoxidklebstoffen verfügen über eine ausreichende Permittivitätsdifferenz und sind somit für eine Überwachung mittels ECT geeignet.
- c. Die ECT ist in der Lage, das Mischungsverhältnis und die Mischungsgüte von 2K-Polyurethan- und 2K-Epoxidklebstoffen in einer ausreichenden Güte von $\pm 10\%$ messen. (üblicher Toleranzbereich im Automobilssektor [20])

7.1 Anpassung einer kommerziellen ECT für klebtechnische Anwendungen

Die vorliegende Arbeit zeigt, dass die eingesetzte kommerziell erhältliche ECT den Anforderungen der Klebtechnik nicht genügt. Es bedarf mehrerer Anpassungen, um die ECT für den Einsatz mit Klebstoffen zu ertüchtigen. Explizit sind dies:

1. Miniaturisierung der Sensorik auf einen Innendurchmesser von 14 mm
2. Einsatz eines Schutzes gegen reaktive Klebstoffe (Liner)
3. Maßnahmen zur Minimierung des Linereinflusses auf das Messergebnis (Value-Korrektur, Liner-Korrektur)
4. auf Klebstoffe abgestimmte und optimierte Normierung nach Maxwell-Wagner-Sillars mit empirisch ermitteltem Formfaktor
5. alternative Referenzierung zur Steigerung der Rekonstruktionsqualität

ECT-Sensoren für den Einsatz in der Klebtechnik sind im Vergleich zu Sensoren anderer Anwendungsfelder der ECT stark verkleinert. In der vorliegenden Arbeit wird ein Sensor mit einem Innendurchmesser von 14 mm verwendet. Aufgrund des kleinen Innendurchmessers ist die konstruktiv mögliche Größe der Elektroden und damit die nutzbare Elektrodenfläche stark limitiert. Diese Limitierung ist das Resultat des geringen Umfangs des Detektionsvolumens und der begrenzten Elektrodenlänge. Für den verwendeten Sensor ergibt sich eine wirksame Elektrodenfläche von etwa 200 mm². Dies führt dazu, dass die zu messenden Kapazitäten Werte im niedrigen einstelligen Pico Farad Bereich annehmen.

Zudem nimmt der zum Schutz der Sensorik eingesetzte Liner einen großen Anteil des Detektionsvolumens ein und hat einen entsprechend großen Einfluss auf die ECT-Messung. Der Linereinfluss wird sowohl in den Vorversuchen (Glasstäbe), als auch in den durchgeführten Laborversuchen nachgewiesen (vgl. Kapitel 4.4.4 und 6.3). Es wird gezeigt, dass der Liner zu einer ungleichmäßigen Beeinflussung der Kapazitäten führt. Konkret werden die Kapazitäten benachbarter Elektroden deutlich mehr beeinflusst als die Kapazitäten gegenüberliegender Elektroden, was zu einer fehlerhaften Detektion des Mischungsverhältnisses führt. Gleichwohl führt der Liner zu negativen Ergebnissen bei der Normierung der Kapazitäten. In Folge der negativen Ergebnisse der Normierung kommt es zu Artefakten bei der Rekonstruktion und zu fehlerhaften Ergebnissen der Bestimmung des Mischungsverhältnisses. Beide Effekte können softwareseitig durch die vorgestellte Liner-Korrektur und die Value-Korrektur kompensiert werden.

Die kommerziell erhältliche ECT arbeitet mit einer Normierung nach dem Parallel-Modell, welche eine lineare Abhängigkeit von Permittivität und Mischungsverhältnis annimmt. Permittivitätsmessungen mit dem eigens für diesen Zweck entwickelten PMG haben gezeigt, dass die Abhängigkeit der Permittivität vom Mischungsverhältnis nicht linear ist und das Parallelmodell somit für die notwendige Normierung ungeeignet ist. Der Autor schlägt stattdessen eine Normierung nach dem Modell von Maxwell-Wagner-Sillars vor. Die notwendigen Parameter (Permittivitäten von Harz und Härter sowie der Formfaktor K) sind empirisch für jeden Klebstoff zu ermitteln. Die Untersuchungen zeigen, dass die notwendigen Messungen mit dem PMG in ausreichender Güte durchzuführen sind. Sowohl die durchgeführten Laborversuche als auch die Praxisversuche weisen nach, dass das Modell von MWS für Klebstoffe anwendbar ist. Sowohl die Maßnahmen zur Minimierung des Linereinflusses als auch die Normierung nach MWS sind in die entwickelte Software zur Auswertung klebtechnischer ECT-Messungen implementiert und getestet worden.

Es wird zudem nachgewiesen, dass zur weiteren Steigerung der Rekonstruktionsqualität eine alternative Referenzierung mit Dielektrika bekannter Permittivitäten (z. B. Lösungsmittel) verwendet werden kann. Mit der alternativen Referenzierung werden universell einsetzbare Referenzen erzeugt, welche in verschiedenen Kombinationen, angepasst auf die Permittivitäten des zu messenden Klebstoffes, verwendet werden können. Die Referenzen müssen nicht vor jeder Messung neu aufgenommen werden. Die Referenzierung liegt in Form einer gespeicherten Datei vor, welche zu Beginn einer Messung in die Software eingelesen wird. Hierdurch kann zum einen auf die Referenzierung mit Harz und Härter vor Beginn einer ECT-Messung verzichtet und zum anderen eine saubere Referenzierung sichergestellt werden. Änderungen der Permittivität von Harz und Härter, beispielsweise bei Chargenwechsel des Klebstoffes, werden so aufgrund des bekannten Messbereiches der ECT detektierbar.

Ergebnisse: Anpassung einer kommerziellen ECT für klebtechnische Anwendungen

- a. Die kommerziell erhältliche ECT ist für den Einsatz in der Klebtechnik nicht geeignet, es sind Anpassungen erforderlich.
- b. Die vorgestellten Liner aus PTFE sind zum Schutz der ECT-Sensorik geeignet.
- c. Die Liner führen in Kombination mit den kleinen ECT-Sensoren zu negativen Einflüssen, wie z. B. Fehler in der Detektion des Mischungsverhältnisses und Artefakten in der Rekonstruktion.
- d. Die negativen Einflüsse des Liners sind durch die Liner-Korrektur und die Value-Korrektur größtenteils kompensierbar.
- e. Eine erfolgreiche ECT-Messung ist mit den vorgestellten klebtechnischen Anpassungen trotz verkleinertem ECT- Sensor möglich.
- f. Zur weiteren Verbesserung der Rekonstruktionsergebnisse kann eine alternative Referenzierung verwendet werden.

7.2 Eignung von Klebstoffen für die Inline-Mischungskontrolle mittels ECT

Wann ist ein Klebstoff für eine Überwachung des Mischungsverhältnisses und der Homogenität mittels ECT geeignet? Dieser Frage war bisher weitgehend ungeklärt. Bekannt ist, dass die Komponenten Harz und Härter über eine ausreichende Permittivitätsdifferenz verfügen müssen. Als Richtlinie wird auf Basis des Herstellers der ECT-Hardware eine absolute Permittivitätsdifferenz von 2 angenommen. Die Ergebnisse dieser Arbeit lassen jedoch den Schluss zu, dass die Eignung eines Klebstoffes für die ECT nicht allein von der Permittivitätsdifferenz von Harz und Härter abhängt. Vielmehr muss die vom Mischungsverhältnis abhängige Permittivität, explizit die zu erwartende Permittivitätsänderung im relevanten Detektionsbereich (Soll-Mischungsverhältnis), betrachtet werden. Zur quantifizierbaren Beurteilung der ECT-Eignung von Klebstoffen führt der Autor den ECT-Index ϵ_{ECT} ein. Der ECT-Index beschreibt die zu erwartende Permittivitätsänderung bei einer angenommenen Abweichung von $\pm 10\%$ um das Soll-Mischungsverhältnis eines Klebstoffes. Für die Betrachtungen extremer Mischungsverhältnisse können für die Reduktion der Harz- und der Härterkomponente getrennte ECT-Indizes (Reduktion Härterkomponente: ϵ_{ECT_H} ; Reduktion Harzkomponente: ϵ_{ECT_R}) herangezogen werden. Je größer die zu erwartende Permittivitätsänderung, desto größer ist der Wert der ECT-Indizes und desto besser ist der Klebstoff durch die ECT messbar. Nachfolgendes Gedankenexperiment verdeutlicht die Zusammenhänge zwischen Mischungsverhältnis, Permittivität und ECT-Index.

In der vorliegenden Arbeit wird erstmals nachgewiesen, dass die Theorie von Lichtenecker und Rother zur Berechnung der Permittivitätsfunktion in Abhängigkeit des Mischungsverhältnisses für Klebstoffe gültig ist. Dies ermöglicht die empirische Ermittlung der Permittivitätsfunktion, welche die Abhängigkeit der Permittivität eines 2K-Klebstoffes vom Mischungsverhältnis beschreibt, auf Basis der Permittivitäten von Harz und Härter sowie der Permittivität einer beliebigen Mischung.

Parameterstudie zum ECT-Eignungsindex

Die Permittivitätsfunktion nach L&R stellt die Basis der nachfolgenden Parameterstudie zur Eignungsbestimmung von Klebstoffen für die ECT-Technologie dar. Im Folgenden seien drei Klebstoffe (A, B, C) betrachtet. Die drei Klebstoffe unterscheiden sich einzig im Mischungsverhältnis, bzw. den Anteilen von Harz V_R und Härter V_H . Die charakterisierenden Materialkennwerte werden als konstant angenommen. Dies sind explizit: Die Permittivität des Harzes (ϵ_R), der Formkoeffizient K sowie der ECT-Index ϵ_{ECT} werden als konstant angenommen. Gesucht ist die resultierende, notwendige Permittivität des Härters (ϵ_H), um bei unterschiedlichen Mischungsverhältnissen eine identische ECT-Eignung zu erhalten.

Tabelle 24 - Dielektrische Kennwerte der im Gedankenexperiment betrachteten Klebstoffe

Klebstoff	Anteil	Anteil	ECT- Index	Permittivität	Formfaktor K
	Harz	Härter		Harz	
	V_R	V_H		ϵ_R	
A	1	1	0.13	5	1
B	1	5	0.13	5	1
C	1	10	0.13	5	1

Die Berechnung der jeweiligen Permittivitätsfunktion zeigt, dass bei ansonsten gleichen Bedingungen für eine identische ECT-Eignung die notwendige Permittivitätsdifferenz direkt vom Mischungsverhältnis (MV) abhängt.

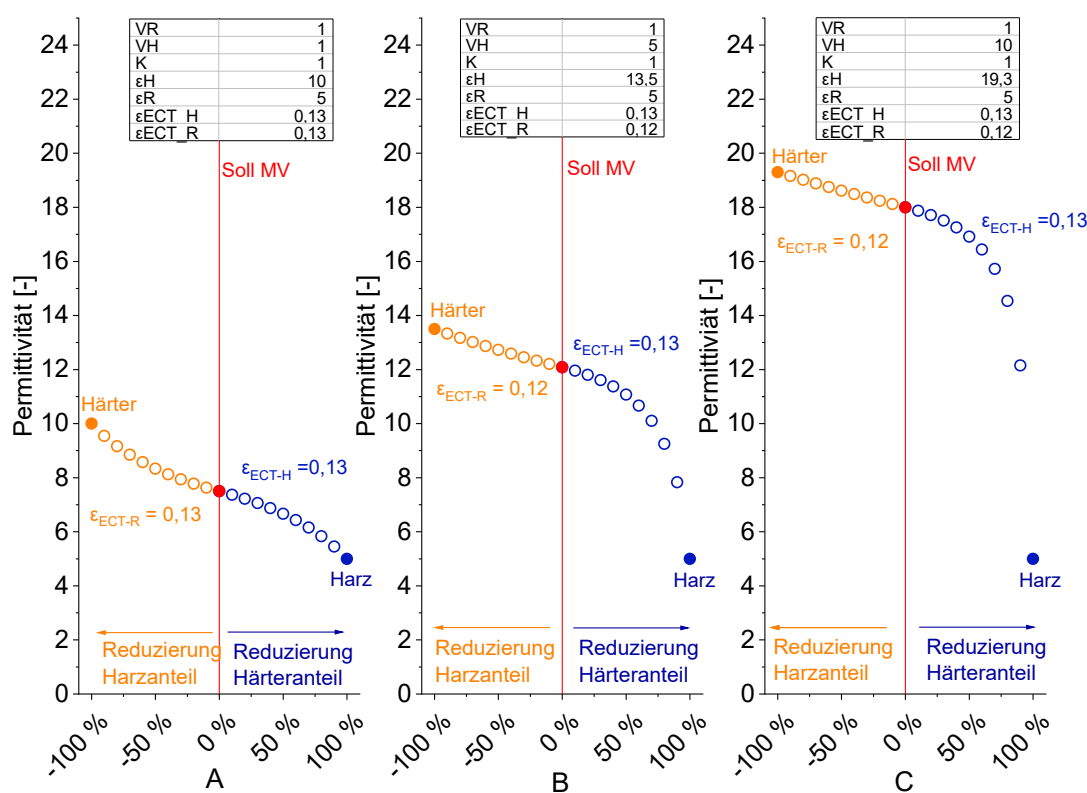


Abbildung 71 - Abhängigkeit der Permittivitätsdifferenz vom Mischungsverhältnis bei gleichen ECT-Indizes

Im Falle des Klebstoffes A (MV: 1:1) ist für das Erreichen eines ECT-Index von 0,13 eine Permittivitätsdifferenz von $\Delta\epsilon = 5$ erforderlich. Läge das vorgegebene Mischungsverhältnis bei diesem Klebstoff bei 1:5, wäre für eine gleiche Eignung bereits eine deutlich höhere Permittivitätsdifferenz von $\Delta\epsilon = 8,5$ erforderlich. Wird ein extremes Mischungsverhältnis betrachtet (MV = 1:10), so setzt sich der zuvor beschriebene Trend fort und es wird eine Permittivitätsdifferenz von $\Delta\epsilon = 14,3$ benötigt, um den ECT-Index identisch zu halten.

Im folgenden Versuch wird der Einfluss des Formfaktors K auf die Eignung eines Klebstoffes untersucht. Der Einfluss des Formfaktors K ist deutlich geringer als der Einfluss des Mischungsverhältnisses. Der ECT-Index sinkt unter den in Abbildung 72 dargestellten Bedingungen von 0,13 auf 0,12 bzw. 0,11 ab. Zudem wird nachgewiesen, dass die ECT-Indizes von Harz und Härter unterschiedlich sein können und im Einzelfall getrennt zu betrachten sind. Die Laborversuche lassen den Schluss zu, dass ein ECT-Index von 0,11 für eine erfolgreiche ECT-Messung ausreichend ist.

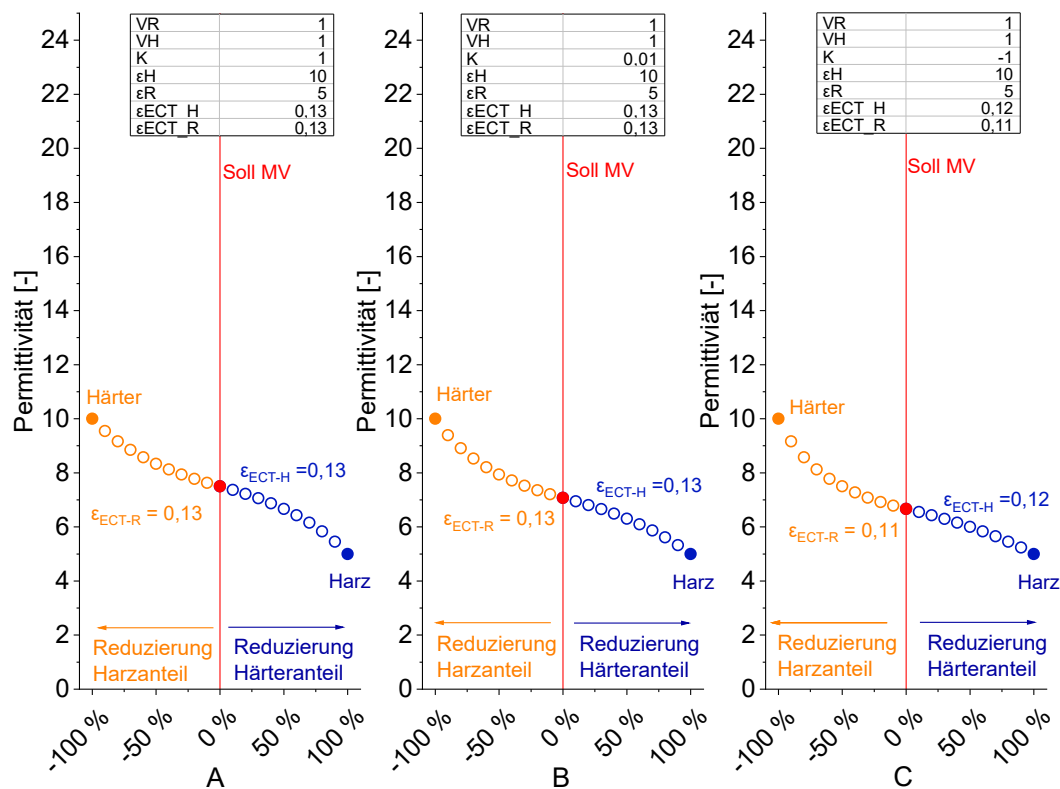


Abbildung 72 - Abhängigkeit der ECT-Indizes vom Formfaktor K

Bezüglich der Vorhersehbarkeit der Eignung eines Klebstoffes lassen die Ergebnisse der Permittivitätsmessungen von sechzehn kommerziell erhältlichen Klebstoffen keine klaren Trends erkennen, die eine allgemeine Abschätzung der ECT-Eignung zulassen. Die Ergebnisse deuten vielmehr darauf hin, dass die Permittivität von Klebstoffen von vielen individuellen Faktoren abhängt. Daher sind derzeit zur Bestimmung der ECT-Eignung individuelle PMG-Messungen erforderlich. Die Anzahl der notwendigen Messungen konnte durch den Nachweis der Gültigkeit der Theorie von L&R auf drei Messungen reduziert werden.

Ergebnisse: Eignung von Klebstoffen für die Inline-Mischungskontrolle mittels ECT

- a. Die Eignung von Klebstoffen ist von verschiedenen Materialkennwerten abhängig und kann nicht allein auf die Permittivitätsdifferenz der Komponenten Harz und Härter reduziert werden.
- b. Diese Materialkennwerte sind explizit: Mischungsverhältnis, Permittivität der Harzkomponente, Permittivität der Härterkomponente und der Formfaktor K nach L&R.
- c. Die Eignung von Klebstoffen für die ECT-Technologie ist derzeit nicht vorhersagbar, sondern ist anhand der o.g. Materialkennwerte individuell zu bestimmen.
- d. Der ECT-Index kann als unabhängiges und quantifizierbares Maß der Eignung von Klebstoffen für die ECT dienen.
- e. Der ECT-Index kann für eine Reduktion der Harz bzw. der Härterkomponente unterschiedliche Werte annehmen.
- f. Ein ECT-Index von 0,1 ist für erfolgreiche ECT-Messungen ausreichend.

7.3 Beurteilung der Leistungsfähigkeit einer klebtechnisch angepassten ECT

Die Beurteilung der Leistungsfähigkeit der klebtechnisch angepassten ECT ist im Praxisversuch erfolgt. Es wird gezeigt, dass die ECT in der Lage ist, folgende Leistungsmerkmale zu erfüllen:

1. Detektion des Mischungsverhältnisses mit einem Toleranzbereich besser $\pm 10\%$ (in Anlehnung an die Anforderungen der Automobilindustrie [20])
2. Prinzipielle Detektion der Mischgüte
3. Detektion von Mischfehlern
4. Prinzipielle Detektion von Härtungsreaktionen

Ein entscheidender qualitätsbeeinflussender Parameter bei der Verarbeitung von 2K-Klebstoffen ist die Einhaltung des korrekten Mischungsverhältnisses. Die Untersuchungen zeigen, dass die ECT, unter Berücksichtigung der klebtechnischen Anpassungen, in der Lage ist, eine adäquate Überwachung des Mischungsverhältnisses von 2K-Klebstoffen zu ermöglichen. Hierbei sind zwei Formen von Abweichungen zu unterscheiden. Zum einen die Streuung der Einzelmessungen, welche beispielsweise auf äußere Einflüsse, wie die Temperatur oder Toleranzen der Dosieranlage zurückzuführen sind. Zum anderen die mittlere Abweichung aller Einzelmessungen vom Soll-Mischungsverhältnis, was auf einen systematischen Fehler, wie verschlissene Dosierpumpen oder eine Fehlbedienung der Dosieranlage hindeutet. Im Praxisversuch wird bei wechselnden Mischungsverhältnissen eine mittlere Abweichung von $1,1\% \pm 0,89\%$ gemessen. Die Vorgabe der Automobilindustrie von $\pm 10\%$ wurde somit deutlich übertroffen.

Des Weiteren ist die ECT prinzipiell in der Lage, die Mischgüte zu bestimmen. Als bedingt geeignet hat sich eine Darstellung als Histogramm sowie mittlere Abweichung der Pixel eines Tomogramms vom Soll-Mischungsverhältnis erwiesen. Die Auswertung der Pixel als Maß der Mischgüte ist nur vergleichend möglich. Die Versuche zeigen, dass trotz einer homogenen Mischung des Klebstoffes die mittlere Abweichung der Pixel (Homogenität) im Bereich von 8 bis 10 % liegt. Im Laborversuch werden Homogenitäten von 12,5 % bis 13 % erreicht. Dies ist auf verbleibende Linereinflüsse, den Wechsel des Liners sowie die geringe örtliche Auflösung der ECT zurückzuführen. Dieser Wert kann daher als Richtwert für eine homogene Mischung angesehen werden. Eine Abweichung einzelner Pixel kann nicht als Störung der Homogenität gedeutet werden. Vielmehr ist das Tomogramm in seiner Gesamtheit zu betrachten. Zusammenhängende Bereiche der Größenordnung 25 Pixel, welche eine deutliche Abweichung des gemessenen Mischungsverhältnisses zeigen, deuten auf eine Störung der Homogenität oder Mischfehler hin.

Mischfehler können, neben Abweichungen im Mischungsverhältnis, der (kurzzeitige) Ausfall einer Klebstoffkomponente oder der Eintrag von Luftblasen in den Dosierstrang sein. Diese Inhomogenitäten können von der ECT im Praxisversuch zuverlässig erkannt werden.

Die Versuche haben gezeigt, dass die Zuverlässigkeit der ECT maßgeblich von konstanten Umgebungsbedingungen und einer sauberen Referenzierung abhängt. Eine fehlerhafte Referenzierung kann zu Abweichungen im gemessenen Mischungsverhältnis oder zu Artefakten bei der Rekonstruktion führen. Um dies zu vermeiden, kann eine alternative Referenzierung verwendet werden.

Als äußere Haupteinflussgröße wird die Temperatur der Umgebung und des Klebstoffes identifiziert. Der im Praxisversuch verwendete Klebstoff zeigt eine deutliche Temperaturabhängigkeit des gemessenen Harzanteils von 0,5 % / K. Die Temperatur ist bei der Auswertung von ECT-Messungen sowie bei der Auslegung eines klebtechnischen ECT-Systems zwingend zu berücksichtigen.

Ein weiterer Vorteil der ECT ist die Möglichkeit Härtingsreaktionen zu detektieren. Die Untersuchungen zeigen, dass Härtingsreaktionen zu einem messbaren Absinken der Permittivität führen. Um eine Härtingsreaktion als solche zu identifizieren, sind zusätzliche Informationen der Dosieranlage erforderlich. Diese Informationen können beispielsweise Angaben über den Zeitpunkt der Dosierung sein.

Ergebnisse: Beurteilung der Leistungsfähigkeit einer klebtechnisch angepassten ECT

- a. Die klebtechnisch angepasste ECT ist in der Lage, das Mischungsverhältnis mit einem ausreichenden Toleranzbereich zu erfassen.
- b. Die Güte der Mischung ist mit Einschränkungen erfassbar.
- c. Mischfehler, wie der Ausfall einer Klebstoffkomponente oder der Eintrag von Luftblasen können zuverlässig erkannt werden.
- d. Härtingsreaktionen sind mit Zusatzinformationen der Dosieranlage erfassbar.
- e. Haupteinflussgröße auf die Zuverlässigkeit der ECT ist die Temperatur.

Kapitel 8

Zusammenfassung und Ausblick

„Wer all seine Ziele erreicht hat, hat sie sich als zu niedrig ausgewählt!“

(Herbert von Karajan, österreichischer Dirigent)

Im Rahmen der vorliegenden Dissertation wird ein Inline-Überwachungssystem zur Detektion von Mischungsverhältnissen und Mischfehlern klebtechnischer Anwendungen auf Basis der elektrischen Kapazitätstomografie entwickelt, erprobt und wissenschaftlich untersucht. Die Leitfrage dieser Dissertation lautet:

Ist die elektrische Kapazitätstomografie geeignet, Homogenität und das Mischungsverhältnis von 2K-Klebstoffen inline in ausreichender Güte zu messen?

Diese Frage kann mit „Ja“ beantwortet werden. Es wird gezeigt, dass mit Hilfe der elektrischen Kapazitätstomografie eine Inline-Überwachung des Mischungsverhältnisses und der Mischgüte von 2-Klebstoffen realisiert werden kann. Um die ECT für die Klebtechnik nutzbar zu machen, werden zwei Themengebiete betrachtet.

Zum einen das Dielektrikum „Klebstoff“, mit der Frage, ob und welche Klebstoffe für die ECT geeignet sind. Durch die gezeigten Untersuchungen wird nachgewiesen, dass etwa die Hälfte der untersuchten Polyurethan- und Epoxidklebstoffe das Potential haben, mit der ECT überwacht zu werden. Eine pauschale Aussage zur Eignung bestimmter Klebstoffgruppen oder Typen ist nicht möglich. Vielmehr ist eine empirische Ermittlung charakteristischer dielektrischer Eigenschaften, wie die Permittivitäten von den Komponenten Harz und Härter sowie der Permittivitäts-Mischungsverhältnis-Funktion erforderlich. Um die dielektrischen Eigenschaften von Klebstoffen schnell (der Einfluss einer Härtungsreaktion soll vermieden werden) messen zu können, wird ein Permittivitäts-Messgerät (PMG) entwickelt und getestet. Mit Hilfe des PMG lassen sich Klebstoffe für die ECT charakterisieren und qualifizieren. Zudem wird der ECT-Index ε_{ECT} eingeführt, welcher als ein unabhängiges und quantifizierbares Maß für die ECT-Eignung von Klebstoffen fungiert.

Zum anderen werden die Messtechnik und die Auswertung der ECT betrachtet. Es wird gezeigt, dass eine kommerziell erhältliche ECT für den Einsatz in der Klebtechnik nicht geeignet ist. Es bedarf zahlreicher Modifikationen und Anpassungen, um die ECT für die Klebtechnik nutzbar zu machen. Die Sensorik muss vor reaktiven Klebstoffen geschützt werden. Dieser Schutz wurde als wechselbarer Liner aus PTFE ausgeführt, welcher sich als geeignet erwiesen hat. Zudem wird eine klebtechnisch angepasste Auswertesoftware vorgestellt und qualifiziert. Die Software enthält neben Standardansätzen zur Normierung der Ergebnisse und Rekonstruktion der Tomogramme neuartige Ansätze zur Verbesserung klebtechnischer ECT-Messungen. Beispielhaft seien hier die Liner-Korrektur und Value-Korrektur genannt. Zudem wird gezeigt, dass die Standard-Normierung nach dem Parallelmodell in Verbindung mit der Messung von Klebstoffen zu keinen zufriedenstellenden Ergebnissen führt. Der Autor schlägt stattdessen eine Normierung nach dem Modell von Maxwell-Wagner-Sillars mit individuell zu ermittelndem Formfaktor N vor. Die Normierung nach MWS hat sich als geeignet herausgestellt.

Die Leistungsfähigkeit der klebtechnisch angepassten ECT zur Detektion von Mischungsverhältnissen und Mischfehlern in der Klebtechnik wird abschließend im Praxisversuch erfolgreich getestet. Erreichbare Toleranzbereiche der Ermittlung des Mischungsverhältnisses liegen im Bereich besser $\pm 2,5\%$. Der erreichbare Toleranzbereich ist dabei stark von der Konstanz der Umgebungsbedingungen, insbesondere der Temperatur, abhängig. Des Weiteren ermöglicht die ECT eine zuverlässige Detektion von Mischfehlern, wie der temporäre Ausfall einer Klebstoffkomponente oder der Eintrag von Luftblasen in den Dosierstrang. Die vorliegende Dissertation leistet somit einen wichtigen Beitrag zur Qualitätssicherung in der Klebtechnik.

Die Untersuchungen zeigen auch, dass das Potential der ECT für den Einsatz in der Klebtechnik weiterhin nicht ausgeschöpft ist. Weiterführende Arbeiten werden insbesondere in folgenden Bereichen gesehen:

a. Übertragung der Ergebnisse auf weitere Klebstoffklassen

Der Fokus der vorliegenden Arbeit liegt aufgrund der großen kommerziellen Verbreitung auf chemisch härtenden Polyadditionsklebstoffen (Epoxyde und Polyurethane). Die erarbeitete Systematik zur Bestimmung der Permittivität von Klebstoffen und die Einführung der ECT-Indizes ermöglichen eine qualifizierte und allgemeine Beurteilung der ECT-Tauglichkeit. Diese Systematik sollte dazu genutzt werden, die Übertragbarkeit der Ergebnisse auf weitere Klebstoffklassen zu prüfen.

b. Beeinflussbarkeit der Permittivität von Klebstoffkomponenten

Es wird festgestellt, dass nicht alle Klebstoffe für die ECT geeignet sind. Daher wird es als sinnvoll angesehen, Möglichkeiten zu untersuchen, die Permittivität von Klebstoff-Komponenten zu beeinflussen. Somit könnte die Eignung des Klebstoffes für die ECT verbessert werden. Als eine Möglichkeit wird die Zugabe geeigneter Füllstoffe (z. B. Rußpartikel) gesehen.

c. Integration einer ECT in den Regelkreis von Dosieranlagen

Die ECT ermöglicht eine Inline-Kontrolle des Mischungsverhältnisses ausgetragener Klebstoffe. Diese Information kann genutzt werden, um eine zusätzliche Regelgröße für Dosieranlagen bereitzustellen. Dies setzt voraus, dass die ECT in den Regelkreis der Dosieranlage eingebunden wird.

d. Verbesserung der ECT-Sensorik und Auswertung

Es wird gezeigt, dass die Ergebnisse einer ECT-Messung von äußeren Einflüssen, insbesondere der Temperatur, abhängen. Derzeit wird die Temperatur des ECT-Sensors nicht überwacht. Des Weiteren ist ein austauschbarer Liner notwendig, welcher die ECT-Messung beeinflusst. Daher wird es als sinnvoll angesehen, verbesserte ECT-Sensoren mit integrierten Temperatursensoren und einer Alternative zum Liner (beispielsweise Sensoren mit integrierter Antihaft-Beschichtung) zu entwickeln.

e. Automatisierte Auswertung von Tomogrammen

Im Rahmen dieser Arbeit werden die Tomogramme manuell ausgewertet. Es wird als sinnvoll angesehen, eine automatisierte Auswertung zu implementieren. Zur Detektion und Einordnung verschiedener Fehlerbilder (Luftblase, unzureichende Durchmischung) können insbesondere Ansätze des „Machine Learning“ einen Gewinn darstellen.

Literaturverzeichnis

- [1] Crosby PB. Quality is free: The art of making quality certain. New York: New American Library; 1980.
- [2] DIN Deutsches Institut für Normung e. V. Qualitätsmanagementsysteme –Grundlagen und Begriffe. 2015. [place unknown]: [publisher unknown].
- [3] Schmitt R, Pfeifer T. Qualitätsmanagement: Strategien, Methoden, Techniken. 5th edn. München, Wien: Hanser; 2015.
- [4] Niermann D, Groß A, Brede M, et al. Qualitätssicherung in der Klebtechnik (Teil 1): Konstruktionsphase. Adhaes Kleb Dicht. 2005;49:36–38.
- [5] Niermann D, Groß A, Brede M, et al. Qualitätssicherung in der Klebtechnik (Teil 2): Fertigungsphase. Adhaes Kleb Dicht. 2005;49:28–32.
- [6] Jung B, Schweißner S, Wappis J. Qualitätssicherung im Produktionsprozess. 2nd edn. (Pocket Power; vol. 066). München: Hanser; 2021.
- [7] DIN Deutsches Institut für Normung e. V. Qualitätsmanagementsysteme –Anforderungen. 2015. [place unknown]: [publisher unknown].
- [8] Groß A, Lohse H. Die neue DIN 2304 und ihr Nutzen für die Praxis. Adhaes Kleb Dicht. 2015;59:12–19.
- [9] DIN 2304-1:2016-03, Klebtechnik_ - Qualitätsanforderungen an Klebprozesse_ - Teil_1: Prozesskette Kleben. Berlin: Beuth Verlag GmbH.
- [10] Wilken R, Markus S, Amkreutz M, et al., inventor; FRAUNHOFER GES FORSCHUNG [DE], assignee. METHOD AND DEVICE FOR TESTING A SURFACE QUALITY. EP1893974 (A1). 2006 Jun 12.
- [11] Sun C-M, Sezgin OS, Forrest AK, et al. Use of vision in dispensing control and inspection of adhesives. Robotica. 1991;9:371–377.
- [12] Habenicht G. Kleben: Grundlagen, Technologien, Anwendungen. 6th edn. (VDI-Buch). Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg; 2008.
- [13] Habenicht G. Vom flüssigen Klebstoff zur festen Klebschicht. In: Habenicht G, editor Kleben - erfolgreich und fehlerfrei: Handwerk, Haushalt, Ausbildung, Industrie; 2003; p. 13–20.
- [14] Meschut G, Hahn O, Teutenberg D, et al. Influence of the dosing and mixing technology on the property profile of two-component adhesives. Weld World. 2015;59:91–96.
- [15] Kunststoffe - Bestimmung der Zugeigenschaften - Teil 1: Allgemeine Grundsätze. Berlin: Beuth Verlag GmbH.
- [16] Szabelski J. Effect of incorrect mix ratio on strength of two component adhesive Butt-Joints tested at elevated temperature. MATEC Web Conf. 2018;244:1019.

- [17] Minty RF, Yang L, Thomason JL. The influence of hardener-to-epoxy ratio on the interfacial strength in glass fibre reinforced epoxy composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 2018;112:64–70.
- [18] Michels J, Sena Cruz J, Christen R, et al. Mechanical performance of cold-curing epoxy adhesives after different mixing and curing procedures. *Composites Part B: Engineering*. 2016;98:434–443.
- [19] Shin P-S, Wang Z-J, Kwon D-J, et al. Optimum mixing ratio of epoxy for glass fiber reinforced composites with high thermal stability. *Composites Part B: Engineering*. 2015;79:132–137.
- [20] Yorkgitis EM. Robustness of 2K Structural Adhesives:What It Is and How It Benefits The Adhesive User. In: SAE Technical Paper Series. Proceedings; MAY. 12, 1997; 1997.
- [21] Böhm S, Bischof S, Dilger K. Controlled application even for small quantities. *Adhes Adhes Sealants*. 2009;6:42–47.
- [22] Prof. Dr.-Ing Dilger, K., Dr. rer. nat Fischer, F. und Dipl.-Ing Schönreich, B. Berührungslose thermische Durchflussmessverfahren zum geregelten Klebstoffauftrag hochviskoser Klebstoffe. 2012. [place unknown]: [publisher unknown].
- [23] Bezmenov VS, Ignatov AV. Devices for transportation and dosing of adhesive compounds at assembly facilities. *Polym. Sci. Ser. D*. 2015;8:79–84.
- [24] Industrial Tomography Systems. Batch Mixing [Internet] [cited 2022 Aug 31]. Available from: <https://www.itoms.com/applications/batch-mixing/>.
- [25] Beck MS, editor. Tomographic techniques for process design and operation: Proceedings of a workshop ... held in Manchester, 26 - 29 March 1992. Southampton: Computational Mechanics Publ; 1993.
- [26] Romans LE. Introduction to computed tomography. Baltimore: Williams & Wilkins; 1995.
- [27] Reinecke N, Petritsch G, Schmitz D, et al. Tomographische Meßverfahren - Visualisierung zweiphasiger Strömungsfelder. *Chemie Ingenieur Technik*. 1997;69:1379–1394.
- [28] Hinterberger F. Physik der Teilchenbeschleuniger und Ionenoptik. 2nd edn. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg; 2008.
- [29] U. Hampel, E. Schleicher, M. J. da Silva, A. Li, S. Thiele, E. Wollrab. Committees of 4th International Symposium on Process Tomography in Poland: Optical tomograph for the investigation of single and two phase pipe flows. In:
- [30] Schlegel W, Karger C, Jäkel O, et al., editors. Medizinische Physik: Grundlagen - Bildgebung - Therapie - Technik. Berlin: Springer Spektrum; 2018. (Lehrbuch).
- [31] Hatzakis E. Nuclear Magnetic Resonance (NMR) Spectroscopy in Food Science: A Comprehensive Review. *Compr Rev Food Sci Food Saf*. 2019;18:189–220.
- [32] Wienhard K, Wagner R, Heiss W-D. PET: Grundlagen und Anwendungen der Positronen-Emissions-Tomographie. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg; 1989.

- [33] Merunka I, Massa A, Vrba D, et al. Microwave Tomography System for Methodical Testing of Human Brain Stroke Detection Approaches. *International Journal of Antennas and Propagation*. 2019;2019:1–9.
- [34] Kak AC. Principles of computerized tomographic imaging: "This SIAM edition is an unabridged republication of the work first published by IEEE Press, New York, 1988.". (Classics in applied mathematics; vol. 33). Philadelphia, Pa.: Society for Industrial and Applied Mathematics (SIAM 3600 Market Street Floor 6 Philadelphia PA 19104); 2001.
- [35] Kraume M, editor. *Mischen und Rühren: Grundlagen und moderne Verfahren*. Weinheim: Wiley-VCH; 2006.
- [36] Goodenough DJ, Weaver KE. Overview of Computed Tomography. *IEEE Trans. Nucl. Sci.* 1979;26:1661–1667.
- [37] NobelPrize.org. Godfrey N. Hounsfield – Facts [Internet] [cited 2023 Jan 24]. Available from: <https://www.nobelprize.org/prizes/medicine/1979/hounsfield/facts/>.
- [38] Xie CG, Reinecke N, Beck MS, et al. Electrical tomography techniques for process engineering applications. *The Chemical Engineering Journal and the Biochemical Engineering Journal*. 1995;56:127–133.
- [39] Hunt A, Pendleton J, Byars M. Non-Intrusive Measurement of Volume and Mass Using Electrical Capacitance Tomography. In: *Volume 3. Proceedings; 19.07.2004 - 22.07.2004; Manchester, England; 2004*; p. 605–611.
- [40] York T. Status of electrical tomography in industrial applications. *J. Electron. Imaging*. 2001;10:608.
- [41] Industrial Tomography Systems PLC. Beverage Production: The processing benefits of ERT [Internet] [cited 2022 Aug 18]. Available from: <http://www.itoms.com/wp-content/uploads/2017/11/ITS-Mixing-Case-Study-Cola.pdf>.
- [42] Yang WQ, Peng L. Image reconstruction algorithms for electrical capacitance tomography. *Meas. Sci. Technol.* 2003;14:R1-R13.
- [43] Halow JS, Fasching GE, Nicoletti P, et al. Observations of a fluidized bed using capacitance imaging. *Chemical Engineering Science*. 1993;48:643–659.
- [44] Huang SM, Xie CG, Beck MS, et al. Design of sensor electronics for electrical capacitance tomography. *IEE Proc. F Radar Signal Process. UK.* 1992;139:83.
- [45] Huang SM, Plaskowski AB, Xie CG, et al. Capacitance-based tomographic flow imaging system. *Electron. Lett.* 1988;24:418.
- [46] Beck MS, Dyakowski T, Williams RA. Process tomography - the state of the art. *Transactions of the Institute of Measurement and Control*. 1998;20:163–177.
- [47] Reinecke, N. / Mewes, D. /. Resolution enhancement for multi-electrode capacitance sensors. In: *Process tomography - a strategy for industrial exploitation, 1994*.

- [48] Warsito W, Fan L-S. Neural network based multi-criterion optimization image reconstruction technique for imaging two- and three-phase flow systems using electrical capacitance tomography. *Meas. Sci. Technol.* 2001;12:2198–2210.
- [49] Tapson J. Neural networks and stochastic search methods applied to industrial capacitive tomography. *Control Engineering Practice.* 1999;7:117–121.
- [50] Industrial Tomography Systems. Internetauftritt [Internet] [cited 23.08.22]. Available from: <https://www.itoms.com/more-about-us/>.
- [51] Process Tomography Limited. Internetauftritt: Applications [Internet] [cited 2022 Aug 31]. Available from: <http://www.tomography.com/apps.htm>.
- [52] Yang WQ, Stott AL, Beck MS, et al. Development of capacitance tomographic imaging systems for oil pipeline measurements. *Review of Scientific Instruments.* 1995;66:4326–4332.
- [53] G. Steiner. Sequential fusion of ultrasound and electrical capacitance tomography. *International Journal of Information & Systems Sciences.* 2006.
- [54] Gebhardt S. Entwurf und Realisierung eines kapazitiven Tomographie-Systems nach dem Dreielektroden-Messprinzip (Dissertation). [place unknown]: [publisher unknown]; 2014.
- [55] Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik in DIN und VDE. IEV Wörterbuch: 121-12-12 absolute Permittivität [Internet] [cited 2022 Sep 1]. Available from: <https://www2.dke.de/de/Online-Service/DKE-IEV/Seiten/IEV-Woerterbuch.aspx?search=121-12>.
- [56] *Elektrotechnik: Grundlagen.* 6th edn. (Springer eBook Collection Computer Science & Engineering). Wiesbaden: Teubner; 2007.
- [57] Debye JWP. *Polar molecules.* New York: The Chemical Catalog Company, Inc; 1929.
- [58] DIN Deutsches Institut für Normung e. V. Dielektrische und resistive Eigenschaften fester Elektroisierstoffe – Teil 2-1: Relative Permittivität und Verlustfaktor – Technische Frequenzen (0,1 Hz bis 10 MHz) – Wechselspannungsverfahren. 12/2018. [place unknown]: [publisher unknown].
- [59] ASTM International. Standard Test Methods for AC Loss Characteristics and Permittivity (Dielectric Constant) of Solid Electrical Insulation. 1998. [place unknown]: [publisher unknown].
- [60] C. Persch. Messung von Dielektrizitätskonstanten im Bereich von 0, 2 bis 6 GHz und deren Bedeutung für die Mikrowellenerwärmung von Lebensmitteln [Dissertation]. Karlsruhe: Universität Fridericiana; 02.06.1997.
- [61] Sun E, Datta A, Lobo S. Composition-based prediction of dielectric properties of foods. *J Microw Power Electromagn Energy.* 1995;30:205–212.
- [62] Wiener O. Die Theorie des Mischkörpers für das Feld der stationären Strömung. Abhandlung der mathematisch-physikalischen Klasse der königlich sächsischen Gesellschaft der Wissenschaft. 1913:507–604.

- [63] Lichtenecker K, Rother k. Die Herleitung des logarithmischen Mischungsgesetzes aus allgemeinen Prinzipien der stationären Strömung. *Physik. Zeitschrift.* 1931;255–260.
- [64] Zha J-W, Zheng M-S, Fan B-H, et al. Polymer-based dielectrics with high permittivity for electric energy storage: A review. *Nano Energy.* 2021;89:106438.
- [65] Subodh G, Deepu V, Mohanan P, et al. Dielectric response of high permittivity polymer ceramic composite with low loss tangent. *Appl. Phys. Lett.* 2009;95:62903.
- [66] Abbas SM, Dixit AK, Chatterjee R, et al. Complex permittivity, complex permeability and microwave absorption properties of ferrite–polymer composites. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials.* 2007;309:20–24.
- [67] Dang Z-M, Yuan J-K, Zha J-W, et al. Fundamentals, processes and applications of high-permittivity polymer–matrix composites. *Progress in Materials Science.* 2012;57:660–723.
- [68] Day DR. Effects of Stoichiometric Mixing Ratio on Epoxy Cure —A Dielectric Analysis. *Journal of Reinforced Plastics and Composites.* 1988;7:475–484.
- [69] Sven Strohark. Untersuchung der Zusammenhänge zwischen Füllstoffeigenschaften und Mikrowellenerwärmung für deren Anwendung in der Klebtechnik. [place unknown]: [publisher unknown]; 2007.
- [70] Pethrick RA, Armstrong GS, Banks WM, et al. Dielectric and mechanical studies of the durability of adhesively bonded aluminium structures subjected to temperature cycling. Part 1: Examination of moisture absorption. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part L: Journal of Materials: Design and Applications.* 2004;218:169–182.
- [71] McConnell BK, Pethrick RA. Influence of Thermal Spikes on the Ageing of Adhesively Bonded Structures – A Dielectric Study. *The Journal of Adhesion.* 2008;84:193–211.
- [72] Bolton GT, Korchinsky WJ, Waterfall RC. Calibration of capacitance tomography systems for liquid-liquid dispersions. *Meas. Sci. Technol.* 1998;9:1797–1800.
- [73] Abd. Rahman NA, Abdul Rahim R, Mohd Nawi A, et al. A Review on Electrical Capacitance Tomography Sensor Development. *Jurnal Teknologi.* 2015;73. DOI: 10.11113/jt.v73.4244.
- [74] Xie CG, Huang SM, Beck MS, et al. Electrical capacitance tomography for flow imaging: system model for development of image reconstruction algorithms and design of primary sensors. *IEE Proc. F Radar Signal Process.* UK. 1992;139:89.
- [75] Malcolm Byars. Developments in Electrical Capacitance Tomography Malcolm Byars Process Tomography Ltd., 86, Water Lane, Wilmslow, Cheshire. SK9 5BB UK. Developments in Electrical Capacitance Tomography. *World Congress on Industrial Process Tomography;* Hannover, Germany. 2001.
- [76] Wang H, Tang L, Cao Z. An image reconstruction algorithm based on total variation with adaptive mesh refinement for ECT. *Flow Measurement and Instrumentation.* 2007;18:262–267.

- [77] Guo Q, Li X, Hou B, et al. A Novel Image Reconstruction Strategy for ECT: Combining Two Algorithms With a Graph Cut Method. *IEEE Trans. Instrum. Meas.* 2020;69:804–814.
- [78] Deabes W, Bouazza KE. Efficient Image Reconstruction Algorithm for ECT System Using Local Ensemble Transform Kalman Filter. *IEEE Access.* 2021;9:12779–12790.
- [79] W Q Yang, M Byars. An Improved Normalisation Approach for Electrical Capacitance Tomography. 1st World Congress on Industrial Process Tomography. 1999.
- [80] Process Tomography Ltd. Electrical Capacitance Tomography System Type TFLR5000: Operating Manual Issue 1. 2009. [place unknown]: [publisher unknown].
- [81] Process Tomography Ltd. Volumen 1. Fundamentals of ECT [Internet]. [place unknown]; December 2009 [cited 2022 Apr 5]. Available from: <http://www.tomography.com/pdf/Fundamentals%20of%20ECT.pdf>.
- [82] Chowdhury S, Marashdeh QM, Teixeira FL. Inverse Normalization Method for Cross-Sectional Imaging and Velocimetry of Two-Phase Flows Based on Electrical Capacitance Tomography. *IEEE Sens. Lett.* 2018;2:1–4.
- [83] Bukhari SFA, Ismail I, Yang W. Measurement of Water Fraction in Liquid Hydro-Carbons Using ECT Sensor. In: AIP Conference Proceedings. Proceedings; 10-13 December 2006; Macau (China); 10-13 December 2006; p. 705–709.
- [84] Wiesendorf V, Werther J. Capacitance probes for solids volume concentration and velocity measurements in industrial fluidized bed reactors. *Powder Technology.* 2000;110:143–157.
- [85] Maxwell J C. A Treatise on Electricity and Magnetism. Oxford: [publisher unknown]; 1873.
- [86] McKean TR, Pugsley TS. The influence of permittivity models on phantom images obtained from electrical capacitance tomography. *Meas. Sci. Technol.* 2002;13:1822–1830.
- [87] Sillars RW. The properties of a dielectric containing semiconducting particles of various shapes. *Journal of the Institution of Electrical Engineers.* 1937;80:378–394.
- [88] Brooks RA, Di Chiro G. Theory of image reconstruction in computed tomography. *Radiology.* 1975;117:561–572.
- [89] Isaksen Ø. A review of reconstruction techniques for capacitance tomography. *Meas. Sci. Technol.* 1996;7:325–337.
- [90] Li K, Cong S. A review of image reconstruction algorithms in electrical capacitance tomography. In: Proceedings of 2018 Tenth International Conference on Advanced Computational Intelligence (ICACI): Xiamen, Fujian, China, March 29-31, 2018. Proceedings; 3/29/2018 - 3/31/2018; Xiamen; 2018; p. 128–133.
- [91] Xie CG, Plaskowski A, Beck MS. 8-electrode capacitance system for two-component flow identification. Part 1: Tomographic flow imaging. *IEE Proceedings A (Physical Science, Measurement and Instrumentation, Management and Education)* [Internet]. 1989;136:173–183. Available from: <https://digital-library.theiet.org/content/journals/10.1049/ip-a-2.1989.0031>.

- [92] C. Gamio J, Ortíz-Alemán C, Martín R. Electrical capacitance tomography two-phase oil-gas pipe flow imaging by the linear back-projection algorithm. *GeofInt.* 2005;44:265–273.
- [93] Isaksen O, Nordtvedt JE. A new reconstruction algorithm for process tomography. *Meas. Sci. Technol.* 1993;4:1464–1475.
- [94] A. N. Tikhonov. On the stability of inverse problems. In: *Proceedings of the USSR Academy* 1943; p. 195–198.
- [95] Sun B, Yue S, Hao Z, et al. Early lung cancer identification based on ERT measurements. In: *I2MTC - 2017 IEEE International Instrumentation and Measurement Technology Conference: May 22-25, 2017, Politecnico di Torino, Torino, Italy : 2017 proceedings papers. Proceedings; 5/22/2017 - 5/25/2017; Torino, Italy; 2017; p. 1–5.*
- [96] Sun B, Yue S, Hao Z, et al. An Improved Tikhonov Regularization Method for Lung Cancer Monitoring Using Electrical Impedance Tomography. *IEEE Sensors J.* 2019;19:3049–3057.
- [97] Cui Z, Wang Q, Xue Q, et al. A review on image reconstruction algorithms for electrical capacitance/resistance tomography. *SR.* 2016;36:429–445.
- [98] Li L, Zhang Y, Song L. An Image Fusion Algorithm for ECT based on Tikhonov Algorithm and Wavelet Transform. *IJSIP.* 2014;7:51–60.
- [99] Fang W. A nonlinear image reconstruction algorithm for electrical capacitance tomography. *Meas. Sci. Technol.* 2004;15:2124–2132.
- [100] Zheng J, Peng L. A Deep Learning Compensated Back Projection for Image Reconstruction of Electrical Capacitance Tomography. *IEEE Sensors J.* 2020;20:4879–4890.
- [101] Dortmund Data Bank [Internet] [cited 2022 Feb 1]. Available from: www.ddbst.com.
Geprüft: 01.02.2022

In der vorliegenden Arbeit sind Ergebnisse enthalten, die im Rahmen der Betreuung folgender studentischer Arbeiten entstanden sind:

- 1) „Untersuchungen zur Beeinflussung der Permittivität von Klebstoffen für die elektrische Kapazitätstomographie“ von Ralf Ringe (Januar 2020)
- 2) „Potentialanalyse der elektrischen Kapazitätstomografie zur Prozessüberwachung der Mischungsgüte von 2-Komponenten-Klebstoffen“ von Patrick Teetz (Februar 2017)

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1 - Prinzip des Taggings	6
Abbildung 2 - Beispielhaftes CT-Tomogramm eines menschlichen Handgelenkes in dreidimensionaler Darstellung	7
Abbildung 3 - Anwendung der elektrischen Widerstandstomografie am Beispiel der Getränkeindustrie	11
Abbildung 4 - Vergleich der zeitlichen und örtlichen Auflösung verschiedener Tomografieverfahren nach Reinecke	12
Abbildung 5 - Komponenten eines ECT - Systems.....	14
Abbildung 6 - Übliche Rasterung des Messvolumens und Tomogramm eines ECT Sensors.....	21
Abbildung 7 - Verschiedene Zustände eines Zweiplattenkondensators	22
Abbildung 8 - Normierung auf Basis des Parallel-Modell.....	24
Abbildung 9 - Einfluss von k bei Verwendung des Serien-Modells	25
Abbildung 10 - Einfluss des Formfaktors nach Maxwell-Wagner-Sillars auf die Normierung.....	27
Abbildung 11 - Ablaufdiagramm des iterativen-Algorithmus	30
Abbildung 12 - Vergleich der Rekonstruktionsgüten und Rechenzeiten unterschiedlicher Rekonstruktionsverfahren.....	31
Abbildung 13 - Skizze eines ECT-Sensors ©ITS	39
Abbildung 14 - Liner mit 0,07 mm Wandstärke; Liner mit 1,0 mm Wandstärke	40
Abbildung 15 - Einfluss des Liners auf die Ermittlung des Mischungsverhältnisses.....	42
Abbildung 16 - Messbereich der ECT (absolut) in Abhängigkeit der Elektrodenkombination	44
Abbildung 17 - Prinzip-Skizze eines ECT Sensors mit Liner; Anteil des Liners am Detektionsvolumen einzelner Elektrodenkombinationen.....	45
Abbildung 18 - GUI der entwickelten ECT-Auswertesoftware	46
Abbildung 19 - Beispielhafte grafische Darstellung eines ECT-Tomogramms.....	48
Abbildung 20 - Vereinfachte Struktur des entwickelten ECT-Auswerteprogrammes.....	49
Abbildung 21 - Betrachtung der Kapazität eines Kondensators als Serienschaltung von Liner und Probe	50
Abbildung 22 - Beispielhafte Referenzierung der ECT mit Luft und Harz	52
Abbildung 23 - Einfluss der klebtechnischen Anpassungen auf die Messgenauigkeit der ECT.....	55
Abbildung 24 - Einfluss der klebtechnischen Anpassungen auf die Messgenauigkeit der ECT	56
Abbildung 25 - Vergleich verschiedener Rekonstruktionsverfahren in Bezug auf die Messgenauigkeit der ECT	59
Abbildung 26 - Prinzip-Darstellung des ECT-Indizes.....	63
Abbildung 27 - Konstruktion des Permittivitäts-Messgerätes (PMG).....	66
Abbildung 28 - PMG-Messverfahren	68

Abbildung 29 - Vergleich der Permittivitätsmessungen verschiedener Referenz Dielektrika mit Literaturwerten.....	70
Abbildung 30 - Vergleich von berechneten und gemessenen Kapazitäten der Validierungsmessungen.....	71
Abbildung 31 - Ergebnisse der Permittivitätsmessung an 2K-Epoxidharzklebstoffen.....	75
Abbildung 32 - Ergebnisse der Permittivitätsmessung an 2K-Polyurethanklebstoffen.....	76
Abbildung 33 - Abhängigkeit der Permittivität vom Härteranteil für EPX_A2.....	77
Abbildung 34 - Abhängigkeit der Permittivität vom Härteranteil für EPX_A2 (Vergleich mit der Theorie von Lichtenecker und Rother).....	78
Abbildung 35 - Normierung des gemessenen Härteranteils von EPX_A2 nach Maxwell-Wagner-Sillars	79
Abbildung 36 - Prinzip-Darstellung der Ermittlung des ECT-Indizes des Klebstoffes EPX_A2	80
Abbildung 37 - Einfluss der Temperatur und des Harzanteils auf die Permittivität des Klebstoffes EPX_C1.....	82
Abbildung 38 - Einfluss der Temperatur auf die Permittivität und die Formfaktoren K sowie N des Klebstoffes EPX_C1	84
Abbildung 39 - Adapter zum Füllen von Musterröhrchen.....	85
Abbildung 40 - Messung des Härteranteils an EPX_A2 I.....	88
Abbildung 41 - Messung des Härteranteils an EPX_A2 II.....	89
Abbildung 42 - Messung des Härteranteils an EPX_A2 III.....	90
Abbildung 43 - Messung des Härteranteils an EPX_A2 IV.....	91
Abbildung 44 - Messung des Härteranteils an EPX_A2 V.....	92
Abbildung 45 - Messung des Härteranteils an EPX_A2 VI.....	93
Abbildung 46 - Messung des Härteranteils an EPX_A2 VII.....	93
Abbildung 47 - Einfluss verschiedener Referenzen auf den gemessenen Härteranteil von EPX_A2 ...	95
Abbildung 48 - Einfluss verschiedener Referenzen auf den gemessenen Härteranteil von EPX_A2 (normiert).....	95
Abbildung 49 - Mittlere Homogenität der Tomogramm als Standardabweichung der Pixel.....	98
Abbildung 50 - Vergleich der Messung des Härteranteils vom iterativer-Algorithmus und der LBP ..	99
Abbildung 51 - Vergleich der Messung der Homogenität vom iterativer-Algorithmus und der LBP	100
Abbildung 52 - Einfluss der Härtung auf den gemessenen Harzanteil des Klebstoffes PUR_C1.....	102
Abbildung 53 - Gekürzte Mischwendeln zur Erzeugung unterschiedlicher Mischgütern	103
Abbildung 54 - Statikmischer (links) sowie Liner (rechts) nach dem Versuch	104
Abbildung 55 - Gemessene Homogenität in Abhängigkeit der Anzahl von Mischwendeln	104
Abbildung 56 - Gemessener Härteranteil in Abhängigkeit der Anzahl von Mischwendeln.....	105
Abbildung 57 - Bestimmung des Härteranteils von EPX_A3.....	106

Abbildung 58 - Beispielhafte Messung des Harzanteils von EPX_ A2 I	108
Abbildung 59 - Beispielhafte Messung des Harzanteils von EPX_ A2 II	109
Abbildung 60 - ECT-Rohwerte (Spannungsmesswerte) von Isopropanol-Proben unter Verwendung verschiedener Liner	111
Abbildung 61 - Spannungsmessbereich unter Verwendung von Luft und Isopropanol	112
Abbildung 62 - Kammer für den ECT-Praxisversuch	114
Abbildung 63 - Montage-Position des ECT-Sensors.....	114
Abbildung 64 - Detektion unterschiedlicher Harzanteile im Praxisversuch am Klebstoff EPX_C1...	116
Abbildung 65 - Beispielhaftes Histogramm des Versuches Nr. 66 (54,17 % Harzanteil)	117
Abbildung 66 - Auswertung der Homogenität im Praxisversuch.....	118
Abbildung 67 - Detektion von Störungen der Homogenität im Praxisversuch.....	119
Abbildung 68 - Einfluss der Temperatur auf den gemessenen Harzanteil im Praxisversuch	121
Abbildung 69 - Messung des Temperatureinflusses unter Verwendung der Liner-Korrektur	124
Abbildung 70 - Detektion unterschiedlicher Harzanteile im Praxisversuch am Klebstoff EPX_C1, temperaturkompensiert	125
Abbildung 71 - Abhängigkeit der Permittivitätsdifferenz vom Mischungsverhältnis bei gleichen ECT-Indizes	132
Abbildung 72 - Abhängigkeit der ECT-Indizes vom Formfaktor K	133

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1 - Übersicht verschiedener Tomografieverfahren.....	8
Tabelle 2 - Übersicht elektrischer Tomografieverfahren n	10
Tabelle 3 - Übersicht verschiedener Elektrodenkonfigurationen nach ASTM D150	16
Tabelle 4 - Durchmesser der Borosilikat-Glasstäbe und resultierender Glasanteil im ECT-Sensor ...	41
Tabelle 5 - Einfluss der Liner-Variante auf die Tomogramme (Serien Modell).....	43
Tabelle 6 - Einfluss der klebtechnisch optimierten Rekonstruktion auf die Tomogramme.....	53
Tabelle 7 - Einfluss der Liner-Variante auf die Tomogramme	57
Tabelle 8 - Einfluss der Liner-Variante auf die Messung der Permittivität von Lösungsmitteln.....	58
Tabelle 9 - Einfluss des Rekonstruktions-Algorithmus auf die Tomogramme	60
Tabelle 10 - Rekonstruktionszeiten verschiedener Algorithmen.....	61
Tabelle 11 - Messbereich des PMG in Abhängigkeit der Klebschichtdicke	67
Tabelle 12 - Dielektrika zur Kalibrierung des PMG.....	69
Tabelle 13 - Kennwerte der verwendeten Klebstoffe	74
Tabelle 14 - Ermittelte dielektrische Parameter des Klebstoffes EPX_A2.....	79
Tabelle 15 - Einfluss der Temperatur auf dielektrische Kennwerte des Klebstoffes EPX_C1	81
Tabelle 16 - Übersicht der dielektrischen Kennwerte für EPX_A2, EPX_A3, EPX_C1 und PUR_C1	83
Tabelle 17 - Ablauf einer ECT-Labormessung	86
Tabelle 18 - Einfluss verschiedener Referenzen auf die Tomogramme von EPX_A2.....	97
Tabelle 19 - Vergleich der Tomogramme vom iterativer-Algorithmus und der LBP	101
Tabelle 20 - Temperaturabhängigkeit der Permittivität für EPX_C1	113
Tabelle 21 - Detektion von Störungen der Homogenität im Praxisversuch.....	120
Tabelle 22 - Einfluss der Temperatur auf den gemessenen Harzanteil im Praxisversuch	122
Tabelle 23 - Anwendung der Liner-Korrektur zur Kompensation von Randeffekten	123
Tabelle 24 - Dielektrische Kennwerte der im Gedankenexperiment betrachteten Klebstoffe	132

Abkürzungen

1K-Klebstoff	einkomponentiger Klebstoff
2K-Klebstoff	zweikomponentiger Klebstoff
CT	Computertomografie
ECT	elektrische Kapazitätstomografie
EMT	elektromagnetische Tomografie
ERT	elektrische Widerstandstomografie
ET	Elektrische Tomografie
GUI	Grafische Benutzeroberfläche
ITS	Industrial Tomography Systems
L&R	Lichtenecker und Rother
Linac	Linearbeschleuniger
MT	Mikrowellen Tomografie
MV	Mischungsverhältnis
NMR	Nuclear magnetic Resonance
OT	Optische Tomografie
PET	Positron Emission Tomografie
PMG	Permittivitäts-Messgerät
PTFE	Polytetrafluorethylen
UMIST	Department of Electrical Engineering and Electronics
UST	Ultraschalltomografie

Formelzeichen

A	Elektrodenfläche
C	Kapazität
C_{eff}	effektive Kapazität
C_m	gemessene Kapazität
C_{Max}	normalisierte Kapazität (Maxwell)
C_{MWS}	normalisierte Kapazität (Maxwell-Wagner-Sillars)
C_P	normalisierte Kapazität (Parallel-Modell)
C_S	normalisierte Kapazität (Serien-Modell)
C_W	Kapazität des Liners
C_x	Kapazität einer Probe
D	elektrische Flussdichte
d	(Kleb-) Schichtdicke
G	Permittivitätsverteilung
G^*	Rekonstruktion (fehlerbehaftet)
I	Einheitsmatrix
K	Exponent Lichtenecker und Rother
k	Quotient aus ε_h und ε_l
N	Formfaktor (Maxwell-Wagner-Sillars)
Q	Ladungsmenge
Q_T	Tikhonov Matrix
S	Sensitivitätsmatrix
S'	inverse Sensitivitätsmatrix
S_T	transponierte Sensitivitätsmatrix
$\tan\delta$	dielektrischer Verlustfaktor
t	Tikhonov-Koeffizient
U	Potentialdifferenz
u	Formkoeffizient Wiener
V_A, V_B	Anteile der Komponenten A und B an einem Gemisch
V_l, V_h	Anteile der niedrigen (low) und hohen (high) Referenz an einem Gemisch
\bar{x}	Mittelwert
ΔC	kapazitiver Fehlervektor
ε	absolute Permittivität
ε_0	Permittivität des Vakuums
$\varepsilon_A, \varepsilon_B$	rel. Permittivitäten der Dielektrika eines Gemisches
$\varepsilon_l, \varepsilon_h$	rel. Permittivität der niedrigen (low) und hohen (high) Referenz
$\varepsilon_R, \varepsilon_H$	rel. Permittivität von Harz (resin) und Härter (hardener)
ε_M	rel. Permittivität eines beliebigen Gemisches
$\varepsilon_{\text{Soll}}$	rel. Permittivität eines Gemisches bei Soll-Mischungsverhältnis
ε_r	relative Permittivität
ε'_r	Realteil der Permittivität
ε''_r	Imaginärteil der Permittivität
κ	Elektrische Leitfähigkeit
σ	Standardabweichung
$\varphi(x, y)$	Potentialverteilung auf Elektroden

Publikationen

Teile dieser Arbeit wurden in folgenden Publikationen veröffentlicht:

Voß S, Voß M. Controlling the mixing quality of 2K adhesives by means of electrical capacitance tomography - Part I: necessary polymer characteristics. The Journal of Adhesion 2022:1-24 (Peer-Review Verfahren)

Voß S., Kordy H. Inline-Überwachung der Mischqualität von mehrkomponentigen Klebstoffsystemen. Adhäsion - Kleben und Dichten, Ausgabe 11/17 18-21

Voß S., Kordy H. Inline-Mischkontrolle von mehrkomponentigen Klebstoffsystemen. Adhäsion - Kleben und Dichten, Ausgabe 09/22 58-61

Konferenzbeiträge

05/2019 - 15th Flucome; Neapel, Italien; "Electrical capacitance tomography as a method for inline monitoring the homogeneity of adhesive flows"

10/2019 - 1st International Conference on Advanced Joining Processes; Ponta Delgada, Azoren (Portugal); "ECT for bonding - Challenges for the use of electrical capacitance tomography in bonding technology"

07/2019 - 5th International Conference on Structural Adhesive Bonding; Porto, Portugal; "Inline monitoring the homogeneity of adhesive flows with Electrical Capacitance Tomography"

02/2023 - 23. Kolloquium Klebtechnik; Frankfurt (Main), Deutschland; „Die ECT-Tomographie als Verfahren zur kontinuierlichen Inline-Überwachung der Homogenität von Klebstoffen und Vergussmassen“

Eidesstattliche Erklärung

Ich - Sascha Torben Voß -

erkläre durch meine Unterschrift, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig und ohne unerlaubte fremde Hilfe angefertigt habe, keine anderen als die von mir angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt und die den benutzten Werken wörtlich oder inhaltlich entnommenen Stellen als solche kenntlich gemacht habe. Die zu Prüfungszwecken beigelegte elektronische Version der Dissertation ist identisch mit der abgegebenen gedruckten Version. Darüber hinaus versichere ich an Eides statt gem. § 65 Absatz 5 BremHG, dass ich die vorgenannten Angaben nach bestem Wissen und Gewissen gemacht habe und dass die Angaben der Wahrheit entsprechen und ich nichts verschwiegen habe.

Ort, Datum

Unterschrift