

NIR-Spektroskopie – eine schnelle Messmethode für Kunststoff-Prüfungen

PROJEKTTITEL

Einführung der NIR-Spektroskopie in der Kunststoffverarbeitung

PROJEKTLAUFZEIT

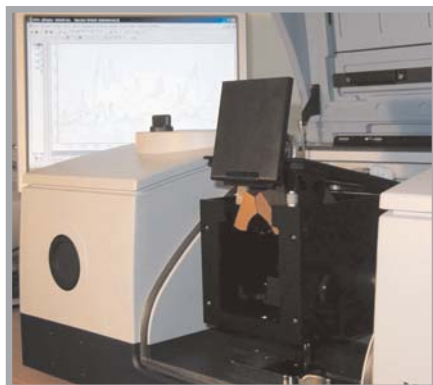
08 | 2003 – 02 | 2004

Die Nahinfrarot (NIR)-Spektroskopie ist eine leicht zu handhabende Messmethode, mit der sich sowohl am Granulat, am Pulver, in der Polymerschmelze als auch am fertigen Kunststoff-Teil verschiedene Parameter feststellen lassen. Die UAR (Upper Austrian Research GmbH) mit Sitz in Linz hat ein für den Industrieinsatz geeignetes NIR-Spektrometer entwickelt. Fünf österreichische Extrusionsbetriebe haben in diesem Kooperationsprojekt des Kunststoff-Clusters die Möglichkeiten dieser Technologie für ihren individuellen Kunststoffanalysebereich getestet und näher kennen gelernt.

Projektziel

Ziel der Zusammenarbeit war, das Potenzial der Nahinfrarot (NIR)-Technologie zur kontinuierlichen Prozessüberwachung bei Extrusionsanlagen auszuloten. Es sollten jene Parameter gefunden werden, die mit einer für den Anwender ausreichenden Genauigkeit reproduzierbar messbar sind.

Die von den Projektpartnern aus der Extrusions-Branche vorgegebenen und zu bestimm-



menden Parameter für die Analyse waren zusammengefasst:

- Feuchtigkeit
- Additiv-/Füllstoffgehalt
- qualitativer und quantitativer Farbgehalt
- Polymerzusammensetzung, Co-Monomergehalt
- MFI od. MFR (Melt-Flow-Index bzw. Melt-Flow-Rate)
- Plastifizierung bzw. Gelierung von PVC

Mit Hilfe der NIR-Spektroskopie sollten dabei die seitens der Projektpartner vorgegebenen Messgenauigkeiten auf Machbarkeit untersucht werden.

Ergebnis

Für alle Projektteilnehmer ist das Potenzial der NIR-Technologie nun transparenter und somit auch einschätzbarer geworden. Der wesentliche Vorteil der NIR-Technologie liegt in der Schnelligkeit der Ergebnisse und Informationen (Messdauer < 1 min). Das Projekt hat aufgezeigt, für welche Parameter die NIR-Spektroskopie geeignet ist.

Bei der angewendeten Technologie ist im Vorfeld eine Kalibrierung anhand bekannter Probenzusammensetzungen durchzuführen. Die vorliegende Güte der Referenzproben ist dabei der wesentlichste Einflussfaktor für die erreichbare Messgenauigkeit. Neue Rezepturkomponenten müssen dabei in die Kalibrierung aufgenommen werden.

Zusammenfassend kann gesagt werden, dass die meisten Einzelkomponenten mit den geforderten Genauigkeiten bestimmbar waren. Die Feuchtigkeit ist bis unter den 100 ppm-Bereich messbar. Im Bereich der Bestimmung des Plastifizierungsgrades konnten interessante Ansätze gefunden werden.

Firmenspezifische Ergebnisse

- **Polymerzusammensetzung und Plastifizierung.** Auf Basis einer Grundrezeptur für eine Extrusionsanwendung im Polyolefinbereich wurden neun verschiedene Rezepturen mit verschiedenen Konzentrationen der einzelnen Komponenten hergestellt. Die NIR-

→ Greiner Extrusionstechnik GmbH (Projektkoordinator)

Friedrich-Schiedel-Straße 1
A-4542 Nußbach
www.greiner-extrusion.at



→ Cincinnati Extrusion GmbH

Laxenburger Straße 246
A-1230 Wien
www.cet-austria.com



→ EREMA Engineering Recycling Maschinen u. Anlagen GmbH

Freindorf - Unterfeldstraße 3
A-4052 Ansfelden
www.ereama.at



→ Fasalex Patent- und Lizenzverwertungs GmbH

Rasdorf 26
A-4794 Kopfung im Innkreis
www.fasalex.com



→ Poloplast GesmbH & Co KG

Poloplast-Straße 1
A-4060 Leonding
www.poloplast.com



Analysen haben hervorragende Korrelationen zu den jeweiligen Einsatzmengen der Einzelkomponenten ergeben. Die erforderliche Kalibrierung der Sensorik macht diese Methode bei häufiger Änderung der Rezepturbestandteile aber nur bedingt in der Praxis einsetzbar. Zielführend erscheint für **Greiner Extrusionstechnik** hier der Einsatz für die Erstellung von „Fingerprints“, d.h. das Festhalten bzw. die Charakterisierung einer vorgegebenen Rezeptur bei der Optimierung eines Werkzeuges. Beim anschließenden Vergleich mit der vor Ort bei der Produktion eingesetzten Formulierung kann eine manchmal notwendige Fehlersuche vereinfacht werden, da geringfügige Änderungen der Rezeptur sofort und eindeutig erkannt werden und kostenaufwändige chemische Materialanalysen weitestgehend vermieden werden. Anhand der Proben konnten auch Erkenntnisse im Bereich der Plastifizierung gewonnen werden.

• **Zuschlagstoffe und Plastifizierung bei PVC.** Für Anwendungen, für die **Cincinnati** den NIR-Einsatz testete, müsste die Genauigkeit – mit Ausnahme des Zuschlagstoffes Kreide – um mindestens eine Zehnerpotenz besser sein, wobei hier das Anforderungsprofil um ein Vielfaches höher war (10fach) als in allen anderen Bereichen. Aufgrund dieser hohen Anforderungsprofile kann das System für eine Rezepturbeurteilung im spezifischen PVC-Bereich nicht herangezogen werden. Generell wird als nachteilig erachtet, dass mittels NIR-Spektroskopie nur jene Zuschlagstoffe gemessen werden können, deren Existenz vorher bekannt ist – gerade dies ist aber manchmal nicht der Fall. Die Untersuchungen zur Beurteilung des Plastifizierverhaltens bei PVC konnten während der Projektzeit noch nicht abgeschlossen werden.

• **Feuchtemessungen.** Bei der Verarbeitung von Polyester ist die verbleibende Feuchte nach einem Trockenvorgang von großer Bedeutung für das Endergebnis. Die NIR-Resultate bei der Feuchtemessung waren zufrieden stellend. Ein Einsatz für die Inline-Kontrolle scheint möglich. Der Verarbeitungsprozess von PET könnte bei **EREMA** mit einer Inline-Feuchtemessung noch effizienter gestaltet werden.

• **Stoffklassenbestimmung bei PET.** Die Definition von Stoffklassen mittels NIR-Spektroskopie scheint bei PET-Flaschenmahlgut umsetzbar zu sein. Zur Feststellung von Fremdpolymeren im Materialstrom als Inline-Qualitätskontrolle muss die Methode laut **EREMA** – bedingt durch die Kalibrierung – noch genauer untersucht werden.

• **Komponenten und Additive bei Holzextrusion.** Die NIR-Analyse ist für die Kompo-

nenten- und Additivbestimmung in Holzextrusionsmaterialien geeignet. Sie hat sich als produktionstechnisch taugliche Methode zur Qualitätssicherung, Produktionsüberwachung und Wareneingangskontrolle sowohl für Granulat als auch Profile bei **Fasalex** erwiesen. Der große wirtschaftliche Vorteil liegt in den niedrigen Kosten für eine permanente Qualitätssicherung im Stundentakt und einer daraus resultierenden Minimierung des Ausschusses.

• **NIR-Spektroskopie im Rohr- und Formstückbereich.** Grundsätzlich ist die NIR-Technologie geeignet, die im Projekt definierten Parameter wie Dichte, Füllstoff-Gehalt, OIT (Sauerstoff-Induktionszeit) in Talkcompounds und Polymergehalt in Talkcompounds zu bestimmen. Größere Abweichungen stellte **Poloplast** bei der MFR und Rezepturanteilen in kleinen Konzentrationen fest, die teilweise durch größere Konzentrationsunterschiede anderer Bestandteile überdeckt werden. Im Rohr- und Formstückbereich sind die Anforderungen hinsichtlich der Prüfmethode sehr exakt definiert. Ein Einsatz der NIR-Spektroskopie wäre nur dann möglich, wenn die Überwachungsstellen die NIR-Spektroskopie als Alternative akzeptieren. Es sind jedoch erhebliche Einsparungen im Vergleich zu zeitaufwändigen Standardprüfungen nach herkömmlichen Methoden möglich. Bereits jetzt ist aber abschätzbar, dass permanent Änderungen in den Mischungsbestandteilen auch Kalibrierungsänderungen notwendig machen. Der dadurch entstehende hohe Kalibrieraufwand wird das Einsparungspotenzial wieder wesentlich reduzieren. Mittels „Fingerprintverfahren“ könnten diese Änderungen aber rasch in die Produktion einfließen.

Projekthintergrund

Die Qualitätsanforderungen an Kunststoffprodukte steigen ständig. Um so früh wie möglich prozessrelevante Qualitätsparameter zu erfassen, werden schnelle und zuverlässige Kontrollmethoden immer wichtiger. Eine mögliche Methode, um direkt im Produktionsprozess zu detaillierten Aussageparametern zu gelangen, stellt dabei die Nahinfrarot (NIR)-Spektroskopie dar. Wird ein Kunststoff Nahinfrarot-Licht ausgesetzt, so absorbieren die unterschiedlichen Kunststoff-Moleküle diese Strahlung auf ihre spezifische Weise. Die spektrale Analyse des transmittierten Lichts liefert für jedes Polymer und für jede Polymermischung ein typisches Absorptionsmuster, welches dann eine qualitative und quantitative Charakterisierung ermöglicht. Mit dieser Methode kann die Polymerschmelze direkt im Extruder einer Qualitätskontrolle unterzogen werden. Dadurch ließen sich fehlerhafte Chargen vermeiden und Qualitätsmerkmale kontinuierlich dokumentieren.

Dipl.-Ing. Dr. Thomas Mayer,
Greiner Extrusionstechnik

» Wir sind an weiteren Aktivitäten im Bereich der NIR-Sensorik sehr interessiert. Für die Implementierung eines Online-Messsystems sind nach unserem jetzigen Stand auch apparative Maßnahmen im Bereich der Werkzeuge nötig. Um die notwendigen Grundlagen-Untersuchungen durchzuführen überlegen wir weitere Aktivitäten.«

Dipl.-Ing. Leopold Hackl,
Cincinnati Extrusion

» Für die Rezepturbeurteilung ist in unserem speziellen Fall die Methode aufgrund unserer hohen Anforderungen (Nachweisgrenzen im 100ppm-Bereich) nicht geeignet. Die Untersuchungen zum Plastifizierverhalten konnten wir im laufenden Projekt noch nicht abschließen. Wir werden jedoch weitere Aktivitäten auf jeden Fall bilateral weiterführen.«

Dipl.-Ing. Klaus Feichtinger, EREMA

» Wir können nun einschätzen für welche Einsatzfälle die NIR-Technologie geeignet ist. Unsererseits besteht das Angebot an die UAR, im ersten Schritt die Messsysteme bei Versuchen in unserem Labor einzusetzen.«

Ing. Harald Zodi, Fasalex

» Wir sind in Hinblick auf eine Produktionsprozessüberwachung an einem weiterführenden Projekt sehr interessiert. Im ersten Schritt sollte das UAR-Gerät weiter optimiert werden. Danach sollte dieses in die Produktion integriert und zur Qualitätssicherung herangezogen werden.«

Ing. August Atzmüller, Poloplast

» Vom Grundsatz her erscheint uns die NIR-Spektroskopie zur Bestimmung wesentlicher Parameter an Kunststoffen und Compounds als brauchbar. Der hohe Kalibrieraufwand reduziert allerdings für unseren Einsatzbereich den wirtschaftlichen Nutzen wieder.«

Üblicherweise werden heute in den Kunststoff verarbeitenden Unternehmen routinemäßig zeit- und kostenintensive laborbegleitete Eingangs- und Ausgangskontrollen durchgeführt. Im Gegensatz zu konventionellen Ansätzen mit aufwändiger Probenherstellung und -aufbereitung entfällt dieser kostenintensive Faktor beim Einsatz der NIR-Technologie.