

Feuchte- und Dichtemessung

Präzise und zerstörungsfreie Bestimmung in Echtzeit zur Kontrolle von Prozessen



► Dr.-Ing. Frank Daschner, Lehrstuhl für Hochfrequenztechnik, Technische Fakultät der Christian-Albrechts-Universität zu Kiel



► Prof. Dr.-Ing. Reinhard Knöchel, Institut für Elektrotechnik, Lehrstuhl für Hochfrequenztechnik, Technische Fakultät der Christian-Albrechts-Universität zu Kiel



► Dipl.-Ing. (FH) Wolfgang Taute, Lehrstuhl für Hochfrequenztechnik Technische Fakultät der Christian-Albrechts-Universität zu Kiel



► Dr.-Ing. Claas Döschler, Doescher & Doescher Ingenieurbuero

Mikrowellen durchdringen das zu messende Material, wodurch es nicht zu Messfehlern durch Oberflächeneffekte kommt. Auch die ionische Leitfähigkeit stellt, bedingt durch die hohen Frequenzen, kaum eine Störung dar. Mit Mikrowellenresonatoren wird deshalb die Kernfeuchte eines Materials mit hoher Genauigkeit und Geschwindigkeit gemessen. Sie haben außerdem den Vorteil, dass ihre Bauform an die Gegebenheiten eines Prozesses angepasst werden kann.

In vielen industriellen Prozessen ist der Wassergehalt ein wichtiger Parameter, der schnell und präzise erfasst werden muss. Häufig herrschen hierbei raue Bedingungen (z.B. hohe Temperaturen), die den Einsatz von Sensoren erschweren. Auch sollen Messungen das untersuchte Material nicht verändern. Diese Anforderungen erfüllen die Referenzmethoden zur Feuchtemessung nicht. Sowohl für die Karl-Fischer-Titration als auch zur Ofentrocknung für die gravimetrische Bestimmung des Wassergehalts können dem Prozess nur Stichproben entnommen werden. Diese verändern sich chemisch und physikalisch bei der Analyse derart, dass sie danach in der Regel nicht mehr zu gebrauchen sind. Besonders nachteilig bei den Referenzmethoden ist jedoch der hohe Zeitaufwand, der eine Verwendung dieser Verfahren zur Prozesskontrolle ausschließt.

Daher werden hierfür eine Reihe von anderen Verfahren eingesetzt, von denen die meisten jedoch mit Nachteilen behaftet sind. So können Feuchtemessungen mit Leitfähigkeits-Sensoren durch eine vorhandene ionische Leitfähigkeit – verursacht durch gelöste Salze – erheblich verfälscht werden. Dieses Problem besteht auch bei kapazitiven Sensoren. Bei Infrarotmessungen wird wegen der geringen Eindringtiefe der optischen Strahlung die Feuchte nur an der Oberfläche bestimmt, welche jedoch – abhängig vom Prozess – häufig schon angetrocknet ist. Die Messung ist daher nicht repräsentativ. Radiometrische Verfahren sind wegen des Einsatzes radioaktiver Materialien kostspielig. Die auftretende ionisierende Strahlung führt zu erhöhten Sicherheitsauflagen.

Dieser Artikel soll einen Überblick über den Stand der Technik bei einem weiteren Verfahren zur Prozesskontrolle geben, das viele der eben geschilderten Nachteile nicht aufweist und da-

her oft vorteilhaft eingesetzt werden kann: die Dichte- und Feuchtemessung unter Verwendung von Mikrowellenresonatoren. Die Idee, den Feuchtegehalt mit Hilfe von Mikrowellen zu bestimmen, ist nicht neu. In der Vergangenheit mussten hierfür teure Spezialbauelemente eingesetzt werden. Zwischenzeitlich gibt es jedoch aus dem Bereich der Mobiltelefonie und anderer Techniken, die eine drahtlose Kommunikation ermöglichen, zahlreiche integrierte elektronische Schaltungen, die eine preiswerte Realisierung der benötigten Mikrowellen-Sensorschaltungen ermöglichen.

Wechselwirkung von Mikrowellen mit polaren Molekülen

Mikrowellen können tief in das Material eindringen oder das Material sogar voll durchdringen. Die Wechselwirkung von Mikrowellen mit Wasser oder anderen polaren Stoffen beruht darauf, dass die Wassermoleküle sich im angelegten elektrischen Feld ausrichten. Polt man das Feld um, richten sich die Moleküle neu aus. Bei niedrigen Frequenzen können die Wassermoleküle dem elektrischen Feld verzögerungsfrei folgen. Wegen des mit der Ausrichtung verbundenen Ladungstransportes fließt ein Verschiebungsstrom und die Permittivität (Dielektrizitätszahl) ist recht hoch ($\epsilon=79$ bei $T=25^\circ\text{C}$). Erhöht man die Frequenz, eilt die Ausrichtung der Moleküle der Polung der momentanen Feldstärke nach. Dadurch entstehen im Material Wärmeverluste (Dissipation). Bei der Relaxationsfrequenz ist die Dissipation von Energie am größten. Folglich haben die dielektrischen Verluste, die rechnerisch durch den Verlustfaktor als Imaginärteil der Permittivität repräsentiert werden können, ein Maximum. Bei Frequenzen oberhalb der Relaxationsfrequenz nimmt die Wechselwirkung von

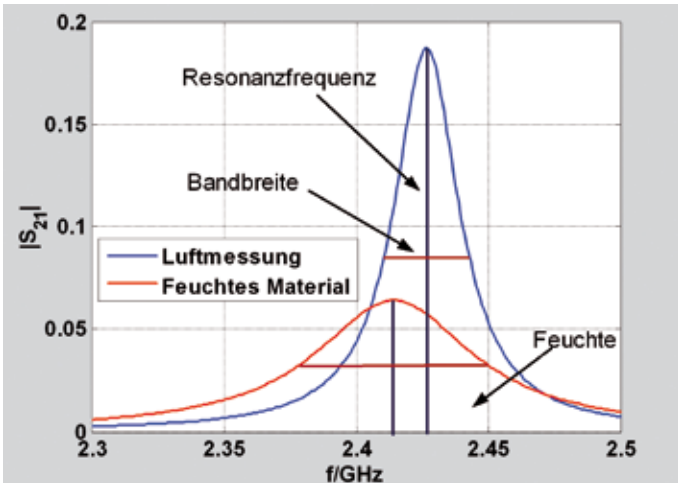


Abb. 1: Resonanzkurven für Luft und ein feuchtes Material. Die Resonanzfrequenz wird niedriger, während die Bandbreite mit der Feuchte des Materials zunimmt.

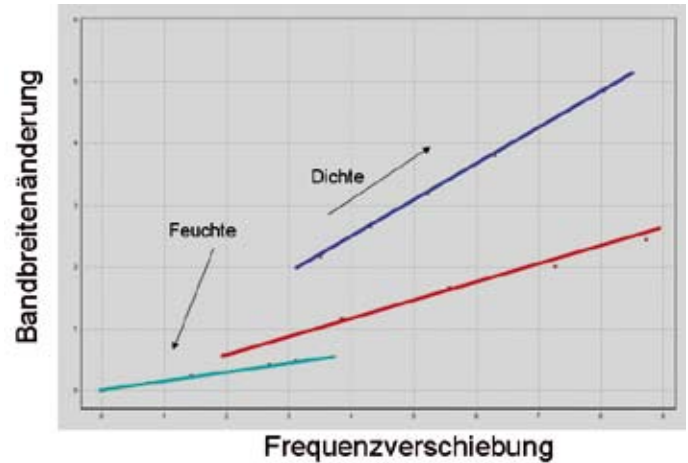


Abb. 2: Dichteunabhängige Kalibrierung eines Mikrowellenresonators. Die Messungen werden auf eine Luftmessung bezogen. Wird die Bandbreitenänderung über der Resonanzfrequenz-Verschiebung aufgetragen, ergibt sich für jede Feuchte eine spezifische Steigung der Geraden.

elektrischem Feld und Wassermolekülen, bedingt durch deren Massenträgheit, ab. Die Relaxationsfrequenz von freiem Wasser beträgt bei 25 °C etwa 20 GHz und liegt damit im Frequenzbereich von Mikrowellen. Zunächst könnte man daher an eine Messung des Wassergehaltes bei dieser Frequenz denken. Eine Mikrowellenelektronik für 20 GHz ist jedoch recht kostspielig. Außerdem treten bei derart hohen Frequenzen erhebliche Streuverluste der Wellen im Material auf, die einen zusätzlichen Verlustmechanismus darstellen. Da die Relaxationsvorgänge aber wesentlich breitbandiger sind als Resonanzmechanismen, kann schon bei deutlich niedrigeren Frequenzen eine Änderung der Permittivität und des Verlustfaktors durch Schwankungen des Wassergehaltes gemessen werden. Das ISM (In-

dustrial, Scientific, Medical) Band bei 2,45 GHz hat den Vorteil, dass in diesem Bereich zahlreiche preiswerte integrierte Mikrowellenschaltungen zur Verfügung stehen. In diesem Frequenzband spielt die ionische Leitfähigkeit praktisch keine Rolle mehr.

Funktionsprinzip von Mikrowellenresonatoren

Die Messfrequenz wird durch die Resonanzfrequenz des Resonators festgelegt. Die Resonanzfrequenz wiederum hängt von Form und Abmessungen der verwendeten Struktur ab. Wird der Resonator mit dem zu messenden Material belastet, kommt es zu einer erhöhten Speicherung von elektrischer Feldenergie, die eine Absenkung

der Resonanzfrequenz bewirkt. Die Permittivität, die diese Energiespeicherung hervorruft, ändert sich mit dem Wassergehalt erheblich [1]. Weiterhin entzieht das feuchte Material dem Resonator zusätzliche Energie, wodurch sich die Breite der Resonanzkurve vergrößert (Verminderung des Gütefaktors). Resonatoren haben den Vorteil, dass sie sehr empfindlich auf Veränderungen ihrer Parameter reagieren, wodurch hohe Messgenauigkeiten erzielbar sind. In Abbildung 1 sind zwei Resonanzkurven dargestellt. Steigt der Wassergehalt, sinkt die Resonanzfrequenz f_r gegenüber dem unbelasteten Resonator, während die Bandbreite b des Resonators mit der Feuchte zunimmt. Zur Messung wird nur ein relativ schmalbandiger – also preiswerter – Signalgenerator benötigt, der im Bereich der Resonanz-

Durchführung für Material



Abb. 3: Fotografie eines Hohlraumresonators. Das zu messende Material wird durch den Resonator hindurch geführt.

Metallische Grundplatte



Ringförmiger keramischer Wellenleiter

Abb. 4.: Aufbau eines Streufeld-Resonators. Ein Streufeld durchdringt das zu messende Material. Der keramische Wellenleiter und die metallische Grundplatte sind so hart, dass der Aufbau rauen Produktionsbedingungen standhält.

frequenz durchstimmbare ist. Mit Hilfe eines Detektors wird die Resonanzkurve bestimmt und aus ihr dann f_r und b bzw. deren Änderungen gegenüber dem unbelasteten Resonator ermittelt. Es stehen damit zwei unabhängige Messgrößen zur Verfügung, mit denen zwei Größen, z.B. Dichte und Feuchte, bestimmt werden können. Das ermöglicht eine Dichte-korrigierte Feuchtemessung oder eine Feuchte-korrigierte Dichtemessung.

In diesem Artikel wird die Feuchte ψ auf die Gesamtmasse des feuchten Stoffes bezogen:

$$\Psi = \frac{m_W}{m_W + m_T}$$

Es bedeuten m_W die Masse des Wassers und m_T die Masse des trockenen Stoffes. Bei komprimierbaren oder geschütteten Stoffgemischen (Fasern, Pellets) ergibt sich das Problem, dass bei höheren Dichten der Wasseranteil pro Volumeneinheit steigt. Mikrowellen-Resonatoren reagieren auf den absoluten Wassergehalt in einem sensitiven Raumbereich. Resonanzfrequenz-Verminderung und Bandbreiten-Vergrößerung hängen jedoch in gleicher Weise von der Material-Dichte, hingegen in unterschiedlicher Weise vom Wassergehalt ab. Der Einfluss der Dichte kann daher durch Bilden des Verhältnisses von Bandbreiten-Vergrößerung und Verminderung der Resonanzfrequenz eliminiert werden. Dabei wird die Messung auf eine Leermessung (Luft) bezogen. Aus Abbildung 2, in der die Bandbreiten-Vergrößerung über der Verminderung der Resonanzfrequenz aufgetragen ist, ist zu erkennen, dass sich für jeden Feuchtwert eine charakteristische Steigung ergibt. Somit ist die Feuchte dichteunabhängig bestimmbar. Es kann aber auch die Dichte feuchteunabhängig gemessen werden. Ist das Messvolumen stets definiert, sind auch Massebestimmungen z. B. für Dosiereinrichtungen realisierbar.

Mikrowellenresonatoren sind typisch bis zu Feuchtegehalten von ca. 23 % einsetzbar. Darüber verringert sich die Empfindlichkeit und Eindeutigkeit der Messung. Je nach Homogenität der zu messenden Stoffe sind Messgenauigkeiten von typisch 0,1 % für den Wassergehalt erreichbar.

Auch zur Gehaltsbestimmung von anderen polaren Stoffe, wie z.B. Alkohole, ist der Einsatz von Mikrowellenresonatoren denkbar, wenn flüssige, pastöse, granuläre oder faserförmige Stoffgemische vorliegen.

Bauformen von Mikrowellenresonatoren

Anordnungen mit Resonanzfrequenzen im Mikrowellenbereich – vorzugsweise in einem freigegebenen ISM-Band –, sind in einer Vielzahl von Formen als Feuchte- und Dichtesensoren denkbar. Dabei kann jeweils die gleiche Elektro-

nik und Kalibrationsmethode verwendet werden. Dadurch ist eine Anpassung des Resonators an Gegebenheiten einer Fertigungsstrasse bzw. eines Prozesses möglich. Zwei Beispiele sollen im folgenden vorgestellt werden:

Abbildung 3 zeigt einen Hohlraumresonator. Den eigentlichen Resonator stellt der große Metallzylinder dar. In dem Resonator werden elektrische (und magnetische) Felder so angeregt, dass sich im Zentrum eine vorgegebene Empfindlichkeit ergibt. Genau durch diesen Volumbereich wird das Messgut geführt. Das abgebildete Gerät wird z. B. zur Dichte- und Feuchtemessung für eine Abfüllanlage von gemahlenem Kaffee verwendet. Bei größeren Durchsätzen einer Produktionsstrasse könnte der Hohlraumresonator in einem Bypass installiert werden. In vielen Prozessen ist es allerdings nicht möglich, das Messgut durch ein Rohr und somit durch den Mikrowellenresonator zu führen.

Für solche Fälle empfehlen sich sog. Streufeldresonatoren (s. Abb. 4). Für Streufeldresonatoren sind schon viele Bauformen vorgeschlagen worden. Allen gemeinsam ist, dass das Messgut auf die Oberfläche des Resonators gelegt, bzw. daran vorbei geführt wird -etwa über eine Rutsche. Der abgebildete Streufeldresonator besteht aus einem keramischen dielektrischen Wellenleiter aus Aluminiumoxid, der eine ringförmige Gestalt hat und in eine Edelstahlplatte eingelötet ist [2]. In diesem Wellenleiter werden Resonanzen so angeregt, dass der Umfang der Ringleitung ganzen Vielfachen der Wellenlänge entspricht. Es gibt daher mehrere Resonanzfrequenzen, von denen meist nur eine ausgewertet wird.

Nach oben hin ist der keramische Wellenleiter offen. Ein Streufeld tritt aus dem Wellenleiter aus. Wird nun ein feuchtes Material auf der Edelstahlplatte in das Streufeld geführt, so kommt es zu der oben beschriebenen Verstimmung des Resonators. Die hier vorgestellte Bauform hat den Vorzug, dass sie ausgesprochen robust ist, da sowohl das Metall, als auch die Aluminiumoxid-Keramik rauen Bedingungen, wie sie in vielen Prozessen vorliegen, standhalten zu können. Besonders hervorzuheben sind die Temperatur- und Abriebfestigkeit der beiden Materialien.

Kompensation der Temperaturabhängigkeit

Bei Mikrowellenresonatoren zur Dichte- und Feuchtemessung besteht durch die Wärmeausdehnung eine Temperaturabhängigkeit der Resonanzfrequenz bzw. über Verluste in den metallischen Wänden und den Skineffekt eine solche der Bandbreite. Dadurch verschieben sich die Werte der Referenz mit der Temperatur. Daneben ist auch die Relaxationsfrequenz des Wassers temperaturabhängig. Für präzise Messungen ist

es daher unerlässlich, sowohl die Temperatur des Messgutes, als auch die des Resonators zu messen. Diese gemessenen Temperaturen werden dann in der Signalverarbeitung mit berücksichtigt.

Weiterhin muss eine Kalibration mit dem zu messenden Stoff vorgenommen werden, um Verstimmungen und Feuchte- bzw. Dichtewerte miteinander in Verbindung zu bringen. Dies ist darin begründet, dass es sich beim Mikrowellen-Resonanzverfahren um ein indirektes Messverfahren handelt.

Zusammenfassung

Dadurch, dass Mikrowellenresonatoren die Kernfeuchte eines Materials bestimmen, die Messergebnisse kaum durch die ionische Leitfähigkeit verfälscht werden, das Messgut – im Gegensatz zu den Referenzverfahren – keine Veränderungen durch die Messung erfährt und dabei hohe Genauigkeiten trotz geringster Messzeiten erreichbar sind, stellen diese eine vorzügliche Lösung zur Feuchtemessung und Dichtebestimmung bzw. Messung der Masse in Prozessen dar. Die Resonatoren sind an die Gegebenheiten des Prozesses anpassbar und zeichnen sich dabei durch robuste Bauweise aus.

Literatur

- [1] Knöchel, R.; Daschner, F.; Taute, W.: Resonant Microwave Sensors for Instantaneous Determination of Moisture in Foodstuffs, Food Control, Vol. 12, Elsevier Science, pp. 447–458, Oxford (2001)
- [2] Knöchel, R.; Taute, W.; Döscher, C.: Trough Guide Ring Resonator for Precision Microwave Moisture and Density Measurements, 6th International Conference on Electromagnetic Wave Interaction with Water and Moist Substances, Int. Society f. Electromagnetic Aquametry, 251ff. Weimar, 2005

► KONTAKT

Dr.-Ing. Frank Daschner
Prof. Dr.-Ing. Reinhard Knöchel
Dipl.-Ing. (FH) Wolfgang Taute
 Christian-Albrechts-Universität Kiel
 Tel.: 0431/880-6169
 Fax: 0431/880-6152
 fd@tf.uni-kiel.de
 www.hf.tf.uni-kiel.de

Dr.-Ing. Claas Döscher
 Doescher & Doescher Ingenieurbuero GmbH
 Hamburg
 Tel.: 040/89070-800
 Fax: 040/89070-804
 c.doescher@doescher.com
 www.doescher.com