



Hochschule Magdeburg-Stendal
Fachbereich Ingenieurwissenschaften und Industriedesign (IWID)
Institut für Elektrotechnik

Bachelorarbeit

**zur Erlangung des Grades eines „Bachelor of Engineering“
im Studiengang Elektrotechnik**

Thema: **Inlinefähige Charakterisierung von konzentrierten
Dispersionen auf Basis einer statistischen Auswertung
von Ultraschall-Partikelreflexionen**

Eingereicht von: **Thomas Gagelmann**

Angefertigt für: ifak – Institut für Automation und Kommunikation e. V. Magdeburg

Matrikel: E 2012

Ausgabetermin: 4. April 2016

Abgabetermin: 6. Juni 2016

Schulischer Betreuer: Herr Prof. Dr.-Ing. Jörg Auge

Betrieblicher Betreuer: Herr Dipl.-Ing. Sebastian Wöckel

.....
1. Prüfer

.....
2. Prüfer

Abstract

Gegenstand dieser Arbeit ist die Untersuchung der Eignung eines neuen Verfahrens zur Charakterisierung von hochkonzentrierten Dispersionen für die lückenlose Überwachung der Dispergiertüte direkt im Compoundierungsprozess. Dafür werden mit einer Ultraschallsonde in Reflexionsanordnung Schallwellen in eine Dispersion eingekoppelt und die durch die Partikel erzeugten Rückstreusignale nach einem statistischen Verfahren verarbeitet. Zunächst wird ein Überblick über die Prozessbedingungen beim Compoundieren gegeben und die Theorie hinter dem Messverfahren vorgestellt. Danach wird der physikalische Aufbau des genutzten Messsystems sowie die Verarbeitung der Messdaten durch die in LabView erstellte Messsoftware beschrieben. Anschließend werden Experimente durchgeführt um die Auswirkung von Messparametern wie z. B. die Anzahl der Einzelmessungen, die Art des Anregungssignals oder den Einfluss von Temperaturschwankungen auf die Messergebnisse zu untersuchen. Die Experimente zeigen, dass das neue Messverfahren grundsätzlich funktioniert. Allerdings weisen die Messergebnisse aufgrund der noch nicht optimal an das Messverfahren angepassten Ultraschallsonde eine hohe Empfindlichkeit gegenüber Temperaturschwankungen auf. Zum Abschluss der Arbeit werden daher einige Verbesserungsvorschläge bezüglich des Designs der Ultraschallsonde gemacht.

Subject of this work is to study the suitability of a new method for the characterization of highly concentrated dispersions for the continuous monitoring of the quality of the dispersion directly in the compounding process. For this an ultrasonic probe sends sound waves into a dispersion which create backscattered signals at the particles within the dispersion. Those signals are processed by a statistical method. At first an overview of the conditions in the compounding process is given and the theory behind the measurement method is presented. Thereafter, the physical structure of the used measurement system and the processing of the measured data by the measuring software created in LabView is described. Then experiments are conducted to determine the effect of measurement parameters such as the number of individual measurements, the nature of the excitation signal or the influence of temperature fluctuations on the measurement results. The results of the experiments verify the new measurement procedure. However the measurement results show a high sensitivity to temperature fluctuations. That's because the ultrasonic probe is not yet optimally adapted to the measuring method. Therefore some suggestions for improvement in the design of the ultrasonic probe are made at the conclusion of the work.

Aufgabenstellung für die Bachelorarbeit

für Herrn Thomas Gagelmann

„Inlinefähige Charakterisierung von konzentrierten Dispersionen auf Basis einer statistischen Auswertung von Ultraschall-Partikelreflexionen“

Aufgabenstellung:

Die Charakterisierung hochkonzentrierter Dispersionen ist eine wichtige Aufgabe in der Kunststoffaufbereitung, bei der Basispolymere aufgeschmolzen und mit Zuschlagstoffen versehen werden, um Kunststoffe mit den verschiedensten Eigenschaften herzustellen. Die Güte der so entstehenden Dispersion muss überwacht werden, um eine gleichbleibend gute Qualität zu gewährleisten. Aufgrund der schwierigen Prozessbedingungen werden in der Praxis bisher hauptsächlich Offline-Methoden zur Analyse der Dispersionsgüte angewendet, die arbeits- und zeitaufwändig sind und keine lückenlose Prozesskontrolle ermöglichen.

Ein methodisch neuer Ansatz als verfahrenstechnische Alternative nutzt die statistische Verarbeitung von Ultraschall-Reflexionsmessungen. Bei dieser Inline-Methode wird anstelle der Transmission, die an Füllstoffpartikeln zurückgestreute akustische Welle kontinuierlich und direkt im Kunststoffverarbeitungsprozess erfasst.

Im Rahmen der Bachelorarbeit soll mittels Realisierung eines Labor-Versuchsstandes der Nachweis der Umsetzbarkeit des Verfahrens erbracht werden. Erste experimentelle Versuche unter stark vereinfachten Prozessbedingungen und mit ausgewählten Stoffsystemen wurden bereits im Vorfeld durchgeführt. In dieser Arbeit ist zu untersuchen, inwiefern das Verfahren auch unter realen Prozessbedingungen in einem Extruder auswertbare Ergebnisse liefert.

Die Schwerpunkte der Aufgabenstellung bilden dabei:

- der Aufbau eines Versuchsstandes unter Nutzung eines Labor-Extruders und Verwendung von luft- oder wassergekühlten Vorlaufstrecken,
- die Realisierung einer Messdatenerfassung und -verarbeitung basierend auf LabVIEW und Ableitung statistischer Kennwerte zur Charakterisierung der Dispersionsgüte hinsichtlich Partikelkonzentration und -größe,
- die Experimentelle Untersuchung der Einflüsse von Anregungssignal, Wiederholrate und Anzahl der Messungen,
- die Optimierung von Material und Geometrie der Vorlaufstrecke,
- die Diskussion von Störeinflüssen (Temperatur- und Druckschwankungen der Schmelze, Jitter) und Einsatzgrenzen,
- die Bewertung der erzielten Ergebnisse und das Aufzeigen von perspektivischen Optimierungspotenzialen.

Die Bachelorarbeit wird am Institut für Automation und Kommunikation e.V. Magdeburg geschrieben.

Selbstständigkeitserklärung

Hiermit erkläre ich, dass ich die vorliegende Bachelorarbeit selbstständig und nur unter Verwendung der angegebenen Literatur und Hilfsmittel angefertigt habe. Die aus fremden Quellen direkt oder indirekt übernommenen Stellen sind als solche kenntlich gemacht.

Die Arbeit wurde bisher in gleicher oder ähnlicher Form keiner anderen Prüfungsbehörde vorgelegt und auch nicht veröffentlicht.

.....

Ort, Datum

.....

Unterschrift des Verfassers

Inhaltsverzeichnis

Abstract.....	II
Aufgabenstellung für die Bachelorarbeit.....	III
Selbstständigkeitserklärung.....	IV
Symbolverzeichnis.....	VII
1. Einleitung.....	1
2. Grundlagen.....	2
2.1. Technologisches Umfeld und Begriffe der Kunststoffaufbereitung.....	2
2.2. Herkömmliche Mess- und Analysemethoden der Dispergiertgüte.....	4
2.3. Messung mit Ultraschall.....	5
2.3.1. Ultraschallmessung in Transmission.....	6
2.3.2. Neuer Ansatz - Ultraschallmessung in Reflexion.....	7
2.4. Theoretische Grundlagen des Ultraschall-Reflexionsverfahrens.....	8
2.4.1. Grundlagen der Schallausbreitung.....	8
2.4.2. Schallausbreitung in Dispersionen.....	10
2.4.3. Der Streuansatz.....	12
2.4.4. Empirischer Ansatz für hochkonzentrierte Dispersionen.....	16
2.4.5. Einfluss der Partikelform.....	19
2.4.6. Eigenschaften des Rückstreuensignals.....	20
2.5. Formen des Anregungssignals.....	22
2.6. Einfluss der Vorlaufstrecke auf Empfangssignal.....	24
3. Design des Messsystems.....	27
3.1. Technische Randbedingungen und Arbeitsumgebung.....	27
3.2. Komponenten des Messsystems.....	29
3.3. Dimensionierung der Ultraschallsonde.....	32
3.4. Verarbeitung und Auswertung der detektierten Ultraschallsignale.....	32
3.4.1. Vorverarbeitung der Empfangsdaten.....	33
3.4.2. Berechnung der Standardabweichungskurve.....	37
3.4.3. Kennwerte der Standardabweichungskurve.....	39
3.5. Software zur Erfassung und Verarbeitung der Messdaten.....	42
4. Ergebnisse der Versuche.....	42
4.1. Messung unter vereinfachten Systembedingungen.....	42
4.1.1. Beschreibung des Experiments und der Geräteeinstellungen.....	42
4.1.2. Ergebnisse der Messungen mit den 5-MHz-Olympus-Sonden.....	45
4.1.2.1. Dispersion aus destilliertem Wasser und Glaspartikeln (Probe 2227)..	45
4.1.2.2. Dispersion aus destilliertem Wasser und Glaspartikeln (Probe 3000)..	48
4.1.3. Ergebnisse der Messungen mit der 2-MHz-Inoson-Sonde.....	51
4.1.3.1. Dispersion aus destilliertem Wasser und Glaspartikeln (Probe 2227)..	51
4.1.3.2. Dispersion aus destilliertem Wasser und Glaspartikeln (Probe 3000)..	55
4.1.4. Der Winkelverteilungsfaktor auf Grundlage des Faran-Modells.....	57
4.1.5. Fazit bezüglich der Messungen und der Simulation.....	60
4.2. Messungen im Versuchsextruder.....	61
4.2.1. Beschreibung des Experiments und der Geräteeinstellungen.....	61
4.2.2. Ergebnisse der Messungen im Versuchsextruder.....	62
4.2.3. Fazit.....	65
4.3. Einfluss der Anzahl der Einzelmessungen.....	66
4.3.1. Beschreibung des Experiments und der Geräteeinstellungen.....	66
4.3.2. Ergebnisse der Untersuchungen zur Anzahl der Einzelmessungen.....	67

4.3.3. Fazit.....	72
4.4. Einfluss der Messwiederholrate auf die Messergebnisse.....	73
4.4.1. Beschreibung des Experiments und der Geräteeinstellungen.....	73
4.4.2. Ergebnisse der Messungen mit unterschiedlichen Messwiederholraten.....	74
4.4.3. Fazit.....	76
4.5. Prüfung des Temperatureinflusses auf die Messergebnisse.....	77
4.5.1. Beschreibung des Experiments und der Geräteeinstellungen.....	77
4.5.2. Ergebnisse.....	78
4.5.3. Fazit.....	86
4.6. Anpassung des Anregungssignals an die Ultraschallsonde.....	88
4.6.1. Beschreibung des Experiments und der Geräteeinstellungen.....	88
4.6.2. Ergebnisse.....	94
4.6.2.1. Einfluss des Anregungssignals auf die Ortsauflösung.....	94
4.6.2.2. Untersuchung der spektralen Bandbreite der 2-MHz-Inoson-Sonde..	99
4.6.3. Fazit.....	103
4.7. Einfluss der Signalverarbeitungsfunktionen.....	104
4.7.1. Beschreibung des Experiments und der Geräteeinstellungen.....	104
4.7.2. Ergebnisse.....	106
4.7.3. Fazit.....	107
5. Ergebnisse und Diskussion.....	108
5.1. Einsatzgrenzen des Messverfahrens.....	108
5.2. Ansätze zur Optimierung der Ultraschallsonde.....	109
5.3. Zusammenfassung und Ausblick.....	112
Literaturverzeichnis.....	114
Abbildungsverzeichnis.....	115
A Anhang.....	122
A.1. Materialparameter der verwendeten Stoffe.....	122
A.2. Streumodel nach Faran.....	123
A.3. Dokumentation des Messprogramms.....	125
A.3.1. Aufgaben des Messprogramms.....	125
A.3.2. Allgemeine Programmarchitektur.....	126
A.3.3. Erläuterung der Benutzeroberfläche und Bedienung.....	127
A.3.2. Erläuterung der einzelnen Programmschritte des Messprogramms.....	130
A.3.3. Erläuterung der im Messprogramm verwendeten Subfunktionen.....	147
A.5. Analyse der Partikelgößenklassen in den Proben 2227 und 3000.....	158

Symbolverzeichnis

Lateinische Buchstaben

a	Partikelradius	$[\mu m]$
A_n	Koeffizienten der gestreuten Welle n -ter Ordnung	
B	Bandbreite	$[Hz]$
B_F	Fensterbandbreite des Bandpasses	$[Hz]$
c	Schallgeschwindigkeit	$[m \cdot s^{-1}]$
c_m	Massekonzentration	$[g \cdot m^{-3}]$
c_N	Partikelanzahlkonzentration	$[m^{-3}]$
c_V	Volumenkonzentration	$[Vol. -\%]$
f	Schallfrequenz	$[Hz]$
f_0	Frequenz des Anregungssignals	$[Hz]$
f_c	Mittenfrequenz des Empfangssignals	$[Hz]$
f_F	Fenstermittenfrequenz des Bandpasses	$[Hz]$
f_r	Pulswiederholfrequenz des Triggersignals	$[Hz]$
f_s	Abtastfrequenz	$[Hz]$
f_e	Eigenresonanzfrequenz des Ultraschallwandlers	$[Hz]$
F_{Fit}	Anpassungsfehler bei der Bestimmung von β	$[dB]$
H	Streukoeffizient	$[sr^{-1} \cdot m^{-1}]$
h_n	spährische Hankelfunktion n -ter Ordnung	
I	Schallintensität	$[W \cdot m^{-2}]$
i	imaginäre Einheit	$[-]$
j_n	spährische Besselfunktion n -ter Ordnung	
j'_n	erste Ableitung der spährischen Besselfunktion n -ter Ordnung	

K	effektive Wellenzahl der Dispersion	$[m^{-1}]$
k	Wellenzahl	$[m^{-1}]$
ka	dimensionslose Wellenzahl	$[-]$
L	Winkelverteilungsfaktor	
m	Packungsdimension oder Nummer eines Abtastpunktes	$[-]$
n	Nummer einer Einzelmessung	$[-]$
N	Anzahl der Partikel oder der Einzelmessungen	$[-]$
N_p	Anzahl der Sinus-Perioden innerhalb des gaußmodulierten Sinusbursts	
n_n	sphärische Neumannfunktion n -ter Ordnung	
n'_n	erste Ableitung der sphärischen Neumannfunktion n -ter Ordnung	
P_n	Legendr-Polynom n -ter Ordnung	
p	Schallwechseldruck	$[Pa]$
p_{stat}	statischer Druck	$[Pa]$
p_{ges}	Gesamtdruck aus statischen und dynamischen Anteilen	$[Pa]$
Q_r	Summenfunktion der Partikelgrößenverteilung der Mengengröße r	
r	Ortsvariable	$[m]$
s	Eindringtiefe der Schallwellen	$[m]$
S	Strukturfaktor	$[-]$
t	Zeit	$[s]$
t_r	Zeit zwischen zwei Einzelmessungen	$[s]$
u_n	Einzelsignale	$[V]$
\check{u}_{max}	maximale Amplitude der absoluten Mittelwerte der Partikelreflexionen	
$\tilde{u}_{n,m}$	zeitlich zueinander synchronisierte Einzelsignale	
$\bar{\bar{u}}_m$	symmetrischer Mittelwert der zeitlich synchronisierten Einzelsignale	
$\bar{\bar{u}}_m$	symmetrischer Mittelwert der Partikelreflexionen	
V	Volumen	$[m^3]$

v	Geschwindigkeit	$[m \cdot s^{-1}]$
W	Packungsfaktor (<i>packing factor</i>)	$[-]$
w	Masseanteil	$[\%]$
x	Partikelgröße, Partikeldurchmesser	$[\mu m]$
Z	Schallimpedanz	$[kg \cdot m^{-2} \cdot s^{-1}]$
Z_0	Schallkennimpedanz	$[kg \cdot m^{-2} \cdot s^{-1}]$
z	durchschallte Schichtdicke	$[m]$

Griechische Buchstaben

α	Schallabsorption, Schalldämpfungskoeffizient	$[dB \cdot m^{-1}]$
β	zeitlicher Abfall des Rückstreusignals	$[dB \cdot \mu s^{-1}]$
Δ	Diskretisierungsschrittweite einer Variablen	$[entspr. \text{ der Variablen}]$
η	Rückstreukoeffizient	$[sr^{-1} \cdot m^{-1}]$
λ	Wellenlänge	$[\mu m]$
Ω	Raumwinkel	$[sr]$
ω	Kreisfrequenz	$[s^{-1}]$
Φ	Geschwindigkeitspotenzial	$[m^2 \cdot s^{-1}]$
π	Kreiszahl	
ρ	Dichte	$[kg \cdot m^{-3}]$
σ	Standardabweichung	
σ_{max}	maximale Standardabweichung der Rückstreumplitude	$[dB]$
$\tilde{\sigma}_m$	Standardabweichung zwischen den synchronisierten Einzelsignalen	
$\check{\sigma}_m$	Standardabweichung zwischen den Partikelreflexionen	
τ	Dauer einer Impulswelle	$[\mu s]$
τ_n	zeitlicher Versatz zwischen zwei Echosignalen	$[\mu s]$
θ	Streuwinkel	$[^\circ]$

v	Schallschnelle	$[m \cdot s^{-1}]$
φ	Phasenverschiebung	[-]
ζ	akustischer Kontrast	[-]
$\Delta\theta$	maximale Temperaturänderung während der Messungen	$^{\circ}C$

Indizes

d	den Dispersanteil betreffend
k	die kontinuierliche Phase betreffend
L	longitudinal
T	transversal
0	Bezugsgröße
eff	Effektivwert
max	Maximalwert
sca	die gestreute Schallwelle betreffend
$disp$	Dispersion
$vorl$	Vorlaufstrecke
ges	Gesamtgröße

sonstige Zeichen

\Im , \Re Imaginärteil, Realteil

Abkürzungen

PTFE	Polytetrafluoren – Polymer aus Fluor und Kohlenstoff
ECAH	Theorie zur akustischen Streuung an einzelnen kugelförmigen Partikeln, benannt nach den Anfangsbuchstaben der Entwicklernamen
FFT	schnelle Fourier-Transformation zur Zerlegung eines digitalen Signals in seine Frequenzanteile
IFFT	inverse schnelle Fourier-Transformation
SKZ	Süddeutsches Kunststoff-Zentrum
MSE	Mittlere quadratische Abweichung (mean squared error)

1. Einleitung

Der Industrie stehen heute viele verschiedene Kunststoffe mit unterschiedlichsten Eigenschaften zur Verfügung. Um diese Vielfalt zu erreichen, müssen Kunststoffe entsprechend aufbereitet werden. Dazu werden sogenannte Compounds (aus dem Englischen: Compound = „Mischung“) hergestellt. Dabei werden flüssigen Polymeren mittels eines Extruders Zuschlagstoffe beigemischt, um gezielt deren Eigenschaftsprofile zu verändern. Das ist ein wichtiger Prozess in der Kunststofftechnik. Die Dispergiertüte gibt dabei an, wie gut oder schlecht die Durchmischung der Zuschlagstoffe mit dem Polymer gelingt. Da sie die Eigenschaften des Compounds beeinflusst, stellt sie eines der zentralen Qualitätskriterien bei der Kunststoffaufbereitung dar.

Der Compoundierungsprozess stellt hohe Anforderungen an die Prozessmesstechnik. Deshalb werden für die Analyse der Dispergiertüte bisher üblicherweise Offline-Analysemethoden, wie die Mikroskopie oder der Druckfiltertest, eingesetzt. Diese sind jedoch arbeits- und zeitaufwändig und ermöglichen keine lückenlose Prozesskontrolle. Um Zeit und Kosten zu sparen sowie Produktionsausschüsse zu vermeiden, ist eine unmittelbare und inlinefähige Kontrolle der Dispergiertüte erwünscht.

Die theoretischen Grundlagen für ein neues Messverfahren, welches einen Ultraschallsensor in Reflexionsanordnung einsetzt und damit die Inline-Analyse der Dispergiertüte ohne Zuhilfenahme eines Bypasses möglich macht, wurden bereits im Vorfeld von Dr.-Ing. Robert Weser an der Universität Dresden in Zusammenarbeit mit dem ifak e.V. geschaffen. Erste Tests in ausgesuchten Stoffsystemen und unter vereinfachten Systembedingungen zeigten vielversprechende Ergebnisse.

Das Ziel dieser Arbeit ist es daher, die Voraussetzungen für erste Erprobungen des Verfahrens unter möglichst praxisnahen Bedingungen zu schaffen sowie erste praktische Untersuchungen der neuen Messmethode in einem Versuchsextruder durchzuführen. Damit soll diese Arbeit einen substanziellen Beitrag zur Entwicklung eines in der Praxis einsetzbaren, inlinefähigen Messsystems leisten.

2. Grundlagen

2.1. Technologisches Umfeld und Begriffe der Kunststoffaufbereitung

Compoundieren

Compoundierung ist ein Begriff aus der Kunststofftechnik. Frei aus dem Englischen übersetzt bedeutet er „Mischung“. Er bezeichnet den Veredelungsprozess von Kunststoffen durch Beimischung von Zuschlagstoffen, sogenannten Additiven, in die Basispolymere zur gezielten Optimierung der Eigenschaften der dadurch entstehenden Kunststoffe.

Die Compoundierung erfolgt üblicherweise in sogenannten Extrudern. In diesen Maschinen wird das Basispolymer aufgeschmolzen und unter Druck mit den Additiven vermischt. Dabei sollen die Entstehung von Feststoffagglomeraten vermieden und die Komponenten möglichst gleichmäßig verteilt werden. Die so entstehende Dispersion wird aus dem Extruder herausgefördert. Dabei werden gegebenenfalls unerwünschte Bestandteile wie Luft, Wasser oder Lösungsmittel abgetrennt. Anschließend wird die Formmasse abgekühlt und in der Regel zu einem Plastikgranulat verarbeitet, das wiederum als Rohstoff für die Herstellung von Kunststoffprodukten dient. Die Abbildung 1 stellt den Vorgang des Compoundierens schematisch dar.

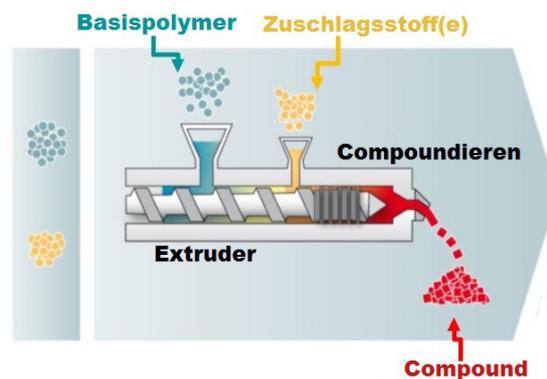


Abbildung 1: Schematische Darstellung des Compoundierens

Einige Beispiele für die über die Additive beeinflussbaren Eigenschaften sind die Farbe, die Festigkeit, die Schlagzähigkeit, die Dichte, das Gleitverhalten, die UV-Beständigkeit und vieles mehr. Das Spektrum der verwendeten Zuschlagstoffe ist sehr breit und reicht von niedrig schmelzenden Glas- und Metalllegierungen bis hin zu antibakteriellen

Additiven. Häufig eingesetzte Additive sind Antioxidantien, Gleitmittel, Schlagzähmodifikationen, Antistatika, Kohlenstoff-Fasern, Talkum, Bariumsulfat, Kreide, Thermostabilisatoren, Eisenpulver, Lichtschutzmittel, Trennmittel, Entformungshilfen, Nukleierungsmittel, UV-Absorber, Flammschutzmittel, PTFE, Glasfasern, Ruß, Glaskugeln und Silikon [1]. Da Basispolymere, wie zum Beispiel Polypropylen oder Polyetylen, in der Kunststoffindustrie fast nie in Reinform verwendet werden, ist das Compoundieren eine der wichtigsten Verfahren in der Kunststoffverarbeitung.

Extruder

Extruder sind Fördergeräte, die nach dem Funktionsprinzip des Schneckenförderers arbeiten. Dabei pressen sie feste bis dickflüssige Massen unter hohem Druck und hoher Temperatur gleichmäßig aus einer formgebenden Öffnung (siehe Abbildung 1). Extruder können in zwei Prozessprinzipen unterteilt werden: Verarbeitungs- und Aufbereitungsextruder. Verarbeitungsextruder dienen hauptsächlich der Formgebung, während Aufbereitungsextruder der chemischen und/oder physikalischen Modifizierung von Stoffen dienen.

Ein Extruder besteht grundsätzlich aus einer Schneckenwelle. Sie steckt in dem sogenannten Schneckenzyylinder. Der Nenndurchmesser dieser Bohrung ist gleich dem Außendurchmesser der Schnecke. Vorne am Schneckenzyylinder befindet sich eine formgebende Auslassöffnung, einfach Düse genannt. Die Schneckenwelle wird in den meisten Fällen durch einen Elektromotor angetrieben. Die zu verarbeitende Materialien werden der Schnecke in der Regel über einen Trichter von oben zugeführt. Es gibt allerdings auch andere Bauformen wie Doppelschnecken-, Vielwellen-, Kaskaden- oder Planetwalzenextruder. Die Grundfunktion der gleichmäßigen Materialförderung bzw. Vermischung der Dispersionskomponenten ist jedoch bei allen Bauformen identisch. Ein wichtiger anlagentechnischer Punkt ist hierbei die exakte und reproduzierbare Dosierung einzelner Komponenten.

Dispergiergüte

Ziel des Compoundierungsprozesses ist die Gewährleistung einer möglichst gleichmäßige Verteilung der Zuschlagstoffe im Basispolymer. Die Bildung größerer Agglomerate soll in der Regel vermieden werden. Die Dispergiergüte trifft dabei eine Aussage, wie gut oder schlecht das gelungen ist. Für die Analyse der Dispergiergüte wird die örtliche Verteilung sowie die Größenverteilung der Zuschlagpartikel untersucht. Auch die Anzahl und Größe von Agglomeraten der Zuschlagpartikel spielt eine wichtige Rolle.

Je gleichmäßiger die Partikelverteilung ist, desto besser ist die Dispergiertüte. Ein schematisches Beispiel für eine gute und eine schlechte Dispergiertüte ist in Abbildung 2 dargestellt.

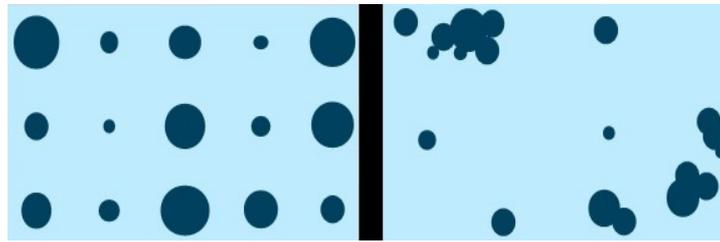


Abbildung 2: Schematische Darstellung der Partikelverteilung in einer Dispersion. Links mit guter und rechts mit schlechter Dispergiertüte.

Bisher gibt es allerdings noch kein allgemein anerkanntes, die Dispergiertüte quantifizierendes Maß.

2.2. Herkömmliche Mess- und Analysemethoden der Dispergiertüte

Die bei der Compoundierung entstehende Dispersion aus dem aufgeschmolzenen Basispolymer und den Zuschlagstoffen schafft mit ihrer hohen Temperatur und ihrer schlechten Lichtdurchlässigkeit bei höheren Füllstoffkonzentrationen schwierige Voraussetzungen für eine effektive Analyse der Dispergiertüte. Heute gibt es die verschiedensten Verfahren zur Qualitätskontrolle, die alle Vor- und Nachteile haben. Das stellt die Compoundeure vor die schwierige Aufgabe, das richtige Messsystem für die Qualitätskontrolle ihrer Produktionsanlagen zu finden.

Die Messverfahren können dabei grob in Offline-, Atline-, Online- und Inline-Messverfahren unterteilt werden [2, 3]. Bei den Offline-Analysemethoden, wie zum Beispiel der Mikroskopie oder der mechanischen Prüfung, wird die Dispergiertüte stichprobenartig in einem Prüflabor untersucht. Diese Methoden liefern zwar sehr genaue Ergebnisse, sind jedoch sehr arbeits- und zeitaufwändig und können nur stichprobenartig angewendet werden. Um Zeit zu sparen, erfolgt die Qualitätskontrolle bei den Atline-Analysemethoden, wie zum Beispiel der Farbanalyse des Granulats, stichprobenartig an einem separaten Messplatz nahe der Produktionslinie.

Als Online-Messmethoden bezeichnet man Verfahren bei denen man zwar kontinuierlich, aber nicht direkt im Prozess messen kann. Es wird vielmehr ein kleiner Teil des Produkts über einen Bypass abgezweigt und parallel zum Prozess analysiert. Ein Beispiel hierfür sind Online-Rheometer oder der Druckfiltertest.

Optimal für die Prozessüberwachung sind Inline-Analyseverfahren, bei denen kontinuierlich, direkt im Prozess gemessen wird und damit eine direkte Regelung des Prozesses vorgenommen werden kann. In Abbildung 3 ist ein Schema bezüglich der Einteilung der Analyseverfahren dargestellt.

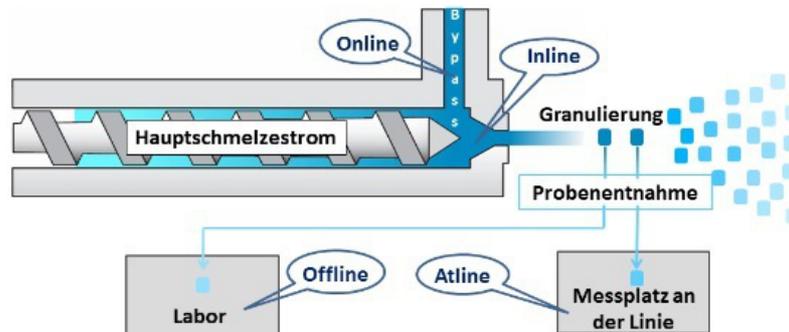


Abbildung 3: Einteilung der Analysemethoden der Dispergiertgüte in Online-, Offline-, Inline- und Atline-Messverfahren

Viele der heute existierenden Inline-Analyseverfahren sind jedoch nur unter bestimmten Voraussetzungen einsetzbar. Fotometrische Verfahren liefern zum Beispiel auf Grund der Trübung der Dispersion nur bis etwa 15 % Volumenfüllstoffkonzentration aussagekräftige Ergebnisse. Auch Ultraschallverfahren, die in Transmission messen, sind wegen der starken Dämpfung innerhalb der Dispersion bezüglich der Messspaltbreite beschränkt. Andere Verfahren, wie das Tetraherz-Messverfahren, befinden sich noch in der Entwicklung oder liefern nur indirekte Aussagen über die Dispergiertgüte.

2.3. Messung mit Ultraschall

Messmethoden, die mit Ultraschall arbeiten, haben gegenüber anderen Messmethoden einige Vorteile. Zum Beispiel kann im Gegensatz zu optischen Messmethoden auch in hochkonzentrierten, lichtundurchlässigen Medien gemessen werden. Im Vergleich zu Offline-Analysemethoden, wie der Mikroskopie, ist die Messung mit Ultraschall viel schneller und gewährleistet eine durchgehende Prozesskontrolle. Außerdem liefert die spektrale Messung der Schalldämpfung innerhalb der Dispersion Informationen zur Dimension, Größenverteilung und Konzentration der Partikel. Heutige Ultraschallsensoren funktionieren auch unter rauen Prozessbedingungen und sind für einen weiten Partikelgrößen- und Konzentrationsbereich einsetzbar. Nachteilig ist allerdings die mitunter sehr schwierige Analyse der Empfangssignale, da die Intensität und die Zeitverläufe der

Signale von vielen, mit unter schwierig zu erfassenden Faktoren wie der Temperatur, dem Druck und etlichen Materialparametern abhängig sind.

2.3.1. Ultraschallmessung in Transmission

Eine in Einzelfällen bereits angewandte Messmethode zur Bestimmung der Partikelgröße und Konzentration ist die Ultraschalldämpfungsspektroskopie, bei der ein Ultraschallsender und ein Ultraschallempfänger gegenüberliegend angeordnet werden. Das Material fließt dabei zwischen den Sensoren hindurch. In Abbildung 4 ist ein Schema der Ultraschallmessung in Transmission dargestellt.

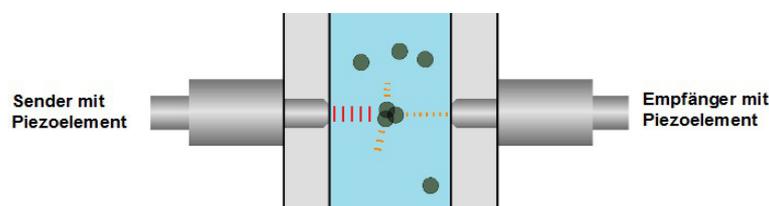


Abbildung 4: Ultraschallmessung in Transmission

Der Ultraschallsender erzeugt einen Ultraschallimpuls, der in die Dispersion eindringt. Die sich in der Dispersion befindenden Partikel absorbieren einen Teil der Schallenergie. Ein weiterer Teil der Schallenergie wird in andere Richtungen gestreut. Der Ultraschallempfänger empfängt die restliche Schallenergie als gedämpftes Ausgangssignal. Die spektrale Analyse der Dämpfung kann Informationen zur Dimension, Größenverteilung und Konzentration der Partikel liefern.

Der Vorteil dieser Messanordnung liegt darin, dass das ursprüngliche Sendesignal zwar gedämpft, aber in seiner Form fast unverändert wieder empfangen werden kann. Man hat also ein Referenzsignal gleicher Form, was die Analyse der Empfangssignale vereinfacht. Die starke Dämpfung bei hoher Partikelkonzentration und die damit geringe Eindringtiefe in die Dispersion, macht allerdings einen schmalen Messspalt für die Transmissionsmessung notwendig. Da der Schmelzekanal in Industrieextrudern oft zu breit ist, um in Transmission noch ein Signal zu empfangen, wird in der Regel ein Teil der Dispersion in einen Bypass mit einem entsprechend kleineren Messspalt umgeleitet. Ein Bypass verändert allerdings das Strömungsprofil innerhalb der Dispersion. Deswegen muss die Güte der Dispersion im Bypass nicht zwangsläufig der in der eigentlichen Prozessstrecke entsprechen. Außerdem kann ein schmaler Messspalt im Bypass schnell verstopfen.

2.3.2. Neuer Ansatz - Ultraschallmessung in Reflexion

Bei der Reflexionsmessung wird nur eine Ultraschallsonde benötigt, die gleichzeitig als Sender und Empfänger dient. Im Vergleich zur Messung in Transmission wird also eine Sonde weniger benötigt. Deswegen ist ein einseitiger Extruderzugang ausreichend. Die Messung in Reflexion vereint also die Vorteile der Ultraschallmesstechnik mit einem vereinfachten Prozesszugang. In Abbildung 5 ist ein Schema der Ultraschallmessung in Reflexion dargestellt.

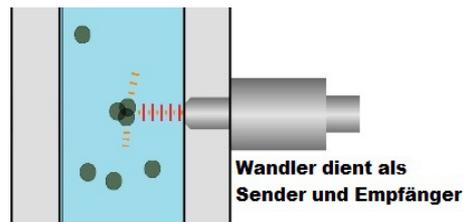


Abbildung 5: Ultraschallmessung in Reflexion

Bei der Ultraschallmessung in Reflexion wird ein Ultraschallsignal erzeugt, das in die Dispersion eindringt. Dabei wird ein Teil der Schallenergie durch die Partikel in Richtung der Ultraschallsonde zurück reflektiert. Da das Ultraschallsignal in dieser Anordnung den Messspalt nicht komplett durchdringen muss, wird kein Bypass benötigt und es kann inline, also direkt im Schmelzekanal des Extruders, gemessen werden. Nachteilig ist allerdings die aufwändigere Signalauswertung, da die Partikelechos nur sehr schwache Signalamplituden liefern und im Gegensatz zur Transmissionsmessung kein Referenzsignal gleicher Form zur Dämpfungsbestimmung zur Verfügung steht.

Wegen der oft hohen Temperaturen (300 bis 400 °C) im Schmelzekanal des Extruders muss eine temperaturbeständige Vorlaufstrecke verwendet werden, die die thermische Entkopplung des Wandlers von der heißen Dispersion und den Heizelementen des Extruders sicher stellt. Dadurch wird verhindert, dass der Wandler irreparabel beschädigt wird. Die Form der empfangenen Signale hängt von der Geometrie der Vorlaufstrecke ab, da alle Kanten und Flächen, auf die das Ultraschallsignal trifft, stationäre Reflexionen hervorrufen, die mit den eigentlich zu messenden Reflexionssignalen der Partikel interferieren. Um die Signalanalyse zu vereinfachen, wird daher eine statistische Methode der Auswertung angewandt, bei der über die Standardabweichung mehrerer Empfangssignale zueinander auf die Signaldämpfung im Messkanal geschlossen wird.

Ein weiterer Nachteil ist die ggf. geringe Eindringtiefe der Schallwellen in die Dispersion. Die Eindringtiefe der Schallwellen ist von der Materialzusammensetzung und

Konzentration der Dispersion, der verwendeten Schallfrequenz und dem Energiegehalt des Anregungssignals abhängig. In ungünstigen Fällen kann es daher vorkommen, dass nur im Randbereich des Schmelzkanals gemessen wird, der abweichende strömungstechnische Eigenschaften aufweisen kann.

2.4. Theoretische Grundlagen des Ultraschall-Reflexionsverfahrens

Die theoretischen Grundlagen für das in dieser Arbeit angewendete Verfahren der statistischen Auswertung der Partikelreflexionen wurden in der Dissertation von Herrn Dr.-Ing. Robert Weser „*Erfassung und Auswertung von Ultraschallechosignalen zur Charakterisierung konzentrierter disperser Stoffsysteme*“ [4] gelegt. Die nachfolgenden Ausführungen zu den Grundlagen der Schallausbreitung und des Streuansatzes sind daher größtenteils dieser Arbeit entnommen. Sie sollen einen Einblick in die theoretischen Grundlagen des verwendeten statistischen Messverfahrens geben.

2.4.1. Grundlagen der Schallausbreitung

Als Schall bezeichnet man die räumliche Ausbreitung kleinster Druck- und Dichteschwankungen in einem elastischen Medium (Gas, Flüssigkeit, Festkörper). Die Ausbreitung des Schalls erfolgt als Welle mechanischer Deformation im durchschallten Medium und kann mit der Wellengleichung

$$\Delta\Phi - \frac{1}{c^2} \frac{\partial^2 \Phi}{\partial t^2} = 0 \quad (2.1)$$

beschrieben werden [4, 5, 6]. Dabei stellt Δ den Laplace-Operator, c die Schalleschwindigkeit und Φ das Geschwindigkeitspotenzial dar, welches durch die Schallschnelle v in der Form

$$v = -\text{grad } \Phi \quad (2.2)$$

definiert ist [4, 5]. Die Schallgeschwindigkeit c gibt die Geschwindigkeit der Schallausbreitung im Raum an. Die Schallschnelle v gibt hingegen die Geschwindigkeit an, mit der die einzelnen Teilchen im Schallfeld oszillieren.

Eine weitere wichtige Kenngröße ist der Schallwechseldruck (vereinfacht: Schalldruck) p . Er ist ein dem statischen Druck p_{stat} überlagerter zeitabhängiger Wechseldruck.

$$p = p_{ges} - p_{stat} \quad (2.3)$$

Die Lösung der Wellengleichung kann mit Hilfe des Schallwechseldrucks und dessen Zusammenhang mit dem Geschwindigkeitspotenzial

$$p = \rho \frac{\partial \Phi}{\partial t} \quad (2.4)$$

beschrieben werden, wobei ρ für die Dichte des Ausbreitungsmediums steht.

Eine partikuläre Lösung der Wellengleichung ist die ebene harmonische Welle

$$p(t, r) = p_0 \cdot \cos(\omega t - kr) = p_0 \cdot e^{-i\omega t} \cdot e^{ikr} \quad (2.5)$$

deren Wellenfronten unendlich ausgedehnten, ebenen Flächen gleicher Amplitude entsprechen [4, 5].

Dabei gilt

$$p_0 = -k\Phi_0 Z_0 \quad (2.6)$$

Darin wiederum ist

$$Z_0 = \rho \cdot c \quad (2.7)$$

die sogenannte Schallkennimpedanz. Sie wird auch als akustische Feldimpedanz, spezifische akustische Impedanz oder Wellenwiderstand des Mediums bezeichnet. Sie ergibt sich für den Fall der Phasengleichheit von Schalldruck und Schallschnelle aus dem reellen Anteil der komplexen Schallimpedanz

$$Z = \frac{p}{v} \quad (2.8)$$

Bei ebenen Wellen sind Schalldruck und Schallschnelle immer in Phase. Bei gekrümmten Wellenformen hingegen verschwinden die imaginären Anteile erst im Fernfeld ($r \gg \lambda$) [4, 5].

Die Kreisfrequenz ω kann durch die Frequenz f der Schwingung über den Zusammenhang

$$\omega = 2\pi f \quad (2.9)$$

ausgedrückt werden. Die komplexe Wellenzahl k beschreibt die Ortsabhängigkeit der Ausbreitung in jedem beliebigen Medium. Bei ungedämpfter Wellenausbreitung gilt

$$k = \frac{\omega}{c} \quad (2.10)$$

Unter realen Bedingungen geht die Schallausbreitung aber stets mit der Dissipation von mechanischer Energie einher, was zu einer Schallabsorption führt. Die Schallabsorption α beschreibt die exponentielle Abnahme des Schalldrucks in Abhängigkeit von der durchlaufenden Schichtdicke des Mediums z [4, 5]

$$p(z) = p_0 \cdot e^{-\alpha z} \quad (2.11)$$

Da die Schallabsorption ein längenbezogenes Relativmaß ist, wird sie üblicherweise in Dezibel (dB) angegeben. Umgestellt nach α wird die Gleichung 2.11 daher

$$\alpha = -\frac{20}{z} \cdot \lg \frac{p(z)}{p_0} \text{ [dB]} \quad (2.12)$$

geschrieben [4]. Wegen der komplexen Formulierung der Wellengleichung kann die Schallabsorption als Imaginärteil der Wellenzahl in der Form

$$k = \frac{\omega}{c} + i\alpha \quad (2.13)$$

ergänzt werden [4, 6].

Entsprechend muss auch die Gleichung der ebenen harmonischen Welle (Gleichung 2.5) um den Dämpfungsterm erweitert werden. Sie lautet damit

$$p(t, r) = p_0 \cdot e^{ar} \cdot e^{-i\omega(t - \frac{r}{c})} \quad [6]. \quad (2.14)$$

Neben dem Schalldruck als Feldgröße ist auch die Angabe der Schallintensität I als Energiegröße möglich. Die Schallintensität ergibt sich aus dem Produkt der Effektivwerte von Schalldruck und Schallschnelle. Bei Phasengleichheit vom Schalldruck und Schallschnelle ist die Schallintensität somit proportional zum Quadrat des Schalldrucks

$$I = p_{eff} \cdot v_{eff} = \frac{p_{eff}^2}{Z_0} \quad [4]. \quad (2.15)$$

2.4.2. Schallausbreitung in Dispersionen

Eine Dispersion ist ein heterogenes Gemisch aus mindestens zwei Stoffen. Sie besteht aus der kontinuierlichen Phase (Basismatrix), in der die disperse Phase (Partikel) räumlich verteilt ist. Für die Schallausbreitung in einer Dispersion spielen neben den Stoffparametern der kontinuierlichen Phase auch die Stoffparameter der dispersen Phase eine Rolle. Trifft eine Schallwelle innerhalb der Dispersion auf ein Partikel, wird sie gestreut

und erfährt eine teilweise Richtungsänderung. Durch Wechselwirkungen zwischen dem Partikel und seiner Umgebung wird ein Teil der Schallenergie in thermische Energie umgewandelt. Das führt zu einer Abschwächung der Schallwelle. Hauptsächlich wird die Schallausbreitung in Dispersionen aber durch das Verhältnis zwischen der Wellenlänge der Schallwelle λ und der Partikelgröße x bestimmt. Dieses Verhältnis wird als dimensionslose Wellenzahl ka

$$ka = k \cdot a = \frac{2\pi}{\lambda} \cdot a = \frac{2\pi}{\lambda} \cdot \frac{x}{2} = \frac{\pi \cdot x}{\lambda} = \frac{\pi \cdot x \cdot f}{c} \quad (2.16)$$

bezeichnet, wobei a an dieser Stelle den Partikelradius

$$a = x/2 \quad (2.17)$$

darstellt [4, 7]. Die Wellenlänge λ entspricht dem Verhältnis aus der Frequenz der Schallwelle f und der Schallgeschwindigkeit c des durchschallten Mediums

$$\lambda = f / c \quad (2.18)$$

Anhand der dimensionslosen Wellenzahl können drei Regime für die Betrachtung der Wechselwirkungen von Schallwelle und dispersem Stoffsystem unterschieden werden.

Ist die Partikelgröße gegenüber der Wellenlänge der Schallwelle sehr klein ($ka \ll 1$) wird vom sogenannten „Langwellenregime“ gesprochen. Hier wird die Ausbreitung der Schallwelle hauptsächlich durch viskoinertiale und thermische Wechselwirkungen beeinflusst. Die Streuung der Schallwelle durch die Partikel ist so gering, dass sie vernachlässigt werden kann.

Im Übergangsbereich ($ka \approx 1$) und Kurzwellenbereich ($ka > 1$) nimmt die Streuung an den Partikeln zu, wenn die Partikelgröße im Verhältnis zur Wellenlänge größer wird. Gleichzeitig verlieren die thermischen Wechselwirkungen an Bedeutung.

Da in dieser Arbeit die Rückstreuungssignale der Partikel ausgewertet werden sollen, muss das Messsystem so ausgelegt sein, dass im Kurzwellen- oder Übergangsbereich gearbeitet wird. Dafür müssen entweder die Partikel in der Dispersion oder die Frequenz, mit der der Ultraschallwandler betrieben wird, entsprechend groß sein.

Tritt eine Streuung an den Partikeln auf, spielt neben der dimensionslose Wellenzahl vor allem auch der akustische Kontrast ζ zwischen den Partikeln und der Basismatrix eine Rolle [4, 5]

$$\zeta = \frac{Z_d}{Z_c} \quad (2.19)$$

Er wird aus dem Verhältnis der Schallkennimpedanzen der dispersen Phase Z_d und der kontinuierlichen Phase Z_c gebildet.

Der Streuansatz basiert auf der Modellierung der Schallstreuung an den Partikeln und ist hauptsächlich auf den Kurzwellen- und Übergangsbereich anwendbar. Auf den Streuansatz als Grundlage des verwendeten Messverfahrens wird nachfolgend genauer eingegangen.

2.4.3. Der Streuansatz

Der Streuansatz beruht auf der Betrachtung der Streuung einer Schallwelle an zunächst nur einem einzelnen Partikel. Dabei werden die Schallfelder sowohl der einfallenden Welle p_{inc} als auch der gestreuten Welle p_{sca} mit Hilfe von sphärischen Bessel- und Hankelfunktionen (j_n, h_n) beschrieben [4, 8]

$$p_{inc}(r, \theta) = p_0 \sum_{n=0}^{\infty} i^n \cdot (2n+1) \cdot P_n(\cos \theta) \cdot j_n(kr) \quad , \quad (2.21)$$

$$p_{sca}(r, \theta) = p_0 \sum_{n=0}^{\infty} i^n \cdot (2n+1) \cdot P_n(\cos \theta) \cdot A_n \cdot h_n(kr) \quad . \quad (2.22)$$

In den Funktionen stellen P_n das Legendre-Polynom n -ter Ordnung und A_n die Koeffizienten der gestreuten Welle dar. Das Legendre-Polynom ist dabei für die Amplituden der gestreuten Wellen in Abhängigkeit vom Streuwinkel verantwortlich. Die Koeffizienten A_n sind wiederum eine vom genutzten Streumodel abhängige Funktion der Stoffparameter der einzelnen Phasen und der dimensionslosen Wellenzahl ka . Das hier genutzte Streumodel ist das Model nach Faran/Anderson (siehe Anhang A.2.), da es im Gegensatz zum ECAH-Model nicht auf das Langwellenregime beschränkt ist.

Aus der Überlagerung von einfallender und gestreuter Welle geht die resultierende Welle

$$p = p_{inc} + p_{sca} \quad (2.23)$$

hervor. Unter der Voraussetzung eines genügend großen Abstandes $(r \rightarrow \infty)$, lässt sich das resultierende Schallfeld, das nach dem Auftreffen einer ebenen Welle auf ein kugelförmiges Partikel entsteht, wie folgt beschreiben [4, 9]

$$p(r, \theta) \rightarrow -p_0 \frac{ie^{ikr}}{kr} \cdot \sum_{n=0}^{\infty} (2n+1) \cdot P_n(\cos \theta) \cdot A_n \quad , \quad (2.24)$$

$$p(r, \theta) \rightarrow p_0 \frac{e^{ikr}}{r} \cdot L(ka, \theta) \quad . \quad (2.25)$$

Dabei ist

$$L(ka, \theta) = -\frac{i}{k} \sum_{n=0}^{\infty} (2n+1) \cdot P_n(\cos \theta) \cdot A_n \quad (2.26)$$

der Winkelverteilungsfaktor (angle distribution factor), der die Streuung eines Einzelpartikels in Abhängigkeit vom Winkel θ und der dimensionslosen Wellenzahl ka angibt.

In Abbildung 6 ist der Einfluss der dimensionslosen Wellenzahl ka auf das Rückstreuverhalten am Beispiel eines kugelförmigen Glasparkels mit 100 μm Durchmesser in Wasser dargestellt. Angegeben ist der jeweilige Winkelverteilungsfaktor $L(\theta)$. Die einfallende Welle trifft dabei aus Richtung 180° auf das Partikel, welches sich im Koordinatenursprung befindet. Die Darstellung entspricht dem Querschnitt entlang der primären Ausbreitungsrichtung. Die für die Simulation verwendeten Materialparameter für Wasser und die Kron-Glaspartikel können der Tabelle 6 im Anhang A.1. dieser Arbeit entnommen werden.

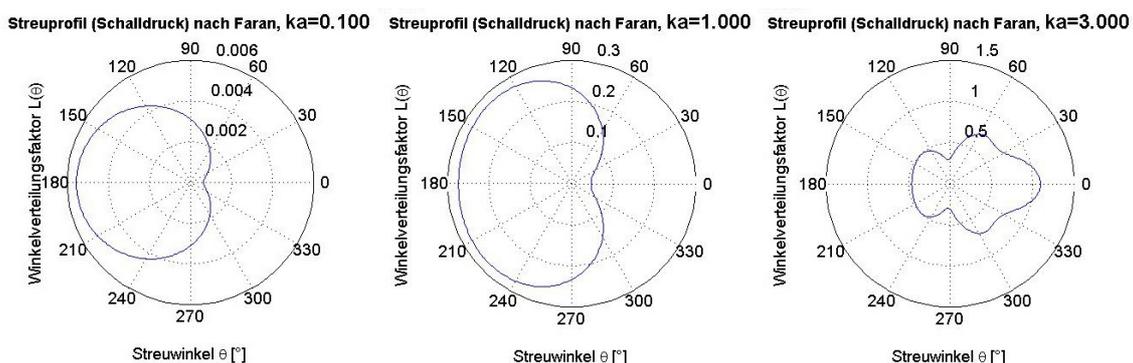


Abbildung 6: Darstellung der Simulationsergebnisse für den Winkelverteilungsfaktor am Beispiel eines sphärischen Glasparkels mit 100 μm Durchmesser in Wasser für die Fälle $ka=0,1$ (links), $ka=1,0$ (Mitte) und $ka=3,0$ (rechts)

Es ist zu erkennen, dass die Amplituden im Langwellenregime ($ka \ll 1$) sehr klein sind. Die Streuung erfolgt hier hauptsächlich in Rückwärtsrichtung. Im Übergangsbereich ($ka \approx 1$) nimmt die Rückstreuamplitude in einem breiten Winkel zu. Im Kurzwellenregime ($ka > 1$) übersteigt die Partikelgröße die Wellenlänge und es bildet sich eine charakteristische Schallkeule, die hauptsächlich eine Streuung in Vorwärtsrichtung verursacht.

Für die gesamte Dispersion lässt sich eine effektive Wellenzahl

$$K = \frac{\omega}{c_{disp}} + i \cdot \alpha_d \quad (2.27)$$

formulieren [4].

Mit Hilfe der Koeffizienten A_n lässt sich diese mit

$$\left(\frac{K_{AH}}{k}\right)^2 = 1 - \frac{3i \cdot c_V}{(ka)^3} \sum_{n=0}^{\infty} (2n+1) A_n \quad (2.28)$$

bestimmen. Dieser Ansatz nach Allegra und Hawley (Index AH) geht dabei von einem linearen Konzentrationseinfluss aus [4, 10].

Die Schalldämpfung ergibt sich aus dem Imaginärteil der Wellenzahl [4].

$$\alpha_d = -\frac{3 \cdot c_V}{2 \cdot ka^2 \cdot a^3} \sum_{n=0}^{\infty} (2n+1) \cdot \Re(A_n) \quad (2.29)$$

Dieser Ausdruck umfasst nur die Dämpfung aufgrund von Streuung und Absorption an und in den Partikeln. Die Dämpfung in der kontinuierlichen Phase α_k ist nicht enthalten. Deswegen ergibt sich die Dämpfung der gesamten Dispersion aus

$$\alpha_{disp} = \alpha_d + \alpha_k \quad (2.30)$$

Die Schallgeschwindigkeit innerhalb der Dispersion kann aus dem Realanteil der Wellenzahl bestimmt werden [4].

$$c_{disp} = \frac{c_k}{\left[1 - \frac{3 \cdot c_V}{2 \cdot (ka)^3} \sum_{n=0}^{\infty} (2n+1) \cdot \Im(A_n)\right]} \quad (2.31)$$

Dabei ist c_k die Schallgeschwindigkeit in der kontinuierlichen Phase.

Der Streukoeffizient $H(\theta)$ ist eine weitere akustisch Kenngröße der Dispersion. Er ist als differentieller Streuquerschnitt pro Volumeneinheit definiert [4]

$$H(\theta) = c_N \cdot \frac{dC_{sca}}{d\Omega} = c_N \cdot |L(\theta)|^2 \quad (2.32)$$

Da die Partikelanzahlkonzentration

$$c_N = \frac{N}{V} \quad (2.33)$$

die Anzahl von Partikeln N in einem Volumen V beschreibt, ist die Gleichung 2.32 an die Angabe eines Volumens gebunden. Außerdem wird davon ausgegangen, dass die Streuanteile aller Partikel innerhalb des Volumens sich nicht gegenseitig durch Interferenzen beeinflussen, sie sich also ungestört (linear) überlagern.

Der differentielle Streuquerschnitt

$$\frac{dC_{sca}}{d\Omega} = |L(\theta)|^2 \quad (2.34)$$

entspricht dem Anteil der an einem durch das Raumwinkelement

$$d\Omega = 2\pi \sin(\theta) d\theta \quad (2.35)$$

aufgespannten Teil einer Kugeloberfläche gestreuten Leistung, bezogen auf die Intensität der einfallenden Welle [4].

Dabei geht man vom Streuquerschnitt eines kugelförmigen Streuers

$$C_{sca} = 2\pi \int_0^\pi |L(\theta)|^2 d\Omega = \frac{4\pi}{k} \sum_{n=0}^{\infty} (2n+1) \cdot |A_n|^2 \quad (2.36)$$

aus, der das Verhältnis zwischen der gestreuten Leistung und der Intensität der einfallenden Welle angibt [4].

In den Versuchen ist vor allem der Rückstreuoeffizient η von Bedeutung, der für einen Streuwinkel $\theta = 180^\circ$ oder $\theta = \pi$ definiert ist [4]

$$\eta = H(\pi) = c_N \cdot |L(\pi)|^2 \quad (2.37)$$

In real vorkommenden Dispersionen sind die Partikel nicht alle identisch groß. Deswegen muss die Partikelgrößenverteilung über eine Wichtung des Größeneinflusses berücksichtigt werden.

Die Partikelgrößenverteilung wird durch j Größenklassen und eine kumulative Verteilungsfunktion $Q(x_j)$ mit

$$\sum_j \Delta Q_j = 1 \quad (2.38)$$

und

$$\Delta Q_j = Q(x_j) - Q(x_{j-1}) \quad (2.39)$$

definiert [4, 7].

Unter Verwendung der Volumenverteilung $Q_3(x_j)$ sowie der Volmenkonzentration c_V gilt für die Dämpfung

$$\alpha_d = -\frac{3 \cdot c_V}{2} \sum_j - \left[\frac{\Delta Q_{3j}(x)}{k^2 a_j^3} \sum_{n=0}^{\infty} (2n+1) \cdot \Re(A_n) \right] \quad (2.40)$$

und für die Schallgeschwindigkeit

$$c_{disp} = \frac{c_k}{\left(1 - \frac{3 \cdot c_V}{2} \sum_j \left[\frac{\Delta Q_{3j}(x)}{(ka_j)^3} \sum_{n=0}^{\infty} (2n+1) \cdot \Im(A_n) \right] \right)} \quad [4]. \quad (2.41)$$

Da die Streuung anzahlgewichtet ist, gilt für den Streukoeffizienten zunächst

$$H = c_N \cdot \sum_j |L(ka_j, \theta)|^2 \cdot \Delta Q_{0j}(x) \quad (2.42)$$

Unter Verwendung der Volumenkonzentration c_V wird daraus

$$H = \frac{6}{\pi} \cdot c_V \cdot \sum_j |L(ka_j, \theta)|^2 \cdot \frac{\Delta Q_{3j}(x)}{x_j^3} \quad [4, 7]. \quad (2.43)$$

2.4.4. Empirischer Ansatz für hochkonzentrierte Dispersionen

Der Streuansatz als Reflexionsmodell eines Einzelpartikels geht davon aus, dass sich die Schallfelder, die aus der Streuung an den Partikeln entstehen, nicht gegenseitig beeinflussen. Mit zunehmender Partikelkonzentration pro Volumeneinheit sinkt der mittlere Abstand der Partikel zueinander. Damit steigt die Wahrscheinlichkeit, dass sich die Schallfelder der Partikelstreuungen überlagern und interferieren. Außerdem kommt es vermehrt zu Mehrfachreflexionen, was die Komplexität des Problems enorm erhöht. Der theoretische Streuansatz kann daher nur für Partikelkonzentrationen bis maximal 10 Volumenprozent oder nur bei speziellen Materialmixturen angewendet werden.

Deswegen wird im Weiteren ein integraler Ansatz gewählt, der auf dem Einzelpartikelstreuemodell nach Faran aufbaut (siehe Anhang A.2.) und den Einfluss einer zunehmenden Partikelkonzentration aus der zunehmenden räumlichen Ordnung der dispersen Phase ableitet. Er beruht darauf, dass anstelle einzelner Partikel die gesamte Dispersion, im Sinne eines Volumens mit schwankenden akustischen Eigenschaften, als Ursache der Streuung betrachtet wird.

Diese Fluktuationen der akustischen Eigenschaften innerhalb des betrachteten Volumenelements V resultieren unter anderem aus der lokalen Schwankung der Partikelkonzentration. Diese führen, aufgrund der unterschiedlichen Materialparameter zwischen disperser und kontinuierlicher Phase, zu einem zeitlich und räumlich veränderten akustischen Kontrast. Um diesen Effekt abbilden zu können, muss ein ausreichend großes Volumen V zunächst in Teilvolumina V_i aufgeteilt werden [4]

$$V = \sum_i V_i \quad (2.44)$$

Im Rahmen der makroskopischen Betrachtungsweise kann die mittlere Partikelanzahl in jedem Volumenelement V_i als konstant angenommen werden [4].

$$\bar{N}_i = \bar{N} \quad (2.45)$$

Damit weisen die einzelnen Volumina V_i im zeitlichen Mittel relativ zueinander keine Differenz in ihren akustischen Eigenschaften auf. Daher findet auch keine kohärente Streuung statt. Die auftretende Schallstreuung wird einzig durch die Varianz der Partikelanzahl $\overline{\tilde{N}_i^2}$ hervorgerufen, die durch einen zufälligen Partikelaustausch zwischen den Volumeneinheiten entsteht. Diese räumlich unkorrelierten Schwankungen verursachen entsprechend inkohärente Streuanteile.

Als Konsequenz ist der Streukoeffizient H nicht länger proportional zur Anzahl der Einzelpartikel. Er ist vielmehr proportional zur Varianz der Partikelanzahl $\overline{\tilde{N}_i^2}$ innerhalb der Volumenelemente [4, 7]

$$H = \int_{V_i} \frac{\overline{\tilde{N}_i^2} \cdot |L(ka_j, \theta)|^2}{V_i} \quad (2.46)$$

wobei $L(ka_j, \theta)$ der Winkelverteilungsfaktor ist, der die Koeffizienten A_n und die Abhängigkeit des Reflexionswinkels θ umfasst (siehe Gleichung 2.26).

Die Varianz oder auch mittlere quadratische Abweichung der Partikelanzahl $\overline{\tilde{N}_i^2}$ in einem Volumenelement V_i kann aus dem Mittelwert \bar{N}_i bestimmt werden [4].

$$\overline{\tilde{N}_i^2} = \overline{(N_i - \bar{N}_i)^2} = \bar{N}_i^2 - \bar{N}_i^2 = \bar{N}_i \cdot W \quad (2.47)$$

Dazu wird der Packungsfaktor W eingeführt. Der Packungsfaktor W ist ein Maß für den freien Raum zwischen den Partikeln. Er nimmt mit zunehmender Konzentration ab und beschreibt somit die Ordnung innerhalb der Dispersion. Für den Packungsfaktor gilt [4]

$$W = \frac{\overline{N_i^2}}{\overline{N_i}} = 1 + \overline{c_N} \int_{V_i} [g(r) - 1] dr \quad . \quad (2.48)$$

Die radiale Verteilungsfunktion $g(r)$, auch Paarkorrelationsfunktion genannt, bemisst die Wahrscheinlichkeit, dass sich im Abstand r vom Partikel ein weiteres Partikel befindet. Da sie von den real wirksamen Wechselwirkungsmechanismen zwischen den einzelnen Partikeln abhängig ist, gibt es keine allgemein gültige Formulierung der Paarkorrelationsfunktion. Für den speziellen Fall von nicht überlappenden Partikeln in einer Flüssigkeit gibt Tvesky [11] jedoch eine Lösung für den Packungsfaktor W in Abhängigkeit zur Volumenkonzentration c_V in der Form

$$W_m(c_V) = \frac{(1 - c_V)^{(m+1)}}{[1 + (m-1) \cdot c_V]^{(m-1)}} \quad (2.49)$$

an [4].

Der Parameter m entspricht der räumlichen Dimension (Packungsdimension), mit der die Partikel betrachtet werden. Ein Vergleich mit den Raumdimensionen macht eine geometrische Betrachtung mit den ganzzahligen Werten $m=1;2;3$ plausibel. Um Mischpartikelformen zu berücksichtigen, werden daher Werte von $1 \leq m \leq 3$ eingesetzt. Zur Abbildung fraktaler Strukturen kann aber auch $m \geq 3$ gewählt werden. Bei einer gleich bleibenden Volumenkonzentration c_V wird der Packungsfaktor W mit zunehmender Packungsdimension m kleiner. Als Beispiel kann man sich vorstellen, dass ein zweidimensionales Plättchen, das mit $m=2$ beschrieben wird, weniger Raum beansprucht als eine dreidimensionale Kugel, die sich mit $m=3$ beschreiben lässt. Da in dieser Anwendung sphärische Partikel betrachtet werden, ist die Packungsdimension $m=3$ zu wählen.

Unter Verwendung des Packungsfaktors W und der Anzahlkonzentration c_N kann die Gleichung für den Rückstreukoeffizienten η der Dispersion in der Form:

$$\eta = c_N \cdot W_m(c_V) \cdot |L(\pi)|^2 \quad (2.50)$$

angegeben werden [4].

Entsprechend der Gleichung 2.43 ergibt sich der Rückstreukoeffizient bei Verwendung der Volumenkonzentration c_V aus

$$\eta = \frac{6}{\pi} \cdot c_V \cdot W_m(c_V) \sum_j |L(\pi)_j|^2 \cdot \frac{\Delta Q_{3j}(x)}{x_j^3} \quad [4, 7]. \quad (2.51)$$

Dabei wird die Abhängigkeit des Rückstreukoeffizienten von der Partikelkonzentration durch den Term $c_V \cdot W_m(c_V)$ repräsentiert, der als Strukturfaktor $S_m(c_V)$ aufgefasst wird [4]

$$S_m(c_V) = c_V \cdot W_m(c_V) \quad . \quad (2.52)$$

Die Streuwirkung einer Dispersion kann demnach mit dem winkelabhängigen Streuverhalten eines Einzelpartikels $|L(ka, \theta)|^2$ unter Berücksichtigung verschiedener Partikelgrößen und der statistischen Partikelanordnung $S_m(c_V)$ beschrieben werden.

Der Strukturfaktor $S_m(c_V)$ zeigt gegenüber der Volumenkonzentration c_V einen unsymmetrischen Verlauf. Bei geringen Konzentrationen steigt der Strukturfaktor mit zunehmender Volumenkonzentration zunächst linear an, erreicht sein Maximum bei $c_{V,max} < 0,5$ und fällt dann wieder ab, da bei zunehmender Packungsdichte der Partikel der Platz zwischen den Partikeln und damit der Packungsfaktor W kleiner wird [4].

2.4.5. Einfluss der Partikelform

Neben der Größe und Konzentration hat auch die Form der Partikel einen Einfluss auf das Streuverhalten der Dispersion. Bei ungleichförmigen Partikeln verändert sich die Partikeloberfläche je nach Orientierung des Partikels zur einfallenden Welle. Im Langwellenregime ($ka \ll 1$) ist der Einfluss der Partikelform noch vernachlässigbar klein. Er steigt aber proportional mit der dimensionslosen Wellenzahl ka an. Einen allgemeinen Ansatz zur Erfassung der Partikelform gibt es bislang noch nicht. Allerdings kann als statistischer Ansatz über die Packungsdimension m des Packungsfaktors W (Gleichung 2.49) eine entsprechende Anpassung vorgenommen werden [4].

Wenn sich die Partikel innerhalb der Dispersion ohne eine explizite Orientierungsrichtung in der Strömung bewegen, führt das zu einer zufälligen Orientierung der Partikel beim Auftreffen der einfallenden Schallwelle. Eine entsprechend große Partikelanzahl vorausgesetzt, führt das zu einer Mittlung der Partikelorientierung und damit zu einer Glättung des frequenzabhängigen Streuverhaltens. Über einen ausreichend langen Zeitraum gemessen, liefert eine Auswertung der Streusignale also eine Mittlung der Partikelgröße im Sinne der Partikelform [4]. Führt die Strömung hingegen zu einer Ausrichtung der Partikel in eine Vorzugsrichtung, liefern die Streusignale eine Partikelgröße entsprechend des effektiven Partikelquerschnitts gegenüber der Einfallsrichtung der Schallwellen [4].

2.4.6. Eigenschaften des Rückstreusignals

Zur Messung des Rückstreukoeffizienten wird ein schalldrucksensitiver piezoelektrischer Wandler eingesetzt. Trifft eine Schallwelle auf die Wandleroberfläche, wird die mechanische Energie des Schalldrucks p aufgrund des piezoelektrischen Effekts in eine elektrische Spannung u umgewandelt. Bei dieser indirekten Messung ist die primäre Messgröße also eine elektrische Spannung als Funktion der Laufzeit der Ultraschallwellen $u(t)$. Dabei verhält sich die von dem Wandler erzeugte Spannung proportional zum auf den Wandler treffenden Schalldruck. Umgekehrt kann durch Anlegen einer elektrischen Spannung an das Piezoelement eine Schallwelle emittiert werden. In dem hier genutzten Puls-Echo-Messverfahren wird auf diese Weise durch eine entsprechende Anregung des Schallwandlers zunächst eine Schallwelle erzeugt. Diese Schallwelle koppelt in die Dispersion ein. Die Partikel in der Dispersion streuen die Schallwelle, und ein Teil der Schallenergie gelangt zurück zur Wandleroberfläche. In Folge dessen kann die zurückgestreute Schallwelle als elektrische Spannung in Abhängigkeit von der Signallaufzeit t gemessen werden. Die Signallaufzeit ist dabei proportional zur Eindringtiefe s . Der Proportionalitätsfaktor ist die Schallgeschwindigkeit c_{disp} der Dispersion. Das Reflexionssignal $u(t \sim s)$ enthält also eine orts aufgelöste Information zum Rückstreuverhalten der Dispersion. Will man den Abstand der Partikel zur Schallquelle ermitteln ist zu beachten, dass der Schall den doppelten Weg zurücklegen muss. Ausgehend vom Zeitpunkt der Erzeugung der Schallwelle durch den Wandler, entspricht das zum Zeitpunkt t gemessene Rückstreusignal daher der Streuung an den Partikeln, die sich im Abstand

$$s = c_{disp} \cdot \frac{t}{2} \quad (2.53)$$

von der Wandleroberfläche befinden.

Die Rückstreuamplitude η verhält sich dabei proportional zum Quadrat des Schalldrucks [4]. Es gilt daher

$$u(t) \sim p(t) \sim \sqrt{\eta} \quad (2.54)$$

Außerdem wirkt sowohl auf die vom Wandler abgestrahlte Schallwelle, als auch auf die von den Partikeln zurück gestreuten Schallwellen die Schalldämpfung. Unter der Voraussetzung, dass der Rückstreukoeffizient unabhängig vom Abstand s ist und keine Mehrfachreflexionen auftreten, sinkt die Amplitude des Empfangssignals aufgrund der

Dämpfung exponentiell mit der durchschallten Wegstrecke s . Die Schalldruckamplitude p wird beim Durchlaufen der Dispersion daher um den Faktor

$$e^{-2s \cdot \alpha_{disp}} = e^{-t \cdot c_{disp} \cdot \alpha_{disp}} \quad (2.55)$$

kleiner [4].

Treten Mehrfachstreuungen zwischen den Partikeln auf, verlängert sich die zurückgelegte Wegstrecke der Schallwelle. Die Wandleroberfläche wird demnach später erreicht und das Signal verzögert sich, bezogen auf die einfach gestreuten Schallwellen, um $t + \Delta t$. Auf diese Weise werden zusätzliche Signalanteile generiert, die den zeitabhängigen Abfall β der Rückstreuamplitude scheinbar abschwächen. Im Falle von Mehrfachstreuungen gilt also

$$\beta < c_{disp} \cdot \alpha_{disp} \quad [4]. \quad (2.56)$$

Das Rückstreusignal resultiert aus der räumlichen Anordnung der Partikel innerhalb der Dispersion zum Zeitpunkt der Messung. Da sich die Positionen der Partikel zwischen zwei Einzelmessungen in der Regel ändern, treten Abweichungen auf. Das Messvolumen bestimmt sich dabei aus der Schallfeldkontur und der Eindringtiefe. Wenn das Partikelsystem vollständig abgebildet werden soll, muss daher sichergestellt werden, dass die Untermenge der Partikel in einem Messvolumen repräsentativ für die Gesamtheit aller Partikel in der Dispersion ist. Das kann erreicht werden, indem die Dispersion in eine Zwangsbewegung versetzt wird. So ist sichergestellt, dass die Partikelkonstellation innerhalb eines Messvolumens zwischen den Einzelmessungen kontinuierlich variiert.

Wird eine ebene Schallwelle durch den Wandler emittiert, ist bezüglich des durch die Partikel in einer homogen durchmischten Dispersion erzeugten Rückstreusignals zu erwarten, dass es durch ein Maximum zu Beginn des Zeitverlaufs $t(0)$ und einen nachfolgenden Abfall über die Signallaufzeit t charakterisiert ist. Dabei ist die maximale Rückstreuamplitude u_{max} sowohl vom Rückstreuoeffizienten der Dispersion η , als auch von der Amplitude der einfallenden Welle $p(0)$ abhängig. Für den Zeitbereich $t > t(0)$ wirken die Schalldämpfung und eventuelle Mehrfachstreueneffekte sowohl auf die anregende als auch auf die gestreute Schallwelle.

Dadurch ergibt sich der in Abbildung 7 dargestellte Signalverlauf [4].

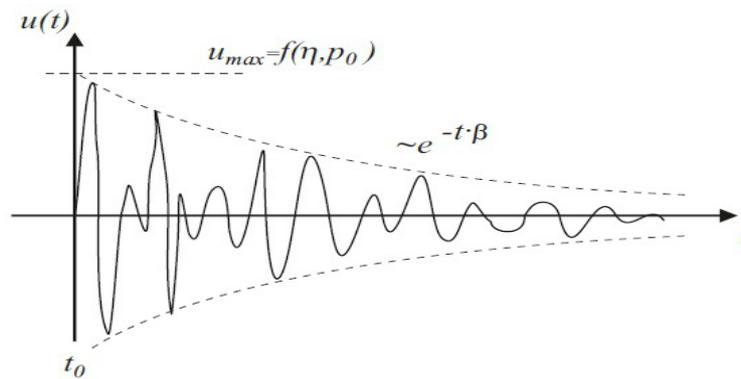


Abbildung 7: Erwarteter Verlauf der durch die Streuung an den Partikeln in der Dispersion verursachten Rückstreuamplitude [4]

2.5. Formen des Anregungssignals

Ultraschallwandler besitzen eine spezifische Eigenresonanzfrequenz f_e . Sie können bei entsprechender Anregung aber auch mit abweichenden Frequenzen schwingen, die innerhalb einer gewissen Bandbreite B um diese Resonanzfrequenz liegen. In Bezug auf das den Wandler anregende Signal, erzeugt der Wandler seine größten Amplituden im Bereich seiner Resonanzfrequenz. Je weiter die Frequenz des anregenden Signals von der Resonanzfrequenz des Wandlers abweicht, desto kleiner ist die Amplitude des von ihm erzeugten Schallsignals. Die Bandbreite des Wandlers ist daher als der Bereich des Wandlerspektrums definiert, bei der die spektrale Amplitude noch mindestens halb so groß ist wie ihr Maximalwert. Außerdem ist zu beachten, dass das Übertragungsverhalten der im Versuch genutzten Ultraschallsonden auch von der jeweils genutzten Vorlaufstrecke beeinflusst wird. Die vom Wandler emittierten Schallwellen sind abhängig von dem an den Wandler angelegten Spannungsverlauf. Dabei gibt es, je nachdem in welchen spektralen Bereich die erzeugten Schallwellen liegen sollen, unterschiedliche Anregungsformen die nachfolgend näher beschrieben werden.

Impulsanregung

Im einfachsten Fall wird für die Anregung des Wandlers ein Kurzzeitimpuls verwendet. Ein technisch erzeugter Impuls hat in der Regel einen nadel- oder rechteckförmigen Signalverlauf mit einer sehr schmalen Pulsbreite. Diese Art der Anregung enthält Frequenzanteile über die gesamte Bandbreite des Wandlers. Da der Impuls eine sehr schmale Pulsbreite aufweist, wird trotz hoher Signalamplituden u_{sp-sp} vergleichsweise wenig Schallenergie in das System eingeprägt. Das Piezoelement des Wandlers weist

eine gewisse Trägheit auf. Daher schwingt es bei Impulsanregung nicht sofort mit seiner Maximalamplitude. Vielmehr schwingt es zunächst auf, erreicht danach seine Maximalamplitude und schwingt bedingt durch die Dämpfung auch wieder ab. Als Resultat ergibt sich ein Signal, das in Abbildung 8 schematisch dargestellt ist.

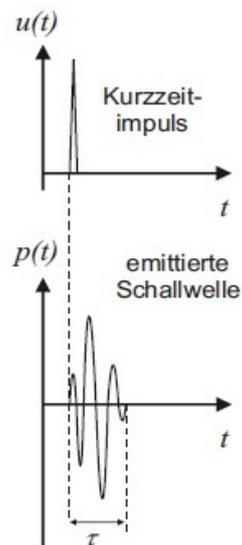


Abbildung 8: Emittiertes Schallsignal bei Impulsanregung [4]

In dieser Arbeit wird der Impulsgenerator UTEX UT340 genutzt. Mit ihm können kurze, negativen Rechteckimpulse mit einer minimalen Pulsbreite von 80 ns und Amplituden von 100 bis 500 V erzeugt werden.

Gaußmodulierter Sinusburst

Eine alternative Art der Wandleranregung, die im Rahmen dieser Arbeit genutzt wurde, ist die Anregung mit einem gaußmodulierten Sinusburst. Beispiele für die daraus entstehende Signalform sind in der Abbildung 9 dargestellt.

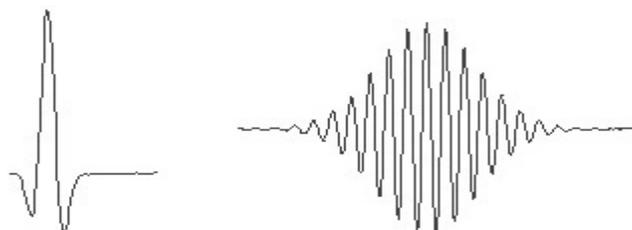


Abbildung 9: Beispiele der vom Wandler erzeugten Signale bei einer Wandleranregung mit gaußmoduliertem Sinusburst. Der jeweilige Sinusburst hat eine Breite von: links 1 Periode, rechts 10 Perioden

Für die Erzeugung dieser Signalform wird die Amplitude eines Sinussignals, dessen Frequenz der Resonanzfrequenz des Wandlers entspricht, mit einem Gaußfenster moduliert. Die Form des Anregungssignals mit ihrem auf- und abschwingenden Charakter gleicht dabei der natürlichen Signalform, die der Wandler bei Impulsanregung erzeugen würde. Die Breite des Sinusbursts wird durch die Breite des Gaußfensters bestimmt und variiert abhängig von der Frequenz des Sinussignals. Der Vorteil dieser Anregungsart liegt darin, dass ein Schallsignal mit gezielt gewählter Mittenfrequenz und Bandbreite erzeugt werden kann. Im Vergleich mit der Impulsanregung kann durch das breitere Anregungssignal bei gleichen Amplituden außerdem mehr Energie in das System eingeprägt werden.

Sinusanregung

Eine weitere Möglichkeit besteht darin, den Wandler mit einem kontinuierlichen Sinussignal anzuregen. Sofern die Frequenz des Sinussignals innerhalb der Wandlerbandbreite liegt, kann man damit ein schmalbandiges Schallsignal erzeugen. Der Wandler wird bei dieser kontinuierlichen Anregung allerdings thermisch sehr beansprucht. Zum Schutz des Wandlers, der keine aktive Ableitung thermischer Verluste vorsieht, wurde diese Anregungsmethode im Rahmen dieser Arbeit nicht genutzt.

Modulierte Sequenzen

Es gibt außerdem noch die Möglichkeit, spezielle Folgen von Rechteckimpulsen als Anregungssignal zu verwenden, aus deren überlagerten Einzelechos mit Hilfe einer Kreuzkorrelation die Impulsantwort des Systems berechnet werden kann. Durch die breite Pulsfolge ist der Energieeintrag in das System schon bei kleinen Spannungsamplituden hoch.

2.6. Einfluss der Vorlaufstrecke auf Empfangssignal

Die zur thermischen Entkopplung des Ultraschallwandlers notwendige Vorlaufstrecke verschiebt die Resonanzfrequenz des Wandlers. Einen weit größeren Einfluss hat sie jedoch auf die Amplituden des von den Partikeln in der Dispersion zurückgestreuten Signals. Ein großer Teil der Schallenergie des Anregungssignals wird durch die Reflexion an den Grenzflächen der Vorlaufstrecke in andere Richtungen abgelenkt. Ein weiterer Teil des von den Partikeln in der Dispersion zurückgestreuten Signals wird beim Rückweg wiederum an den Grenzflächen der Vorlaufstrecke reflektiert, so dass nur noch ein

kleiner Anteil der Schallenergie den Wandler wieder erreicht. Außerdem kommt zur Dämpfung des Signals innerhalb der Dispersion noch die Dämpfung des Signals innerhalb der Vorlaufstrecke hinzu.

Da die longitudinalen Schallwellen sich innerhalb der Vorlaufstrecke idealerweise parallel zur Außenwand der Vorlaufstrecke ausbreiten und damit orthogonal auf die Grenzfläche der Vorlaufstrecke auftreffen, werden hier der Einfachheit halber nur die Effekte untersucht, die beim Einfall einer ebenen Welle senkrecht auf einer Grenzfläche auftreten. Kennt man die akustischen Impedanzen der am Übergang beteiligten Materialien, lassen sich die dimensionslosen Faktoren für die Reflexion R und die Durchlässigkeit D des Schalldrucks p in der Form

$$R = \frac{Z_2 - Z_1}{Z_2 + Z_1} \quad (2.57)$$

und

$$D = \frac{2Z_2}{Z_2 + Z_1} \quad (2.58)$$

berechnen [12], wobei Z die akustische Impedanz des jeweiligen Materials ist, die sich nach der Gleichung 2.7 mit deren Dichte ρ und Schallgeschwindigkeit c berechnen lässt (siehe Abbildung 10).

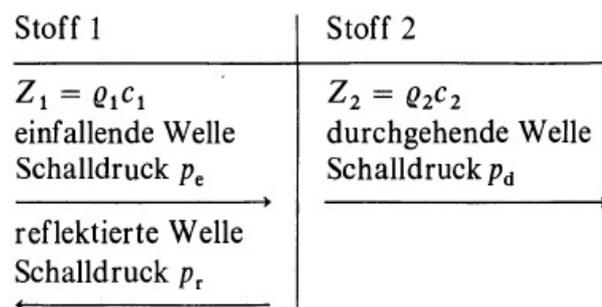


Abbildung 10: Einfall einer Welle auf einer ebenen Grenzfläche [12]

In der in den Versuchen verwendeten Anordnung leitet die Vorlaufstrecke die Schallwellen vom Wandler in die Dispersion. Dabei treffen die vom Wandler abgegebenen Schallwellen vier mal auf eine ebene Grenzfläche. Um den auf der jeweils anderen Seite der Grenzfläche herrschenden Schalldruck zu berechnen, muss der eingehende Schalldruck mit dem Durchlässigkeitsfaktor D multipliziert werden.

Die erste Grenzfläche stellt der Übergang vom Ultraschallwandler in die Vorlaufstrecke dar, deren Durchlässigkeitsfaktor hier mit D_{wv} gekennzeichnet wird. Danach durchlaufen die Schallwellen die Vorlaufstrecke und legen dabei den Weg s_{vorl} zurück. Auf diesem Weg unterliegen sie der durch das Vorlaufstreckenmaterial charakterisierten Dämpfung α_{vorl} . Am Ende der Vorlaufstrecke treffen sie auf den Übergang, an dem die Vorlaufstrecke in die Dispersion einkoppelt. Der Durchlässigkeitsfaktor an dieser Stelle wird als D_{vd} bezeichnet. Die Schallwellen durchlaufen die Dispersion und unterliegen auf diesem Weg s_{disp} der Dämpfung innerhalb der Dispersion α_{disp} (siehe Gleichung 2.30). Werden die Schallwellen aufgrund der Partikel in der Dispersion zurück gestreut, laufen sie den Weg s_{disp} zurück, bei dem sie abermals der Dämpfung α_{disp} unterliegen. Der Schalldruck wird am Übergang von der Dispersion zurück in die Vorlaufstrecke abermals mit dem Durchlässigkeitsfaktor D_{dv} multipliziert. In der Vorlaufstrecke laufen die Schallwellen den Weg s_{vorl} zurück und unterliegen dabei wieder der Dämpfung α_{vorl} . Der Durchlässigkeitsfaktor beim Übergang vom Anfang der Vorlaufstrecke auf den Schallwandler wird hier D_{vw} genannt. In der Abbildung 11 ist ein entsprechendes Schema angegeben.

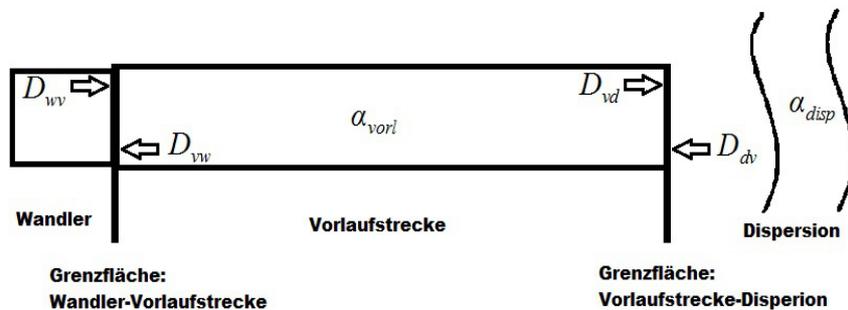


Abbildung 11: Schema der von den Schallwellen zu überbrückenden Grenzflächen

Aus diesen Überlegungen geht hervor, dass der Faktor D_{ges} , der die über alle vier Grenzflächen übertragenden Schallenergie beschreibt, sich gemäß

$$D_{ges} = D_{wv} \cdot D_{vd} \cdot D_{dv} \cdot D_{vw} \quad (2.59)$$

berechnet. Die Dämpfung, die die Schallwellen auf ihrem Weg durch die Vorlaufstrecke und die Dispersion erfahren, lässt sich mit

$$e^{-2(s_{vorl} \cdot \alpha_{vorl} + s_{disp} \cdot \alpha_{disp})} \quad (2.60)$$

beschreiben, so dass für den am Wandler ankommenden Schalldruck

$$p = \eta \cdot D_{ges} \cdot e^{-2(s_{vort} \cdot \alpha_{vort} + s_{disp} \cdot \alpha_{disp})} \quad (2.61)$$

angenommen werden kann.

Wenn man den Energieverlust zwischen der Sendespannung u_s und der vom Wandler beim Empfang der zurückgestreuten Schallwellen erzeugten Ausgangsspannung u_e ermitteln will, muss man außerdem noch den Kopplungsfaktor k_t betrachten. Dieser Kopplungsfaktor beschreibt den Wirkungsgrad, mit dem das Piezoelement des Wandlers mechanische Dickschwingungen in eine Ausgangsspannung und umgekehrt eine Eingangsspannung in eine Dickschwingung umsetzen kann [12]

$$\frac{u_s}{u_e} = k_t^2 \cdot D_{ges} \cdot e^{-2(s_{vort} \cdot \alpha_{vort} + s_{disp} \cdot \alpha_{disp})} \quad (2.62)$$

3. Design des Messsystems

Für die Messung von Ultraschallrückstreuungssignalen in Polymerschmelzen bedarf es einer geeigneten Messanordnung. Sie muss es ermöglichen, dass eine Schallwelle in die Dispersion aus Basispolymer und Zuschlagstoffen ausgesendet und die an den Partikeln gestreuten Signale detektiert werden. Zudem muss die Ultraschallsonde auch bei hohen Temperaturen und Drücken zuverlässig arbeiten können. Für diese Art der Messung existieren bisher keine kommerziell verfügbaren Lösungen. Deswegen muss zunächst ein Messsystem entwickelt werden, das sowohl die Generierung eines Anregungssignals, als auch die Erfassung der Rückstreusignale ermöglicht. Neben der Entwicklung einer speziellen Ultraschallsonde hat auch die Analyse und Verarbeitung der Messdaten eine besondere Bedeutung.

3.1. Technische Randbedingungen und Arbeitsumgebung

Ziel des Projekts war es, ein System zur Charakterisierung der Dispergiertgüte zu entwickeln, welches auch unter den rauen Produktionsbedingungen des Compoundierungsprozesses in der Praxis funktioniert. Um die Versuche so praxisnah wie möglich zu gestalten, wurde der vom SKZ Würzburg zur Verfügung gestellte Versuchsextruder AXON AB Bz/0 genutzt. Der Versuchsextruder arbeitet unter ähnlichen Prozessbedingungen wie die großen kommerziellen Extruder der Compouneure, wenn auch in einem

kleineren Maßstab. Die Ultraschall-, Druck- und Temperatursonden können über Bohrungen mit 1/2“-20 UNF Gewinde in den Extruder eingeschraubt werden.

Die Abbildung 12 zeigt ein Foto des verwendeten Versuchsextruders. Wichtige Komponenten wurden direkt im Bild gekennzeichnet. Der Drucksensor ist auf der dem Temperatursensor gegenüberliegenden Seite des Schmelzkanals eingeschraubt und daher im Bild nicht sichtbar.

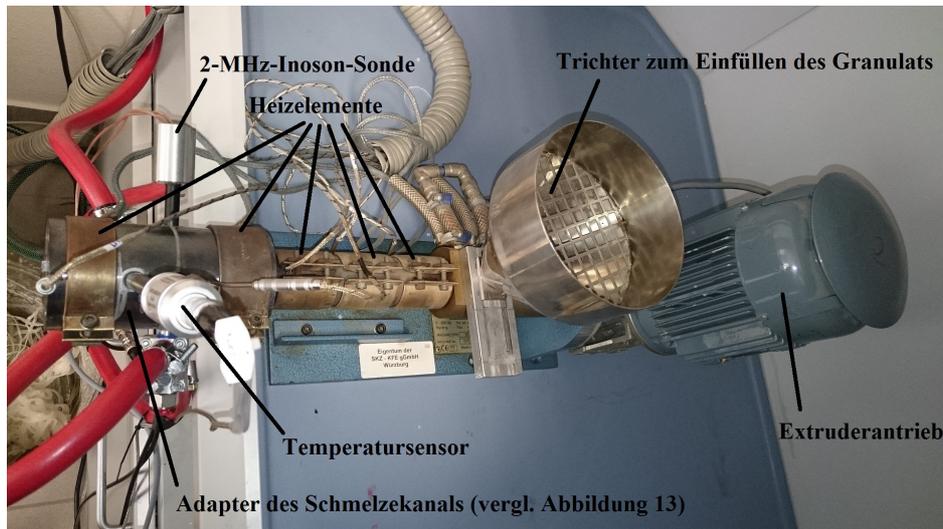


Abbildung 12: Versuchsextruder AXON AB Bz/0

Die Abbildung 13 zeigt eine schematische Schnittdarstellung des 20 mm breiten und 10 mm hohen Schmelzkanals und dessen Zugangsbohrungen für die Sonden. Rechts oben im Teilabschnitt a-b ist die Düse des Extruders dargestellt, die die Höhe des Schmelzkanals auf 5 mm verengt.

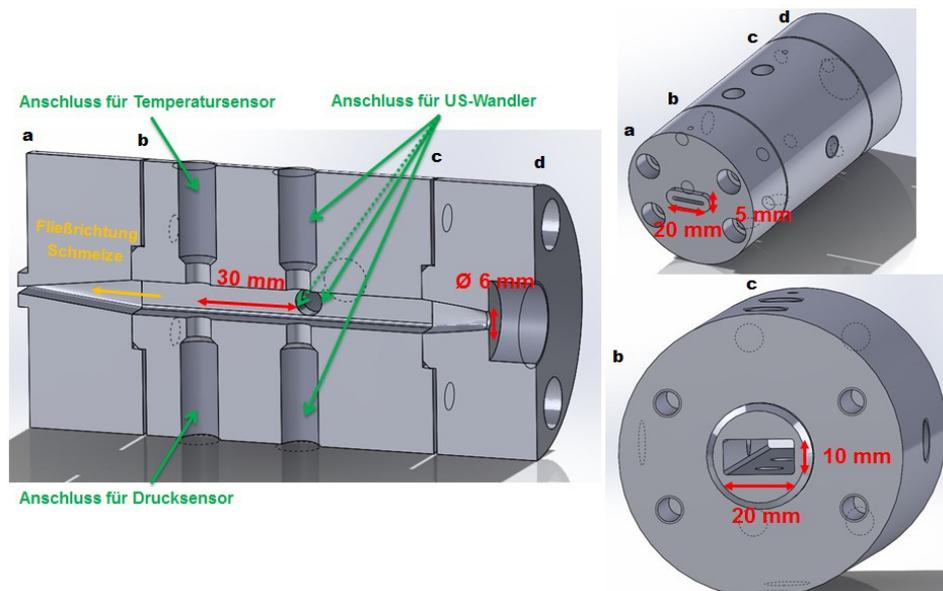


Abbildung 13: Schematische Schnittdarstellung des Schmelzkanals und der Düse des Versuchsextruders AXON AB Bz/0

Da es für die durchgeführten Untersuchungen nicht notwendig war, tatsächlich Compounds aus Basispolymer und Additiven herzustellen, wurden in dem Extruder lediglich bereits durch das SKZ vorgefertigte Compounds aufgeschmolzen, um die zu untersuchenden Polymerdispersionen zu erzeugen.

Die für die Temperaturregelung der Heizzonen des Extruders eingestellte Temperatur lag zwischen 210 und 230 °C. Die im Schmelzkanal gemessene Prozesstemperatur im eingependelten Zustand lag bei ca. 285 °C. Die zusätzliche thermische Energie wird dem System durch die Reibung der Förderschnecke zugeführt. Die für die Versuche benutzten Compounds bestanden hauptsächlich aus Polypropylen vom Typ Lyondellbasell Mopen HP500N als Polymermatrix, versetzt mit sphärischen Glaspartikeln unterschiedlicher Größenverteilungen und Partikelkonzentrationen. Zukünftig sind auch noch Versuche mit anderen Zuschlagstoffen (z.B. kubische Kreidepartikel oder Talkumplättchen) und anderen Basispolymeren (z.B. Polyethylen) geplant.

3.2. Komponenten des Messsystems

Als Basis für das Messsystem wird ein PXI-Chassi von National-Instruments benutzt. Es enthält die folgenden modularen Komponenten:

- Signalgeneratorkarte vom Typ NI PXIe-5450
- Receiver-Karte vom Typ NI PXI-5124
- MultiIO-Karte vom Typ NI PXIe-6366

Dabei erzeugt die Signalgeneratorkarte mit Hilfe des LabView-Programms „Generator NI PXI5450 02.vi“ die gaußmodulierten Sinusbursts für das Anregungssignal. Da die von der Signalgeneratorkarte erzeugten Anregungssignale im Millivolt-Bereich liegen, müssen sie anschließend noch verstärkt werden. Dafür wird ein Verstärker vom Typ AR KAA2030 200 Watt genutzt, der die Signalleistung laut Herstellerangabe um mindestens 53 dB verstärkt. Das für den Start einer Einzelmessung notwendige Triggersignal wird ebenfalls durch die Generatorsoftware erzeugt und dem Messsystem über den im Chassis integrierten PXI-Bus zur Verfügung gestellt.

In Abbildung 14 ist das Schema des Messaufbaus unter Verwendung der Signalgeneratorkarte dargestellt.

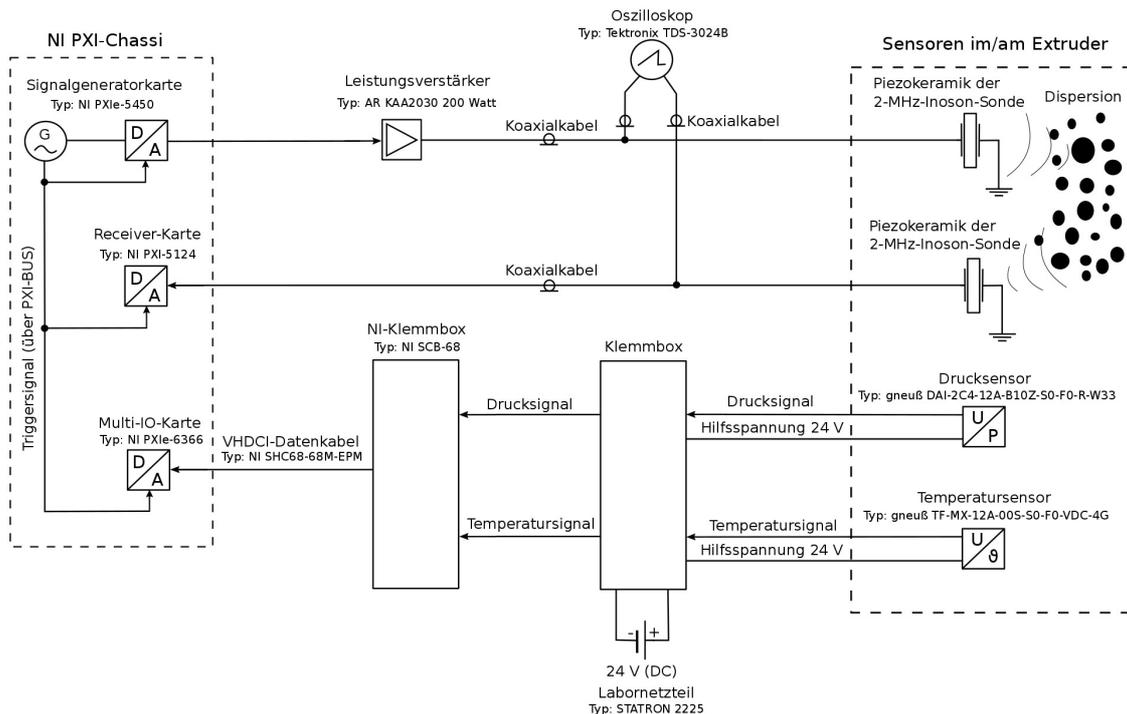


Abbildung 14: Schema des Messaufbaus unter Verwendung der Signalgeneratorkarte

In einigen Versuchen wird als Anregungssignal auch ein schmaler, negativer Rechteckimpuls genutzt. Dieser wird in einer alternativen Messanordnung nicht mit der Signalgeneratorkarte, sondern mit einem Pulser/Receiver vom Typ UTEX UT340 erzeugt. In diesen Fällen muss das Signal nicht nachträglich verstärkt werden, da der Pulser Signalamplituden von bis zu 500 V erzeugen kann. In dieser alternativen Messanordnung wird das Triggersignal zum Start einer Einzelmessung extern über einen Signalgenerator vom Typ Agilent 33250A bereitgestellt.

Das erzeugte Anregungssignal wird zur Ultraschallsonde geleitet, die dem Anregungssignal entsprechende Schallwellen erzeugt. Über die Sondenvorlaufstrecke gelangen die Schallwellen in die Polymerschmelze. Dort streuen sie an den Partikeln in der Schmelze. Das Rückstreusignal wird von der gleichen Ultraschallsonde detektiert und zur Receiver-Karte weiter geleitet, die das Signal zur weiteren Verarbeitung an die Messsoftware übergibt.

Die Schallausbreitung in der Polymerschmelze ist sowohl druck- als auch temperaturabhängig. Deswegen ist es wichtig, diese Prozessgrößen ebenfalls zu überwachen. Zu diesem Zweck ist ein Drucksensor vom Typ gneuß DAI-2C4-12A-B10Z-S0-F0-R-W33 und der Temperatursensor vom Typ gneuß TF-MX-12A-00S-S0-F0-VDC-4G in den Extruder eingebracht.

Damit die Druck- und Temperatursensoren arbeiten können, werden die Anschlusskabel der Sensoren zunächst in einer selbst gebauten Klemmbox aufgeklemt, und mit einem Labornetzteil vom Typ STATRON 2225 mit der notwendigen Hilfsspannung versorgt. Die Signalleitungen der Sensoren werden über die NI eigene Klemmbox vom Typ NI SCB-68 mit einem VHDCI-Datenkabel vom Typ NI SHC68-68M-EPM an die MultiIO-Karte angeschlossen. Die MultiIO-Karte liest die Druck- und Temperaturwerte ein und stellt sie der Messsoftware zur Verfügung. Um die Sende- und Empfangssignale sowie das Triggersignal auch außerhalb des NI-Messsystems beobachten zu können, ist der Messanordnung noch ein Oszilloskop vom Typ Tektronix TDS-3024B zwischengeschaltet.

In der Abbildung 15 ist ein Foto vom Messplatz zu sehen. Die roten Zahlen wurden nachträglich in das Bild eingefügt, um die entsprechenden Gerätschaften zu bezeichnen.

- 1 – PXI-Chassi mit Terminal
- 2 - Verstärker AR KAA2030
- 3 - Oszilloskop Tektronix TDS-3024B
- 4 - Klemmboxen zum Anschluss der Druck- und Temperatursonden
- 5 - Pulser/Receiver UTEX UT340
- 6 - Labornetzteil Typ STATRON 2225
- 7 - Signalgenerator Agilent 33250A zur Bereitstellung des Triggersignals

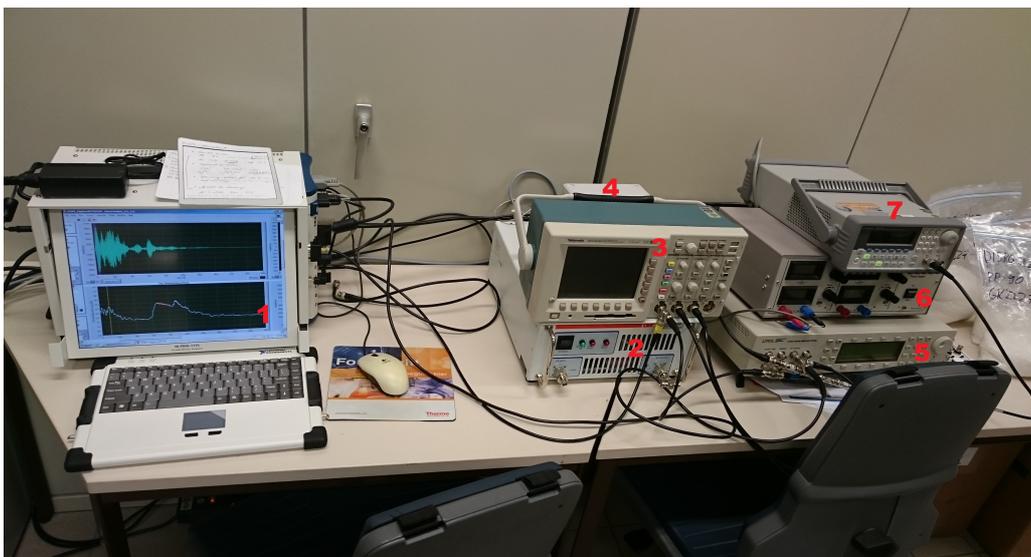


Abbildung 15: Messsystem mit angeschlossenem Pulser/Receiver und Signalgenerator als externe Triggerquelle

3.3. Dimensionierung der Ultraschallsonde

Die rauen Prozessbedingungen beim Compoundieren stellen sehr hohe Anforderungen an die Ultraschallsonde. Deswegen wurde im Vorfeld dieser Arbeit eine Ultraschallsonde mit einer Vorlaufstrecke aus temperaturbeständigem Polyimid entwickelt, um eine thermische Trennung von Polymermatrix und den Piezoelementen der Sonde zu gewährleisten. Ziel war es, eine Sonde zu entwickeln, die bei Temperaturen bis 300 °C und Drücken bis 300 bar zuverlässig arbeitet und über den Standard Gewindeanschluss „1/2“-20-UNF“ in den Extruder eingeschraubt werden kann. Die Spezialsonde wurde in Kooperation mit der Firma Inoson GmbH hergestellt. Die in den Versuchen genutzte Sonde hat laut Hersteller eine Eigenresonanzfrequenz von 2 MHz. Deswegen wird sie fortan als „2-MHz-Inoson-Sonde“ bezeichnet. In der Abbildung 16 sind die Maße der Vorlaufstrecke sowie ein Foto der kompletten Sonde dargestellt.

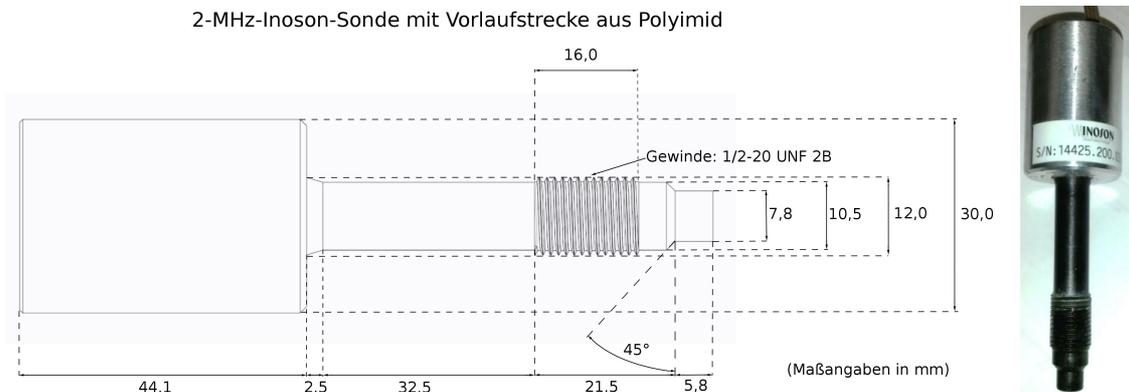


Abbildung 16: 2-MHz-Inoson-Ultraschallsonde mit temperaturbeständiger Vorlaufstrecke aus Polyimid

3.4. Verarbeitung und Auswertung der detektierten Ultraschallsignale

Das Verfahren zur Auswertung der Rückstreusignale beruht darauf, dass N Einzelmessungen durchgeführt werden, über die nachfolgend die Standardabweichung zwischen allen Messungen ermittelt wird. Dabei wird der Wandler im Abstand von t_r mit einem Anregungssignal zum Schwingen gebracht. Das Aussenden eines Anregungssignals wird über ein Triggersignal in Form eines Rechteckimpulses ausgelöst, dessen Pulsfrequenz

$$f_r = \frac{1}{t_r} \quad (3.1)$$

entspricht [4].

Die daraufhin von den Partikeln zurück gestreute Schallwelle wird vom Wandler detektiert. Die mit der Abtastfrequenz f_s aufgezeichneten Einzelmessungen werden in LabView in einem zweidimensionalen Array gespeichert und liegen damit als eine Matrix der Form:

$$u = [u_n, m] = u_n(m \cdot \Delta t) = \begin{bmatrix} u_1(1 \cdot \Delta t) & u_1(2 \cdot \Delta t) & \cdots & u_1(M \cdot \Delta t) \\ u_2(1 \cdot \Delta t) & u_2(2 \cdot \Delta t) & \cdots & u_2(M \cdot \Delta t) \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ u_N(1 \cdot \Delta t) & u_N(2 \cdot \Delta t) & \cdots & u_N(M \cdot \Delta t) \end{bmatrix}$$

vor [4].

Wobei der Spaltenvektor u_n die $n=1 \dots N$ Echoamplituden zum Zeitpunkt $m \cdot \Delta t$ mit

$$\Delta t = \frac{1}{f_s} \quad (3.2)$$

und der Zeilenvektor u_n die n -te Einzelmessung der Länge $m=1 \dots M$ sind [4]. Die Länge m repräsentiert dabei die Anzahl der gespeicherten Abtastpunkte des Rückstreusignals, die in Verbindung mit der Abtastfrequenz f_s die Zeitdauer einer Aufzeichnung

t_{em} ergeben

$$t_{em} = \frac{m}{f_s} \quad (3.3)$$

3.4.1. Vorverarbeitung der Empfangsdaten

Die Rückstreusignale, die in Form von zeitaufgelösten Amplitudenwerten vorliegen, sind in ihrer Rohform noch störungsbehaftet und nicht für die statistische Auswertung geeignet. Als erster Schritt der Signalaufbereitung wird daher eine frequenzselektive Entstörung der Signale gegenüber breitbandigem Rauschen vorgenommen. Diese Entstörung wird mit Hilfe eines Bandpasses im Frequenzbereich umgesetzt. Dafür werden die Frequenzsignale mit Hilfe der diskreten Fourier-Transformation (FFT) zunächst in den Frequenzbereich übertragen

$$U(f)_{n,m} = \mathbf{F} \{ u(t)_{n,m} \} \quad (3.4)$$

Als Resultat erhält man ein Spektrum aus diskreten Frequenzen, deren Abstand durch die Länge M des Zeitvektors und die Abtastfrequenz f_s in der Form

$$\Delta f = \frac{f_s}{M} \quad (3.5)$$

definiert ist.

Wenn man dieses Frequenzspektrum nun mit einer auf den Wert Eins normierten Fensterfunktion mit der Mittenfrequenz f_F und der Bandbreite B_F multipliziert, werden Signalanteile, die außerhalb des vom Fenster umschlossenen Frequenzbereiches liegen, herausgefiltert. Als Fensterfunktion bietet sich ein Von-Hann-Fenster an, da es das ungewollte Auftreten von Signalamplituden außerhalb des Fensterbereichs gut minimiert. Die Filterung des Signals über den Frequenzbereich ist in Abbildung 17 bildlich dargestellt.

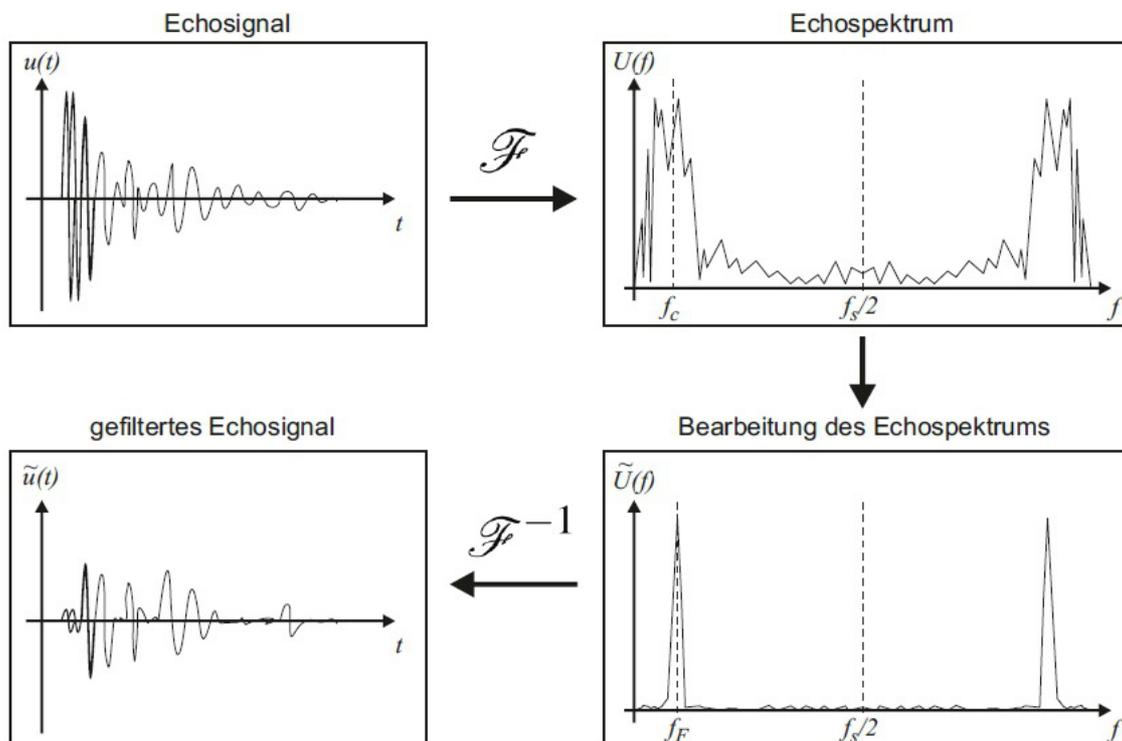


Abbildung 17: Effekt der Signalfilterung im Frequenzbereich [4]

Dabei werden f_F und B_F an das Spektrum des verwendeten Wandlers angepasst. Auf diese Weise lassen sich die Frequenzanteile der breitbandigen Störungen, die außerhalb des Wandlerspektrums liegen, leicht heraus filtern. Die Wahl der Mittenfrequenz f_F und Bandbreite B_F definiert dabei die Frequenzauflösung, die für die nachfolgende Analyse der Rückstreusignale zur Verfügung steht.

Bei genauerer Betrachtung von zwei im Abstand t_r aufgezeichneten Echosignalen fällt auf, dass zwischen ihnen ein leichter Zeitversatz τ_n von wenigen Nanosekunden besteht (siehe Abbildung 18). Dieser Versatz resultiert aus der zeitlichen Schwankung

zwischen dem Triggersignal, das die Signalerfassung initiiert, und dem Anregungssignal, mit dem der Wandler zum Schwingen angeregt wird.

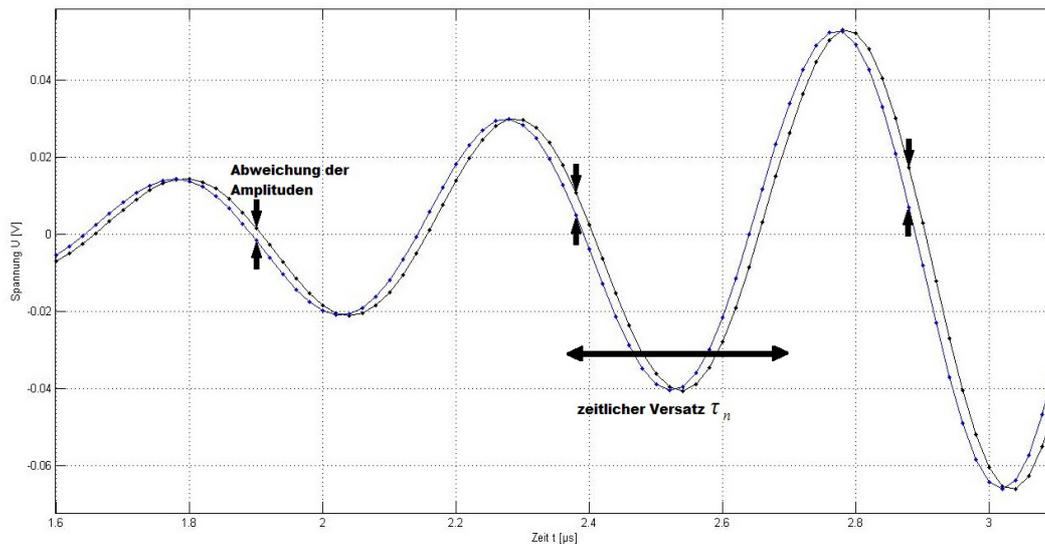


Abbildung 18: Darstellung des Zeitversatzes zwischen zwei Echosignalen

Diese zeitlichen Schwankungen, umgangssprachlich auch „Jitter“ genannt, lassen sich in der Praxis nicht vermeiden. Sie sind für diese Anwendung jedoch kritisch, da später die Standardabweichungen zwischen den einzelnen Signalmessungen ermittelt werden. Diese zeitlichen Schwankungen erzeugen ungewollt höhere Standardabweichungen. Die Stellen in den Signalen, die stationäre Reflexionen abbilden, weisen besonders hohe Signalamplituden auf. Dort ist damit auch die Steigung des Signals höher als an Stellen, an denen keine hohen, stationären Signalamplituden auftreten. Bildet man nun die Standardabweichung zwischen diesen, zeitlich leicht zueinander verschobenen Signalen, wird die Standardabweichung besonders an den Stellen mit stärkerer Steigung künstlich erhöht. Das ist für diese Anwendung jedoch unerwünscht, da in der Theorie davon ausgegangen wird, dass die stationären Signalanteile in allen Signalen identisch sind und deswegen in der Standardabweichung keine Rolle spielen. Vielmehr soll die Standardabweichung nur die sich ändernden Signalamplituden abbilden, die von den Partikelreflexionen herrühren. Zeitliche Verschiebungen zwischen den Echosignalen müssen daher möglichst gut kompensiert werden.

Wenn gleichzeitig zum Echosignal auch das Anregungssignal erfasst wird, kann der „Jitter“ durch eine Kreuzkorrelation der beiden Signale einfach und effektiv kompensiert werden. Nachteilig ist allerdings, dass die Amplitudeninformationen verloren gehen. Die maximale Amplitude des durch die Kreuzkorrelation entstehenden Signals kann zwar auf den Wert der maximalen Amplitude des eigentlichen Empfangssignals

normiert werden, da das Anregungssignal allerdings fast nie ein reiner Impuls ist, entsteht durch die Kreuzkorrelation von Anregungs- und Empfangssignal ein neues Signal mit gegenüber dem Empfangssignal veränderter Signalform und Amplituden. Die Form des aus der Kreuzkorrelation von Anregungs- und Empfangssignal entstehenden Signals weicht umso mehr vom ursprünglichen Empfangssignal ab, je zeitlich „breiter“ das Anregungssignal ist. Die Kreuzkorrelation lässt sich daher nur sinnvoll anwenden, wenn man lediglich die Standardabweichungskurven verschiedener Dispersionen vergleichen möchte. Sollen jedoch mit Hilfe des Streuansatzes aus der Standardabweichungskurve konkrete Werte für die Partikelgröße und Konzentration berechnet werden, kann man das aus der Kreuzkorrelation entstandene Signal nicht nutzen. Trotzdem müssen die einzelnen Echosignale miteinander synchronisiert werden. Deswegen wird nachfolgend noch eine Synchronisationsmethode beschrieben, bei der die Amplitudeninformationen des Echosignals erhalten bleiben.

Im ersten Schritt schneidet man dafür aus dem ersten Echosignal $u_{1,m}$ ein kleines Zeitfenster heraus. Das Zeitfenster muss eine Amplitude, die von einer stationären Reflexion herrührt, umfassen. Dieser Signalanteil wird nachfolgend interpoliert. Dabei werden zwischen zwei Abtastpunkten eine vom Interpolationsfaktor abhängige Anzahl an zusätzlichen Abtastpunkten eingefügt. Das entspricht einer nachträglichen Erhöhung der Abtastfrequenz. Dieser hoch aufgelöste Signalteil dient nachfolgend als Referenz, an dem alle nachfolgenden Echosignale $u_{n,m}$ ausgerichtet werden. Aus allen nachfolgenden Echosignalen wird zu diesem Zweck ebenfalls der gleiche Zeitbereich herausgeschnitten und mit dem gleichen Interpolationsfaktor interpoliert. Anschließend wird eine Kreuzkorrelation des aktuellen Teilsignals mit dem Referenzteilsignal durchgeführt und so der Zeitversatz τ_n der beiden Signale ermittelt. Im nächsten Schritt überführt wird das komplette Echosignal $u_{n,m}$ mittels FFT in den Frequenzbereich überführt und der Zeitversatz durch eine entsprechende Multiplikation mit der Fourier-Transformierten $e^{-i\omega\tau_n}$ kompensiert. Anschließend wird das ausgerichtete Echosignal mittels IFFT zurück in den Zeitbereich transformiert. Diese Verschiebung im Frequenzbereich bietet den Vorteil, dass man nicht das komplette Echosignal interpolieren muss. Auf diese Weise werden Rechen- und Speicherkapazität eingespart. Außerdem kann man mit der Methode die begrenzte Signalaufösung umgehen und das Signal über den Frequenzbereich zwischen zwei Abtastpunkten verschieben. Bei der Interpolation sowie der Transformation der Signale in den Frequenzbereich und zurück in den Zeitbereich entstehen

jedoch, wegen der begrenzten Rechengenauigkeit, immer kleine Fehler. Deswegen ist diese Methode der Signalausrichtung trotzdem nie ganz exakt.

3.4.2. Berechnung der Standardabweichungskurve

Die synchronisierten Echosignale $\tilde{u}_{n,m}$ enthalten noch immer Komponenten, die von stationären Reflexionen an der Vorlaufstrecke verursacht werden. Sofern die stationären Amplituden immer zur gleichen Laufzeit auftreten und der Mittelwert der dynamischen Partikelreflexionen nahezu Null ist, kann eine Trennung dieser Signalkomponenten, über eine Mittelwertkorrektur realisiert werden. Dafür wird der Mittelwert aller N Einzelsignale

$$\bar{u}_m = \frac{1}{N} \sum_n \tilde{u}_n(m) \quad (3.6)$$

gebildet. Dieser Mittelwert enthält sämtliche Reflexionsanteile. Anschließend wird der Mittelwert von allen N Einzelmessungen abgezogen

$$\check{u}_{n,m} = \tilde{u}_{n,m} - \bar{u}_m \quad (3.7)$$

Die so modifizierte Echosignalmatrix $\check{u}_{n,m}$ enthält theoretisch nur noch die dynamischen Rückstreusignale der Dispersion [4]. Praktisch verbleiben an den Stellen, an denen stationäre Amplituden im Signal vorhanden waren, jedoch Artefakte dieser Reflexionen im Signal. In den Signalbereichen, in denen keine oder nur wenig Artefakte der stationären Reflexionen im Signal verblieben sind, ist der symmetrische Mittelwert der Signalamplituden an den m Abtastpunkten nahezu Null

$$\bar{\check{u}}_m = \frac{1}{N} \sum_n \check{u}_n(m) \approx 0 \quad [4]. \quad (3.8)$$

Die nachfolgende statistische Auswertung der modifizierten Daten kann auf mehreren Wegen erfolgen, die alle nahezu identische Ergebnisse liefern. Die erste Möglichkeit besteht darin, die Mittelwerte der Reflexionsamplituden zwischen N Einzelmessungen für jeden Abtastpunkt m zu ermitteln. Da der vorzeichengewichtete Mittelwert $\bar{\check{u}}_m$ nahezu Null ergibt, wird der Mittelwert stattdessen über den Betrag der Signalamplituden

$$|\bar{\check{u}}_m| = \frac{1}{N} \sqrt{\sum_n \check{u}_n(m)^2} \quad (3.9)$$

gebildet.

Die zweite Möglichkeit besteht darin, die Standardabweichung der Signalamplituden der Partikelreflexionen zwischen den N Einzelmessungen für jeden Abtastpunkt m zu berechnen

$$\check{\sigma}_m = \sigma_m(\check{u}_{n,m}) = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_n (\check{u}_n(m) - \check{\bar{u}}(m))^2} \quad [4]. \quad (3.10)$$

Die Kurvenverläufe die sich aus dem symmetrischen Mittelwert der Partikelreflexionen $\check{\bar{u}}_m$ und der Standardabweichung $\check{\sigma}_m$ ergeben, weisen einen nahezu identischen Verlauf auf. Die aus diesen Kurven ermittelten Maximalamplituden \check{u}_{max} bzw. $\sigma_{max}(\check{u})$ können jedoch um wenige dB voneinander abweichen, wobei \check{u}_{max} tendenziell etwas kleiner ist als $\sigma_{max}(\check{u})$.

Eine weitere Möglichkeit besteht darin, die Standardabweichung zwischen den kompletten Echosignalen $\tilde{u}_{n,m}$, in dem auch die stationären Signalamplituden vorhanden sind, mit

$$\tilde{\sigma}_m = \sigma_m(\tilde{u}_{n,m}) = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_n (\tilde{u}_n(m) - \tilde{\bar{u}}(m))^2} \quad (3.11)$$

zu berechnen [4].

Auch diese Standardabweichungskurve ist nahezu identisch mit $\check{\sigma}_m$, da die stationären Signalanteile, sofern sie tatsächlich stationär sind, keinen Einfluss auf die Standardabweichung der Signalamplituden haben. In der Praxis sind die Signalamplituden dieser stationären Signalanteile allerdings nie für alle Einzelmessungen absolut identisch. Deswegen gilt für Bereiche des Signals, in denen starke stationäre Signalanteile vorhanden sind: $\tilde{\sigma}_m > \check{\sigma}_m$ [4].

3.4.3. Kennwerte der Standardabweichungskurve

Die Kurven des Mittelwertes $|\bar{u}_m|$ und der Standardabweichung $\check{\sigma}_m$ bzw. $\tilde{\sigma}_m$ weisen einen charakteristischen Verlauf auf, der in Abbildung 19 dargestellt ist.

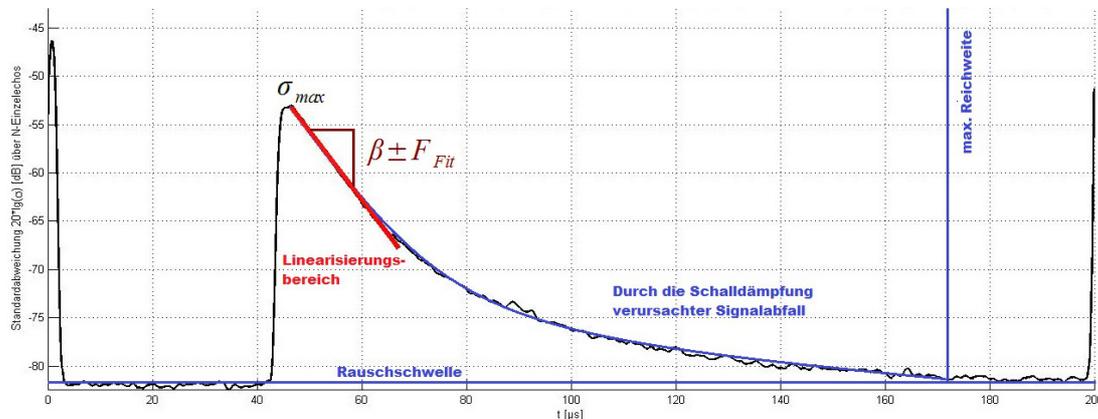


Abbildung 19: Charakteristischer Signalverlauf der Standardabweichungskurve

Alle Funktionen erreichen ihr Maximum bei der gleichen Laufzeit t . Dieses Maximum entspricht der Rückstreuung direkt hinter dem Ende der Vorlaufstrecke. Für größere Laufzeiten fallen die Signale exponentiell ab. Dieser Signalabfall charakterisiert die proportional zur Wegstrecke wirkende Schalldämpfung. Eine logarithmische Darstellung der Kurven in der Form: $20 \cdot \lg(\check{\sigma}_m) [dB]$ erlaubt die Linearisierung des Teilbereiches direkt hinter dem Maximum $t > t_{\sigma_{max}}$.

Dort lässt sich der Kurvenverlauf gut durch eine lineare Funktion

$$20 \cdot \lg(\sigma) = -\beta_{\sigma} \cdot t + \sigma_{max} \quad (3.12)$$

approximieren. Der Wert β , der im logarithmischen Maßstab mit der Einheit $[dB/\mu s]$ angegeben wird, entspricht dabei dem durch die Schalldämpfung hervorgerufenen relativen Signalabfall in Abhängigkeit von der Signallaufzeit t .

Nahe der Rauschschwelle geht die Kurve trotz der logarithmischen Darstellung allerdings wieder in einen eher exponentiellen Abfall β über. Deswegen ist es wichtig, den zu linearisierenden Laufzeitbereich so zu wählen, dass er in dem linearen Bereich direkt hinter σ_{max} liegt. Die Auswahl des zu linearisierenden Bereichs

$$T_{Fit} = t_{FitBis} - t_{FitVon} \quad (3.13)$$

kann daher im einfachsten Fall händisch „nach Augenmaß“ erfolgen. Sie kann aber auch automatisiert werden, indem man den Anpassungsfehler F_{Fit} auswertet, den die Linear-Fit-Funktion in LabView als MSE (mean square error) ausgibt.

Dieser Anpassungsfehler ist ein Maß für die Güte der Linearisierung. Er wird um so größer, je mehr Abtastpunkte außerhalb eines durch die Linear-Fit-Funktion berechneten Erwartungsbereichs liegen. Da sich die Standardabweichungskurve mit einem größer werdenden Linearisierungsbereich T_{Fit} zunehmend schlechter linearisieren lässt, steht der Anpassungsfehler in einem direkten Verhältnis zur Breite des Linearisierungsbereichs.

Als Eingangsparameter für die automatisierte Linearisierungsfunktion wird der für die Fitting-Funktion maximal zulässige Anpassungsfehler F_{FitMax} sowie der zu linearisierende Teilbereich der Standardabweichungskurve über t_{FitVon} und t_{FitBis} angegeben. Er muss den für die Auswertung relevanten Bereich der Standardabweichungskurve umfassen. Dabei ist darauf zu achten, dass die größte Amplitude der Standardabweichungskurve innerhalb von T_{Fit} auch tatsächlich der Rückstreuamplitude direkt hinter dem Vorlaufstreckenende entspricht. In der Abbildung 20 ist eine Abfolge der Bearbeitungsschritte der automatischen Linearisierungsfunktion von oben nach unten dargestellt.

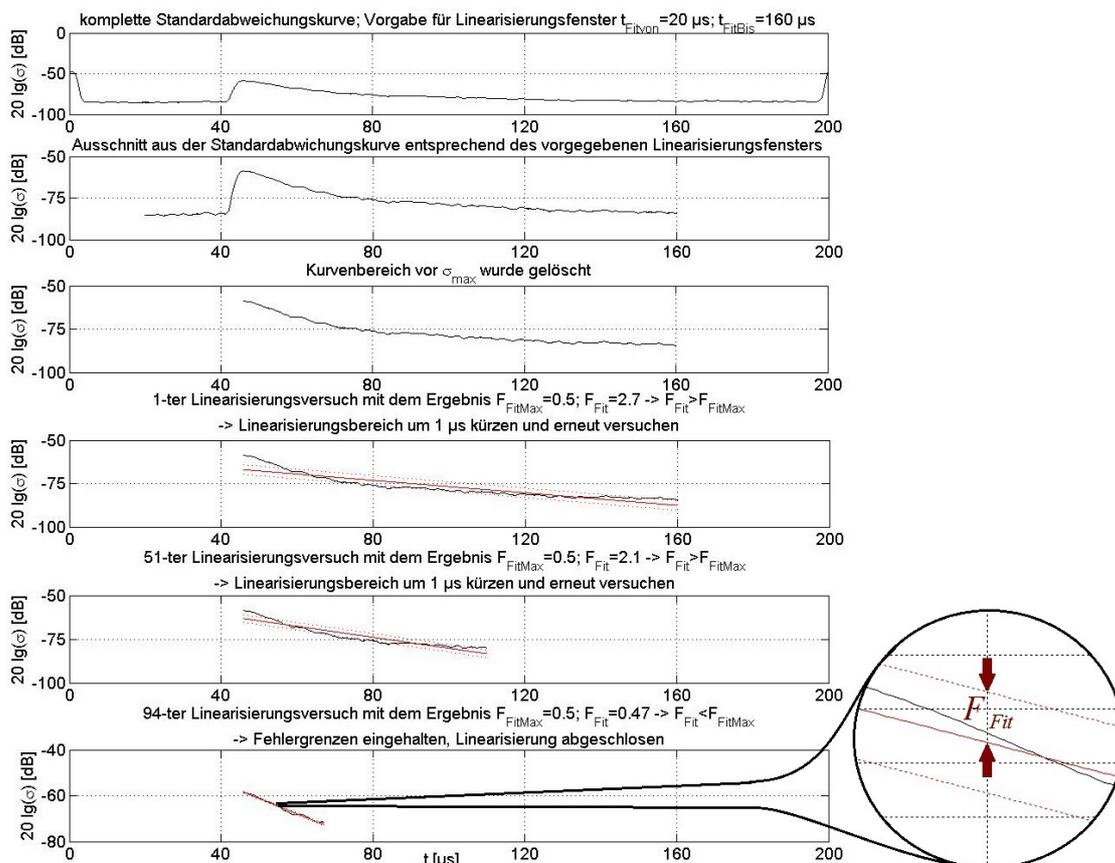


Abbildung 20: Verarbeitungsschritte der automatischen Linearisierungsfunktion

Im ersten Verarbeitungsschritt durchsucht die Linearisierungsfunktion den angegebenen Linearisierungsbereich nach der Maximalamplitude σ_{max} und hinterlegt die zum

Maximum gehörende Laufzeit als Startlaufzeit für die Linearisierungsfunktion $t_{\sigma_{max}} = t_{FitVon}$. Die Laufzeit t_{FitBis} , an der die Linearisierungsgerade enden soll, bestimmt die Breite des Linearisierungsbereiches T_{Fit} . Anschließend wird die Standardabweichungskurve im Teilbereich T_{Fit} linear approximiert und der Anpassungsfehler F_{Fit} ausgewertet. Ist $F_{Fit} > F_{FitMax}$ wird T_{Fit} schrittweise verkleinert, bis der Linearisierungsbereich so weit angepasst ist, dass der Anpassungsfehler der Linearisierung kleiner ist als der vorgegebene maximale Anpassungsfehler $F_{Fit} < F_{FitMax}$. Auf diese Weise wird sicher gestellt, dass die Linearisierung auch bei veränderten Kurvenformen sinnvolle Ergebnisse für die Parameterbestimmung liefert. Zum Abschluss der statistischen Auswertung liegen die Parameter maximale Standardabweichung σ_{max} und der zeitliche Abfall $\beta \pm F_{Fit}$ vor, mit denen sich das Rückstreuverhalten der Dispersion charakterisieren lässt.

Der Ablauf der in Abschnitt 3.4. beschriebenen Signalverarbeitung ist in Abbildung 21 schematisch zusammengefasst.

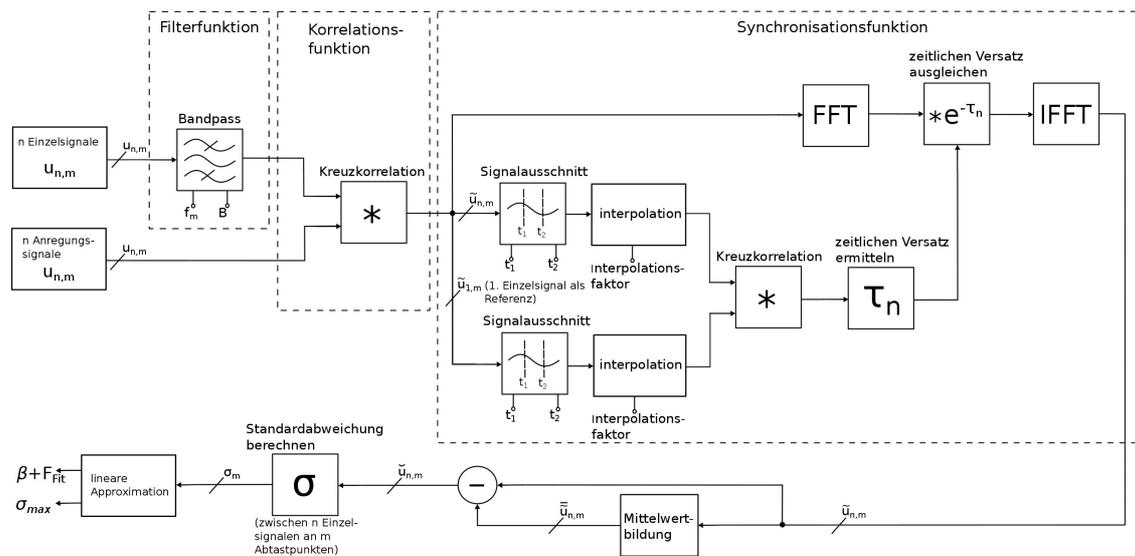


Abbildung 21: Schema der Signalverarbeitung

Sowohl die Partikelgröße als auch die Partikelkonzentration haben einen nicht linearen Einfluss auf die maximale Standardabweichung und den zeitlichen Abfall. Dabei wird die maximale Standardabweichung neben der Frequenz und den Materialparametern maßgeblich von der Partikelgröße beeinflusst. Der zeitliche Abfall wird hingegen vor allem von der Dämpfung innerhalb der Dispersion beeinflusst und zeigt damit eine deutlich höhere Sensitivität gegenüber der Partikelkonzentration [4].

3.5. Software zur Erfassung und Verarbeitung der Messdaten

Die in den Versuchen verwendete National-Instrument Labortechnik zur Messdatenerfassung bringt mit der grafischen Programmieroberfläche LabView ihre eigene Programmiersprache mit. Eine Aufgabe im Rahmen dieser Arbeit war daher, ein LabView-Programm zur Aufzeichnung und Verarbeitung der Messdaten nach dem im Abschnitt 3.4. vorgestellten Verfahren zu erstellen. Eine detaillierte Beschreibung des in LabView erstellten Messprogramms mit der Bezeichnung „DISPO_DigitizerNI PXI5124_StateMachine_v13.vi“ befindet sich im Anhang dieser Arbeit unter Abschnitt A.3.. Ergänzend erfolgte die Analyse der aufgezeichneten Messdaten in Matlab.

4. Ergebnisse der Versuche

Auf Basis des unter Abschnitt 3.4. beschriebenen Messverfahrens erfolgten experimentelle Untersuchungen zum Rückstreuverhalten von ausgewählten Dispersionen. Dabei wurde auch die Auswirkung verschiedener Messparameter, wie zum Beispiel die Wartezeit zwischen den Einzelmessungen oder die Anzahl der ausgewerteten Einzelmessungen, auf die Rückstreusignale untersucht. Die Auswirkungen der in den praxisnahen Messungen am Versuchsextruder auftretenden zusätzlichen Störeinflüsse, wie zum Beispiel eine Temperaturänderung zwischen den Einzelmessungen, wurde ebenfalls beobachtet. Das Ziel der Versuche war es, die Praxistauglichkeit des Messverfahrens sowie des Messsystems inklusive der Spezialsonde mit Vorlaufstrecke zu testen.

4.1. Messung unter vereinfachten Systembedingungen

4.1.1. Beschreibung des Experiments und der Geräteeinstellungen

Um die generelle Funktionalität des Messverfahrens und den Einfluss der bei der 2-MHz-Inoson-Sonde verwendeten Vorlaufstrecke zu testen, wurden zunächst einige Messreihen unter vereinfachten Systembedingungen aufgenommen.

Als vereinfachte Messumgebung wurde ein luftdicht abgeschlossener Kunststoffzylinder mit einem herauschiebbaren zylindrischen Kern in dessen Mitte verwendet (siehe Abbildung 22). Der zylindrische Kern diente dazu, das Fassungsvermögen des

Messzylinders so anzupassen, dass die Dispersion den Zylinder immer voll ausfüllt. Auf diese Weise konnte die Bildung von störenden Luftbläschen während des Rührens vermieden werden. Am äußeren Zylinderrand waren verschiedene Sondenzugänge angebracht. Ein Sondenzugang bestand aus einer mit destilliertem Wasser gefüllten Vorlaufstrecke mit einer Plexiglasscheibe als Abschluss zur Zylinderwand. In diese Vorlaufstrecke waren zwei kommerzielle 5-MHz-Ultraschall-Sonden vom Typ Olympus Panametrics-NDT C309 5MHz/.5“ 726640 eingebracht. Dabei diente eine Sonde als Sender (in Abbildung 22 mit dem schwarzen Klebeband markiert) und eine Sonde als Empfänger der zurück gestreuten Schallsignale.

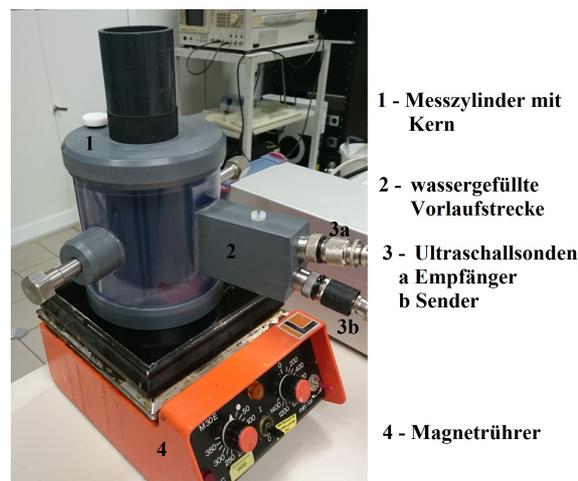


Abbildung 22: Messzylinder auf Magnetrührer

Die 2-MHz-Inoson-Spezialsonde wurde in einen der seitlichen Sondenzugänge, in denen im Bild Metallbolzen eingebracht sind, eingeschraubt. Die zu messende Dispersion wurde mithilfe des im Bild zu sehenden Magnetrührers in Bewegung gehalten. Der Magnetrührer war auf 300 Umdrehungen pro Minute eingestellt. Die Dispersion zirkulierte zwischen dem zylindrischen Kern und der Zylinderaußenwand. Zunächst musste jedoch eine geeignete Dispersion hergestellt werden. Die kontinuierliche Phase der Dispersion bestand aus destilliertem Wasser. Als Partikel wurden gemäß des Faran-Modells zur Berechnung des Rückstreukoeffizienten sphärische Glaspartikel genutzt. Die Partikelgrößenverteilungen innerhalb der Proben waren in Form einer logarithmischen Dichteverteilung laut Tabelle 1 angegeben (siehe Anhang A.5.).

Probenname	Dv10 [μm]	Dv50 [μm]	Dv90 [μm]
2227	86,5	112	143
2429	63,7	80	99,6
3000	4,01	15,3	52

Tabelle 1: Kennwerte der Dichteverteilung der sphärischen Glaspartikel

Der Dv50-Wert in Tabelle 1 sagt aus, dass 50 Prozent des Gesamtvolumens von Partikeln eingenommen wird, die höchstens den in dem DV50-Wert angegebenen Partikeldurchmesser aufweisen. Analog bestehen 10 Prozent des Gesamtvolumens aus Partikeln mit einem Durchmesser der kleiner bzw. gleich dem unter Dv10 angegebenen Wert ist. Partikel deren Durchmesser mindestens dem Dv90-Wert entspricht, nehmen 90 Prozent des Gesamtvolumens ein.

Im Verlauf des Versuchs wurde der Massenanteil der Glaspartikel w_d in der Dispersion schrittweise von 0 auf 50 Prozent erhöht, um die entsprechenden Messeffekte bezüglich der maximalen Rückstreuamplitude und der Dämpfung zu beobachten.

Um den Massenanteil der Glaspartikel in der Dispersion auf einen bestimmten Wert einzustellen, wurde die Gleichung des Masseanteils für ein binäres Stoffgemisch

$$w_d = \frac{m_d}{m_d + m_k} \quad (4.1)$$

nach der Masse der Glaspartikel

$$m_d = \frac{w_d}{1 - w_d} \cdot m_k \quad (4.2)$$

umgestellt. So konnte mithilfe der vorab einmalig abgewogenen Wassermasse m_k die Masse der Glaspartikel m_d ermittelt werden, die für die Einstellung eines bestimmten Masseanteils w_d der Glaspartikel notwendig war. Da sich das Fassungsvermögen des Messzylinders durch das Herausziehen des zylindrischen Kerns nur in begrenztem Maße vergrößern ließ, musste die Wassermasse m_k beim Übergang von 20 auf 25 sowie bei den Übergängen 25 auf 30 und 40 bis 45 Prozent Glaspartikel jedoch entsprechend verringert werden. Das machte in diesen Fällen das Ansetzen einer neuen Dispersion mit verändertem Wasseranteil notwendig.

Für diesen Versuch wurde je eine Messreihe mit jeder Kombination aus Ultraschallsonde (5-MHz-Olympus-Sonden oder 2-MHz-Inoson-Sonde) und Dispersion (destilliertes Wasser mit Glaspartikeln der Probe 2227 oder 3000) durchgeführt.

Als Anregungssignal wurde in allen Messreihen ein durch die Signalgeneratorkarte erzeugter gaußfensterter Sinusburst mit $f_0 = 2 \text{ MHz}$ bzw. $f_0 = 5 \text{ MHz}$ genutzt. Die Breite des Gauß-Fensters war so gewählt, dass 10 Amplituden innerhalb des Gauß-Fensters abgebildet werden konnten. Dieses zeitlich recht „breite“ Anregungssignal gewährleistete auch bei kleinen Spannungsamplituden einen für die Messungen

ausreichenden Energieeintrag in das System. Die Amplitude des Sinussignals war für die Messungen mit den Olympus-Sonden auf 40 mV und für die Messungen mit der Inoson-Sonde auf 200 mV eingestellt. Der nachgeschaltete Verstärker verstärkte die Spitze-Spitze-Spannung des Anregungssignals auf ca. 30 V (Olympus-Sonden) bzw. 69 V (Inoson-Sonde).

Zur Auswertung der nachfolgenden Messungen wurden jeweils 500 Einzelmessungen in einem Zeitabstand von 100 ms aufgezeichnet. Eine Einzelmessung besteht aus jeweils 10000 Abtastpunkten, die mit einer Abtastfrequenz von f_s 50 MHz aufgezeichnet wurden. Der Eingangsspannungsbereich der Receiver-Karte wurde auf 0,2 V eingestellt, um deren Eigenrauschen möglichst gering zu halten. Die Messung und Aufzeichnung der Echosignale erfolgte mit dem im Anhang unter A.3. beschriebenen LabView-Messprogramm. Die Verarbeitung der Messdaten nach dem in Abbildung 21 dargestellten Schema erfolgte aufgrund der großen Datenmengen in Matlab.

Die Rohdaten der Einzelmessungen wurden, wie unter Punkt 3.4. beschrieben, gefiltert. Die Mittenfrequenz f_F für den Bandpassfilter war für die Messungen mit der Olympus-Sonde auf 5 MHz und für die Inoson-Sonde auf 2 MHz eingestellt. Die Filterbandbreite B_F betrug jeweils 1 MHz. Anschließend wurden sie mit ihrem jeweiligen Anregungssignal korreliert und nochmals synchronisiert. Das Synchronisationsfenster lag für die Messungen mit den Olympus-Sonden im Bereich 68 bis 69 μ s und für die Inoson-Sonden im Bereich 53 bis 55 μ s. Die daraus resultierenden, mittelwertbereinigten Standardabweichungskurven sind im Ergebnis nachfolgend dargestellt.

4.1.2. Ergebnisse der Messungen mit den 5-MHz-Olympus-Sonden

4.1.2.1. Dispersion aus destilliertem Wasser und Glaspartikeln (Probe 2227)

In der Abbildung 23 sind exemplarisch die Messsignale für die Dispersion mit einem Masseanteil von 10 Prozent Glaspartikeln dargestellt. Da die Partikelreflexionen im Vergleich zu den stationären Reflexionen in der Vorlaufstrecke sehr klein sind, wird die Form der Reflexionssignale maßgeblich von den stationären Reflexionen bestimmt. Auf der rechten Seite kann man oben die Anregungssignale sehen, mit dem der Wandler zum Schwingen angeregt wurde. Dort erkennt man auch den leichten zeitlichen Versatz („Jitter“) zwischen den 500 Anregungssignalen, die jeweils in verschiedenen Farben

dargestellt sind. Das Bild rechts in der Mitte zeigt die Form der empfangenden Rohdaten. Die Bilder auf der linken Seite zeigen die Empfangssignale nach den Verarbeitungsschritten Filterung, Korrelation und Synchronisation. Bei der Darstellung der Synchronisation wurde ein Signalausschnitt stark vergrößert, um die Güte der Synchronisation darstellen zu können. Das Bild rechts unten zeigt die um die stationären Signalanteile bereinigten Partikelreflexionen.

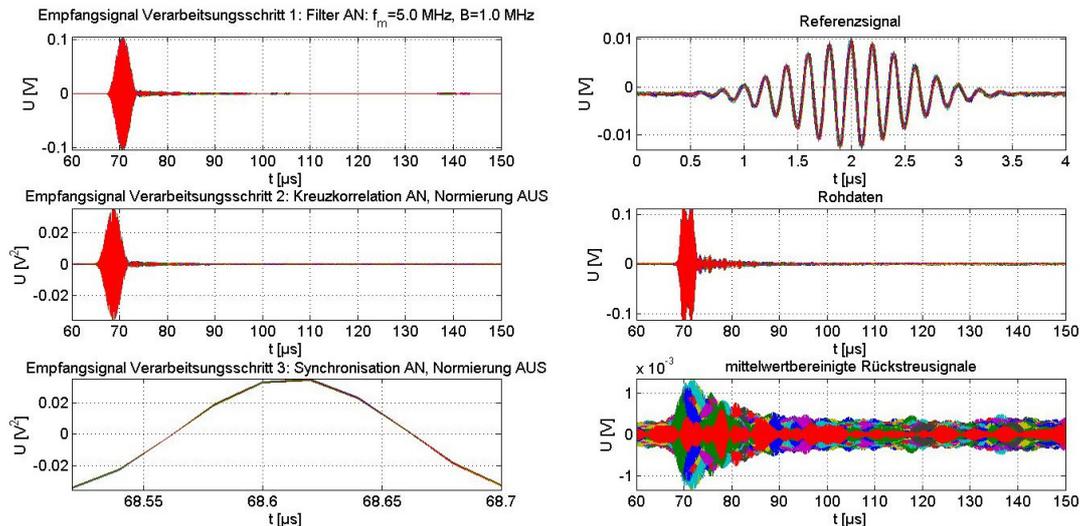


Abbildung 23: Darstellung der empfangenen Signale für die 500 Einzelmessungen in der Dispersion mit einem Masseanteil von 10 Prozent Glaspartikeln der Probe 2227, gemessen mit der 5-MHz-Olympus-Sonde.

Die Abbildung 24 zeigt die Standardabweichungskurven für die Dispersionen mit 0 bis 50 Masseprozent Glaspartikeln, die aus den jeweils 500 Einzelmessungen berechnet wurden.

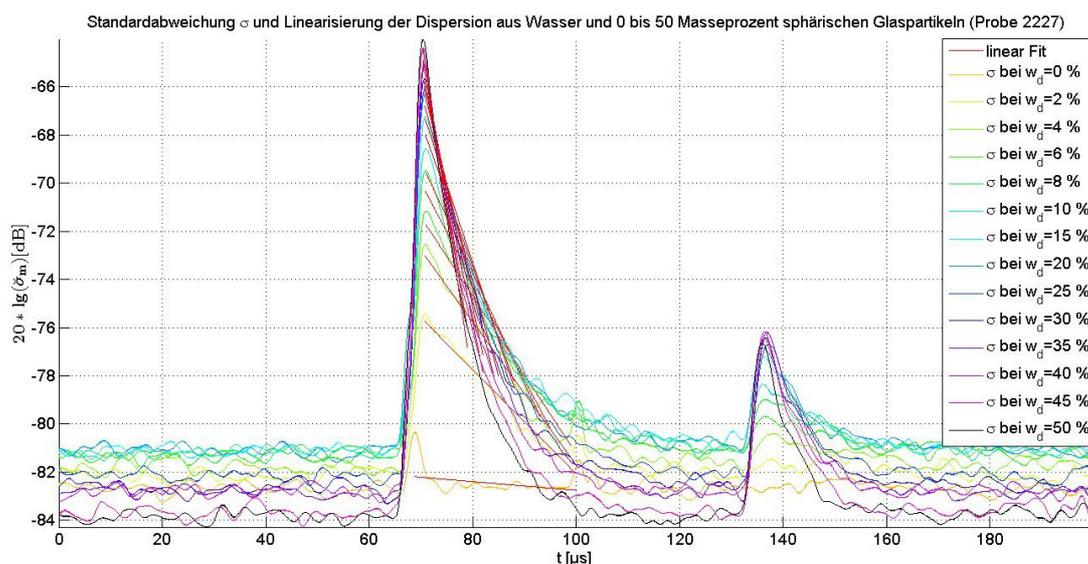


Abbildung 24: Standardabweichungs- und Linearisierungskurven der Dispersion aus destilliertem Wasser und 0 bis 50 Masseprozent sphärischen Glaspartikeln der Probe 2227, gemessen mit der 5 MHz Olympus-Sonde.

Der zeitliche Verlauf ist proportional zum vom Schallsignal zurückgelegten Weg (Hin- und Rückweg). Der Peak bei ca. $68 \mu\text{s}$ entspricht dem Reflexionssignal der Dispersion direkt hinter dem Ende der Vorlaufstrecke. Danach fallen die Signale bei größer werdender Eindringtiefe, bedingt durch die Dämpfung, zeitlich mit β ab. Dieser zeitliche Abfall wird mithilfe der jeweiligen, in rot dargestellten Linearisierungsgeraden ermittelt. Der kleinere Peak bei ca. $138 \mu\text{s}$ entspricht der Reflexion am Zylinderkern.

Um den Verlauf der Kurven noch etwas deutlicher erkennen zu können, ist in Abbildung 25 ein vergrößerter Ausschnitt des relevanten Kurvenbereichs ohne die Linearisierungsgeraden dargestellt.

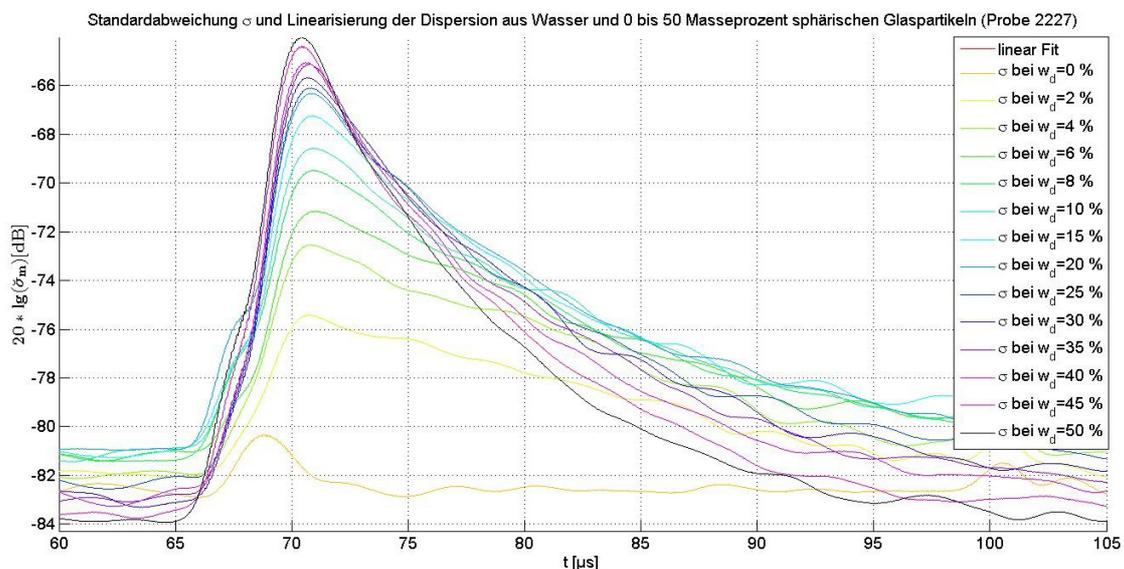


Abbildung 25: Vergrößerter Ausschnitt aus dem relevanten Teil der Standardabweichungskurven der Dispersion aus destilliertem Wasser und 0 bis 50 Masseprozent sphärischen Glaspartikeln der Probe 2227, gemessen mit der 5-MHz-Olympus-Sonde. Die Linearisierungskurven wurden zur besseren Übersicht ausgeblendet.

Man sieht deutlich, wie sich mit steigendem Masseanteil der Glaspartikel in der Dispersion sowohl die maximale Standardabweichung $\check{\sigma}_{max}$, als auch der zeitliche Abfall β immer mehr vergrößern. Das zeigt, dass der Masseanteil der Dispersion über diese beiden Kennwerte charakterisiert werden kann. Stellt man diese beiden charakteristischen Kennwerte über die verschiedenen Konzentrationen dar, erhält man die Kurven in Abbildung 26.

Man erkennt, dass eine Erhöhung der Partikelkonzentration bei niedrigen Konzentrationen zunächst einen sehr starken Anstieg von σ_{max} zur Folge hat. Bei höheren Konzentrationen ab ca. 10 Masseprozent flacht dieser Anstieg deutlich ab.

Der zeitliche Abfall β steigt hingegen nahezu linear mit der Erhöhung der Partikelkonzentration an. Deswegen ist β als Indikator für die Partikelkonzentration geeignet.

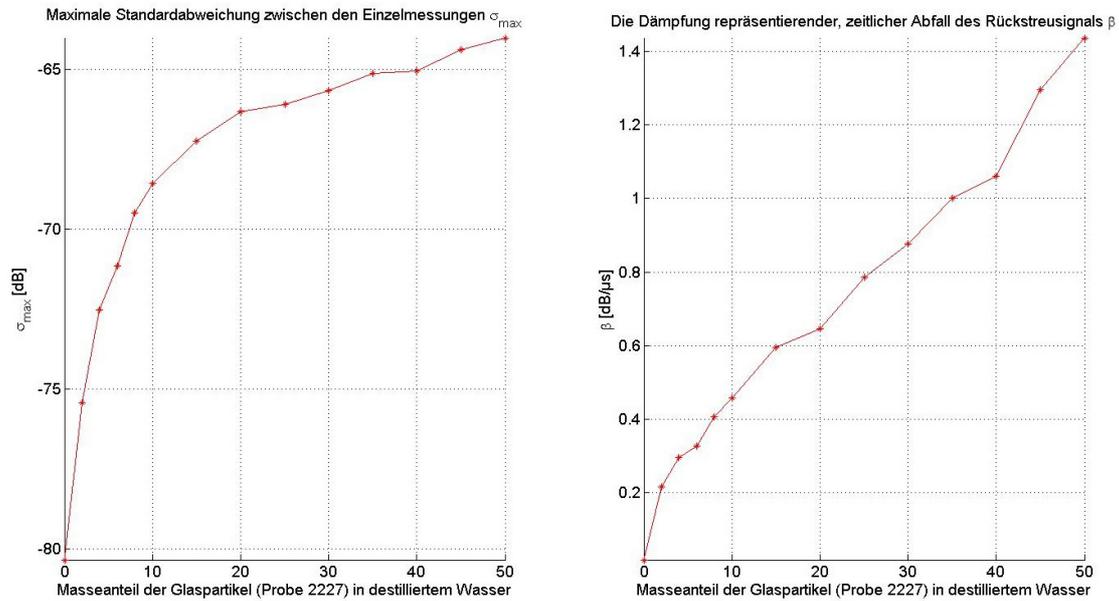


Abbildung 26: Darstellung der maximalen Standardabweichung sowie des zeitlichen Abfalls der Rückstreuamplitude β als Funktion der Partikelkonzentration, gemessen mit der 5-MHz-Olympus-Sonde, in einer Dispersion aus destilliertem Wasser und 0 bis 50 Masseprozent sphärischen Glaspartikeln der Probe 2227.

4.1.2.2. Dispersion aus destilliertem Wasser und Glaspartikeln (Probe 3000)

In der Probe 3000 hatten die Partikel, die die Reflexionen für die nachfolgenden Standardabweichungskurven hervorriefen, mit ca. 15 μ m nur noch rund 14 % des Durchmessers derer aus der Probe 2227. Da die Frequenz der Schallwellen bei beiden Messungen unverändert 5 MHz betrug, fiel der Wert der dimensionslose Wellenzahl ka laut Gleichung 2.16 auf ca. 14 % des Wertes ab, den sie bei der Messung mit den 112 μ m Durchmesser hatte. Das kleinere ka hat nach dem Faran-Model kleinere Rückstreuamplituden zur Folge. Das kann man besonders gut an den um eine Größenordnung kleineren Partikelreflexionen in der Abbildung 27 rechts unten erkennen.

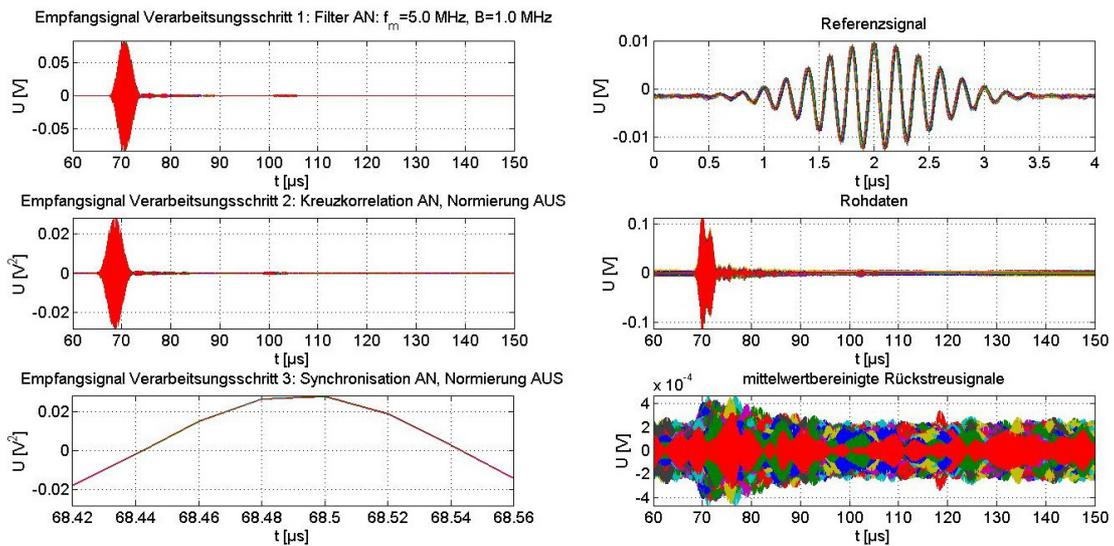


Abbildung 27: Darstellung der empfangenen Signale für die 500 Einzelmessungen in der Dispersion mit einem Masseanteil von 10 Prozent Glaspartikeln der Probe 3000, gemessen mit der 5-MHz-Olympus-Sonde.

Auch bei den Standardabweichungskurven in Abbildung 28 machen sich die kleineren Reflexionsamplituden der Partikel bemerkbar.

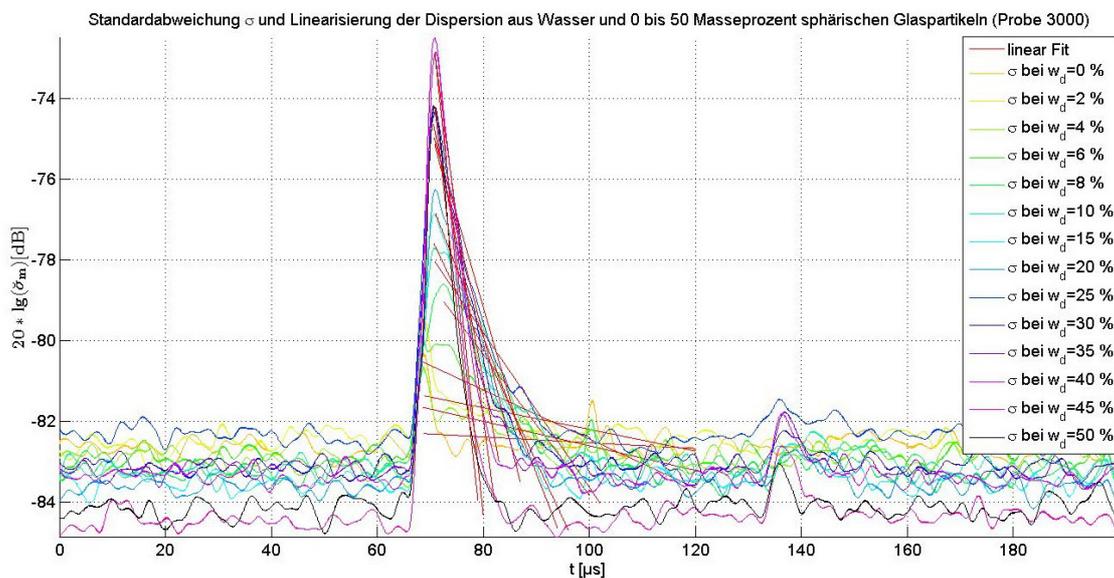


Abbildung 28: Standardabweichungs- und Linearisierungskurven der Dispersion aus destilliertem Wasser und 0 bis 50 Masseprozent sphärischen Glaspartikeln der Probe 3000, gemessen mit der 5-MHz-Olympus-Sonde.

Im Vergleich zu den Messungen in der Dispersion mit den Partikeln der Probe 2227 sieht man, dass die Amplituden der Reflexionen um ca. 8 dB kleiner sind. Deswegen wirken sich Störeffekte wie das Grundrauschen stärker auf die Ergebnisse aus.

Diese erhöhte Störanfälligkeit der Maximalamplituden der Standardabweichungskurven lässt sich erkennen, wenn man Abbildung 29 mit Abbildung 25 vergleicht.

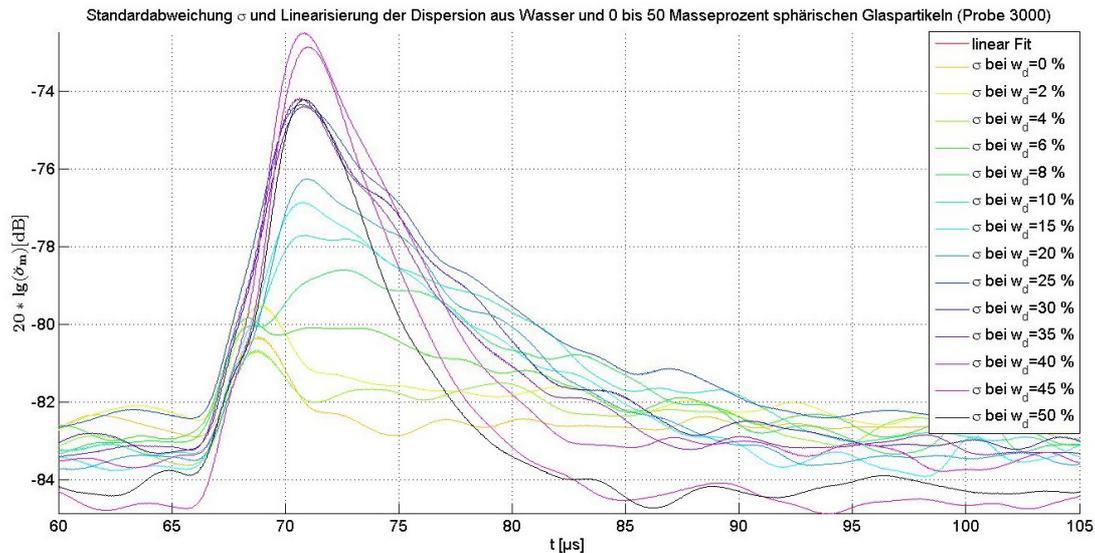


Abbildung 29: Vergrößerter Ausschnitt aus dem relevanten Teil der Standardabweichungskurven der Dispersion aus destilliertem Wasser und 0 bis 50 Masseprozent sphärischen Glaspartikeln der Probe 3000, gemessen mit der 5-MHz-Olympus-Sonde. Die Linearisierungskurven wurden zur besseren Übersicht ausgeblendet.

Betrachtet man die Kurvenverläufe in Abbildung 30 genauer, fällt eine Anomalie in der maximalen Standardabweichung bei 45 und 50 Masseprozent Glaspartikel auf. Der zeitliche Abfall β weist hingegen nur bei 50 Masseprozent Glaspartikel eine Abweichung auf. Da für diese Konzentrationen eine neue Dispersion hergestellt wurde, könnte das eine Erklärung für die Abweichungen sein, was jedoch nicht weiter untersucht wurde.

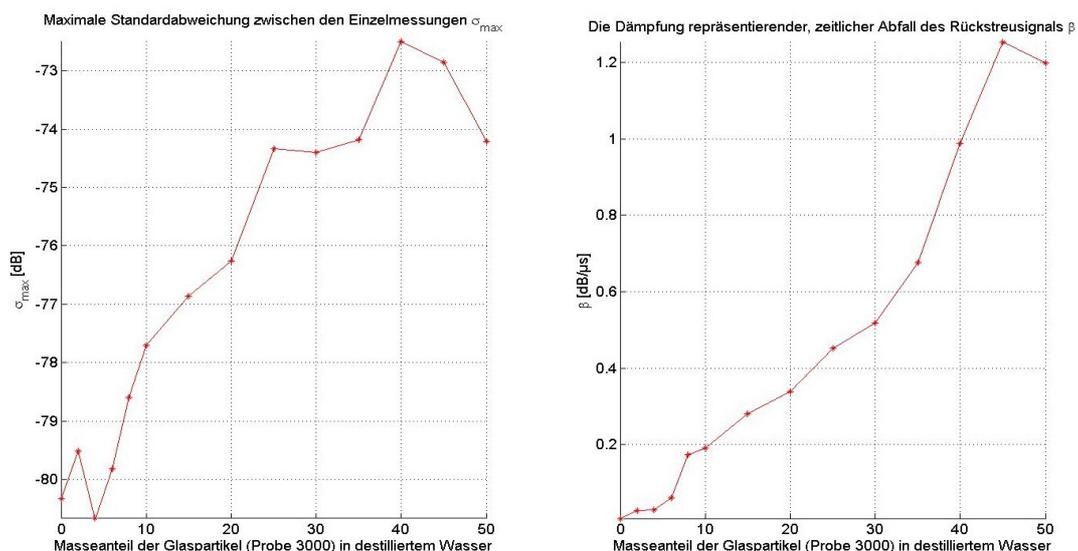


Abbildung 30: Darstellung der maximalen Standardabweichung sowie des zeitlichen Abfalls der Rückstreuamplitude β als Funktion der Partikelkonzentration, gemessen mit der 5-MHz-Olympus-Sonde, in einer Dispersion aus destilliertem Wasser und 0 bis 50 Masseprozent sphärischen Glaspartikeln der Probe 3000.

4.1.3. Ergebnisse der Messungen mit der 2-MHz-Inoson-Sonde

Die nachfolgenden Messungen wurden mit der Inoson-Sonde mit einer Vorlaufstrecke aus Polyimid bei einer Schallfrequenz von $f_0 = 2 \text{ MHz}$ durchgeführt.

4.1.3.1. Dispersion aus destilliertem Wasser und Glaspartikeln (Probe 2227)

In der Abbildung 31 wird auch für die 2-MHz-Inoson-Sonde das Echosignal exemplarisch für die Dispersion mit 10 Prozent Masseanteil Glaspartikel dargestellt.

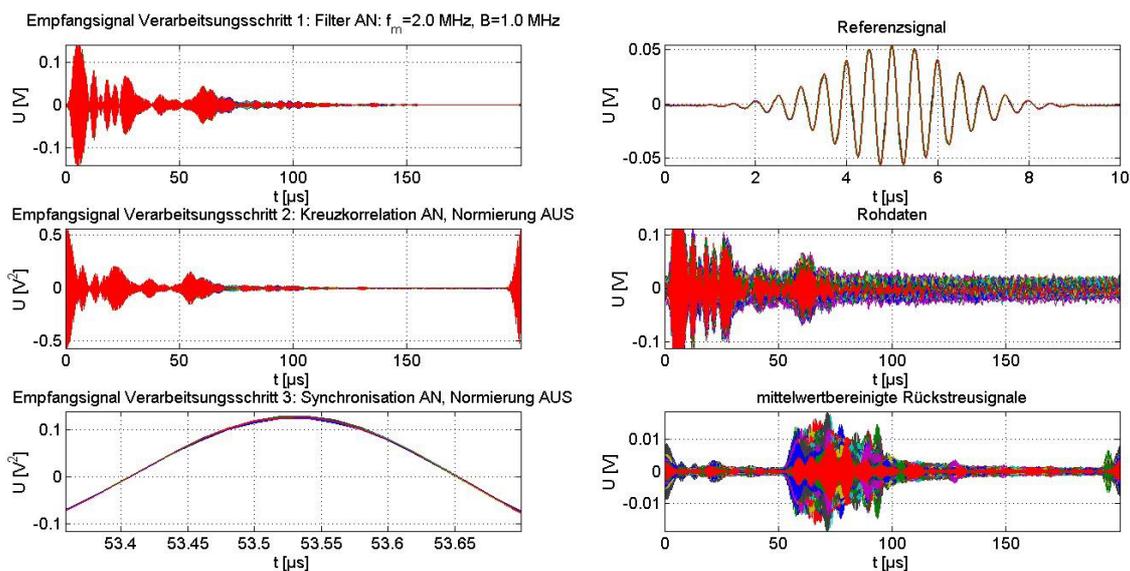


Abbildung 31: Darstellung der empfangenden Signale für die 500 Einzelmessungen in der Dispersion aus destilliertem Wasser und einem Masseanteil von 10 Prozent Glaspartikeln der Probe 2227, gemessen mit der 2-MHz-Inoson-Sonde mit Vorlaufstrecke.

Im Vergleich mit den Echosignalen der Messungen mit der 5-MHz-Olympus-Sonde mit Wasservorlaufstrecke sieht man bereits, dass es in diesen Signalen viel mehr stationäre Signalanteile gibt. Zusätzlich zur Reflexion am Ende der Vorlaufstrecke bei ca. $60 \mu\text{s}$ tauchen hier auch Reflexionen von der konischen Verjüngung der Vorlaufstrecke und vom Gewinde sowie Nebenechos durch abgespaltene Transversalwellen auf. Auch die Anordnung der Piezoelemente als Scheibe (Sender), die ein Ring (Empfänger) umgibt, ist im Hinblick auf die Darstellungsschärfe der Grenzflächen sicherlich nicht ganz optimal. Als kritisch sind hier vor allem die stationären Signalanteile zu bewerten, die kurz nach der Reflexion bei ca. $60 \mu\text{s}$ auftauchen, da diese im auszuwertenden Laufzeitbereich liegen.

Um diesen kritischen Bereich noch einmal genauer betrachten zu können, ist in Abbildung 32 ein vergrößerter Ausschnitt der Echosignale im Bereich um 60 μs Laufzeit dargestellt.

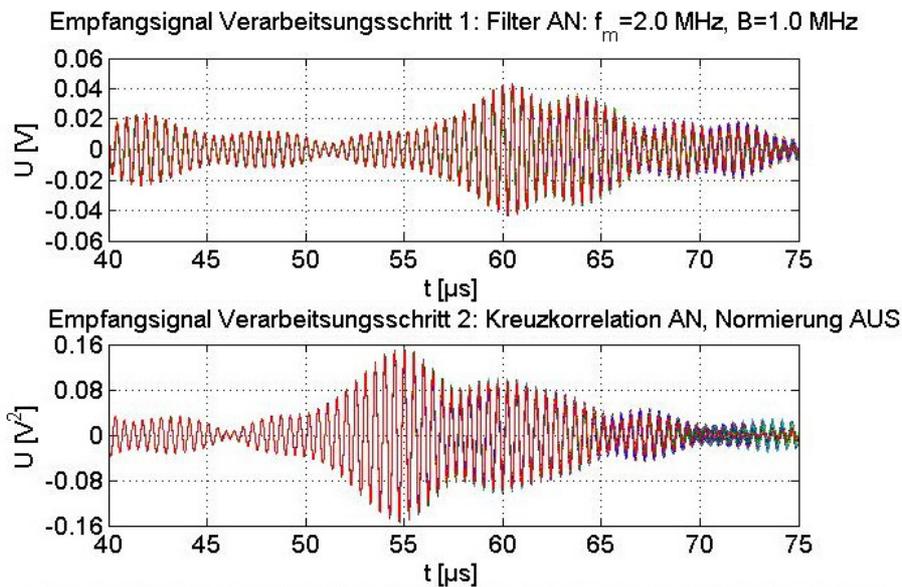


Abbildung 32: Ausschnitt aus den Echosignalen für die 500 Einzelmessungen in der Dispersion aus destilliertem Wasser mit einem Masseanteil von 10 Prozent Glaspartikeln der Probe 2227, gemessen mit der 2-MHz-Inoson-Sonde mit Vorlaufstrecke. Oben sind die Rohdaten lediglich gefiltert, unten sind sie zusätzlich mit ihrem jeweiligen Anregungssignal gekreuzkorreliert.

Das Reflexionssignal bei 60 μs (Abbildung 32, oben) repräsentiert die stationäre Reflexion am Ende der Vorlaufstrecke. Das Reflexionssignal dieser Grenzfläche ist in dieser Messung relativ „breit“, was aus dem mit ca. 6 μs ebenfalls relativ „breiten“ Anregungssignal sowie dem Nachschwingen des Piezoelements folgt. Ab der Laufzeit von 60 μs werden alle weiteren stationären Signalanteile von kleinen Amplitudenschwankungen zwischen den Einzelmessungen überlagert, die durch die Schallstreuung an den Glaspartikeln verursacht werden. Bei ca. 64 μs erkennt man noch ein zusätzliches stationäres Reflexionssignal, welches vermutlich ein Nebenecho darstellt, das durch abgespaltene Transversalwellen innerhalb der Vorlaufstrecke entstanden ist. Auch bei 69 und 72 μs finden sich weitere stationäre Signalanteile mit kleinerer Amplitude. Die stationären Signalanteile sollten theoretisch keinen Einfluss auf die Standardabweichung haben. Da sie in der Praxis trotz aller Synchronisationsanstrengungen jedoch nie für jede Einzelmessung absolut identisch sind, heben sie die Standardabweichung an den Stellen, an denen sie im Echosignal auftreten, zusätzlich an. Die dadurch entstehenden „Störpeaks“ verfälschen die Steigung der Linearisierungsgeraden und damit auch den daraus ermittelten zeitlichen Abfall β .

Die aus den synchronisierten Reflexionssignalen resultierenden Standardabweichungskurven sind in Abbildung 33 zu sehen. Der breite Laufzeitbereich mit maximaler Amplitude zwischen 60 und 68 μs ist aus der Überlagerung der Reflexion am Ende der Vorlaufstrecke und dem unerwünschten Nebenecho entstanden. Dabei sind die Amplituden bei ca. 67 μs , welche dem Nebenecho zuzuordnen sind, teilweise größer als die, die direkt nach dem Vorlaufstreckenende gemessen wurden. Das macht die Linearisierung, die eigentlich an dem Peak bei 60 μs beginnen müsste, entsprechend schwierig. Um zu vermeiden, dass die Linearisierungsgeraden durch den „Störpeak“ zu sehr angehoben werden, wurde der zu linearisierende Bereich händisch auf einen Punkt hinter diesem „Störpeak“ verschoben.

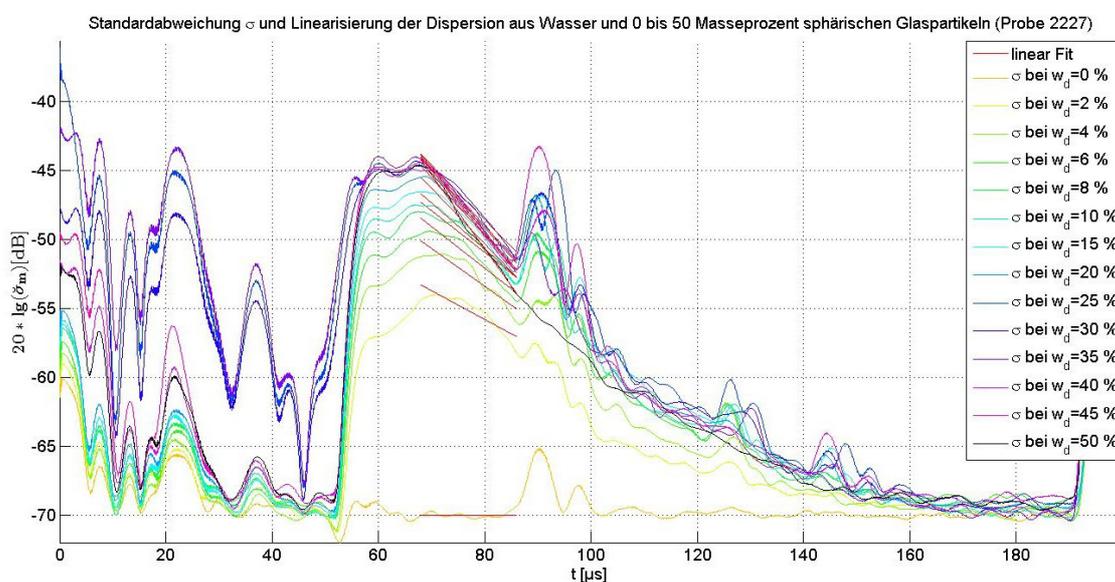


Abbildung 33: Standardabweichungs- und Linearisierungskurven der Dispersion aus destilliertem Wasser und 0 bis 50 Masseprozent sphärischen Glaspartikeln der Probe 2227, gemessen mit der 2-MHz-Inoson-Sonde.

In dem in Abbildung 34 dargestellten, vergrößerten Ausschnitt aus der Standardabweichungskurve sieht man den negativen Effekt der künstlichen Anhebung der Standardabweichung durch die stationären Signalanteile im Messbereich. Vor allem bei den höheren Konzentrationen ab 35 Masseprozent Glaspartikel ist es schwierig, noch einen konkreten Zusammenhang zwischen dem zeitlichen Abfall β und der Partikelkonzentration nachzuweisen, da sie in dem kurzen auswertbaren Laufzeitbereich von 68 bis 86 μs zu sehr von den Einflüssen der stationären Signale überlagert werden.

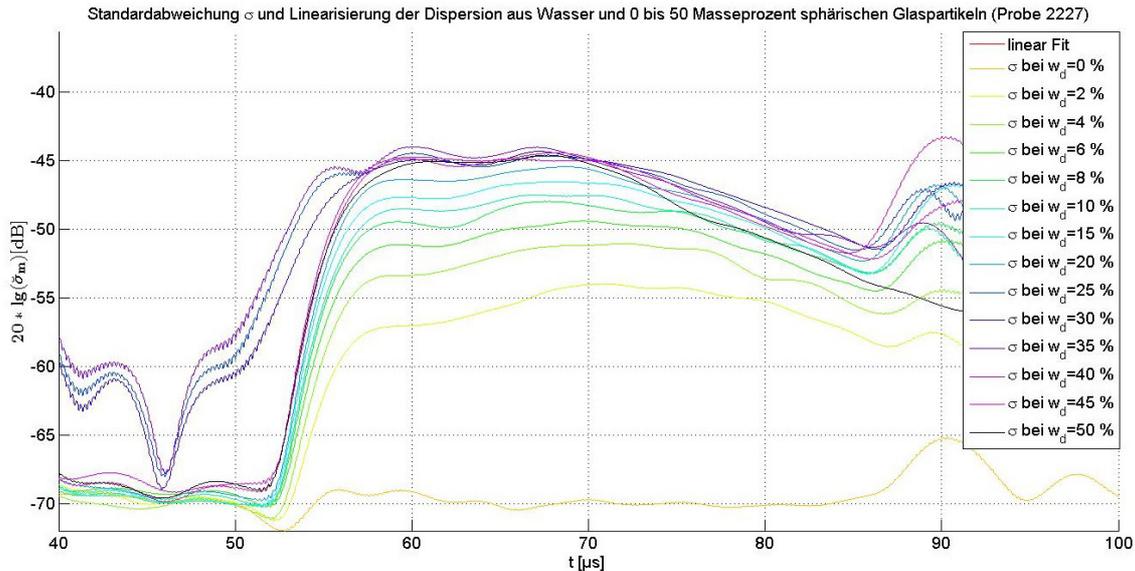


Abbildung 34: Vergrößerter Ausschnitt aus dem relevanten Teil der Standardabweichungskurven der Dispersion aus destilliertem Wasser und 0 bis 50 Masseprozent sphärischen Glaspartikeln der Probe 2227, gemessen mit der 2-MHz-Inoson-Sonde. Die Linearisierungskurven wurden zur besseren Übersicht ausgeblendet.

In Abbildung 35 erhält man als Resultat für den zeitlichen Abfall β eine nichtlineare Form. Der Anstieg von σ_{max} hat hingegen eine ähnliche Form wie bei den Messungen mit einem sauberen Reflexionssignal (siehe Abbildung 26).

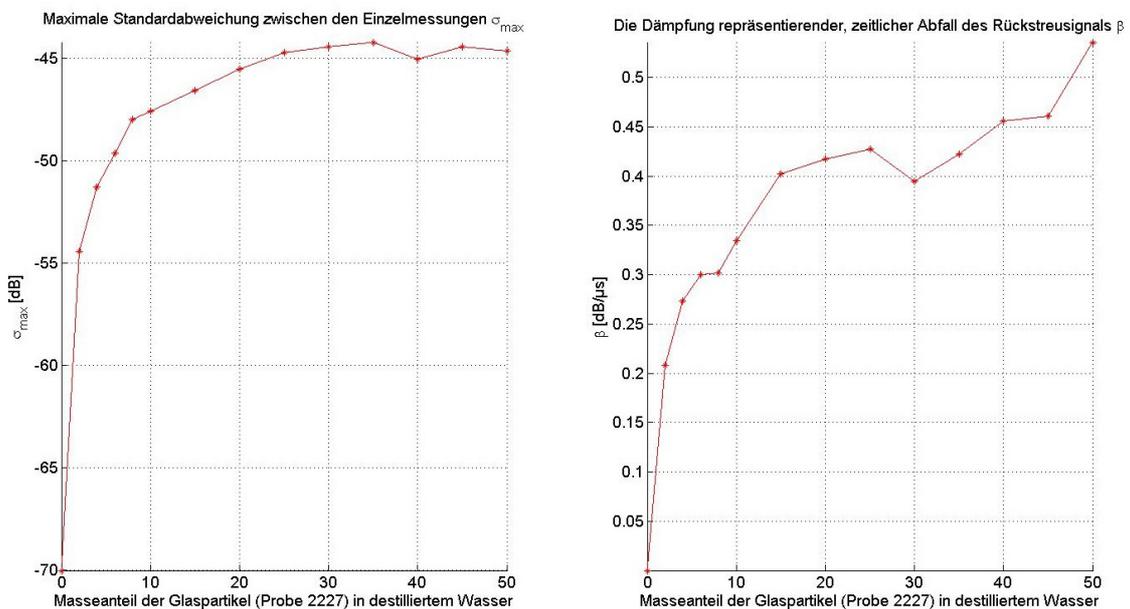


Abbildung 35: Darstellung der maximalen Standardabweichung sowie des zeitlichen Abfalls der Rückstreuamplitude β als Funktion der Partikelkonzentration, gemessen mit der 2-MHz-Inoson-Sonde in einer Dispersion aus destilliertem Wasser und 0 bis 50 Masseprozent sphärischen Glaspartikeln der Probe 2227.

4.1.3.2. Dispersion aus destilliertem Wasser und Glasparkeln (Probe 3000)

Die Amplituden der mittelwertbereinigten Rückstreusignale in Abbildung 36 (unten rechts) sind deutlich kleiner als in Abbildung 31.

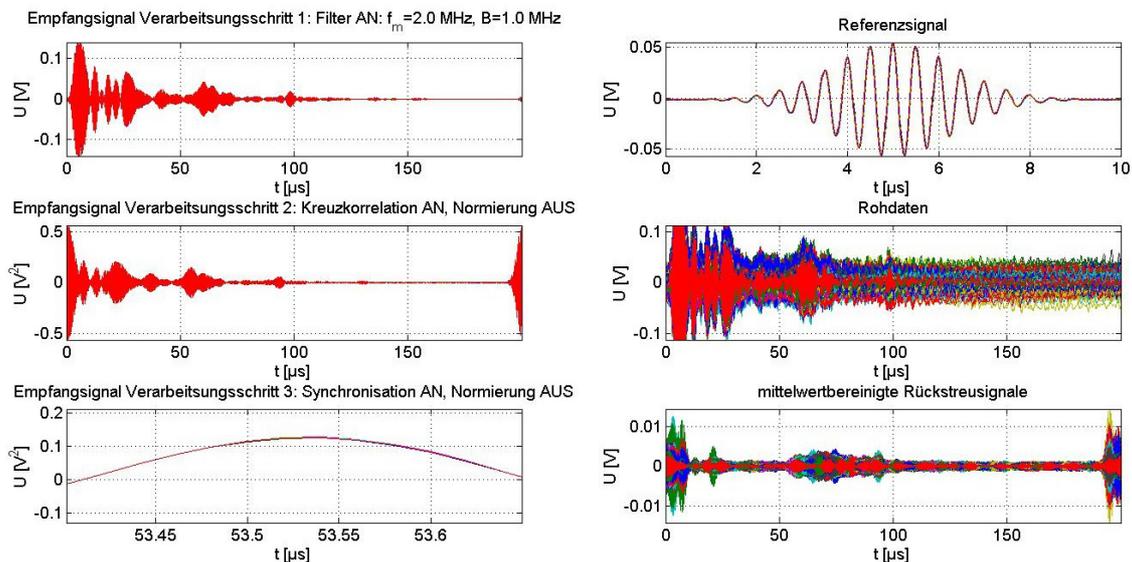


Abbildung 36: Darstellung der empfangenden Signale für die 500 Einzelmessungen in der Dispersion aus destilliertem Wasser und einem Masseanteil von 10 Prozent Glasparkeln der Probe 3000, gemessen mit der 2-MHz-Inoson-Sonde mit Vorlaufstrecke.

Die Abbildung 37 zeigt die Standardabweichungskurven der Messungen, die mit der 2-MHz-Inoson-Sonde in einer Dispersion aus destilliertem Wasser und 0 bis 50 Masseprozent sphärischer Glasparkeln der Probe 3000 durchgeführt wurden.

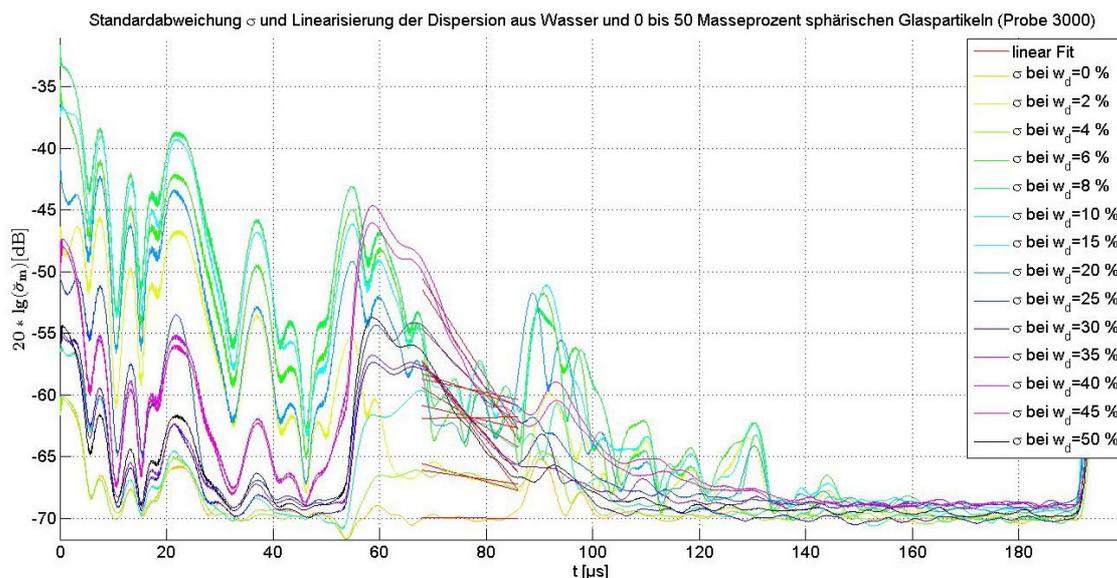


Abbildung 37: Standardabweichungs- und Linearisierungskurven der Dispersion aus destilliertem Wasser und 0 bis 50 Masseprozent sphärischen Glasparkeln der Probe 3000, gemessen mit der 2-MHz-Inoson-Sonde.

Man sieht sofort, dass die Ergebnisse keinen klaren Zusammenhang der Kenngrößen σ_{max} und β mit der Partikelkonzentration zeigen. Das wird auch in der Darstellung in Abbildung 38 deutlich.

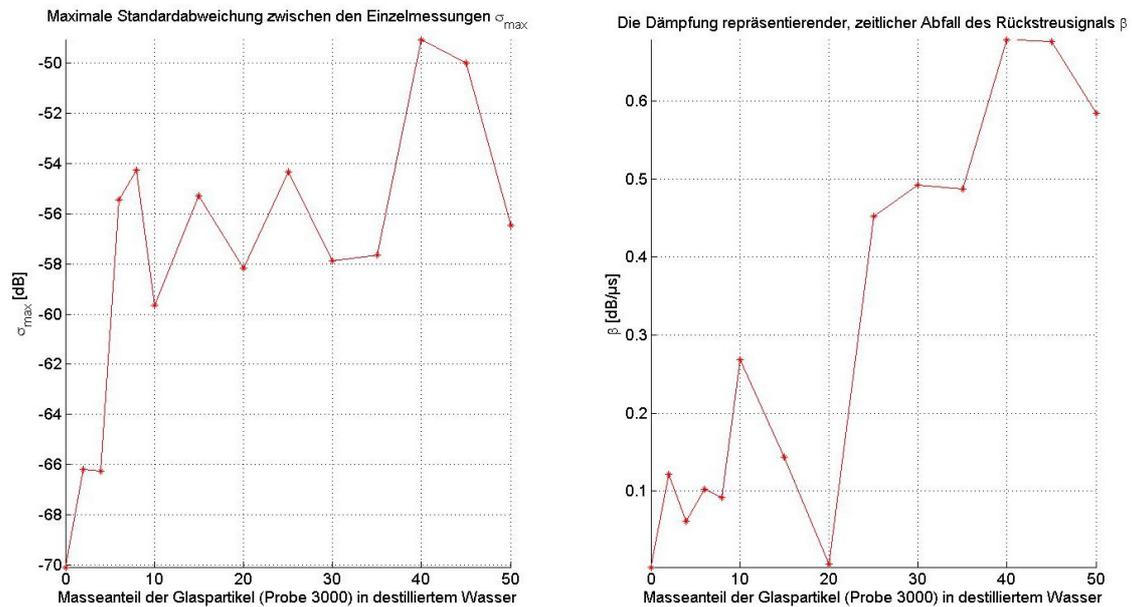


Abbildung 38: Darstellung der maximalen Standardabweichung sowie des zeitlichen Abfalls der Rückstreumplitude β als Funktion der Partikelkonzentration, gemessen mit der 2-MHz-Inson-Sonde in einer Dispersion aus destilliertem Wasser und 0 bis 50 Masseprozent sphärischen Glaspartikeln der Probe 3000.

Der Grund für die unplausiblen Ergebnisse liegt in der zu kleinen dimensionslosen Wellenzahl ka bei der Kombination aus der Schallfrequenz von $f_c = 2 \text{ MHz}$ und der Glaspartikelgröße von ca. $15 \mu\text{m}$. Um diesen Zusammenhang zu verdeutlichen, wurde im Abschnitt 4.1.4. eine Simulation des Winkelverteilungsfaktors $|L(ka, \theta)|$ auf Grundlage des Faran-Models (siehe Anhang A.2.) durchgeführt.

4.1.4. Der Winkelverteilungsfaktor auf Grundlage des Faran-Modells

Die Abbildung 39 zeigt den Winkelverteilungsfaktor $L(ka, \theta)$. Die für die Simulation genutzten Materialparameter für das Wasser und die Kron-Glaspartikel sind in Tabelle 6 im Anhang A.1. dieser Arbeit angegeben.

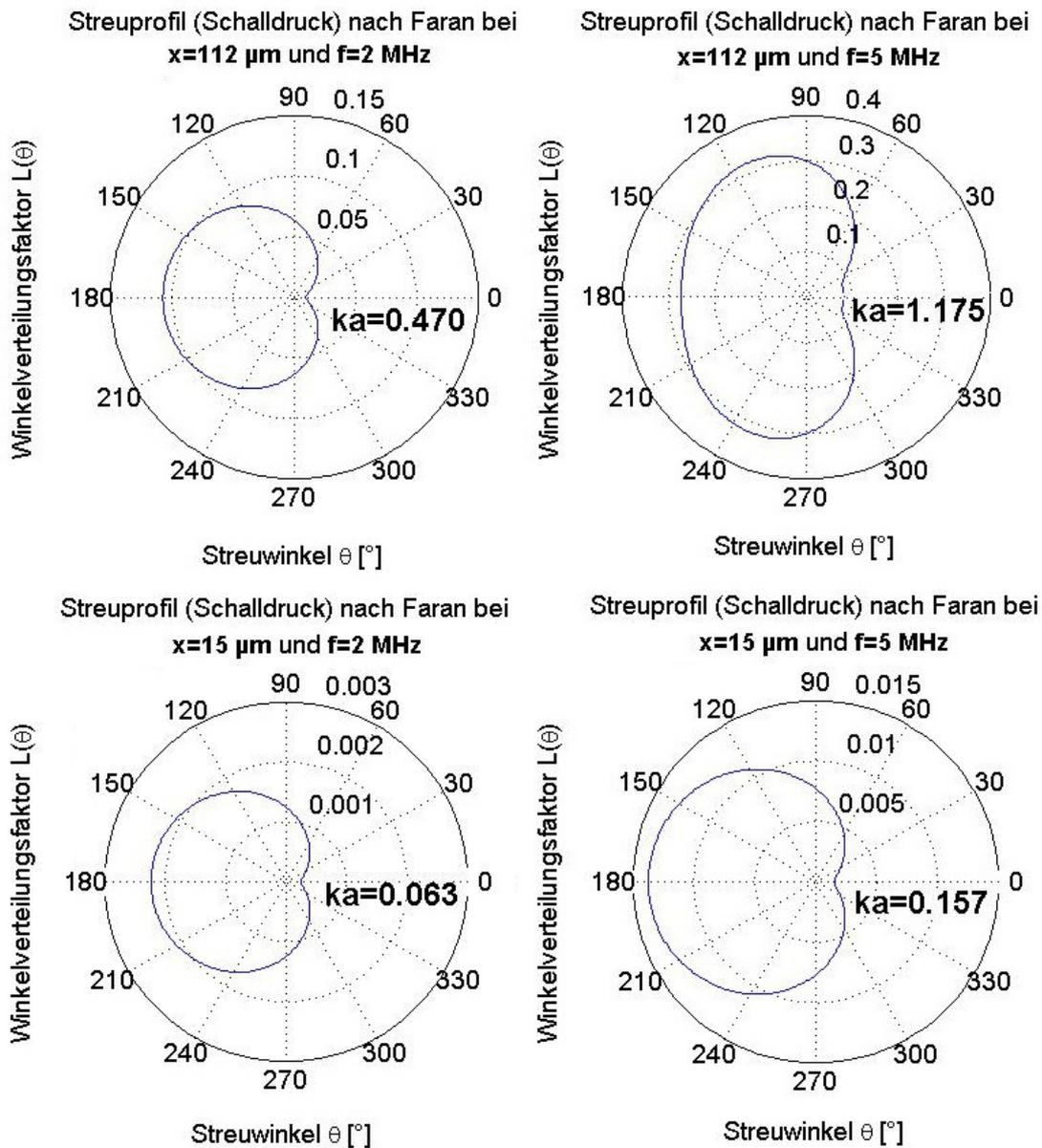


Abbildung 39: Winkelverteilungsfaktor $L(ka, \theta)$ für die gemessenen Konstellationen aus Schallfrequenz f (links 2 und rechts 5 MHz) und Partikeldurchmesser x (oben 112 und unten 15 μm)

Der Partikel befindet sich im Zentrum des Graphen und die blaue Linie stellt die gestreute Schalldruckamplitude im Bezug auf die einfallende Schalldruckamplitude im Streuwinkel θ (0-360°) dar. Die aus der jeweiligen Konstellation von Schallfrequenz f und Partikeldurchmesser x resultierende dimensionslose Wellenzahl ka ist im Text über dem jeweiligen Grafen angegeben.

Da für das verwendete Messverfahren nur die Rückstreuung der Partikel interessant ist, wird nachfolgend der Winkelverteilungsfaktor in Richtung 180° $L(ka, 180^\circ)$ dargestellt. Mit den Kurven in Abbildung 40 und 41 soll der Einfluss verschiedenster Kombinationen von f und x auf ka sowie der Einfluss von ka auf den Winkelverteilungsfaktor $L(ka, 180^\circ)$ dargestellt werden.

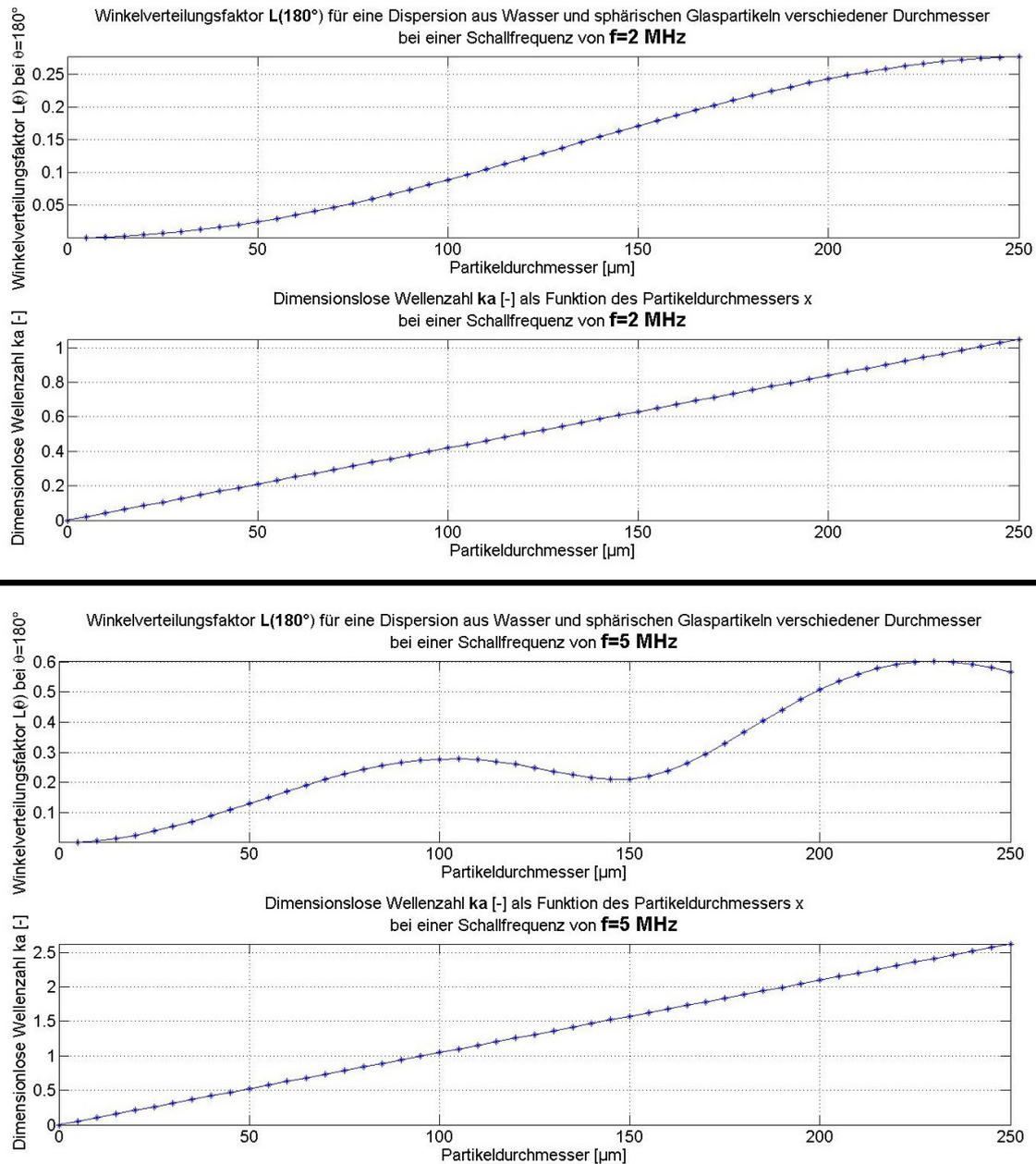


Abbildung 40: Simulationsergebnisse des Faran-Modells für den Winkelverteilungsfaktor $L(180^\circ)$ bei einer Schallfrequenz f von oben 2 und unten 5 MHz unter verschiedenen Partikeldurchmessern mit $\Delta x = 5 \mu\text{m}$

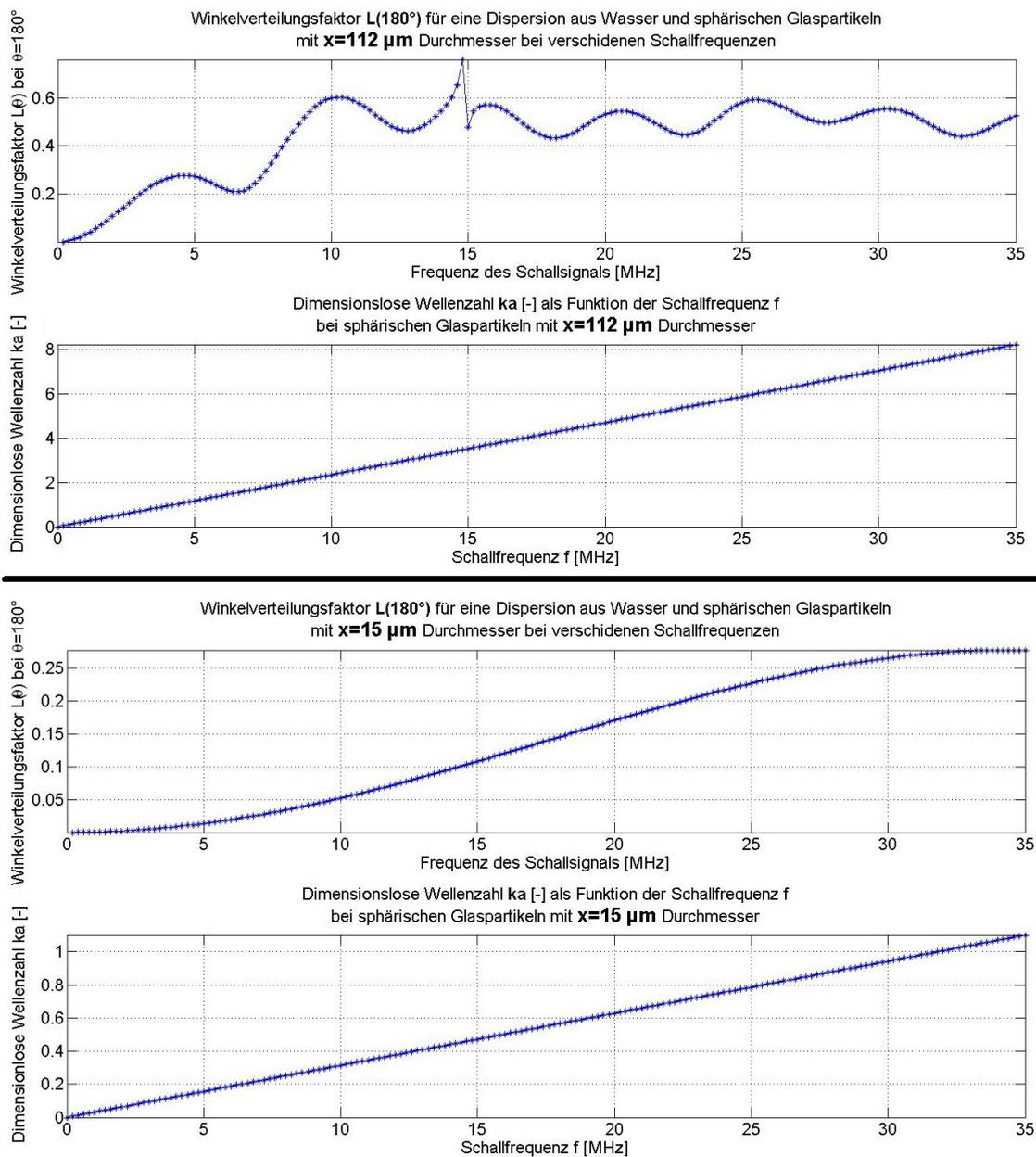


Abbildung 41: Simulationsergebnisse des Faran-Modells für den Winkelverteilungsfaktor $L(180^\circ)$ bei einem Partikeldurchmesser von oben 15 und unten 112 μm unter verschiedenen Schallfrequenzen f mit $\Delta f = 0,2 \text{ MHz}$

Anhand der Simulationskurven erkennt man, dass bei der Messung der Partikel der Probe 3000 mit ca. 15 μm Durchmesser und der Schallfrequenz 2 MHz die dimensionslose Wellenzahl bei 0,063 lag und damit $ka < 0,1$ war. Wie im Abschnitt 2.4.3. bereits ausgeführt, herrscht bei dieser Konstellation eher das Langwellenregime vor, bei der die Partikelstreuung kaum noch Einfluss auf die Rückstreuungsamplitude hat. Daher ist es auch plausibel, dass die Messung der 15 μm Partikel mit der 2-MHz-Inson-Sonde keine zufriedenstellenden Messergebnisse lieferte. Die Partikel waren für die Schallfrequenz von 2 MHz einfach zu klein. Um möglichst gute Messergebnisse zu erzielen, sollte $ka \approx 1$ sein. Die Frequenzkurve zeigt, dass man bei Glaspartikeln mit 15 μm

Durchmesser Schallfrequenzen um die 30 MHz einsetzen müsste. Die nutzbaren Schallfrequenzen sind allerdings abhängig vom eingesetzten Ultraschallwandler und können daher nicht beliebig gewählt werden. Bei den Partikeln der Probe 2227 mit Partikeldurchmessern um ca. 112 μm genügt hingegen bereits eine Schallfrequenz von 4 MHz, damit $ka \approx 1$ erreicht. Aber auch mit der Inoson-Sonde ($f=2$ MHz) konnten die Partikel der Probe 2227 bereits relativ gut gemessen werden. Die dimensionslose Wellenzahl ka betrug bei dieser Messung 0,47. Die Messungen mit der Inoson-Sonde wurden eher durch Störeffekte, die von stationären Reflexionen innerhalb der Vorlaufstrecke hervorgerufen wurden, negativ beeinflusst.

4.1.5. Fazit bezüglich der Messungen und der Simulation

Als Fazit der Messungen lässt sich feststellen, dass die Dispersion anhand der Kenngrößen der maximalen Standardabweichung im Messfenster σ_{max} und dem zeitlichen Abfall β gut charakterisiert werden kann, solange die dimensionslose Wellenzahl ka ausreichend groß ist. Mit der Inoson-Sonde, die mit $f=2$ MHz arbeitet, muss der Partikeldurchmesser daher mindestens 100 μm betragen. Optimal wären für diese Sonde allerdings Partikelgrößen von ca. 250 μm . Der zeitliche Abfall β zeigte bezüglich der Konzentrationsänderungen einen nahezu linearen Verlauf und ist daher gut geeignet, um auf die Partikelkonzentration innerhalb der Dispersion zu schließen. Die Inoson-Sonde hat allerdings noch einige konstruktive Schwächen, die sich in den zahlreichen stationären Reflexionen innerhalb der Vorlaufstrecke zeigen. Sie entstehen vermutlich durch die konische Verjüngung und das Gewinde im Bereich des Vorlaufstreckenendes sowie durch den mit 8 mm recht schmalen Querschnitt der Vorlaufstrecke. Da der Wandler den Schall in einer wandlerspezifischen Kegelform abstrahlt, begünstigt dieser geringe Querschnitt die Entstehung von Nebenechos durch an der Vorlaufstreckenwand abgespaltene Transversalwellen. Außerdem hat sich gezeigt, dass ein zeitlich „breites“ Anregungssignal auch „breite“ Reflexionssignale an den Grenzflächen der Vorlaufstrecke zur Folge hat. Das führt unter Umständen zur Überlagerung von stationären Reflexionen, was deren Identifikation erschwert. Die Kreuzkorrelation verschärft diesen Effekt noch. Deswegen sollten eher zeitlich „schmalere“ Sinusbursts oder nur ein Impuls als Anregungssignal genutzt werden.

4.2. Messungen im Versuchsextruder

4.2.1. Beschreibung des Experiments und der Geräteeinstellungen

Die Experimente mit dem Versuchsextruder hatten zum Ziel, das Messverfahren in einer praktisch relevanten Messumgebung zu testen und den Einfluss von Druck- und Temperaturschwankungen auf die Messergebnisse zu untersuchen. Dabei wurde der unter Abschnitt 3.1. beschriebene Versuchsextruder genutzt, um ein vom SKZ vorgefertigtes Compound aufzuschmelzen. Das Compound bestand aus Polypropylen als Basismatrix mit sphärischen Glaspartikeln der Probe 2227 in den Massekonzentrationen 0, 3, 6, 8, 10, 15 und 20 Prozent. Die Sonde war dabei so in den Extruder eingeschraubt, dass das Vorlaufstreckenende bündig mit dem 10 mm breiten Schmelzkanal abschloss. Der Vorschub des Extruders war auf 300 Umdrehungen pro Minute eingestellt.

Als Anregungssignal wurde ein gaußmodulierter Sinusburst der Frequenz 2 MHz mit einer Breite von drei Amplituden genutzt, um die Reflexionen an den Grenzflächen „schärfer“ darstellen zu können. Die Amplitude des Anregungssignals wurde auf 500 mV vor dem Verstärker erhöht, um den Energieverlust durch die geringere Breite des Anregungssignals auszugleichen. Es wurden pro Massekonzentration wieder jeweils 500 Einzelmessungen aufgezeichnet.

Um Störeffekte zu reduzieren, die durch unterschiedliche Temperaturen innerhalb der Vorlaufstrecke zum Zeitpunkt der jeweiligen Einzelmessungen entstehen, wurde das Fenster für die nachträgliche Softwaresynchronisation der Einzelsignale auf ein stationäres Signal gelegt, das sich so nah wie möglich am eigentlichen Messbereich befindet. Als Synchronisationsfenster wurde daher der Bereich von 59,2 bis 60,2 μs eingestellt. Dieser Signalbereich entspricht der Reflexion am Ende der Vorlaufstrecke.

4.2.2. Ergebnisse der Messungen im Versuchsextruder

In der nachfolgenden Abbildung 42 sind exemplarisch die Signale der Messungen mit einem Masseanteil von 10 Prozent Glaspartikeln dargestellt.

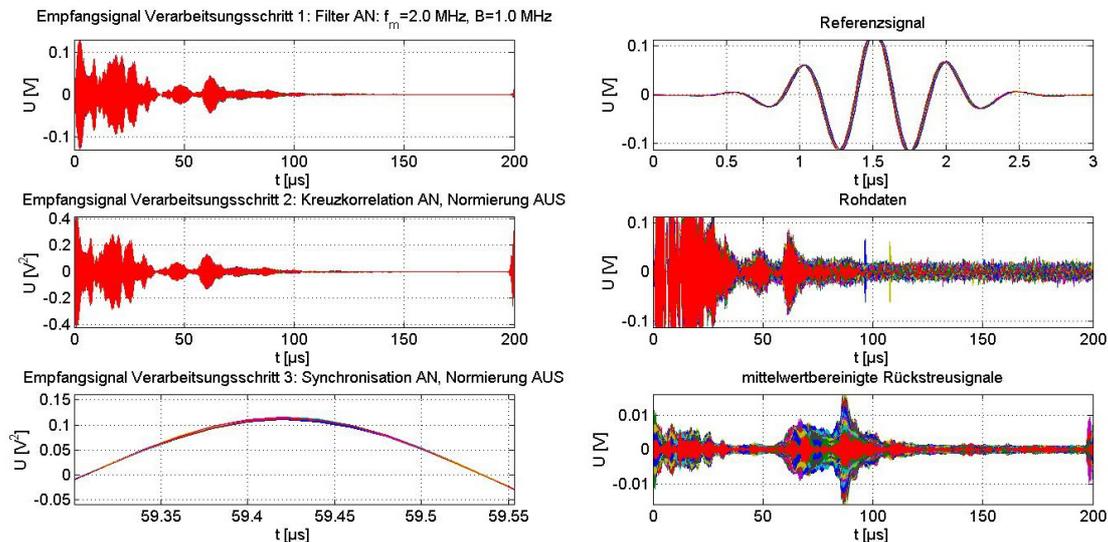


Abbildung 42: Darstellung der empfangenen Signale für die 500 Einzelmessungen in der Dispersion aus geschmolzenem Polypropylen mit einem Masseanteil von 10 Prozent Glaspartikeln der Probe 2227, gemessen im Extruder mit der 2-MHz-Inoson-Sonde.

Verglichen mit den Echosignalen in Abbildung 31 fällt auf, dass das aus der Kreuzkorrelation von Empfangssignal- und Referenzsignal resultierende Signal (Mitte links) dem ursprünglichen, gefilterten Echosignal (oben links) ähnlicher ist. Außerdem weist das kreuzkorrelierte Signal eine geringere Linksverschiebung auf. Das liegt an dem zeitlich „schmaleren“ Anregungssignal. In Abbildung 43 ist der für die Messung relevante Laufzeitbereich der Echosignale vergrößert dargestellt.

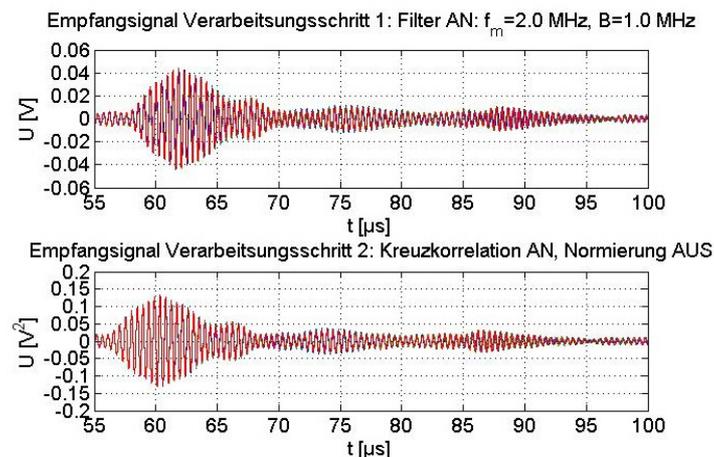


Abbildung 43: Ausschnitt aus den Echosignalen für die 500 Einzelmessungen in der Dispersion aus geschmolzenem Polypropylen mit einem Masseanteil von 10 Prozent Glaspartikeln der Probe 2227, gemessen im Versuchsextruder.

Vergleicht man die Abbildungen 43 und 32 fällt auf, dass das Nebenecho, welches bei der Messung in der Dispersion aus Wasser und Glaspartikeln eine starke stationäre Reflexion erzeugte, bei der Messung im Extruder weniger stark ausgeprägt ist. Die Kurven der Standardabweichung in Abbildung 44 zeigen, dass die Dispersion auch unter den schwierigen Prozessbedingungen im Extruder mithilfe der Kenngrößen σ_{max} und β charakterisiert werden kann.

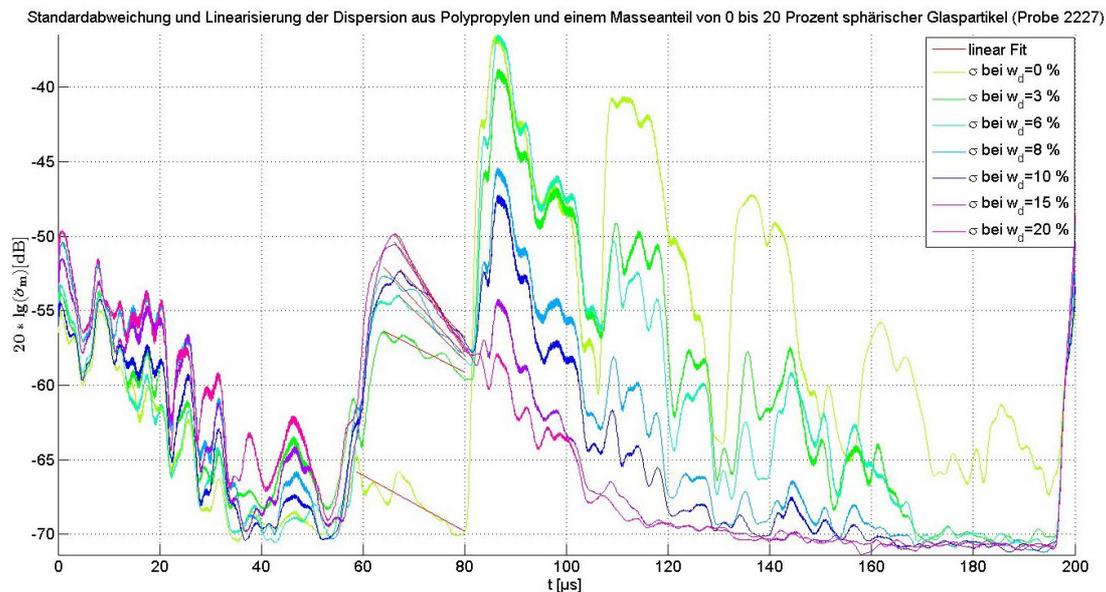


Abbildung 44: Standardabweichungs- und Linearisierungskurven der Messung mit der 2-MHz-Inoson-Sonde im Extruder mit einer Dispersion aus Polypropylen 0 bis 20 Masseprozent sphärischen Glaspartikeln der Probe 2227.

Der Anstieg bei 60 μs repräsentiert die Standardabweichung der Einzelsignale am Ende der Vorlaufstrecke. Der durchschallte 10 mm breite Schmelzkanal, durch den die flüssige Dispersion fließt, entspricht dem Bereich 60 bis 80 μs . Bei 80 μs erkennt man einen besonders großen Anstieg der Standardabweichung. Dieser stellt die Reflexion am Ende des Schmelzkanals dar.

Auch für die Messungen im Extruder sieht man in der Abbildung 45 den charakteristischen, erst starken und bei höheren Konzentrationen abflachenden Anstieg der maximalen Standardabweichung σ_{max} . Der zeitliche Abfall β steigt mit Ausnahme der Messungen bei einem Masseanteil von 0 und 10 Prozent Glaspartikeln mit Erhöhung der Partikelkonzentration an. Der stärkere Abfall β bei 0 Masseprozent Glaspartikeln wird durch Artefakte der stationären Reflexion am Vorlaufstreckenende verursacht. Der abweichende zeitliche Abfall β bei 10 Masseprozent wird ebenfalls durch Artefakte von stationären Reflexionen innerhalb der Vorlaufstrecke verursacht, die die Standardabweichung im Bereich von 72 bis 78 μs leicht anheben. Generell zeigt sich

auch hier wieder der negative Einfluss stationärer Signalanteile innerhalb des Messfensters.

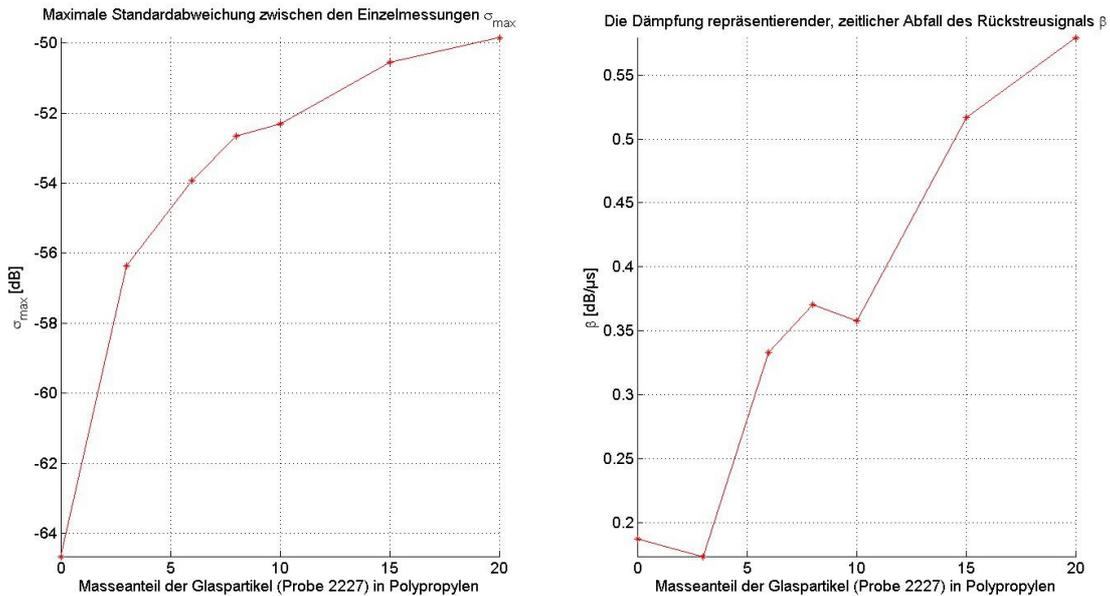


Abbildung 45: Darstellung der maximalen Standardabweichung sowie des zeitlichen Abfalls der Rückstreuamplitude β als Funktion der Partikelkonzentration für die Messung mit der 2-MHz-Inson-Sonde im Extruder in einer Dispersion aus Polypropylen 0 bis 20 Masseprozent sphärischen Glaspartikeln der Probe 2227.

Die Abbildung 46 zeigt den Druck und die Temperatur, im Verlauf der $N=500$ Einzelmessungen im Extruder.

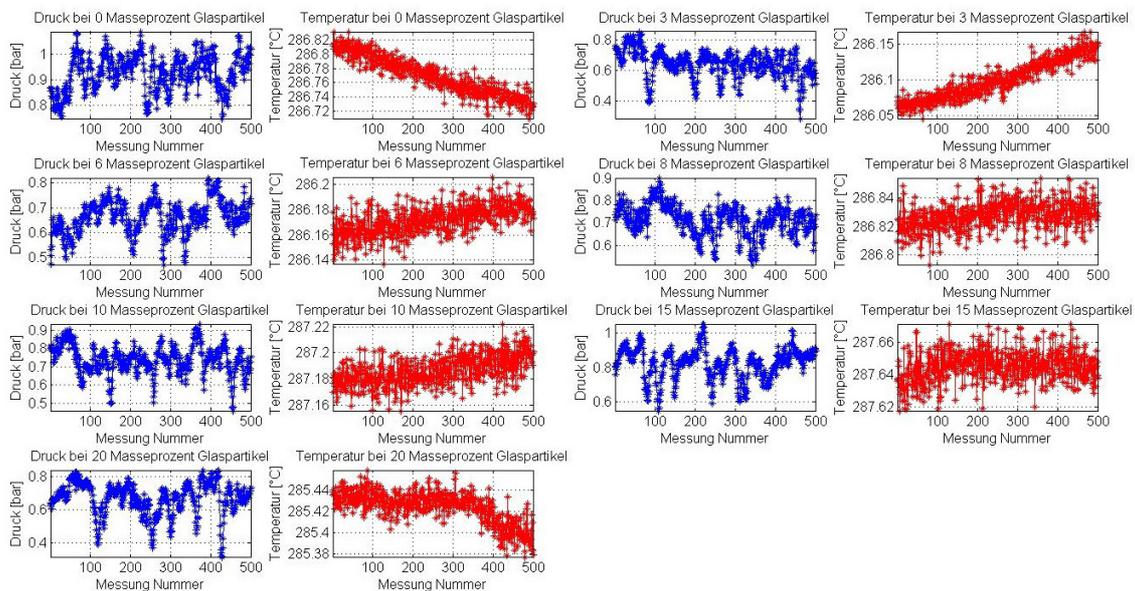


Abbildung 46: Druck (blau) und Temperatur (rot) in der Dispersion zum Zeitpunkt der jeweiligen Einzelmessung

Der Versuchsextruder regelt die Temperatur auf ca. 286 °C ein. Da die Temperaturänderung allerdings sehr träge ist, kommt es zu charakteristischen Temperaturschwankungen, bei denen die Temperatur langsam abfällt und bei eingeschalteten Heizelementen

anschließend wieder ansteigt. Aus den Temperaturkurven in Abbildung 46 kann entnommen werden, dass die maximale Temperaturänderung $\Delta\theta$ für die durchgeführten Messungen $0,1\text{ }^\circ\text{C}$ betrug. Das ist für eine träge Temperaturregelung schon ein sehr guter Wert. Leider machen sich aber auch schon diese kleinen Temperaturschwankungen in den Messergebnissen bemerkbar. Der Grund hierfür ist, dass die Schallgeschwindigkeit gerade in Kunststoffen sehr stark temperaturabhängig ist. Steigt die Temperatur im Schmelzkanal, verringert sich die Schallgeschwindigkeit innerhalb der Schmelze. Das hat zur Folge, dass sich die Schallgeschwindigkeiten bei den für eine Messreihe notwendigen N Einzelmessungen leicht unterscheiden. Dadurch erscheinen die Amplituden der stationären Reflexionen, die im Laufzeitbereich des Schmelzkanals liegen, zu unterschiedlichen Laufzeiten. Dieser leichte Zeitversatz der stationären Reflexionsanteile innerhalb des Messfensters verursacht meist größere Standardabweichungen als die, die durch die Varianz der Partikelpositionen erzeugt wird. Das äußert sich dann wiederum als störende „Peaks“ in der Standardabweichungskurve. Der Effekt der temperaturbedingten Signalverschiebung im Laufzeitbereich des Schmelzkanals und im Endbereich der Vorlaufstrecke tritt unregelmäßig stark auf. Deswegen kann eine Synchronisation an einem stationären Signalanteil nahe des Messfensters diesen Effekt zwar abmildern aber nicht vollständig kompensieren.

4.2.3. Fazit

Das Messverfahren liefert auch in den praktischen Versuchen im Extruder zufriedenstellende Ergebnisse. Die die Dispersion charakterisierenden Parameter σ_{max} und β zeigen bei Änderung der Partikelkonzentration einen ähnlichen Verlauf wie bei der Messung unter vereinfachten Systembedingungen (vergleiche Abbildungen 45 und 35).

Wie schon bei den Messungen unter vereinfachten Systembedingungen erschweren die durch die komplexe Geometrie der Vorlaufstrecke verursachten „Störpeaks“ in der Standardabweichungskurve die Auswertung der Messdaten. Bei den Messungen im heißen Polypropylen kommt noch erschwerend hinzu, dass bereits geringe Temperaturschwankungen aufgrund der Temperaturabhängigkeit der Schallgeschwindigkeit zu Verschiebungen der Signallaufzeiten führen. Diese Laufzeitverzerrungen lassen sich mit der Synchronisationsfunktion nur ungenügend korrigieren, folglich sind Temperaturschwankungen während der Durchführung der N Einzelmessungen möglichst zu vermeiden.

4.3. Einfluss der Anzahl der Einzelmessungen

4.3.1. Beschreibung des Experiments und der Geräteeinstellungen

Bei der Bildung der Standardabweichungskurven handelt es sich um eine statistische Methode. Deswegen erhöht sich die Qualität der aus der Standardabweichungskurve ermittelten Parameter σ_{max} und β mit der Anzahl der für eine Standardabweichungskurve ausgewerteten Einzelmessungen.

Um diesen generellen Zusammenhang zwischen der Qualität der Standardabweichungskurve und der Anzahl der dafür ausgewerteten Einzelmessungen untersuchen zu können, wird zunächst eine Standardabweichungskurve benötigt, die frei von Störeinflüssen ist. Zu diesem Zweck wurde zunächst eine Messung unter vereinfachten Systembedingungen durchgeführt. Dafür wurde eine Dispersion aus destilliertem Wasser und einem Masseanteil von 5 Prozent sphärischer Glaspartikel der Probe 2227 hergestellt. Um möglichst störungsfreie Standardabweichungskurven zu erhalten, wurde die 5-MHz-Olympus-Sonde mit einer Vorlaufstrecke aus Polystyrol genutzt. Diese Vorlaufstrecke hat eine einfache, zylindrische Geometrie. Sie ist 50 mm lang bei einem Durchmesser von 8 mm.

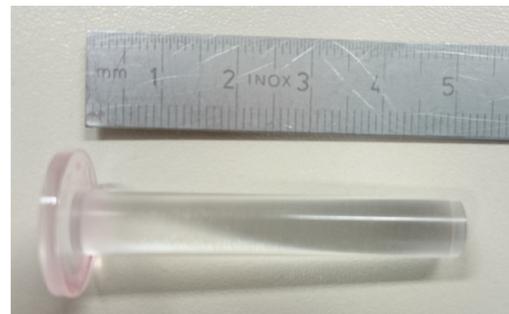
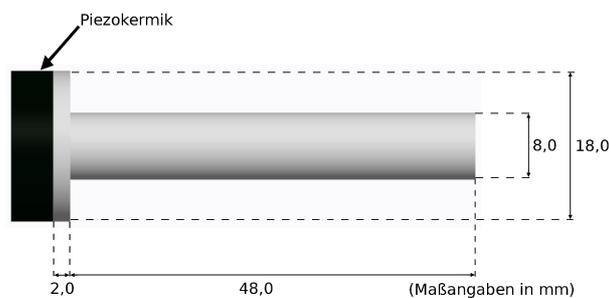


Abbildung 47: Vorlaufstrecke einfacher Zylindergeometrie aus Polystyrol (Länge 50 mm, Durchmesser 8 mm)

Als Anregungssignal wurde ein von Pulser/Receiver UTEX UT340 erzeugter negativer Rechteckimpuls genutzt. Für die Messreihe wurden 2000 Einzelmessungen im Zeitabstand von $t_r = 250\text{ms}$ aufgezeichnet. Für die nachfolgende Auswertung wurden dann N Einzelmessungen aus diesem Datensatz verarbeitet.

Für die Untersuchungen bei realen Messbedingungen wurden fünf separate Messreihen mit der 2-MHz-Inson-Sonde im Versuchsextruder durchgeführt, bei denen jeweils 1000 Einzelmessungen im Zeitabstand von $t_r=200\text{ms}$ aufgezeichnet wurden. Die Messungen fanden in einer Dispersion aus Polypropylen mit 10 Masseprozent sphärischer Glaspartikel der Probe 2227 statt. Als Anregungssignal wurde ein gaußmodulierter Sinusburst mit drei Amplituden im Gauß-Fenster und einer maximalen Amplitude von 250 mV im Signalgeneratorprogramm eingestellt. Für die Berechnung der Standardabweichungskurven wurden dann jeweils N Einzelmessungen aus den fünf aufgezeichneten Datensätzen verwendet.

4.3.2. Ergebnisse der Untersuchungen zur Anzahl der Einzelmessungen

In der Abbildung 48 sind die Standardabweichungskurven der unter vereinfachten Systembedingungen aufgezeichneten Messdaten dargestellt. Da sich die Standardabweichungskurven vom generellen Verlauf her kaum unterscheiden, wurden sie diesmal in separaten Graphen dargestellt. Außerdem wurde zu jedem Graphen jeweils noch der Anpassungsfehler der Linearisierungsfunktion F_{Fit} angegeben.

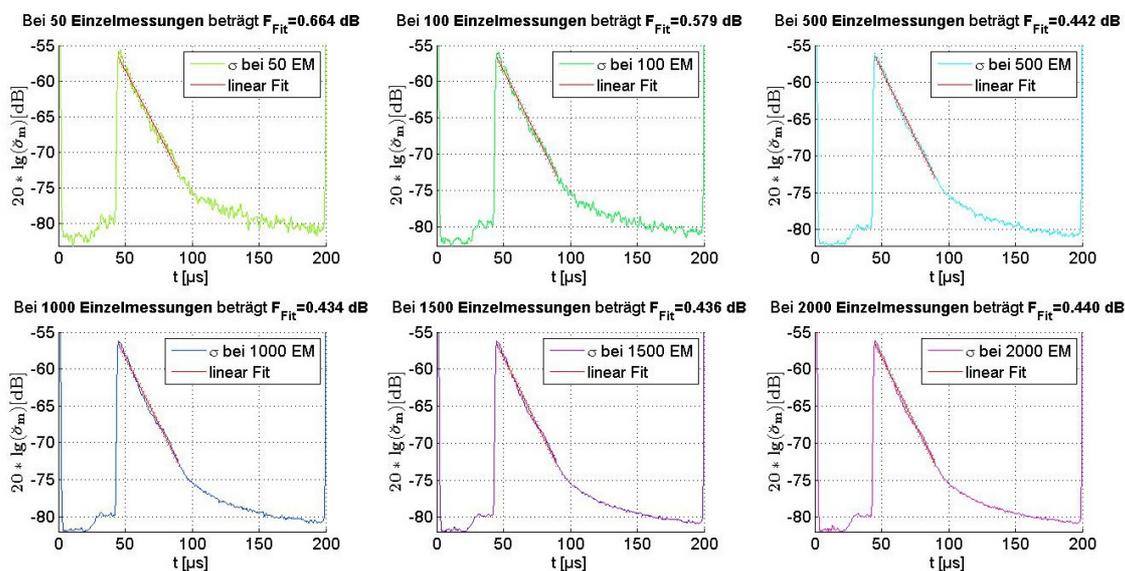


Abbildung 48: Einfluss der Anzahl von N Einzelmessungen auf die Standardabweichungskurve einer Dispersion aus destilliertem Wasser und 5 Masseprozent Glaspartikel der Probe 2227, gemessen unter vereinfachten Systembedingungen mit einer Vorlaufstrecke aus Polystyrol mit einfacher, zylindrischer Geometrie. Die Anzahl der verwendeten Einzelmessungen sowie der Anpassungsfehler sind über dem jeweiligen Grafen angegeben.

Die Standardabweichungskurven zeigen einen deutlichen Zusammenhang zwischen der Anzahl N der für die Berechnung der Standardabweichungskurve berücksichtigten

Einzelmessungen und der „Qualität“ der Standardabweichungskurve. Besonders bei $N=50$ und $N=100$ kann man ein verstärktes „Rauschen“ in der Standardabweichungskurve erkennen. Dieses „Rauschen“ stellt die Abweichung der statistischen Berechnung vom wahren Wert dar. Je mehr Einzelmessungen für die statistische Berechnung herangezogen werden, desto mehr nähert sich das Berechnungsergebnis dem wahren Wert der Standardabweichung an und die Standardabweichungskurve erscheint weniger „verrauscht“. Werden für eine Messreihe mehr Einzelmessungen ausgewertet, wird der Anpassungsfehler der Linearisierung F_{Fit} kleiner.

Aus der Abbildung 49 ist ersichtlich, dass sich die aus den Kurven ermittelten Parameter σ_{max} und β bei $N=50$ bis 500 noch recht stark voneinander unterscheiden. Ab $N=1000$ und mehr ändern sich die Parameter hingegen nur noch minimal. Das heißt, dass pro Messreihe mindestens 1000 Einzelmessungen ausgewertet werden sollten, sofern ideale Messbedingungen vorausgesetzt werden können.

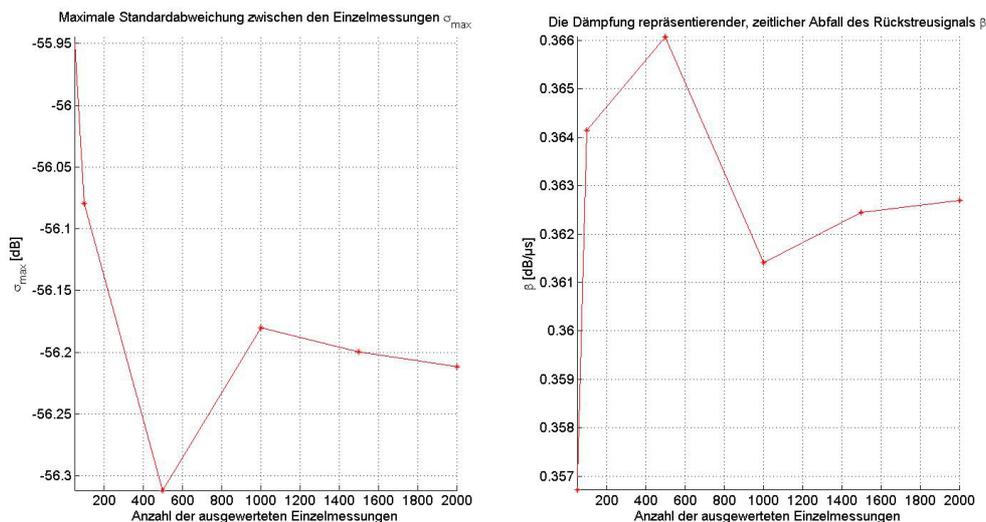


Abbildung 49: Darstellung der maximalen Standardabweichung sowie des zeitlichen Abfalls der Rückstreuamplitude β als Funktion der Partikelkonzentration für die Messung mit der 5-MHz-Olympus-Sonde unter vereinfachten Systembedingungen in einer Dispersion aus Polypropylen 5 Masseprozent sphärischen Glaspartikeln der Probe 2227 bei unterschiedlicher Anzahl ausgewerteter Einzelmessungen.

Bei der Messung im Versuchsextruder mit der 2-MHz-Inoson-Sonde herrschen wegen der Temperaturschwankungen während der Messungen und den vielen stationären Signalanteilen im Echosignal allerdings keine idealen Messbedingungen. Der Hauptaugenmerk liegt bei den praktischen Messungen daher eher auf der Reproduzierbarkeit der Messergebnisse bei mehrmaliger Wiederholung der Messung unter gleichen bzw. ähnlichen Messbedingungen.

Wie man in Abbildung 50 sehen kann, unterscheiden sich die Formen der Standardabweichungskurven bei $N=50$ und $N=100$ noch sehr stark voneinander.

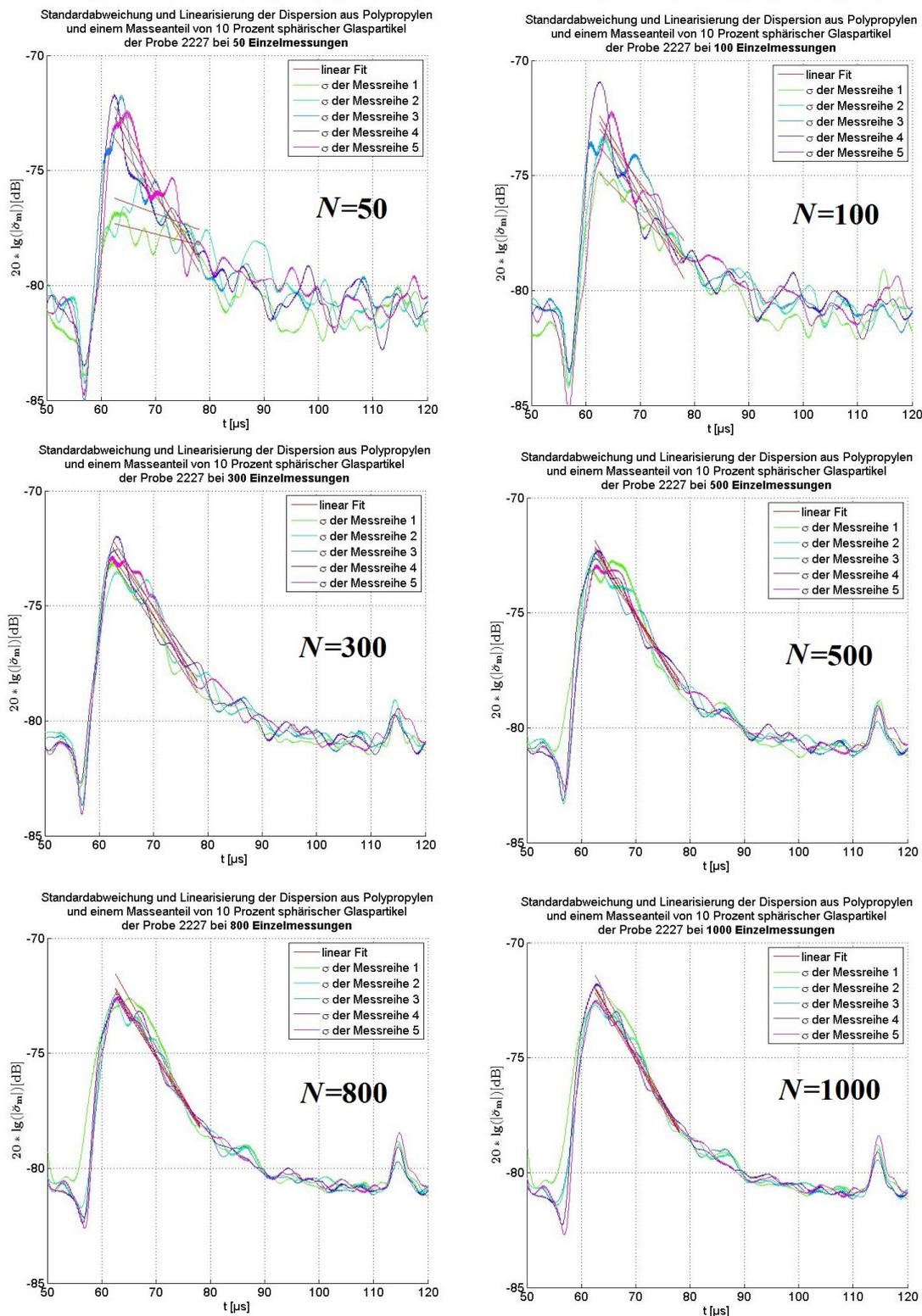


Abbildung 50: Einfluss der Anzahl von N Einzelmessungen auf die Standardabweichungskurve einer Dispersion aus Polypropylen und 10 Masseprozent Glaspartikel der Probe 2227, gemessen im Versuchsextruder mit der 2-MHz-Inson-Sonde. In einem Grafen sind jeweils fünf separate Messreihen dargestellt.

Das liegt zum einen an der für die statistische Auswertung ungenügenden Anzahl an Einzelmessungen und zum anderen an dem größeren Einfluss sporadisch auftretender Störsignale auf das statistisch ausgewertete Ergebnis. Um so mehr Einzelmessungen für die Berechnung der Standardabweichungskurve herangezogen werden, desto ähnlicher sind sich die Kurven der aufeinander folgenden Messungen. Ab $N \geq 500$ sind sich die Standardabweichungskurven der fünf Messreihen schon recht ähnlich. Das spiegelt sich auch in den aus den Standardabweichungskurven ermittelten Parametern σ_{max} , β und F_{Fit} in Abbildung 51 wieder.

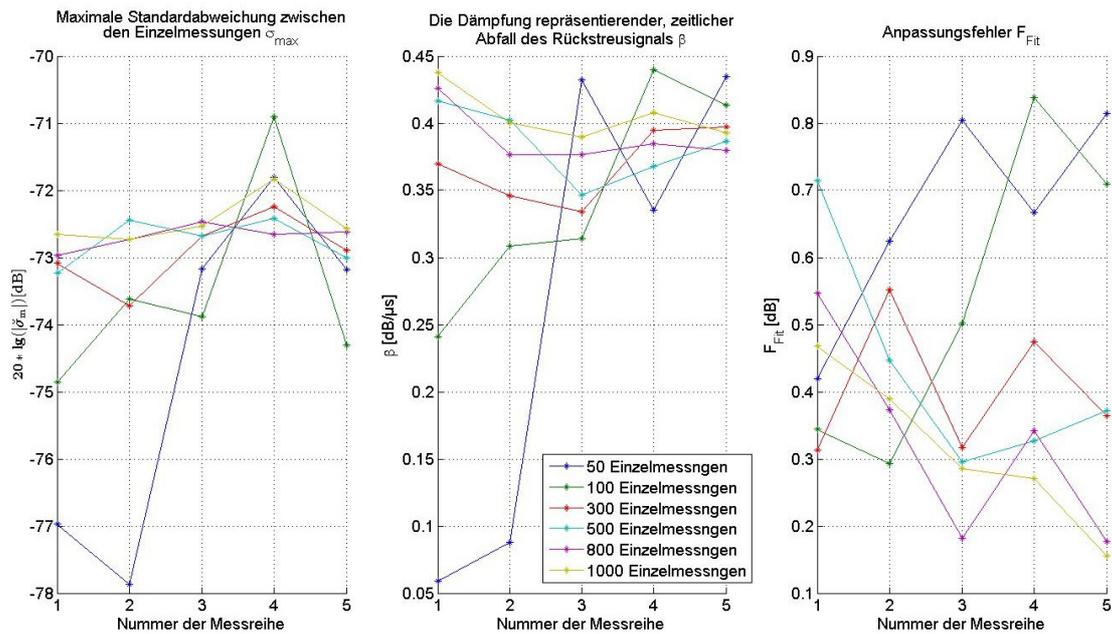


Abbildung 51: Darstellung der aus den Standardabweichungskurven in Abbildung 50 gewonnenen Parameter σ_{max} (links), β (Mitte) und F_{Fit} (rechts), aufgetragen über die jeweilige Messreihe.

In den drei Grafen in Abbildung 51 sind die die Dispersion charakterisierende maximale Standardabweichung σ_{max} und der zeitliche Abfall β , zusammen mit dem die „Qualität“ der Standardabweichungskurve charakterisierenden Anpassungsfehler F_{Fit} dargestellt. Die Farbe der Funktionen repräsentiert dabei die Anzahl der Einzelmessungen N , die zur Berechnung der jeweiligen Standardabweichungskurve verwendet wurden. Für eine ideale Reproduzierbarkeit der Ergebnisse müsste die jeweilige Funktion waagrecht über alle fünf Messreihen verlaufen. Während sich die Parameter σ_{max} und β ab $N \geq 500$ recht gut reproduzieren lassen, schwankt der Anpassungsfehler auch bei einer großen Anzahl von 1000 Einzelmessungen noch zwischen 0,155 und 0,465 dB. Tendenziell wird der Anpassungsfehler bei größerem N jedoch kleiner, was die Ergebnisse aus dem ersten Teil des Versuchs bestätigt.

Es lässt sich also feststellen, dass sich eine möglichst große Anzahl von Einzelmessungen positiv auf die „Qualität“ und Reproduzierbarkeit der Standardabweichungskurven auswirkt. Einfach eine sehr große Anzahl von Einzelmessungen zu wählen, hat allerdings auch den Nachteil, dass die Durchführung der Messreihe entsprechend lange dauert. Bei einer langen Messzeitdauer t_{em} treten größere Temperaturschwankungen auf wie Abbildung 52 zeigt. Aus der Abbildung ist zu entnehmen, dass die maximale Temperaturänderung $\Delta\theta$ während der Aufnahme einer Messreihe bei $N=100$ Einzelmessungen nur zwischen $0,02\text{ °C}$ und $0,05\text{ °C}$ lag. Bei $N=500$ dauerte die Aufnahme der Messreihe schon so lange, dass sich die Temperatur um $0,08\text{ °C}$ bis $0,12\text{ °C}$ änderte.

Für die Messreihen, bei denen 1000 Einzelmessungen aufgenommen wurden, lag die maximale Temperaturänderung $\Delta\theta$ bereits zwischen $0,12\text{ °C}$ und $0,3\text{ °C}$. Wenn man die Anzahl der Einzelmessungen und damit die Messzeit weiter erhöht, stellt sich irgendwann eine maximale Temperaturänderung $\Delta\theta$ ein, die der „Güte“ der für den Extruder verwendeten Temperaturregelung entspricht.

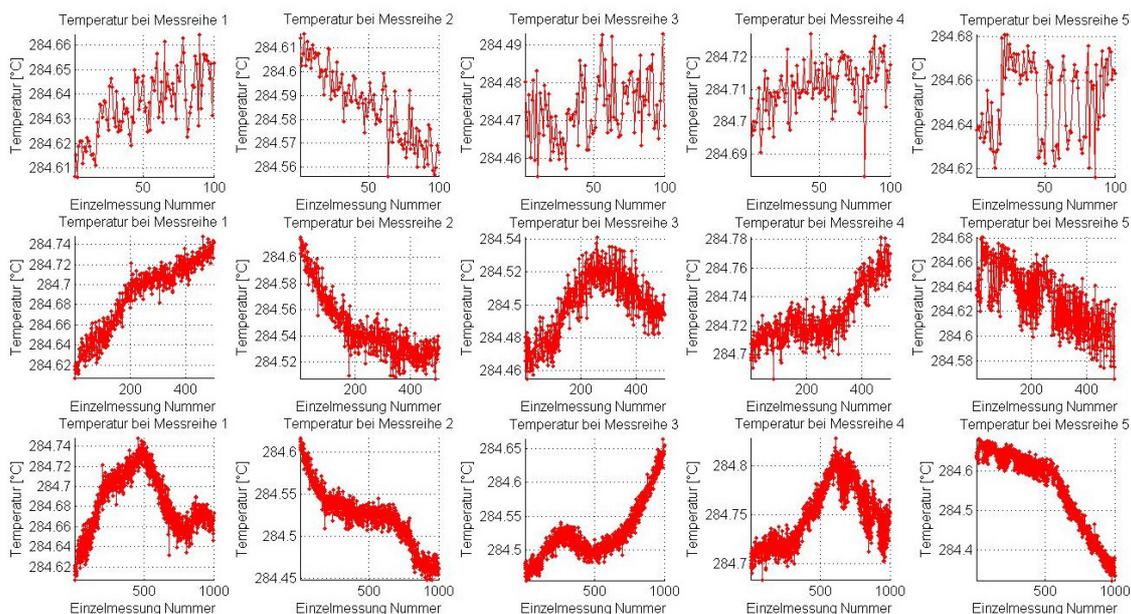


Abbildung 52: Temperaturentwicklung während der fünf aufgenommenen Messreihen (horizontal). In vertikaler Richtung beträgt die Anzahl der ausgewerteten Einzelmessungen n von oben nach unten 100, 500 und 1000.

Folglich muss man für die Messungen im Versuchsextruder einen guten Kompromiss aus einer möglichst hohen Anzahl von Einzelmessungen zur Verbesserung der „Qualität“ und Reproduzierbarkeit der Standardabweichungskurve und der für die Messungen benötigten Zeit zur Minimierung der Temperaturschwankungen finden. Ausgehend von den Versuchsergebnissen ist für die Messungen im Versuchsextruder eine Einzelmessungsanzahl von $N=500$ geeignet. Um die Messzeit zu verkürzen, kann man natürlich

auch die Wartezeit zwischen zwei Einzelmessungen verringern. Die Messwiederholrate lässt sich allerdings nicht beliebig steigern, da sichergestellt sein muss, dass sich die Partikelpositionen im Messvolumen zwischen zwei Einzelmessungen ausreichend geändert haben. Außerdem muss die Messsoftware genügend Zeit haben, um die Einzelmessung zwischen zwei Messungen zu verarbeiten und zu speichern.

4.3.3. Fazit

Eine Erhöhung der Anzahl der für eine Standardabweichungskurve ausgewerteten Einzelmessungen reduziert den Einfluss statistischer Fehler und damit auch den Anpassungsfehler bei der Linearisierung. Bei Messstrecken ohne Störeinflüsse, wie stationäre Signalanteile im Messfenster oder Temperaturschwankungen, sind daher möglichst viele Einzelmessungen auszuwerten. Der Versuch hat gezeigt, dass eine vergrößerte Anzahl der Einzelmessungen ab $N \geq 1000$ jedoch kaum noch zu einer Verbesserung des Anpassungsfehlers führt.

Bei den Messungen mit der 2-MHz-Inoson-Sonde im Versuchsextruder muss auch der Einfluss von Temperaturschwankungen auf die Schallgeschwindigkeit in der Dispersion und der Vorlaufstrecke beachtet werden. Bei länger andauernden Messungen treten in der Regel stärkere Temperaturschwankungen auf, welche wiederum die Standardabweichungskurve an den Stellen, an denen stationäre Reflexionsanteile im Echosignal vorhanden sind, verfälschen. Deswegen muss man für die Messungen im Versuchsextruder einen guten Kompromiss aus einer möglichst hohen Anzahl von Einzelmessungen zur Verbesserung der „Qualität“ und Reproduzierbarkeit der Standardabweichungskurve und der für die Messung benötigten Zeit finden. Ausgehend von den Versuchsergebnissen ist für die Messungen im Versuchsextruder eine Einzelmessungsanzahl von $N=500$ geeignet.

4.4. Einfluss der Messwiederholrate auf die Messergebnisse

4.4.1. Beschreibung des Experiments und der Geräteeinstellungen

Das verwendete Analyseverfahren berechnet die Standardabweichung zwischen einer Anzahl von N Einzelmessungen, die jeweils eine unterschiedliche Partikelkonstellation innerhalb des Messvolumens abbilden. Diese Einzelmessungen müssen dafür zunächst in einem Zeitabstand t_r durchgeführt werden. Die Zeit t_r muss dabei hinreichend groß gewählt werden, so dass alle Echosignale den Wandler erreicht haben, bevor eine neue Messung gestartet wird. Außerdem sollte das Programm je nach zugeschalteten Verarbeitungsfunktionen zeitlich in der Lage sein, die Daten der Einzelmessung innerhalb von t_r entsprechend aufzubereiten (Filterung, Synchronisation usw.). Auf diese Weise ist auch sichergestellt, dass sich die Partikelkonstellation im gemessenen Medium ausreichend geändert hat. Das Ziel dieses Experimentes ist es zu untersuchen, inwiefern sich unterschiedliche Zeitabstände zwischen den Einzelmessungen auf die Messergebnisse auswirken.

Zu diesem Zweck wurden sechs Messreihen mit unterschiedlichem t_r im Versuchsextruder in einer Dispersion aus geschmolzenem Polypropylen und einem Masseanteil von 15 Prozent sphärischen Glaspartikeln der Probe 2227 durchgeführt. Dabei wurde jeweils eine Messreihe mit einer t_r von 10, 100, 500, 1000, 3000 und 10000 ms aufgenommen.

Als Anregungssignal wurde ein gaußfensterner Sinusburst mit 10 Amplituden innerhalb des Gauß-Fensters und einer Amplitude von 200 mV im Signalgeneratorprogramm eingestellt. Aufgrund des sehr hohen Materialverbrauchs bei sehr langer Wartezeit t_r wurden für die Messreihen diesmal jeweils nur 100 Einzelmessungen aufgezeichnet und ausgewertet.

4.4.2. Ergebnisse der Messungen mit unterschiedlichen Messwiederholraten

In der Abbildung 53 sind die aus den Messungen berechneten Standardabweichungskurven dargestellt.

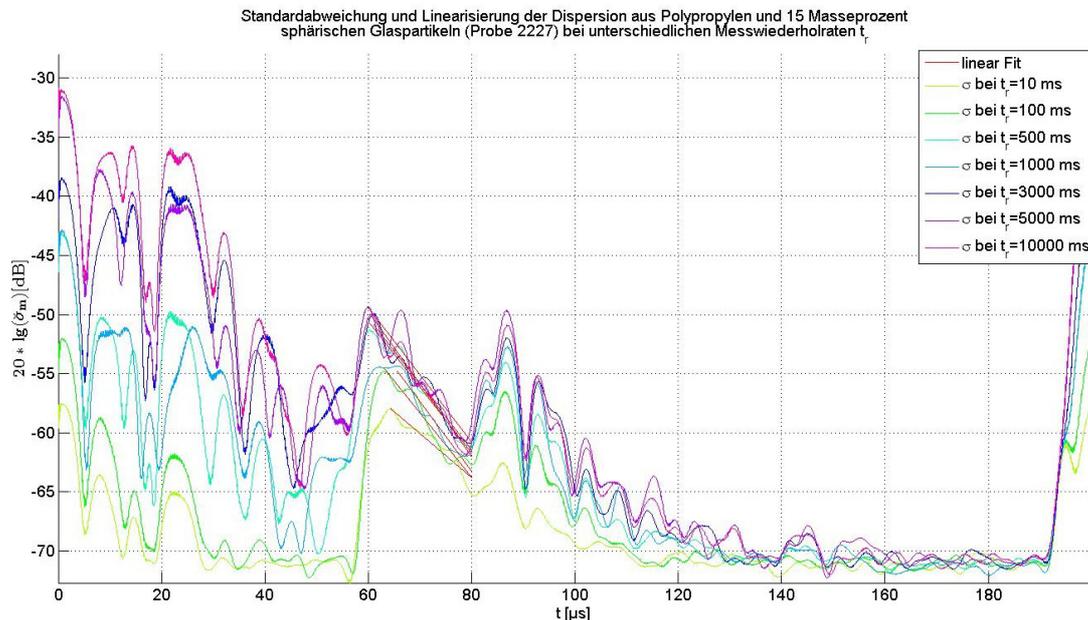


Abbildung 53: Standardabweichungs- und Linearisierungskurven der Messung mit der 2-MHz-Inoson-Sonde im Extruder mit einer Dispersion aus Polypropylen und 15 Masseprozent sphärischen Glaspartikeln der Probe 2227 bei verschiedenen Messwiederholraten.

Die Abbildung 54 zeigt die aus den Kurven ermittelten Parameter.

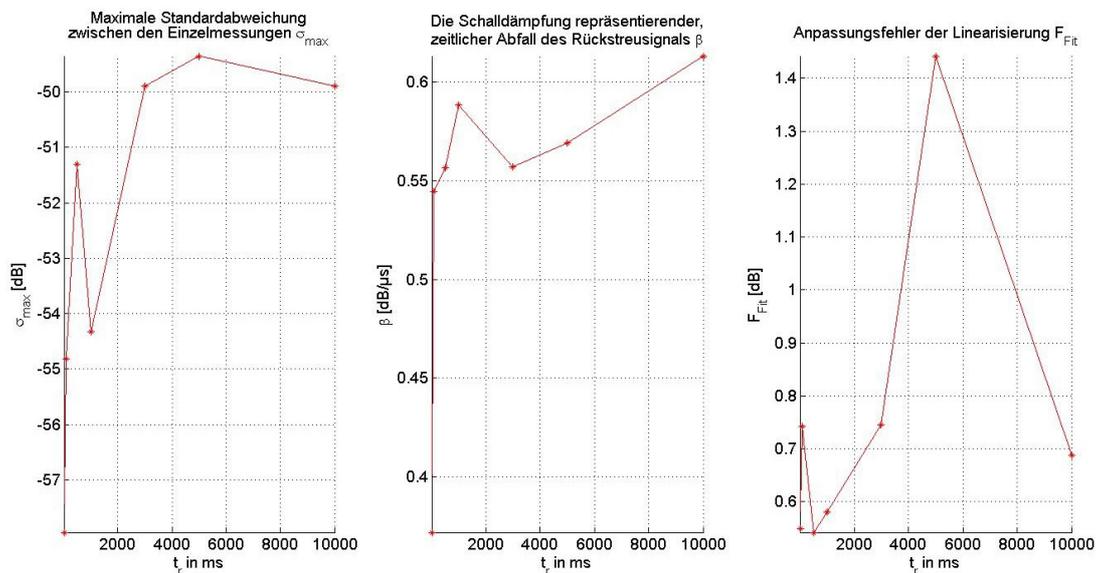


Abbildung 54: Darstellung der maximalen Standardabweichung sowie des zeitlichen Abfalls der Rückstreuamplitude β bei unterschiedlicher Messwiederholrate. Gemessen wurde mit der 2 MHz Inoson-Sonde im Extruder in einer Dispersion aus Polypropylen und 15 Masseprozent sphärischer Glaspartikel der Probe 2227.

Die Standardabweichungskurven zeigen, dass die Wahl des Zeitabstandes zwischen den Einzelmessungen t_r einen deutlichen Einfluss auf die Form der Kurven hat. Sowohl die maximale Standardabweichung σ_{max} als auch der zeitliche Abfall β steigen tendenziell mit einer größeren Wartezeit zwischen den Einzelmessungen an. Dabei schwankt σ_{max} um 8,6 dB und β um 0,24 dB/ μ s, obwohl die Zusammensetzung der Dispersion gleich bleibt. Der Hauptgrund für diese Schwankungen ist, dass sich die Artefakte stationärer Signalanteile umso deutlicher als Störpeaks in der Standardabweichungskurve herausbilden, je größer t_r gewählt wird. Diese Störpeaks entstehen, wie unter Abschnitt 4.2.2. bereits beschreiben, infolge der Temperaturschwankungen. Aus den Temperaturverläufen der Messreihen in Abbildung 55 ist ersichtlich, dass die Temperatur zwischen den Einzelmessungen einer Messreihe bei den Messreihen mit einer langen t_r deutlich stärker schwankte, als bei den Messreihen mit einer kleinen t_r .

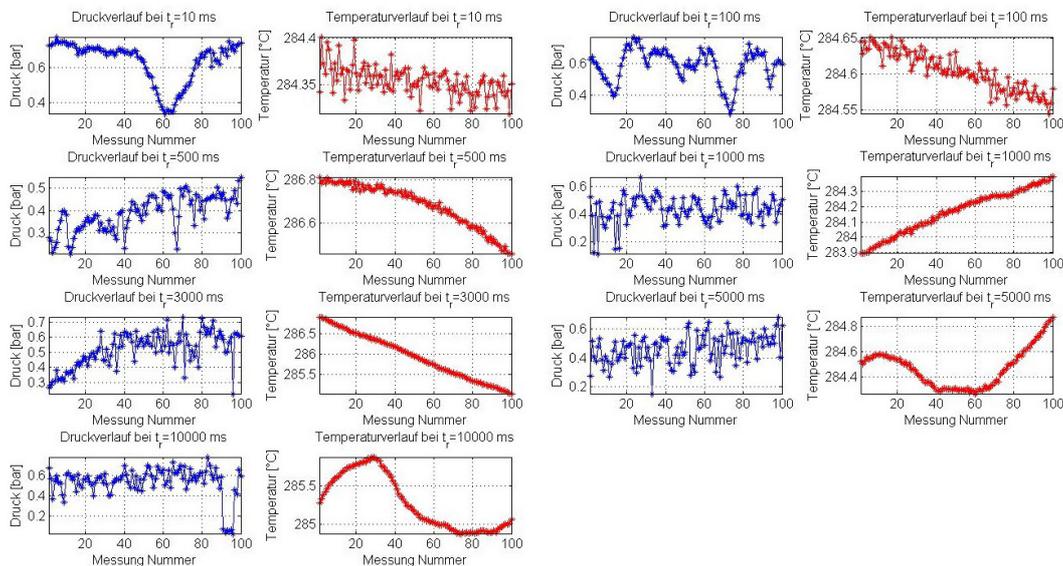


Abbildung 55: Druck (blau) und der Temperatur (rot) zum Zeitpunkt der jeweiligen Einzelmessung

Die Messreihe aus 100 in einem Zeitabstand von 10 ms durchgeführten Einzelmessungen war bereits nach einer Sekunde abgeschlossen. Die Temperatur konnte sich während dieser Zeit nur um rund 0,1 °C ändern (Abbildung 55 oben links). Die Messreihe mit 100 in einem Zeitabstand von 100000 ms durchgeführten Einzelmessungen dauerte hingegen rund 16,6 Minuten. Dabei wurde der Zyklus von Abkühlung und Aufheizen einmal vollständig durchlaufen und die Temperatur änderte sich während dessen um ca. 1 °C (Abbildung 55 unten links).

4.4.3. Fazit

Der Versuch hat aufgezeigt, dass sich die Messergebnisse mit größer werdender maximaler Temperaturänderung $\Delta\theta$ zunehmend verschlechtern. Deswegen sind kurze Wartezeiten zwischen den Einzelmessungen zu bevorzugen. Dabei muss allerdings sichergestellt sein, dass sich die Partikelkonstellation im Messvolumen in diesem Zeitfenster ausreichend ändert und das Messprogramm genügend Zeit für die Verarbeitung der jeweiligen Einzelsignale hat. Auf diese Weise ist sichergestellt, dass die Einzelmessungen in einem gleich bleibenden Zeitabstand durchgeführt werden.

Da die einzelnen Partikel sich zwischen zwei Einzelmessungen lediglich innerhalb des Messvolumens bewegen, aber nicht das Messvolumen verlassen müssen, ist eher die Verarbeitungszeit, die das Messprogramm für die Speicherung einer Einzelmessung im Datenarray benötigt, der die Messrate limitierende Faktor. Die Verarbeitungszeit des Messprogramms steigt mit der Menge der im Datenarray gespeicherten Einzelmessungen an. Bei 100 aufzuzeichnenden Einzelmessungen genügen dem Messprogramm ca. 100 ms zur Verwaltung des Datenarrays, bei 500 Einzelmessungen im Datenarray braucht das Messprogramm bereits 200 ms und bei 1000 Einzelmessungen schon 350 ms.

Unter Abschnitt 4.3.3. wurden als optimaler Wert für die Anzahl von Einzelmessungen $N=500$ angegeben. In Bezug darauf sollte also eine Wartezeit von $t_r=200\text{ms}$ zwischen den Einzelmessungen, oder anders ausgedrückt, eine Messwiederholfrequenz f_r von 5 Hz eingestellt werden.

4.5. Prüfung des Temperatureinflusses auf die Messergebnisse

4.5.1. Beschreibung des Experiments und der Geräteeinstellungen

Kunststoffe weisen eine starke Temperaturabhängigkeit ihrer akustischen und mechanischen Eigenschaften auf. Steigt die Temperatur eines Kunststoffes, sinkt die Geschwindigkeit mit der sich die Schallwellen in diesem Kunststoff ausbreiten können. Die Änderung der Schallgeschwindigkeit äußert sich in einem zeitlichen Versatz τ_n zwischen den N Einzelsignalen einer Messreihe. Diese Laufzeitverschiebung vergrößert die Standardabweichung zwischen den Einzelsignalen. An den Stellen, an denen größere Amplituden im Signal vorhanden sind, ist dieser Effekt wegen der großen Steigungen am stärksten (siehe Abschnitt 3.4., Abbildung 18). Diese ungewollte Erhöhung der Standardabweichung führt zur Bildung von „Störpeaks“ und damit zur Verschlechterung der „Qualität“ der Standardabweichungskurve.

Deshalb war es das Ziel dieses Versuchs herauszufinden, wie stark der Einfluss der Temperaturänderung $\Delta\theta$ während der Aufzeichnung einer Messreihe auf die Standardabweichung zwischen den Echosignalen der Einzelmessungen ist. Außerdem sollte untersucht werden, ob das Messergebnis durch eine nachträgliche Synchronisation der Einzelmessungen in einem Laufzeitbereich nahe des Schmelzkanals verbessert werden kann.

Sobald der Versuchsextruder sich auf Betriebstemperatur aufgeheizt hat, schwankt die Temperatur der Dispersion durch die Temperaturregelung des Extruders nur noch geringfügig. Um den Einfluss der Temperaturschwankungen auf die Messergebnisse deutlich sichtbar zu machen, waren für diesen Versuch möglichst große Temperaturänderungen während der Aufnahme einer Messreihe notwendig. Deshalb wurden drei der vier Messreihen aufgenommen, während sich der Extruder noch in der Aufwärmphase befand. Auf diese Weise war die maximale Temperaturänderung $\Delta\theta$ bei den ersten Messreihen noch weitaus größer, als bei der letzten Messreihe, bei der sich der Versuchsextruder bereits auf Betriebstemperatur erwärmt hatte. Gemessen wurde mit der 2-MHz-Inoson-Sonde in einer Dispersion aus geschmolzenem Polypropylen und sechs Masseprozent sphärischer Glasartikel der Probe 2227. Als Anregungssignal wurde ein

gaußmodulierter Sinusburst mit drei Amplituden innerhalb des Gauß-Fensters und einer maximalen Amplitude von 250 mV im Signalgeneratorprogramm eingestellt.

4.5.2. Ergebnisse

In der Abbildung 56 ist der Druck- sowie der Temperaturverlauf während der Aufzeichnung der 500 Einzelmessungen, die in einem Zeitabstand von $t_r = 200\text{ ms}$ aufgezeichnet wurden, dargestellt. Die leichte Druckerhöhung zwischen den vier Messreihen von ca. 0,4 bar wird bei der nachfolgenden Auswertung nicht weiter betrachtet, da der genutzte Versuchsextruder keine für das Messverfahren relevanten Drücke aufbaut. Nachfolgend wird daher lediglich die Temperaturänderung $\Delta\theta$ während der jeweiligen Messreihe betrachtet.

Die aus der Abbildung 56 abgelesenen Werte für die Starttemperatur θ sowie die maximale Temperaturänderung $\Delta\theta$ der jeweiligen Messreihe sind in der Tabelle 2 angegeben.

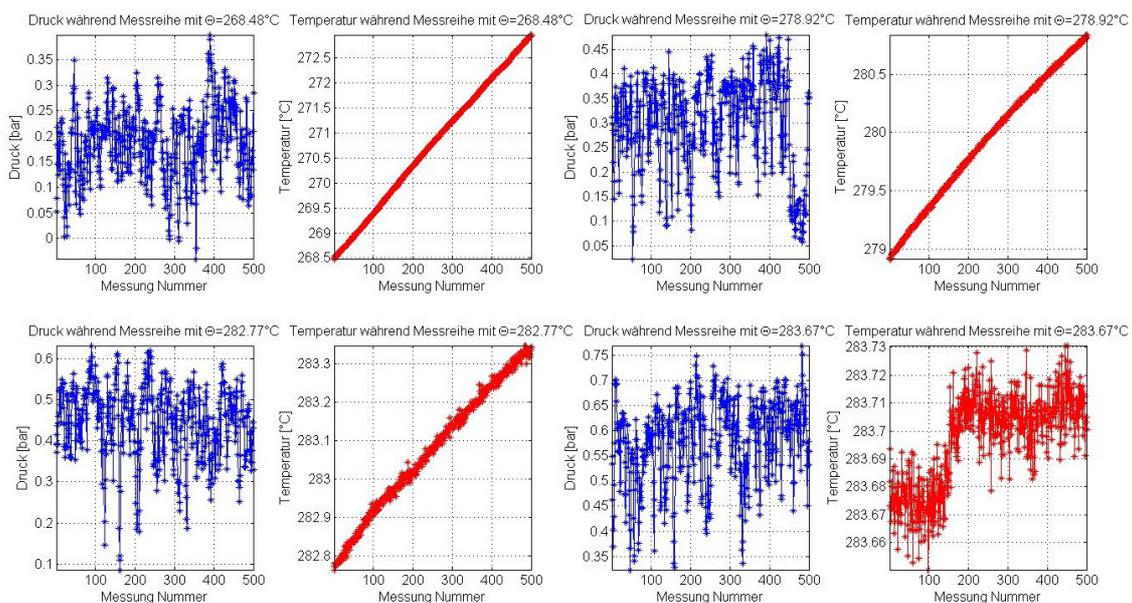


Abbildung 56: Druck- und Temperaturverlauf während der vier Messreihen, bei denen je 500 Einzelmessungen im Zeitabstand von 200 ms aufgezeichnet wurden.

Messreihe	1	2	3	4
Starttemperatur θ [°C]	268,48	278,92	282,77	283,67
Maximale Temperaturänderung $\Delta\theta$ [°C]	4,48	1,92	0,57	0,05

Tabelle 2: Starttemperatur und maximale Temperaturänderung während der Messreihen

Der durch die Temperaturänderung $\Delta\theta$ verursachte zeitliche Versatz τ_n zwischen den Einzelsignalen ist in der Abbildung 57 für verschiedene Signalabschnitte dargestellt. Oben in der Abbildung sieht man den Verlauf der 500 aufgenommenen Echosignale. Der in der Abbildung mit „1“ gekennzeichnete Laufzeitbereich beinhaltet eine sehr große Amplitude, die die Reflexion der Schallwellen am Übergang vom Piezoelement des Wandlers in die Vorlaufstrecke darstellt. Die kleinere Amplitude bei „2“ ist eine stationäre Reflexion innerhalb der Vorlaufstrecke. Die Amplitude bei „3“ ist besonders interessant, da sie die Reflexion beim Übergang vom Ende der Vorlaufstrecke in die Dispersion und damit den Anfang des für die Messung relevanten Laufzeitbereiches darstellt. Die Stellen „4“ und „5“ sind Laufzeitbereiche innerhalb der Dispersion.

Um die teils sehr kleinen temperaturabhängigen Laufzeitverschiebungen der Einzelsignale untereinander sichtbar zu machen, sind unter den kompletten Echosignalen pro Messreihe jeweils fünf Ausschnitte aus diesen Echosignalen an den Punkten „1“ bis „5“ von jeweils $0,5 \mu\text{s}$ Breite in horizontaler Richtung dargestellt. In diesen Signalausschnitten sind lediglich das Echosignal der ersten (grün), der zweihundertfünfzigsten (blau) und der fünfhundertsten (rot) Einzelmessung dargestellt.

Die Funktion des Messprogramms, mit der die Einzelmessungen in einem einstellbaren Laufzeitfenster nachträglich synchronisiert werden können, war für die in Abbildung 57 dargestellten Signale bewusst deaktiviert. Auf diese Weise wurden die Einzelsignale durch die Kreuzkorrelation mit ihrem jeweiligen Anregungssignal lediglich auf die erste große Reflexion vom Übergang der Schallwellen vom Piezoelement des Wandlers in die Vorlaufstrecke (Bereich „1“) synchronisiert. Die Laufzeitverschiebungen innerhalb der Vorlaufstrecke bleiben daher bestehen.

In den Signalausschnitten im Laufzeitbereich „1“ kann man den Synchronisationseffekt der Kreuzkorrelation dadurch erkennen, dass die Echosignale alle noch sehr gut übereinander liegen. Besonders bei der ersten Messreihe mit starker Temperaturänderung ($\Delta\theta=4,48 \text{ }^\circ\text{C}$) kann man im Bereich „2“ schon eine leichte Laufzeitverschiebung zwischen den Echosignalen feststellen, die sich im Bereich „3“ bereits sehr deutlich zeigt. An den kleiner werdenden Amplituden im Bereich „3“ kann man außerdem auch den Einfluss der Temperaturänderung auf die Dämpfung innerhalb der Vorlaufstrecke erkennen. In den Bereichen „4“ und „5“, die innerhalb des relevanten Laufzeitbereichs der Dispersion liegen, bleiben die Echosignale stark verschoben. Es ist zu erkennen, dass

die Laufzeitverschiebung umso größer ausfällt, je stärker sich die Temperatur während der Aufzeichnung der Einzelmessungen ändert.

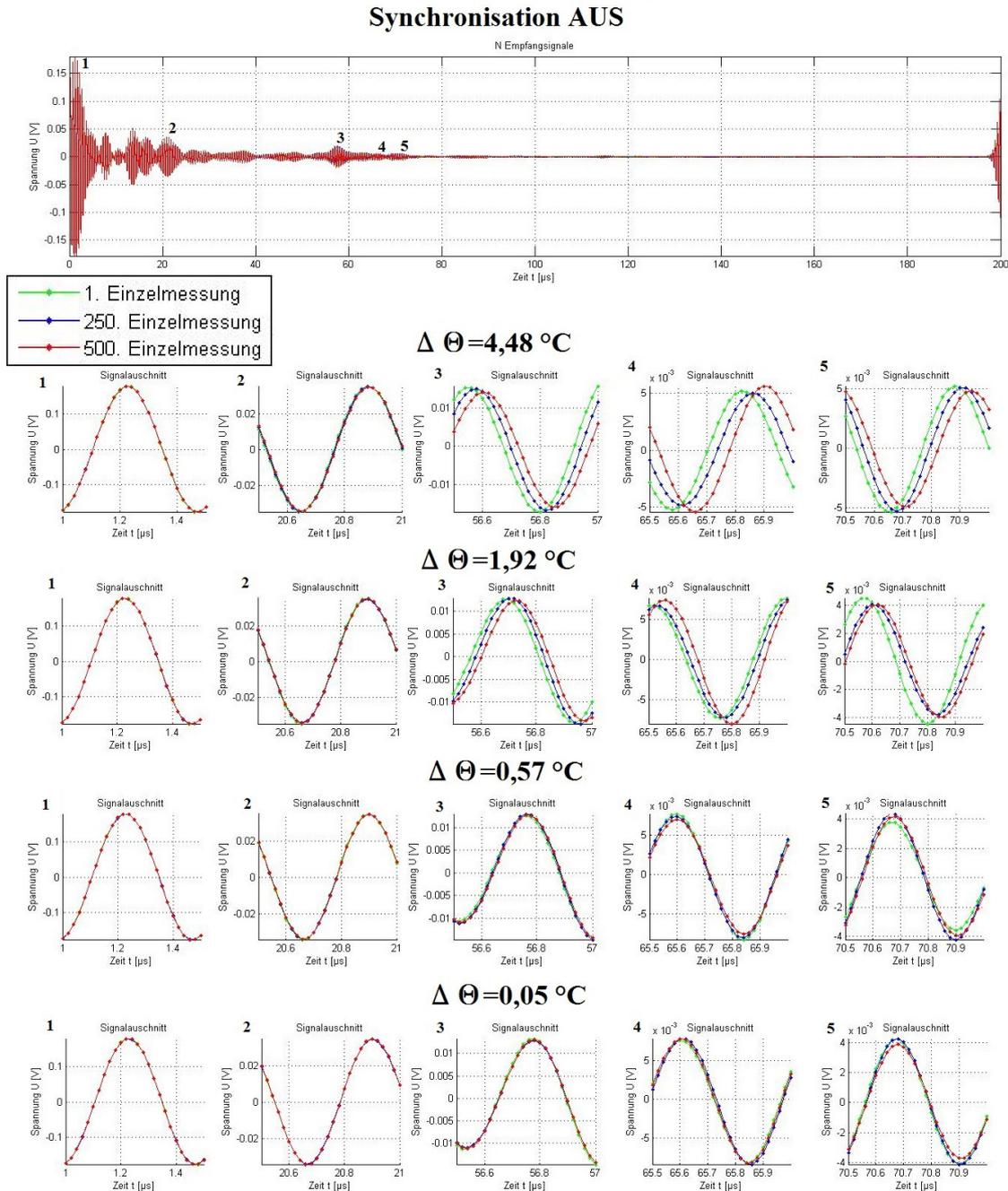


Abbildung 57: Darstellung des temperaturbedingten zeitlichen Versatzes der N Einzelmessungen anhand der ersten, zweihundertfünfzigsten und fünfhundertsten Einzelmessung bei deaktivierter Synchronisationsfunktion

Der aus den Signalauschnitten ermittelte zeitliche Versatz τ_n zwischen der ersten und der fünfhundertsten Einzelmessung ist in der Tabelle 3 angegeben. Da die Werte lediglich aus den in Matlab erstellten Kurven der Signalauschnitte abgelesen wurden und die Fehlereinflüsse der Sensoren sowie der Kurveninterpolation in Matlab nicht betrachtet wurden, erheben die in der Tabelle angegebenen Werte keinen Anspruch auf

Genauigkeit. Sie sollen lediglich der Orientierung dienen und die Tendenz der Änderungen aufzeigen, die bei den teilweise sehr eng beieinander liegenden Signalverläufen in den Abbildungen schwer zu erkennen ist.

Messreihe	Temperaturänderung $\Delta\theta$ [°C]	Zeitlicher Versatz τ_n zwischen Einzelmessung 1 und Einzelmessung 500 [ns] im				
		Bereich „1“	Bereich „2“	Bereich „3“	Bereich „4“	Bereich „5“
1	4,48	0,3	5,0	58,0	78,0	58,0
2	1,92	0,2	2,3	36,0	42,0	45,0
3	0,57	0,2	1,8	7,0	3,0	6,0
4	0,05	0,1	0,7	3,0	3,6	6,2

Tabelle 3: Zeitlicher Versatz zwischen der ersten und fünfhundertsten Einzelmessung der jeweiligen Messreihe aufgrund der Temperaturänderung während der Messungen. Die Auswertung erfolgte mit deaktivierter Synchronisationsfunktion.

Im Laufzeitbereich der Vorlaufstrecke (Bereiche „1“, „2“ und „3“) konnte nachgewiesen werden, dass sich die Laufzeitverschiebung mit kleiner werdender Temperaturänderung verringert. Im Laufzeitbereich der Dispersion (Bereiche „4“ und „5“) ist dieser Zusammenhang vor allem bei den Messreihen drei und vier nicht ganz so klar nachweisbar. Man muss dabei jedoch bedenken, dass sich die Echosignale in diesem Laufzeitbereich bereits aus den stationären Signalanteilen und den zufällig auftretenden Partikelreflexionen zusammensetzen.

Das die temperaturabhängige Laufzeitverschiebung eine Anhebung der Standardabweichung zur Folge hat, ist in Abbildung 58 zu erkennen. Man kann die Erhöhung der Standardabweichung an den drei stationären Reflexionen innerhalb der Vorlaufstrecke im Laufzeitbereich bei 20 μs erkennen. Besonders kritisch ist jedoch die starke Überhöhung der Standardabweichung im Bereich der Reflexion am Ende der Vorlaufstrecke im Laufzeitbereich bei 57 μs . Bei der ersten und zweiten Messreihe mit großer Temperaturänderung $\Delta\theta$ ist der Störeinfluss so groß, dass aus dem nachfolgenden, die Dispersion repräsentierenden Laufzeitbereich (60 bis 110 μs), keine sinnvollen Werte für die Parameter σ_{max} und β zur Charakterisierung der Dispersion ermittelt werden können. Die im Bild blau dargestellte Standardabweichungskurve der dritten Messreihe mit $\Delta\theta=0,57$ °C weist bereits die für die Dispersion charakteristische Form auf. Allerdings sieht man bei der Laufzeit von 63 sowie 69 ns noch eine kleine temperaturbedingte Erhöhung der Standardabweichung. Diese ungewollte Erhöhungen der

Standardabweichung heben die in Linearisierungsfunktion leicht an und verfälschen somit den Wert für den zeitlichen Abfall β . Selbst in der Standardabweichungskurve der vierten Messreihe mit einer sehr geringen Temperaturänderung von $\Delta\Theta=0,05^\circ\text{C}$ taucht die Überhöhung der Standardabweichung im Laufzeitbereich $63\ \mu\text{s}$ noch auf. Das liegt daran, dass die Amplituden der Echosignale an der Stelle der Reflexion am Ende der Vorlaufstrecke relativ groß sind. Durch die großen Steigungen der Echosignalverläufe an dieser Stelle wirken sich auch schon leichte Laufzeitverschiebungen zwischen den Echosignalen auf die Standardabweichung aus. Außerdem sieht man noch weitere kleine „Unebenheiten“ im Kurvenverlauf. Diese kleinen Störungen liegen in der Natur des statistischen Verfahrens und lassen sich kaum vermeiden. Solange die Amplituden der Störeinflüsse im relevanten Messbereich der Standardabweichungskurve nicht sehr viel größer sind, als die Amplitudenschwankungen im Grundrauschen, wird die Steigung der Linearisierungsfunktion aber kaum verfälscht und der zeitliche Abfall β kann ausreichend genau ermittelt werden.

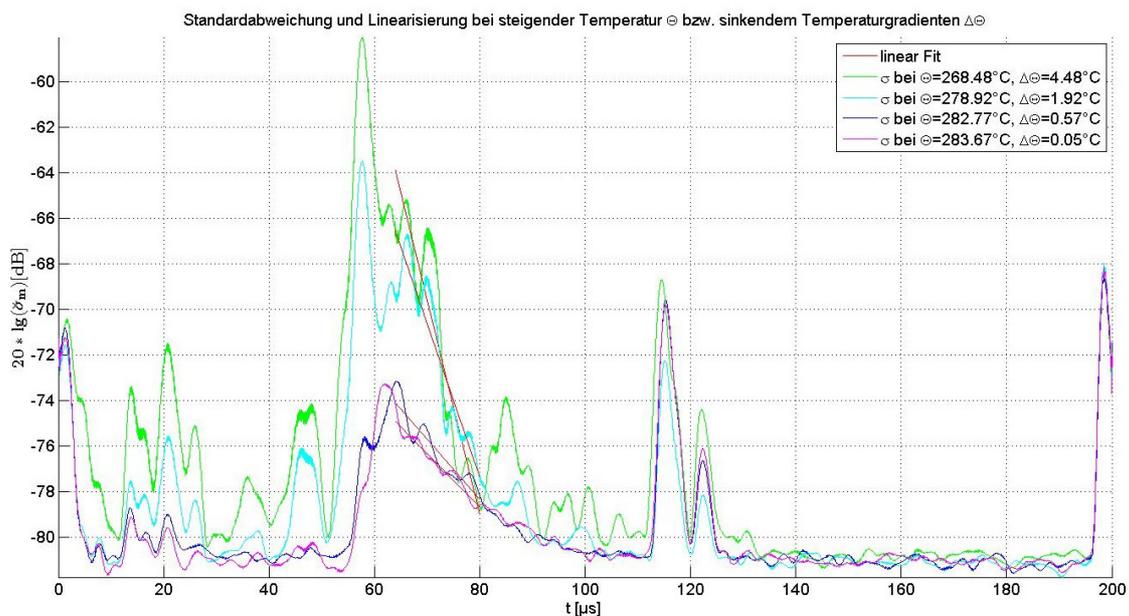


Abbildung 58: Standardabweichungskurven bei kleiner werdender Temperaturänderung $\Delta\Theta$ zwischen den Einzelmessungen bei deaktivierter Synchronisationsfunktion.

Eine Möglichkeit, die negativen Einflüsse des zeitlichen Versatzes der Einzelmessungen zu reduzieren, besteht in einer nachträglichen Synchronisation der N Echosignale. Da der gesamte Laufzeitbereich bis zur Reflexion am Ende der Vorlaufstrecke für die Charakterisierung der Dispersion nicht relevant ist, sollte der für die Synchronisationsfunktion genutzte Laufzeitbereich so nahe wie möglich an dieser Reflexion am Ende der Vorlaufstrecke liegen.

Bei den Echosignalen in Abbildung 59 wurde die Synchronisationsfunktion aktiviert.

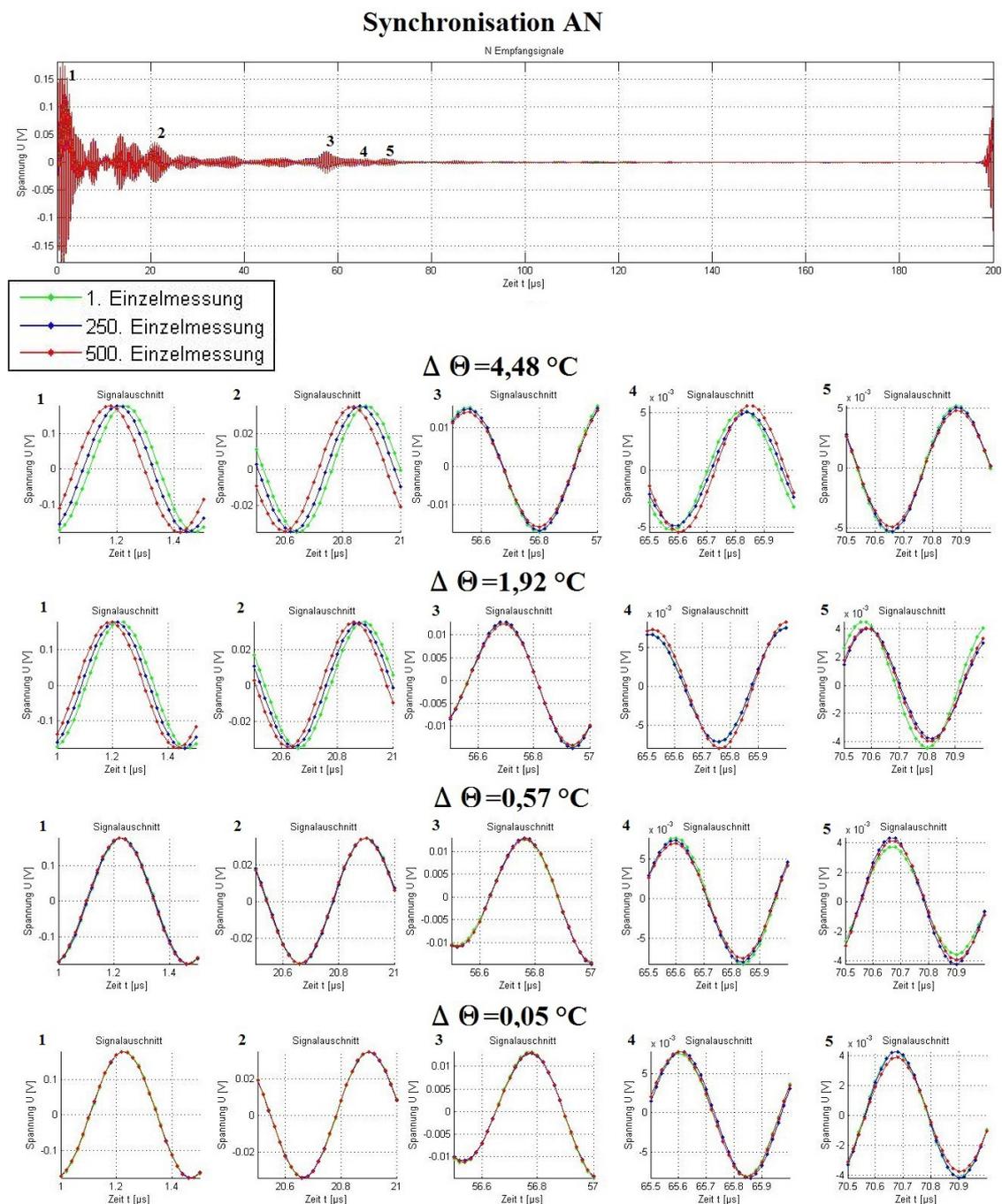


Abbildung 59: Darstellung des temperaturbedingten zeitlichen Versatzes der N Einzelmessungen anhand der ersten, zweihundertfünfzigsten und fünfhundertsten Einzelmessung bei aktivierter Synchronisation im Laufzeitbereich $56\text{--}57 \text{ } \mu\text{s}$

Dabei wurden die gleichen Rohdaten genutzt, die auch schon in Abbildung 57 dargestellt wurden. Der einzige Unterschied besteht darin, dass die Echosignale in Abbildung 59 durch die Synchronisationsfunktion des Signalverarbeitungsprogramms im Laufzeitbereich $56\text{ bis }57 \text{ } \mu\text{s}$ nachträglich synchronisiert wurden. Dieser Laufzeitbereich

umfasst die ersten Amplituden des stationären Reflexionssignals am Ende der Vorlaufstrecke (Bereich „3“).

Als Resultat dieser Synchronisation sieht man in Tabelle 4, dass der zeitliche Versatz τ_n nun in den Signalausschnitten im Bereich „3“ am geringsten ist. Da der Synchronisationspunkt nun viel näher am relevanten Laufzeitbereich liegt, ist der zeitliche Versatz in den Signalausschnitten der Bereiche „4“ und „5“ viel geringer, als in Abbildung 57. Der zeitliche Versatz im Laufzeitbereich der Vorlaufstrecke (0 bis 56 μs) ist durch die Synchronisation größer geworden. Das ist für die Messaufgabe jedoch nicht relevant.

Messreihe	Temperaturänderung $\Delta\theta$ [°C]	Zeitlicher Versatz τ_n zwischen Einzelmessung 1 und Einzelmessung 500 [ns] im:				
		Bereich „1“	Bereich „2“	Bereich „3“	Bereich „4“	Bereich „5“
1	4,48	50,0	30,0	1,3	25,0	3,3
2	1,92	38,0	32,0	1,4	4,0	10,0
3	0,57	5,0	3,5	2,0	5,0	4,2
4	0,05	2,0	1,5	1,2	1,4	6,0

Tabelle 4: Zeitlicher Versatz zwischen der ersten und fünfhundertsten Einzelmessung der jeweiligen Messreihe aufgrund der Temperaturänderung während der Messungen. Die Auswertung erfolgte mit aktivierter Synchronisationsfunktion.

Vergleicht man Standardabweichungskurven in Abbildung 60 mit denen aus der Abbildung 58, sieht man den positiven Effekt der nachträglichen Synchronisation. Bei den Standardabweichungskurven der ersten und zweiten Messreihe sind die großen Amplituden der Störeinflüsse im Laufzeitbereich um 60 μs weitestgehend unterdrückt. Bei der dritten und vierten Messreihe sind die leichten Erhöhungen im Laufzeitbereich 63 μs reduziert, was den Anpassungsfehler der Linearisierungsfunktion verbessert. Die Standardabweichungskurven der ersten beiden Messreihen mit Temperaturänderungen von mehreren Grad Celsius sind allerdings trotzdem noch schwer auszuwerten, da schon bald nach dem synchronisierten Laufzeitbereich wieder ein zeitlicher Versatz zwischen den Einzelsignalen entsteht, der die jeweilige Standardabweichungskurve anhebt.

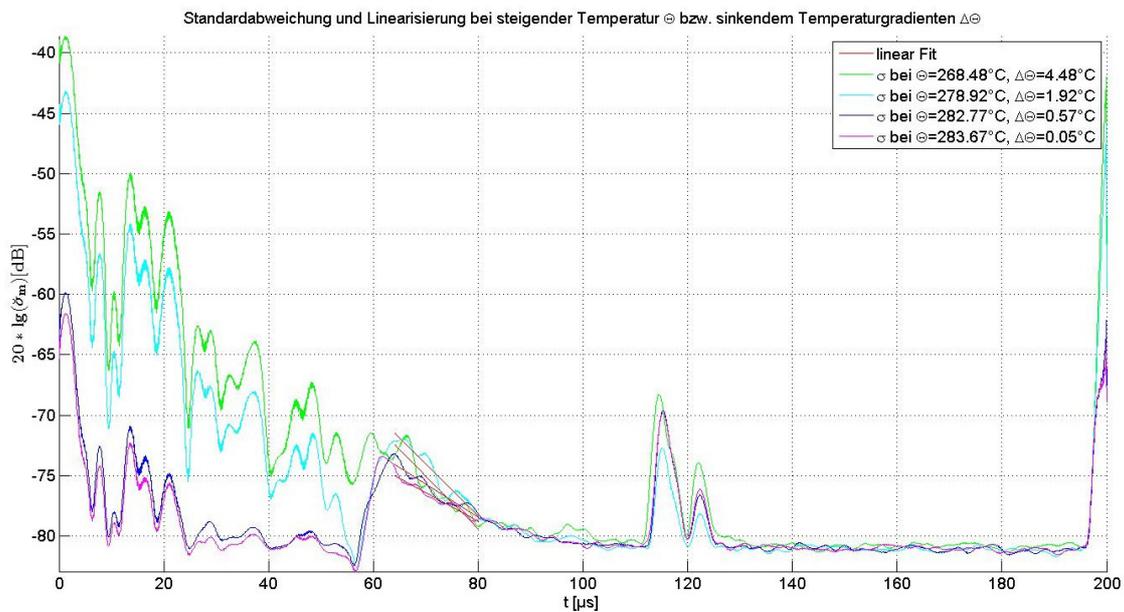


Abbildung 60: Standardabweichungskurven bei kleiner werdender Temperaturänderung $\Delta\Theta$ zwischen den Einzelmessungen bei aktivierter Synchronisationsfunktion

Zu starke Temperaturänderungen können also auch die nachträgliche Synchronisation nicht kompensieren. Bei unserem Versuchsextruder liegen die Temperaturschwankungen nach Erreichen der Betriebstemperatur glücklicherweise bei maximal einem Grad Celsius. In großen Industrieextrudern kann die Temperatur allerdings durchaus um mehrere Grad Celsius schwanken, was bei diesem Messverfahren als problematisch zu werten ist. Wenn man es schafft die Ultraschallsonde so zu optimieren, dass kaum noch stationäre Signalanteile im relevanten Messbereich vorhanden sind, hat der zeitliche Versatz der Echosignale untereinander nur noch einen geringen Einfluss auf die Standardabweichung, da es keine größeren Steigungen in den Echosignalverläufen gibt.

In der Übersicht der aus den Standardabweichungskurven ermittelten Parameter in Abbildung 61 erkennt man den positiven Effekt der nachträglichen Synchronisation der einzelnen Echosignale. Die Werte für die maximale Standardabweichung σ_{max} und dem zeitlichen Abfall β sind auch bei großen Temperaturänderungen $\Delta\Theta$ den aus der optimalen Standardabweichungskurve bei sehr kleiner Temperaturänderung noch recht ähnlich. Auch der Anpassungsfehler der Linearisierungsfunktion ist entsprechend kleiner.

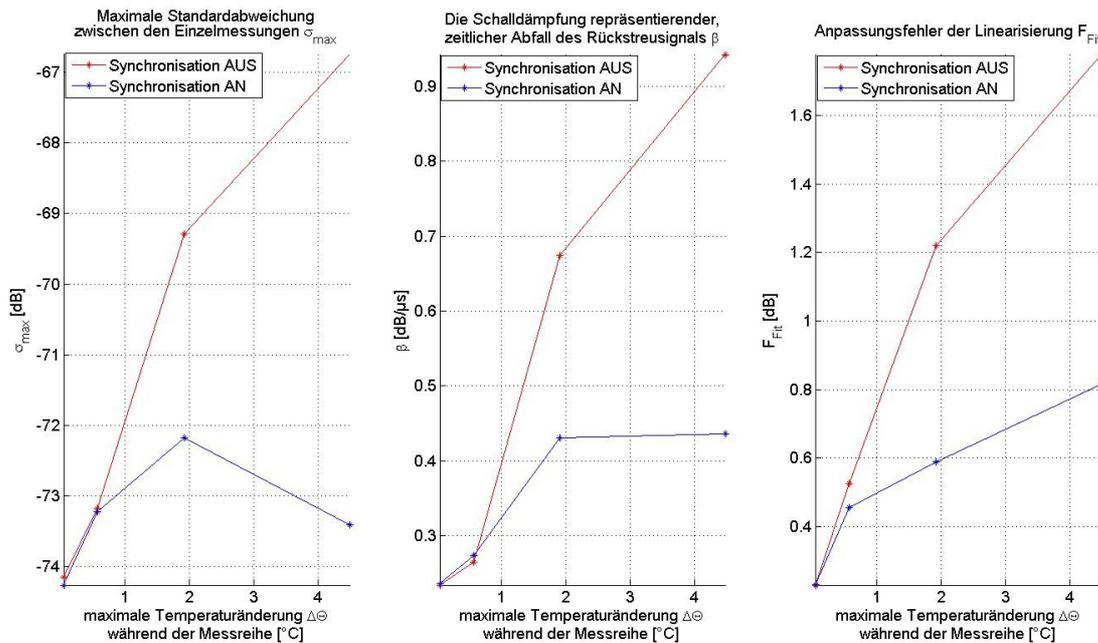


Abbildung 61: Einfluss der Temperaturänderung $\Delta\Theta$ während der Aufzeichnung der Einzelmessungen auf die ermittelten Parameter maximale Standardabweichung σ_{max} (links) und zeitlicher Abfall β (Mitte) sowie der Anpassungsfehler F_{Fit} (rechts) bei aktivierter (blau) und deaktivierter (rot) Synchronisationsfunktion.

4.5.3. Fazit

In dem Experiment konnte ein temperaturabhängiger zeitlicher Versatz τ_n zwischen den N Einzelsignalen nachgewiesen werden. Die Laufzeitverschiebung zwischen den Einzelsignalen ist umso größer, je stärker sich die Temperatur während der Aufzeichnung einer Messreihe ändert. Für Temperaturänderungen $\Delta\Theta \leq 0,57^\circ C$ traten Laufzeitverschiebungen in der Größenordnung kleiner 10 ns auf. Bei einer Temperaturänderung von $\Delta\Theta = 4,48^\circ C$ war der zeitliche Versatz mit bis zu 78 ns schon deutlich größer. Die Messreihen, in denen die Temperaturänderung bei $\Delta\Theta = 1,92^\circ C$ bzw. $\Delta\Theta = 4,48^\circ C$ lag, waren mit dem statistischen Verfahren ohne nachträgliche Synchronisation der Signale auf die Reflexion am Ende der Vorlaufstrecke nicht mehr sinnvoll auswertbar. Bei aktivierter Synchronisationsfunktion konnten diese Messreihen zwar ausgewertet werden, aufgrund der in den Standardabweichungskurven verbliebenen Störeinflüsse war der ermittelte zeitliche Abfall β , verglichen mit der Messung bei stabiler Temperatur, allerdings um ca. 0,2 dB/ μ s zu hoch.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass das statistische Messverfahren in seiner jetzigen Form schon bei Temperaturschwankungen von wenigen Grad Celsius nicht mehr zuverlässig angewendet werden kann. Temperaturschwankungen bis 0,5 °C verkraftet

das Messverfahren hingegen. Durch die nachträgliche Synchronisation der Einzelsignale kann die „Qualität“ der Standardabweichungskurve und damit auch die Genauigkeit der aus der Kurve ermittelten Parameter σ_{max} und β wesentlich verbessert werden. Bei aktivierter Synchronisationsfunktion reduzierte sich die Abweichung der maximalen Standardabweichung σ_{max} vom Wert der bei der Messreihe mit der geringsten Temperaturänderung gemessen wurde um 71,8 %. Die Abweichung der ermittelten zeitlichen Abfälle β reduzierte sich bei aktivierter Synchronisationsfunktion um 71,1 %. Auch der Anpassungsfehler F_{Fit} verbesserte sich um 62,2 %.

Weiteres Verbesserungspotential besteht in der Entwicklung einer neuen Vorlaufstrecke für die Ultraschallsonde, bei der weniger bzw. möglichst gar keine stationären Signalanteile mehr im für die Messaufgabe relevanten Laufzeitbereich vorhanden sind. Das würde die Empfindlichkeit des Messverfahren gegenüber Temperaturschwankungen verringern.

4.6. Anpassung des Anregungssignals an die Ultraschallsonde

4.6.1. Beschreibung des Experiments und der Geräteeinstellungen

Die Art, Form und Frequenz des Anregungssignals hat einen großen Einfluss auf die Qualität der mit der 2-MHz-Inoson-Sonde empfangenen Echosignale. Die Zielsetzung der nachfolgenden Experimente war daher eine für die 2-MHz-Inoson-Sonde optimale Einstellung des Anregungssignals zu finden. Dabei wurde die Ortsauflösung der Reflexionssignale, die allgemeine Form der Reflexionssignale am Vorlaufstreckenende sowie der Effektivität der Umsetzung von elektrischer Energie in Schallenergie durch den Ultraschallwandler berücksichtigt.

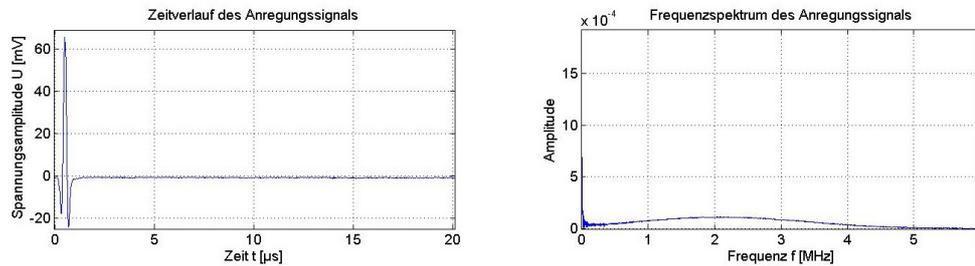
Wie unter Abschnitt 2.5. bereits erwähnt, wird im Rahmen dieser Arbeit ein gaußmodulierter Sinusburst als Anregungssignal verwendet. Bei dieser Signalform wird die Amplitude eines Sinussignals der Frequenz f_0 mit einem Gauß-Fenster modelliert. Dadurch kann ein Anregungssignal mit einer bestimmten Bandbreite B um die Mittenfrequenz f_c erzeugt werden, wobei die Mittenfrequenz der Frequenz des Sinussignals im Gauß-Fenster entspricht. Die Frequenzbandbreite des Anregungssignals B wird über die zeitliche „Breite“ des Gauß-Fensters beeinflusst (siehe Tabelle 5 und Abbildung 62).

Bezeichnung des Anregungssignals	Einstellungen im Signalgeneratorprogramm			gemessene Signaleigenschaften (am Verstärkereingang)	
	Sinusfrequenz im Gauß-Fenster [MHz]	Sinus-Perioden innerhalb des Gauß-Fensters	Amplitude U_{sp} [mV]	Zeitliche „Breite“ des Gauß-Fensters [μ s]	Frequenzbandbreite des Anregungssignals [MHz]
Anregungssignal 1	2,1	1	250	0,8	3
Anregungssignal 2	2,1	3	200	2,4	2,6
Anregungssignal 3	2,1	10	200	8	0,8
Anregungssignal 4	2,1	20	200	16	0,4

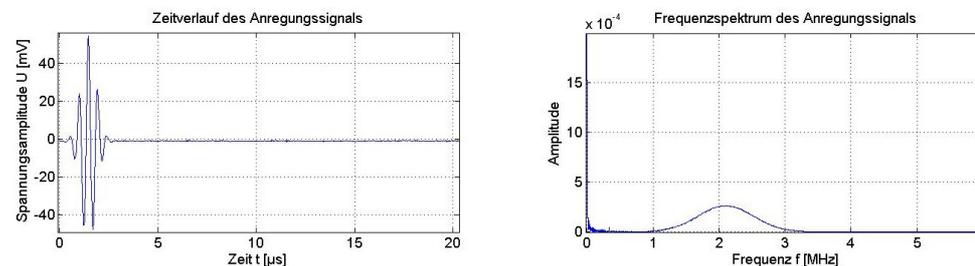
Tabelle 5: Eigenschaften der verwendeten Anregungssignale

Die Amplitude des impulsartigen Anregungssignal 1 wurde um 50 mV höher eingestellt, als die der restlichen Anregungssignale. Das war notwendig, um bei dieser zeitlich sehr „schmalen“ Signalform noch auswertbare Reflexionssignale zu erhalten.

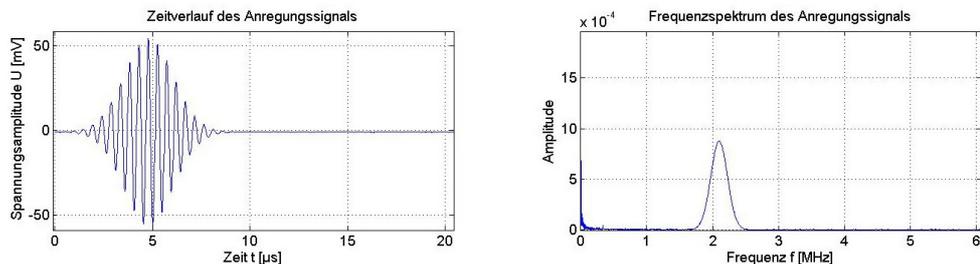
Anregungssignal 1:
(Einstellungen im Signalgeneratorprogramm: gaußmodulierter Sinusburst; Gauß-Fenster-Breite = 1 Periode; $f=2,1$ MHz; Amplitude = 250 mV)



Anregungssignal 2:
(Einstellungen im Signalgeneratorprogramm: gaußmodulierter Sinusburst; Gauß-Fenster-Breite = 3 Periode; $f=2,1$ MHz; Amplitude = 200 mV)



Anregungssignal 3:
(Einstellungen im Signalgeneratorprogramm: gaußmodulierter Sinusburst; Gauß-Fenster-Breite = 10 Periode; $f=2,1$ MHz; Amplitude = 200 mV)



Anregungssignal 4:
(Einstellungen im Signalgeneratorprogramm: gaußmodulierter Sinusburst; Gauß-Fenster-Breite = 20 Periode; $f=2,1$ MHz; Amplitude = 200 mV)

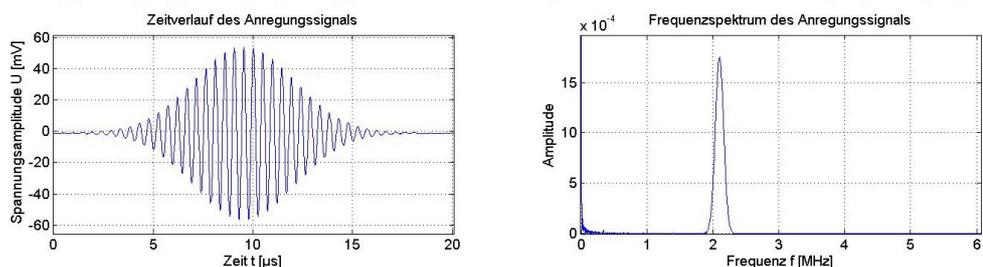


Abbildung 62: Im Versuch verwendete Anregungssignale (gemessen vor dem Leistungsverstärker), links ist der Zeitverlauf und rechts das zum Signal gehörige Frequenzspektrum dargestellt.

Je zeitlich „schmäler“ der gaußmodulierte Sinusburst ist, desto größer ist dessen Bandbreite im Frequenzbereich und desto kleiner sind die durch das Anregungssignal erzeugten Signalamplituden. Die Signalamplituden sind im Vergleich zu zeitlich „breiten“ gaußmodulierten Sinusbursts kleiner, weil sich die Energie des Anregungssignals auf

einen breiteren Frequenzbereich verteilt. Das spektrale Übertragungsverhalten des Piezokeramischen Wandlerelements hat dabei einen entscheidenden Einfluss auf die Form (An- und Abschwingen) und die Amplitude des gesendeten Drucksignals. Zeitlich „schmale“ Anregungssignale haben den Vorteil, dass sie eine bessere Ortsauflösung ermöglichen, ohne das Reflexionssignale zeitlich interferieren.

In Abbildung 62 kann man erkennen, dass die eingestellte maximale Spannungsamplitude U_{sp} nicht der am Ausgang der Signalgeneratorkarte gemessenen Spannung entspricht. Ursache hierfür ist, dass der Koaxial-Ausgang der Signalgeneratorkarte auf Masse bezogen ist, während das im Signalgeneratorprogramm erzeugte Anregungssignal von einem „floating Signal“ ausgeht. Die im Signalgeneratorprogramm eingestellte Amplitude wird daher theoretisch halbiert. Praktisch ist die Amplitude noch ein wenig kleiner, da der Eingangswiderstand des Verstärkers nicht exakt 50 Ohm beträgt. Der Hersteller des Verstärkers gibt eine minimale Leistungsverstärkung von 53 dB bei 200 Watt Verstärkerleistung an. Messungen am mit der 2-MHz-Inoson-Sonde belasteten Verstärker zeigten, dass zeitlich „schmale“ gaußmodulierte Sinusbursts eine größere Spannungsverstärkung erfahren, als zeitlich „breite“ gaußmodulierte Sinusbursts. So lag der Spannungsverstärkungsfaktor für einen gaußmodulierten Sinusburst mit drei Amplituden innerhalb des Gauß-Fensters im Bereich 820 bis 880, was einer Leistungsverstärkung zwischen 58,3 bis 59 dB entspricht. Beim zehn Sinusamplituden umfassenden gaußmodulierten Sinusburst lag der Spannungsverstärkungsfaktor nur noch im Bereich 625 bis 685, was einer Leistungsverstärkung von 55,9 bis 56,7 dB entspricht. Die Abbildung 63 soll dabei helfen, die am Piezoelement der 2-MHz-Inoson-Sonde anliegende Spitze-Spitze-Spannung am Verstärkerausgang abzuschätzen.

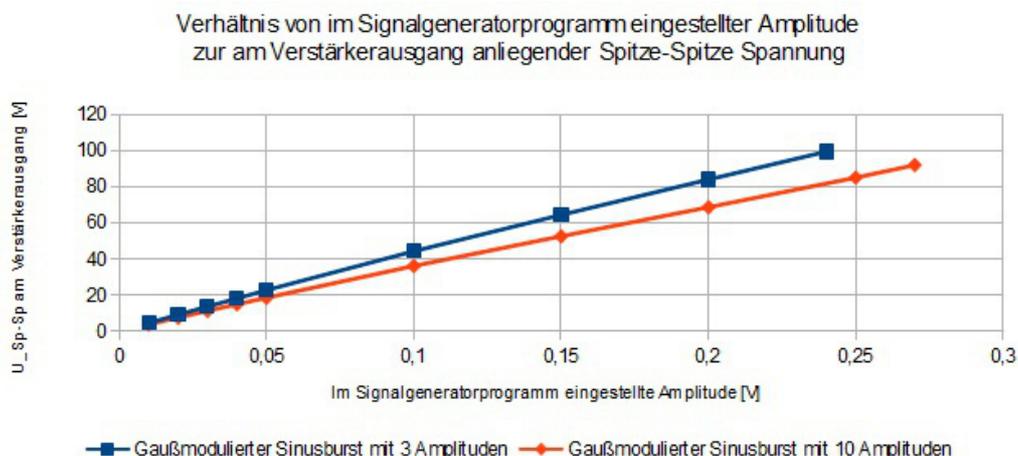


Abbildung 63: Verhältnis vom im Signalgeneratorprogramm eingestellter Spannungsamplitude zur Spitze-Spitze-Spannung am Ausgang des mit der 2-MHz-Inoson-Sonde belastetem Verstärkers des Typs AR KAA2030 200 Watt

Die Höhe der am Piezoelement anliegenden Spannung ist einzig für die Einhaltung der Spannungsfestigkeit bzw. der maximalen thermischen Belastung der Ultraschallsonde interessant. Das Verhältnis der Spannungsamplituden einer stationären Reflexion zu den Spannungsamplituden, die die Partikelreflexionen erzeugen, ist dagegen unabhängig von der Amplitude des Anregungssignals. Für die Funktion des Messverfahrens muss lediglich sichergestellt sein, dass die von den Partikeln reflektierten Schallwellen im Wandler Spannungsamplituden erzeugen, die größer sind als das Grundrauschen.

Um das Anregungssignal optimal einzustellen, muss die Bandbreite des gaußmodulierten Sinusbursts an den für den Wandler optimierten Frequenzbereich angepasst werden. Dabei muss darauf geachtet werden, dass weder die maximale Anregespannung U_{max} noch die maximale Verlustleistung P_{Diss} des Piezoelementes überschritten wird. Die Verlustleistung des Piezoelementes hängt von der in das System eingebrachten Energie ab. Sie lässt sich verringern, indem man ein zeitlich „schmaleres“ Gauß-Fenster verwendet, die Spannungsamplitude oder die in der Abbildung 64 dargestellte Wiederholrate des Sinusbursts t_r senkt. Die Breite des Gauß-Fensters hängt sowohl von der Frequenz des Sinussignals f_0 als auch von der Anzahl der Perioden innerhalb des Gauß-Fensters N_p ab.

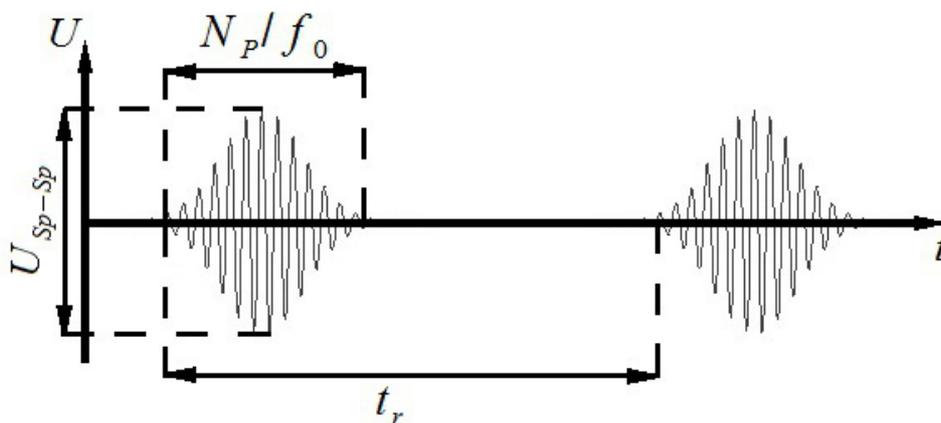


Abbildung 64: Schema der Anregung mit einem gaußmodulierten Sinusburst

Um die Bandbreite des Anregungssignals an den Arbeitsbereich des Wandlers anpassen zu können, muss zunächst das Frequenzspektrum der 2-MHz-Inoson-Sonde ermittelt werden. Die 2-MHz-Inoson-Sonde besteht aus zwei Piezoelementen (Sende- und Empfangselement) sowie der Vorlaufstrecke.

Die Sonde entspricht daher dem in Abbildung 65 dargestellten „Zweitor-System“, dessen Vorwärts-Transmissionsfaktor S_{21} mit Hilfe eines Netzwerkanalysators ermittelt wurde.

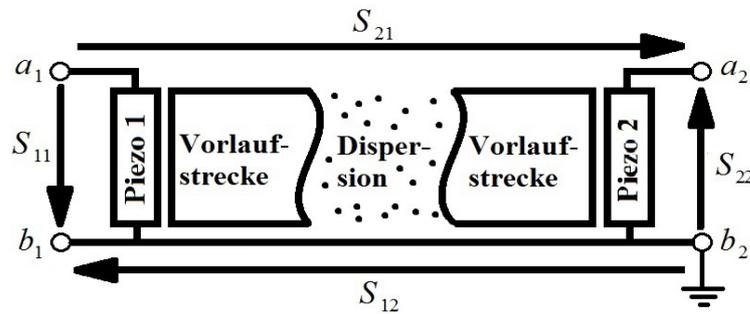


Abbildung 65: Darstellung der 2-MHz-Inoson-Sonde mit Vorlaufstrecke als Zweitorsystem mit angegebenen Streuparametern

Das aus dieser Messung resultierende Frequenzspektrum der 2-MHz-Inoson-Sonde ist in Abbildung 66 dargestellt.

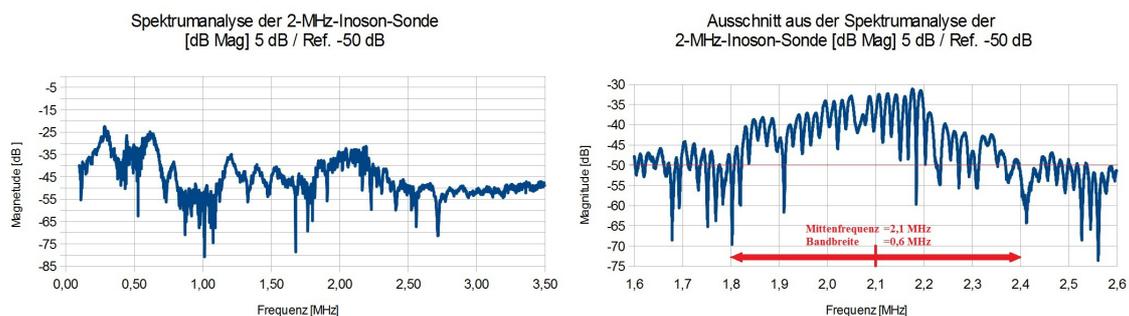


Abbildung 66: Vorwärts-Transmissionsfaktor (vom rotem zum blauem Sondenanschluss) der 2-MHz-Inoson-Sonde mit Vorlaufstrecke (links Spektrum von 100 kHz bis 3,5 MHz; rechts Ausschnitt von 1,6 MHz bis 2,6 MHz)

Vergleicht man die Übertragungsfunktion mit den Spektren der unterschiedlich „breiten“ Anregungssignale in Abbildung 62, ist ein Signal zwischen 10 und 20 Amplituden innerhalb des Gauß-Fensters energetisch am effektivsten, da die Bandbreite des Anregungssignals dann ungefähr der Bandbreite der 2-MHz-Inoson-Sonde entspricht. Allerdings wurde in den Versuchen unter Abschnitt 4.1.5. festgestellt, dass ein gaußmodulierter Sinusburst dieser Breite die Ortsauflösung der Reflexionsstellen bereits schwierig macht. Bei breitbandigen Ultraschallsonden ist daher ein zeitlich „schmales“ bzw. impulsförmiges Anregungssignal zu bevorzugen, um die Bandbreite der Ultraschallsonde voll auszunutzen. Es muss daher ein guter Kompromiss aus Effektivität der Energieumsetzung in Schallwellen und damit auch der thermischen Belastung der Ultraschallsonde sowie der Ortsauflösung an den Reflexionsstellen und der Frequenzbandbreite des Anregungssignals gefunden werden.

Zur Verifizierung wurden zwei Experimente durchgeführt. Im ersten Telexperiment wurde die Ortsauflösung der Reflexion am Ende der Vorlaufstrecke untersucht. Da hier nur die stationären Reflexionen am Ende der Vorlaufstrecke interessant sind, wurde das Ende der Vorlaufstrecke der 2-MHz-Inoson-Sonde bis zur Oberkante des Gewindes in destilliertes Wasser getaucht. Anschließend wurde die Form der Reflexion am Ende der Vorlaufstrecke unter Verwendung der in Abbildung 62 dargestellten Anregungssignale untersucht. Die parallel mit dem Oszilloskop durchgeführte Messung des Anregungssignals am Verstärkerausgang erlaubte dabei Rückschlüsse auf die jeweilige Nachschwingzeit des zum Schwingen angeregten Piezoelements. Bei der Auswertung der Messungen wurden außerdem zu jeder Messung noch zwei verschiedene Filtereinstellungen untersucht. In der ersten Einstellung wurde die Filterbandbreite B_F des Bandpasses auf 0,6 MHz eingestellt, welche dem Arbeitsbereich der 2-MHz-Inoson-Sonde entspricht (siehe Abbildung 66). In der zweiten Einstellung wurde die Filterbandbreite an die Bandbreite des jeweiligen Anregungssignals angepasst. Zum Beispiel wurde die Bandbreite des Filters beim Anregungssignal 2 auf 2,6 MHz eingestellt (siehe Tabelle 5).

Im zweiten Telexperiment wurde untersucht, wie gut die 2-MHz-Inoson-Sonde die im vorab ausgewählten Anregungssignal enthaltenen Frequenzanteile in Schallwellen umsetzen und mit den Echosignalen wieder empfangen kann. Der Hintergrund hierfür ist, dass eine zukünftige Messaufgabe darin bestehen wird die Empfangssignale schmalbandig zu filtern und unter Ausnutzung der frequenzabhängigkeit der dimensionslosen Wellenzahl ka die in der Dispersion vorhandenen Partikelgrößenklassen zu ermitteln.

Um Amplituden der Partikelreflexionen bei verschiedenen Mittenfrequenzen der Filterfunktion beobachten zu können, wurde dieses Experiment in einer Dispersion aus destilliertem Wasser mit einem Masseanteil von 10 Prozent sphärischer Glaspartikel der Probe 2227 durchgeführt. Die mit der 2-MHz-Inoson-Sonde gemessenen Rückstreusignale wurden über die Filterfunktion mit einer Bandbreite von $B_F=0,2\text{ MHz}$ schmalbandig gefiltert. Dabei wurde die Filtermittenfrequenz f_F von 1,6 MHz in 0,2 MHz Schritten bis auf 2,6 MHz erhöht.

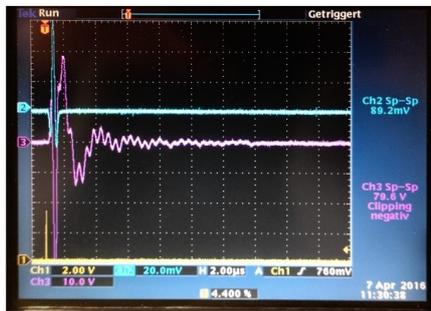
4.6.2. Ergebnisse

4.6.2.1. Einfluss des Anregungssignals auf die Ortsauflösung

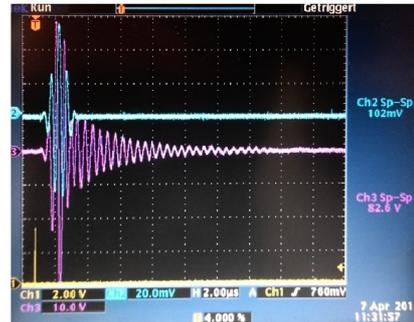
Die Schärfe, mit denen sich die stationären Reflexionen in den Echosignalen abbilden, ist nicht nur von der zeitlichen „Breite“ des Anregungssignals abhängig. Zusätzlich spielt auch das An- und Abschwingverhalten des Piezoelements eine entscheidende Rolle. Bei den ersten Versuchen in destilliertem Wasser unter Abschnitt 4.1. wurde ein zeitlich „breiteres“ Anregungssignal verwendet als in den Versuchen in Extruder unter Abschnitt 4.2.. Trotzdem stellte sich die Reflexion am Ende der Vorlaufstrecke nicht merklich schärfer dar (vergleiche Abbildung 32 mit Abbildung 43). Das legt den Schluss nahe, dass die in der 2-MHz-Inoson-Sonde verbauten Piezoelemente nur gering gedämpft sind und deshalb lange nachschwingen. Um diesen Rückschluss zu überprüfen, wurden die Spannungsverläufe am Eingang und am Ausgang des Verstärkers mit Hilfe des Oszilloskops gemessen. Das Nachschwingen des anregenden Piezoelements erzeugt eine Spannung, die auf den Eingang des Verstärkers zurück gekoppelt wird. Die Nachschwingzeit entspricht dabei der Laufzeit in der noch Spannungsamplituden am Verstärkerausgang messbar sind, nachdem keine Anregespannung mehr am Verstärkereingang anlag.

Die Abbildungen 68 und 69 zeigen die gemessenen Spannungsverläufe der Eingangsspannung (türkis) und Ausgangsspannung (rosa) am Verstärker.

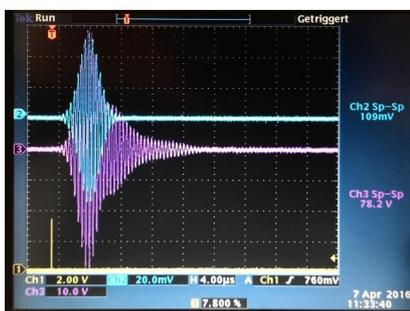
gaußmodulierter Sinusburst; Amplitude=250 mV; 1 Periode; f=2,1 MHz



gaußmodulierter Sinusburst; Amplitude=200 mV; 3 Perioden; f=2,1 MHz



gaußmodulierter Sinusburst; Amplitude=200 mV; 10 Perioden; f=2,1 MHz



gaußmodulierter Sinusburst; Amplitude=200 mV; 20 Perioden; f=2,1 MHz

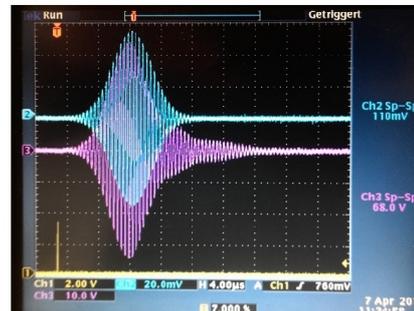
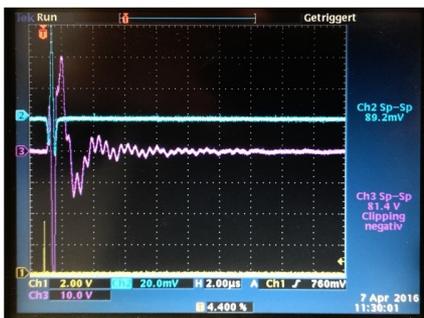
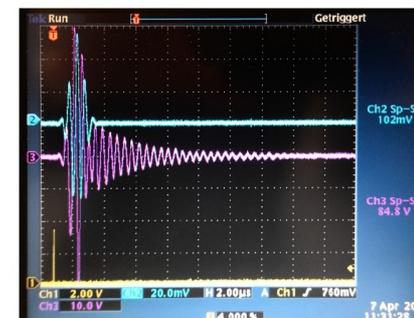


Abbildung 67: Anregungssignale gemessen am Eingang (türkis) und am Ausgang (rosa) des Verstärkers. Die Frequenz des gaußgefensterten Sinusbursts betrug 2,1 MHz.

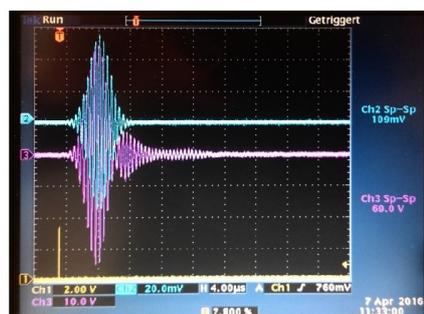
gaußmodulierter Sinusburst; Amplitude=250 mV; 1 Periode; f=2 MHz



gaußmodulierter Sinusburst; Amplitude=200 mV; 3 Perioden; f=2 MHz



gaußmodulierter Sinusburst; Amplitude=200 mV; 10 Perioden; f=2 MHz



gaußmodulierter Sinusburst; Amplitude=200 mV; 20 Perioden; f=2 MHz



Abbildung 68: Anregungssignale gemessen am Eingang (türkis) und am Ausgang (rosa) des Verstärkers. Die Frequenz des gaußgefensterten Sinusbursts betrug 2,0 MHz.

Das Nachschwingen des Piezoelements ist besonders gut an den Spannungsverläufen der Anregungssignale mit drei und zehn Perioden innerhalb des Gauß-Fensters zu erkennen. Eine Erhöhung der Amplituden des Anregungssignals hatte keinen Einfluss auf die zeitliche Länge des Nachschwingens. Es wurden dadurch lediglich die durch das Nachschwingen des Piezoelements erzeugten Spannungsamplituden angehoben. Außerdem ist erkennbar, dass die durch das Nachschwingen erzeugten Spannungsamplituden nicht nur von den Spannungsamplituden des Anregungssignals, sondern auch von der Frequenz abhängig ist, mit der das Piezoelement angeregt wird. Dabei schwingt das Piezoelement um so stärker nach, je ähnlicher die Anregungsfrequenz der Eigenresonanzfrequenz des Piezoelements ($f_e = 2,2 \text{ MHz}$) ist. Die Messungen in Abbildung 68 zeigen, dass der Einfluss der Frequenz des Anregungssignals auf das Nachschwingverhalten des Piezoelements bei sehr kurzzeitigen Anregungen weniger stark ausgeprägt ist. Die Zeit, die das Piezoelement nachschwingt, beträgt laut den Messungen unabhängig von der „Breite“ des Anregungssignals zwischen 10 und 12 μs . Diese recht lange Nachschwingzeit ist für die Messaufgabe ungünstig, da dadurch unerwünschte stationäre Signalanteile innerhalb des Messbereichs entstehen. Um die Nachschwingzeit zu verringern, müsste man den Wandler konstruktiv stärker bedämpfen, was als positiven Nebeneffekt auch eine Erhöhung der Wandlerbandbreite zur Folge hätte. Allerdings geht eine stärkere Bedämpfung des Wandlers auch immer mit schwächeren Signalamplituden einher, was bei den ohnehin sehr schwachen Partikelreflexionen zu einem zu kleinen Signal-Rausch-Abstand führen könnte.

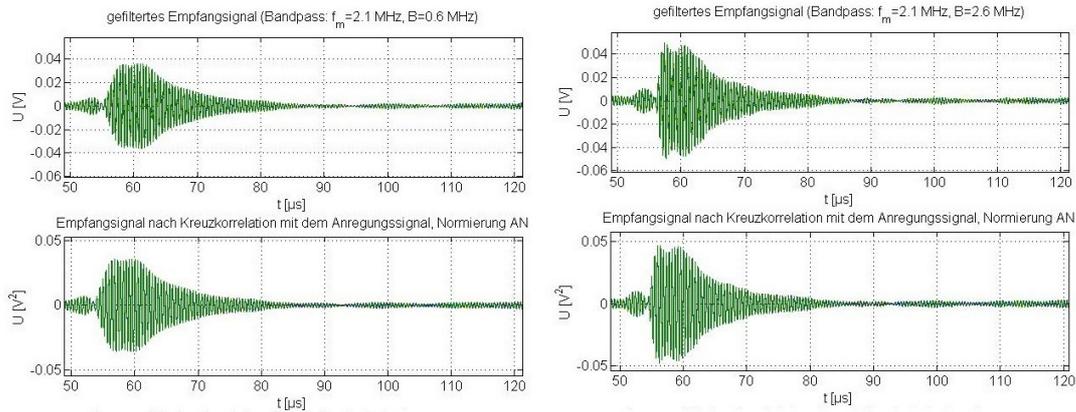
Wegen der Schmalbandigkeit der 2-MHz-Inoson-Sonde erzielen die Anregungssignale mit zehn bzw. zwanzig Perioden im Gauß-Fenster die größten Amplitudenausschläge. Außerdem kann das Piezoelement mit diesen Anregungssignalen auch in Frequenzen angeregt werden, die von der Resonanzfrequenz des Wandlers (2,2 MHz) abweichen. Das führt allerdings zu frequenzabhängigen Nachschwingungsverläufen, wie ein Vergleich der Abbildungen 67 und 68 zeigt. Diese Frequenzabhängigkeit der Nachschwingungen ist ungünstig, da sie unter Umständen zu relativ großen Nachschwingungsamplituden und zu einem unregelmäßigen Abklingen der Nachschwingungen führt.

Sobald eine breitbandige Ultraschallsonde vorliegt, sollten bei dem Messverfahren tendenziell eher breitbandige Anregungssignale verwendet werden, um mit einer Messung ein möglichst großes Spektrum an Partikelgrößen erfassen zu können. Das Anregungssignal mit drei Perioden im Gauß-Fenster hat laut Abbildung 68 den Vorteil, dass sich die Form der durch das Abschwingen erzeugten Spannungsamplituden bei einer Änderung

der anregenden Sinusfrequenz kaum ändert. Außerdem klingen die Amplituden der Nachschwingungen bei einer breitbandigen, nachträglichen Filterung gleichmäßig ab. Wenn Laufzeitverschiebungen zwischen den Einzelsignalen auftreten, hilft dieses gleichmäßige Abklingen dabei „Störpeaks“ an nur bestimmten Stellen der Standardabweichungskurve zu vermeiden. Stattdessen würde eher der gesamte Laufzeitbereich der Standardabweichungskurve, in denen die Nachschwingungen liegen, leicht angehoben werden.

Aufgrund dieser Überlegungen wird für den zweiten Teil des Experimentes als Anregungssignal ein gaußmodulierter Sinusburst mit drei Perioden innerhalb des Gauß-Fensers (Anregungssignalform 2) verwendet. Die Ergebnisse der Messungen sind in der Abbildung 69 dargestellt. Bei den Messungen wurde die Frequenz des Anregungssignals einmal auf 2,1 MHz und einmal auf 2,0 MHz eingestellt um die Form der Reflexionssignale und deren Frequenzabhängigkeit zu untersuchen. Die Reflexionssignale wurden nachträglich über einen Bandpass gefiltert. Die Filtermittenfrequenz f_F entspricht dabei der Frequenz des jeweiligen Anregungssignals. Die Filterbandbreite wurde auf der linken Seite so angepasst, dass sie mit 0,6 MHz dem Arbeitsbereich der 2-MHz-Inoson-Sonde entspricht. Bei den Signalen auf der rechten Seite wurde die Filterbandbreite auf 2,4 MHz eingestellt, so dass alle durch das Anregungssignal angeregten Frequenzanteile im Empfangssignal enthalten sind. Unter dem gefilterten Reflexionssignal ist jeweils auch die aus der Kreuzkorrelation von Anregungs- und Empfangssignal entstehende Signalform zu sehen.

Anregungssignal: gaußmodulierter Sinusburst mit drei Sinus-Perioden innerhalb des Gauß-Fensters bei einer Frequenz von $f=2,1$ MHz



Anregungssignal: gaußmodulierter Sinusburst mit drei Sinus-Perioden innerhalb des Gauß-Fensters bei einer Frequenz von $f=2,0$ MHz

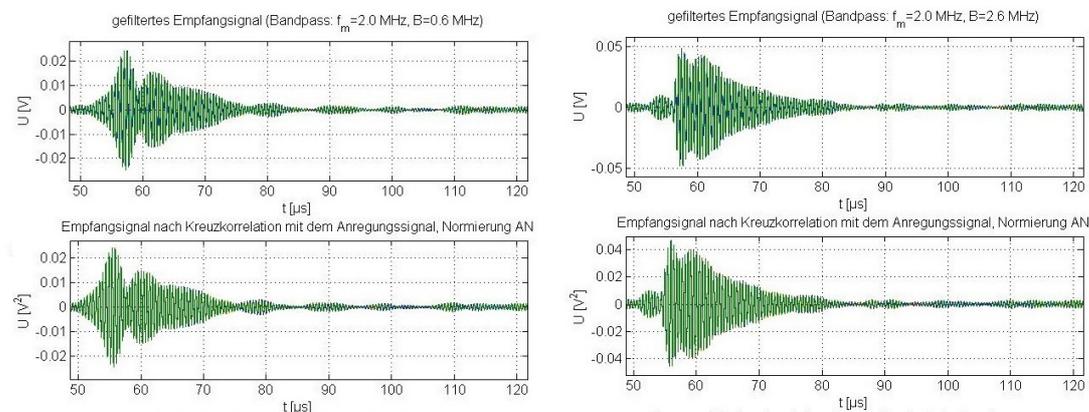


Abbildung 69: Reflexionen am Ende der Vorlaufstrecke in destilliertem Wasser bei einem Anregungssignal in der Form eines gaußmodulierten Sinusburst mit der Frequenz 2,1 MHz (oben) bzw. 2,0 MHz (unten) und drei Perioden innerhalb des Gauß-Fensters. Die Empfangssignale wurden nachträglich gefiltert, wobei die Filterbandbreite auf der linken Seite mit 0,6 MHz dem Arbeitsbereich des Ultraschallwandlers und auf der rechten Seite der Frequenzbandbreite des Anregungssignals (2,6 MHz) entsprach.

Wegen des zeitlich „schmalen“ Anregungssignals hat die Kreuzkorrelation jedoch keinen nennenswerten Einfluss auf die Form des Reflexionssignals. Die Amplitudenwerte werden durch die Kreuzkorrelation allerdings verfälscht. Auffällig ist, dass die Änderung der Frequenz des Anregungssignals bei der breitbandigen Filterung (rechte Seite) einen sehr viel kleineren Einfluss auf die Form des Reflexionssignals hat, als bei der schmalbandigen Filterung (linke Seite).

4.6.2.2. Untersuchung der spektralen Bandbreite der 2-MHz-Inoson-Sonde

Bei der Messung des Vorwärts-Transmissionsfaktors der 2-MHz-Inoson-Sonde wurde festgestellt, dass die Mittenfrequenz des Sondenspektrums bei 2,1 MHz liegt und die Bandbreite des Sondenspektrums lediglich 0,6 MHz beträgt (siehe Abbildung 66). Das Frequenzspektrum des ungefilterten Empfangssignals (Abbildung 70 rechts unten) spiegelt diese Erkenntnis auch wider, da die spektrale Bandbreite des Empfangssignals bedeutend schmäler ist als die des Anregungssignals.

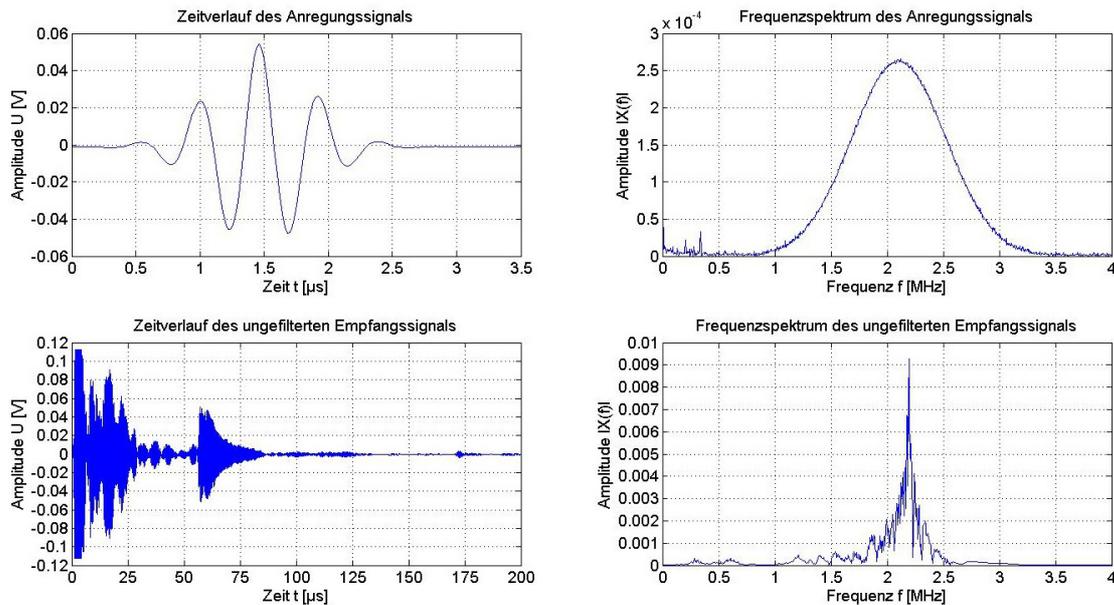


Abbildung 70: Vergleich von Anregungs- und Empfangssignal mit der 2-MHz-Inoson-Sonde in einer Dispersion aus destilliertem Wasser mit einem Masseanteil von 10 Prozent Glaspartikeln der Probe 2227. Das Anregungssignal war ein gaußmodulierter Sinusburst mit drei Perioden innerhalb des Gauß-Fensters und einer Sinusfrequenz von 2,1 MHz.

Man erkennt die sehr deutliche Amplitude bei 2,2 MHz. Diese liegt nahe bei der vorab mit dem Netzwerkanalysator ermittelten Mittenfrequenz des Sondenspektrums ($f_c = 2,1 \text{ MHz}$, siehe Abbildung 66).

Da der gemessene Arbeitsbereich der 2-MHz-Inoson-Sonde nur von 1,8 bis 2,4 MHz geht, sind die Signalanteile, die außerhalb dieses Frequenzbereichs liegen, bedeutend kleiner. Aber auch innerhalb des Arbeitsbereichs fallen die Amplituden der Signalanteile von der Resonanzfrequenz des Wandlers aus sehr schnell ab. Diese stark unterschiedlichen Amplituden innerhalb des Sondenspektrums haben einen starken Einfluss auf die Amplituden des frequenz aufgelösten Empfangssignals. Um die Messaufgaben, die im Rahmen der Partikelgrößenbestimmung notwendig sind erfüllen zu können, wäre eine Referenzierung der Empfangssignale notwendig, die das Frequenzverhalten der

Ultraschallsonde kompensiert. Diese Referenzierung der Empfangssignale auf das SONDENSPEKTRUM wurde im Rahmen dieser Arbeit allerdings nicht durchgeführt, da die in der von Herrn Dr.-Ing. Robert Weser [4] verwendete einfache Referenzierungsmethode über einen idealen Reflektor im Messbereich innerhalb des Extruders so nicht umsetzbar ist. Außerdem wäre eine Erhöhung der Bandbreite der 2-MHz-Inoson-Sonde wünschenswert, um den auswertbaren Frequenzbereich zu erhöhen.

In Abbildung 71 sind die Empfangssignale nach der schmalbandigen Filterung dargestellt. Dazu sind für jede Filtereinstellung jeweils untereinander das gefilterte Empfangssignal, das Ergebnis der Kreuzkorrelation aus Anregungs- und Empfangssignal sowie die mittelwertbereinigten Partikelreflexionen zu sehen.

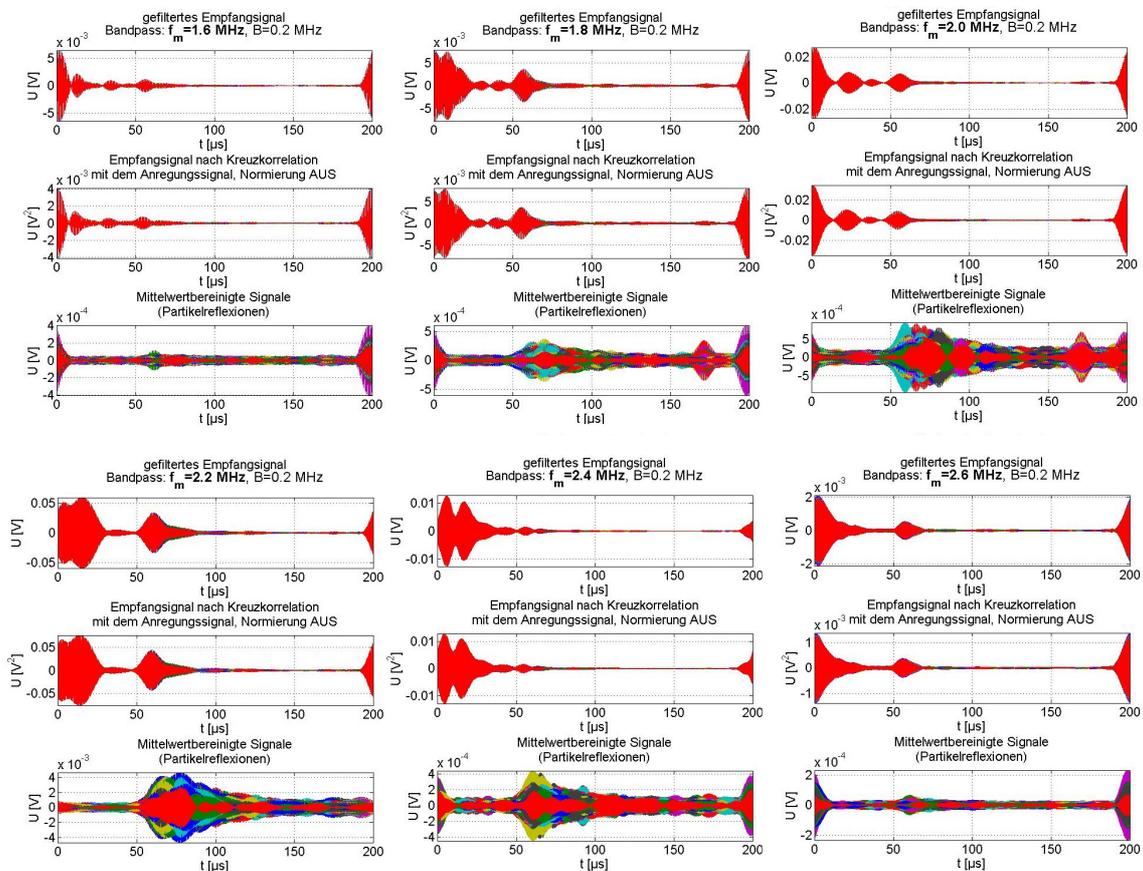


Abbildung 71: Dargestellt sind die jeweiligen Empfangssignale, die Kreuzkorrelation sowie die mittelwertbereinigten Partikelreflexionen nach der Filterung durch den Bandpass bei von links nach rechts und oben nach unten ansteigender Filtermittenfrequenz bei einer Filterbandbreite von jeweils 0,2 MHz.

Zu erkennen ist, dass die Amplituden der Partikelreflexionen wie erwartet dem in Abbildung 70 dargestellten Frequenzspektrum des Empfangssignals folgen. Die Amplitudenwerte steigen von $f_F=1,6\text{ MHz}$ ab an, erreichen bei $f_F=2,2\text{ MHz}$ ein Maximum und fallen zu $f_F=2,6\text{ MHz}$ hin schnell wieder ab.

Die aus diesen Signalen berechneten Standardabweichungskurven sind in Abbildung 72 dargestellt.

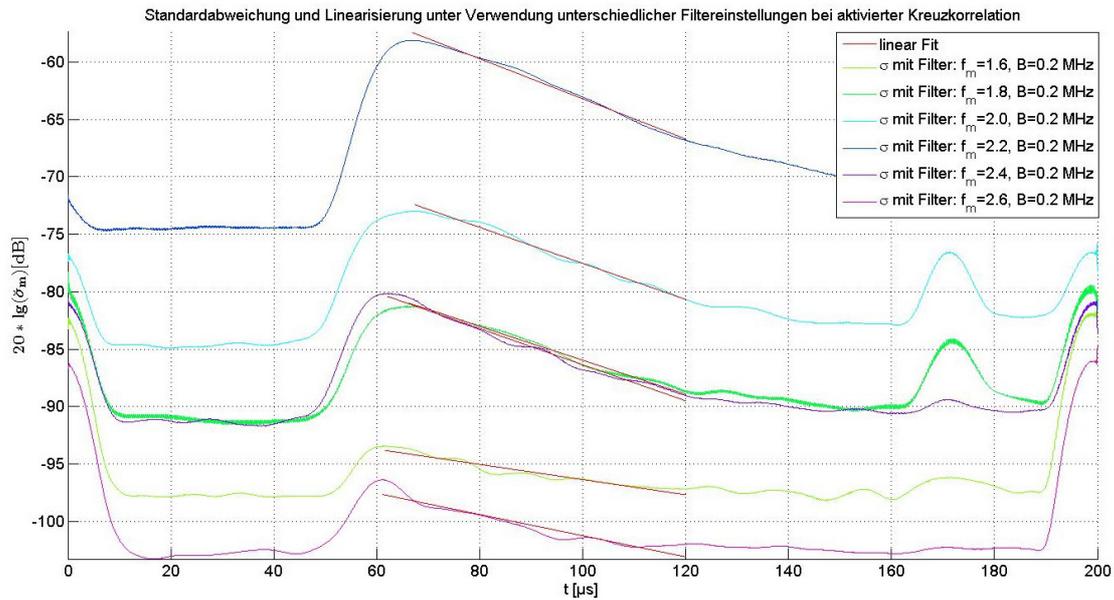


Abbildung 72: Darstellung der aus den schmalbandig gefilterten Empfangssignalen berechneten Standardabweichungskurven, gemessen in einer Dispersion aus destilliertem Wasser und einem Masseanteil von 10 Prozent sphärischen Glaspartikel der Probe 2227.

In der Abbildung 73 sind die anhand der Standardabweichungskurven ermittelten Parameter dargestellt, die die Dispersion charakterisieren.

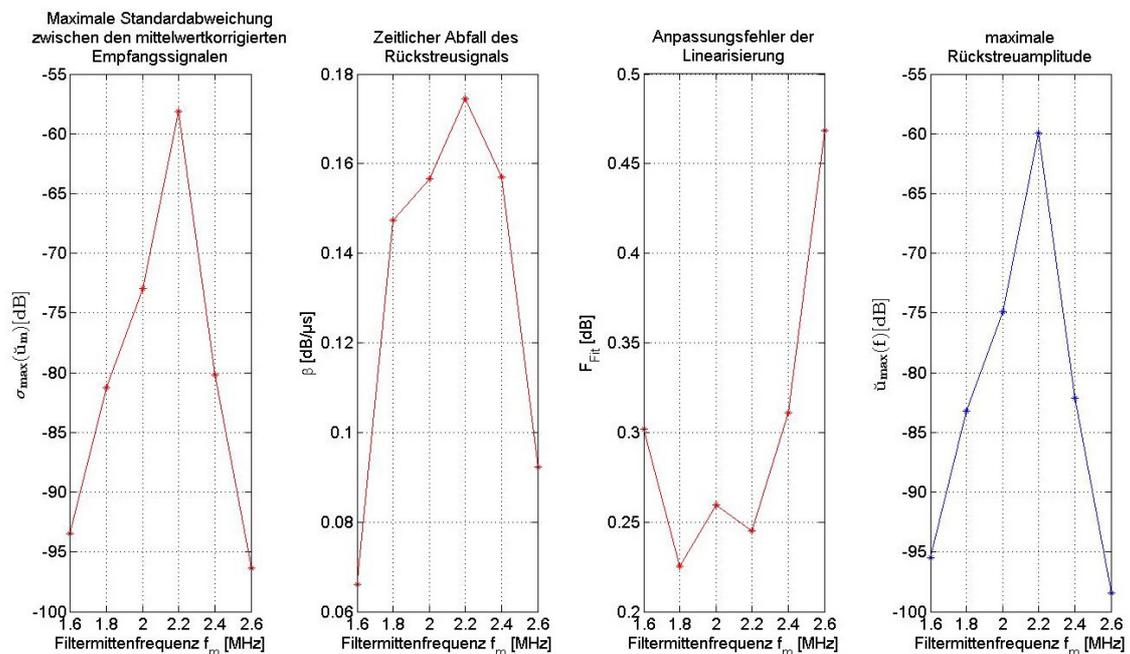


Abbildung 73: Darstellung der maximalen Standardabweichung, des zeitlichen Abfalls der Rückstreuamplitude β , des Anpassungsfehlers sowie der maximalen Rückstreuamplitude bei unterschiedlicher Filtermittelfrequenz, gemessen wurde mit der 2 MHz Inoson-Sonde in einer Dispersion aus destilliertem Wasser mit einem Masseanteil von 10 Prozent sphärischen Glaspartikel der Probe 2227.

Vergleicht man das Frequenzspektrum des Empfangssignals in Abbildung 70 mit dem Verlauf der maximalen Rückstreuamplitude in Abbildung 73 ist zu sehen, dass das Übertragungsverhalten der 2-MHz-Inoson-Sonde einen starken Einfluss auf die Amplitudenwerte der schmalbandig gefilterten Standardabweichungskurven hat. Damit die Partikelgrößenverteilung unter Ausnutzung der Frequenzabhängigkeit der dimensionslosen Wellenzahl ka ermittelt werden kann, muss der Einfluss des Sonden-Spektrums auf die Amplitudenwerte der Einzelsignale eliminiert werden. Dr.-Ing. Robert Weser nutzte in seiner Arbeit [4] dafür eine Referenzmessung u_R gegen einen idealen Reflektor (Metallplatte) am Anfang des Messbereichs. Da die Schallkennimpedanzen der Metallplatte Z_R und der Basismatrix der Dispersion Z_F bekannt waren, konnte das Reflexionsvermögen

$$R_R = \frac{(Z_R - Z_F)^2}{(Z_R + Z_F)^2} \quad (4.3)$$

an der Metallplatte berechnet und damit die einfallende Spannung

$$u_I = \frac{u_R}{R_R} \quad (4.4)$$

und dessen Fourier-Transformierte U_I bestimmt werden. Die Referenzierung der Empfangssignale u_n auf das Sonden-Spektrum erfolgte im Frequenzbereich durch eine einfache Division der Form

$$\tilde{U}_n = \frac{U_n}{U_I} \quad (4.5)$$

Die Nutzung einer Metallplatte als idealen Reflektor ist im Versuchsextruder nicht möglich, allerdings kann theoretisch auch die Reflexion am Ende der Vorlaufstrecke als Referenzsignal u_r genutzt werden. Praktische Versuche, die Empfangssignale auf diese Weise auf das Sonden-Spektrum zu referenzieren, zeigten bisher allerdings noch keine zufriedenstellenden Ergebnisse. Gründe hierfür sind die sehr schmale Bandbreite der 2-MHz-Inoson-Sonde und die sehr stark schwankenden Amplitudenwerte innerhalb des Sonden-Spektrums sowie die zeitlich extrem „breiten“ Reflexionssignale am Ende der Vorlaufstrecke. Die Referenzierung der Empfangssignale auf das Sonden-Spektrum wurde daher im Rahmen dieser Arbeit nicht weiter verfolgt. Sie wird allerdings Inhalt zukünftiger Arbeiten sein, sobald eine überarbeitete Ultraschallsonde vorliegt.

4.6.3. Fazit

Eine Analyse des Vorwärts-Transmissionsfaktors der 2-MHz-Inoson-Sonde zeigte, dass der Arbeitsbereich der Sonde zwischen 1,8 und 2,4 MHz liegt. Die Eigenresonanzfrequenz der Sonde beträgt 2,2 MHz. Wird das Piezoelement im Frequenzbereich 2,0 bis 2,3 MHz angeregt, schwingt es unabhängig von der Amplitude des Anregungssignals noch ca. 10 μ s nach. Diese lange Nachschwingzeit ist für die Messaufgabe kritisch, da sie stationäre Signalanteile im Messbereich erzeugt, die bei temperaturbedingten zeitlichen Verschiebungen der Einzelsignalen zu Messfehlern führen können. Regt man den Wandler mit einer Frequenz an, die weit von seiner Resonanzfrequenz entfernt liegt, verringert sich zwar die Nachschwingzeit, gleichzeitig sinken aber auch die Amplituden des Empfangssignale sehr stark ab, so dass der Signal-Rausch-Abstand für die Messaufgabe zu klein wird. Wegen des nicht kompensierten Einflusses des Sonden-Spektrums folgt die maximale Rückstreuamplitude dem Verlauf des Sonden-Spektrums. Mit auf das Sonden-Spektrum referenzierten Rückstreusignalen wäre die Ermittlung einer Partikelverteilung durch eine frequenzselektive Filterung der Signale möglich. Diese Referenzierung umzusetzen wird Gegenstand zukünftiger Arbeiten sein.

Als Anregungssignal für eine möglichst breitbandige Anregung wurde ein gaußmodulierter Sinusburst mit drei Sinusperioden innerhalb des Gauß-Fensters und einer Sinusfrequenz von 2,1 MHz bei einer Amplitude von $U_{sp-sp} \approx 82 V$ gewählt. Dieses mit 2,4 μ s zeitlich recht „schmale“ Anregungssignal hat den Vorteil, dass die Signalform der Empfangssignale durch die Kreuzkorrelation mit dem Anregungssignal kaum verändert wird. Außerdem zeigt die Reflexion am Vorlaufstreckenende bei einer Anregung mit 2,1 MHz einen relativ gleichmäßig abklingenden Verlauf, sofern der Bandpass der Filterfunktion auf 1,5 bis 2,7 MHz bzw. auf 0,8 bis 3,4 MHz eingestellt wird. Die beste Umsetzung der Energie des Anregungssignals in Schallwellen wird bei der 2-MHz-Inoson-Sonde bei einem gaußmodulierten Sinusburst mit 12 Sinusperioden innerhalb des Gauß-Fensters und einer Sinusfrequenz von 2,1 MHz erreicht. Diese Anregungssignalform sollte gewählt werden, wenn besonders große Reflexionsamplituden gewünscht sind bzw. wenn die Dämpfung der durchschallten Dispersion sehr groß ist.

Wenn die 2-MHz-Inoson-Sonde mit einer Frequenz am Rand oder sogar außerhalb ihres Arbeitsbereiches angeregt werden soll, muss die Zahl der Perioden innerhalb des Gauß-Fensters auf mindestens 10 erhöht werden, um den Wandler zu zwingen, in der gewünschten Frequenz zu schwingen.

4.7. Einfluss der Signalverarbeitungsfunktionen

4.7.1. Beschreibung des Experiments und der Geräteeinstellungen

Das Ziel dieses Versuchs war es, den Einfluss der aktivierten bzw. deaktivierten Verarbeitungsfunktionen auf die Messergebnisse zu untersuchen. Für diesen Versuch wurden die Rohdaten aus den Messungen im Versuchsextruder (Abschnitt 4.2.) verwendet. Auf diese Weise kann der Nutzen der Verarbeitungsfunktionen bei Messungen unter schwierigen Systembedingungen dargestellt werden. Als Anregungssignal wurde dort ein gauß-modulierter Sinusburst mit drei Sinus-Perioden innerhalb des Gauß-Fensters und einer Sinus-Frequenz von 2,0 MHz verwendet.

Das Programm, das die Signalauswertung vornimmt, nutzt im Wesentlichen drei Funktionsteile, um die gemessenen Daten so aufzubereiten, dass eine auswertbare Standardabweichungskurve erzeugt werden kann. Der erste und wichtigste Schritt ist die Filterung des Empfangssignals durch einen Bandpass. Für die 2-MHz-Inoson-Sonde wurde eine Filtermittelfrequenz von 2,1 MHz mit einer Bandbreite von 0,6 MHz eingestellt. Wegen der teils starken niederfrequenten Störungen, die über die Netzversorgung oder durch Schwingungen eingekoppelt werden, ist eine Filterung unverzichtbar. Deswegen war sie im folgenden Versuch in jedem Fall aktiviert.

Nach der Filterung wird eine Kreuzkorrelation aus dem Empfangssignal und dem Anregungssignal gebildet. Die aus der Kreuzkorrelation resultierenden Einzelsignale weisen kaum noch einen zeitlichen Versatz zueinander auf. Vorteilhaft ist, dass die Kreuzkorrelationsfunktion nicht parametrisiert werden muss und kaum Rechenzeit beansprucht. Ein Nachteil der Kreuzkorrelation ist allerdings, dass die Amplituden der Einzelsignale über deren gesamte Signallaufzeit verändert werden. Dieser Effekt kann optional durch eine nachträgliche Normierung der aus der Kreuzkorrelation entstehenden Einzelsignale auf die Maximalwerte der ursprünglichen Empfangssignale verringert werden. Diese Normierung funktioniert umso besser, je zeitlich „schmäler“ das Anregungssignal ist. Zusätzlich werden alle Einzelsignale je nach zeitlicher „Breite“ des Anregungssignals ein Stück negativ zur Laufzeitrichtung verschoben. Da für die Erzeugung der Standardabweichungskurve lediglich die Amplitudenunterschiede zwischen den Einzelsignalen ausgewertet werden, ist die gleichmäßige Veränderung der Amplituden dafür nicht relevant. Erst wenn die tatsächlichen Spannungsamplituden für eine weiterführende

Auswertung mithilfe des theoretischen Modells benötigt werden muss die Korrelationsfunktion ggf. deaktiviert werden.

Nach der Kreuzkorrelation werden die einzelnen Empfangssignale in einem vorgegebenen Fensterbereich noch einmal untereinander synchronisiert. Das Synchronisationsfenster wurde bei aktivierter Kreuzkorrelation in den Laufzeitbereich 59,2 bis 60,2 μs und bei deaktivierter Kreuzkorrelation in den Laufzeitbereich 60,7 bis 61,7 μs gelegt, welcher die ersten stationären Signalanteile der Reflexion am Ende der Vorlaufstrecke umfasst. Die nachträgliche Synchronisation ist vor allem dazu gedacht, die negativen Auswirkungen von Temperaturschwankungen während der Messungen zu reduzieren (siehe Abschnitt 4.5.). Der Vorteil dieser Art der Synchronisation ist, dass die Amplitudenwerte der Einzelsignale nicht angetastet werden. Außerdem können die Signale auf einen definierten Laufzeitbereich synchronisiert werden. Der Nachteil dieser Funktion ist, dass sie viel Rechenzeit beansprucht und dass das Linearisierungsfenster an die Empfangssignale angepasst werden muss.

Um die Auswirkungen dieser Verarbeitungsfunktionen auf die Standardabweichungskurven sichtbar zu machen, wurden die gleichen Rohdaten mehrfach verarbeitet und die Verarbeitungsfunktionen dabei entsprechend aktiviert bzw. deaktiviert. Welche Verarbeitungsfunktionen bei der Datenverarbeitung in der Abbildung 74 jeweils aktiviert „AN“ bzw. deaktiviert „AUS“ war, ist wie folgt gekennzeichnet.

- „Korr AN“ bzw. „Korr AUS“ bezeichnet die Kreuzkorrelation zwischen Anregungs- und Empfangssignal.
- „Norm AN“ bzw. „Norm AUS“ bezeichnet die der Kreuzkorrelation nachgeordnete Normierung der Signalamplituden auf die Maximalwerte der ursprünglichen Empfangssignale. Die Normierung kann nur aktiviert werden, wenn auch die Kreuzkorrelation aktiv ist.
- „Sync AN“ bzw. „Sync AUS“ bezeichnet die nachträgliche Synchronisation im Bereich der Reflexion des Vorlaufstreckenendes.

4.7.2. Ergebnisse

Die aus den Standardabweichungskurven ermittelten Parameter sind in der Abbildung 74 dargestellt.

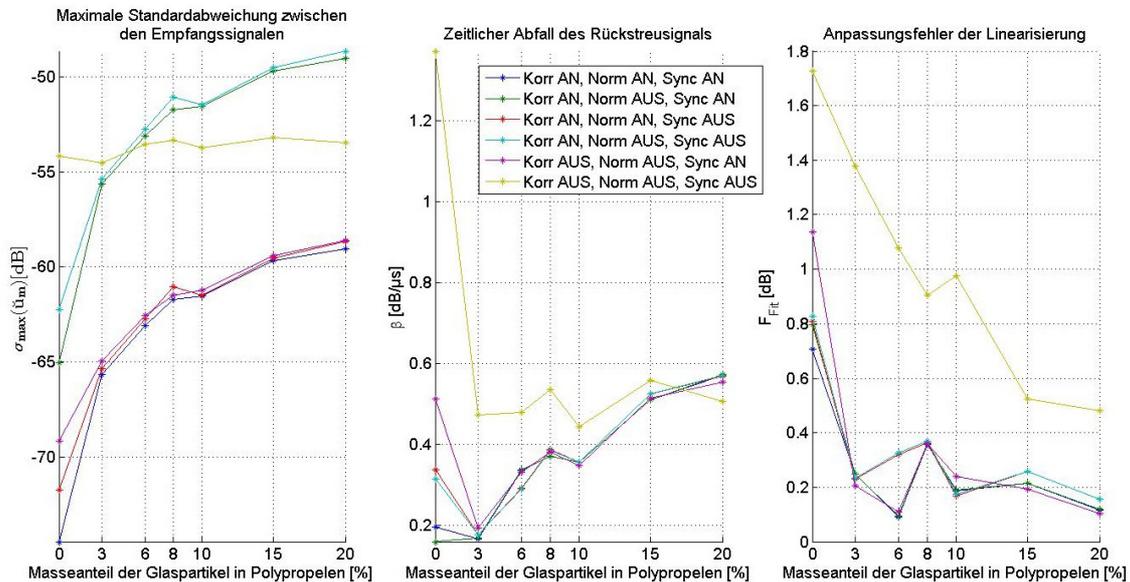


Abbildung 74: Darstellung der aus den Standardabweichungskurven ermittelten maximalen Standardabweichung, des zeitlichen Abfalls der Rückstreuamplitude sowie Anpassungsfehlers der Linearisierungsfunktion. Die verschiedenfarbig dargestellten Kurven verdeutlichen den Einfluss der entsprechenden Verarbeitungsfunktionen des Messprogramms.

Beim Parameter der maximale Standardabweichung σ_{max} zeigt sich in der grünen und türkisen Kurve der Einfluss der durch die Korrelationsfunktion abgeänderten Amplitudenwerte, sofern die aus der Kreuzkorrelation entstehenden Signale nicht nachträglich normiert wurden. Dass die rote und blaue Kurve sehr nahe der violetten Kurve liegen, bei der die Korrelationsfunktion deaktiviert war zeigt, dass die Korrektur der Amplitudenwerte der Einzelsignale durch die nachträgliche Normierung in diesem Fall sehr gut funktioniert hat.

Wenn sowohl die Korrelations- als auch die Synchronisationsfunktion aktiv sind, werden die Einzelsignale am genauesten synchronisiert. Das zeigt sich daran, dass die blaue Kurve die geringste maximale Standardabweichung aufweist. Beim Parameter zeitlicher Abfall β zeigen die Kurven, bei denen mindestens eine der für die Synchronisation zuständigen Funktionen aktiv war, kaum Unterschiede.

4.7.3. Fazit

Der Versuch zeigte, dass zur sinnvollen Auswertung der Empfangssignale immer mindestens eine Funktion zur zeitlichen Synchronisierung der Einzelmessungen aktiv sein muss. Zur Auswahl dazu stehen die Kreuzkorrelations- und die Synchronisationsfunktion. Die besten Messergebnisse werden erzielt, wenn beide Funktionen aktiv sind, da die Einzelmessungen so am genauesten synchronisiert werden. Aber auch eine der Funktionen genügt schon um gute Messergebnisse zu erzielen.

Setzt man die Korrelationsfunktion ein, muss man beachten, dass diese die Amplituden der Einzelsignale und damit auch die Amplituden der Standardabweichungskurve verändert. Das ist besonders ausgeprägt, wenn zeitlich „breite“ Anregungssignale verwendet werden. Eine nachträgliche Normierung der Korrelationssignale auf den Maximalwert der ursprünglichen Empfangssignale schwächt diesen Effekt ab, kann ihn aber zumindest bei zeitlich „breiten“ Anregungssignalen nicht gänzlich verhindern. Daher sollte die Korrelationsfunktion deaktiviert werden, wenn bei der Messung die korrekten Amplituden erfasst werden sollen und die „Breite“ des Anregungssignals $2,5 \mu\text{s}$ überschreitet. Auch die Synchronisationsfunktion allein kann die Einzelsignale ausreichend gut synchronisieren.

5. Ergebnisse und Diskussion

5.1. Einsatzgrenzen des Messverfahrens

Die Versuche haben gezeigt, dass das untersuchte Messverfahren prinzipiell auch unter den schwierigen Prozessbedingungen im Extruder funktioniert. Es konnte ein klarer Zusammenhang zwischen der Partikelkonzentration innerhalb der Dispersion und dem zeitliche Abfall β , der maßgeblich durch die Schalldämpfung α bestimmt wird, festgestellt werden.

Aufgrund der noch nicht ausgereiften 2-MHz-Inoson-Sonde ist die praktische Einsatzfähigkeit des Reflexionsmessverfahrens allerdings noch sehr eingeschränkt. Die kaum gedämpften Piezoelemente der Sonde schwingen zu lange nach und verursachen dadurch stationäre Signalanteile innerhalb des Messfensters. Auch der relativ kleine Durchmesser der Vorlaufstrecke sowie deren Verjüngung am Gewindeanschluss begünstigen die Entstehung von stationären Signalanteilen. Diese stationären Signalanteile erhöhen wiederum die Empfindlichkeit des Messverfahrens gegenüber Temperaturschwankungen während der Messungen. Mit der aktuellen 2-MHz-Inoson-Sonde können bei Temperaturschwankungen größer $0,5\text{ °C}$ während der Aufzeichnung einer Messreihe keine zufriedenstellenden Messergebnisse mehr erzielt werden. Die Temperaturregelung des in dieser Arbeit genutzten kleinen Versuchsextruders kann die Temperatur gut genug stabilisieren. Probemessungen an industriell einsetzbaren Extrudern am SKZ haben allerdings gezeigt, dass die Temperatur dort um bis zu 3 °C schwankt. Die 2-MHz-Inoson-Sonde muss daher im Hinblick auf die Reduzierung stationärer Signalanteile im Messbereich noch stark verbessert werden, bevor das Messverfahren im industriellen Umfeld einsetzbar ist. Auch die mit rund $0,6\text{ MHz}$ geringe Bandbreite der 2-MHz-Inoson-Sonde sollte vergrößert werden, da die Bestimmung der Partikelgrößenverteilung $\bar{Q}_3(x)$ innerhalb der Dispersion über den frequenzabhängigen Rückstreuoeffizienten nur erfolgen kann, wenn ein hinreichend großer Frequenzbereich abgedeckt wird.

Aktuell können mit dem Messprogramm noch keine konkreten Aussagen über die Größenverteilung der Partikel und deren Konzentration innerhalb der Dispersion getroffen werden. Es ist allerdings bereits möglich, eine Standardabweichungskurve in einer Dispersion mit bekannten Partikelgrößen- und Konzentrationsparametern aufzunehmen und diese als Vergleichsgröße für fortlaufende Messungen mit dem Reflexionsverfahren

zu nutzen. Ändert sich die mittlere Partikelgröße oder die Partikelkonzentration innerhalb der Dispersion, kann diese Änderung durch die Abweichung von der vorab aufgetragenen Vergleichsgröße detektiert werden. Da es sich um ein statistisches Messverfahren handelt, sind vereinzelte Agglomerate in der Dispersion allerdings nicht detektierbar. Die Agglomerate würden die maximale Standardabweichung erst anheben, wenn sie mit einer gewissen Häufigkeit auftreten und somit die mittlere Partikelgröße innerhalb der Dispersion bemerkbar beeinflussen.

In der Arbeit von Dr.-Ing. Robert Weser [4] wurde bereits ein Algorithmus vorgestellt, mit dem unter Zuhilfenahme des mathematischen Modells eine Abschätzung der Partikelgrößenverteilung sowie der Konzentration der Partikel innerhalb der Dispersion möglich sein soll. Allerdings setzt dieses Verfahren die Kenntnis des durch die Ultraschallsonde erzeugten Schallfeldes im Messbereich voraus. Um dieses Problem zu umgehen, nutzte Dr.-Ing. Robert Weser eine Referenzmessung gegen eine Metallplatte als idealen Reflektor zur Ermittlung des einfallenden Schalldrucks bzw. der einfallenden Spannung u_I . Diese Möglichkeit besteht im Versuchsextruder so nicht. Versuche, die Reflexion am Ende der Vorlaufstrecke als Referenzsignal zu verwenden, zeigten bisher keine zufriedenstellenden Ergebnisse. Außerdem wird bei dem Algorithmus für die Abschätzung der mittleren Partikelgröße und der Partikelkonzentration von einer konstanten Temperatur während der Einzelmessungen ausgegangen, was bei einer Anwendung des Verfahrens im Extruder nicht vorausgesetzt werden kann.

5.2. Ansätze zur Optimierung der Ultraschallsonde

Die Ergebnisse der Versuche haben gezeigt, dass die aktuell vorliegende 2-MHz-Insonde noch zu viele stationäre Reflexionsanteile innerhalb des Messfensters aufweist. Diese stationären Signalanteile sind für diese Messanwendung kritisch und erhöhen die Empfindlichkeit des Messverfahrens gegenüber Temperaturschwankungen.

Ein Grund für die ausgeprägten stationären Signalanteile ist die mangelnde Bedämpfung der in der Sonde verbauten Piezoelemente. Der Versuch im Abschnitt 4.6. zeigte, dass die Piezoelemente bei nach der Anregung bis zu $10 \mu\text{s}$ nachschwingen. Als Resultat ist die stationäre Reflexion am Ende der Vorlaufstrecke sehr unscharf und erzeugt in der ersten Hälfte des ca. $20 \mu\text{s}$ umfassenden Messbereichs stationäre Signalanteile mit langsam abklingenden Amplituden. Um das zu vermeiden müssen die Piezoelemente stärker bedämpft werden. Ein positiver Nebeneffekt einer stärkeren Bedämpfung ist auch eine

Erhöhung der Wandler-Bandbreite, die mit ca. 0,6 MHz aktuell ebenfalls noch zu klein ist. Eine stärkere Dämpfung der Piezoelemente hat allerdings auch eine Abschwächung der Empfindlichkeit gegenüber kleinen Schalldruckschwankungen zur Folge. Die Rückstreuamplituden der Partikel innerhalb der Dispersion fallen gegenüber der stationären Reflexion am Ende der Vorlaufstrecke sehr klein aus. Daher muss darauf geachtet werden, dass die Rückstreuamplituden der Partikel trotz der stärkeren Bedämpfung der Piezoelemente noch messbar sind.

Ein weiterer Ansatzpunkt für die Optimierung der Ultraschallsonde ist die Geometrie der Vorlaufstrecke. Aufgrund der Vorgabe, dass die Ultraschallsonde in den standardmäßigen 1/2"-20-UNF-Gewindeanschluss passen sollte, ist der Durchmesser der Vorlaufstrecke mit 8 mm relativ klein.

Untersuchungen an Vorlaufstrecken mit einfacher Zylindergeometrie aus Polystyrol haben gezeigt, dass Nebenechos durch an den Zylinderwänden abgespaltene Transversalwellen nach dem in Abbildung 75 dargestellten Schema entstehen.

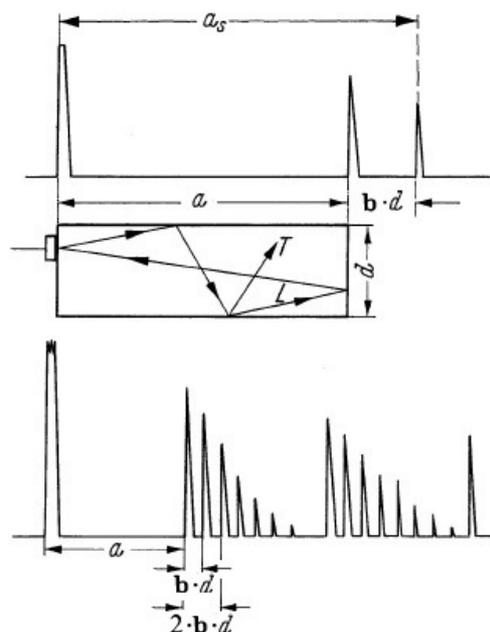


Abbildung 75: Schema der Entstehung von Nebenechos durch an den Begrenzungen von zylinderförmigen Vorlaufstrecken abgespaltener Transversalwellen [1]

Durch die langsamere Schallgeschwindigkeit der Transversalwellen und die längere Laufzeit tauchen diese Nebenechos im Abstand $b \cdot d$ hinter der durch die Longitudinalwellen hervorgerufenen Reflexion auf und wiederholen sich im gleichen Abstand. Die Amplituden der Nebenechos nehmen dabei ab, je weiter sie vom 1. Nebenecho

entfernt sind und sind umso größer, je schmaler der Durchmesser der zylinderförmigen Vorlaufstrecke ist.

Laut J. und H. Krautkrämer [12] kann der Abstand der Nebenechos $b \cdot d$ näherungsweise aus den Schallgeschwindigkeiten (longitudinal c_L und transversal c_T) innerhalb der Vorlaufstrecke sowie deren Durchmesser d berechnet werden

$$\Delta t_{b \cdot d} \approx \frac{d \cdot b}{c_L} \approx \frac{d \cdot \sqrt{\left(\frac{c_L}{c_T}\right)^2 - 1}}{c_L} \approx \frac{0,008 \text{ m} \cdot \sqrt{\left(\frac{2327 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}}{1120 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}}\right)^2 - 1}}{2327 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}} \approx 6 \mu\text{s} \quad (5.1)$$

Nach dieser Berechnung sollten die unerwünschten Nebenechos bei der Vorlaufstrecke mit 8 mm Durchmesser alle $6 \mu\text{s}$ und bei der Vorlaufstrecke mit 25 mm Durchmesser alle $20 \mu\text{s}$ auftauchen.

Die Abbildung 76 zeigt die empfangenen Rohdaten bei Verwendung einer einfachen zylindrischen Vorlaufstrecke (siehe Abbildung 47) mit 8 mm (oben) und 25 mm Durchmesser (unten). Die X-Achsen der Graphen sind gemäß der erwarteten Laufzeiten der Nebenechos skaliert.

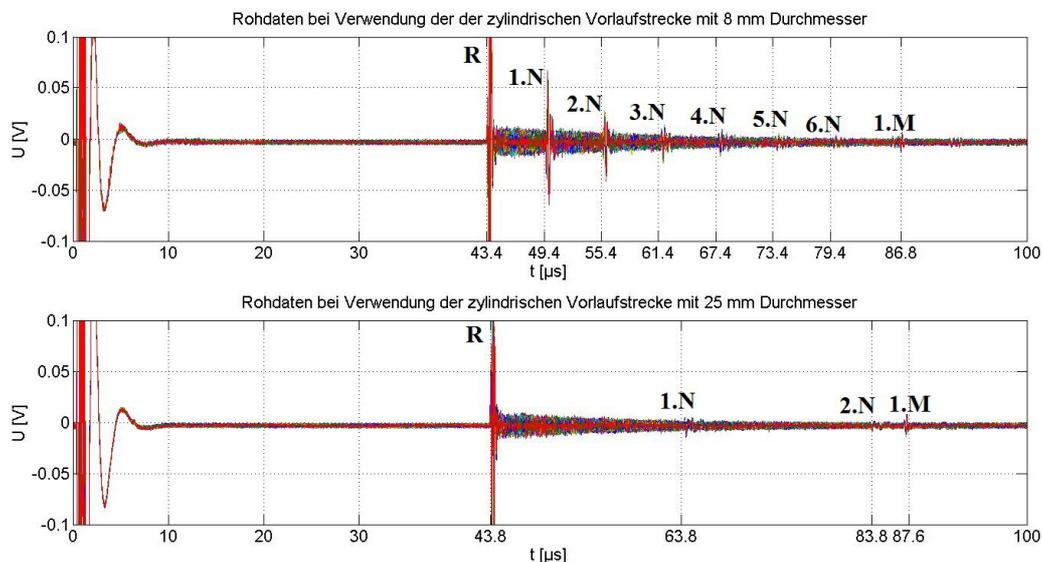


Abbildung 76: Unbearbeitete Empfangssignale aus einer Messung in einer Dispersion aus destilliertem Wasser und einem Masseanteil von 5 Prozent sphärischer Glaspartikel der Probe 2227, gemessen mit der 5-MHz-Olympus-Sonde und einer 50 mm langen Vorlaufstrecke einfacher Zylindergeometrie aus Polystyrol mit einem Durchmesser $d=8 \text{ mm}$ (oben) und $d=25 \text{ mm}$ (unten).

Die Reflexion der Longitudinalwelle ist jeweils mit „R“, die Nebenechos mit „n.N“ und die erste Mehrfachreflexion der Longitudinalwelle mit „1.M“ gekennzeichnet. Man erkennt, dass die tatsächlichen Laufzeiten der Nebenechos annähernd mit den berechneten

Werten übereinstimmen. Außerdem sieht man, dass eine Erhöhung des Vorlaufstreckendurchmessers die Amplituden der unerwünschten Nebenechos deutlich reduziert.

Eine Änderung des Vorlaufstreckendurchmessers würde allerdings die Nutzung des 1/2“-20-UNF-Standard-Gewindeanschlusses verhindern. Ein anderer Ansatz, bei dem der Standardanschluss weiterhin genutzt werden kann ist es, den aktuellen Vorlaufstreckendurchmesser von 8 mm beizubehalten, dafür aber die Parallelität der Vorlaufstreckenseiten am Anfang der Vorlaufstrecke aufzuheben. Auf diese Weise werden die Schallwellen an den sich gegenüberliegenden seitlichen Begrenzungen der Vorlaufstrecke nicht mehr im gleichen Winkel, sondern diffus reflektiert. Das verhindert das Entstehen von konstruktiven Interferenzen an den Knotenpunkten der Nebenechos. Es gibt verschiedene Möglichkeiten, die Parallelität der Vorlaufstreckenseiten aufzuheben. Man kann den Bereich der Vorlaufstrecke, der kurz hinter dem Piezoelement liegt, zum Beispiel kegelförmig ausführen oder man führt die Vorlaufstreckenbegrenzung „zickzackförmig“ aus. Welche Methode hier die besten Ergebnisse liefert, müsste zunächst in einer entsprechenden Simulation untersucht werden. Das ist allerdings nicht mehr Bestandteil dieser Arbeit.

Die Untersuchung Impulsantworten der einzelnen Piezoelemente der 2-MHz-Inoson-Sonde lässt vermuten, dass die Piezoelemente innerhalb der Sonde in einer Scheibe-Ring-Anordnung verbaut wurden. Die starken Störeinflüsse gleich am Anfang der Laufzeit deuten auf eine unzureichende akustische Entkopplung der beiden Piezoelemente hin. Hier besteht ggf. auch noch Verbesserungspotenzial, indem man zwei akustisch gut getrennte Halbkreiselemente einsetzt.

5.3. Zusammenfassung und Ausblick

Diese Arbeit beschäftigt sich mit der praktischen Umsetzung eines neuen Verfahrens zur Charakterisierung von hochkonzentrierten Dispersionen. Dafür werden mithilfe einer Ultraschallsonde in Reflexionsanordnung Schallwellen in die Dispersion eingekoppelt und die durch die Partikel erzeugten Rückstreuungssignale nach einem statistischen Verfahren verarbeitet. Als Resultat erhält man die Parameter maximale Standardabweichung σ_{max} und zeitlicher Abfall β , mit denen sich die Dispersion charakterisieren lässt. Dabei reagiert σ_{max} hauptsächlich auf Änderungen der Partikeldurchmesser und β auf Änderungen der Partikelkonzentration.

Das Messverfahren soll in Extrudern eingesetzt werden und somit eine lückenlose Überwachung der Dispergiertgüte direkt im Compoundierungsprozess ermöglichen. Um die Eignung dieses Messverfahrens unter den rauen Prozessbedingungen (hohe Drücke und Temperaturen) beim Compoundieren zu prüfen, wurde ein Versuchsextruder mit einer im Vorfeld dieser Arbeit entwickelten 2-MHz-Inoson-Sonde mit temperaturbeständiger Vorlaufstrecke aus Polyimid sowie Druck- und Temperatursensoren genutzt.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden die im Extruder eingebrachten Sonden zunächst an das Messsystem angeschlossen. Außerdem wurde eine Messsoftware geschrieben, die das statistische Messverfahren umsetzt. Anschließend wurden Experimente durchgeführt, um die Auswirkung von Messparametern wie z. B. Anzahl der Einzelmessungen, Art des Anregungssignals oder den Einfluss von Temperaturschwankungen auf die Messergebnisse zu untersuchen.

Die Experimente haben gezeigt, dass das Messverfahren grundsätzlich funktioniert solange das Verhältnis der Partikeldurchmesser zur Frequenz des Schallsignals zu einer ausreichend großen dimensionslosen Wellenzahl ka führt. Für eine hinreichend genaue Messung müssen mindestens 500 Reflexionssignale ausgewertet werden, was bei dem verwendeten Messsystem zu einer maximalen Messwiederholrate von 200 ms führt. Das Hauptproblem bei der Umsetzung des Verfahrens war, dass sich Temperaturschwankungen während der Messungen von über $0,5\text{ °C}$ zu stark auf die Messergebnisse auswirken. Das führt vor allem bei industriell eingesetzten Extrudern zu Problemen, die teils größere Temperaturschwankungen aufweisen.

Die Hauptursache für die starke Empfindlichkeit der Messungen gegenüber den Temperaturschwankungen ist die nicht optimale Konstruktion der 2-MHz-Inoson-Sonde. Durch die zu geringe Dämpfung der Piezoelemente der Sonde sowie den geringen Querschnitt der Vorlaufstrecke erzeugt die Sonde starke stationäre Signalanteile im Messfenster, die die Sensibilität der Messungen gegenüber Temperaturschwankungen erhöhen. Die Sonde muss daher dahingehend optimiert werden, dass möglichst wenig stationäre Signalanteile im Messbereich auftreten. Außerdem wäre eine größere spektrale Bandbreite der Ultraschallsonde wünschenswert.

Die Entwicklung einer besser an das Messverfahren angepassten Ultraschallsonde sowie die Referenzierung der Empfangssignale auf das Frequenzspektrum der Sonde wird die Aufgabe zukünftiger Arbeiten sein.

Literaturverzeichnis

- [1] Carova – Kunststoff Compounding GmbH,
www.carova.at/compounding/produkte/compounds/lang/de
- [2] Hochrein, T.; Alig, I.: *Prozessmesstechnik in der Kunststoffaufbereitung*. Vogel, ISBN 978-3-8343-3117-5, 2011
- [3] Süddeutsches Kunststoff-Zentrum: *Intelligente Messmethoden zur inline-Prozessüberwachung bei der Compoundierung*. Plastverarbeiter, September 2009,
www.plastverarbeiter.de/32239
- [4] Weser, R.: *Erfassung und Auswertung von Ultraschallechosignalen zur Charakterisierung konzentrierter disperser Stoffsysteme*. Dissertation, Technische Universität Dresden, 2014.
- [5] Millner, R. (Herausgeber): *Wissenspeicher Ultraschall*. VEB Fachbuchverlag Leipzig, Leipzig, 1. Auflage, 1987.
- [6] Richter, A.: *Ultraschalldämpfungsspektroskopie grobdisperser Systeme*. Dissertation, Technische Universität Dresden, 2008.
- [7] Weser, R., Woeckel, S., Wessely, B., Steinmann, U., Babick, F., Stinz, M.: *Ultrasonic backscattering method for in-situ characterisation of concentrated dispersions*. Powder Technology, 268: 177-190, 2014
- [8] Weser, R., Woeckel, S., Wessely, B. und Hempel, U.: *Particle characterisation in highly concentrated dispersions using ultrasonic backscattering method*. Ultrasonics, 53: 706–716, 2013.
- [9] Morse, P. und Ingard, K.: *Theoretical acoustics*. Princeton University Press, Princeton, New Jersey, 1968.
- [10] Allegra, J. und Hawley, S.: *Attenuation of sound in suspensions and emulsions: theory and experiments*. J. Acoust. Soc. Am., 51 (5B): 1545–1564, 1972.
- [11] Twersky, V.: *Acoustic bulk parameters in distributions of pair-correlated scatterers*. J. Acoust. Soc. Am., 64: 1710–1719, 1978.
- [12] Krautkrämer, J. und H.: *Werkstoffprüfung mit Ultraschall*. Springer-Verlag Berlin/Heidelberg, fünfte Auflage, 1986.
- [13] David R. Lide, ed.: *CRC Handbook of Chemistry and Physics*, Internet Version 2005, <<http://www.hbcpnetbase.com>>, CRC Press, Boca Raton, FL, 2005.
- [14] Faran, J.: *Sound scattering by solid cylinders and spheres*. J. Acoust. Soc. Am., 23: 405–418, 1951.

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Schematische Darstellung des Compoundierens.....	2
Abbildung 2: Schematische Darstellung der Partikelverteilung in einer Dispersion. Links mit guter und rechts mit schlechter Dispergiertgüte.....	4
Abbildung 3: Einteilung der Analysemethoden der Dispergiertgüte in Online-, Offline-, Inline- und Atline-Messverfahren.....	5
Abbildung 4: Ultraschallmessung in Transmission.....	6
Abbildung 5: Ultraschallmessung in Reflexion.....	7
Abbildung 6: Darstellung der Simulationsergebnisse für den Winkelverteilungsfaktor am Beispiel eines sphärischen Glaspartikels mit 100 μm Durchmesser in Wasser für die Fälle $k_a=0,1$ (links), $k_a=1,0$ (Mitte) und $k_a=3,0$ (rechts) 13	
Abbildung 7: Erwarteter Verlauf der durch die Streuung an den Partikeln in der Dispersion verursachten Rückstreuamplitude [4].....	22
Abbildung 8: Emittiertes Schallsignal bei Impulsanregung [4].....	23
Abbildung 9: Beispiele der vom Wandler erzeugten Signale bei einer Wanderanregung mit gaußmoduliertem Sinusburst. Der jeweilige Sinusburst hat eine Breite von: links 1 Periode, rechts 10 Perioden.....	23
Abbildung 10: Einfall einer Welle auf einer ebenen Grenzfläche [12].....	25
Abbildung 11: Schema der von den Schallwellen zu überbrückenden Grenzflächen.....	26
Abbildung 12: Versuchsextruder AXON AB Bz/0.....	28
Abbildung 13: Schematische Schnittdarstellung des Schmelzekanals und der Düse des Versuchsextruders AXON AB Bz/0.....	28
Abbildung 14: Schema des Messaufbaus unter Verwendung der Signalgeneratorkarte. 30	
Abbildung 15: Messsystem mit angeschlossenem Pulser/Receiver und Signalgenerator als externe Triggerquelle.....	31
Abbildung 16: 2-MHz-Inoson-Ultraschallsonde mit temperaturbeständiger Vorlaufstrecke aus Polyimid.....	32
Abbildung 17: Effekt der Signalfilterung im Frequenzbereich [4].....	34
Abbildung 18: Darstellung des Zeitversatzes zwischen zwei Echosignalen.....	35
Abbildung 19: Charakteristischer Signalverlauf der Standardabweichungskurve.....	39
Abbildung 20: Verarbeitungsschritte der automatischen Linearisierungsfunktion.....	40
Abbildung 21: Schema der Signalverarbeitung.....	41
Abbildung 22: Messzylinder auf Magnetrührer.....	43
Abbildung 23: Darstellung der empfangenen Signale für die 500 Einzelmessungen in der Dispersion mit einem Masseanteil von 10 Prozent Glaspartikeln der Probe 2227, gemessen mit der 5-MHz-Olympus-Sonde.....	46
Abbildung 24: Standardabweichungs- und Linearisierungskurven der Dispersion aus destilliertem Wasser und 0 bis 50 Masseprozent sphärischen Glaspartikeln der Probe 2227, gemessen mit der 5 MHz Olympus-Sonde.	46
Abbildung 25: Vergrößerter Ausschnitt aus dem relevanten Teil der Standardabweichungskurven der Dispersion aus destilliertem Wasser und 0 bis 50 Masseprozent sphärischen Glaspartikeln der Probe 2227, gemessen mit der 5-MHz- Olympus-Sonde. Die Linearisierungskurven wurden zur besseren Übersicht ausgeblendet.....	47
Abbildung 26: Darstellung der maximalen Standardabweichung sowie des zeitlichen Abfalls der Rückstreuamplitude β als Funktion der Partikelkonzentration, gemessen mit der 5-MHz-Olympus-Sonde, in einer Dispersion aus destilliertem Wasser und 0 bis 50 Masseprozent sphärischen Glaspartikeln der Probe 2227.....	48
Abbildung 27: Darstellung der empfangenen Signale für die 500 Einzelmessungen in	

	der Dispersion mit einem Masseanteil von 10 Prozent Glaspartikeln der Probe 3000, gemessen mit der 5-MHz-Olympus-Sonde.....	49
Abbildung 28:	Standardabweichungs- und Linearisierungskurven der Dispersion aus destilliertem Wasser und 0 bis 50 Masseprozent sphärischen Glaspartikeln der Probe 3000, gemessen mit der 5-MHz-Olympus-Sonde.....	49
Abbildung 29:	Vergrößerter Ausschnitt aus dem relevanten Teil der Standardabweichungskurven der Dispersion aus destilliertem Wasser und 0 bis 50 Masseprozent sphärischen Glaspartikeln der Probe 3000, gemessen mit der 5-MHz-Olympus-Sonde. Die Linearisierungskurven wurden zur besseren Übersicht ausgeblendet.....	50
Abbildung 30:	Darstellung der maximalen Standardabweichung sowie des zeitlichen Abfalls der Rückstreuamplitude β als Funktion der Partikelkonzentration, gemessen mit der 5-MHz-Olympus-Sonde, in einer Dispersion aus destilliertem Wasser und 0 bis 50 Masseprozent sphärischen Glaspartikeln der Probe 3000.....	50
Abbildung 31:	Darstellung der empfangenden Signale für die 500 Einzelmessungen in der Dispersion aus destilliertem Wasser und einem Masseanteil von 10 Prozent Glaspartikeln der Probe 2227, gemessen mit der 2-MHz-Inoson-Sonde mit Vorlaufstrecke.....	51
Abbildung 32:	Ausschnitt aus den Echosignalen für die 500 Einzelmessungen in der Dispersion aus destilliertem Wasser mit einem Masseanteil von 10 Prozent Glaspartikeln der Probe 2227, gemessen mit der 2-MHz-Inoson-Sonde mit Vorlaufstrecke. Oben sind die Rohdaten lediglich gefiltert, unten sind sie zusätzlich mit ihrem jeweiligen Anregungssignal kreuzkorreliert.....	52
Abbildung 33:	Standardabweichungs- und Linearisierungskurven der Dispersion aus destilliertem Wasser und 0 bis 50 Masseprozent sphärischen Glaspartikeln der Probe 2227, gemessen mit der 2-MHz-Inoson-Sonde.....	53
Abbildung 34:	Vergrößerter Ausschnitt aus dem relevanten Teil der Standardabweichungskurven der Dispersion aus destilliertem Wasser und 0 bis 50 Masseprozent sphärischen Glaspartikeln der Probe 2227, gemessen mit der 2-MHz-Inoson-Sonde. Die Linearisierungskurven wurden zur besseren Übersicht ausgeblendet.....	54
Abbildung 35:	Darstellung der maximalen Standardabweichung sowie des zeitlichen Abfalls der Rückstreuamplitude β als Funktion der Partikelkonzentration, gemessen mit der 2-MHz-Inoson-Sonde in einer Dispersion aus destilliertem Wasser und 0 bis 50 Masseprozent sphärischen Glaspartikeln der Probe 2227.....	54
Abbildung 36:	Darstellung der empfangenden Signale für die 500 Einzelmessungen in der Dispersion aus destilliertem Wasser und einem Masseanteil von 10 Prozent Glaspartikeln der Probe 3000, gemessen mit der 2-MHz-Inoson-Sonde mit Vorlaufstrecke.....	55
Abbildung 37:	Standardabweichungs- und Linearisierungskurven der Dispersion aus destilliertem Wasser und 0 bis 50 Masseprozent sphärischen Glaspartikeln der Probe 3000, gemessen mit der 2-MHz-Inoson-Sonde.....	55
Abbildung 38:	Darstellung der maximalen Standardabweichung sowie des zeitlichen Abfalls der Rückstreuamplitude β als Funktion der Partikelkonzentration, gemessen mit der 2-MHz-Inoson-Sonde in einer Dispersion aus	

	destilliertem Wasser und 0 bis 50 Masseprozent sphärischen Glaspartikeln der Probe 3000.....	56
Abbildung 39:	Winkelverteilungsfaktor $L(k_a, \theta)$ für die gemessenen Konstellationen aus Schallfrequenz f (links 2 und rechts 5 MHz) und Partikeldurchmesser x (oben 112 und unten 15 μm).....	57
Abbildung 40:	Simulationsergebnisse des Faran-Modells für den Winkelverteilungsfaktor $L(180^\circ)$ bei einer Schallfrequenz f von oben 2 und unten 5 MHz unter verschiedenen Partikeldurchmessern mit $\Delta x=5$ μm	58
Abbildung 41:	Simulationsergebnisse des Faran-Modells für den Winkelverteilungsfaktor $L(180^\circ)$ bei einem Partikeldurchmesser von oben 15 und unten 112 μm unter verschiedenen Schallfrequenzen f mit $\Delta f=0,2$ MHz.....	59
Abbildung 42:	Darstellung der empfangenen Signale für die 500 Einzelmessungen in der Dispersion aus geschmolzenem Polypropylen mit einem Masseanteil von 10 Prozent Glaspartikeln der Probe 2227, gemessen im Extruder mit der 2-MHz-Inoson-Sonde.....	62
Abbildung 43:	Ausschnitt aus den Echosignalen für die 500 Einzelmessungen in der Dispersion aus geschmolzenem Polypropylen mit einem Masseanteil von 10 Prozent Glaspartikeln der Probe 2227, gemessen mit der 2-MHz-Inoson-Sonde im Versuchsextruder.....	62
Abbildung 44:	Standardabweichungs- und Linearisierungskurven der Messung mit der 2-MHz-Inoson-Sonde im Extruder mit einer Dispersion aus Polypropylen 0 bis 20 Masseprozent sphärischen Glaspartikeln der Probe 2227.....	63
Abbildung 45:	Darstellung der maximalen Standardabweichung sowie des zeitlichen Abfalls der Rückstreuamplitude β als Funktion der Partikelkonzentration für die Messung mit der 2-MHz-Inoson-Sonde im Extruder in einer Dispersion aus Polypropylen 0 bis 20 Masseprozent sphärischen Glaspartikeln der Probe 2227.....	64
Abbildung 46:	Druck (blau) und Temperatur (rot) in der Dispersion zum Zeitpunkt der jeweiligen Einzelmessung.....	64
Abbildung 47:	Vorlaufstrecke einfacher Zylindergeometrie aus Polystyrol (Länge 50 mm, Durchmesser 8 mm).....	66
Abbildung 48:	Einfluss der Anzahl von N Einzelmessungen auf die Standardabweichungskurve einer Dispersion aus destilliertem Wasser und 5 Masseprozent Glaspartikel der Probe 2227, gemessen unter vereinfachten Systembedingungen mit einer Vorlaufstrecke aus Polystyrol mit einfacher, zylindrischer Geometrie. Die Anzahl der verwendeten Einzelmessungen sowie der Anpassungsfehler sind über dem jeweiligen Grafen angegeben.....	67
Abbildung 49:	Darstellung der maximalen Standardabweichung sowie des zeitlichen Abfalls der Rückstreuamplitude β als Funktion der Partikelkonzentration für die Messung mit der 5-MHz-Olympus-Sonde unter vereinfachten Systembedingungen in einer Dispersion aus Polypropylen 5 Masseprozent sphärischen Glaspartikeln der Probe 2227 bei unterschiedlicher Anzahl ausgewerteter Einzelmessungen.....	68
Abbildung 50:	Einfluss der Anzahl von N Einzelmessungen auf die Standardabweichungskurve einer Dispersion aus Polypropylen und 10 Masseprozent Glaspartikel der Probe 2227, gemessen im Versuchsextruder mit der 2-MHz-Inoson-Sonde. In einem Grafen sind	

	jeweils fünf separate Messreihen dargestellt.....	69
Abbildung 51:	Darstellung der aus den Standardabweichungskurven in Abbildung 50 gewonnenen Parameter(links), β (Mitte) und(rechts), aufgetragen über die jeweilige Messreihe.....	70
Abbildung 52:	Temperaturentwicklung während der fünf aufgenommenen Messreihen (horizontal). In vertikaler Richtung beträgt die Anzahl der ausgewerteten Einzelmessungen n von oben nach unten 100, 500 und 1000.....	71
Abbildung 53:	Standardabweichungs- und Linearisierungskurven der Messung mit der 2-MHz-Inoson-Sonde im Extruder mit einer Dispersion aus Polypropylen und 15 Masseprozent sphärischen Glaspartikeln der Probe 2227 bei verschiedenen Messwiederholraten.....	74
Abbildung 54:	Darstellung der maximalen Standardabweichung sowie des zeitlichen Abfalls der Rückstreuamplitude β bei unterschiedlicher Messwiederholrate. Gemessen wurde mit der 2 MHz Inoson-Sonde im Extruder in einer Dispersion aus Polypropylen und 15 Masseprozent sphärischer Glaspartikel der Probe 2227.....	74
Abbildung 55:	Druck (blau) und der Temperatur (rot) zum Zeitpunkt der jeweiligen Einzelmessung.....	75
Abbildung 56:	Druck- und Temperaturverlauf während der vier Messreihen, bei denen je 500 Einzelmessungen im Zeitabstand von 200 ms aufgezeichnet wurden.....	78
Abbildung 57:	Darstellung des temperaturbedingten zeitlichen Versatzes der N Einzelmessungen anhand der ersten, zweihundertfünfzigsten und fünfhundertsten Einzelmessung bei deaktivierter Synchronisationsfunktion.....	80
Abbildung 58:	Standardabweichungskurven bei kleiner werdender Temperaturänderung $\Delta\Theta$ zwischen den Einzelmessungen bei deaktivierter Synchronisationsfunktion.....	82
Abbildung 59:	Darstellung des temperaturbedingten zeitlichen Versatzes der N Einzelmessungen anhand der ersten, zweihundertfünfzigsten und fünfhundertsten Einzelmessung bei aktivierter Synchronisation im Laufzeitbereich 56-57 μs	83
Abbildung 60:	Standardabweichungskurven bei kleiner werdender Temperaturänderung $\Delta\Theta$ zwischen den Einzelmessungen bei aktivierter Synchronisationsfunktion.....	85
Abbildung 61:	Einfluss der Temperaturänderung $\Delta\Theta$ während der Aufzeichnung der Einzelmessungen auf die ermittelten Parameter maximale Standardabweichung (links) und zeitlicher Abfall β (Mitte) sowie der Anpassungsfehler (rechts) bei aktivierter (blau) und deaktivierter (rot) Synchronisationsfunktion.....	86
Abbildung 62:	Im Versuch verwendete Anregungssignale (gemessen vor dem Leistungsverstärker), links ist der Zeitverlauf und rechts das zum Signal gehörige Frequenzspektrum dargestellt.....	89
Abbildung 63:	Verhältnis vom im Signalgeneratorprogramm eingestellter Spannungsamplitude zur Spitze-Spitze-Spannung am Ausgang des mit der 2-MHz-Inoson-Sonde belastetem Verstärkers des Typs AR KAA2030 200 Watt.....	90
Abbildung 64:	Schema der Anregung mit einem gaußmodulierten Sinusburst.....	91
Abbildung 65:	Darstellung der 2-MHz-Inoson-Sonde mit Vorlaufstrecke als Zweitortsystem mit angegebenen Streuparametern.....	92
Abbildung 66:	Vorwärts-Transmissionsfaktor (vom rotem zum blauem	

	Sondenanschluss) der 2-MHz-Inoson-Sonde mit Vorlaufstrecke (links Spektrum von 100 kHz bis 3,5 MHz; rechts Ausschnitt von 1,6 MHz bis 2,6 MHz).....	92
Abbildung 67:	Anregungssignale gemessen am Eingang (türkis) und am Ausgang (rosa) des Verstärkers. Die Frequenz des gaußgefensterten Sinusbursts betrug 2,1 MHz.....	95
Abbildung 68:	Anregungssignale gemessen am Eingang (türkis) und am Ausgang (rosa) des Verstärkers. Die Frequenz des gaußgefensterten Sinusbursts betrug 2,0 MHz.....	95
Abbildung 69:	Reflexionen am Ende der Vorlaufstrecke in destilliertem Wasser bei einem Anregungssignal in der Form eines gaußmodulierten Sinusburst mit der Frequenz 2,1 MHz (oben) bzw. 2,0 MHz (unten) und drei Perioden innerhalb des Gauß-Fensters. Die Empfangssignale wurden nachträglich gefiltert, wobei die Filterbandbreite auf der linken Seite mit 0,6 MHz dem Arbeitsbereich des Ultraschallwandlers und auf der rechten Seite der Frequenzbandbreite des Anregungssignals (2,6 MHz) entsprach.....	98
Abbildung 70:	Vergleich von Anregungs- und Empfangssignal mit der 2-MHz-Inoson-Sonde in einer Dispersion aus destilliertem Wasser mit einem Masseanteil von 10 Prozent Glaspartikeln der Probe 2227. Das Anregungssignal war ein gaußmodulierter Sinusburst mit drei Perioden innerhalb des Gauß-Fensters und einer Sinusfrequenz von 2,1 MHz.....	99
Abbildung 71:	Dargestellt sind die jeweiligen Empfangssignale, die Kreuzkorrelation sowie die mittelwertbereinigten Partikelreflexionen nach der Filterung durch den Bandpass bei von links nach rechts und oben nach unten ansteigender Filtermittenfrequenz bei einer Filterbandbreite von jeweils 0,2 MHz.....	100
Abbildung 72:	Darstellung der aus den schmalbandig gefilterten Empfangssignalen berechneten Standardabweichungskurven, gemessen in einer Dispersion aus destilliertem Wasser und einem Masseanteil von 10 Prozent sphärischen Glaspartikel der Probe 2227.....	101
Abbildung 73:	Darstellung der maximalen Standardabweichung, des zeitlichen Abfalls der Rückstreuamplitude β , des Anpassungsfehlers sowie der maximalen Rückstreuamplitude bei unterschiedlicher Filtermittenfrequenz, gemessen wurde mit der 2 MHz Inoson-Sonde in einer Dispersion aus destilliertem Wasser mit einem Masseanteil von 10 Prozent sphärischen Glaspartikel der Probe 2227.....	101
Abbildung 74:	Darstellung der aus den Standardabweichungskurven ermittelten maximalen Standardabweichung, des zeitlichen Abfalls der Rückstreuamplitude sowie Anpassungsfehlers der Linearisierungsfunktion. Die verschiedenfarbig dargestellten Kurven verdeutlichen den Einfluss der entsprechenden Verarbeitungsfunktionen des Messprogramms.....	106
Abbildung 75:	Schema der Entstehung von Nebenechos durch an den Begrenzungen von zylinderförmigen Vorlaufstrecken abgespaltener Transversalwellen [1].....	110
Abbildung 76:	Unbearbeitete Empfangssignale aus einer Messung in einer Dispersion aus destilliertem Wasser und einem Masseanteil von 5 Prozent sphärischer Glaspartikel der Probe 2227, gemessen mit der 5-MHz-Olympus-Sonde und einer 50 mm langen Vorlaufstrecke einfacher Zylindergeometrie aus Polystyrol mit einem Durchmesser	

d=8 mm (oben) und d=25 mm (unten).....	111
Abbildung 77: Aufbau einer „State-Machine“.....	126
Abbildung 78: Benutzeroberfläche des LabView-Messprogramms.....	127
Abbildung 79: Bedien- und Verarbeitungsschritte des Messprogramms.....	129
Abbildung 80: Darstellung des Programmschritts "Datenquellen auswählen".....	131
Abbildung 81: Darstellung des Programmschritts "Hardware initialisieren".....	132
Abbildung 82: Darstellung des Programmschritts "Hardware konfigurieren".....	133
Abbildung 83: Darstellung des Programmschritts "Daten von Hardware lesen (IL)" .	134
Abbildung 84: Darstellung des Programmschritts "Datei(en) initialisieren".....	135
Abbildung 85: Darstellung des Programmschritts "Schleifenläufe berechnen (OL)".	137
Abbildung 86: Darstellung des Programmschritts "Daten von einer Datei lesen (IL)"	139
Abbildung 87: Darstellung des Programmschritts "Messdatenverarbeitung Einzelmessung (IL)".....	140
Abbildung 88: Darstellung des Programmschritts "Standardabweichung berechnen (OL)".....	143
Abbildung 89: Darstellung des Programmschritts "Angehalten".....	145
Abbildung 90: Darstellung des Programmschritts "Ende".....	146
Abbildung 91: Darstellung der Subfunktion „Speichern_als_Spaltenvektoren_Experimentbeschreibung.vi“; links die State-Machine im Programmschritt „write“, rechts die beiden Schritte „first run“ und „run“.....	147
Abbildung 92: Filterfunktion "Frequenzfilter_V1.vi".....	149
Abbildung 93: Darstellung der Subfunktion „Synchronisation_v12.vi“; oben die State- Machine im Programmschritt „create reference“, unten der State „synchronize“.....	150
Abbildung 94: Darstellung der Subfunktionen "Kreuzkorrelation_V1.vi" (links) und "Kreuzkorrelation_mit_schift_auf_maxY_V1.vi"(rechts).....	152
Abbildung 95: Funktionsweise der Kreuzkorrelationsfunktion im Zeitbereich, links von oben nach unten der zeitliche Ablauf der Verarbeitung, rechts oben das Empfangssignal „X“, darunter das Anregungssignal „Y“ und rechts unten das aus der Kreuzkorrelation der von X und Y entstandene Signal.....	154
Abbildung 96: Darstellung der Subfunktionen "FFT_Kreuzkorrelation_v1.vi" (links) und "FFT_Kreuzkorrelation_mit_schift_auf_maxY_v1.vi"(rechts).....	154
Abbildung 97: Darstellung der Subfunktion "Kurvenglättung_V1.vi".....	155
Abbildung 98: Linearisierungsfunktion "Linearisierung_V1.vi" mit manueller Anpassung des zu linearisierenden Kurvenbereichs.....	156
Abbildung 99: Linearisierungsfunktion "Linearisierung_V2.vi" mit automatischer Anpassung des zu linearisierenden Kurvenbereichs an die Form der Standardabweichungskurve.....	157
Abbildung 100: Analyse der Partikelgrößenklassen der sphärischen Glaspartikel innerhalb der Probe 2227, zur Verfügung gestellt durch das Süddeutsche Kunststoff-Zentrum (SKZ).....	158
Abbildung 101: Analyse der Partikelgrößenklassen der sphärischen Glaspartikel innerhalb der Probe 3000, zur Verfügung gestellt durch das Süddeutsche Kunststoff-Zentrum (SKZ).....	159

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Kennwerte der Dichteverteilung der sphärischen Glaspartikel.....	43
Tabelle 2: Starttemperatur und maximale Temperaturänderung während der Messreihen	78
Tabelle 3: Zeitlicher Versatz zwischen der ersten und fünfhundertsten Einzelmessung der jeweiligen Messreihe aufgrund der Temperaturänderung während der Messungen. Die Auswertung erfolgte mit deaktivierter Synchronisationsfunktion.....	81
Tabelle 4: Zeitlicher Versatz zwischen der ersten und fünfhundertsten Einzelmessung der jeweiligen Messreihe aufgrund der Temperaturänderung während der Messungen. Die Auswertung erfolgte mit aktivierter Synchronisationsfunktion.....	84
Tabelle 5: Eigenschaften der verwendeten Anregungssignale.....	88
Tabelle 6: Materialparameter.....	122
Tabelle 7: Bedienelemente der Messsoftware.....	128

A Anhang

A.1. Materialparameter der verwendeten Stoffe

Material	Temperatur [°C]	Dichte ρ [kg·m ⁻³]	Schallgeschwindigkeit, longitudinal c_L [m·s ⁻¹]	Schallgeschwindigkeit, transversal c_T [m·s ⁻¹]
Wasser	25	997,048 ¹	1497 ¹	-
Kron-Glaspartikel	-	2500 ¹	5100 ¹	2840 ¹
Polypropylen (geschmolzen)	284,2 ²	910 ¹	769,2 ²	-
Polyimid	-	1420 ³	2170 ³	-
Stahl	-	7800 ¹	5940 ¹	3220 ¹
Polystyrol (Polystyren)	25	1060 ¹	2327 ²	1120 ¹
Luft (trocken)	25	1,1839 ¹	346 ¹	-

Tabelle 6: Materialparameter

Quellen für die Materialparameter:

¹[13 (CRC Handbook of Chemistry and Physics Seite 989, 2396 f und 2449)]

²[eigene Messung]

³[GoodFellow-Katalog, www.goodfellow.com/G/Polyimid.html, Stand 01.04.2016]

A.2. Streumodell nach Faran

Ein allgemein anerkanntes Modell zur Berechnung der Koeffizienten der gestreuten Welle A_n (siehe Gleichung 2.22) wurde von James J. Faran entwickelt [14]. Anders als das ECAH-Modell oder die gekoppelte Phasen Theorien beinhaltet Faran's Model keine Beschränkungen der Partikelgrößen. Es kann sowohl für flüssige als auch für feste Medien angewendet werden, da Longitudinalwellen p_L und Transversalwellen p_T innerhalb der Partikel beachtet werden. In dem Modell wird das resultierende Schallfeld in genügend großen Abstand vom Partikel $r \rightarrow \infty$ und unter der Annahme einer eben einfallenden Welle betrachtet (siehe Gleichung 2.24).

Die Koeffizienten A_n folgen aus den Randbedingungen an der Grenzfläche zwischen Partikel und Kontinuum. Sie sind von Faran wie folgt gewählt worden [4, 14]:

- Es herrscht ein Gleichgewicht zwischen dem Normaldruck im Fluid und der Normalspannung im Partikel.
- Es gibt ein Gleichgewicht der radialen Bewegungskomponente zwischen dem Partikel und dem Kontinuum.
- Die Scherspannung im Fluid ist gleich Null.

Anders als das ECAH-Modell geht Faran also von einem reibungsfreien Kontinuum aus. Außerdem verzichtet er auf die Betrachtung des Wärmeübergangs zwischen Partikel und Kontinuum. Das beschränkt die Anwendbarkeit von Farans Model auf Fälle, in denen diese Wechselwirkungsmechanismen gegenüber anderen Effekten zu vernachlässigen sind. Das ist im Kurzwellenregime ($ka > 1$) bzw. auch noch im Übergangsbereich $ka \approx 1$ der Fall.

Faran leitet die Koeffizienten der gestreuten Wellen in der Form

$$A_n = \frac{-i \cdot \tan \psi_n}{1 + i \cdot \tan \psi_n} \quad (5.1)$$

ab [4, 14]. Dabei ist ψ_n die komplexe Phasenverschiebung der n -ten gestreuten Welle. Sie wird über

$$\tan \psi_n = \tan \delta_n(ka) \cdot \frac{\tan \alpha_n(ka) - \frac{\rho_k}{\rho_d} \tan \zeta_n(k_{La}, k_{Ta})}{\tan \beta_n(ka) - \frac{\rho_k}{\rho_d} \tan \zeta_n(k_{La}, k_{Ta})} \quad (5.2)$$

mit

$$\tan \delta_n(ka) = -\frac{j_n(ka)}{n_n(ka)}, \quad (5.3)$$

$$\tan \alpha_n(ka) = -\frac{ka \cdot j'_n(ka)}{j_n(ka)}, \quad (5.4)$$

$$\tan \beta_n(ka) = -\frac{ka \cdot n'_n(ka)}{n_n(ka)}, \quad (5.5)$$

$$\tan \zeta_n(k_{La}, k_{Ta}) = -\frac{(k_{Ta})^2}{2} \left[\frac{\frac{\tan \alpha_n(k_{La})}{1 + \tan \alpha(k_{La})} - \frac{n^2 + n}{n^2 + n - 1 - \frac{(k_{Ta})^2}{2} + \tan \alpha_n(k_{Ta})}}{n^2 + n - \frac{(k_{Ta})^2}{2} + 2 \tan \alpha_n(k_{La})} - \frac{(n^2 + n)(1 + \tan \alpha_n(k_{Ta}))}{1 + \tan \alpha_n(k_{La})} \right] \frac{1}{n^2 + n - 1 - \frac{(k_{Ta})^2}{2} + \tan \alpha_n(k_{Ta})} \quad (5.6)$$

berechnet [4, 14].

Die Wellenzahlen k_{La} und k_{Ta} entsprechen denen der longitudinalen und transversalen Schallwelle im Inneren des Partikels und werden über die jeweiligen Schallgeschwindigkeiten bestimmt [4, 14].

$$k_{La} = \frac{\pi x f}{c_d, L} \quad (5.7)$$

$$k_{Ta} = \frac{\pi x f}{c_d, T} \quad (5.8)$$

Farans Ansatz lässt sich vor allem zur Beschreibung der Schallausbreitung in Dispersiven mit sphärischen Partikeln deren Größe im Bereich der Wellenlänge liegt ($ka \approx 1$), gut anwenden [4]. Außerdem muss die Partikelkonzentration ausreichend gering sein, da davon ausgegangen wird, dass sich die durch die Partikelreflexionen erzeugten Schallfelder nicht gegenseitig beeinflussen.

A.3. Dokumentation des Messprogramms

A.3.1. Aufgaben des Messprogramms

Das im Rahmen dieser Arbeit erstellte Programm „DISPO_DigitizerNI PXI5124_StateMachine_v13.vi“ dient zur Erfassung und gegebenenfalls Aufzeichnung der unverarbeiteten Ultraschall-Empfangssignale, hier Einzelmessung genannt.

Das Programm synchronisiert und verarbeitet eine vorgegebene Anzahl von Einzelmessungen und stellt die Standardabweichung zwischen den Einzelmessungen in einer entsprechenden Kurve grafisch dar. Außerdem linearisiert sie einen vorgegebenen Teilbereich dieser Standardabweichungskurve und gibt die maximale Standardabweichung σ_{max} und die Steigung der Linearisierungsgeraden β aus. Die Rohdaten für die Signalverarbeitung können entweder aus der direkten Messung stammen oder von Textdateien eingelesen werden, in denen die Rohdaten vorab mit Hilfe der Software gespeichert wurden.

Das Signalverarbeitungsprogramm kann grob in die folgenden logischen Aufgaben unterteilt werden:

- Erfassung und ggf. Speicherung der unbearbeiteten Sensordaten,
- Filterung und Synchronisation der Einzelmessungen,
- Statistische Auswertung der Einzelmessungen inklusive Linearisierung eines vorgegebenen Teilbereiches der Standardabweichungskurve und
- Darstellung der Verarbeitungsergebnisse.

Die Aufbereitung der gemessenen Rohdaten für die statistische Auswertung stellt dabei eine besondere Herausforderung dar. Der statistische Ansatz ist zwar praktisch für die Analyse der Dispersion, stellt aber hohe Anforderungen an die Synchronisation der gemessenen Einzelsignale. Im statistischen Ansatz wird davon ausgegangen, dass die stationären Reflexionen, zum Beispiel am Übergang vom Ende der Vorlaufstrecke in den Schmelzkanal, auch wirklich statisch sind und damit trotz großer Signalamplituden keine Standardabweichung zwischen den Einzelmessungen erzeugen. Die praktischen Versuche haben jedoch gezeigt, dass ein Anregungssignal nicht hundertprozentig identisch mehrfach erzeugt werden kann. Das leichte „Jittern“ der Anregungssignale erzeugt eine leichte Phasenverschiebung zwischen den Empfangssignalen, die die

Standardabweichung der Signale, gerade an den Stellen der durch die stationären Reflexionen erzeugten großen Signalamplituden, stark beeinflusst. Außerdem erzeugen Temperaturschwankungen in der Polymerschmelze nicht konstante Phasenverschiebungen zwischen den Einzelsignalen. Da schon kleinste Phasenverschiebungen zwischen den Einzelsignalen das Ergebnis stark verfälschen können, ist die Synchronisation der Einzelmessungen eine der Hauptaufgaben des Verarbeitungsprogramms.

A.3.2. Allgemeine Programmarchitektur

Als Programmstruktur wurde der Ansatz der „State-Machine“ gewählt um eine gute Erweiterbarkeit und Übersichtlichkeit des Programms zu gewährleisten. Der allgemeine Aufbau einer State-Machine in LabView ist in der Abbildung 77 dargestellt.

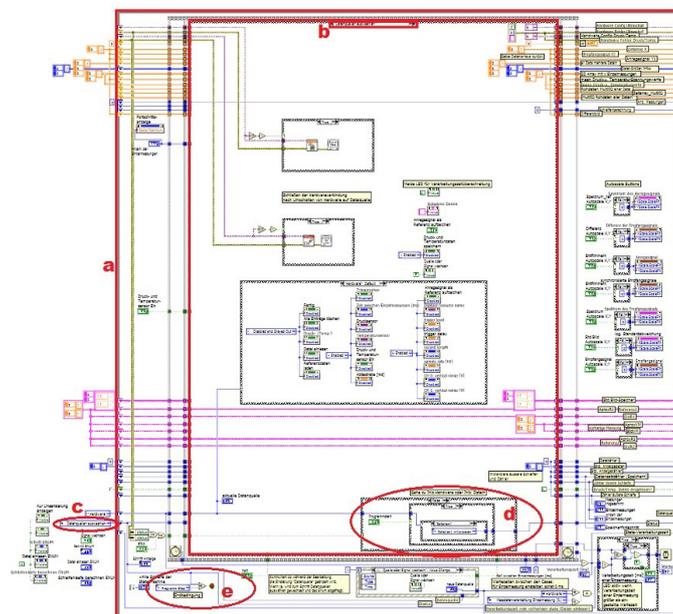


Abbildung 77: Aufbau einer „State-Machine“

Eine State-Machine ist ein Zustandsautomat und besteht aus einer While-Schleife (Abbildung 77: a) mit eingebetteter Case-Struktur (Abbildung 77: b). Die Zustände der Case-Struktur, werden wiederum von der ENUM-Variable „Schritt ENUM“ bestimmt (Abbildung 77: c), in der der aktuelle Programmstatus hinterlegt ist. Die Anweisungen innerhalb eines bestimmten Zustandes der State-Machine werden nachfolgend Programmschritt genannt. Ist ein Programmschritt vollständig durchlaufen, erfolgt ggf. eine bedingungsgesteuerte Änderung der „Schritt ENUM“ Variable (Abbildung 77: d). Beim nächsten Aufruf der While-Schleife wird dann der in der ENUM-Variablen hinterlegte Programmschritt aufgerufen und bearbeitet. Die While-Schleife wird so lange immer wieder durchlaufen, bis eine Endbedingung die Schleife beendet. Im Normalfall wird

für diese Endbedingung abgefragt, ob in der ENUM-Variablen ein spezifischer Programmschritt für den nächsten Aufruf hinterlegt ist (Abbildung 77: e). Durch die Case-Struktur kann das Programm leicht zwischen einzelnen Programmschritten hin- und herspringen und es können auch einfach neue Programmschritte hinzugefügt werden.

A.3.3. Erläuterung der Benutzeroberfläche und Bedienung

Die Benutzeroberfläche der Messsoftware ist so angeordnet, dass sich die Bedienelemente des Programms auf der linken Seite befinden. Sie sind in Gruppen entsprechend ihrer Funktion eingeteilt und mit einem Rahmen visuell voneinander getrennt. Direkt rechts daneben befinden sich die Grafen, die die Messergebnisse darstellen.

In Abbildung 78 ist die komplette Bedienoberfläche des Messprogramms dargestellt. Aufgrund der Größe der Bedienoberfläche kann immer nur ein Teil von ihr gleichzeitig auf einem Bildschirm dargestellt werden. Dabei variiert der darstellbare Ausschnitt mit der Größe des verwendeten Bildschirms. Die restlichen Bedienelemente sind durch horizontales und vertikales Scrollen der Bedienoberfläche zugänglich. Die Größe des mit dem NI-Terminal darstellbaren Bildausschnitts ist in der Abbildung mit einem roten Rahmen angedeutet. Die Bedienelemente und Grafen wurden im Bild nachträglich mit Zahlen markiert, um in der nachfolgenden Tabelle 7 ihre Funktion anzugeben.

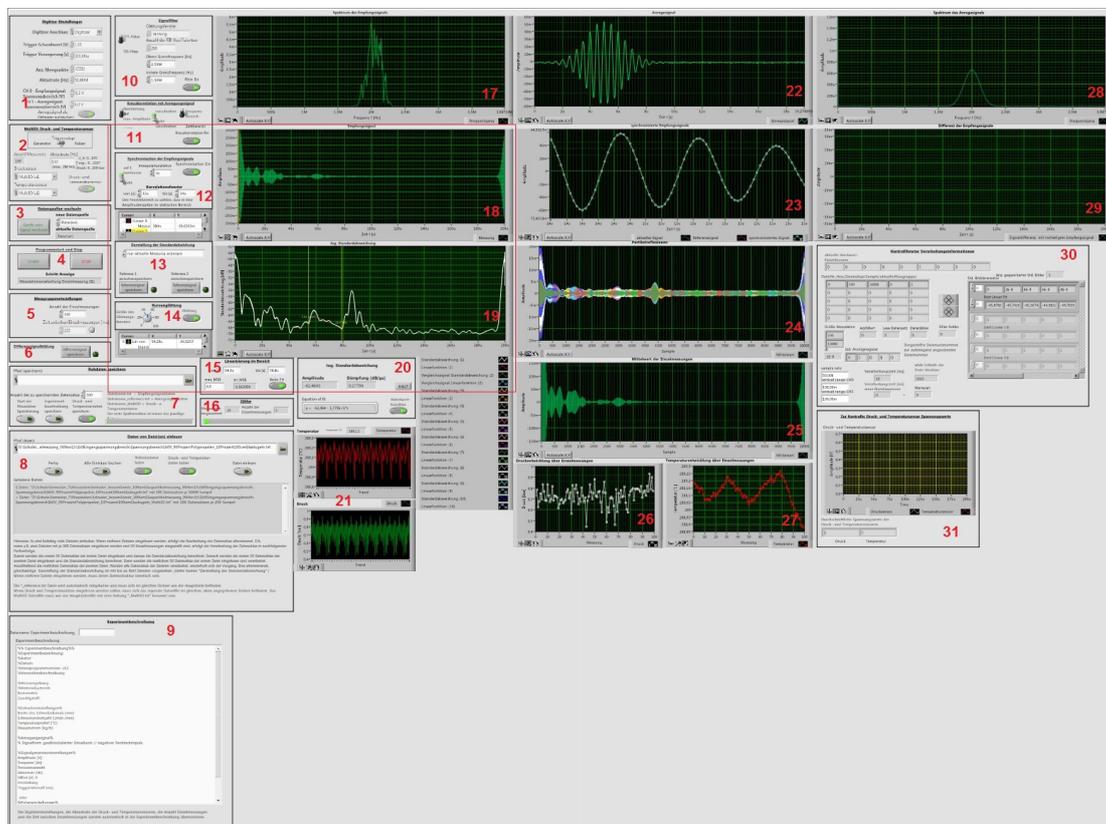


Abbildung 78: Benutzeroberfläche des LabView-Messprogramms

Elementnummer	Funktion
1	Parametereinstellungen der Digitizer-Karte zuständig für den Empfang der Ultraschallsignale
2	Parameter- und Triggereinstellungen der MultiIO-Karte zuständig für den Empfang der Druck- und Temperaturdaten
3	Reset der Messsoftware und Umschaltung der Datenquelle für die Auswertung (Datei(en) oder Hardware)
4	Starten der Verarbeitung und Stoppen des Programms sowie Anzeige des aktuellen Programmschrittes
5	Einstellung der Anzahl der Einzelmessungen, über die die Standardabweichung gebildet wird Einstellung der Wartezeit zwischen den Einzelmessungen
6	Zwischenspeichern der aktuellen Einzelmessung für die Differenzbildbildung
7	Speicherung der Rohdaten in einer Textdatei
8	Laden von Rohdaten von einer oder mehreren Textdateien
9	Dialogbox für Ergänzungen in der auf Wunsch automatisch erstellten Datei zur Experimentbeschreibung, in der die eingestellten Hardwareparameter hinterlegt werden
10	Zuschalten und Einstellen des Bandpasses
11	Zuschalten und Einstellen der Kreuzkorrelation vom Anregungs- und Empfangssignal
12	Zuschalten und Einstellen der Synchronisationsfunktion
13	Umschalten der Anzeigemodi des Grafen für die Standardabweichungskurven
14	Zuschalten und Einstellen der Kurvenglättungsfunktion für die Standardabweichungskurve
15	Angabe des in der Standardabweichungskurve zu linearisierenden Bereichs
16	Zähler für die Anzahl der Einzelmessungen und Fortschrittsanzeige
17	Darstellung des Frequenzspektrums des empfangenen Ultraschallsignals
18	Darstellung des verarbeiteten Ultraschallempfangssignals (Einzelmessung)
19	Darstellung der Standardabweichungskurve sowie des linearisierten Bereichs
20	Ausgabe der Amplitude und Dämpfung auf Grundlage der Linearisierungskurve
21	Fortlaufende Trenddarstellung von Druck- und Temperatur
22	Darstellung des Sendesignals
23	Darstellung des Effekts der Synchronisationsfunktion
24	Darstellung der mittelwertbereinigten Partikelreflexionen
25	Darstellung des Mittelwerts der für eine Messgruppe verarbeiteten Einzelmessungen
26	Darstellung der Druckmittelwerte der für eine Messgruppe verarbeiteten Einzelmessungen
27	Darstellung der Temperaturmittelwerte der für eine Messgruppe verarbeiteten Einzelmessungen
28	Darstellung des Frequenzspektrums des Anregungssignals
29	Differenzbilddarstellung zwischen einem zuvor gespeichertem und dem aktuell gemessenen Ultraschallsignal
30	Kontrollbox, in der für Datenverarbeitung genutzte Datenarrays angezeigt werden
31	Darstellung der gemessenen Spannungswerte der Druck- und Temperatursensoren

Tabelle 7: Bedienelemente der Messsoftware

Wie bereits erwähnt, funktioniert die State-Machine, indem sie zwischen verschiedenen Programmschritten hin- und herspringt. Die grundlegenden Bedienungs- und Verarbeitungsschritte des Programms sind im Programmablaufplan in Abbildung 79 dargestellt.

A.3.2. Erläuterung der einzelnen Programmschritte des Messprogramms

Nachfolgend werden die Funktionen innerhalb der einzelnen Programmschritte näher erläutert. Dabei werden die Begriffe „Einzelmessung“, „Messgruppe“ und „Messreihe“ verwendet, die hier für die nachfolgenden Erläuterungen näher definiert werden.

Mit „Einzelmessung“ sind hier alle Datenvektoren gemeint, die zu einer einzelnen Messung gehören. Dazu gehört immer ein Datenvektor für das Empfangssignal der Ultraschallsonde. Wenn bei der Messung auch das Anregungssignal aufgezeichnet wurde, gehört auch dieser Datenvektor zu der Einzelmessung. Das Gleiche gilt für die Datenvektoren des Druck- und des Temperatursensors. Die Größe der jeweiligen Datenvektoren richtet sich nach der eingestellten Anzahl der Abtastpunkte.

Eine „Messgruppe“ umfasst alle Einzelmessungen, über die später die Standardabweichung gebildet wird. Die Größe der Messgruppe ist über den Parameter „Anzahl der Einzelmessungen“ einstellbar.

Mit „Messreihe“ sind alle Datenvektoren gemeint, die im Zusammenhang mit einem Versuch gemeinsam in den Textdateien `Dateiname.txt`, `Dateiname_reference.txt` und `Dateiname_MultiIO.txt` abgespeichert werden. Nähere Informationen dazu befinden sich im Abschnitt A.3.2.5..

A.3.2.1. Programmschritt „Datenquellen auswählen“

Im Programmschritt „Datenquellen auswählen“, der in Abbildung 80 dargestellt ist, erfolgt die Umschaltung zwischen den Datenquellen „Datei(en)“ und „Hardware“. In diesen Programmschritt kann man wechseln, indem man den Button „Quelle oder Signal wechseln“ (Abbildung 78: 3) betätigt. Dabei wird ein Event (Abbildung 80: e) ausgelöst, was den Wechsel in den Programmschritt „Datenquellen auswählen“ aus jedem beliebigen Programmschritt (auch aus der im Abschnitt A.3.2.5. dargestellten State-Machine zum Einlesen der Quelldateien) möglich macht. Bei Abbildung 78: 3 wird aus- gesucht, ob die zu verarbeitenden Rohdaten von einer Datei oder einer aktuellen Mes- sung stammen. Entsprechend wird bei Abbildung 80: d der Wert der „Schritt-ENUM-Variable“ so verändert, dass beim nächsten Aufruf der While-Schleife der State-Machine entweder der Programmschritt „Datei(en) initialisieren“ oder „Hardware initialisieren“ aufgerufen wird. Dazu werden bei Abbildung 80: c außerdem noch die Bedienelemente für die Hardwareeinstellungen (Abbildung 78: 1 und 2) sowie

die Dialogbox zum Einlesen der Dateien (Abbildung 78: 8) passend zur aktiven Datenquelleneinstellung aktiviert bzw. deaktiviert.

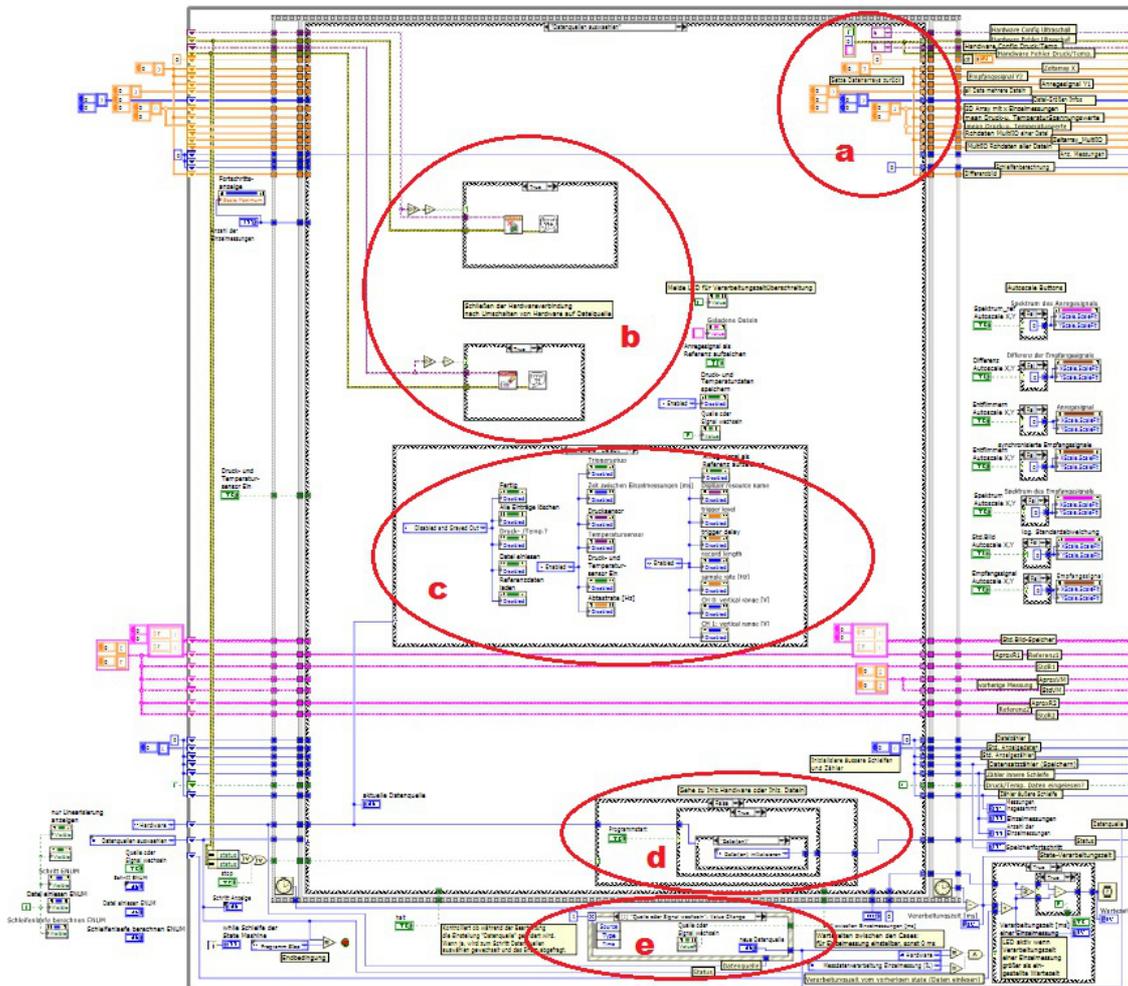


Abbildung 80: Darstellung des Programmschritts "Datenquellen auswählen"

Außerdem dient der Programmschritt zur Reinitialisierung des Programms, da alle wesentlichen Register zurückgesetzt (Abbildung 80: a) und eventuell offene Hardware-Tasks geschlossen (Abbildung 80: b) werden. Die einzigen Datenregister, die nicht zurückgesetzt werden, sind die der vorab gespeicherten Referenzbilder der Standardabweichungskurve.

A.3.2.2. Programmschritt „Hardware initialisieren“

Das Auslesen von Sensoren funktioniert in LabView über so genannte Hardware-Tasks. In dem in Abbildung 81 dargestellten Programmschritt „Hardware initialisieren“ werden daher zunächst einmal die entsprechenden Hardware-Tasks für den Ultraschallsensor (Abbildung 81: a) sowie die der Druck- und Temperatursensoren (Abbildung 81: b) angelegt. Die Hardwareeinstellungen (wie Abtastrate, Triggerlevel usw.) lassen sich in einer laufenden Messung nicht mehr ändern. Deswegen werden die entsprechenden Bedienelemente in Abbildung 78: 1 und 2 wieder gesperrt (Abbildung 81: c). Bei Abbildung 81: d wird in den nächsten Programmschritt „Hardware konfigurieren“ weiter geschaltet.

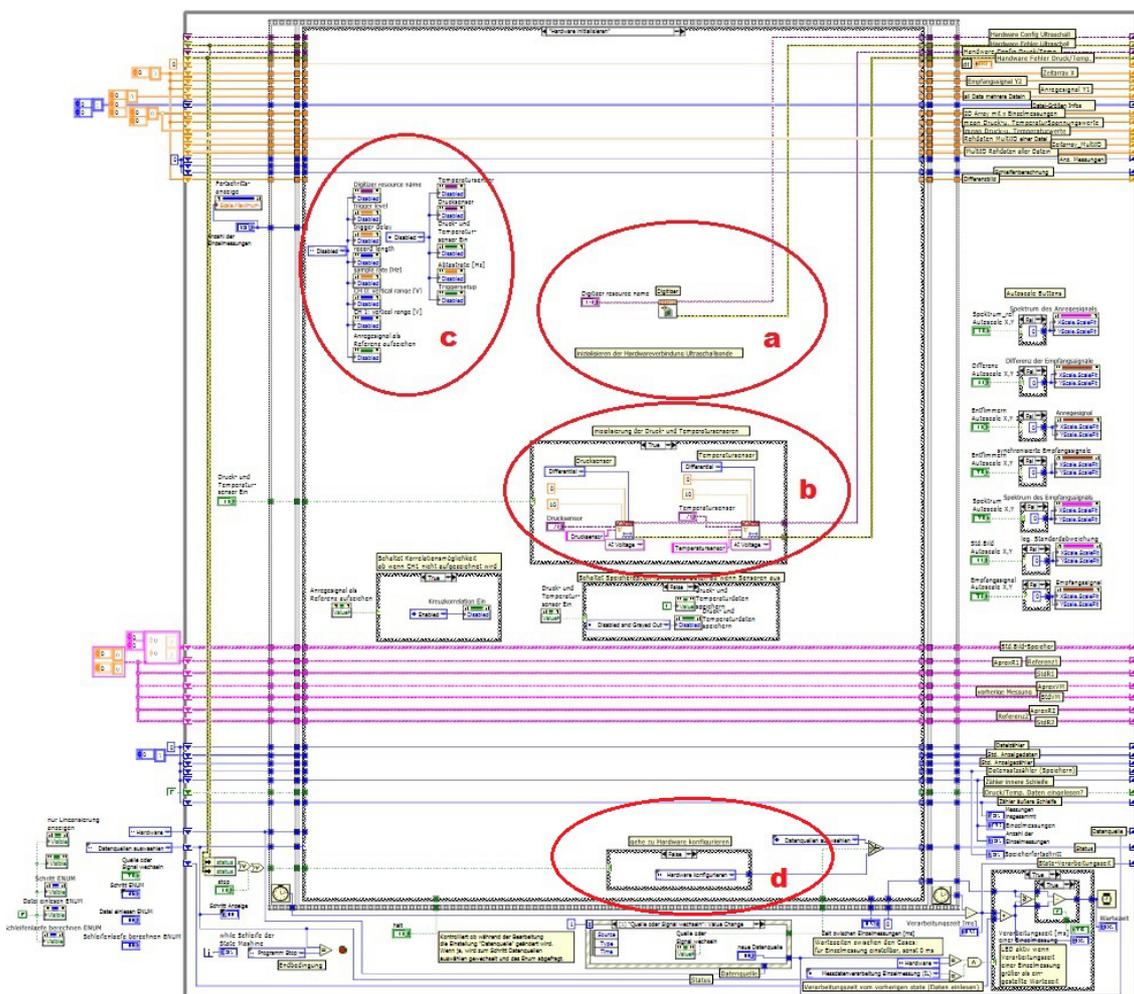


Abbildung 81: Darstellung des Programmschritts "Hardware initialisieren"

A.3.2.3. Programmschritt „Hardware konfigurieren“

Der in Abbildung 82 dargestellte Programmschritt „Hardware konfigurieren“ dient der Übergabe der Hardwareeinstellungen an die für den Ultraschallsensor (Abbildung 82: b) und den Druck- und Temperatursensoren (Abbildung 82: c) zugeordneten Hardware-Tasks. Außerdem werden bei Abbildung 82: a die aktuellen Hardwareeinstellungen für die automatisierte Experimentbeschreibung zwischengespeichert. Bei Abbildung 82: d wird in den nächsten Programmschritt „Daten von Hardware lesen (IL)“ gewechselt, bei dem dann die eigentliche Messung beginnt.

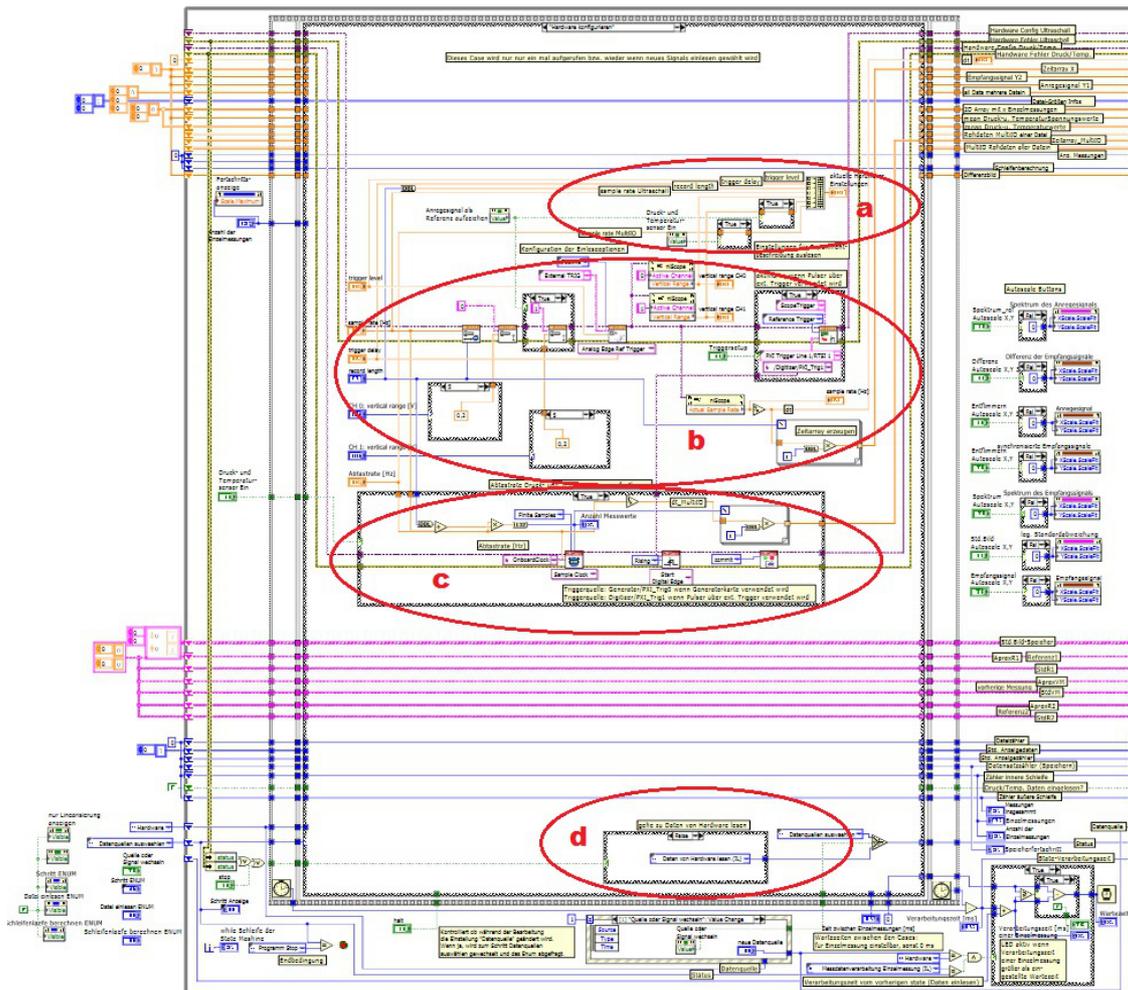


Abbildung 82: Darstellung des Programmschritts "Hardware konfigurieren"

A.3.2.4. Programmschritt „Daten von Hardware lesen (IL)“

Im in Abbildung 83 dargestellten Programmschritt "Daten von Hardware lesen (IL)" werden die sich im Lesebuffer befindlichen Daten der Ultraschallsonde (Abbildung 83: a) und der Druck- und Temperatursonden (Abbildung 83: b) eingelesen und in entsprechenden Registern gespeichert.

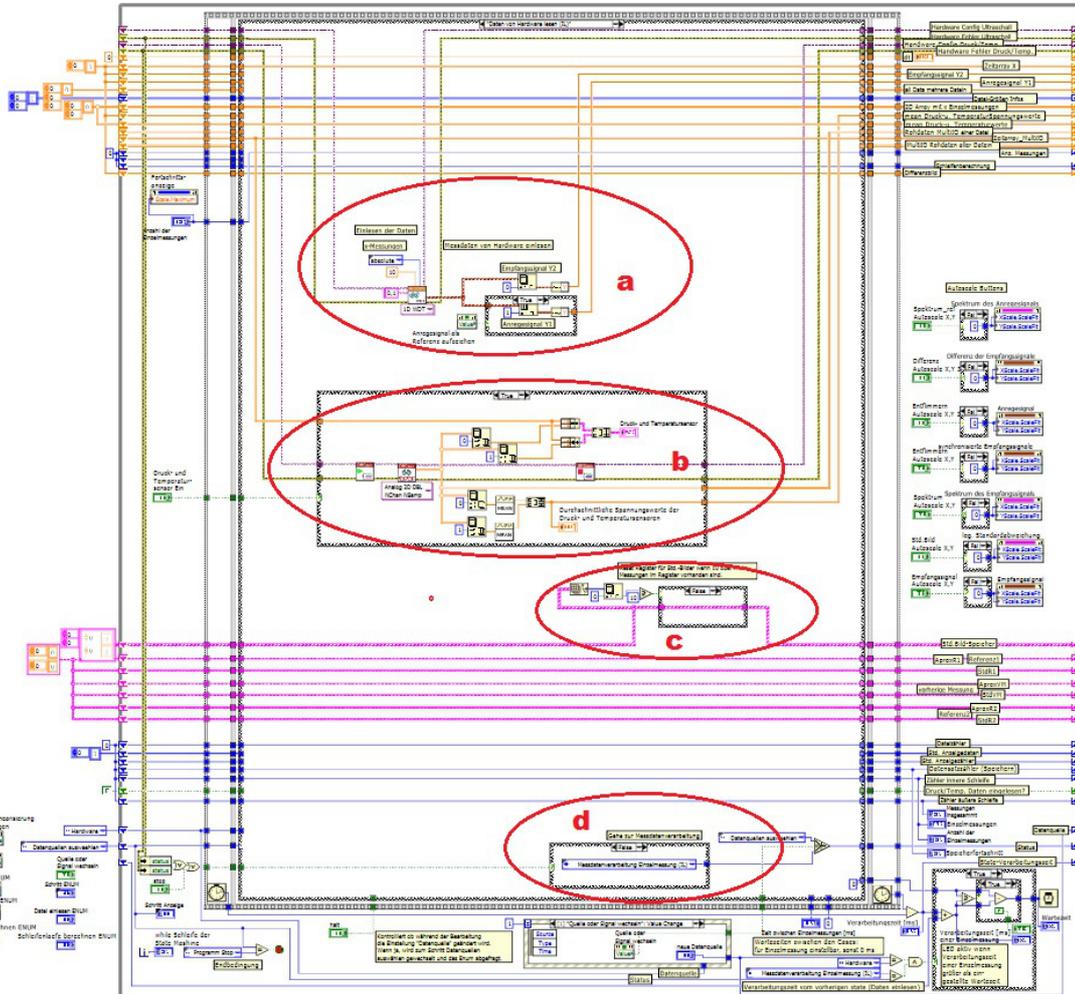


Abbildung 83: Darstellung des Programmschritts "Daten von Hardware lesen (IL)"

Bei Abbildung 83: c wird das Datenarray zurückgesetzt, in dem Standardabweichungskurven zwischengespeichert werden, sofern bereits mehr als zehn Standardabweichungskurven im Array gespeichert wurden. Bei Abbildung 83: d wird in den nächsten Programmschritt „Messdatenverarbeitung Einzelmessung (IL)“ gewechselt.

A.3.2.5. Programmschritt „Datei(en) initialisieren“

Wenn im Programmschritt „Datenquellen auswählen“ die Datenquelle „Datei(en)“ eingestellt war, wird als alternativer Programmpfad der in Abbildung 84 dargestellte Programmschritt „Datei(en) initialisieren“ aufgerufen.

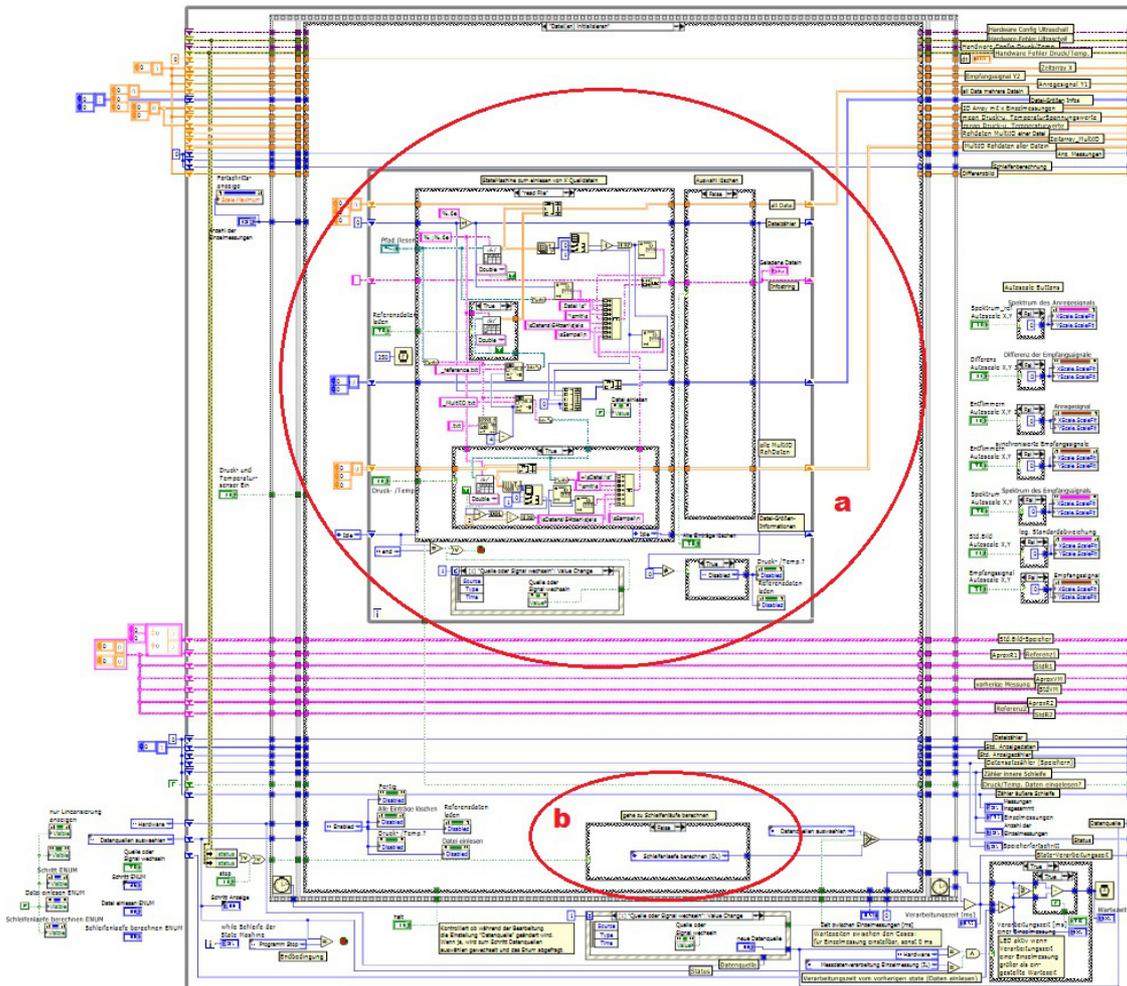


Abbildung 84: Darstellung des Programmschritts "Datei(en) initialisieren"

Damit wird die Dialogbox (Abbildung 78: 8) zum Einlesen von einer oder mehreren Messreihen freigeschaltet. Das Einlesen der Dateien erfolgt über eine separate kleine State-Machine (Abbildung 84: a). Diese ist darauf ausgelegt, Messdaten einzulesen, die vorab mit dem Programm aufgezeichnet wurden. Dabei können eine oder mehrere Messreihen eingelesen werden, wobei zu jeder Messreihe jeweils bis zu drei Textdateien gehören, die sich im gleichen Dateiordner befinden müssen. Zu einer Messreihe gehört in jedem Fall eine Textdatei für die Messdaten des mit der Ultraschallsonde aufgezeichneten Empfangssignals. Dazu kann gegebenenfalls noch eine Datei für das aufgezeichnete Anregungssignal (deren Dateiname mit ..._reference.txt endet), sowie eine Textdatei für die Messdaten der Druck- und Temperatursensoren (deren Dateiname mit

..._MultiIO.txt endet), eingelesen werden. Die Messdaten der Einzelmessungen werden in den Dateien jeweils als Spaltenvektoren hinterlegt. Das erleichtert die Weiterverarbeitung der Daten mit Matlab. Der erste Vektor einer Datei ist immer der Zeitvektor. Konkret sieht das für die Haupt- und Referenzdatei wie folgt aus:

$$u = [u_n, m] = u_n(m \cdot \Delta t) = \begin{bmatrix} t(1 \cdot \Delta t) & u_1(1 \cdot \Delta t) & u_2(1 \cdot \Delta t) & \cdots & u_N(1 \cdot \Delta t) \\ t(2 \cdot \Delta t) & u_1(2 \cdot \Delta t) & u_2(2 \cdot \Delta t) & \cdots & u_N(2 \cdot \Delta t) \\ \vdots & \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ t(M \cdot \Delta t) & u_1(M \cdot \Delta t) & u_2(M \cdot \Delta t) & \cdots & u_N(M \cdot \Delta t) \end{bmatrix},$$

wobei N die Anzahl der Einzelmessungen und M die Anzahl der Abtastpunkte einer Einzelmessung darstellen.

In der „MultiIO-Datei“ werden pro Einzelmessung jeweils die Vektoren der Druckmessung $up_{n,m}$ und Temperaturmessung $ut_{n,m}$ als Spaltenvektor in der Form:

$$up_{n,m}, ut_{n,m} = \begin{bmatrix} t(1 \cdot \Delta t) & up_1(1 \cdot \Delta t) & ut_1(1 \cdot \Delta t) & up_2(1 \cdot \Delta t) & ut_2(1 \cdot \Delta t) & \cdots & up_N(1 \cdot \Delta t) & ut_N(1 \cdot \Delta t) \\ t(2 \cdot \Delta t) & up_1(2 \cdot \Delta t) & ut_1(2 \cdot \Delta t) & up_2(2 \cdot \Delta t) & ut_2(2 \cdot \Delta t) & \cdots & up_N(2 \cdot \Delta t) & ut_N(2 \cdot \Delta t) \\ \vdots & \vdots & \vdots & \vdots & \vdots & \ddots & \vdots & \vdots \\ t(M \cdot \Delta t) & up_1(M \cdot \Delta t) & ut_1(M \cdot \Delta t) & up_2(M \cdot \Delta t) & ut_2(M \cdot \Delta t) & \cdots & up_N(M \cdot \Delta t) & ut_N(M \cdot \Delta t) \end{bmatrix}$$

gespeichert. Der erste Vektor ist dabei wieder der Zeitvektor. Die Spaltenvektoren sind jeweils durch einen Tabulator getrennt.

Die Rohdaten von gegebenenfalls mehreren Messreihen werden dabei in einem großen, dreidimensionalen Datenregister gespeichert. Es existiert jeweils ein großes Datenregister für die Ultraschalldaten mit Empfangs- und Referenzsignal sowie ein Datenregister für die Druck- und Temperaturdaten. Wurden alle eingelesenen Daten erfolgreich gespeichert, erscheint eine entsprechende Mitteilung im Dialogfenster (Abbildung 78: 8). Um den ganzen Vorgang abzuschließen, wird der Schalter „Fertig“ betätigt und das Programm wechselt bei Abbildung 84: b in den nächsten Programmabschnitt „Schleifenläufe berechnen“.

A.3.2.6. Programmschnitt „Schleifenlaufe berechnen (OL)“

Der in der Abbildung 85 dargestellte Programmschritt „Schleifenlaufe berechnen (OL)“ ist für die Verwaltung der zuvor aus den Dateien eingelesenen Daten verantwortlich.

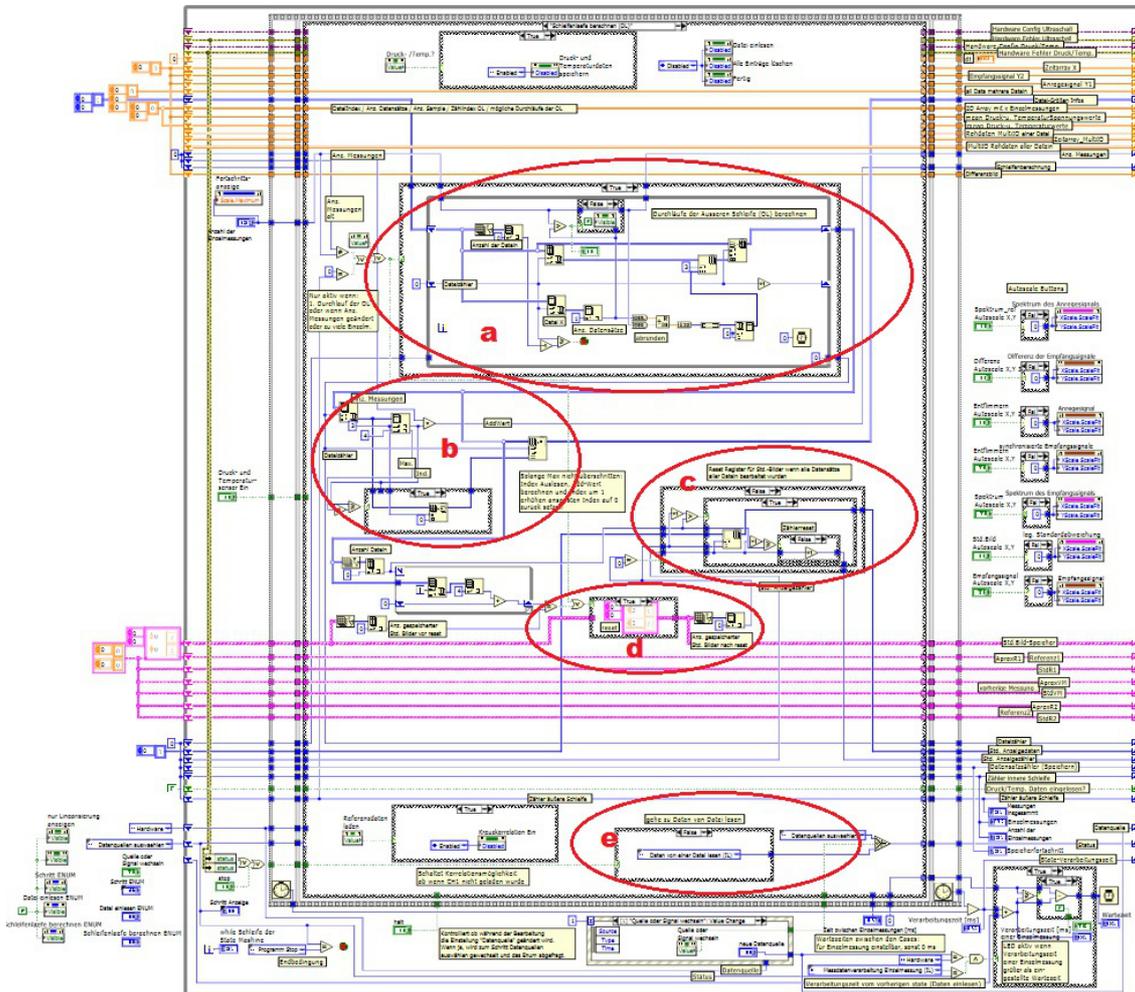


Abbildung 85: Darstellung des Programmschritts "Schleifenlaufe berechnen (OL)"

Bei Abbildung 85: a wird für jede eingelesene Messreihe die Anzahl der aus den Dateien eingelesenen Einzelmessungen mit der im Programm eingestellten Anzahl der Einzelmessungen für eine Standardabweichungskurve verglichen. Daraus wird errechnet, wie viele verschiedene Standardabweichungskurven mit den eingelesenen Daten berechnet werden können. Wenn zum Beispiel zwei Messreihen, die erste mit 200 Einzelmessungen und die zweite mit 100 Einzelmessungen, eingelesen wurden und die aktuell eingestellte Anzahl der Einzelmessungen für eine Standardabweichungskurve 50 ist, berechnet das Programm, dass mit den vorhandenen Daten für die erste Messreihe vier und für die zweite Messreihe zwei Standardabweichungskurven erstellt werden können. Die entsprechenden Informationen werden an das Hilfsregister „Datei-Größen Infos“

übergeben. Wenn mehrere Messreihen eingelesen wurden, erfolgt die Bearbeitung zwischen den Messreihen alternierend, das heißt, es wird zunächst die erste Standardabweichungskurve der ersten Messreihe berechnet, danach die erste Standardabweichungskurve der zweiten Messreihe, anschließend die zweite Standardabweichungskurve der ersten Messreihe, dann die zweite Standardabweichungskurve der zweiten Messreihe und so weiter. Sind die eingelesenen Daten für eine Messreihe erschöpft, beginnt der Zyklus für diese Messreihe von vorn.

Im Bereich Abbildung 85: b wird ein Wert berechnet, der zum Indexwert des entsprechenden Datenzugriffs der Messreihe addiert wird. Der Additionswert entspricht genau der Anzahl an Einzelmessungen, die bereits zur Berechnung vorheriger Standardabweichungskurven benutzt wurden. Wenn zum Beispiel 100 Einzelmessungen eingelesen wurden und die aktuelle Einstellung der Anzahl der Einzelmessungen zur Erstellung einer Standardabweichungskurve 50 ist, lautet der Index für die Datenzugriffe auf die Einzelmessungen für die erste Standardabweichungskurve 0 bis 49. Der Additionswert ist im ersten Durchlauf entsprechend Null. Für die zweite Kurve lautet der Index 50 bis 99. Der Additionswert für den zweiten Durchlauf ist daher 50. Im nächsten Durchlauf startet die Verarbeitung von vorn. Der Additionswert im dritten Durchlauf ist wieder Null.

Bei Abbildung 85: c wird ein Hilfsregister verwaltet, das für die korrekte Zuordnung von bereits erstellten und zwischengespeicherten Standardabweichungskurven zur jeweiligen Messreihe zuständig ist. Im Bereich Abbildung 85: d werden zwischengespeicherte Standardabweichungskurven wieder gelöscht, wenn alle Berechnungen vollständig durchlaufen wurden.

Bei Abbildung 85: e wird in den nächsten Programmschritt „Daten von einer Datei lesen (IL)“ gewechselt.

A.3.2.7. Programmschritt „Daten von einer Datei lesen (IL)“

Im in Abbildung 86 dargestellten Programmschritt "Daten von einer Datei lesen (IL)" werden die für die aktuelle Verarbeitung benötigten Rohdaten der Einzelmessung aus den vorab erstellten großen dreidimensionalen Datenregistern ausgelesen.

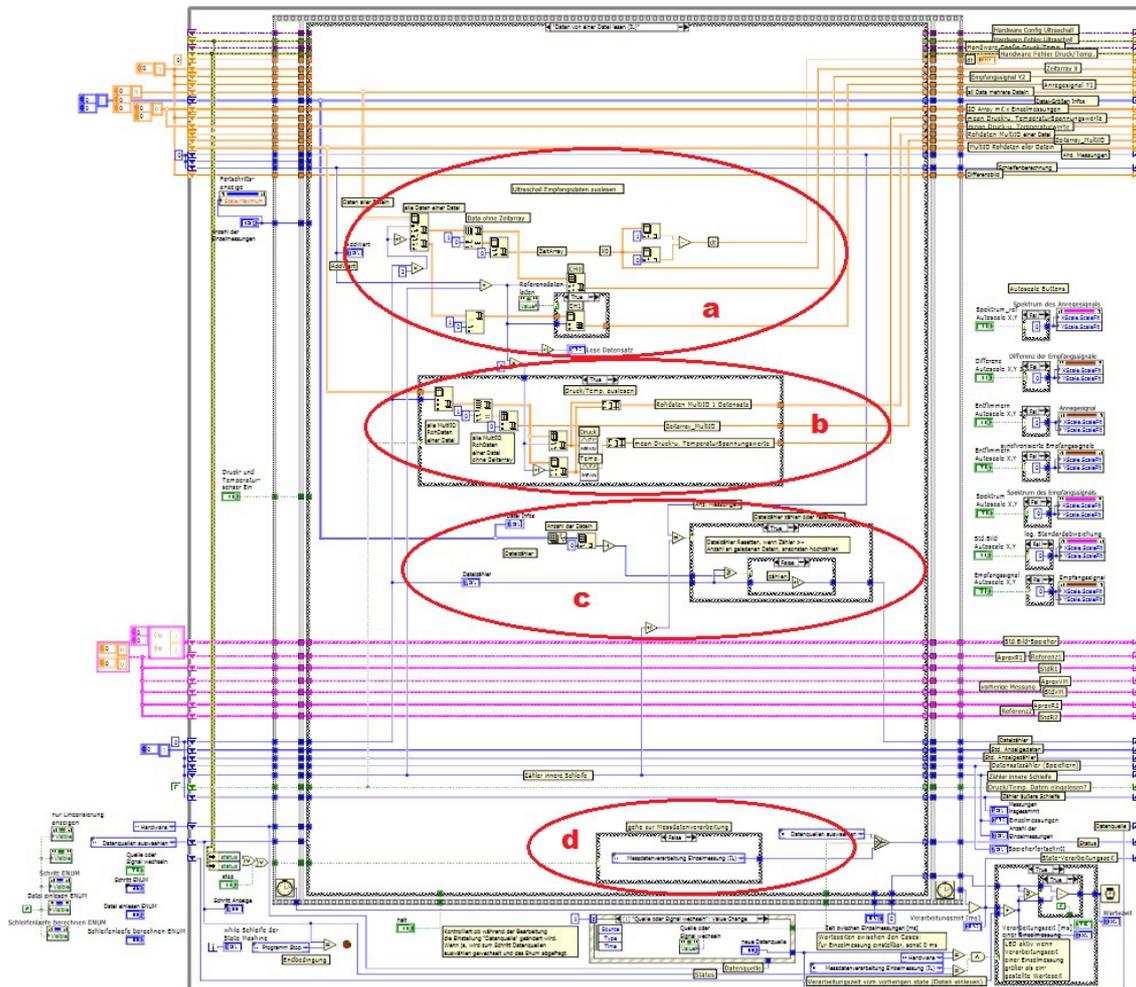


Abbildung 86: Darstellung des Programmschritts "Daten von einer Datei lesen (IL)"

Bei Abbildung 86: a werden die Vektoren für das Anregungs- und Empfangssignal der Ultraschallsonde und bei Abbildung 86: b die der Druck- und Temperatursensoren ausgelesen. Im Bereich Abbildung 86: c wird ein Dateizähler verwaltet, der dafür zuständig ist, dass die eingelesenen Daten der richtigen Messreihe zugeordnet werden. Bei Abbildung 86: d wird in den nächsten Programmschritt „Messdatenverarbeitung Einzelmessung (IL)“ gewechselt.

A.3.2.8. Programmschritt „Messdatenverarbeitung Einzelmessung (IL)“

Im in Abbildung 87 dargestellten Programmschritt "Messdatenverarbeitung Einzelmessung (IL)" erfolgt die Aufbereitung der Rohdaten einer Einzelmessung. Dafür stehen dem Anwender verschiedene Funktionen zur Verfügung, die gegebenenfalls hinzu geschaltet werden können.

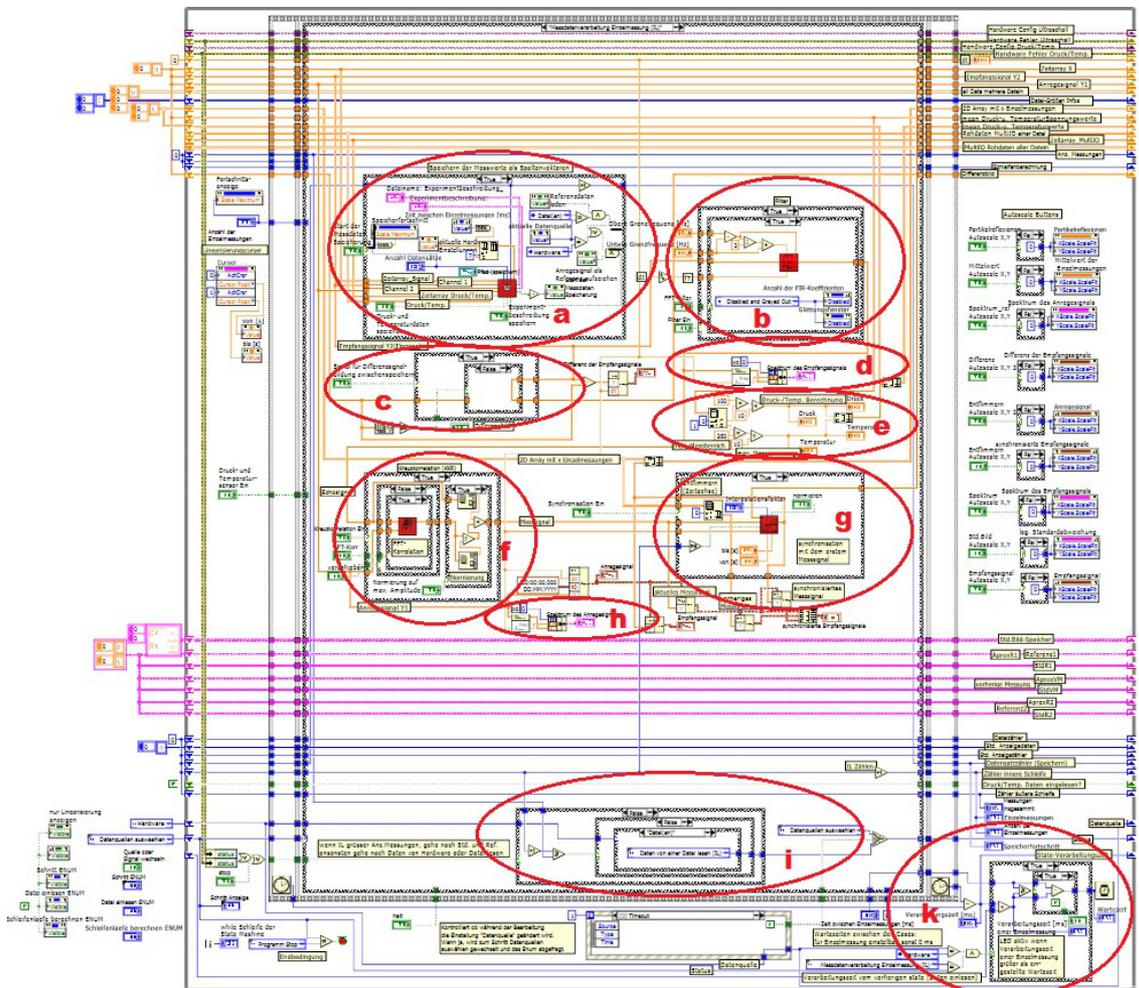


Abbildung 87: Darstellung des Programmschritts "Messdatenverarbeitung Einzelmessung (IL)"

Bei Abbildung 87: b können die Rohdaten zunächst mit einem Bandpass im Frequenzbereich gefiltert werden. Dafür steht entweder FIR-Filter aus der LabView Bibliothek oder die eigens programmierte Filter-Funktion „Frequenzfilter_V1.vi“ zur Verfügung. Die selbst programmierte Filterfunktion hat den Vorteil, dass sie die Signalamplituden in den Randbereichen der eingestellten Bandbreite des Bandpasses stärker unterdrückt. Außerdem entspricht die selbst programmierte Filterfunktion von der Funktionsweise her der auch in Matlab verwendeten Filterfunktion und erzeugt daher mit Matlab identische Ergebnisse.

Dann kann bei Abbildung 87: f eine Kreuzkorrelation aus dem Anregungssignal und dem Empfangssignal der Ultraschallsonde gebildet werden. Mit Hilfe der Kreuzkorrelation wird das „Jittern“ des Empfangssignals in X-Richtung unterdrückt. Im Programm sind vier verschiedene Varianten der Kreuzkorrelation unter den Funktionen

- „FFT_Kreuzkorrelation_v1.vi“,
- „FFT_Kreuzkorrelation_mit_shift_auf_maxY_v1.vi“,
- „Kreuzkorrelation_v1.vi“ und
- „Kreuzkorrelation_mit_shift_auf_maxY_v1.vi“

hinterlegt.

Über die verschiedenen Funktionen kann ausgewählt werden, ob die Kreuzkorrelation im Frequenz- oder Zeitbereich durchgeführt werden soll. Die Kreuzkorrelation verschiebt das resultierende Signal um genau den Wert nach links, an dem das Anregungssignal seinen Maximalwert hat. Deswegen besteht noch die Möglichkeit, diese Verschiebung rückgängig zu machen. Das sollte allerdings nur zu Kontrollzwecken eingesetzt werden, da so das „Jittern“ auf der Zeitachse nicht mehr unterdrückt wird.

Anschließend kann das Signal bei Abbildung 87: g über die Funktion „Synchronisation_v13.vi“ nochmals mit dem jeweils ersten Signal einer Messgruppe synchronisiert werden. Dafür wählt man bei Abbildung 78: 12 in den Empfangssignalen einen Fensterbereich, in dem das Maximum einer stationären Reflexion liegt. Die Funktion scheidet dann diesen Signalteil aus allen Einzelsignalen heraus und interpoliert ihn standardmäßig fünfzigfach, um die Signalabtastung zu erhöhen. Dann wird der Ausschnitt jedes Einzelsignals jeweils mit dem Ausschnitt des ersten Einzelsignals verglichen, in dem über eine Kreuzkorrelation der Zeitwert der jeweiligen Maxima ermittelt wird. Daraus wird die Phasenverschiebung der einzelnen Signale zueinander ermittelt, welche durch eine entsprechende Änderung des Phasenwinkels der kompletten Einzelsignale im Frequenzbereich korrigiert wird. Auf diese Weise können die Signale auch zwischen zwei Abtastpunkte verschoben werden. Dabei werden die Einzelsignale so ausgerichtet, dass die ausgeschnittenen Maxima der Einzelsignale zeitlich möglichst exakt übereinander liegen. Außerdem können die Maximalamplituden der Signale an dieser Stelle noch auf den Wert eins normiert werden.

Eine Betätigung der Schaltfläche (Abbildung 78: 6) sorgt dafür, dass bei (Abbildung 87: c) ein Empfangssignal zwischengespeichert wird, das zur Differenzbildung mit allen kommenden Empfangssignalen dient. So entsteht das Differenzsignalbild

(Abbildung 78: 29) welches die Stellen, an denen eine hohe Standardabweichung auftritt, gut hervorhebt.

Im Bereich Abbildung 87: d wird das Frequenzspektrum des Empfangs- und bei (Abbildung 87: h) das des Anregungssignals gebildet. Die bei Abbildung 87: a implementierten Funktion „Speichern_als_Spaltenvektoren_Experimentbeschreibung.vi“ wird über die Dialogbox (Abbildung 78: 7) gesteuert. Die Funktion sammelt die Daten der Einzelmessungen in der vorab eingestellten Anzahl und speichert diese dann, wie im Abschnitt A.3.5 bereits beschrieben, in entsprechenden Textdateien ab. Außerdem kann noch eine separate Textdatei erstellt werden, die der Beschreibung des Experimentes dient. In die Datei wird der bei Abbildung 78: 9 hinterlegte Text, zusammen mit den aktuellen Einstellungen bei Abbildung 78: 1, 2 und 5, eingetragen.

Im Bereich Abbildung 87: e erfolgt die Umrechnung der von den Druck- und Temperatursensoren gelieferten Spannungswerte, in die jeweilige physikalische Größe (Druck in bar, Temperatur in °C).

Bei Abbildung 87: i wird, je nach eingestellter Datenquelle, entweder in den Programmschritt "Daten von einer Datei lesen (IL)" oder "Daten von Hardware lesen (IL)" umgeschaltet. Sollte die eingestellte Anzahl von Einzelmessungen für die Bildung der Standardabweichung erreicht sein, wird stattdessen in den Programmschritt „Standardabweichung berechnen (OL)“ gewechselt.

Der empirische, im Abschnitt 2.4.4. vorgestellte Ansatz für hochkonzentrierte Dispersionen geht davon aus, dass die Partikel zwischen zwei Einzelmessungen ihre Position verändern. Aus diesem Grund sollte zwischen zwei Einzelmessungen immer eine kurze Zeit gewartet werden, um den Partikeln die Chance zu geben, sich in der Strömung zu bewegen. Im Falle einer laufenden Hardwaremessung kann diese Wartezeit zwischen den Einzelmessungen im Bedienfeld bei Abbildung 78: 5 eingestellt werden. Die eingestellten Wartezeiten liegen normalerweise im Millisekundenbereich, um negative Effekte zu vermeiden, die durch Temperaturschwankungen der Schmelze entstehen. Die Rechenzeit, die die Software für die Verarbeitung einer Einzelmessung (Programmschritte "Daten von Hardware lesen (IL)" und "Messdatenverarbeitung Einzelmessung (IL)") benötigt, liegt jedoch ebenfalls in dieser Größenordnung. Um die eingestellte Wartezeit einzuhalten, muss die Verarbeitungszeit von der eingestellten Wartezeit abgezogen werden.

Sollte die vom Programm benötigte Zeit für die Datenverarbeitung größer sein als die bei Abbildung 78: 5 eingestellte Zeit zwischen zwei Einzelmessungen, wird dies dem Benutzer durch eine rote Meldeleuchte im Bedienfeld bei Abbildung 78: 5 mitgeteilt. Die Messung der Verarbeitungszeiten der einzelnen Programmschritte geschieht in einer den Programmschritten überlagerten flachen Sequenz. Die Auswertung der für eine Einzelmessung benötigten Rechenzeit geschieht bei Abbildung 87: k.

A.3.2.9. Programmschritt „Standardabweichung berechnen (OL)“

In dem in Abbildung 88 dargestellten Programmschritt "Standardabweichung berechnen (OL)" wird bei Abbildung 88: a schließlich die Standardabweichung zwischen den verarbeiteten Einzelmessungen an jedem Abtastpunkt berechnet.

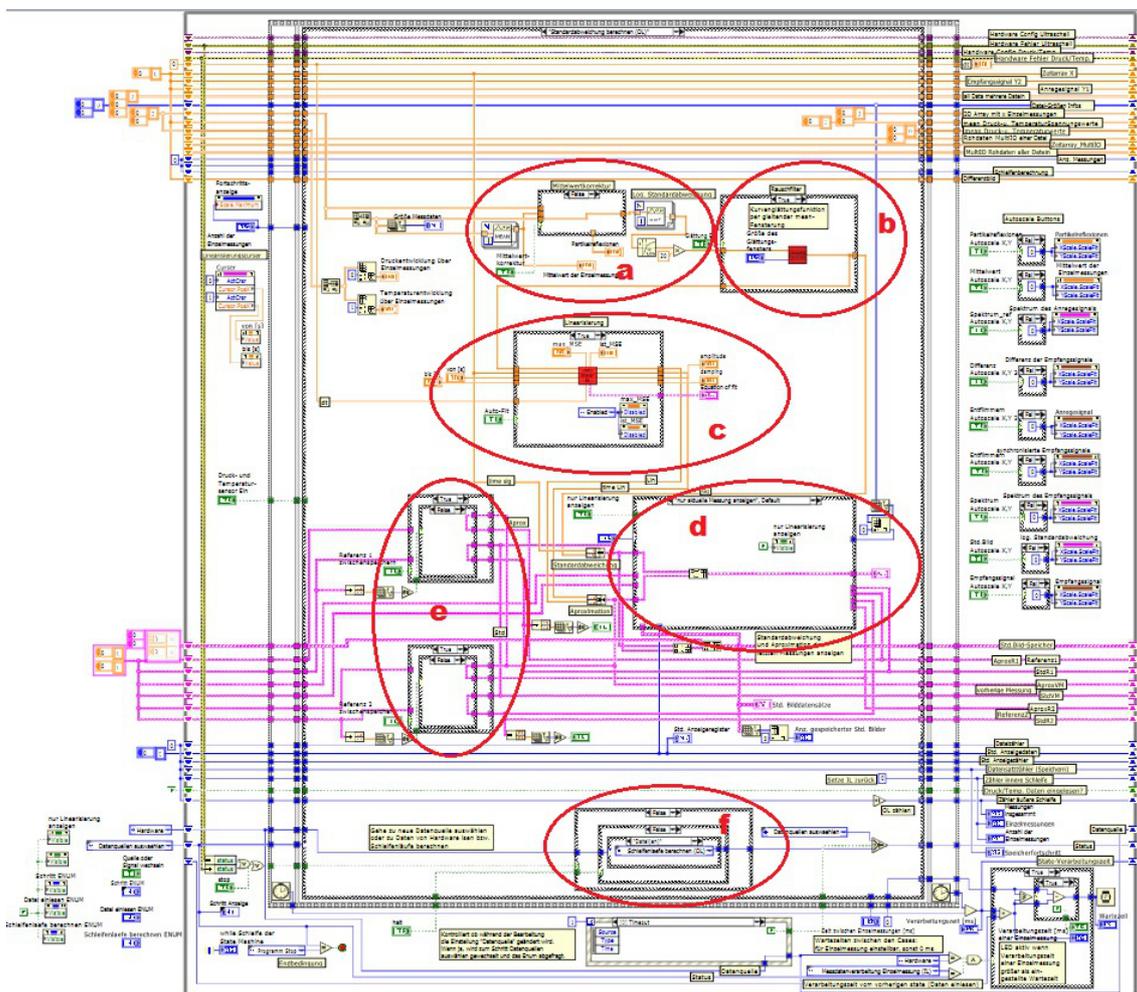


Abbildung 88: Darstellung des Programmschritts "Standardabweichung berechnen (OL)"

Da die Dämpfung des Signals mit einer E-Funktion zunimmt, wird das Ergebnis außerdem noch logarithmiert. Als Resultat erhält man eine Standardabweichungskurve, in der sich der von der Dämpfung beeinflusste Teilbereich linear approximieren lässt.

Diese Linearisierungskurve wird mit Hilfe einer Linearisierungsfunktion bei Abbildung 88: c erstellt und gemeinsam mit der Standardabweichungskurve im Grafen bei Abbildung 78: 19 dargestellt. Dabei kann ausgewählt werden, ob der zu linearisierende Bereich händisch gewählt oder automatisch an die Standardabweichungskurve angepasst wird. Für die händische Festlegung des zu linearisierenden Bereichs der Standardabweichungskurve wird die Funktion „Linearisierung_V1.vi“ aufgerufen. Wenn der ausgewählte Linearisierungsbereich automatisch an die Standardabweichungskurve angepasst werden soll, wird hingegen die Funktion „Linearisierung_V2.vi“ verwendet.

Im Bereich bei Abbildung 88: e kann die aktuelle Standardabweichungskurve zusammen mit der Linearisierungskurve unter der Referenz 1 oder Referenz 2 abgespeichert werden. Damit besteht die Möglichkeit, verschiedene Messungen miteinander zu vergleichen.

Der Bereich bei Abbildung 88: d ist für die Anzeige und Zwischenspeicherung der Standardabweichungskurven zuständig. Dabei kann zwischen den nachfolgenden Anzeige- modi gewechselt werden:

- nur die aktuelle Standardabweichungskurve anzeigen,
- die aktuelle und die vorherige Standardabweichungskurve anzeigen,
- die aktuelle und die unter Referenz 1 gespeicherte Standardabweichungskurve anzeigen,
- die aktuelle und die unter Referenz 2 gespeicherte Standardabweichungskurve anzeigen,
- die Standardabweichungskurven von bis zu fünf Messreihen gleichzeitig anzeigen oder
- die zehn zuletzt berechneten Standardabweichungskurven anzeigen mit der Option, sich nur die jeweiligen Linearisierungskurven anzeigen zu lassen.

Der Bereich bei Abbildung 88: e ist wieder für die Weiterschaltung in den nächsten Programmschritt zuständig. Wenn als Datenquelle „Hardware“ eingestellt war, ist das der Programmschritt "Daten von Hardware lesen (IL)". Wenn hingegen „Datei(en)“ eingestellt war, wird in den Programmschritt „Schleifenlauf berechnen (OL)“ gewechselt. Sollte die Schaltfläche „Halt“ bei Abbildung 78: 20 aktiv sein, wird die Bearbeitung unterbrochen, in dem stattdessen der Programmschritt „Angehalten“ aktiviert wird.

A.3.2.10. Programmschritt „Angehalten“

Wie man schon in der Abbildung 89 sieht, erfolgt in diesem Programmschritt bis auf die Weitergabe der Speicherregister, keine Datenverarbeitung. Dieser Programmschritt dient lediglich der Pausierung der Verarbeitung nach der Berechnung einer Standardabweichungskurve.

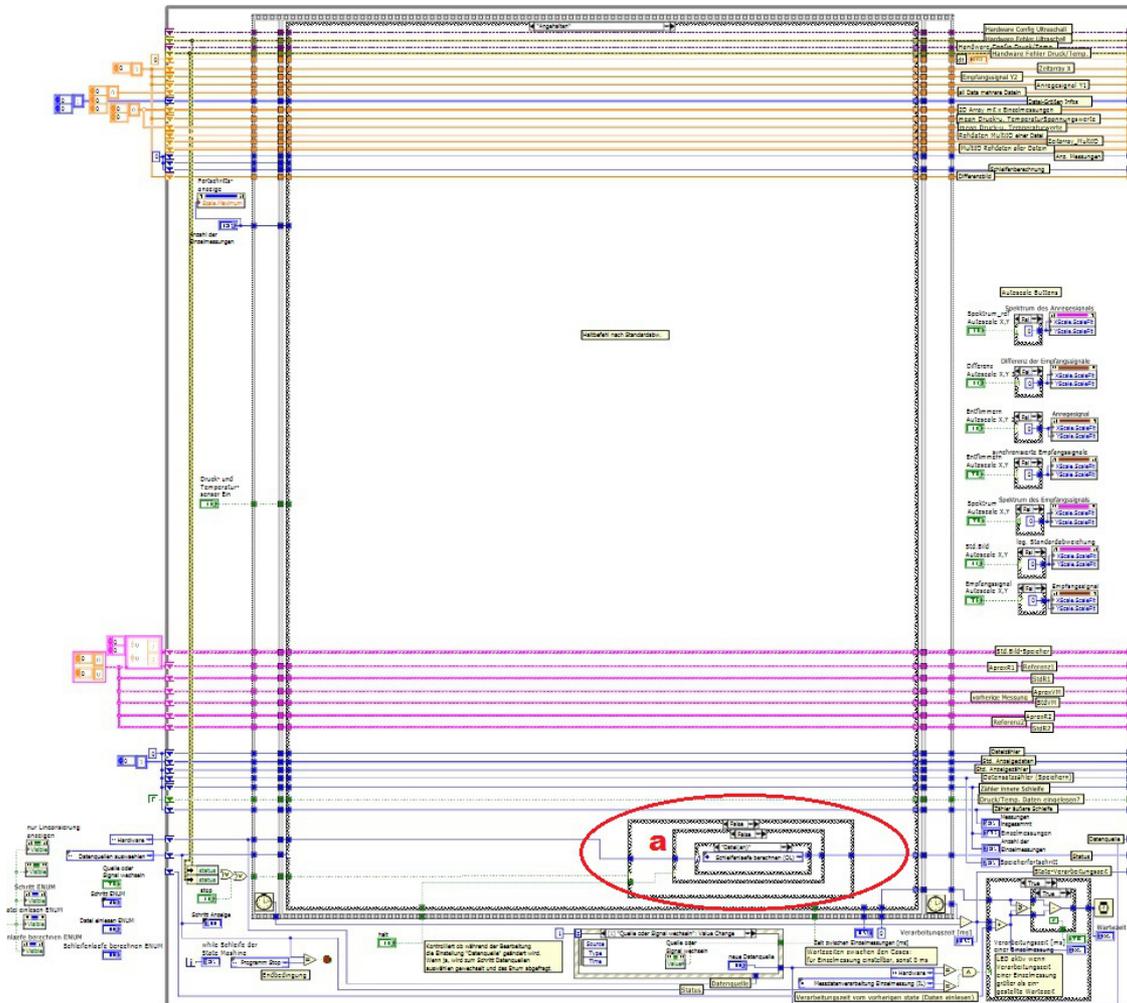


Abbildung 89: Darstellung des Programmschritts "Angehalten"

Er wird so lange immer wieder aufgerufen, wie der „Halt“-Button bei Abbildung 78: 20 aktiv ist. Ist der Button deaktiviert, wird die Verarbeitung fortgesetzt, indem die State-Machine bei Abbildung 89: a in den Programmschritt "Daten von Hardware lesen (IL)" bzw. „Schleifenlaufe berechnen (OL)“ wechselt.

A.3.2.11. Programmschritt „Ende“

Der Programmschnitt „Ende“ ist für eine saubere Beendigung des Programms zuständig. Er kann am Ende jedes anderen Programmschritts über die Schrittwechselfunktion aufgerufen werden, wenn der „Stop“-Button bei Abbildung 78: 4 aktiv ist.

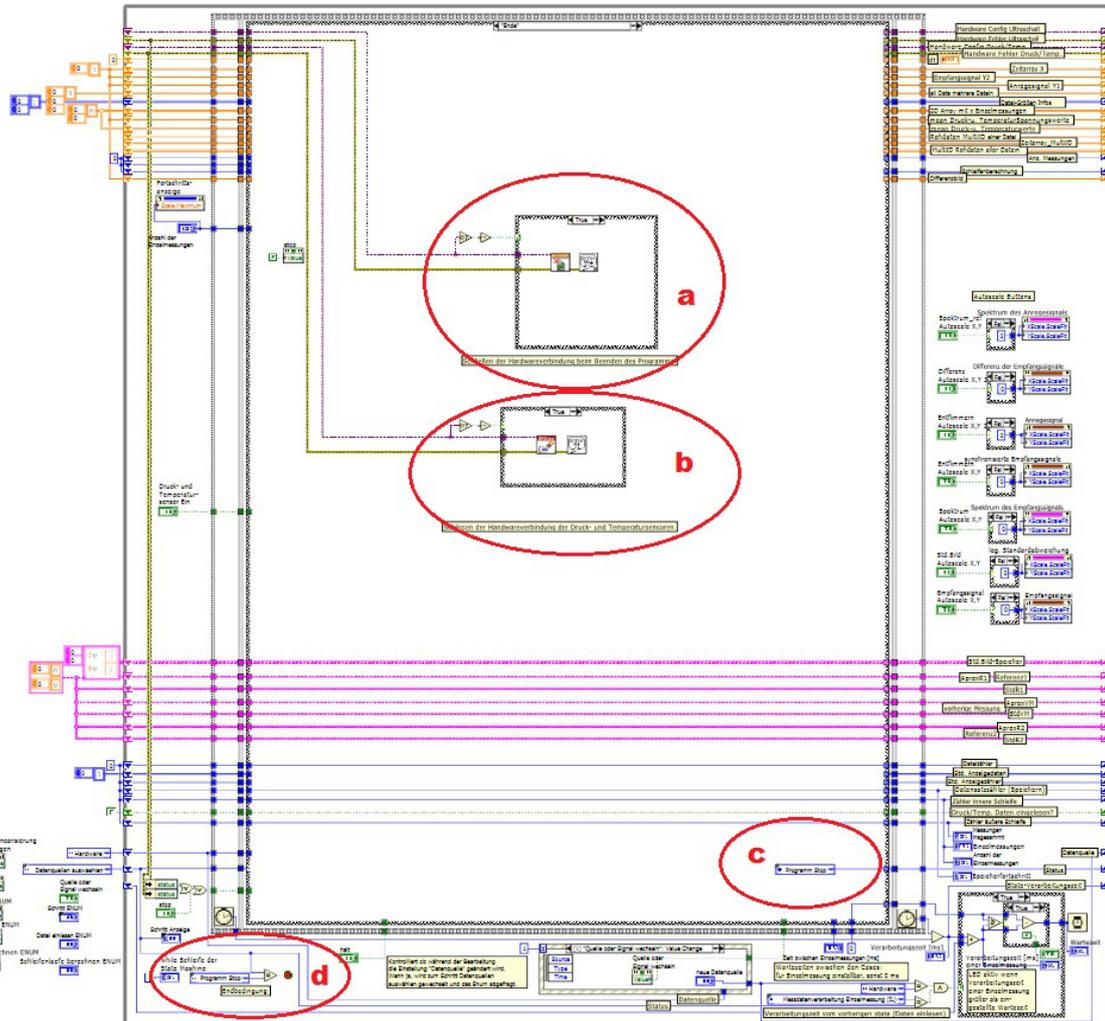


Abbildung 90: Darstellung des Programmschritts "Ende"

Damit das Programm sauber beendet werden kann, müssen zunächst gegebenenfalls offene Hardware-Tasks beendet werden. Dazu wird bei Abbildung 90: a abgefragt, ob ein Hardware-Task für den Ultraschallsensor besteht. Falls ja, wird dieser geschlossen. Im Abschnitt (Abbildung 90: b) geschieht das Gleiche mit dem Hardware-Task für die Druck- und Temperatursensoren. Ist das erledigt, wird bei Abbildung 90: c in den Programmschritt „Programm Stop“ gewechselt.

Auf den Programmschritt „Programm Stop“ wird diese Ausführung nicht näher eingehen, da dort keine weitere Datenverarbeitung stattfindet. Er existiert nur weil LabView die Eigenart hat, die While-Schleife der StateMachine noch einmal zu durchlaufen

nachdem die Abbruchbedingung der While-Schleife (Abbildung 90: d) auf TRUE gesetzt wurde, was die StateMachine anhält und das Programm damit beendet.

A.3.3. Erläuterung der im Messprogramm verwendeten Subfunktionen

Einige Funktionen des Programms wurden zur besseren Übersichtlichkeit in Subfunktionen ausgelagert. Unter Abschnitt A.3.2. wurden diese bereits erwähnt. Nachfolgend wird nun noch ein wenig genauer auf den Aufbau und die Funktionweise der Subfunktionen eingegangen.

A.3.3.1. Subfunktion zum Speichern der unbearbeiteten Messdaten

Die in der Abbildung 91 dargestellten Subfunktion mit dem Namen „Speichern_als_Spaltenvektoren_Experimentbeschreibung.vi“ ist dafür zuständig, die Datenvektoren einer unter Abbildung 78: 7 eingestellten Anzahl zu speichernder Einzelmessungen zu sammeln und in den entsprechenden Textdateien abzuspeichern.

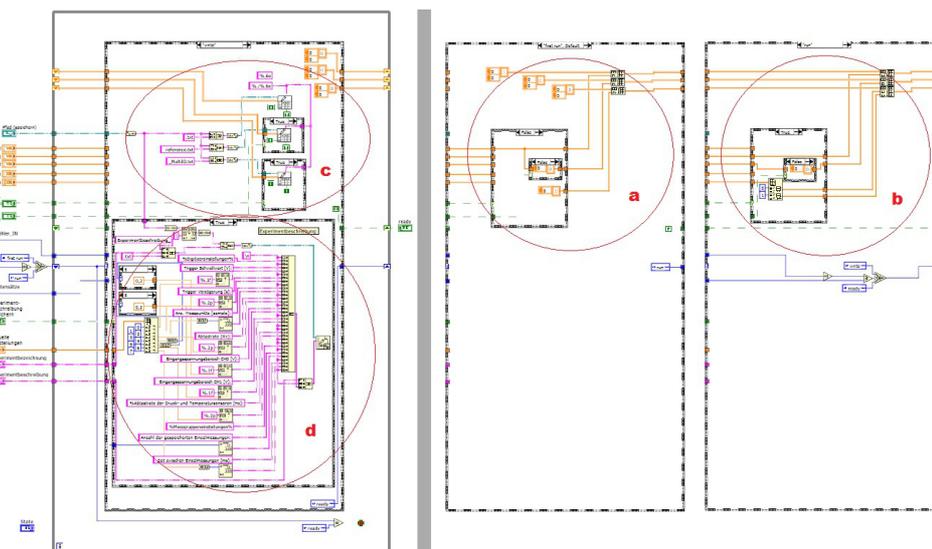


Abbildung 91: Darstellung der Subfunktion „Speichern_als_Spaltenvektoren_Experimentbeschreibung.vi“; links die State-Machine im Programmschritt „write“, rechts die beiden Schritte „first run“ und „run“

Dafür muss bei Abbildung 78: 7 zunächst der Pfad eingegeben werden, unter dem die Textdateien erzeugt werden sollen. Außerdem wird dort noch ausgewählt, ob optional noch eine Datei für die Datenvektoren der Anregungssignale, eine Datei für die Daten der Druck- und Temperatursensoren sowie eine Datei zur Experimentbeschreibung erzeugt werden soll. Sind alle Optionen aktiviert, und man gibt zum Beispiel den Pfad „C:\Messdaten\Dateiname“ an, werden im Ordner C:\Messdaten die Dateien Dateiname.txt, Dateiname_reference.txt, Dateiname_MultiIO.txt und Experimentbeschreibung_Versuchsname.txt erzeugt. Der gewünschte Versuchsname für die

Experimentbeschreibung wird bei Abbildung 78: 9 hinterlegt. Die Dateinamen der anderen Dateien, werden über die Angabe im Pfad festgelegt. Alle Dateien zusammen repräsentieren eine Messreihe.

Sobald im Hauptprogramm der Button „Messdaten speichern“ bei Abbildung 78: 8 betätigt wird, ruft das Hauptprogramm die Speicherfunktion jedes mal auf, sobald der Programmschnitt "Messdatenverarbeitung Einzelmessung (IL)" bearbeitet wird. Dabei werden die Datenvektoren der aktuell verarbeiteten Einzelmessung der Speicher-Funktion übergeben.

Die Zeitvektoren sind für alle Einzelmessungen einer Messreihe identisch. Um Speicherplatz zu sparen, werden sie daher nur beim ersten Aufruf der Speicherfunktion hinterlegt. Das wird dadurch realisiert, dass die Speicherfunktion sich beim ersten Funktionsaufruf zunächst im Modus „first run“ befindet. Dort werden die jeweiligen Zeitvektoren einmalig in das Datenarray eingetragen (Abbildung 91: a). Danach wechselt die Funktion in den Programmschritt „run“, in dem sie die eigentlichen Datenvektoren der Einzelmessung dem Datenarray hinzufügt (Abbildung 91: b). Bei den nachfolgenden Funktionsaufrufen wird sofort der Funktionsschritt „run“ aufgerufen, bei dem nur noch die neuen Datenvektoren hinzugefügt werden.

Ist die bei Abbildung 78: 7 eingestellte Anzahl an zu speichernden Einzelmessungen erreicht, wechselt die Funktion in den Programmschritt „write“. Erst jetzt werden die entsprechenden Textdateien erstellt und die im Datenarray gesammelten Daten als Spaltenvektoren in den Dateien gespeichert (Abbildung 91: c). Sofern gewünscht, wird hier außerdem eine Textdatei erstellt, die die bei Abbildung 78: 9 hinterlegte Beschreibung des Experiments zusammen mit den aktuell eingestellten Hardwareparametern (Abbildung 78: 1, 2, und 5) speichert. Wenn alle Dateien erfolgreich erstellt wurden, gibt die Funktion mit dem BOOL-Wert „ready“ eine Rückmeldung an das Hauptprogramm. Erhält das Hauptprogramm die „ready“ Meldung, wird die Speicherfunktion im nachfolgenden Verarbeitungsdurchlauf nicht mehr aufgerufen. Der Speichervorgang ist damit beendet.

A.3.3.2. FFT-Filterfunktion mit Von-Hann-Fenster

Die in Abbildung 92 dargestellte Funktion mit dem Namen "Frequenzfilter_V1.vi" stellt einen Bandpassfilter dar, der alle Frequenzanteile eines Signals, die außerhalb eines bestimmten Frequenzbereich liegen, heraus filtert.

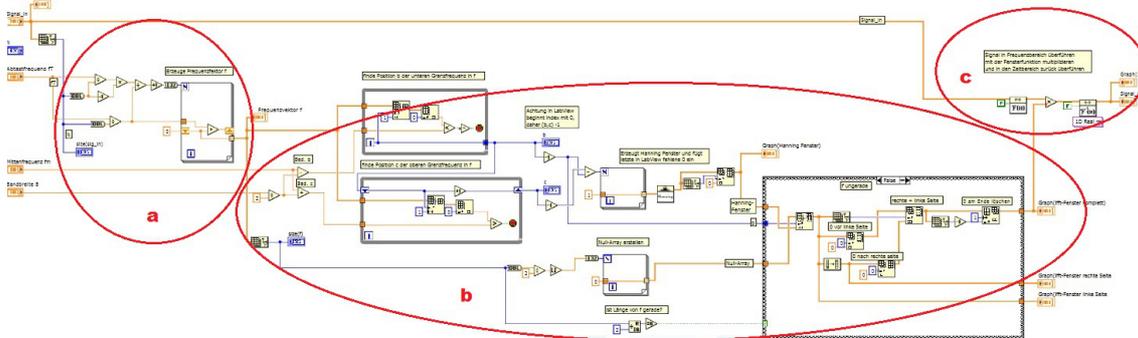


Abbildung 92: Filterfunktion "Frequenzfilter_V1.vi"

Der Frequenzbereich, der den Bandpass passieren kann, wird über die Mittenfrequenz f_F des Filters und die die Mittenfrequenz umschließende Bandbreite B_F angegeben. Die Filterfunktion überführt das Eingangssignal mit Hilfe einer FFT in den Frequenzbereich und multipliziert das daraus resultierende Frequenzspektrum mit einer vorab erstellten Filtermaske. Anschließend transformiert die Funktion das Frequenzspektrum über eine IFFT wieder zurück in den Zeitbereich.

Die Hauptaufgabe der Funktion ist es eine den Filtereinstellungen entsprechende Filtermaske zu erstellen. Dabei ist zu beachten, dass man nach der FFT ein Frequenzspektrum aus diskreten Frequenzen erhält, deren Abstand durch die Länge M des Zeitvektors und die Abtastfrequenz f_s definiert wird. Die Länge des Frequenzvektors ist dabei doppelt so lang wie die Länge des ursprünglichen Zeitvektors, da die Frequenzen an der Y-Achse in positiver und negativer Richtung gespiegelt werden. Um die symmetrische Ausrichtung der Filtermaske zu gewährleisten, muss bei deren Erstellung unterschieden werden, ob die Anzahl der Abtastpunkte M gerade oder ungerade ist. Da alle Frequenzen außerhalb eines bestimmten Bereichs unterdrückt werden sollen, ist die Filtermaske zum größten Teil ein Vektor aus Nullen, in dem an den entsprechenden Stellen auf positiver und negativer Seite des Frequenzspektrums ein auf eins normiertes Von-Hann-Fenster eingesetzt wird. Das Von-Hann-Fenster gleicht einer Glockenkurve mit dem Wert eins am Scheitelpunkt. Wird die Filtermaske mit dem Frequenzspektrum multipliziert, werden alle unerwünschten Frequenzanteile mit Null multipliziert und damit unterdrückt. Lediglich die Frequenzen, die der Mittenfrequenz entsprechen, werden mit

eins multipliziert und passieren den Filter ungehindert. Die Frequenzen innerhalb der Bandbreite werden gemäß der Amplitude des Von-Hann-Fensters gedämpft, wobei die Dämpfung in Richtung der Randfrequenzen stark zunimmt. Nach der Multiplikation mit der Filtermaske wird das Frequenzspektrum mit Hilfe einer IFFT wieder in den Zeitbereich überführt. In der Funktion wird bei (Abbildung 92: a) zunächst ein Frequenzvektor erstellt, aus dem die Länge der Filtermaske berechnet wird. Bei (Abbildung 92: b) wird die Filtermaske berechnet. Im Bereich (Abbildung 92: c) erfolgt die Transformation des Eingangssignals in den Frequenzbereich, die Multiplikation mit der Filtermaske und die Rücktransformation in den Zeitbereich.

A.3.3.3. Subfunktion zur zeitlichen Synchronisation der Einzelmessungen

Die in Abbildung 93 dargestellte Subfunktion „Synchronisation_v12.vi“ dient der Synchronisation der einzelnen Empfangssignale untereinander. Dabei wird das erste Signal einer Messgruppe als Referenz genutzt, an der alle folgenden Einzelsignale ausgerichtet werden.

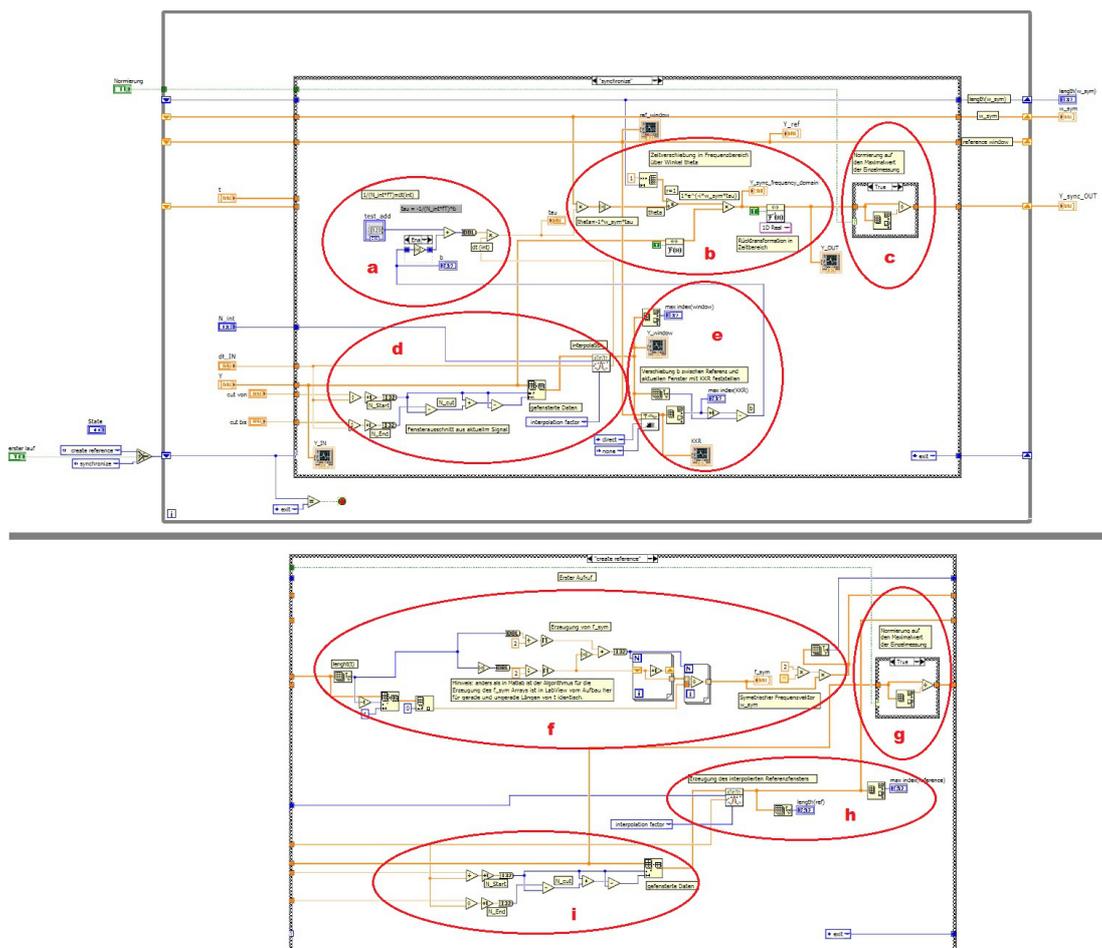


Abbildung 93: Darstellung der Subfunktion „Synchronisation_v12.vi“; oben die State-Machine im Programmschritt „create reference“, unten der State „synchronize“

Um das zu bewerkstelligen, müssen die Empfangssignale sehr fein aufgelöst und auf der X-Achse verschoben werden. Die Abtastrate, mit der der Ultraschallsensor betrieben wird, und damit die Anzahl der Abtastpunkte, ist ausreichend um das gesamte Empfangssignal gut aufnehmen zu können. Sie reicht jedoch oft nicht aus, um das Signal so fein aufgelöst zu verschieben, wie es zur Synchronisation der Signale notwendig wäre. Die Anzahl der Abtastpunkte kann mit Hilfe einer Interpolation nachträglich erhöht werden. Eine Interpolation des gesamten Signals, zum Beispiel um den Interpolationsfaktor $n_{ip}=50$, ist jedoch unpraktikabel, da auf diese Weise zu große Datenmengen erzeugt werden. Deswegen wird bei dieser Funktion nur ein kleiner Teilbereich der Signale interpoliert und zur Ermittlung der Zeitverschiebung genutzt. Dieser zur Synchronisation genutzte Teilbereich der Einzelsignale wird bei Abbildung 78: 12 eingestellt.

Bei der ersten Einzelmessung einer Messgruppe wird die Funktion im Programmschritt „create reference“ aufgerufen. Dort wird zunächst ein Frequenzvektor f_{sym} erzeugt, der mit 2π multipliziert wird, um den Vektor w_{sym} zu erzeugen (Abbildung 93: f). Dabei wird unterschieden, ob die Datenquelle eine gerade oder ungerade Anzahl Abtastpunkte aufweist. Außerdem wird ein vorher festgelegter Fensterbereich aus dem Empfangssignal der ersten Einzelmessung ausgeschnitten (Abbildung 93: i) und interpoliert (Abbildung 93: h). Dieser Signalausschnitt dient fortan als Referenz. Bei der nachfolgenden Einzelmessung wird die Funktion im Programmschritt „synchronize“ aufgerufen. Dort wird ebenfalls der gleiche Teilbereich aus dem Signal ausgeschnitten und mit dem gleichen Interpolationsfaktor interpoliert. Durch die Interpolation verringert sich der zeitliche Abstand der Abtastpunkte von dt_{org} auf dt_{ip} . Anschließend wird eine Kreuzkorrelation mit dem aktuellen Signalausschnitt und dem zuvor erstellten Referenzausschnitt durchgeführt (Abbildung 93: e). Als Ergebnis erhält man den Wert b , der die Phasenverschiebung zwischen den beiden Signalen in Abtastpunkten mit dem zeitlichen Abstand dt_{ip} angibt. Da sich der zeitliche Abstand der Abtastpunkte durch die Interpolation auf dt_{ip} verkleinert hat, kann man das nicht interpolierte, komplette Einzelsignal jetzt nicht einfach um b Abtastpunkte verschieben. Mit Hilfe der originalen Abtastrate dt_{org} und dem genutzten Interpolationsfaktor n_{ip} ,

kann man mit

$$dt_{ip} = \frac{1}{n_{ip} \cdot dt_{org}} \quad (5.9)$$

allerdings die neue Abtastrate dt_{ip} berechnen. Wenn man diese mit dem Wert b multipliziert

$$\tau_n = dt_{ip} \cdot b \quad , \quad (5.10)$$

erhält man die tatsächliche Zeitverschiebung τ_n der beiden kreuzkorrelierten Signalausschnitte in Sekunden (Abbildung 93: a). Diese Zeitverschiebung τ_n wird jetzt mit w_{sym} multipliziert und in den imaginären Anteil einer komplexen Zahl gewandelt. So erhält man die Fourier-Transformierte $e^{-i\omega \cdot \tau_n}$. Jetzt wird die komplette Einzelmessung mit Hilfe einer FFT in den Frequenzbereich überführt und das Ergebnis mit $e^{-i\omega \cdot \tau_n}$ multipliziert. Wenn das Signal anschließend mit einer IFFT zurück in den Zeitbereich transformiert wird (Abbildung 93: b), ist das resultierende Signal so phasenverschoben, dass es den zeitlichen Versatz der Einzelsignale ausgleicht. Auf diese Weise kann die Signalkurve auch innerhalb eines Abstandes der Abtastpunkte verschoben werden.

Bei den Bereichen bei Abbildung 93: c und Abbildung 93: g kann der Maximalwert des Signals optional auf den Wert eins normiert werden.

A.3.3.4. Subfunktionen für die Kreuzkorrelation

Im Messprogramm wird eine Form der Kreuzkorrelation dazu genutzt, den zeitlichen Versatz zwischen den Einzelsignalen auszugleichen. Dabei wird ausgenutzt, dass die zeitliche Verschiebung des Empfangssignals immer der zeitlichen Verschiebung des Anregungssignals entspricht.

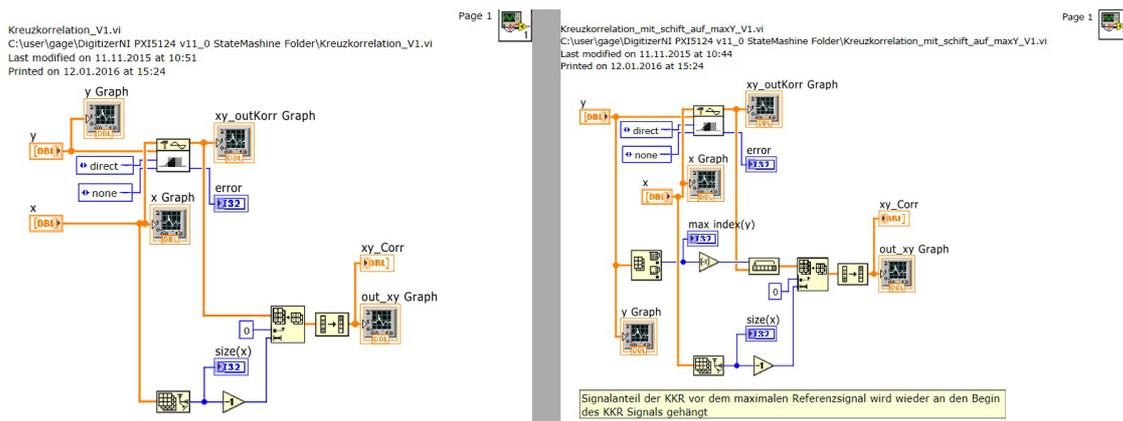


Abbildung 94: Darstellung der Subfunktionen "Kreuzkorrelation_V1.vi" (links) und "Kreuzkorrelation_mit_schift_auf_maxY_V1.vi" (rechts)

Die beiden Funktionen in Abbildung 94 führen eine Kreuzkorrelation des Empfangssignals der Ultraschallsonde „X“ mit dem Anregungssignal „Y“ im Zeitbereich durch und geben das Ergebnis „xy_Corr“ aus.

Bei der Kreuzkorrelation im Zeitbereich werden das Echosignal und das Anregungssignal so gegenübergestellt, dass der letzte Abtastpunkt des Empfangssignals sich gegenüber dem ersten Abtastpunkt des Anregungssignals befindet. Für die Abtastpunkte die wegen der Verschiebung nicht mehr im Wertebereich der Signale liegen, werden einfach Nullen eingesetzt. Dann werden alle Amplituden der sich gegenüberliegenden Abtastpunkte miteinander multipliziert und die Ergebnisse zu einem Amplitudenwert aufsummiert, der die erste Amplitude des resultierenden Signals „xy_Corr“ bildet. Anschließend wird das Anregungssignal um einen Abtastpunkt nach links verschoben und abermals alle Amplituden multipliziert und aufsummiert. Dieser Vorgang wird so oft wiederholt, bis der letzte Abtastpunkt des Anregungssignals dem ersten Abtastpunkt des Empfangssignals gegenüberliegt. Auf diese Weise entsteht ein resultierendes Signal doppelter Länge. Dabei entspricht der Abstand des Mittelpunkts zum Maximalwert des Korrelationssignals der Verschiebung der beiden korrelierten Signalen zueinander.

Da das Empfangssignal und das dazugehörige Anregungssignal in der Regel keine zeitliche Verschiebung aufweisen, liegt das Maximum des aus der Kreuzkorrelation entstehenden Signals immer an der gleichen Stelle nahe des Nullpunktes. Das Maximum liegt nicht exakt im Nullpunkt, da es genau um den Wert nach rechts verschoben wird, der dem Abstand des Maximums des Anregungssignals von dessen Nullpunkt entspricht. Bei der Funktion auf der rechten Seite wird diese Verschiebung wieder rückgängig gemacht, indem „xy_Corr“ um genau diesen Wert wieder nach links verschoben wird. In unserer Anwendung dient die Korrelationsfunktion dazu, das „Jittern“ des Anregungssignals zu unterdrücken. Daher sollte die Funktion, die das Ergebnis nachträglich verschiebt, nur zu Kontrollzwecken genutzt werden. Um ein dem Empfangssignal ähnliches Signal zu erhalten, muss das aus der Kreuzkorrelation entstandene Signal jetzt nur noch zeitlich invertiert und anschließend auf die Hälfte der Länge gekürzt werden.

Zum besseren Verständnis des Korrelationsvorgangs sind in der Abbildung 95 auf der linken Seite drei „Gegenüberstellungsschritte“ und auf der rechten Seite die Eingangssignale und das Ausgabeergebnis der Funktion dargestellt.

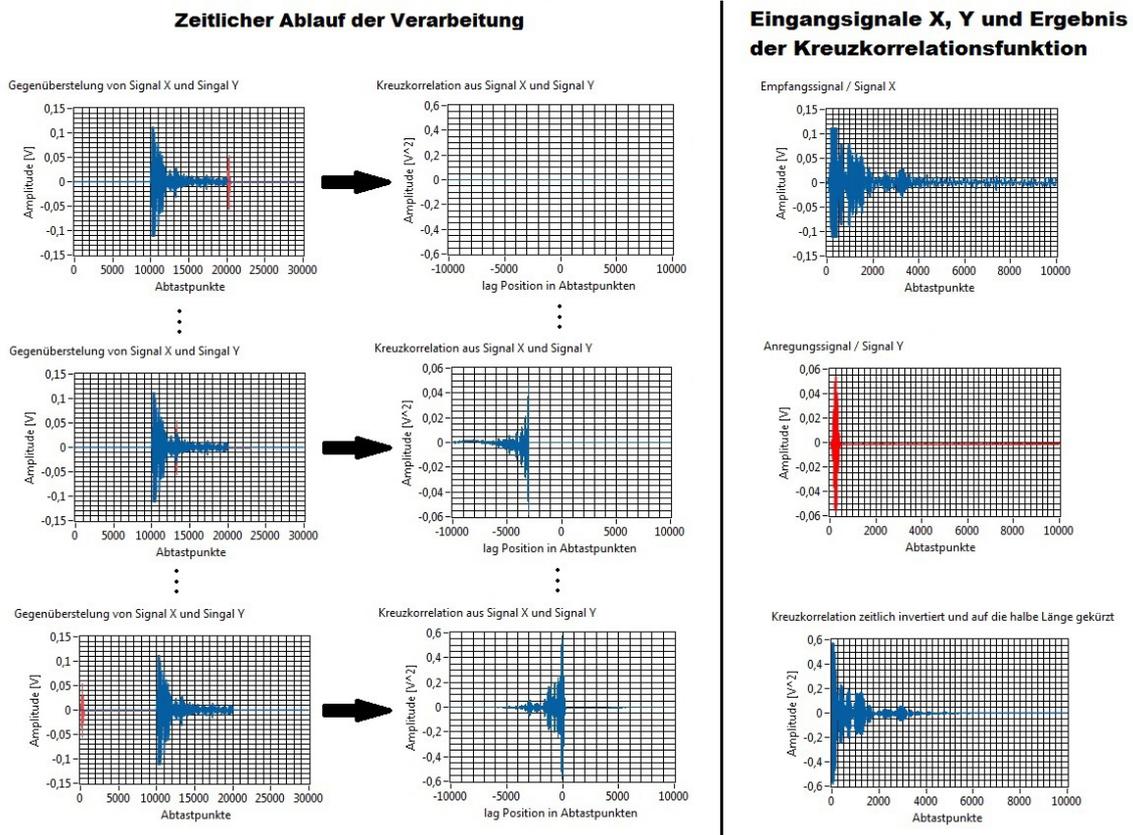


Abbildung 95: Funktionsweise der Kreuzkorrelationsfunktion im Zeitbereich, links von oben nach unten der zeitliche Ablauf der Verarbeitung, rechts oben das Empfangssignal „X“, darunter das Anregungssignal „Y“ und rechts unten das aus der Kreuzkorrelation der von X und Y entstandene Signal.

Um Rechenzeit zu sparen, kann man die Kreuzkorrelation auch im Frequenzbereich durchführen. Dafür wird das Empfangssignal „X“ und das zeitlich invertierte Anregungssignal „Y“ mithilfe einer FFT zunächst in den Frequenzbereich überführt. Dann werden beide Signale im Frequenzbereich miteinander multipliziert und anschließend mit einer IFFT wieder in den Zeitbereich überführt. Die in Abbildung 96 dargestellten Funktionen arbeiten auf diese Weise.

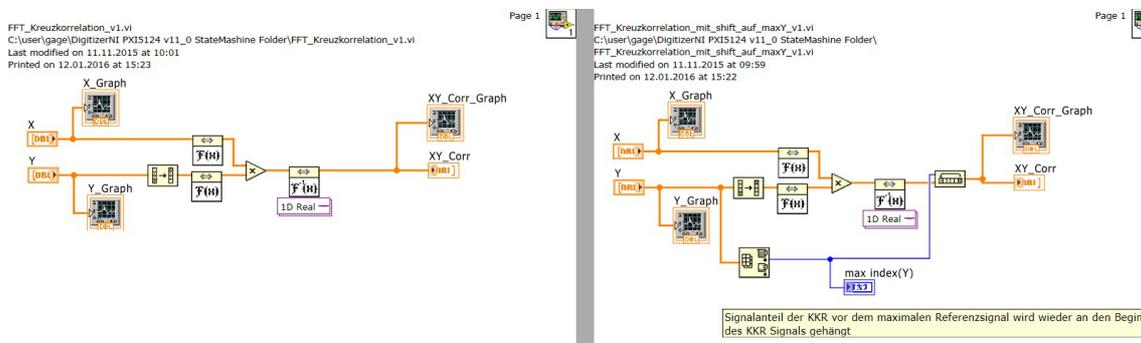


Abbildung 96: Darstellung der Subfunktionen "FFT_Kreuzkorrelation_v1.vi" (links) und "FFT_Kreuzkorrelation_mit_schift_auf_maxY_v1.vi"(rechts)

Der Vorteil dieser Methode der Kreuzkorrelation ist eine wesentlich höhere Bearbeitungsgeschwindigkeit. Nachteilig ist allerdings, dass es bei der Überführung der Eingangssignale in den Frequenzbereich und der Rücktransformierung des Ergebnisses in den Zeitbereich wegen Rechenungenauigkeiten und gegebenenfalls sehr breitbandigen Signalanteilen, zu Fehlern kommen kann. Die Funktion auf der rechten Seite macht, wie weiter oben schon beschrieben, die durch die Kreuzkorrelation entstehenden Zeitverschiebung rückgängig.

A.3.3.5. Subfunktion zur Glättung der Standardabweichungskurve

Die in Abbildung 97 dargestellte Subfunktion glättet die Standardabweichungskurve, indem sie für jeden Punkt der Kurve innerhalb einer bestimmten Fensterbreite, den Mittelwert über die sich im Fenster befindlichen Amplitudenwerte bildet.

Kurvenglaettung_V1.vi

C:\user\gage\DigitizerNI PXI5124 v11_0 StateMashine Folder\Kurvenglaettung_V1.vi

Last modified on 11.11.2015 at 13:03

Printed on 12.01.2016 at 15:25

Page 1

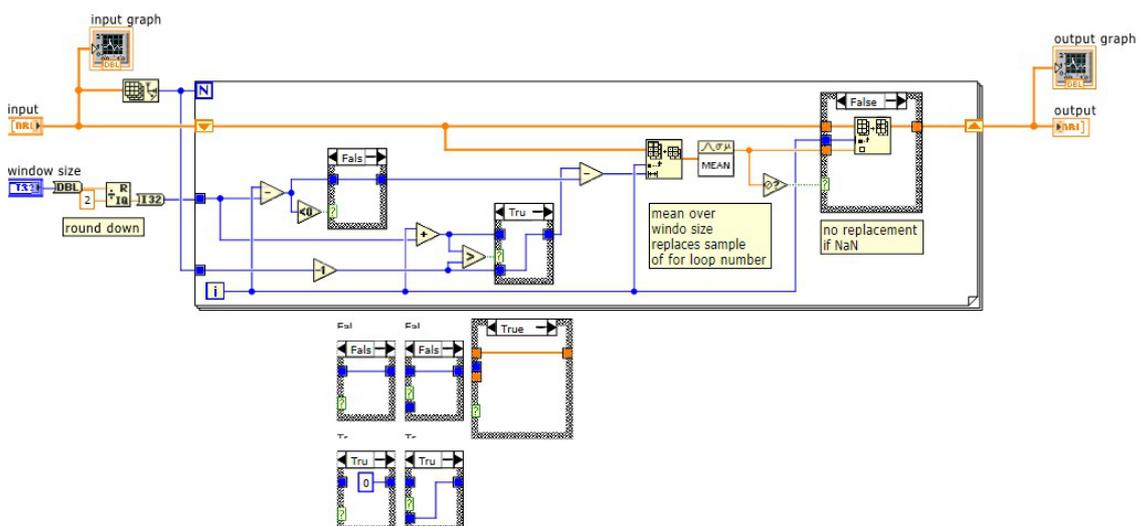


Abbildung 97: Darstellung der Subfunktion "Kurvenglaettung_V1.vi"

Der gerade bearbeitete Abtastpunkt liegt normalerweise mittig im Fensterbereich. Nahe der Seitenränder der Standardabweichungskurve kann der Punkt jedoch nicht mehr mittig im Fenster liegen, da eine Fensterseite dort außerhalb des Datenbereichs liegt. Diese Fensterseite des Mittelwertfensters wird deshalb nahe den Seitenrändern der Standardabweichungskurve entsprechend verkleinert. Ganz am Rand der Standardabweichungskurve ist das Fenster also nur noch halb so breit, da eine Fensterseite komplett außerhalb des Datenbereiches liegt. Das gleitende Mittelwertfenster fährt von links nach rechts über die gesamte Standardabweichungskurve und entfernt so die hochfrequenten Signalanteile in der Funktion. Versuche mit verschiedenen Fensterbreiten haben gezeigt,

dass für Kurven mit ca. 10.000 Abtastpunkten, eine Fensterbreite von 50 Abtastpunkten optimal ist.

A.3.3.6. Subfunktionen zur Linearisierung

Die Linearisierungsfunktion hat die Aufgabe, einen Teilbereich der Standardabweichungskurve zu linearisieren und über die Steigung der Linearfunktion den zeitlichen Abfall β zu ermitteln. Außerdem gibt sie die maximale Amplitude der Standardabweichung σ_{max} im zu linearisierenden Bereich aus. Bei der in Abbildung 98 dargestellten Linearisierungsfunktion handelt es sich um eine einfache Variante, bei der der zu linearisierende Bereich T_{Fit} manuell vorgegeben wird.

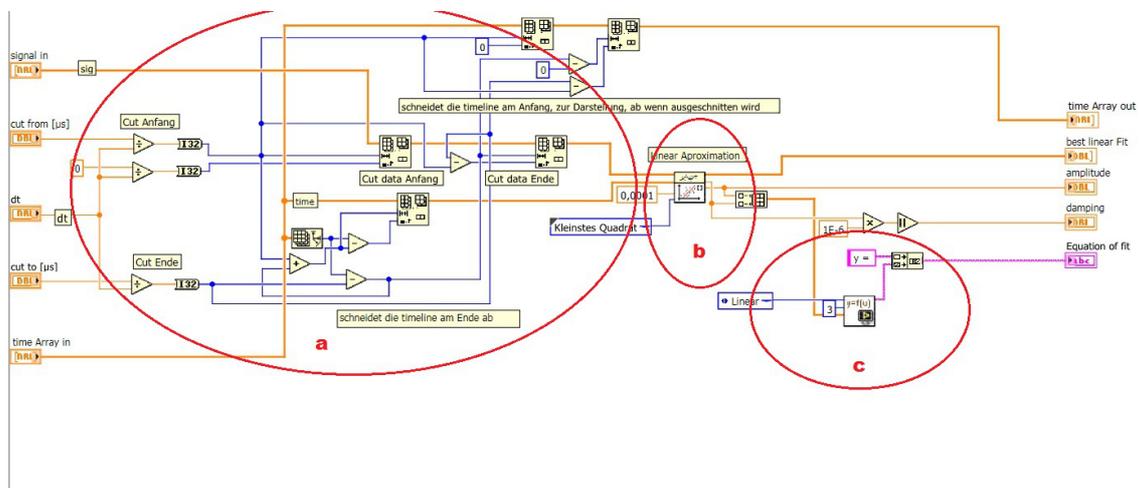


Abbildung 98: Linearisierungsfunktion "Linearisierung_VI.vi" mit manueller Anpassung des zu linearisierenden Kurvenbereichs

Im Bereich Abbildung 98: a wird der vorgegebene Laufzeitbereich sowohl aus dem Zeitvektor, als auch aus dem Amplitudenvektor ausgeschnitten und bei Abbildung 98: b der eigentlichen Linear-Fit-Funktion übergeben. Die Subfunktion bei Abbildung 98: c gibt die Geradengleichung als String aus. Diese Linearisierungsfunktion ist hauptsächlich dafür gedacht, Standardabweichungskurven zu linearisieren, die starke Störeinflüsse aufweisen. Wenn die Amplituden dieser Störeinflüsse größer sind als die eigentliche Maximalamplitude direkt hinter dem Vorlaufstreckenende, ist keine automatische Maximumsuche in der Standardabweichungskurve möglich. Deswegen wird in dieser Funktion die Amplitude der Standardabweichungskurve für den Abtastpunkt, an dem die Linearisierungsgerade beginnt, als σ_{max} ausgegeben.

Für Standardabweichungskurven, die keine zu starken Störeinflüsse im zu linearisierenden Bereich aufweisen, sollte die in der Abbildung 99 dargestellte Funktion genutzt werden, die den zu linearisierenden Teilbereich automatisch der Kurvenform anpasst.

Der Vorteil dieser Funktion ist, dass σ_{max} über eine Maximumsuche im Linearisierungsbereich ermittelt wird und dass durch die automatische Anpassung des Linearisierungsbereiches Standardabweichungskurven verschiedener Eindringtiefen und Formen linearisiert werden können, ohne den Bereich von T_{Fit} händisch anpassen zu müssen.

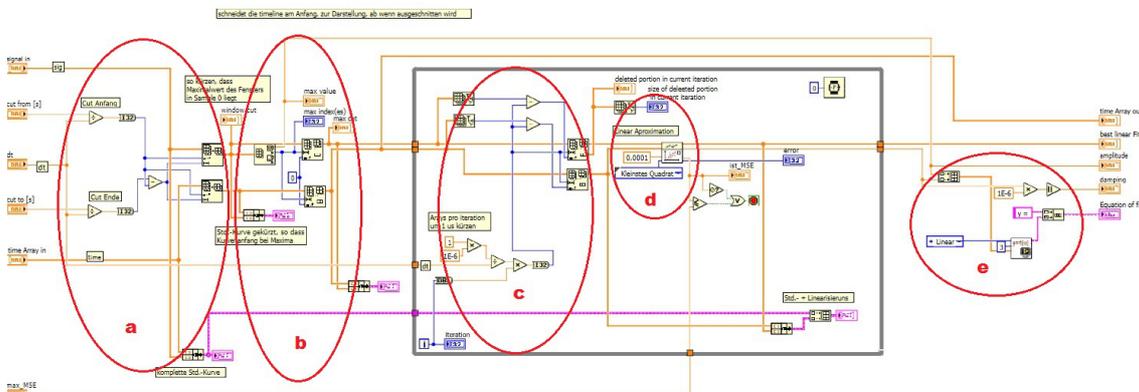


Abbildung 99: Linearisierungsfunktion "Linearisierung_V2.vi" mit automatischer Anpassung des zu linearisierenden Kurvenbereichs an die Form der Standardabweichungskurve

Diese Funktion arbeitet allerdings nur korrekt, wenn im angegebenen Linearisierungsbereich keine Störeinflüsse auftreten, die größere Amplituden aufweisen, als die Amplitude der Standardabweichung direkt hinter dem Vorlaufstreckenende. Als Linearisierungsbereich T_{Fit} wird ein Bereich t_{FitVon} bis t_{FitBis} angegeben, der den relevanten Teil der Standardabweichungskurve vollständig umfasst. Bei Abbildung 99: a wird dieser Teilbereich zunächst auf der Standardabweichungskurve ausgeschnitten. Anschließend wird bei Abbildung 99: b die maximale Amplitude σ_{max} gesucht und T_{Fit} so gekürzt, dass $t_{\sigma_{max}} = t_{FitVon}$ ist. Die Linear-Fit-Funktion linearisiert anschließend den Bereich t_{FitVon} bis t_{FitBis} der Standardabweichungskurve und bewertet die Güte der Linearisierung, indem sie den von der Linear-Fit-Funktion ausgegebenen MSE mit einem vorgegebenen maximalen MSE vergleicht. Die MSE repräsentiert dabei den Anpassungsfehler F_{Fit} . Ist der Anpassungsfehler größer als der vorgegebene Wert, wird T_{Fit} bei Abbildung 99: c um eine μs gekürzt und über die While-Schleife mit dem kleineren T_{Fit} erneut linearisiert. Das wird so lange wiederholt, bis der Anpassungsfehler kleiner oder gleich dem vorgegebenen Wert ist. Ist das der Fall, wird der Absolutwert der Steigung der Linearisierungsgeraden als zeitlicher Abfall β ausgegeben. Der Wert für σ_{max} wird aus der Maximumsuche bei Abbildung 99: b übernommen. Bei Abbildung 99: e wird die Geradengleichung als String ausgegeben.

A.5. Analyse der Partikelgrößenklassen in den Proben 2227 und 3000

Analyse

Erstellt von: Malvern
Zuletzt bearbeitet: 05.04.2013 15:05:46



Messdetails

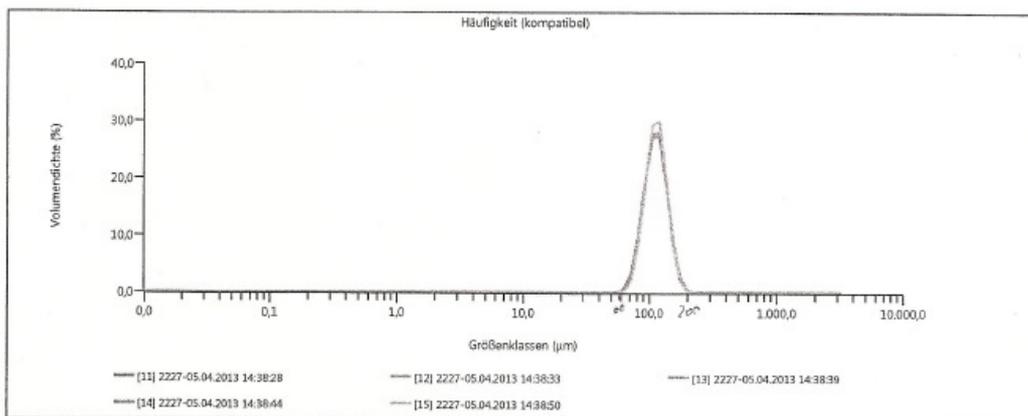
Probenname 2227 **Messung Datum Uhrzeit** 05.04.2013 14:38:28
Benutzername Malvern **Analyse Datum Zeit** 05.04.2013 14:38:28
SOP Dateiname Aero5.msop **Ergebnis Quelle** Messung

Analyse

Partikelname Glasperlen (typisch) **Partikel Brechungsindex** 1,520
Name Dispergiermedium Dry dispersion **Brechungsindex Dispergiermedium** 1,000
Partikel-Absorptionswert 0,000 **Laserabschattung** 1,59 %
Gewichtete Anpassung 0,51 % **Streuungsmodell** Mie
Analyse-Modell Universal **Analyseempfindlichkeit** Erweitert

Ergebnis

Konzentration 0,0226 % **Breite** 0,512
Gleichförmigkeit 0,164 **Ergebnis Einheiten** Volumen
Spezifische Oberfläche 22,43 m²/kg **Dv 10** 86,4 µm
D [3,2] 109 µm **Dv 50** 111 µm
D [4,3] 114 µm **Dv 90** 143 µm
Volumen Unter 200 µm 99,90 %
Volumen Unter 180 µm 99,28 %
Volumen Unter 150 µm 92,79 %
Volumen Unter 75 µm 2,24 %



Messdatensatz-Nr.	Probenname	Dx 10 (µm)	Dx 50 (µm)	Dx 90 (µm)
11	2227	86,4	111	143
12	2227	85,3	111	144
13	2227	86,4	112	144
14	2227	86,5	112	144
15	2227	87,9	112	142
Mittel		86,5	112	143
1xStd. Abw.		0,956	0,345	0,673
1xRSD (%)		1,10	0,309	0,469



Abbildung 100: Analyse der Partikelgrößenklassen der sphärischen Glaspartikel innerhalb der Probe 2227, zur Verfügung gestellt durch das Süddeutsche Kunststoff-Zentrum (SKZ).

Analyse

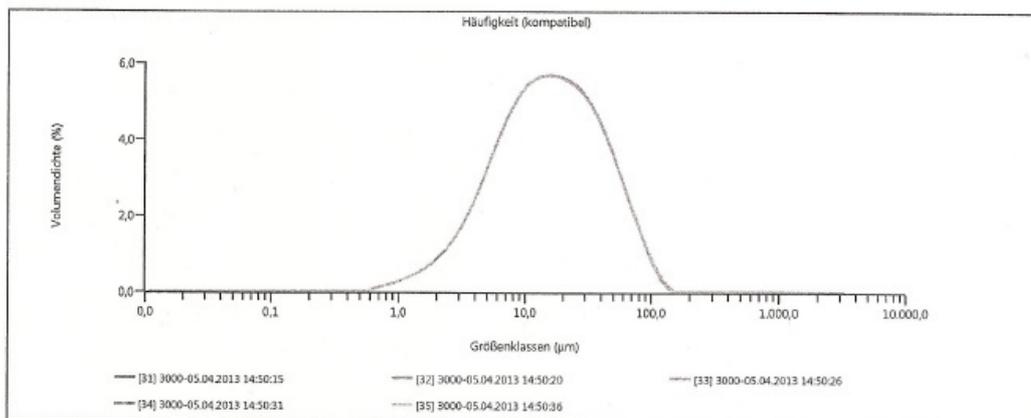
Erstellt von: Malvern
Zuletzt bearbeitet: 05.04.2013 15:08:21



Messdetails	
Probenname 3000	Messung Datum Uhrzeit 05.04.2013 14:50:15
Benutzername Malvern	Analyse Datum Zeit 05.04.2013 14:50:15
SOP Dateiname AeroS.msop	Ergebnis Quelle Messung

Analyse	
Partikelname Glasperlen (typisch)	Partikel Brechungsindex 1,520
Name Dispergiemedium Dry dispersion	Brechungsindex Dispergiemedium 1,000
Partikel-Absorptionswert 0,000	Laserabschattung 2,30 %
Gewichtete Anpassung 0,15 %	Streuungsmodell Mie
Analyse-Modell Universal	Analyseempfindlichkeit Erweitert

Ergebnis	
Konzentration 0,0023 %	Broite 3,119
Gleichförmigkeit 0,965	Ergebnis Einheiten Volumen
Spezifische Oberfläche 280,2 m ² /kg	Dv 10 4,02 µm
D [3;2] 8,74 µm	Dv 50 15,4 µm
D [4;3] 22,6 µm	Dv 90 51,9 µm
	Volumen Unter 100 µm 99,05 %
	Volumen Unter 63 µm 93,81 %
	Volumen Unter 45 µm 86,50 %
	Volumen Unter 24 µm 66,42 %



Messdatensatz-Nr.	Probenname	Dx 10 (µm)	Dx 50 (µm)	Dx 90 (µm)
31	3000	4,02	15,4	51,9
32	3000	4,01	15,3	51,7
33	3000	4,01	15,4	52,1
34	3000	4,01	15,4	52,1
35	3000	4,01	15,3	52,1
Mittel		4,01	15,3	52,0
1xStd. Abw.		0,00304	0,0182	0,143
1xRSD (%)		0,0757	0,119	0,275



Abbildung 101: Analyse der Partikelgrößenklassen der sphärischen Glaspartikel innerhalb der Probe 3000, zur Verfügung gestellt durch das Süddeutsche Kunststoff-Zentrum (SKZ).