

Mikrowellenresonanztechnik zur Feuchtemessung an Materialproben

U. Schlemm¹, P. Rath¹, D. Strobel¹

¹ TEWS Elektronik GmbH & Co. KG, Hamburg

Kurzfassung. Die dielektrischen Eigenschaften des Wassermoleküls bieten die Möglichkeit, mit einem schwachen Mikrowellenfeld den Wassergehalt von Feststoffen schnell, genau und zerstörungsfrei zu bestimmen. Wird ein Mikrowellenresonator als Sensor verwendet, so lassen sich aus der durch Produktproben hervorgerufenen Verschiebung und Dämpfung der Resonanz Feuchtwerte berechnen, die unabhängig von Dichte bzw. Masseschwankungen der Proben sind. Aufgrund des verwendeten Frequenzbereichs ist die Messung wasserselektiv und wird vom Salzgehalt der Probe nicht beeinflusst. Dem Verfahren sind Grenzen gesetzt bei sehr hoher Feuchte und bei veränderlicher Zusammensetzung der Proben. Mikrowellenresonanz-Sensoren werden in der Industrie für häufig durchzuführende Messungen an Schüttgütern, platten- und strangförmigen Materialien eingesetzt.

Mikrowellenresonanzmessung

Ein einfacher Hohlraum-Mikrowellenresonator besteht aus einem Hohlzylinder aus Metall, in dessen Wandung zwei Antennen eingebaut sind. Eine Antenne ist mit einem Mikrowellengenerator verbunden und erzeugt ein Wechselfeld, das laufend in einem bestimmten Frequenzbereich durchgestimmt wird. Im Inneren des Resonators bildet sich abhängig vom Durchmesser des Zylinders eine stehende Welle aus. Ein Mikrowellendetektor misst über die zweite Antenne die frequenzabhängige Transmission des Feldes.

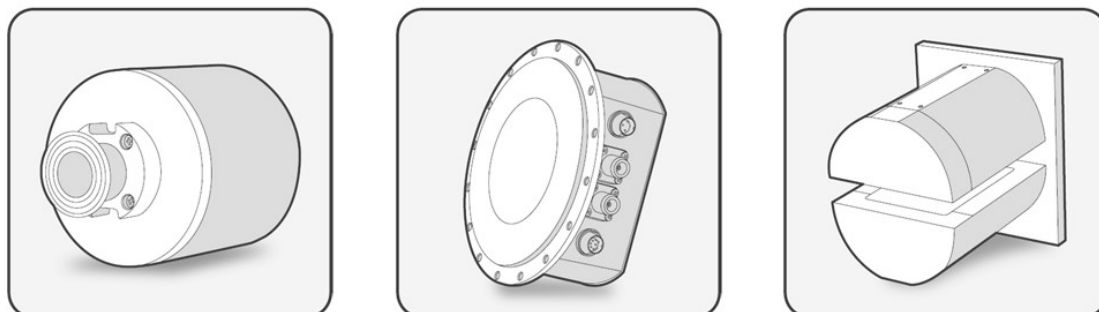


Bild 1: Bauformen von Mikrowellenresonatoren als Feuchtesensoren. Links: zylindrischer Hohlraumsensor für Schüttgut-Proben, Mitte: Planarsensor zum Einbau in Prozessanlagen, rechts: Spaltsensor für platten- und bandförmige Proben, Vliesstoffe etc.

Resonatoren können in verschiedenen Bauformen hergestellt werden (Bild 1), die eine einfache Handhabung zur Messung an Proben von Schüttgütern, Platten oder faserigen Stoffen zulassen. Die Proben werden in den Sensor eingeführt oder automatisch über die Sensoroberfläche gefördert.

Der Resonator weist – abhängig von seinen spezifischen Abmessungen – bei einer oder mehreren Frequenzen ein Maximum der Mikrowellentransmission auf. Diese Resonanz wird durch zwei Parameter charakterisiert, die Resonanzfrequenz und die Halbwertsbreite der Resonanzkurve (Bild 2).

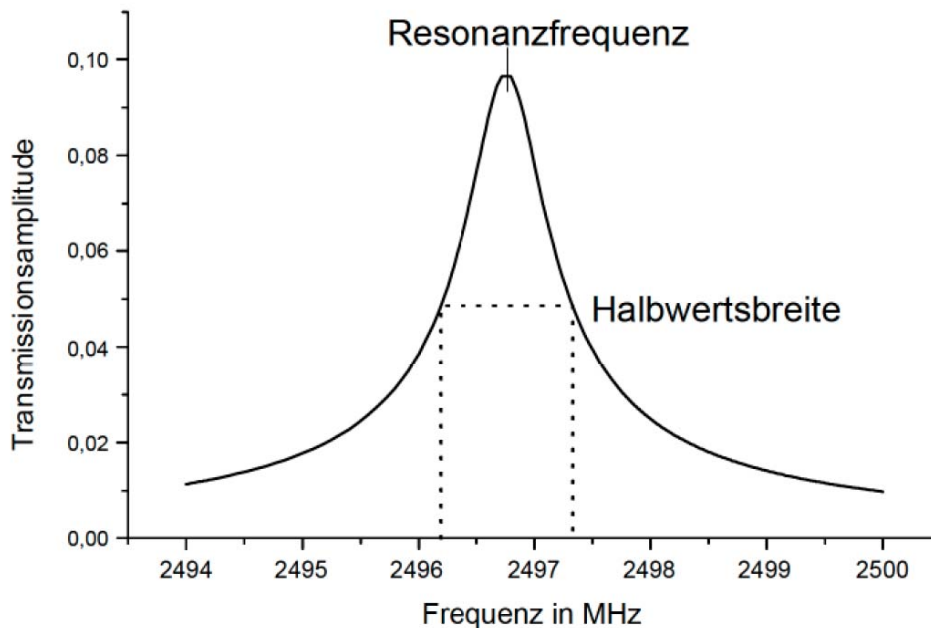


Bild 2: Mikrowellenresonanzkurve und beschreibende Parameter

Wird der Resonator mit einer Materialprobe gefüllt, verändern sich die beiden Kenngrößen der Resonanzkurve, wie Bild 3 veranschaulicht. Bedingt durch eine Wellenlängenverkürzung in der Probe sinkt die Resonanzfrequenz. Gleichzeitig wird die Resonanzkurve durch dielektrische Verluste, die in der Probe auftreten, verbreitert. Dielektrische Verluste entstehen dadurch, dass die im Material enthaltenen WasserDipole sich laufend nach dem elektromagnetischen Wechselfeld ausrichten und über die Reibung an den umgebenden Molekülen Feldenergie in Wärme umsetzen.

Bei den Messungen wird die Änderung der beiden Resonanzparameter erfasst. Somit ergeben sich als Messwerte die Verschiebung der Resonanzfrequenz und die Vergrößerung der Halbwertsbreite der Resonanzkurve. Da zwei voneinander unabhängige Parameter gemessen werden, können zwei Materialeigenschaften bestimmt werden. Dies sind zumeist die Materialfeuchte und die Dichte bzw. die Masse.

Die gemessenen Parameter beschreiben die Veränderungen der Resonanzkurve, deshalb müssen die Resonanzfrequenz und die Breite der Resonanzkurve des leeren Resonators ebenfalls bestimmt werden. Eine solche tarierende Leerresonanzmessung muss aber nicht vor jeder Messung erfolgen, wenn die Leerresonanzwerte im Messgerät gespeichert werden.

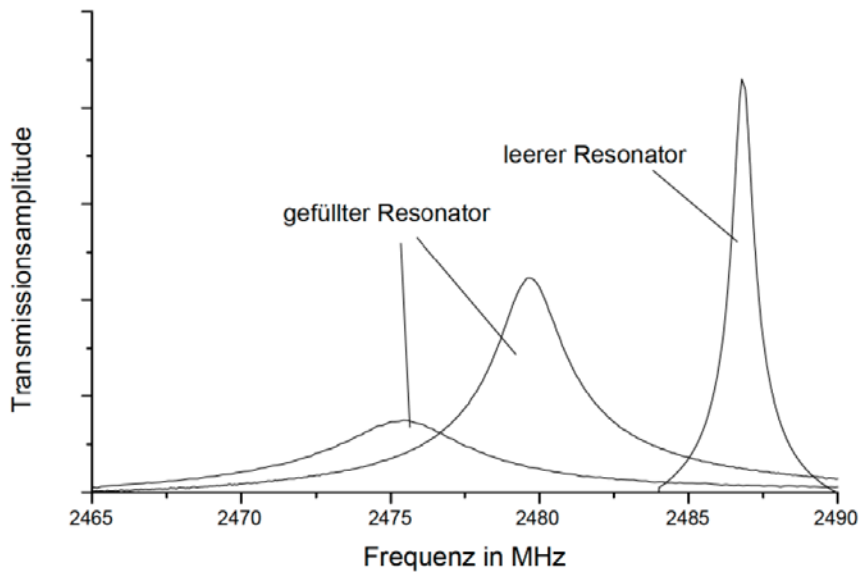


Bild 3: Resonanzkurven eines leeren und eines gefüllten Resonators. Lage und Form der Resonanzkurve werden beeinflusst, wenn eine Materialprobe in das Mikrowellenfeld eingeführt wird.

Auswertalgorithmus für die Feuchtemessung

Im Folgenden wird die Auswertung der Mikrowellenmessungen beschrieben:

Der erste gemessene Parameter ist die Resonanzfrequenzverschiebung A in Hz:

$$A = f_0 - f_m \quad (1)$$

mit f_0 : Resonanzfrequenz des leeren Resonators in Hz
 f_m : Resonanzfrequenz des befüllten Resonators in Hz

Der zweite gemessene Parameter ist die Vergrößerung der Halbwertsbreite in Hz:

$$B = w_m - w_0 \quad (2)$$

mit w_0 : Halbwertsbreite des leeren Resonators in Hz
 w_m : Halbwertsbreite des befüllten Resonators in Hz

Berechnung des dichteunabhängigen Mikrowellen-Feuchtwertes Φ :

$$\Phi = \arctan (B/A) \quad (3)$$

Die beiden Parameter A und B sind in gleicher Weise abhängig von der Masse bzw. der Dichte des Messgutes. Aus diesem Grund ist der Quotient B/A unabhängig von Masse bzw. Dichte und hängt nur noch von der Feuchte des Messgutes ab. Der Arcustangens dieses Quotienten wird gebildet, damit der dichteunabhängige, dimensionslose Mikrowellen-Feuchtwert Φ einen Wert zwischen 0 und 1 einnimmt und somit eine sehr anschauliche Feuchtemessgröße darstellt.

Messverfahren und Auswertung werden ausführlich beschrieben z.B. von HAUSCHILD, 2005 [1].

Kalibrierung

Um mit dem indirekten Messverfahren die Anzeige eines Feuchtwerts in Prozent zu erhalten, muss eine Kalibrierung der Mikrowellenwerte gegen Referenzwerte erfolgen. Mit dem Ausdruck Feuchtwert bzw. Wassergehalt wird der Anteil des Wassers an der Gesamtmasse des Messgutes bezeichnet. Als Referenzverfahren bieten sich gravimetrische

Messverfahren an, bei denen der Wassergehalt über den Gewichtsverlust beim Trocknen einer Probe bestimmt wird (LOD, loss on drying), oder direkte chemische Verfahren wie die Karl-Fischer-Titration.

In den meisten Fällen kann die Beziehung zwischen Materialfeuchte und dem Mikrowellenwert Φ als linear angenommen werden (Gleichung 4). Bei manchen Messgütern ist es allerdings vorteilhaft, eine nichtlineare, polynomische Beziehung zu verwenden (Gleichung 5).

$$u = a_1 \cdot \Phi + a_2 \quad (4)$$

$$u = a_1 \cdot \Phi^2 + a_2 \cdot \Phi + a_3 \quad (5)$$

mit u: Materialfeuchte in %
 a_i : Kalibrationskoeffizienten
 Φ : dimensionsloser Mikrowellen-Feuchtwert

Eine Feuchtekalibrierung kann außerdem über die Verschiebung der Resonanzfrequenz A nach Gleichung (1) oder die Vergrößerung der Halbwertsbreite B nach Gleichung (2) erfolgen. Eine solche Feuchtemessung, die jeweils nur einen Resonanzparameter auswertet, ist allerdings nicht unabhängig von der Dichte des jeweiligen Messgutes oder der Probenmasse. Gleichung (6) zeigt eine Kalibrationsbeziehung zur Feuchtemessung nur über die Verschiebung der Resonanzfrequenz A:

$$u = b_1 \cdot A + b_2 \quad (6)$$

mit u: Materialfeuchte in %
 b_i : Kalibrationskoeffizienten
A: Verschiebung der Resonanzfrequenz in MHz

Eigenschaften und Grenzen des Messverfahrens

Da auch bestimmte komplexere Moleküle einen Dipolcharakter aufweisen, z.B. Alkohole und einige Lösungsmittel, ist das Messverfahren prinzipiell auch geeignet, diese Stoffe zu erfassen. In der Praxis werden für die Resonanzmessungen Frequenzen im Bereich zwischen 2 und 3 GHz gewählt, weil das Messverfahren hier besonders wasserselektiv ist.

Das zur Messung verwendete Wechselfeld wird durch das Probenmaterial und das darin enthaltene Wasser gedämpft. Die für die Messung relevante Eindringtiefe beträgt je nach Material und Wassergehalt einige Millimeter bis Zentimeter. Deutlich niedrigere Frequenzen würden es ermöglichen, tiefer in Materialproben hinein zu messen. Dabei würden allerdings Effekte der Ionenwanderung zum Tragen kommen und das Messverfahren würde vom Salz- bzw. Mineralgehalt des Messgutes beeinflusst werden.

Die Zeit, die für eine Einzelmessung mit einem Mikrowellenresonanzinstrument nötig ist, liegt im Bereich von Millisekunden. Die Messgeschwindigkeit bzw. die Häufigkeit der Messungen wird also durch die Handhabung der Proben bestimmt.

Das Mikrowellenresonanzverfahren findet Grenzen bei

- Stoffen, die selbst leitfähig sind (z.B. Aktivkohle, Metallspäne)
- sehr hohen Feuchten, die das Mikrowellenfeld zu stark dämpfen
- sehr niedrigen Feuchten (ppm), die zu extrem niedrigen Messwerten führen, die in der Größenordnung der statistischen Messwertschwankung liegen
- Feuchtebereichen, in denen die Kalibrierungsfunktion aufgrund der dielektrischen Eigenschaften des Messgutes nichtlinear ist und zu stark streuenden oder uneindeutigen Ergebnissen führt
- Stoffen, die in ihrer chemischen Zusammensetzung stark schwanken und die sich damit einer langfristig verwendbaren Kalibrierung entziehen

- Materialien, die aufgrund ihrer Partikelgröße oder sonstiger Inhomogenität zu großen statistischen Schwankungen bei Wiederholungsmessungen führen.

Die Mikrowellenresonanztechnik wird vor allem in der Industrie für häufig wiederkehrende oder kontinuierliche Messung an Produkten eingesetzt, bei denen der Feuchtwert eine wichtige Rolle für die Qualitätssicherung spielt oder als Steuerungsparameter für Prozessanlagen benötigt wird.

Beispiel: Kontinuierliche Feuchtmessung an Getreide

Mit einer Installation am Austrag eines Getreidetrockners sollte die Eignung eines Mikrowellenresonanzsensors (Planarsensor, Bild 1) zur Online-Feuchtemessung getestet werden. Als Versuchsgut diente Weizen, der in einem kontinuierlichen Prozess den Trockner durchläuft und danach über die Oberfläche des Sensors geführt wird.

Die Kalibrierung des Mikrowellenresonanz-Messgeräts erfolgte anhand von Proben im Feuchtebereich von 7% bis 29%. Jede dieser Proben wurde zunächst mit dem Mikrowellenresonanzverfahren gemessen, anschließend wurde die Feuchte mit einem Trocknungsofen bestimmt.

Aufgrund der dielektrischen Eigenschaften von feuchtem Weizen verläuft die Kalibrierungskurve auf Basis des dichteunabhängigen Mikrowellen-Feuchtwertes Φ (Gleichungen (3), (4)) nur bis zu einem Feuchtwert von ca. 17% annähernd linear. Für höhere Feuchte ist eine Kalibrierung allein anhand der Resonanzverschiebung (Gleichung (6)) möglich, allerdings auf Kosten der Dichteunabhängigkeit.

Um die Mikrowellenresonanzmessung über einen weiten Bereich nutzen zu können und um in dem für die Anwendung wichtigen Bereich mit niedriger Feuchte eine möglichst hohe Genauigkeit zu erreichen, wurde die Kalibrierungsfunktion (Bild 4) für den Test also aus zwei Teilen zusammengesetzt. Das Messgerät wählt automatisch die geeignete Umrechnung aus. Die Standardabweichung sd zwischen Feuchte-Referenzwerten und den Mikrowellenmesswerten beträgt im Bereich 7% bis 17% $sd=0,39\%$, im Bereich 17% - 29% $sd=0,63\%$.

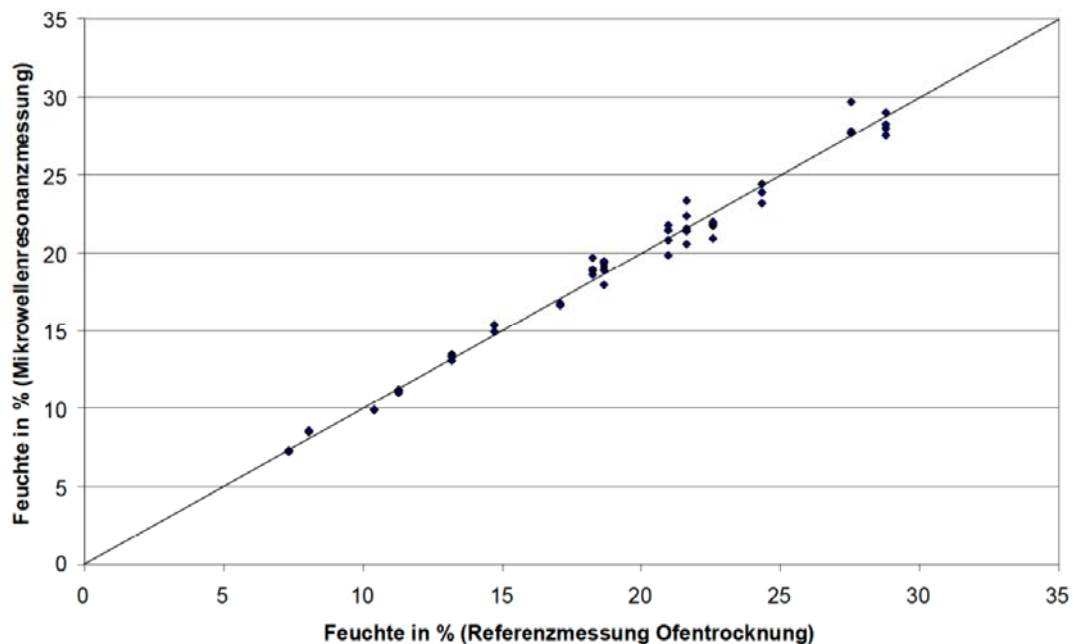


Bild 4: Kalibrierung der Mikrowellenresonanzmessung für Weizen. Die Messung erfolgt bis 17% anhand des dichteunabhängigen Werts Φ , darüber anhand der Resonanzverschiebung A .

Mit dem kalibrierten Messgerät wurde der Betrieb des Getreidetrockners über mehrere Stunden begleitet. Parallel zur kontinuierlichen Messung mit dem Mikrowellengerät wurde die Feuchte anhand von Stichproben durch Ofentrocknung überprüft.

Bild 5 zeigt, dass die Messwerte des Mikrowellengeräts gut mit den LOD-Messwerten übereinstimmen und dass die Messwerte langsamen und schnellen Änderungen der Feuchte folgen. Bei dieser Testmessung beträgt die Standardabweichung s_d zwischen den Mikrowellenmesswerten und den Werten der Vergleichsmessung $s_d=0,55\%$. Zu beachten ist, dass die Feuchte im Weizen am Ausgang des Trockners nicht gleichmäßig verteilt ist und Abweichungen zwischen Mikrowellenmessung und LOD-Messung auch durch die Probennahme bedingt sein können.

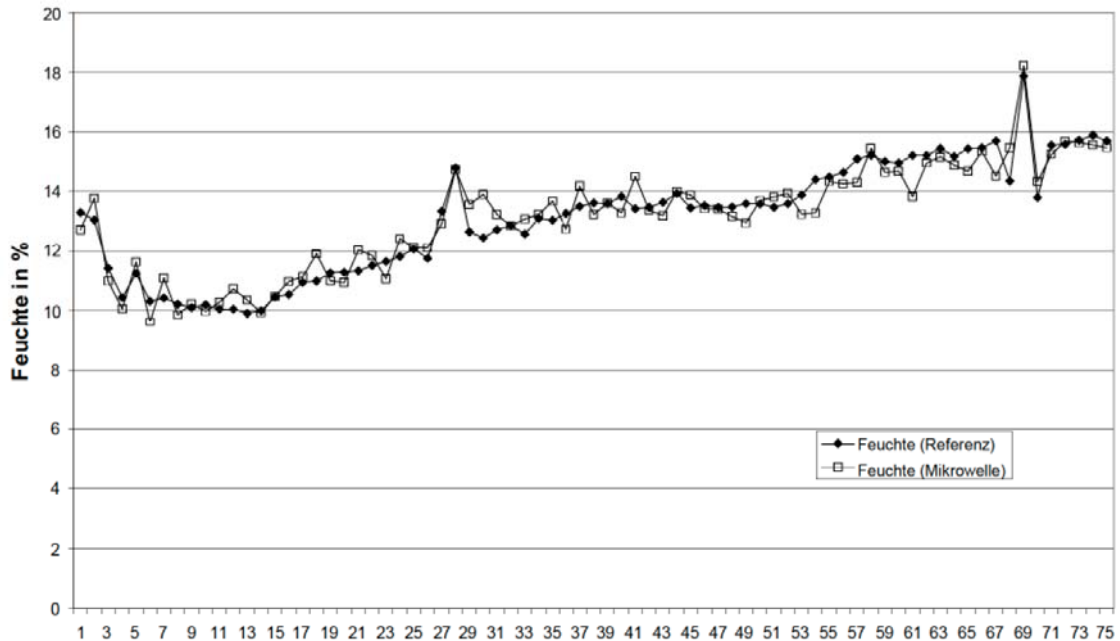


Bild 5: Feuchtemessung am Trockneraustrag. Vergleich zwischen Messwerten des kalibrierten Mikrowellenresonanz-Messgeräts und LOD-Messwerten.

In der praktischen Anwendung können die Feuchtemesswerte zur Steuerung bzw. Regelung des Trockners verwendet werden (Temperatur, Durchlaufzeit etc.).

Eine ausführliche Beschreibung der Testmessung geben U. SCHLEMM, H. RICHTER, L. KOCSIS, J. MELLMANN (2008) [2].

Literatur

- [1] T. HAUSCHILD (2005), Density and Moisture Measurements Using Microwave Resonators. In: K. Kupfer (Ed.): Electromagnetic Aquametry, Electromagnetic Wave Interaction with Water and Moist Substances. Springer Verlag, Heidelberg 2005.
- [2] U. SCHLEMM, H. RICHTER, L. KOCSIS, J. MELLMANN (2008), Feuchtemessung in Weizen mit der Mikrowellen-Resonanzmethode. In: Mühle + Mischfutter, 145. Jahrgang, Heft 23. Verlag Moritz Schäfer, Detmold 2008.