

AKUSTIKWELLEN-VISKOSIMETER OHNE BEWEGLICHE TEILE

Präzise Inline-Messungen in Echtzeit

Bisher galt es als schwierig, Prozesssteuerungs-Systeme mit einem echtzeitfähigen Inline-Viskositätsmanagement auszustatten. Eine Herausforderung stellte bis dato das kontinuierliche Messen der Viskosität dar, weil diese Größe unmittelbar von Temperatur, Scherrate und anderen Variablen beeinflusst wird. Die Lösung dieses Problems verspricht das so genannte Akustikwellen-Viskosimeter.

KEREM DURDAG

Die Viskosität – also das Maß für die Zähigkeit einer Flüssigkeit – gilt in der Prozesstechnik als wichtige Größe, die z. B. Aussagen über den Lösungsmittelverlust in Beschichtungen oder die Mischeigenschaften von mehrkomponentigen Fluiden erlaubt. Ebenso kann die Kontrolle der Viskosität zum Beispiel bei der Herstellung von Klebstoffen einen wichtigen Hinweis darauf geben, ob die gestellten Qualitätsansprüche erfüllt sind. Da sich die Viskosität auf das Fließverhalten auswirkt, kann sie generell in Prozesssteuerungs-Umgebungen als indirektes Maß für die Beschaffenheit eines Produkts in Abhängigkeit von Eigenschaften wie dem Molekulargewicht oder der Molekulargewichts-Verteilung dienen.

Das Problem

Einfluss auf die Viskosität nehmen verschiedene variable Größen wie Temperatur und Scherrate, die sich bei einer Offline-Messung vollkommen anders verhalten können als direkt in der Inline-Umgebung. Entscheidend ist die Möglichkeit, etwaige Änderungen sofort und in Echtzeit festzustellen und die Messungen mit Bezug auf einen Referenzwert durchzuführen, anstatt Absolutwerte zu erfassen. Durch die Verfügbarkeit von Viskositätsdaten in Echtzeit und inline kann die Notwendigkeit entfallen, Entscheidungen auf Daten zu stützen, die nur in größeren Zeitabständen anfallen und damit nur Momentaufnahmen darstellen.

Allerdings war es bisher ein Problem, präzise Inline-Viskositätsmessungen durchzuführen, da die Integration konventioneller Viskosimeter direkt in einen Prozessablauf schwierig ist.

Der Stand der Dinge

Bei jeglicher Diskussion zum Thema Viskosimetrie muss zwischen Off- und Inline-Applikationen unterschieden werden. In einer Offline-Applikation wird eine Probe gezogen und zur Messung aus dem Prozess entnommen. Die Tatsache, dass Offline-Messungen in der Regel an einer aus dem Prozess entnommenen Probe durchgeführt werden, hat zur Folge, dass entscheidende Vorgänge möglicherweise verpasst werden. In einer Inline-Applikation dagegen ist der Sensor direkt in den Prozessablauf integriert, ohne dass spürbar in diesen eingegriffen wird.

Wegen bestimmter Einschränkungen bei Einsatz herkömmlicher Instrumente

war es bislang meist notwendig, Viskositätsmessungen offline durchzuführen. Unerfüllt blieb bisher die Nachfrage des Marktes nach zuverlässigen echtzeitfähigen Inline-Viskositätssensoren mit Digitalausgang, die sich per LAN oder WiFi problemlos mit anderen Instrumenten vernetzen lassen, um die Viskosität lückenlos zu protokollieren.

Die Mehrzahl der existierenden Viskosimeter wurden ursprünglich für Offline-Laboranalysen entwickelt. Die einfachste und vielleicht verbreitetste Methode der Viskositätsmessung ist der Auslaufbecher. Wichtig für die Bestimmung der Viskosität ist in diesem Fall die Zeit, in der sich eine definierte Menge der jeweiligen zu messenden Flüssigkeit über eine Öffnung im Boden entleert. Die Formgebung von Becher und Öffnung ergeben einen bestimmten becherspezifischen Faktor.

Ein weiteres einfaches Messverfahren ist die Fallkörpermethode. Auch hier werden zwecks Viskositätsbestimmung die Sekunden gemessen, die eine Metallkugel oder ein anderes Objekt benötigt, um durch die entsprechende Probe zu fallen.

Für die Laboranalyse bedient man sich meist eines Rotations-Viskosimeters, mit dem der Reibungswiderstand

einer rotierenden Scheibe bestimmt wird, die einen definierten Abstand zu dem Zylinder hat, in dem sich die zu messende Probe befindet. Der Zusammenhang zwischen Drehmoment und Spindeldrehzahl wird als dynamische Viskosität interpretiert und in der Einheit mPa/s (Millipascal/s) oder cP (Centipoise) angegeben. Rotations-Viskosimeter sind einerseits sehr genau und eignen sich ideal für statische Offline-Messungen. Andererseits sind sie höchst empfindlich bezüglich der Fließverhältnisse der Probe und Bewegungen der Messplattform, die nicht vom Gerät selbst erzeugt werden. Rotations-Viskosimeter können zwar für Inline-Prozesse abgewandelt werden, lassen aber aufgrund ihrer Größe nur beschränkte Anwendungsmöglichkeiten zu.

Eine Möglichkeit, Viskosität inline zu messen, besteht darin, ein Kapillarröhrchen mit definierter Geometrie in den Flüssigkeitsstrom zu platzieren und – bei bekannter Durchflussrate – den Druckabfall zu messen. Damit lässt sich die kinematische Viskosität mit der Einheit mm^2/s oder cS (Centistoke) als Verhältnis zwischen Viskosität und Dichte bestimmen. Ein Problem ist bei dieser Methode allerdings, dass das Kapillarröhrchen verstopfen kann. Außerdem gestaltet es sich schwierig und kostspielig, unabhängig vom Druck eine konstante Durchflussrate aufrechtzuerhalten, da hierfür in aller Regel eine Verdrängerpumpe erforderlich ist.

Darüber hinaus gibt es eine Reihe mechanischer und elektromechanischer Konzepte für Inline-Viskositätsmessungen. Eines dieser Verfahren misst mit Hilfe eines Kolbens und eines Zylinders die kinematische Viskosität (cS). Die Flüssigkeit wird dazu in den Zylinder geleitet, in dem durch Luftdruck oder elektromagnetisch betätigt ein Kolben gehoben und gesenkt wird. Die Zeit, die der Kolben für den Weg hin und zurück braucht, ist ein Maß für die Viskosität der Flüssigkeit. Ein potenzieller Mangel



Bild 1: Dieser Akustikwellen-Viskositäts-sensor besitzt keine beweglichen Teile

dieser Vorrichtung ist, dass der Kolben durch Partikel im Flüssigkeitsstrom blockiert werden kann.

Die Mehrzahl dieser mechanischen und elektromechanischen Viskosimeter kann für den Inline-Einsatz angepasst werden. Im Allgemeinen ungeeignet sind sie jedoch für Inline-Anwendungen mit hohen Durchflussraten oder für die Integration in OEM-Plattformen, in denen Kosten, Größe, Robustheit und Zuverlässigkeit unter anspruchsvollen Einsatzbedingungen vorrangige Bedeutung haben.

Die MEMS-Technologie, und hier speziell die Lab-on-a-Chip-Lösungen, stellen einen Versuch zur Miniaturisierung der Messvorrichtung dar. Physikalische Gegebenheiten und technische Faktoren gestalten die Verwendung solcher Bauteile für integrierte Prozessüberwachungs-Lösungen, in denen Durchflussraten, Partikel und Drücke eine entscheidende Rolle spielen, allerdings kompliziert.

Seit langem arbeitet man daher daran, bei der Viskositätsmessung ohne bewegliche Teile auszukommen. Eines dieser Verfahren nutzt den gängigen Dickenschersensor (TSM für Thickness Shear Mode). Hier werden Resonanzdämpfung und Frequenzverschiebung mit einer besonderen elektronischen Schaltung ausgewertet. Ein anderes Konzept nutzt den weniger bekannten Wellenleiter-Modus einer Quarzplatte und verbindet den Abtast-

mechanismus der TSM-Lösung mit der bei SAW-Sensoren (Surface Acoustic Wave; Oberflächen-Akustikwellen) gegebenen Möglichkeit der Produktion mit Waferfertigerungsverfahren.

Es gab Bestrebungen, bestehende Probleme hinsichtlich der Konstruktion, der Reproduzierbarkeit und des Messbereichs zu überwinden. Der MPS (monolithischer piezoelektrischer Sensor) besteht durch die Einfachheit des TSM-Resonators und verfügt über separate Ein- und Ausgangs-Anschlüsse für differenzielle Messungen, was der Reproduzierbarkeit zugute kommt und Rückwirkungen der Schaltung vermeidet. Der MRA-WD-Sensor (Multi-Reflective Acoustic Wave Device) verbindet die Merkmale von Resonatoren sowie Verzögerungsleitungen und unterstützt in einem einzigen Sensor einen enormen Dynamikbereich von Luft bis zu einigen tausend cP. Damit werden die wichtigsten Mängel früherer Prototypen vermieden.

Die Lösung: Akustikwellen-Viskosimeter

Bis zur kürzlichen Einführung von Akustikwellen-Viskosimetern gab es keine kommerziell verfügbare, ohne bewegliche Teile auskommende Lösung, mit der sich Viskosität und Temperatur inline und in Echtzeit gleichzeitig messen lassen. Die neuen Sensoren verbinden eine feststehende Oberflächenbeschaffenheit mit ultraempfindlicher Akustik (Bild 1). Da es keine beweglichen Teile gibt, sind sie außerdem unempfindlich gegenüber Stößen und können auch starken Vibrationen widerstehen. Dank der herausragenden Scherrate, die um mehrere Größenordnungen über den Fließeigenschaften von Flüssigkeiten liegt, ist gewährleistet, dass Akustikwellen-Sensoren bei statischem, laminarem oder turbulentem Fluss gleichermaßen einsetzbar sind und deshalb für Sofortmessungen der Viskosität in Inline-Applikationen mit hohen Durchflussraten verwendet werden können.

Diese Festkörper-Sensoren sind in robusten Gehäusen untergebracht, wiegen in der Regel weniger als 225 g, sind kompakt und kommen ohne Rekalibrierung im Feld aus. Dank hermetisch dichter Versiegelung können die Solid-State-Sensoren vollständig in Flüssigkeiten eingetaucht und in chemisch aggressiven Umgebungen eingesetzt werden. Sie sind mit Elektronik und Temperatursensor ausgestattet und unterstützen Kommunikationsprotokolle, die im Interesse einer unkomplizierten Integration beispielsweise den Anschluss per CAN-Bus ermöglichen.

Ein wichtiges Anwendungsgebiet für diese neue Technik ist die Inline-Überwachung von Prozessabläufen in Echtzeit. Die Akustikwellen-Sensoren sind in der Lage, Proben von nur 100 µl zu vermessen und eignen sich deshalb zusammen mit einem Lesegerät im Handheld-Format für den Einsatz überall dort, wo es auf Mobilität ankommt.

Integration der Viskositätsmessung

Für die Viskosität gibt es verschiedene Maßeinheiten. Am bekanntesten sind die kinematische Viskosität (in Centistokes gemessen) und die dynamische oder absolute Viskosität (Maßeinheit: Centipoise). Beide Größen hängen über das spezifische Gewicht zusammen: Die kinematische Viskosität ist die dynamische Viskosität, dividiert durch das spezifische Gewicht. Akustikwellen-Sensoren messen die Viskosität als Produkt aus dynamischer Viskosität und spezifischem Gewicht (Dichte). Die Messung basiert auf der Energieübertragung durch akustische Scherwellen von einem Quarzkristall oder einem anderen massiven Wellenleiter mit einer charakteristischen Impedanz. Das Quadrat des Leistungsverlusts der Akustikwelle beim Durchlaufen der Prozessflüssigkeit verhält sich proportional zum Produkt aus Frequenz, Dichte und Viskosität. Die Frequenz ist bekannt, und so liefert der

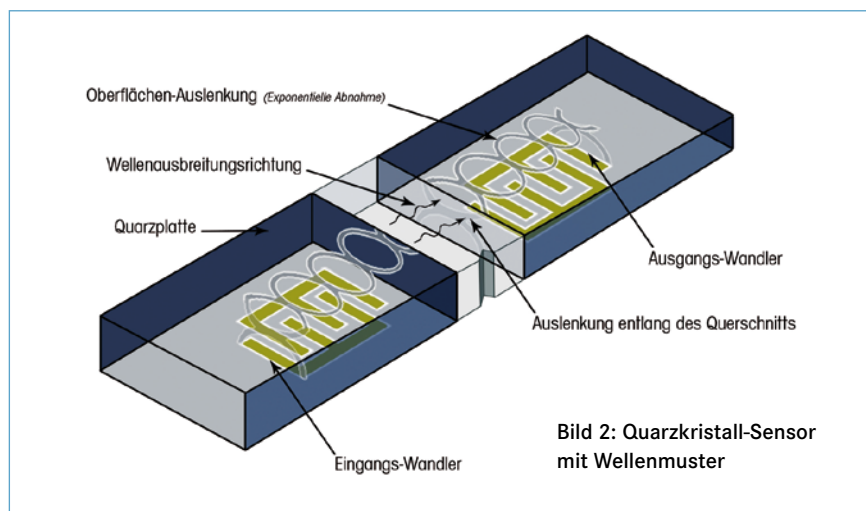


Bild 2: Quarzkristall-Sensor mit Wellenmuster

Sensor eine Information über das Produkt aus dynamischer Viskosität und Dichte.

Ist das spezifische Gewicht bekannt, lassen sich die Messungen untereinander umrechnen, sofern Scherrate und Temperatur gleich sind. Der digitale Ausgangswert eines Akustikwellen-Sensors kann somit automatisch in Sekunden (analog zur Messung mit einem Auslaufbecher) oder in Centipoise dargestellt werden, wenn der Anwender die Dichte der Flüssigkeit kennt.

Für diese Messung wird der Quarzresonator mit der betreffenden Flüssigkeit in Kontakt gebracht. Die Viskosität der Flüssigkeit bestimmt die Dicke der Flüssigkeitsschicht, die hydrodynamisch mit der Oberfläche des Sensors gekoppelt ist (Bild 2). Die Sensoroberfläche befindet sich in einer gleichförmigen Bewegung mit der Frequenz $\omega=2\pi F$ und der Amplitude U . Frequenz und Amplitude hängen von der Elektronik ab. Wenn die Scherwelle bis zu einer Tiefe d in die Flüssigkeit eindringt, wird Energie vom Quarzkristall an die Flüssigkeit übertragen. Die akustische Viskosität wird an Hand des Energieverlusts bei der Übertragung vom Quarzresonator an die Flüssigkeit berechnet.

Der Akustikwellen-Resonator unterstützt eine stehende Welle entlang sei-

ner Dicke, wobei das Wellenmuster mit den Elektroden, die gegenüber der Flüssigkeit hermetisch versiegelt sind, und mit der Flüssigkeit an der Oberseite in Wechselwirkung tritt. Der Großteil der Flüssigkeit bleibt von dem Akustiksignal völlig unbeeinflusst. Lediglich eine äußerst dünne, nicht mehr als wenige Mikrometer messende Schicht wird von der vibrierenden Oberfläche in Schwingungen versetzt.

Integrierte Prozesssteuerung

Zu den ersten Anwendungen dieses Solid-State-Viskositätssensors gehört die Beschichtung doppelwandiger, gelöteter Bremsleitungen mit speziellen Materialien, um in einem speziellen Prozess zuverlässig Schutz vor hohen Temperaturen zu gewährleisten. Durch die definierte Viskosität des Beschichtungsmaterials wird eine genau kontrollierte Schichtdicke erreicht, die die Voraussetzung für die Einhaltung des richtigen Temperaturprofils bildet. Für die abschließende Qualitätskontrolle und -sicherung wird eine Prüfung mit einem optischen Sensor vorgenommen.

In diesem Einsatzbeispiel wurde das Viskosimeter im Reaktortank platziert, aus dem die Beschichtungsflüssigkeit automatisch dosiert wird. Auf Basis der Echtzeit-Erfassung der Viskositäts-

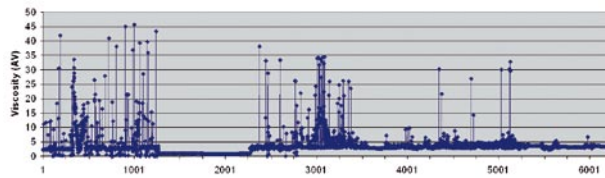


Bild 3: In-line-Überwachung und Regelung der Viskosität in Echtzeit

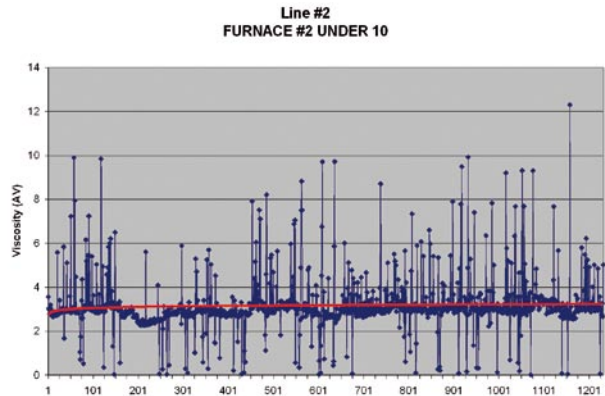


Bild 4: In-line-Überwachung und Regelung der Viskosität in Echtzeit, bezogen auf die Prozess-Grenzwerte

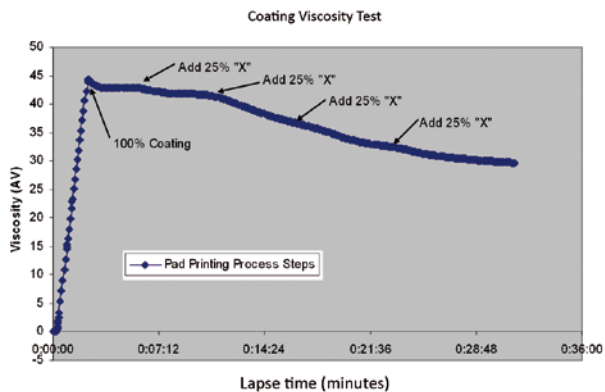


Bild 5: Darstellung von Viskositätsänderungen durch das Hinzufügen einer Chemikalie in einer Beschichtungs-Applikation

information erfolgte die Realisation eines proaktiven und rund um die Uhr in Betrieb befindlichen Überwachungs- sowie Kontrollprogramms. Auf diese Weise lassen sich die Zusammensetzung des Beschichtungsmaterials optimieren und Chargenänderungen kontrollieren.

Bild 3 zeigt anschaulich die mit dem Viskosimeter aufgedeckten und aus dem zulässigen Prozessfenster herausragenden Spitzen im Viskositätsverlauf der Beschichtungsflüssigkeit. Ebenso ist zu sehen, wie während eines Prozessdurchlaufs die Spitzen abflachen und der Prozess innerhalb der vorgegebenen Grenzwerte bleibt.

Bild 4 zeigt noch detaillierter, dass es gelingt, den Prozess auf Echtzeitbasis dauerhaft innerhalb der Grenzen zu halten.

Als weiteres Einsatzbeispiel für die Implementierung des neuen Akustikwellen-Viskosimeters sei die Überwachung einer Beschichtung während des Aufbringens auf ein Substrat genannt. In diesem Fall geht es um die Zudosierung einer speziellen Chemikalie immer dann, wenn die Viskosität der Beschichtung vom korrekten Wert abweicht. Ziel dieser Maßnahme ist, die Veränderung der Geschwindigkeit zu verhindern und somit die gleichbleibende Qualität des Beschichtungsprozesses zu gewährleisten.

Wie in Bild 5 dargestellt, erfasst das Akustikwellen-Viskosimeter in Echtzeit die Veränderung der Viskosität des Beschichtungsmaterials. Nach dem kontinuierlichen Hinzufügen einer speziellen Chemikalie (mit X bezeichnet) erreicht das Material die gewünschte Konsistenz.

Fazit

Beschichtungsvorgänge und chemische Prozesse erfordern eine kontinuierliche Kontrolle verschiedener Prozessparameter wie zum Beispiel Druck, Durchflussrate, pH-Wert, Temperatur und Viskosität. Hersteller erwarten von den OEMs Anlagen mit integrierten, umgehend betriebsbereiten Instrumenten, die sich in ihre Qualitätssicherungssysteme integrieren lassen. OEMs wiederum wünschen sich Instrumente, die eine Wertsteigerung ihrer Produkte bewirken, ohne Produktions- oder Designprobleme heraufzubeschwören. Die Viskositätsmessung war bisher das fehlende Teil in diesem Puzzle, doch Akustikwellen-Sensoren können diese Lücke ausfüllen. Die in diesem Beitrag beschriebenen Solid-State-Sensoren empfehlen sich als verlässliche Viskositätsmessinstrumente für die Prozesssteuerung und Überwachung in der Produktion. OEMs und Unternehmen aus der Prozessindustrie erhalten damit die Möglichkeit zur Integration einer kontinuierlichen Protokollierung mit dem Ziel, die Betriebskosten zu kontrollieren und die Qualitätsstandards einzuhalten. ■

Der Autor

Kerem Durdag ist als Director of Sales & Marketing beim US-amerikanischen Unternehmen SenGenuity tätig. Deutsche Repräsentanz des Unternehmens SenGenuity: Eurocomp Elektronik GmbH, 61231 Bad Nauheim, Tel: +49 60 32 93 08 65