

NIR-Verfahren zur Inline-Kontrolle von Recyclingkunststoffen

Rezyklate direkt beim Spritzgießen und der Extrusion prüfen

Verunreinigungen in Rezyklaten können zu Schäden an Spritzgießmaschinen und Extrudern führen. Auch bei den hergestellten Produkten treten dadurch Fehler auf. Vermeiden lässt sich das durch eine Qualitätskontrolle der Rezyklate direkt im Verarbeitungsprozess. Dafür bietet sich ein aus der Farbmessung auf den NIR-Bereich übertragenes Verfahren an.



Der NIR-Inline-Sensor Spectro-T-3-60-NIR/NIR-D20 wird an Schaugläsern von Dosieranlagen und Silos montiert. © Sensor Instruments

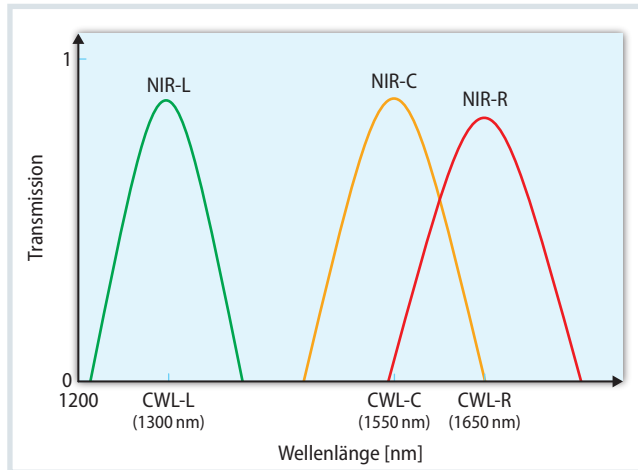
Die kunststoffverarbeitende Industrie setzt weltweit zunehmend auf Rezyklate. In Europa wird dieser Trend unter anderem durch die verschärften Vorgaben zum Rezyklateinsatz befeuert. Außerdem sind die kunststoffverarbeitenden Betriebe verstärkt bemüht, von der Öffentlichkeit als nachhaltig wirtschaftende Unternehmen wahrgenommen zu werden. Die Konsumenten fragen zwar verstärkt nach nachhaltigeren Produkten, eine Qualitätsminderung wird jedoch nicht toleriert. Dabei muss den Nutzern von Rezyklaten allerdings bewusst sein, dass Recyclingkunststoffe nicht eins zu eins mit Neuware vergleichbar sind. Es bestehen gewisse Parallelen zum Papierrecycling. Auch bei diesem kann nicht gänzlich auf Neuware verzichtet werden, um einen gewissen Qualitätsstandard aufrechtzuerhalten.

Ohne eine entsprechende Qualitätskontrolle lässt sich das nicht umsetzen. Zwar sind neuerdings häufig unmittelbar vor den Spritzgießmaschinen und den Schneckenextrudern Sensorsysteme zur Detektion der Farbe sowie zur Überwachung des Feuchtegehalts des Rezyklats vorzufinden, allerdings geben diese Sensoren keinerlei Auskunft über die Zusammensetzung des Kunststoffes im Rezyklat. Das ist ein Problem, da es sich bei Recyclingkunststoffen nicht immer um Reinware handelt. Häufig werden die Rezyklate vor dem Verkauf lediglich einem Farbttest unterzogen.

Das könnte zukünftig verstärkt zu Problemen bei Schneckenextrudern sowie Spritzgießmaschinen führen. Potenziell steigt dadurch etwa der Verschleiß

Bild 1. Das Dreibe-
reichsverfahren im
NIR-Bereich läuft
analog zu dem aus
dem sichtbaren
Bereich bekannten
Verfahren ab.

Quelle: Sensor Instruments;
Grafik: © Hanser



Dieser schaut senkrecht auf die zu messende Granulatoberfläche. Im Vergleich zu einem NIR-Spektrometer hat das den Vorteil, dass bedingt durch die relativ große Detektorfläche des Empfängers mit einer Einzugsfläche von etwa 4 x 1 mm gegenüber der Eingangsapertur eines Spektrometers mit <0,1 mm Durchmesser mehr Licht zur Auswertung zur Verfügung steht. Die Messung ist deshalb weniger rauschbehaftet und vor allem auch schneller. Zudem kostet diese Art der Sensorik nur einen Bruchteil einer spektralen Lösung.

Unterdrückung des gerichteten Lichts

Die hohe Empfindlichkeit des Empfängers erlaubt es außerdem, senderseitig mit einem Diffusor in Form einer Milchstreuscheibe zu arbeiten, die das Licht nahezu in den gesamten Halbraum streut. Somit kommt nur ein Bruchteil des NIR-Lichts tatsächlich am Empfänger an. Dadurch wird gerichtetes Licht (Direktreflexion in Richtung Empfänger) nahezu vollständig unterdrückt, was wiederum dem Messergebnis zugutekommt. Die Sensorik ist außerdem kompakt und robust. »

der Spritzgießwerkzeuge. Und auch bei den Produkten können solche Verunreinigungen Probleme hervorrufen. Abhilfe schaffen lässt sich durch in der Produktion installierte Inline-Nahinfrarot-Sensoren (NIR). Das Unternehmen Sensor Instruments hat eine entsprechende Technik entwickelt. Die genutzte Sensorik arbeitet dabei nach dem Dreibeereichsverfahren im NIR-Bereich, genauer zwischen 1300 und 1700 nm. In diesem Wellenlängenbereich lassen sich die allermeisten Kunststoffe sicher voneinander unterscheiden.

Für die Umsetzung wurde das aus dem Farbbereich bekannte Dreibeereichsverfahren auf die NIR-Sensorik übertragen. Anstatt einer spektralen Auswertung wird dafür der NIR-Wellenlängenbereich in drei Abschnitte unterteilt (**Bild 1**). Zum Einsatz kommen dafür drei NIR-LED-Gruppen mit Zentralwellenlängen von 1350, 1550 und 1650 nm (NIR-L, NIR-C und NIR-R), die der Reihe nach eingeschaltet werden. Dadurch lässt sich ein gemeinsamer Empfänger, eine NIR-empfindliche Fotodiode, verwenden.

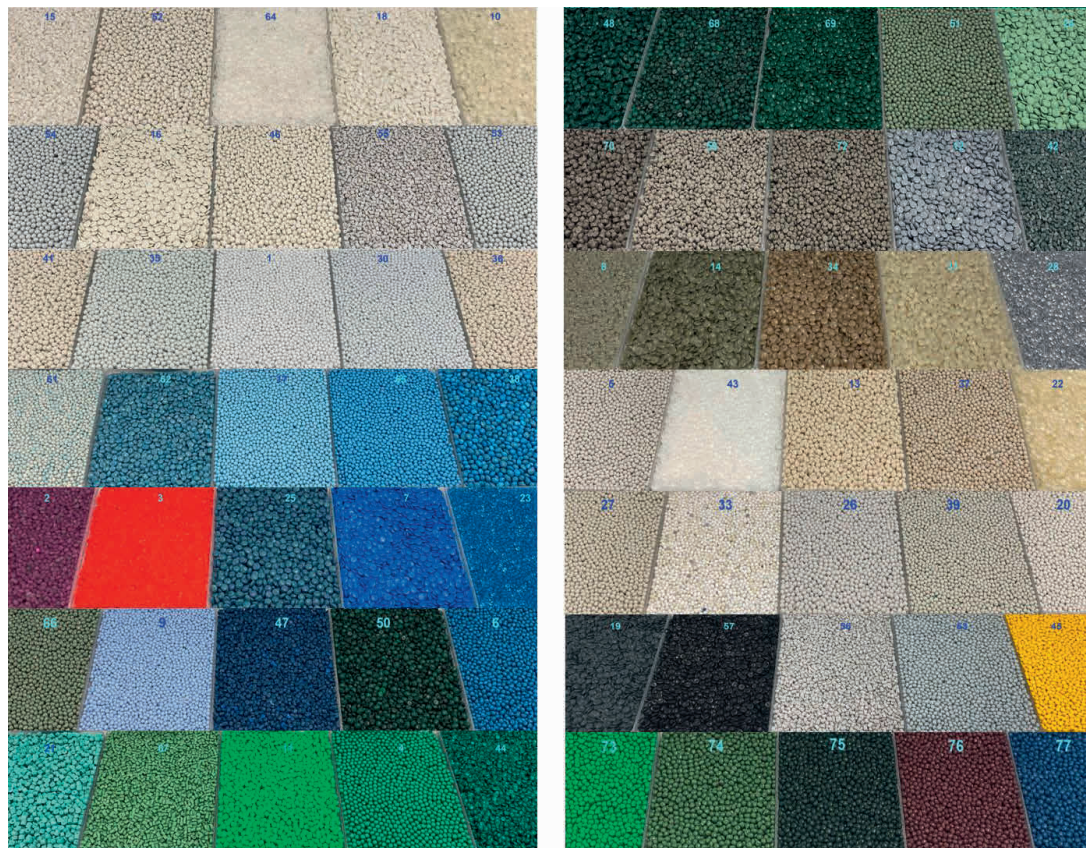
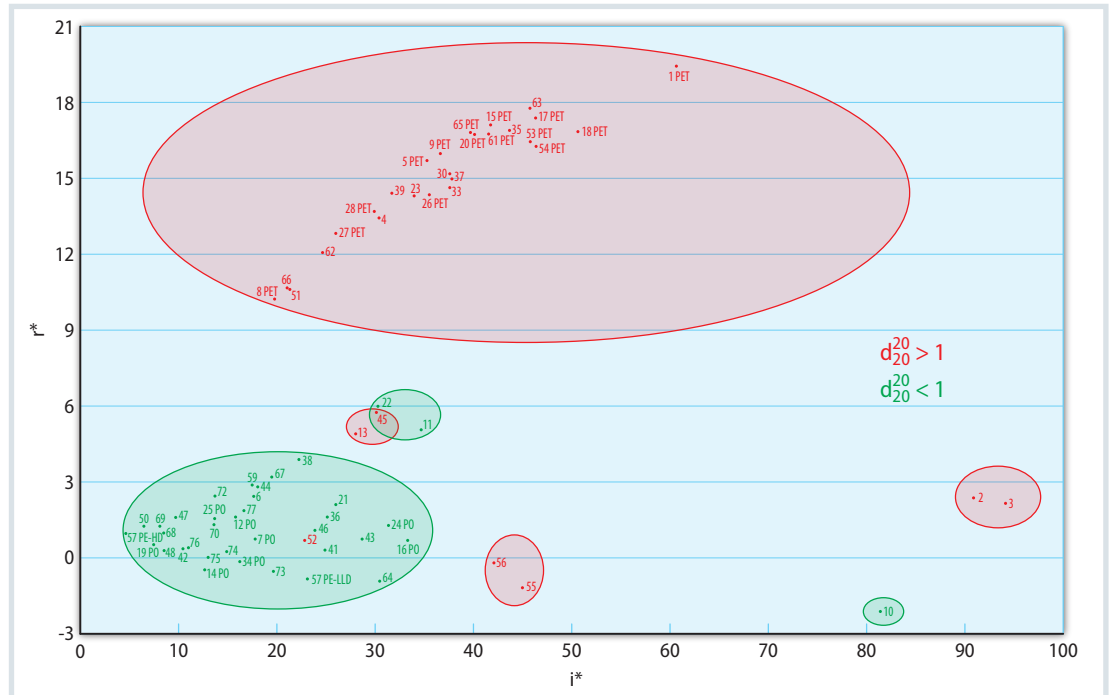


Bild 2. Für die Untersuchungen wurden sehr unterschiedliche Rezyklatproben untersucht (Ergebnisse in der Tabelle).

© Sensor Instruments

Bild 3. i^*r^* -Diagramm der untersuchten Rezyklatproben: Gut zu sehen ist, dass sich deutlich Cluster bilden. Quelle: Sensor Instruments; Grafik: © Hanser



Analog zur Dreibereichsfarbauswertung im sichtbaren Wellenlängenbereich erfolgt auch in diesem Fall eine Berechnung der Werte aus den Rohdaten NIR-L, NIR-C und NIR-R: $N^*i^*r^*$ analog zu $L^*a^*b^*$. N^* informiert dabei über den Grauwert des zu untersuchenden Granulats. i^* gibt Auskunft über das Reflexionsverhalten zwischen dem mittleren (NIR-C) und dem kurzen (NIR-L) NIR-Wellenlängenbereich. r^* benennt hingegen das Reflexionsverhalten zwischen dem mittleren und dem langen (NIR-R) NIR-Wellenlängenbereich.

$L^*a^*b^*$ -Algorithmen bei NIR

Die $L^*a^*b^*$ -Algorithmen einzusetzen war anfangs nur eine Idee, hat sich im Nachhinein allerdings als sehr vorteilhaft und effizient erwiesen. Die Bezeichnung $N^*i^*r^*$ wurde willkürlich gewählt, da es in diesem Wellenlängenbereich noch keine definierten Parameter für ein Dreibereichsverfahren gab. Die durchgeführten Untersuchungen zeigten, dass sich ähnlich wie im sichtbaren Bereich, auch im NIR-Bereich das Reflexionsverhalten eines Objekts mit diesen drei Parametern beschreiben lässt.

Im Vorfeld wurden dafür zunächst Neuwaregranulate untersucht. Von diesen lagen genaue Angaben zur Herkunft und Zusammensetzung der einzelnen Granulate vor. Gemessen wurde

nach der Diffus-0°-Methode. Sie ähnelt der Diffus-8°-Methode, die in der Farbmessung zum Einsatz kommt. Dabei ist die NIR-Sensorik vom Granulat lediglich durch ein Schauglas getrennt. Das Schauglas kann problemlos beispielsweise in Silos, aber auch in Dosieranlagen inte-

griert werden (**Titelbild**). Durch den diffusen Lichteinfall wird störende Direktreflexion weitestgehend unterdrückt, sodass in erster Linie diffuse Reflexion auf den Empfänger auftritt. Dennoch kann die Messgenauigkeit gesteigert werden, wenn während der Bewegung des Gra-



Bild 4. Die beiden Labormessgeräte Spectro-T-3-DIF/0°-Lab-CMU und Spectro-T-3-DIF/0°-Mobile-P beruhen auf der gleichen Technik und eignen sich auch zur Kalibrierung der Inline-Sensoren.

© Sensor Instruments

nulatstroms gemessen wird. Für die durchgeführten Tests standen 20 verschiedene Neuwareproben sowie 70 Rezyklatproben zur Verfügung (**Bild 2**). Vor den eigentlichen Tests wurden die einzelnen Proben einem Sinktest unterzogen und eine Unterteilung nach spezifischer Dichte kleiner, gleich oder größer 1 vorgenommen.

Versuche mit Rezyklaten bestätigen die Einsatzfähigkeit

Bei den Untersuchungen mit Neuware kristallisierten sich im i^*r^* -Diagramm einzelne Domänen heraus. Wobei auch innerhalb der einzelnen Bereiche eine sichere Unterscheidung reproduzierbar gegeben war. Im Folgenden wurde der Test anhand der zur Verfügung stehenden Rezyklatproben durchgeführt.

Die Rezyklate zeigten dabei ein recht ähnliches Verhalten. Auch hier gab es eine Anhäufung der Rezyklate mit einer spezifischen Dichte < 1 auf der einen Seite und zwei signifikanten Bereichen einer spezifischen Dichte von > 1 auf der anderen (**Bild 3**). Bei einem dieser Bereiche war ein sehr hoher positiver i^* -Wert zu beobachten, während der andere Bereich einen relativ hohen positiven r^* -Wert aufwies. Leider war nicht bei allen getesteten Rezyklaten deren genaue Zusammensetzung bekannt, sodass diese Rezyklatproben lediglich mit einer Zahl sowie der Farbe gekennzeichnet wurden. Bei den rußgeschwärzten Rezyklaten konnten keine auswertbaren Messergebnisse gewonnen werden, da der Ruß das NIR-Licht weitgehend absorbiert. Graue Rezyklate, aber auch dunkel-farbige Rezyklate lieferten hingegen brauchbare Signalstärken (**Tabelle**).

Die Erfahrungen mit der Farbmessung an Rezyklaten zeigen, dass es für den Anwender hilfreich ist, neben der Inline-Sensorik auch Messsysteme für das Labor zur Verfügung zu haben. Zur besseren Vergleichbarkeit der Messergebnisse wurde dabei die gleiche Sensorik in die verfügbaren Laborsysteme integriert. Während das Labormesssystem Spectro-T-3-DIF/0°-Lab-CMU auch zum Kalibrieren der Inline-Sensorik verwendet werden kann, bietet sich das Laborsystem Spectro-T-3-DIF/0°-Mobile-P zur Messung größerer Mengen ab 1 l Rezyklat im Labor an (**Bild 4**). Gemessen wird dabei auch während der Bewegung der

Bezeichnung (Farbe)	relative Dichte zu Wasser	Polymer	N*	i*	r*
1 (weiß)	> 1	PET	83,04	60,67	19,04
5 (beige)	> 1	PET	75,19	35,34	15,37
7 (blau)	< 1	PO	59,54	17,91	0,71
8 (oliv, transparent)	> 1	PET	52,7	19,87	10,01
9 (hellblau)	> 1	PET	73,57	36,68	15,64
10 (beige-weiß, semitransparent)	< 1	PO	52,86	81,39	-2,09
11 (hellgrün)	< 1	PO	70,15	34,79	4,94
12 (grau)	< 1	PO	42,18	15,93	1,57
14 (oliv)	< 1	PO	51,69	12,79	-0,48
15 (weiß)	> 1	PET	75,05	41,81	16,76
16 (hellbeige)	< 1	PO	76,63	33,39	0,66
17 (hellblau)	> 1	PET	78,82	46,39	17,03
18 (weiß)	> 1	PET	72,06	50,66	16,5
19 (dunkelgrau)	< 1	PO	34,64	7,63	0,51
20 (hellgrau)	> 1	PET	77,56	40,16	16,39
21 (türkis)	< 1	PO	61,02	26,12	2,05
22 (beige, transparent)	< 1	PO	63,61	30,4	5,85
24 (türkis)	< 1	PO	76,34	31,46	1,25
25 (graublau)	< 1	PO	39,51	13,76	1,51
26 (grau)	> 1	PET	68,05	35,61	14,06
27 (grün-grau)	> 1	PET	65,69	26,09	12,56
28 (grau, transparent)	> 1	PET	63,24	30	13,4
31 (beige)	< 1	PE-LLD	58,02	23,22	-0,83
34 (braun)	< 1	PO	52,78	16,36	-0,15
53 (grau)	> 1	PET	75,64	45,84	16,11
54 (grau)	> 1	PET	75,54	46,45	15,93
57 (schwarz)	< 1	PE-HD	32,95	4,91	0,93
61 (hellblau, gemischt)	> 1	PET	75	41,6	16,41
65 (hellblau)	> 1	PET	77,56	39,79	16,46

Tabelle. Auszug aus den untersuchten Rezyklatproben mit $N^*i^*r^*$ -Messergebnissen Quelle: Sensor Instruments

Granulatkörner, wodurch die zufällige Lage der Pellets bestmöglich kompensiert werden kann. Die Auswertung der Messergebnisse erfolgt über einen PC. Mithilfe der im Lieferumfang enthaltenen Software Docal Scope V1.4 können die einzelnen NIR-Sensoren kalibriert werden. Außerdem erfolgt eine Trendanzeige $dN^*di^*dr^*$ in Bezug zu einer definierten Probe.

Ausblick

Die mit der Technik gewonnenen Erkenntnisse sollen zukünftig direkt in der Produktion zu Korrekturen an den Rezeptur genutzt werden. Gemeinsam mit einem Maschinenbauer arbeitet man bei Sensor Instruments gerade an einer

Dosiereinheit, die es erlaubt, sowohl Rezyklat als auch Neuware zu dosieren. Je nach Beschaffenheit des Rezyklats wird dann mehr oder weniger Neuware hinzudosiert, damit die Qualität des Endprodukts den gestellten Anforderungen entspricht. ■

Info

Text

Walter Braumandl ist Geschäftsführer von Sensor Instruments.

Service

Weitere Informationen unter www.sensorinstruments.de