
Zuwendungsempfänger:
HYDAC ELECTRONIC GMBH
Hauptstraße 27
66128 Saarbrücken

Förderkennzeichen:
16ME0104

Vorhabensbezeichnung:

Verbundprojekt: Lube.Life – Sensorbasiertes Elektroniksystem zur nachhaltigen Nutzung von Schmierstoffen in Industrieanlagen

Teilvorhaben: Grundlegende Untersuchungen zum Einsatz von Multisensoren zur Analyse von Schmierstoffen

Laufzeit des Vorhabens:

01.04.2020 – 31.03.2023

Berichtszeitraum:

01.04.2020 – 31.03.2023

Berichterstatter:

Dr. Torsten Bley, Dr. Matthias Böcker

Gefördert durch:



Bundesministerium
für Wirtschaft
und Energie

aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages

Inhaltsverzeichnis

1.	Abbildungsverzeichnis.....	4
2.	Kurzdarstellung des Teilvorhabens.....	6
2.1.	Aufgabenstellung	6
2.2.	Wissenschaftlicher und technischer Stand der Technik	6
2.3.	Inhalt des Vorhabens.....	7
2.4.	Ergebnisse.....	7
3.	Schlussbericht Verwendung der Zuwendung und erzielte Ergebnisse	10
3.1.	Arbeitsschwerpunkt 1 – Geschäftsmodelle	10
3.2.	Arbeitsschwerpunkt 2 – Sensorentwicklung	10
3.2.1.	Anforderungsdefinition	10
3.2.1.1.	Datenanbindung an Lube.Life	10
3.2.1.2.	Hydraulische & Elektrische Systemanbindung.....	11
3.2.1.3.	Sensorische Anforderungen	11
3.2.2.	IR-Komponenten, Spezifikationen	12
3.2.3.	IR-Komponenten, Tests	12
3.2.3.1.	IR Sensor	13
3.2.3.2.	Prismenspektrometer	15
3.2.4.	IR Sensor, Mechanik	19
3.2.5.	IR Sensor, Elektronik.....	22
3.2.6.	IR Sensor, Software	25
3.2.7.	IR Sensor, Systemtests.....	27
3.2.7.1.	Vergleich mit Laborspektrometer.....	27
3.2.7.2.	Temperaturtest.....	29
3.2.7.3.	Laborversuche im Umlaufprüfstand.....	30
3.2.8.	Sensorsystem, Aufbau	30
3.3.	Arbeitsschwerpunkt 3 – Datenaufbereitung.....	31
3.3.1.	IR Sensor	32
3.3.2.	HYDACLabs	34
3.3.3.	CS1000	35
3.4.	Arbeitsschwerpunkt 4 – Lebensdauermodelle.....	36
3.5.	Arbeitsschwerpunkt 5 – Webdienstleistungen.....	36
3.6.	Arbeitsschwerpunkt 6 – Ölreparatur.....	36
3.6.1.	Selektives/Breitbandiges Filtrieren von Additiven	37
3.6.1.1.	Fazit:	44
3.6.2.	Systemkonzept zur Ölreparatur	44

4.	Wichtigste Positionen des zahlenmäßigen Nachweises	46
5.	Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Projektarbeit.....	46
6.	Nutzen und Verwertbarkeit des Ergebnisses, Planung für nähere Zukunft	46
7.	Fortschritt auf dem Gebiet des Forschungsvorhabens während der Durchführung.....	46
8.	Erfolgte oder geplante Veröffentlichungen des Ergebnisses.....	46

1. Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1, links: 8-fach IR Sensor; rechts: Anordnung IR-Quelle, Messzelle und Detektor	9
Abbildung 2, Messergebnisse IR Sensor bei künstlichen Ölveränderungen	9
Abbildung 3, Sensorbox zum Anschluss der Sensoren an Anlagen und Kommunikation mit dem Lube.Life System; links: HYDAC Datenerfassung; rechts: Sensoranbindung	9
Abbildung 4, Hydraulisches Konzept Sensorbox	12
Abbildung 5, Elektrisches Konzept Sensorbox	12
Abbildung 6, ausgewählte Filter und Lieferanten	13
Abbildung 7, links: Aufbau Fluidmesszelle mit IR-Quelle und Sensorik; rechts: Transmissionsspektren von Silizium im Floatzone- bzw. Czochralskiverfahren	15
Abbildung 8, Schematischer Aufbau des IR Sensors.....	15
Abbildung 9, Simulation Prismenspektrometer; links: CAD Aufbau; rechts: Detektorabbildung bei versch. Wellenlängen 3µm, 5,5µm und 8µm	17
Abbildung 10, Simulation der Veränderung der Strahlungsintensitäten auf dem Detektor bei versch. Wellenlängen; links: Detektorposition der Strahlungspeaks (gestrichelt 0,2mm	

Blende, durchgehend 0,1mm Blende); rechts: Zusammenhang Wellenlänge zu horizontalem Pixeln des Detektors bei verschiedenen Blendenspalten.....	18
Abbildung 11, Abbildungen auf dem Detektor bei Transmissionsmessung mit Versuchmuster des Prismenspektrometers	19
Abbildung 12, Auswertung der Transmissionsexperimente	19
Abbildung 13, Aufbau Mechanik IR Sensor	20
Abbildung 14, links: Raytracingsimulation IR Sensor; rechts: Strahlungsintensität auf dem 8-fach Detektor.....	21
Abbildung 15, CFD-Simulation bei 250ml/min; links: Anströmung mit 2-Loch Variante; rechts: Anströmung mit 4-Loch Variante	22
Abbildung 16, FEM Simulation der Messzelle; links: Aufbau mit 2mm Siliziumfenster bei 10 Nm; rechts: Aufbau mit 1mm Siliziumfenster bei 5 Nm	23
Abbildung 17, Platine und Fluidblock des 8-fach IR Sensors	24
Abbildung 18, links: Infrasolid HISpower2000R; rechts: Microhybrid JSIR 350-4.....	25
Abbildung 19, links: Emissionsspektrum HISpower2000R; rechts: Emissionsspektrum Microhybrid JSIR 350-4	25
Abbildung 20, Vergleich verschiedener Methoden zur Temperaturstabilisierung einer IR Quelle.....	27
Abbildung 21, Fehler die einzelnen Detektoren des 8-fach Sensors, Test im Klimaschrank mit leerer Messzelle (Ausreißer durch Einfluss Tröpfchen von Restfluid im Sensor)	28
Abbildung 22, Transmissionsmessung an Shell Tellus S2 mit Carbonsäureanteil mit einem FTIR. Die verschiedenen Messbereiche des 8-fach Detektors wurden durch die farblich codierten gestrichelten Linien mit eingezzeichnet.....	29
Abbildung 23, Korrespondierende Messung mit 8-dfach Detektor an Shell Tellus S2 mit Carbonsäureanteil zur FTIR Messung aus Abbildung 22	29
Abbildung 24, Fehler FTIR Messung gegen Sensor Messung von Shell Tellus S2 mit Carbonsäureanteil	30
Abbildung 25, IR Sensor im Klimaschrank 5...75°C; rot: temperaturkompensiert, blau: nicht temperaturkompensiert.....	30
Abbildung 26, Sensorergebnisse des Dauerlaufs im Labor der Vorentwicklung.....	31
Abbildung 27, Sensorsystem; links: Datenerfassung mit Spannungsversorgung; rechts: Hydraulikkreis mit eingebundenen Sensoren.....	32
Abbildung 28, Schematischer Aufbau der Sensorik	32
Abbildung 29, IR Sensor, IWM Versuche, Langzeitversuch mit Wasserzugabe 0,16ml/min ..	33
Abbildung 30, Temperatur des IR Sensors (Detektortemperatur)	34
Abbildung 31, IR Sensor, IWM vollständige Versuchsreihe	34
Abbildung 32, Temperaturverlauf der IWM Versuchsreihe.....	35
Abbildung 33, IR Spektren der IWM-Versuchsreihe.....	35
Abbildung 34, Versuchszeitraum exemplarisch für das HYDACLab mit Wasserzugabe	36
Abbildung 35, Versuchszeitraum exemplarisch für das CS1000 mit Wasserzugabe.....	37
Abbildung 36, Filtrationsaufbau; links: Schematischer Aufbau; rechts: Laboraufbau	38
Abbildung 37, Übersicht der Additivkomponenten im Testfluid	39
Abbildung 38, Spektren eines Filterversuchs; oben: Gesamtes Absorbanzspektrum; unten: Zoom-In in einzelne Teilbereiche des Gesamtspektrums	40
Abbildung 39, Mit Fluid und Ionenaustauscherharz gefüllte Probengläser	41
Abbildung 40, FTIR Differenzspektrum der gefilterten Fluide.....	42
Abbildung 41, FTIR Differenzspektrum der gefilterten Fluide mit Harzerneuerung.....	44
Abbildung 42, Abstimmung mit Konsortialpartner FUCHS - Konzept zur Ölreparatur	46

2. Kurzdarstellung des Teilverhabens (Teil I)

2.1. Aufgabenstellung

Komplexe industrielle Anlagen, wie Windkraftanlagen (WKA) oder Papiermaschinen sind auf Langzeitbetrieb ausgelegt. Die Überwachung dieser Anlagen ist zeitaufwändig, teilweise komplex (z.B. insbesondere bei Off-Shore-Anlagen) und kostspielig. In der Realität zeigt sich, dass es in solchen Anlagen trotz hochwertiger Materialien und Auslegungen zu Störungen kommt oder die Effizienz sich zeitlich deutlich verringert. Eine zeitnahe Reaktion auf drohende Ausfälle, z.B. durch Lagerschäden, ist trotz eingesetzter Messtechnik und Intervallwartung bisher nur begrenzt möglich. Gängige Anlagenüberwachungen liefern hauptsächlich nur physikalische Werte wie Öltemperatur, Öldurchfluss oder Intensität von Bauteilschwingungen, aber keine tribologisch verwertbaren Echtzeitdaten. Die Kenntnis der tribologischen Prozesse ist jedoch entscheidend für die Lebensdauer insbesondere zueinander beweglicher Maschinenbauteile. Diese Herausforderungen können bislang nicht durch bestehende Digitalisierungskonzepte gelöst werden. Hauptgrund dafür sind fehlende Sensoren und eine leistungsfähige mikroelektronische Hardware zur Integration der Sensoren und zur Analyse großer Datenmengen, d.h. es mangelt an konsequenter Industrieautomatisierung. Folglich fehlen ebenfalls Ansätze der Künstlichen Intelligenz, die die Sensorsignale interpretieren und den Bauteilausfall ankündigen. Basierend auf bisherigen Forschungsergebnissen besteht aber faktisch die Möglichkeit, mit einer Kombination von tribologisch relevanten Echtzeitsensoren und intelligenten Algorithmen, Sensorsignale für die Bewertung des Schmierstoffzustands zu nutzen, um dessen Funktionstüchtigkeit und damit die Lebensdauer von geschmierten Maschinenelementen vorherzusagen.

Als Einsatzfall wurde im Rahmen des Projektes Schmierstoffe für den Antriebsstrang von Windkraftanlagen ausgewählt.

Die HYDAC ELECTRONIC GmbH untersucht und entwickelt als Teil des Konsortiums den Einsatz neuer Sensorkonzepte, modifizierter Sensoren und untersucht den Einsatz von Seriensensoren in diesem Kontext. Hierbei wird Wert auf die Anbindung der Sensoren an das übergeordnete System von Lube.Life gelegt, sodass Information direkt aus dem Schmierkreis den allgemeinen Algorithmen zur Verfügung gestellt wird. Auf Basis dieser Auswertung sollen Konzepte ermittelt werden, wie sich ein gebrauchter Schmierstoffzustand über Filtrierung und Zugabe von Additiven wieder aufwerten lässt.

2.2. Wissenschaftlicher und technischer Stand der Technik

Der Schmierstoff ist ein zentrales Konstruktionselement des Antriebsstranges einer Windkraftanlage und sein Zustand wird durch Veränderungen des Anlagenzustandes beeinflusst bzw. wirkt auf diese zurück. Eine detaillierte Analyse des Schmierstoffzustandes liefert somit einen wertvollen Beitrag zur Beurteilung des Anlagenzustands. Aus diesem Grund wird der Ölzustand bei hochwertigen bzw. kritischen Anlagen und Maschinen durch Probennahme und eine nachfolgende Laboranalyse in regelmäßigen Abständen überwacht.

Die Probennahme und die nachfolgende Laboruntersuchung sind häufig mit einem hohen Aufwand verbunden und eine kontinuierliche Überwachung der Anlage ist nicht möglich. Daher besteht eine hohe Motivation zum Einsatz von Sensoren zur Onlineüberwachung von Hydraulik- und Schmierstoffen. Die Erwartungen und Anforderungen an eine solche Sensorik sind jedoch sehr hoch.

Die Sensorik muss zuverlässig, robust und kostengünstig sein und für eine zustandsorientierte Instandhaltung muss der Zusammenhang zwischen den Sensordaten und den daraus abgeleiteten Handlungsempfehlungen belastbar nachgewiesen sein. In der Praxis hat sich gezeigt, dass gerade die Validierung der Handlungsempfehlungen sich bisher noch als problematisch erweist, da die Rückkopplung der veränderten Schmierstoffeigenschaften nicht stattfindet.

2.3. Inhalt des Vorhabens

Im Rahmen des Projektes wurden neben den technischen Entwicklungen bzw. Weiterentwicklungen von Sensoren und Verfahren auch Aktivitäten im betriebswirtschaftlichen Bereich, beispielsweise zur Entwicklung von digitalen Dienstleistungen oder Geschäftsmodellen, durchgeführt.

Zur Entwicklung der Geschäftsmodelle wurden für die einzelnen Bausteine von Lube.Life innerhalb der HYDAC Organisation breitbandig Informationen bezüglich Definition von Leistungen, Lieferumfängen, Installations- und Wartungskonzepte im Unternehmen gesammelt und für die Diskussion im Konsortium aufbereitet. Im Rahmen des Entwicklungsfortschritts wurde die vom Konsortium entwickelten Geschäftsmodelle auf Akzeptanz innerhalb der HYDAC Organisation geprüft.

Auf technischer Seite wurde der bestehende Prototyp eines IR-Sensors von 4 auf 8 Messgrößen erweitert. Es wurden mechanische, elektrische Anpassungen durchgeführt und diese vorab mit Simulationen entsprechend verifiziert. Die optischen Wellenlängenbereiche für die einzelnen Messbereiche wurden mit dem Konsortium abgestimmt, sodass ein applikationsspezifischer Informationsgewinn für die Lebensdauermodelle generiert werden kann. Die für das Projekt nutzbaren HYDAC Sensor zur Bestimmung der Fluidqualität und Partikelbeladung des Fluides wurden in einem Sensorsystem kombiniert, sodass nach Vorverarbeitung der Messdaten diese in das Lube.Life Datenerfassungssystem eingelesen werden konnten.

Im Rahmen der Aktivitäten zur Ölreparatur wurden auf Basis des HYDAC Knowhows Filtermaterialien ausgewählt, um das verwendete Modellfluid weitestgehend wieder in den Grundölzustand zu versetzen, sodass der Ölhersteller dies wieder gezielt mit Additiven anreichern kann.

2.4. Ergebnisse

Abbildung 1 zeigt den weiterentwickelten IR-Sensor mit 8 Messkanälen. Die Sensorauslegung wurde mit Fluidik- und Optiksimulation verifiziert, sodass hier im dünnen durchstrahlten Spalt ein optimaler Fluidaustausch erzeugt wird, sowie die Abstrahlung der IR-Quelle optimal auf den Detektor trifft. Die Auslegung der einzelnen optischen Filter für die jeweiligen Einzeldetektoren im 8-Kanaldetektor wurden auf Basis des eigenen Knowhows mit den Erfahrungen des Konsortiums abgestimmt.

In Abbildung 2 sind die Messergebnisse des Sensors im Langzeitversuch über 4 Monate gezeigt. Beispielsweise wurde durch Zugabe von Wasser bzw. Carbonsäure das Fluid während der Versuchsdauer gezielt verunreinigt, um zu überprüfen ob die jeweilige Veränderungen im entsprechenden Messkanal eintritt. Insbesondere für Wasser als auch für Carbonsäure konnte dies

eindeutig nachgewiesen werden. Darüber hinaus zeigt sich, dass bei den verwendeten Komponenten für Detektor und IR-Quelle keine Signalveränderung, durch beispielsweise Driften, auftritt.

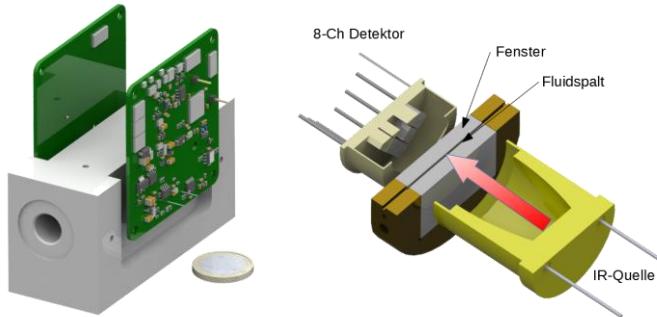


Abbildung 1, links: 8-fach IR Sensor; rechts: Anordnung IR-Quelle, Messzelle und Detektor

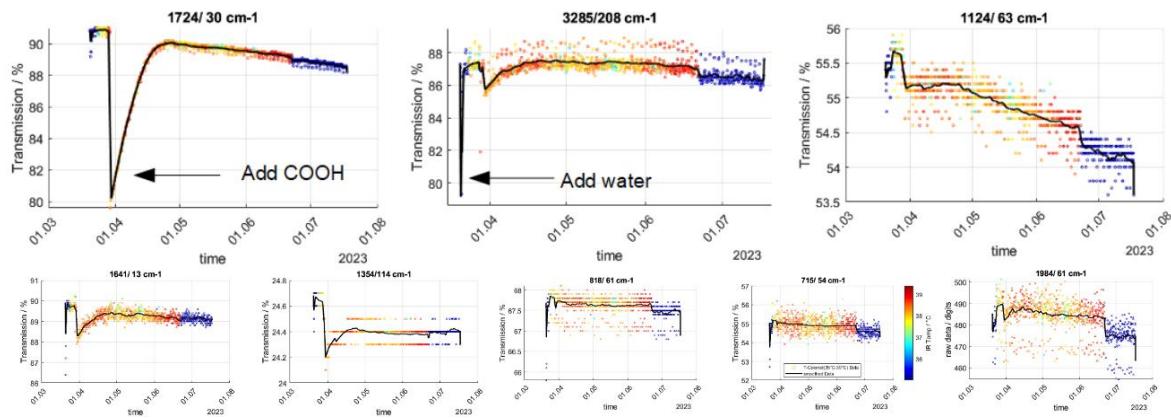


Abbildung 2, Messergebnisse IR Sensor bei künstlichen Ölveränderungen



Abbildung 3, Sensorbox zum Anschluss der Sensoren an Anlagen und Kommunikation mit dem Lube.Life System; links: HYDAC Datenerfassung; rechts: Sensoranbindung

Fehler! Verweisquelle konnte nicht gefunden werden. zeigt die zwei Komponenten des Sensorsystem bestehend aus der Sensorbox in welcher die Sensoren einfach angeschlossen werden können. Sowie die HYDAC Datenerfassung zur Weiterverarbeitung der Sensordaten und

Kommunikation mit dem Lube.Life Datenerfassungssystem. Zusätzlich beinhaltet das Sensorsystem eine eigene Pumpeneinheit.

Diese Anordnung ermöglicht eine flexible Einbindung der HYDAC Sensoren im Bypass fluidisch sowie elektrisch. Die erste Verarbeitung der Sensordaten kann im Sensorsystem erfolgen, sodass im Anschluss die Messdaten an das übergeordnete Lube.Life System übertragen werden.

3. Schlussbericht (Teil II)

Verwendung der Zuwendung und erzielte Ergebnisse

3.1. Arbeitsschwerpunkt 1 – Geschäftsmodelle

Wir haben mit der Erarbeitung und Detailierung unserer eigenen und der gemeinsamen Geschäftsmodelle begonnen. Dabei wird sich die HYDAC ELECTRONIC GMBH auf zwei Bereiche konzentrieren:

- Entwicklung, Herstellung und Vertrieb von Sensoren zum fluidbasierten Condition Monitoring:
 - Alleinstellungsmerkmale durch applikationsspezifisches Know-how in Bezug auf die Anwendung (Windkraft) und das eingesetzte Fluid ausbauen.
 - Applikationsspezifisches Knowhow in neue bzw. modifizierte Produkte umsetzen.
 - Sensorintegrierte Algorithmen zur Datenvorverarbeitung verbessern.
- Dienstleistungen:
 - Dienstleistungen rund um die Auswahl, den Einbau und die Datenanbindung der Sensoren entwickeln.
 - Sensoren und Algorithmen in das HYDAC CMX-System integrieren.
 - CMX-Analytics Toolbox erweitern.

Mit CMX stellt HYDAC seinen Kunden ein System zur lokalen oder cloudbasierten Erfassung, Visualisierung und Auswertung von Sensor- und Prozessdaten zur Verfügung. Ergänzt wird das System durch CMXAnalytics – Funktionen, die auf der Basis unseres hydraulik- und fluidspezifischen Domänenwissens dem Nutzer detaillierte Handlungsanweisungen zur Erhöhung der Zuverlässigkeit und Produktivität seines Systems geben. Hier sehen wir eine ideale weitere Plattform zur Verwertung der in Lube.Life zu entwickelnden Algorithmen und Methoden. Nach Fertigstellung von Lube.X ist eine Prüfung bzgl. Möglichkeit der Anbindung möglich.

3.2. Arbeitsschwerpunkt 2 – Sensorentwicklung

3.2.1. Anforderungsdefinition

3.2.1.1. Datenanbindung an Lube.Life

Für die Integration des HYDAC Sensorsystem in das QASS System wurden verschiedene Szenarien diskutiert. Da der Aufbau von robusten Sensorsystemen zur Fluidanalyse zur Kernkompetenz der HYDAC ELECTRONIC GMBH gehört, wurde es bevorzugt, die einzelnen Schnittstellen so zu gestaltet, dass das gesamte HYDAC Sensorsystem als autarkes System betrieben werden kann. Dies hat den Vorteil, dass eine Integration in externe Systeme über ein einfaches Kommunikationsprotokoll geschehen kann. Hierzu wurde das HSP (HYDAC SIMPLE PROTOCOL) ausgewählt, welches einen Datenstrom per TCP-IP Schnittstelle zur Verfügung stellt. Es können die aktuellen Messdaten aus

dem System abgerufen werden und über die Anbindung per TCP/IP ist ebenfalls eine performante softwareseitige Wartung des Sensorsystems möglich.

3.2.1.2. Hydraulische & elektrische Systemanbindung

Zur hydraulischen Anbindung werden sowohl die drucklose als auch die Anbindung mit Vordruck berücksichtigt. Hierzu sind eine entsprechende Ölversorgungsleitung und eine drucklose Tankleitung notwendig, die üblicherweise in fast jedem hydraulischen System zur Verfügung steht. Zur Druckerhöhung wird eine vom System kontrollierte Pumpe eingesetzt.

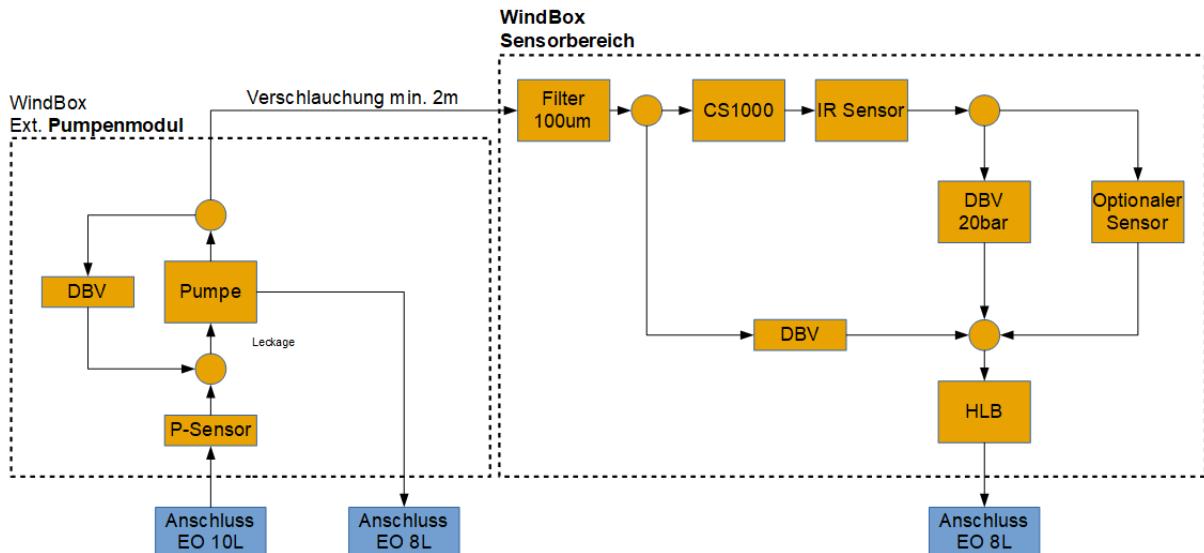


Abbildung 4, Hydraulisches Konzept Sensorbox

Zur elektrischen Anbindung wird ein 230V Anschluss vorgesehen. Die Eingangsspannung wird über eine interne Elektronik in Schutzkleinspannung zur Versorgung der Sensorik gewandelt. Zusätzlich soll es möglich sein weitere externe HYDAC Sensoren mit einzubinden.

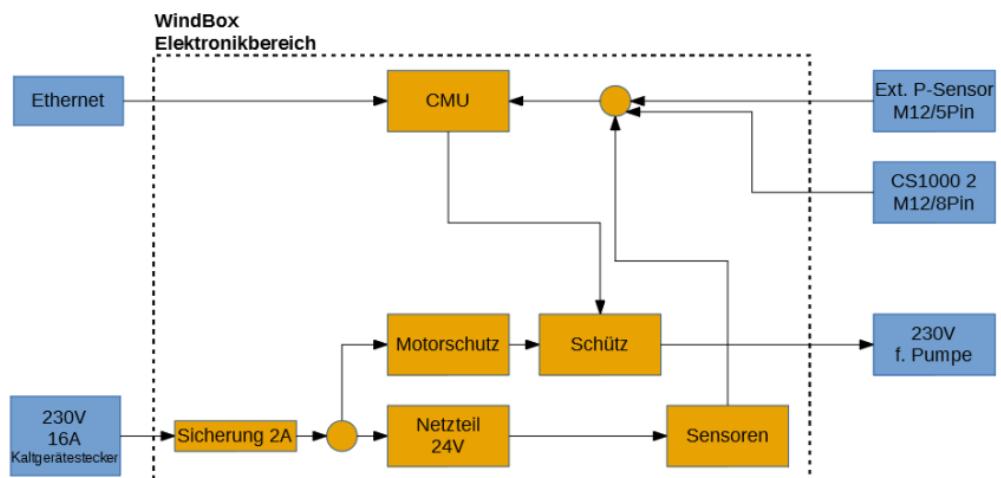


Abbildung 5, Elektrisches Konzept Sensorbox

3.2.1.3. Sensorische Anforderungen

Ebenfalls Teil der Anforderungsdefinition für das Gesamtsystem ist die Abstimmung im Konsortium, welche verfügbaren Sensoren für den Einbau in das Sensorsystem vorgesehen werden sollen. Hier wurde sich auf folgende Sensoren verständigt:

- IR Sensor (Teil des Arbeitspakets von HYDAC)
- HYDAC Lab (Messung von elek. Leitfähigkeit, Dielektrizitätszahl, rel. Feuchte)
- CS1000 (Partikelsensor für Reinheitsklasse nach ISO 4406 für 4µm, 6µm, 14µm Partikel)
- Brechungsindexsensor
Im Konsortium besteht der Wunsch nach einem Inline Brechungsindexsensor für Öle. Hier wird auf Basis von Vorarbeiten von HYDAC ein Funktionsmuster für einen Brechungsindexsensor für die Messung in Ölen weiterentwickelt.
- Fluoreszenssensor
Im Konsortium besteht der Wunsch nach einem Inline Fluoreszenssensor für Öle. Ein Einbau eines Funktionsmusters konnte im Projekt nicht mehr realisiert werden.

3.2.2. IR-Komponenten, Spezifikationen

Mit der Firma ASC Gerlach und der Unterstützung von Hr. Holweger konnten Wellenlängenbereiche festgelegt werden, die passend zu den Simulationsmodellen von ASV Gerlach eine Charakterisierung des Ölzustandes ermöglichen sollen.

Die Auswahl erfolgte hierbei bereits in enger Abstimmung mit möglichen Lieferanten, da eines der berücksichtigten IR-Sensorkonzepten auf optischen Bandpassfiltern beruht und diese aus Lagerbeständen ausgewählt wurden. Ohne Berücksichtigung von lagerhaltigen Filtern wäre eine zusätzliche Verzögerung und stark erhöhte Kosten für das Funktionsmuster zu erwarten gewesen.

Abbildung 6 zeigt die ausgewählten Filter nach Zentralwellenlänge (CWL) und Halbwertsbreite (FWHM). Ein ausreichender Fluidblock ist notwendig, dass keine weitere Transmissionsfähigkeit in unmittelbarer Nähe der Zentralwellenlänge des Filters eine Messung beeinflusst („voll“ entspricht 30µm). Beispielsweise ist der Block bei Zentralwellenlänge 5040nm nur bis 14,5µm ausgeführt. Da aber Silizium als Substratmaterial zwischen 10...20µm eine Transmission von 20% besitzt und dahinter nur noch eine sehr geringe Intensität der verwendeten IR-Quelle vorhanden ist, ist der Blockbereich für die Anwendung ausreichend. Dicke und Substrat ist für die Aufbau- und Verbindungstechnik des Detektorlieferanten notwendig.

CWL / nm	FWHM / nm	Dicke /mm	Substrat	Block	Lieferant
2892	214	1	SiO ₂	voll	NOC
5040	155	0,5	Si	14,5µm	Spectrogon
5800	100		Lager Infratec		Infratec
6094	50	1	Ge	voll	NOC
7387	621	1	Ge	bis 15µm	NOC
8900	500	1	Ge	15µm	Spectrogon
12227	912	1	Ge	17µm	Spectrogon
13990	1056	1	Ge	21µm	Spectrogon

Abbildung 6, ausgewählte Filter und Lieferanten

3.2.3. IR-Komponenten, Tests

Die Auswahl der Komponenten wird nicht nur auf der Basis der Leistungsfähigkeit der Sensoren durchgeführt. Für eine spätere Realisierung werden bereits jetzt die Kosten des Gesamtsensorsystems betrachtet. Diese werden, zu einem nicht vernachlässigbaren Teil, durch die

Kosten für den Detektor verursacht. Daher fließt der Kostenaspekt auch mit in die Detektorauswahl ein.

In die Betrachtung wurden Detektoren mit fest eingebauten Filtern und spektral auflösende Detektoren einbezogen.

a. Detektoren mit fest eingebauten Filtern

Diese Detektoren können sehr kompakt aufgebaut werden. Je nach Modell sind Detektoren mit 8 fest eingebauten optischen Filtern möglich. Die Abstimmung der Filter der Detektoren muss vorab erfolgen und ist nach Aufbau nicht mehr veränderbar. Jedes Filter wird mit einem eigenen Detektorelement ausgewertet.

Die Kosten für den Detektor sind im Vergleich zu anderen Systemen gering. Allerdings ist die Beschaffung der einzelnen Filter nur für Großserien kostengünstig, da für eine Filterbeschichtung hohe Kosten anfallen und nur bei voller Ausnutzung der Beschichtungsplätze in der Beschichtungsanlage hohe Ausbeuten erzielt werden können.

b. Spektral auflösende Detektoren

Spektral auflösende Detektoren können das IR Spektrum über viele Messpunkte bei verschiedenen Wellenlängen darstellen. Die Methoden zur Datenanalyse sind somit vielfältiger als bei Detektoren mit fest eingebauten optischen Filtern. Zur Aufnahme des Spektrums werden unterschiedliche Messprinzipien genutzt. So nutzt ein Fabry-Perot-Filter die aktive Veränderung der internen Optik um die Detektionswellenlänge zu verändern, sodass hier zur Durchstimmung des Spektrums eine gewisse Zeit abgewartet werden muss. Diese Detektoren sind auch bereits in günstiger mikrostrukturierter Ausführung erhältlich, können aufgrund der Messverfahrens jedoch nur Teilbereiche des Spektrums abdecken.

Anders verhält es sich bei dispersiven Messsystemen wie beispielsweise Prismenspektrometer. Hier werden die Wellenlängen durch einen optischen Aufbau aufgespalten und können ortsabhängig detektiert werden. Wenn ein entsprechender Detektor mit vielen Einzeldetectoren genutzt wird (Detektorzeile) ist eine simultane Aufnahme des Spektrums möglich. Hierzu sind kostengünstigere kleinere Messsysteme im Bereich des NIR-Spektralbereich bereits verfügbar. Für den MIR-Spektralbereich sind bisher keine miniaturisierenden serientaugliche Systeme außerhalb des Labormaßstabs erhältlich.

Auf Basis der Recherche wurden für weitere Tests und Aufbauten sowohl ein 8-fach Detektor mit festen Filtern als auch das Funktionsprinzip des Prismenspektrometers ausgewählt, um zu prüfen ob es bereits mit marktverfügbarren Sensoren möglich ist ein Low-Cost-Spektrometer für den MIR Bereich zu entwickeln.

Zum Aufbau des 8-fach Detektors wurden Lagerfilter nach Abbildung 6 beschafft, sodass der Detektor von der Fa. Infratec aufgebaut werden konnte.

3.2.3.1. IR Sensor

Neben der Sensorik wurden die Komponenten zum Aufbau der Fluidzelle ausgewählt. Folgende Merkmale waren hier von besonderem Interesse:

- Breitbandiger Transmissionsbereich im MIR
- Mechanische Stabilität
- Beschaffungssituation
- Kostenaspekt

Hier von abgeleitet wurde die wirtschaftlich günstigste Lösung ausgewählt, die aus einem Sandwichaufbau aus Siliziumscheiben mit Abstandshalter (Siliziumzelle) zum Einstellen eines Fluidspalts besteht, der von einer IR-Quelle durchstrahlt wird. Das transmittierte Licht wird von einem Detektor auf der gegenüberliegende Seite empfangen und in ein Messsignal gewandelt (siehe Abbildung 7, links).

Die Komponenten werden in einem Block gehalten, wobei die Siliziumzelle in einem Träger für die Siliziumzelle geführt wird. Beides wird durch zwei Flächendichtungen abgedichtet. Einseitig werden diese Komponenten durch den Träger der IR-Quelle mit einer Druckschraube in den Block gedrückt, siehe Abbildung 8.

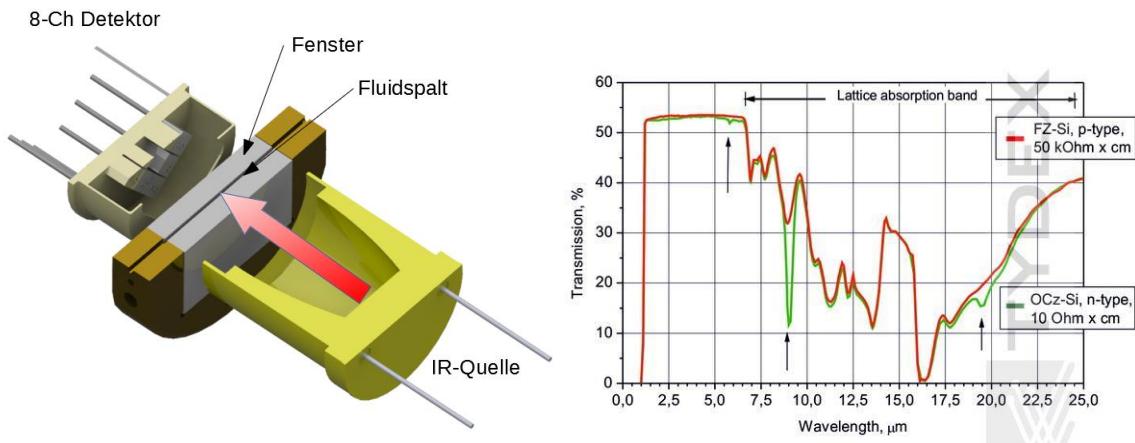


Abbildung 7, links: Aufbau Fluidmesszelle mit IR-Quelle und Sensorik; rechts: Transmissionsspektren von Silizium im Floatzone- bzw. Czochralskiverfahren

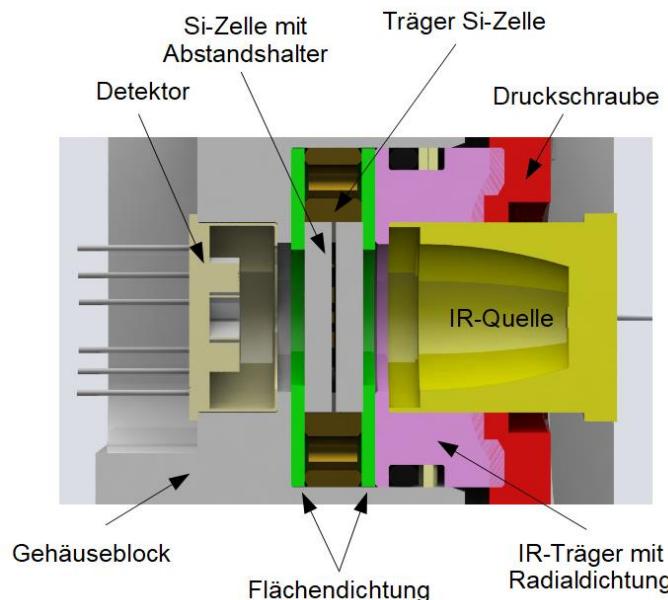


Abbildung 8, Schematischer Aufbau des IR Sensors

Als Herstellungsverfahren der Siliziumscheiben wurde das Floatzoneverfahren gewählt um die IR-Absorption von eingelagertem Sauerstoff beim Czochralskiverfahren zu minimieren, siehe Abbildung 7 rechts. Zusätzlich erhält die Siliziumscheibe eine Antireflexbeschichtung (AR-Beschichtung) um den Strahlungsverlust durch Reflexion an der Luft/Silizium zu minimieren. Bei der Beschaffung wurde ein

beidseitig AR-beschichtetes Substrat als auch ein einseitig AR-beschichtetes Substrat beschafft. Die Abstandshalter wurden basierend auf der bisherigen Erfahrung mit der IR-Technologie in den Dicken 150µm und 300µm beschafft.

Die Flächendichtung wird genutzt um zu verhindern, dass Fluid im Spalt zwischen Träger und Silizium Scheibe austreten kann. Außerdem verteilt sie die Anpresskraft auf Träger und Siliziumscheibe. Um den konstanten Fluidspalt zu ermöglichen, ist die Dicke des Si-Trägers etwas geringer gefertigt als die Dicke der Si-Zelle. Dieser Versatz muss von der Flächendichtung aufgenommen werden, sodass keine Beschädigung der Si-Zelle entsteht. Als Flächendichtung wurden verschiedene Muster der Firma Frenzelit getestet und das Material Novapress 880 ausgewählt.

Die Lieferung der 8-fach Detektoren erfolgte Mitte des Jahres 2021. Hierbei wurde auf zusätzliche Tests mit den Detektoren verzichtet und diese direkt im IR Sensor mit der hierzu entwickelten Elektronik getestet.

3.2.3.2. Prismenspektrometer

Mit dem Prismenspektrometer kann durch eine Probe transmittiertes Licht wellenlängenabhängig ortsaufgelöst auf einem Detektor gemessen werden. Als kostengünstiger Detektor wurde ein Thermopile-Array-Detektor der Fa. Heimann eingesetzt. Zur ersten Evaluation eines solches Systems wurde ein CAD-Modell erstellt und der Strahlengang mit Hilfe der Optiksimulationssoftware APEX simuliert.

Hierbei wurden verschiedene optische Bauelemente wie verschiedene Varianten von Spiegeln und Linsen untersucht, um ein bestmögliches Ergebnis zu erhalten. Der schematische Aufbau des optimierten Modells ist in Abbildung 9 links zu sehen. Zur vereinfachten Prüfung wurde vor der Kondenserlinse eine Quelle mit Probenhalter z.B. für einen optischen Filter eingebracht. Dies vereinfacht im nachfolgenden auch die erste Laborqualifikation nach Additiver-Fertigung des Prismenspektrometers. Hinter der CaF₂-Kondensorlinse befindet sich eine Spiegelanordnung (konkav mit Goldbeschichtung) sowie ein CaF₂-Prisma, das zu einer wellenlängenabhängigen Aufspaltung des Lichts notwendig ist, sodass die einzelnen Wellenlängen ortsabhängig auf dem Detektor abgebildet werden.

Wird die Simulation des Prismenspektrometers mit mehreren Wellenlängen durchgeführt, zeigt sich

z.B. ein Detektorabbild wie in Abbildung 9 rechts. Mit steigender Wellenlänge verschiebt sich der Schwerpunkt der Intensität in horizontaler Richtung auf dem Detektor.

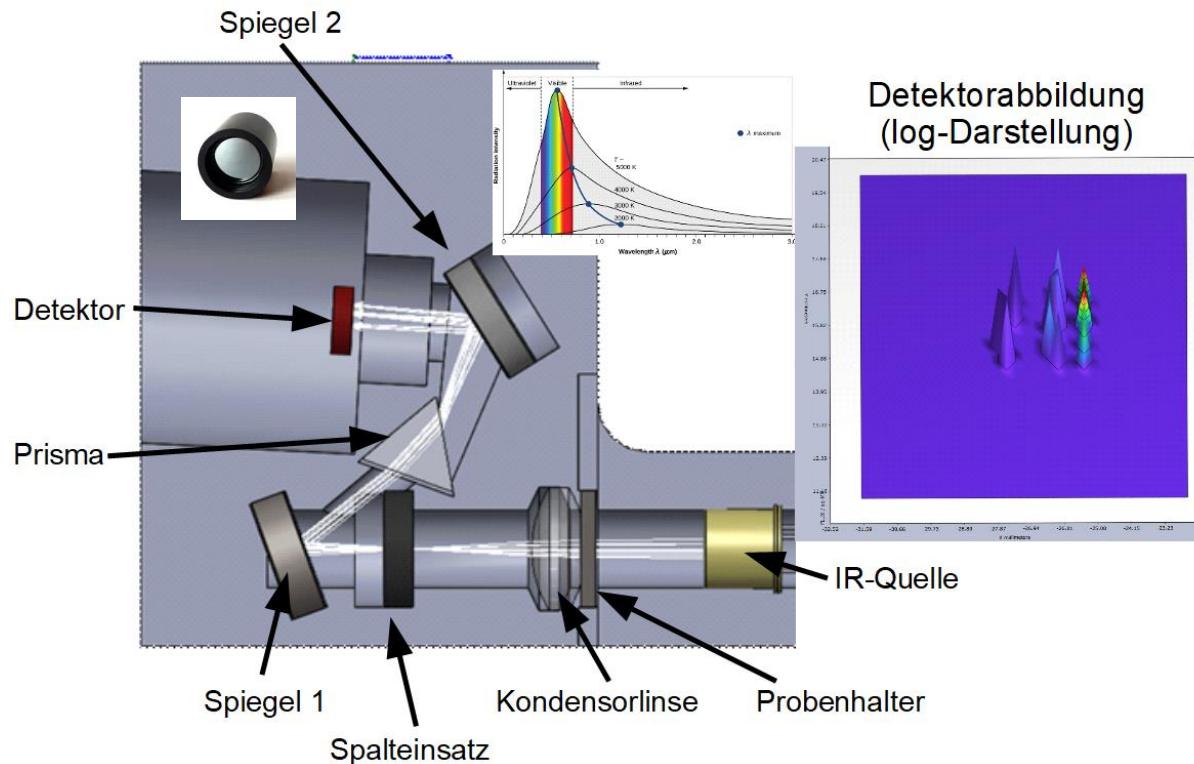


Abbildung 9, Simulation Prismenspektrometer; links: CAD Aufbau; rechts: Detektorabbildung bei versch. Wellenlängen 3μm, 5,5μm und 8μm

Verschiedene Blendendurchmesser (0,2mm & 0,1mm) und Wellenlängen 3μm, 4μm, 6μm und 8μm wurden in der Simulation untersucht. Das Detektorabbild wurde im Anschluss entlang der mittleren Pixelebene des Detektors in Abbildung 10 links dargestellt. Hier zeigt sich der Einfluss des Blendendurchmessers auf die Ortsauflösung auf dem Detektor. Desto kleiner der Blendendurchmesser umso enger die Intensitätsverteilung der jeweiligen Wellenlänge auf dem Detektor. Aufgrund der geringeren verwendeten Strahlenanzahl für die Simulation ist eine Bewertung der Signalamplitude nicht möglich.

Bei Betrachtung des Zusammenhangs zwischen horizontaler Pixelverschiebung zur Wellenlänge zeigt sich ein nichtlinearer Zusammenhang bedingt durch den optischen Aufbau bzw. durch die nichtlinearen Dispersionskurve von CaF₂, siehe Abbildung 10 rechts.

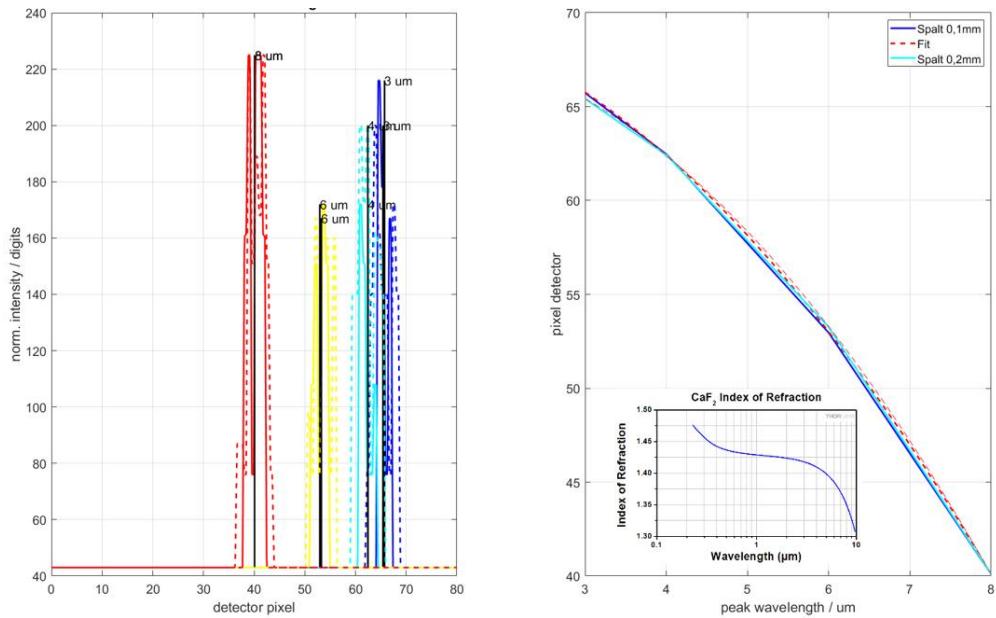


Abbildung 10, Simulation der Veränderung der Strahlungsintensitäten auf dem Detektor bei versch. Wellenlängen; links: Detektorposition der Strahlungspeaks (gestrichelt 0,2mm Blende, durchgehend 0,1mm Blende); rechts: Zusammenhang Wellenlänge zu horizontalem Pixeln des Detektors bei verschiedenen Blendenöffnungen

Im Anschluss an die Simulation wurde mittels 3D-Druckverfahren das Prismenspektrometer realisiert und mit den Bauteilen bestückt. Hierbei wurde ein 80x80 Pixel Thermopile Detektor der Fa. Heimann Sensors genutzt. Als IR Quelle wurde ein IR Strahler der Fa. Infrasolid genutzt.

Zum Test der spektralen Empfindlichkeit standen verschiedene Fenstermaterialien (z.B. Silizium- und Saphirfenster) als auch schmalbandige IR Filter (CWL 2,71 μ m, CWL 6,08 μ m) zur Verfügung. Diese Komponenten wurden zwischen IR Quelle und Kondenserlinse platziert.

Die aufgenommen Bilder des Thermopiledetektors sind in Abbildung 11 zu sehen. Die einzelnen Aufnahmen wurden bei folgenden Versuchen durchgeführt

- 1 IR Quelle ausgeschaltet
- 2 IR Quelle angeschaltet
- 3 2,71 μ m Filter vor Kondenserlinse
- 4 6,08 μ m Filter vor Kondenserlinse
- 5 Saphirglas vor Kondenserlinse
- 6 Siliziumglas mit Antireflexbeschichtung vor Kondenserlinse

In

Abbildung 12 werden die einzelnen spektralen Verläufe aus dem Detektorbild extrahiert und über die horizontalen Detektorpixel der vertikalen Reihe 45 dargestellt. Hierbei wurde noch keine Kalibrierung der Detektorpixel auf die Wellenlänge durchgeführt. Allerdings ist qualitativ nur eine geringe Abweichung aufgrund der geringen Nichtlinearität (siehe Abbildung 10 rechts) der Pixel-Wellenlängenfunktion zu erwarten.

Bei Betrieb der IR Quelle zeigt sich wie erwartet eine Intensitätsverteilung ähnlich der eines Schwarzkörpers ergibt. Bei Verwendung des Saphir- und Siliziumglasses nimmt die Transmission bei Saphirglas zu kleineren Pixeln früher ab als bei Silizium. Dies entspricht den erwarteten Ergebnissen aufgrund der Transmissionseigenschaften der jeweiligen Gläser. Bei Betrachtung der schmalbandigen Filtern (2,71 μ m & 6,08 μ m) genügt die Empfindlichkeit des Detektors nicht um noch Strahlung zu

detektieren. Somit ist es nicht möglich die Wellenlängengenauigkeit im Aufbau anhand der Schmalbandfilter zu nachprüfen.

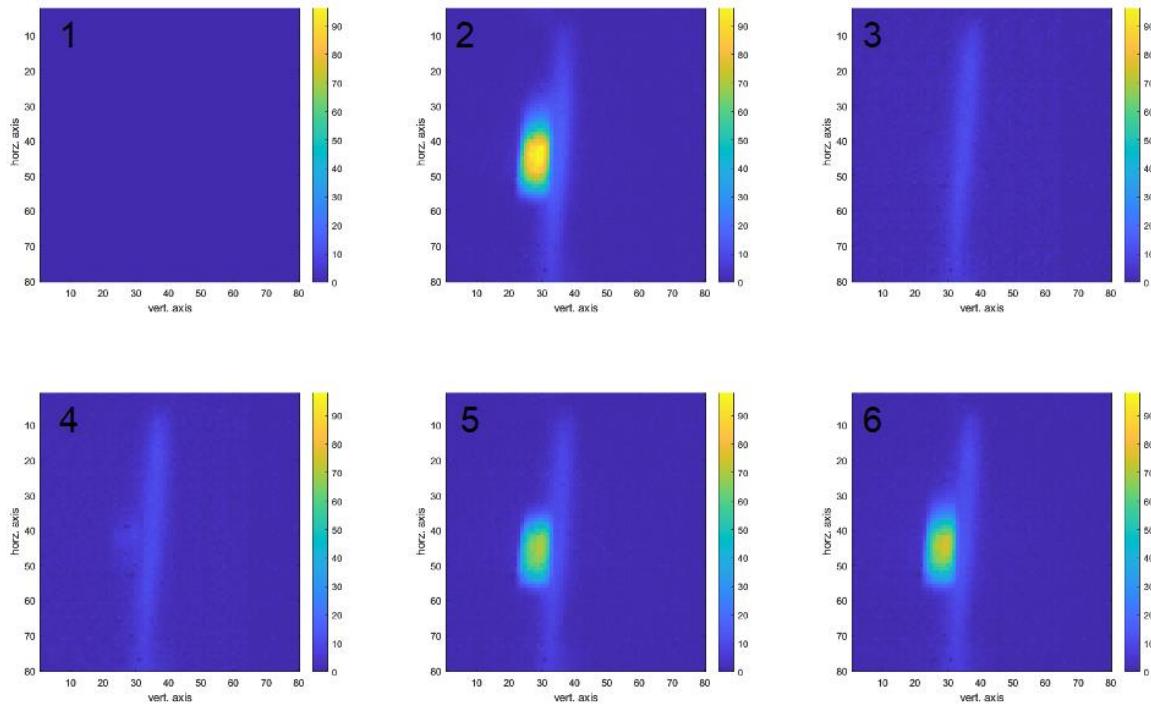


Abbildung 11, Abbildungen auf dem Detektor bei Transmissionsmessung mit Versuchmuster des Prismenspektrometers

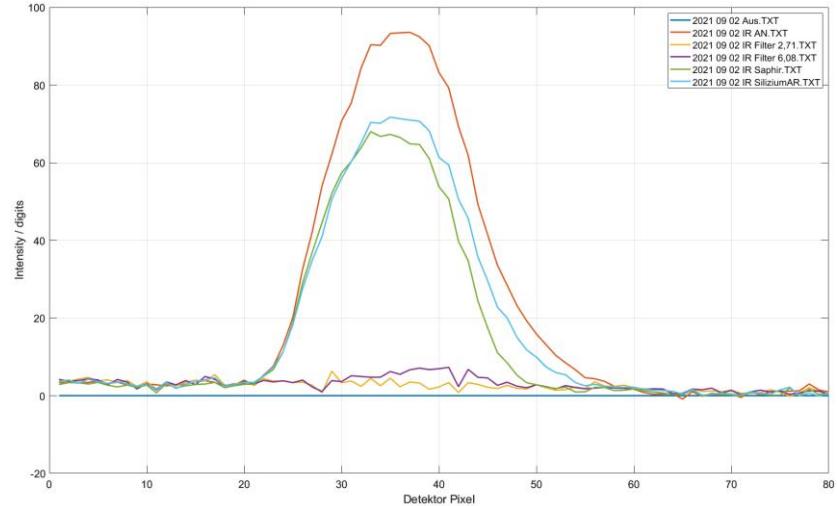


Abbildung 12, Auswertung der Transmissionsexperimente

Bei der Anwendung des Prismenspektrometers im Realbetrieb sind weitaus geringere Intensitäten als in dem getesteten Versuchsaufbau zu erwarten, da die von IR-Quelle emittierte Strahlung zunächst durch eine teilweise breitbandig absorbierende Probe transmittieren muss, bevor diese in das Prismenspektrometer gelangt. Weiterhin müssen geringe Änderungen im Spektrum detektiert, was

mit der Technologie des genutzten Detektors im Aufbau des Prismenspektrometers nicht erreichbar erscheint. Dahingehend wurde das Prismenspektrometer nicht weiterverfolgt.

3.2.4. IR Sensor, Mechanik

Zur Integration des 8-fach Detektor wurde ein Fluidblock auf Basis der bisherigen Erfahrungen mit dem HYDAC IR Sensor (4-fach Thermopile) konstruiert.

Aufgrund der größeren Abmaße des Detektors gegenüber des bisher eingesetzten Thermopiles mussten sowohl die Fluidzelle als auch die Verschraubungs- und Abdichtungskomponenten angepasst werden. Zusätzlich wurde der Block für den Einsatz eines größeren und leistungsfähigeren IR Emitter angepasst. Der grundlegende mechanische Aufbau des IR-Sensors ist in Abbildung 13 dargestellt.

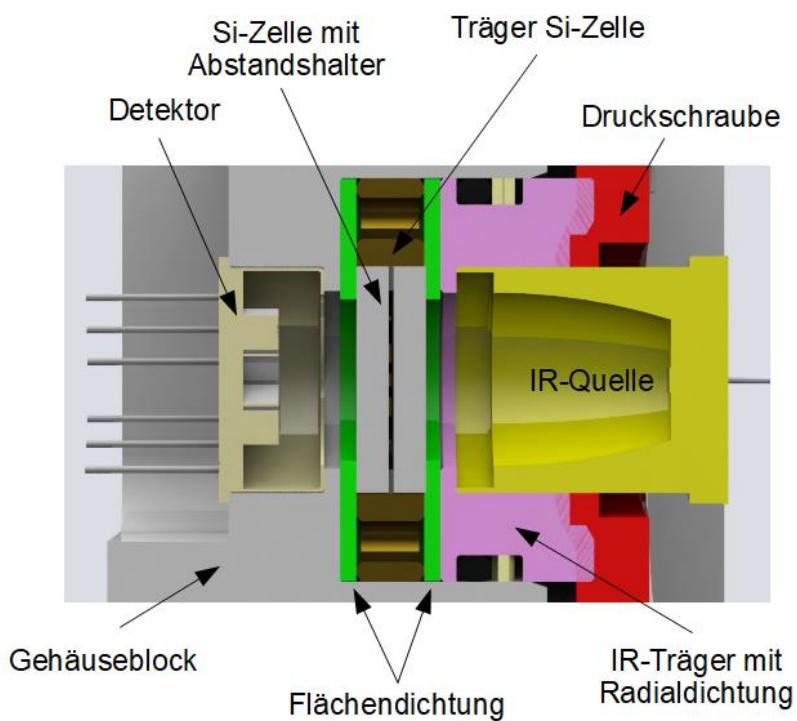


Abbildung 13, Aufbau Mechanik IR Sensor

Der Detektor ist isoliert im Gehäuseblock eingelassen. Gegenüberliegend ist die Si-Zelle mit Abstandshalter in einem Träger in den Block eingelassen. Dabei wird unterhalb sowie oberhalb der Si-Zelle eine Flächendichtung eingebracht. Über den IR-Träger mit Radialdichtung und der Druckschraube wird die Flächendichtung verpresst.

Zur Designoptimierung wurde eine Raytracingsimulation der geplanten Einbausituation von IR-Quelle zu Detektor im Fluidblock durchgeführt. Hierbei wurde die Simulation unter Berücksichtigung des gesamten Zusammenbaus des IR Sensors durchgeführt, siehe Abbildung 14 links. Im Fokus der Simulation stand hierbei die Optimierung der Ausleuchtung der einzelnen Detektoren, welche im Gehäuse des 8-fach Detektors als Rechteck mit fehlendem mittleren

Detektor untergebracht sind. Die finale Strahlungsintensität auf den einzelnen Detektoren des 8-fach Sensors ist in Abbildung 14 rechts zu sehen.

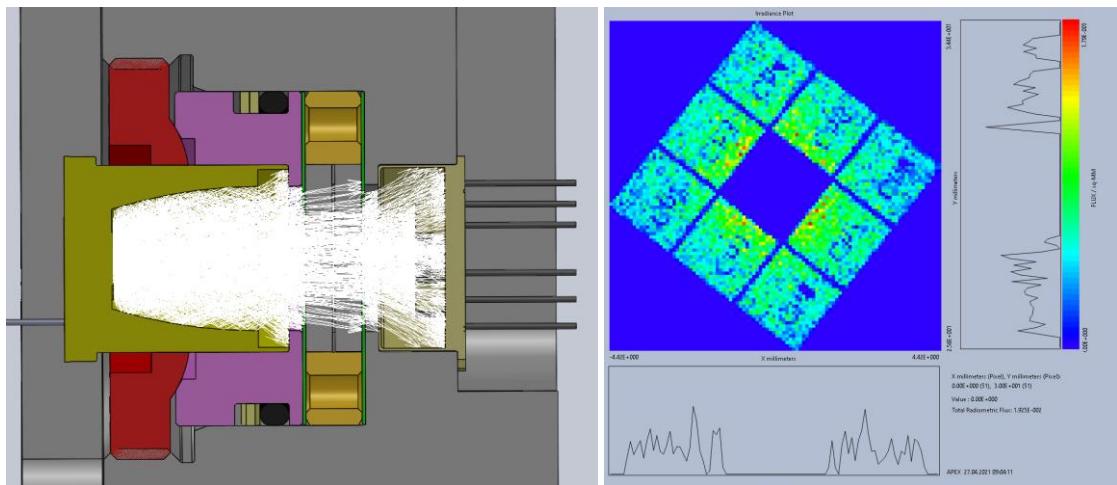


Abbildung 14, links: Raytracingsimulation IR Sensor; rechts: Strahlungsintensität auf dem 8-fach Detektor

Die Fluidmesszelle wird durch zwei IR transparente Platten und einem Abstandhalter gebildet. Hierbei ergibt sich je nach Abstandhalter ein Spalt von $150\mu\text{m}$ oder $300\mu\text{m}$. Die Einleitung des Fluides vom Fluidblock in die Fluidmesszelle ist nur durch eine zentrisch angeordnete Bohrung möglich. Der Träger der Si-Zelle ermöglicht allerdings eine Anpassung des Fluidströmung in die Fluidmesszelle, die mit Unterstützung von CFD-Simulation optimiert wird.

Die-Simulation der Strömungsverhältnisse in der Fluidmesszelle wurde bei verschiedenen Anströmungssituationen durchgeführt. Die Messzelle, gebildet aus zwei Siliziumplatten mit einem Abstandhalter, wird durch den Träger zentriert. Das zu messende Fluid muss nun durch Bohrungen innerhalb der Aufnahme in den Spalt der Messzelle gelangen. Im Fokus der Simulation steht die Herstellung einer homogenen Strömung durch die Messzelle und das Verhindern von Toträumen (Bereiche ohne Fluidaustausch), die die Messergebnisse negativ beeinflussen würden.

In Abbildung 15 sind zwei mögliche Anströmungsvarianten dargestellt. Hierbei zeigt sich bei der 2-Loch Variante (Abbildung 15 links), dass sich in der Mitte ein Totraum ausbildet. Bei der 4-Loch Variante (Abbildung 15 rechts) hingegen wurde zusätzlich zu den beiden äußeren Bohrungen

zwei kleinere innere Bohrungen hinzugefügt, sodass durch die Druckdifferenz zwischen mittleren und äußereren Bohrungen ein homogener Durchfluss entsteht.

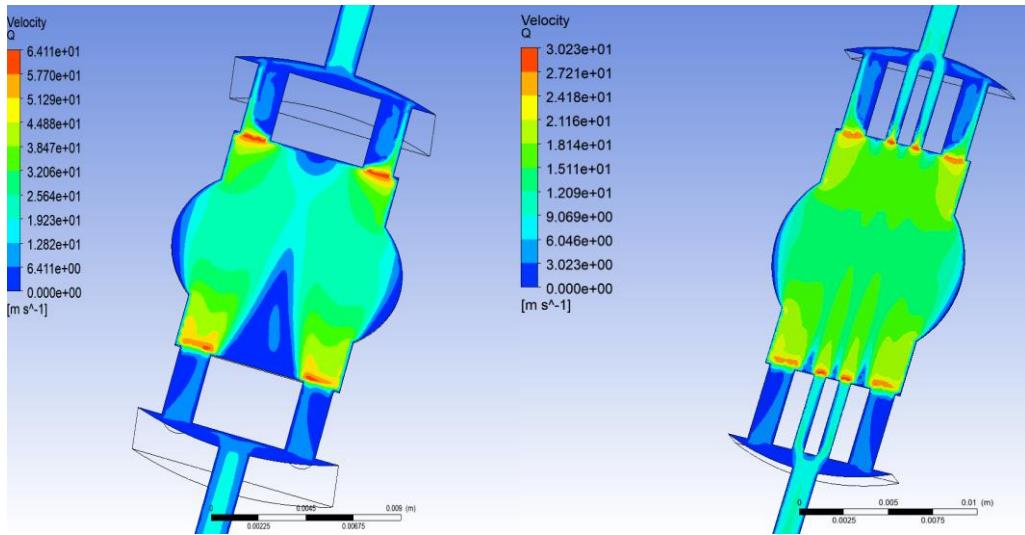


Abbildung 15, CFD-Simulation bei 250ml/min; links: Anströmung mit 2-Loch Variante; rechts: Anströmung mit 4-Loch Variante

In den Versuchen wurden zwei verschiedene Fensterdicken (1 mm & 2 mm) mit unterschiedlicher Antireflexbeschichtung verglichen:

- Fenster 1mm: Silizium mit Antireflexbeschichtung beidseitig
- Fenster 2mm: Silizium mit Antireflexbeschichtung einseitig

Für die bestmögliche Transmission beim Durchgang der IR-Strahlung durch die Fluidzelle würde sich ein dünneres Si-Fenster mit beidseitiger Antireflexbeschichtung anbieten. Durch den Volumenstrom durch die Fluidmesszelle als auch die Einbausituation ist allerdings ein Druckgefälle bzw. ein erhöhter statischer Druck in der Fluidmesszelle zu erwarten. Zur Vermeidung von austretendem Fluid an der Fluidmesszelle aufgrund des Innendrucks ist ein Anpressen der Abdichtung erforderlich. Jedoch ist das Si-Fenster aufgrund des Anpressens einer mechanischen Belastung ausgesetzt. Zur Betrachtung der jeweiligen möglichen Betriebsbedingungen beim Einsatz des 1mm oder 2mm Si-Fensters und zur Unterstützung der Konstruktion wurde daher eine FEM-Simulation durchgeführt.

Während des Betriebs ist ein maximaler Innendruck von 50 bar vorgesehen. Damit sich der Spalt nicht aufgrund des Innendrucks aufweitet und zu einer Verfälschung des Messergebnisses führt, ist sicherzustellen, dass die Kraft über die Druckschraube stets um ein Vielfaches höher ist als die Kraft durch den Innendruck. Dahingehend konnte für die 1 mm Siliziumscheibe ein Anzugsmoment von 5 Nm bei einem Innendruck von 50 bar ermittelt werden, sodass das Bruchmodul des Siliziums (130 MPa) geringfügig überschritten wird, siehe Abbildung 16 rechts.

Das 2 mm Siliziumfenster kann auch mit 10 Nm verpresst werden ohne Überschreiten des Bruchmoduls, siehe Abbildung 16 links.

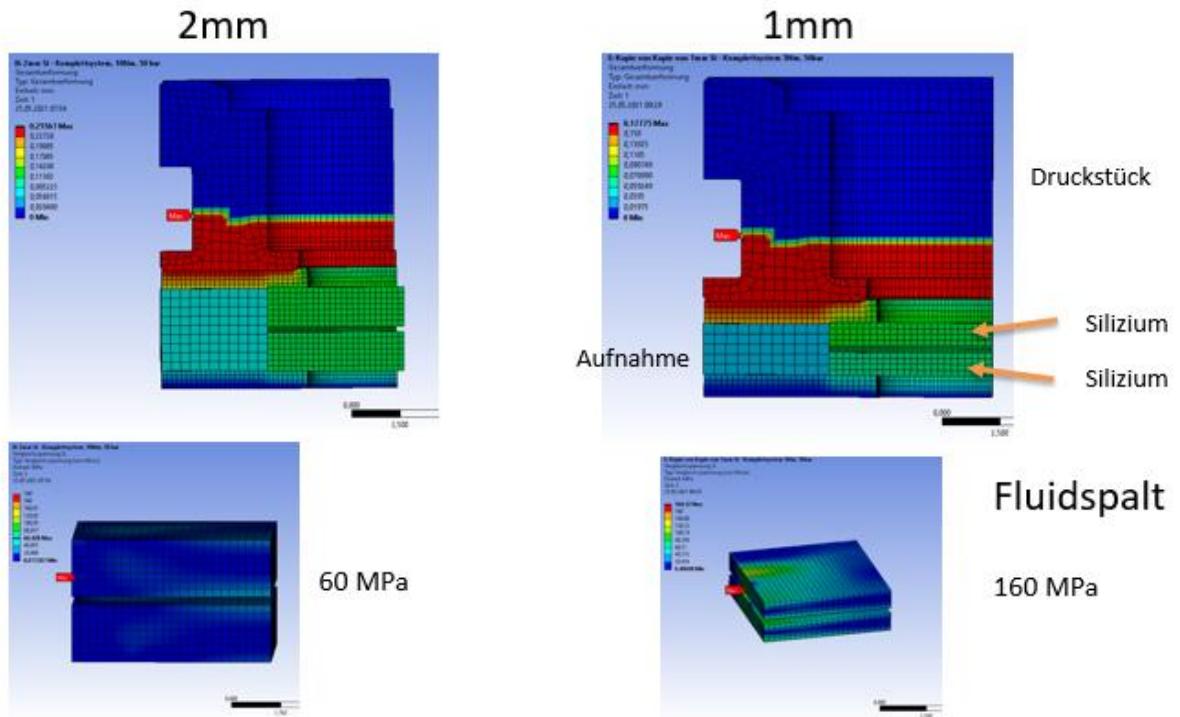


Abbildung 16, FEM Simulation der Messzelle; links: Aufbau mit 2mm Siliziumfenster bei 10 Nm; rechts: Aufbau mit 1mm Siliziumfenster bei 5 Nm

3.2.5. IR Sensor, Elektronik

Die Änderung von einem 4-Fach Thermopile Detektor auf einen 8-fach pyroelektrischen Detektor sowie die Nutzung einer neuen leistungsfähigeren IR Quelle machte es erforderlich die Elektronik anzupassen. Hier wurden ebenfalls bereits bekannte Schwachstellen der bisherigen Elektronik optimiert wie z.B. die wechselseitige Ansteuerung der IR-Quelle zur Vermeidung von

Elektromigrationseffekten. Die Elektronik wurde auf zwei Platinen verteilt und auf beiden Seiten des Fluidblocks befestigt, siehe Abbildung 17.



Abbildung 17, Platine und Fluidblock des 8-fach IR Sensors

Der genutzte 8-fach Detektor nutzt zur Detektion von Infrarotstrahlung anstatt des bisher genutzten Thermopileprinzips, basierend auf dem Seebeck-Effekt, das pyroelektrische Prinzip. Der pyroelektrische Effekt basiert auf der Eigenschaft, dass piezoelektrischer Kristalle durch eine

Temperaturänderung eine Ladungstrennung erzeugen.

Dies bedingt eine Unterscheidbarkeit beider Detektorprinzipien anhand ihrer Ausgangsgröße:

- Thermopile Detektor:
Durch die eine Bestrahlung entsteht ein proportionales Signal, dass solange die Bestrahlung anliegt ebenfalls konstant bleibt.
- Pyroelektrischer Detektor:
Das Ausgangssignal reagiert auf den Gradienten der Bestrahlung, sodass bei gleichbleibender Bestrahlung Ausgangsgröße in die Ruhelage zurückkehrt.

Die Verwendung des pyroelektrischen Messprinzips bedingt somit softwareseitige Anpassung bei der Auswertung des Detektors.

Neben den Anpassungen auf Detektorseite wurde auf Emittorseite die Konstruktion angepasst, sodass auch eine größere und leistungsfähigere IR Quelle eingesetzt werden kann. Beide verwendbaren IR Quellen sind in Abbildung 18 zusehen.



Abbildung 18, links: Infrasolid HISpower2000R; rechts: Microhybrid JSIR 350-4

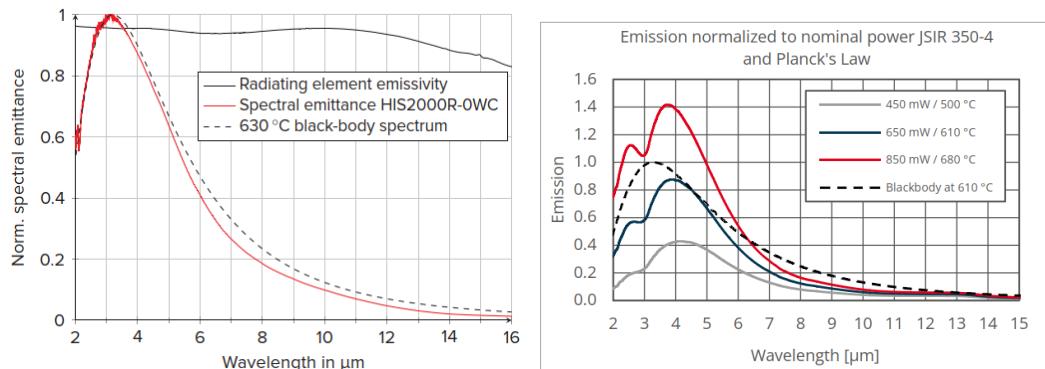


Abbildung 19, links: Emissionsspektrum HISpower2000R; rechts: Emissionsspektrum Microhybrid JSIR 350-4

Beide IR Quellen nutzen das Funktionsprinzip der thermischen Emission und erzeugen so ein breitbandiges Emissionsspektrum. Das Heizelement ist allerdings unterschiedlich aufgebaut. Die IR-Quelle von Infrasolid wurde mit einer mikrostrukturierten Beschichtung ausgestattet, deren Emissionscharakteristik einem Schwarzkörper sehr nahekommen soll. Die Heizerstruktur kann bis 630°C betrieben werden.

Die IR-Quelle von Microhybrid nutzt eine nanoamorphe Kohlenstoffbeschichtung, deren Emissionscharakteristik zwar nur eine geringere Übereinstimmung mit einem idealen

Schwarzkörperspektrum aufweist, aber bis zu 850°C betrieben werden kann. Beide Quellen unterscheiden sich ebenfalls in der Baugröße, HISpower2000R mit TO-8 und JSIR350-4 TO-39.

3.2.6. IR Sensor, Software

Bei Laborgeräten wird die IR-Transmission durch Bestimmung des Hintergrundspektrums sowie des Probenspektrums berechnet. Bei der angewendeten sensorbasierten IR Transmissionsmessung gibt es keine Möglichkeit das Hintergrundspektrum während des Betriebs zu erfassen. Dahingehen ist es erforderlich, dass im Laufe der Lebensdauer bzw. des Wartungsintervalls des Sensors die jeweiligen Parameter, die das Hintergrundspektrum beeinflussen konstant bleiben. Hierzu zählen insbesondere die Strahlungscharakteristik der IR-Quelle oder die Transmissionseigenschaften der Si-Zelle.

Maßgeblichen Einfluss auf das Spektrum hat neben der wellenlängenabhängigen Emissivität des abstrahlenden Materials die Temperatur der IR-Quelle. Somit erfordert ein erfolgreicher Einsatz des IR-Sensors neben der Alterungsstabilität des Materials der IR Quelle auch eine möglichst konstante Temperatur der IR Quelle.

Bereits im 4-fach IR Sensor wurde ein Algorithmus zum Stabilisieren der Heizertemperatur eingesetzt, der für den 8-fach Sensor aufgrund des Einsatz eines anderen Detektorprinzips angepasst werden musste.

Abbildung 20 zeigt einen Vergleich verschiedener Methoden, um die Temperatur einer IR Quelle zu stabilisieren. Hierbei wurde der 8-fach IR-Sensor im Klimaschrank zwischen 10...60°C temperiert. Wird das Tastverhältnis (Abbildung 20 – DC konstant) der IR Quelle konstant gehalten, steigt mit steigender Temperatur auch die detektierte Strahlungsintensität am Referenzkanal, da die Temperatur der IR Quelle mit der Umgebungstemperatur proportional steigt.

Die eingesetzte Elektronik erlaubt den Heißwiderstand der IR-Quelle zu bestimmen, sodass über die Temperaturabhängigkeit des Widerstand Rückschlüsse auf die Heizertemperatur gezogen werden können. Wie in Abbildung 20 - R konstant zu erkennen ist, sinkt hierbei die detektierte Strahlungsintensität. Die Messung des nur gering temperaturabhängigen Heizerwiderstands wird von anderen Widerständen der elektrischen Schaltung so stark überlagert, dass eine Regelung mit der eingesetzten Elektronik nicht möglich war.

Wird die bisher eingesetzte Regelung auf Basis des Referenzkanals (Abbildung 20 – Referenzkanal) eingesetzt, ändert sich die detektierte Strahlungsintensität im temperierten Bereich lediglich um 4%. Dies ist für die Bestimmung der Transmission ausreichend und wird im Folgenden weiterverwendet. Nachteilig hierbei ist die erhöhte Zeitdauer der Einregelung auf einen konstanten Temperaturwert gegenüber einem Thermopiledetektor da für die Erfassung des Messwertes bis zur vollständigen

Abkühlung des Pyroelektrischen Detektors gewartet werden muss. Die Einregeldauer beträgt ca. 10 Minuten.

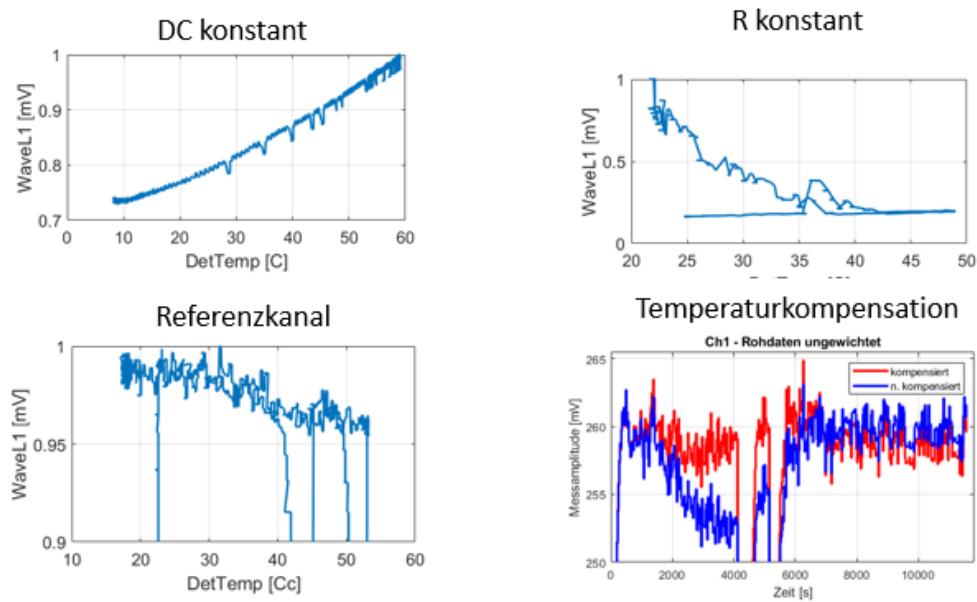


Abbildung 20, Vergleich verschiedener Methoden zur Temperaturstabilisierung einer IR Quelle

Abbildung 20 – Temperaturkompensation zeigt den direkte Vergleich im zeitlichen Verlauf zwischen dem Temperaturkompensation mit Referenzkanal (rot) sowie den nicht kompensierten Wert (blau) dargestellt.

In Abbildung 21 sind die Fehler bei Temperaturkompensation mit Referenzkanalregelung der einzelnen Detektoren des 8-fach Sensors zu sehen. Im Temperaturbereich von 15...53°C wird ein

maximaler Fehler von +/- 2% erreicht, was an Kanal 4 (Ch4), bzw. Kanal 8 (Ch8) aufgrund von Hystereseffekte zu erkennen ist.

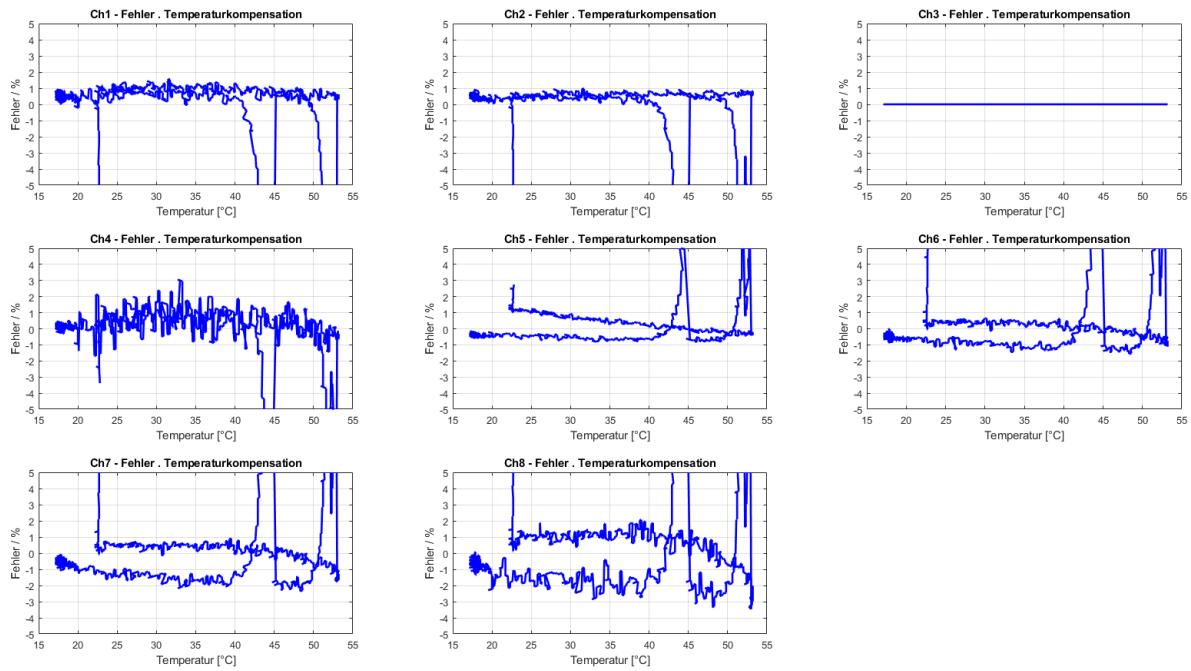


Abbildung 21, Fehler die einzelnen Detektoren des 8-fach Sensors, Test im Klimaschrank mit leerer Messzelle (Ausreißer durch Einfluss Tröpfchen von Restfluid im Sensor)

Im Kalibrierprozess des 8-fach IR-Sensoren wird zunächst die Temperaturkalibrierung durchgeführt und im Anschluss erfolgt die spektrale Kalibrierung des IR Sensors. Hierzu wird der 8-fach IR-Sensor an Luft gemessen sowie mit einem Referenzfluid (Heptan) gefüllt, dessen IR-Spektrum im Labor bestimmt wurde. Anhand der Messwerte und der spektralen Information aus dem Labor werden die Kalibrierfaktoren berechnet, sodass der spektrale Verlauf einem Laborgerät nahekommt.

3.2.7. IR Sensor, Systemtests

3.2.7.1. Vergleich mit Laborspektrometer

In Abbildung 22 sind die Transmissionsspektren einer Hydraulikflüssigkeit (Shell Tellus S2) von einem Laborspektrometer als auch der angedeutete spektrale Verlauf der einzelnen Detektorkanäle des 8-fach IR-Sensors zu sehen. Die Messung wurde dabei bereits im Durchflussbetrieb mit einer externen Pumpe durchgeführt. Dem Fluid, welches mit dem IR Sensor gemessen wurde, wurden zusätzlich geringe Mengen an Carbonsäure zugegeben, um die Verringerung der Transmission im Bereich der Carbonylbande zu beobachten. Der Bereich der charakteristischen COOH-Schwingung ist in Abbildung 22 gezeigt.

Abbildung 23 zeigt die absoluten Ergebnisse der Transmissionsmessung aus der Messung mit dem 8-fach-Detektor aufgetragen gegen die Transmissionsergebnisse aus der FTIR Messung aus, welche in Abbildung 22 zu sehen ist.

Bei direkten Vergleich der Ergebnisse von FTIR und IR Sensor (Abbildung 24) zeigt sich, dass im Absorptionsbereich der Carbonsäure (1720cm^{-1}) von FTIR und IR Sensor vergleichbare Signalveränderungen aufgetreten sind. In allen Messkanälen traten bis zu 20% Abweichung auf.

Hierbei zeigt sich, dass gerade im Bereich der niedrigeren Wellenzahlen ein größerer Fehler vorliegt. Für zukünftige Sensoren ist somit eine Anpassung der Kalibrierfaktoren erforderlich.

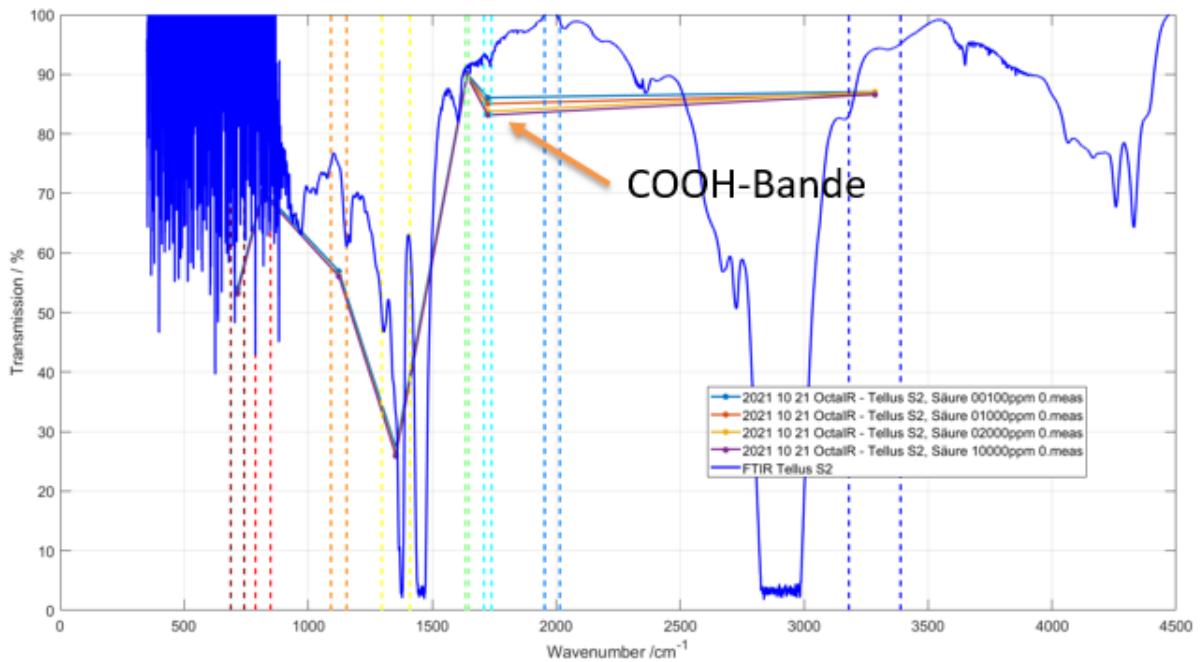


Abbildung 22, Transmissionsmessung an Shell Tellus S2 mit Carbonsäureanteil mit einem FTIR. Die verschiedenen Messbereiche des 8-fach Detektors wurden durch die farblich codierten gestrichelten Linien mit eingezzeichnet

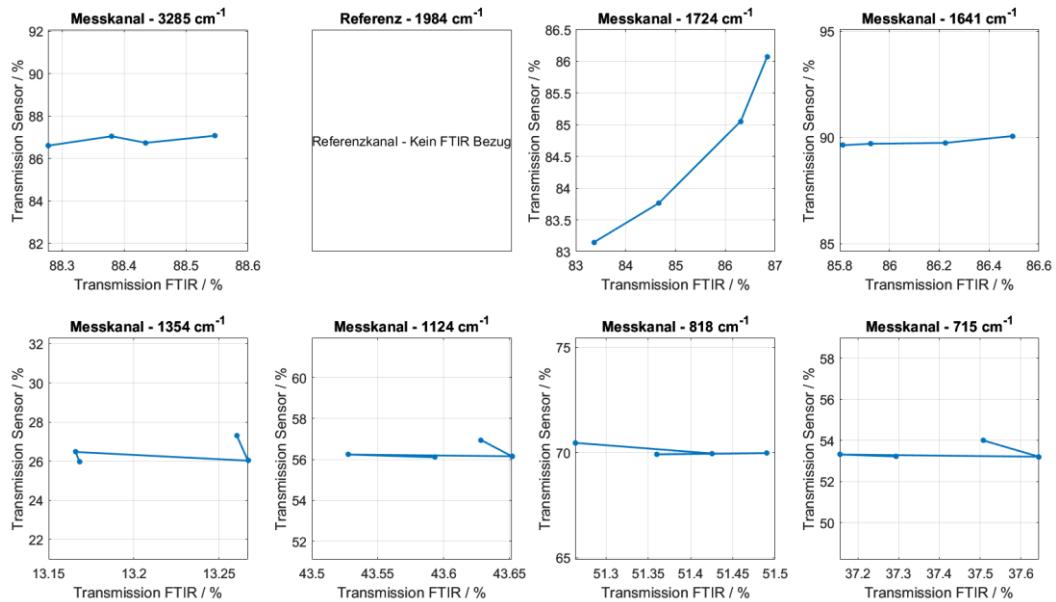


Abbildung 23, Korrespondierende Messung mit 8-dfach Detektor an Shell Tellus S2 mit Carbonsäureanteil zur FTIR Messung aus Abbildung 22

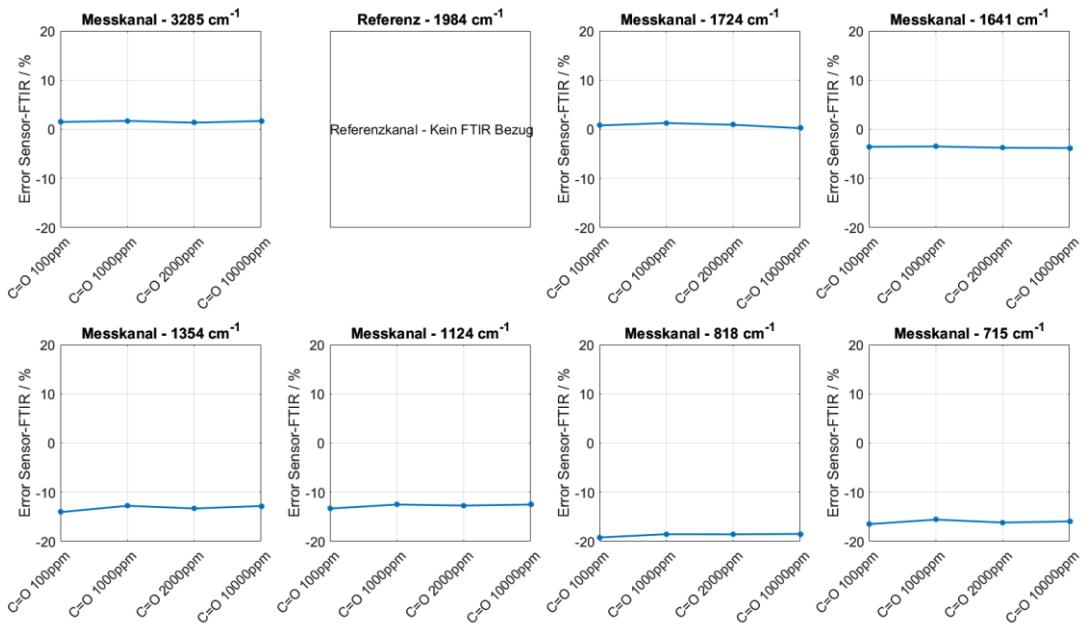


Abbildung 24, Fehler FTIR Messung gegen Sensor Messung von Shell Tellus S2 mit Carbonsäureanteil.

3.2.7.2. Temperaturtest

Da im Rahmen der anstehenden Prüfstandversuche Temperaturen über 50°C zu erwarten waren, wurde eine Prüfung des IR Sensors im Klimaschrank mit Temperaturen bis 75°C durchgeführt, siehe Abbildung 25.

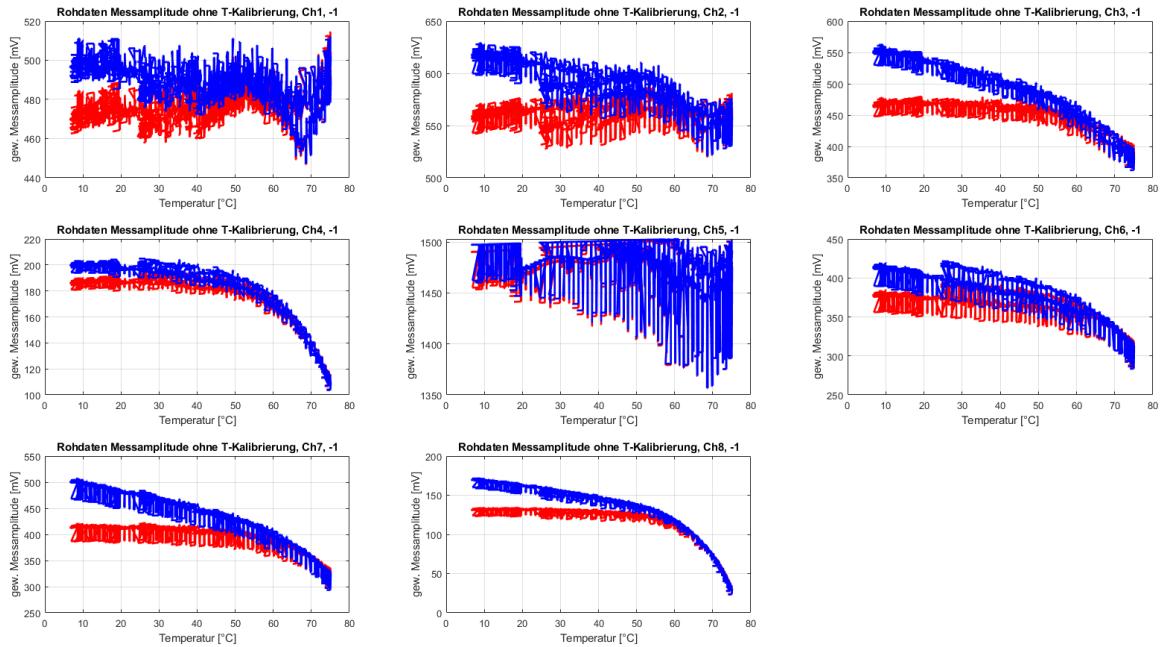


Abbildung 25, IR Sensor im Klimaschrank 5...75°C; rot: temperaturkompensiert, blau: nicht temperaturkompensiert

Hierbei zeigte sich, dass bei nahezu allen Messkanälen bei ca. 55°C eine Signalveränderung auftritt, die von der Temperaturkompensation nicht korrigiert werden kann. Da im Bereich der Emissionselektronik sowie Detektorelektronik keine Probleme festgestellt werden konnten, sowie die IR-Quellen in Temperaturbereichen weit über den veränderten

Umgebungstemperaturen betrieben werden können, ist vermutlich der Detektor für dieses Verhalten verantwortlich. Dahingehen ist für die Messung am Prüfstand des IWM eine maximale Temperatur von 50°C einzuhalten, da es ansonsten zu nicht korrigierten temperaturbedingten Signaländerungen kommen kann.

3.2.7.3. Laborversuche im Umlaufprüfstand

Im Nachgang zu den Versuchen am IWM (siehe Abschnitt 3.3.1) wurde ein zusätzlicher Dauertest über mehrere Monate im Labor der Vorentwicklung gestartet.

Hierbei wurde der gleiche Sensor genutzt, allerdings mit der IR-Quelle von Microhybrid ausgestattet, da vermutet wurde, dass der Sensordrift aufgrund fehlender Alterungsstabilität der IR-Quelle von Infrasolid verursacht wurde.

Im Versuch wurde ein Fluid von Shell genutzt und zeitlich begrenzt Carbonsäure, Wasser und Erwärmung ausgesetzt. Der Versuch wurde mit Probenanalysen des HYDAC Labors begleitet. Hierbei zeigte sich, dass die gemessenen Veränderungen fluidspezifisch sind und kein Drift des Sensors vorliegt.

Die Zugabe von 5000ppm Carbonsäure führt zu einer starken Signalabnahme (10%) bei 1724cm-1. Teilweise sind hier auch in den anderen Teilbereichen des Spektrum kleinere Signalveränderungen zusehen die mit dem Absorptionsspektrum der Carbonsäure zusammen hängen. Obwohl beispielsweise bei 1724cm-1 (C=O-Bindung) und 3285cm-1 (-OH-Bindung) der Signalrückgang sich im weiteren Versuch wieder teilweise ausgleicht, so ist im Bereich 1124cm-1 (Verschleißadditiv, C-O) kein Rückgang der Transmission zu beobachten, was auf eine bleibende Verunreinigung beispielsweise durch ein Abbauprodukt schließen lässt.

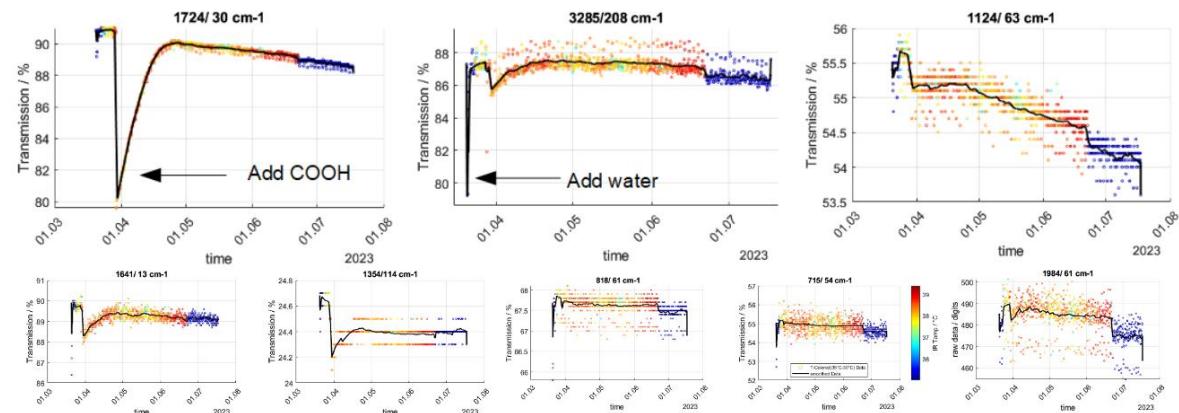


Abbildung 26, Sensorergebnisse des Dauerlaufs im Labor der Vorentwicklung

3.2.8. Sensorsystem, Aufbau

Zur Integration des IR Sensors und der weiteren Sensoren wurde ein System aufgebaut, welches aus einer Datenerfassungseinheit mit Spannungsversorgung und einem Hydraulikkreis aufgebaut ist. Es besitzt eine externe Pumpe, die durch die Datenerfassungseinheit gesteuert werden kann (siehe Abbildung 27).

Die eingebauten Sensoren sind an die Datenerfassung angeschlossen und werden kontinuierlich ausgelesen.

Mittels des Softwareprotokolls HSP (HydacSimpleProtocol) kann eine TCP-Verbindung zur Datenerfassungseinheit aufgebaut werden, um die aktuellen Messwerte der Sensoren auszulesen.



Abbildung 27, Sensorsystem; links: Datenerfassung mit Spannungsversorgung; rechts: Hydraulikkreis mit eingebundenen Sensoren

In Abbildung 28 ist der schematische Aufbau nochmals dargestellt. Die Sensorik kann über Zulauf und Rücklauf an jede Stelle des zu untersuchenden Systems angeschlossen werden. Die elektrische Versorgung wird über einen 230V Anschluss realisiert. In Abstimmung mit dem Konsortialpartner QASS wurde die Datenverarbeitung in das QASS Datenerfassungssystem realisiert.

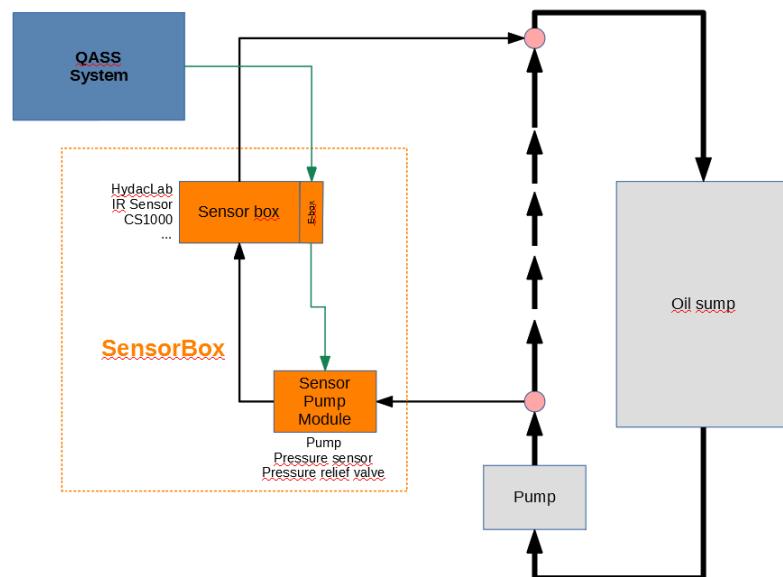


Abbildung 28, Schematischer Aufbau der Sensorik

Der Prüfstand wurde mit CS1000, 8-fach IR Sensor, HYDACLlab und Brechungsindexsensor (Versuchssensor ohne weitere Betrachtung) an das Fraunhofer IWM übergeben und dort in den 2-Scheibenprüfstand integriert.

3.3. Arbeitsschwerpunkt 3 – Datenaufbereitung

Im Arbeitspaket Datenaufbereitung wurden die in Vorprojekten erarbeiteten MATLAB-Analysetools um die im Projekt neu hinzukommenden Messgrößen (Viskosität, Brechungsindex und erweiterter IR-

Bereich) erweitert. Somit wurde die Grundlage für die Analyse der im weiteren Projektverlauf zu gewinnenden Prüfstandsdaten gelegt.

Die Sensorik wurde beim IWM Fraunhofer in den 2 Scheibenprüfstand tankseitig eingebunden. Hier wurden einerseits Ölalterungsversuche unternommen, aber auch RNT-Analysen zum Verschleiß der Scheiben durchgeführt.

Als Sensoren wurden die Sensorinformationen von IR Sensor und HYDACLab zur Untersuchung des Ölzustands ausgewertet. Informationen bzgl. der Partikelkontamination im Bereich 4, 6 und 14 μ m konnten durch den CS1000 ausgewertet werden.

3.3.1. IR Sensor

Im Prüfstand wurden verschiedene Test durchgeführt unter anderem wurde Wasser in verschiedenen Mengen zugegeben. Exemplarisch ist in Abbildung 29 ein Versuch dargestellt bei dem Wasser (Start 24.8.22, Dauer 1Tag, 0,16ml/min) zugegeben wurde.

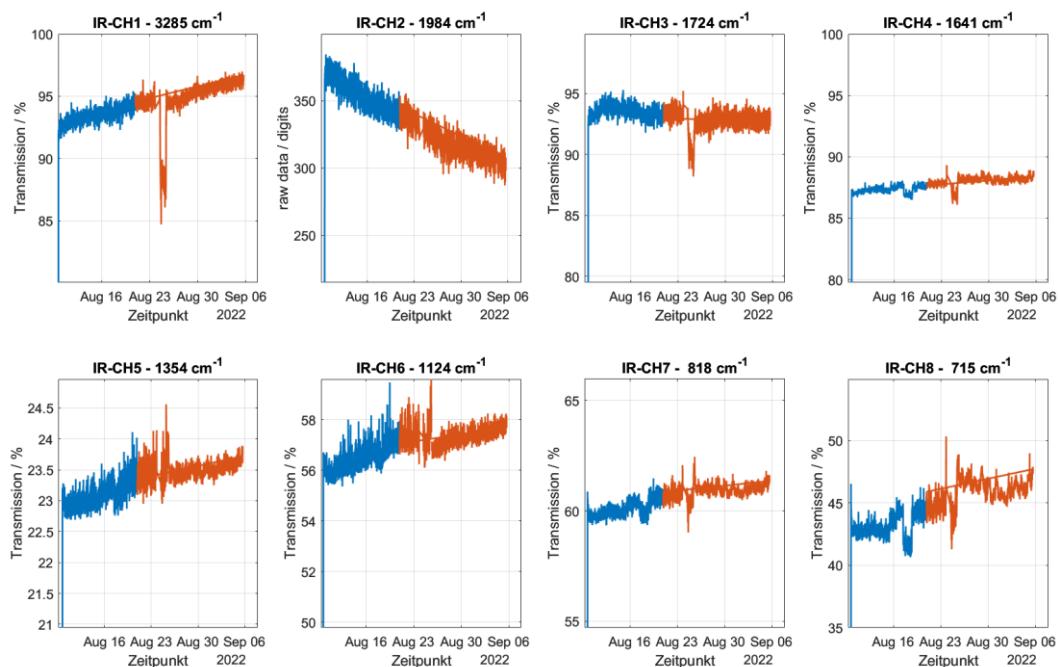


Abbildung 29, IR Sensor, IWM Versuche, Langzeitversuch mit Wasserzugabe 0,16ml/min

Bei Wasserzugabe ist in den Messkanälen 3265cm-1, 1724cm-1, 1641cm-1 eine Reaktion zu sehen. Diese Reaktion entspricht den Bereichen der OH-Schwingung des Wassers:

- OH-Streckschwingung 3000...4000cm-1
- OH-Deformationsschwingung 1600...1700cm-1

In Verbindung mit den Halbwertbreiten der verwendeten IR-Filter war daher auch mit einer entsprechenden Reaktion in diesen Bereichen zu rechnen gewesen.

Die Detektortemperatur liegt im Versuchszeitraum zwischen 50...60°C (siehe Abbildung 30), sodass hier bereits der zulässige Temperaturbereich bis 50°C überschritten wurde. Somit ist eine Temperaturkompensation nur bedingt möglich und es konnte zu temperaturbedingten Veränderungen in den Messsignalen kommen.

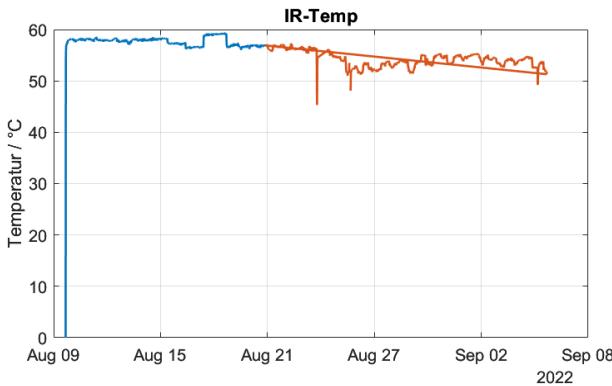


Abbildung 30, Temperatur des IR Sensors (Detektortemperatur)

Im Langzeitrend war eine stetige Veränderung des Signals zu bemerken, welche in den parallel vom IWM durchgeführten IR-Spektren nicht wiedergefunden werden konnte. Der sich hierbei abzeichnende Sensordrift wurde weitergehend untersucht. Durch den Tausch der IR-Quelle (Infrasolid --> Microhybrid) konnte kein Sensordriften mehr festgestellt werden. Daher können seitens der Versuchsauswertung nur kurzzeitige Veränderungen zugeordnet werden.

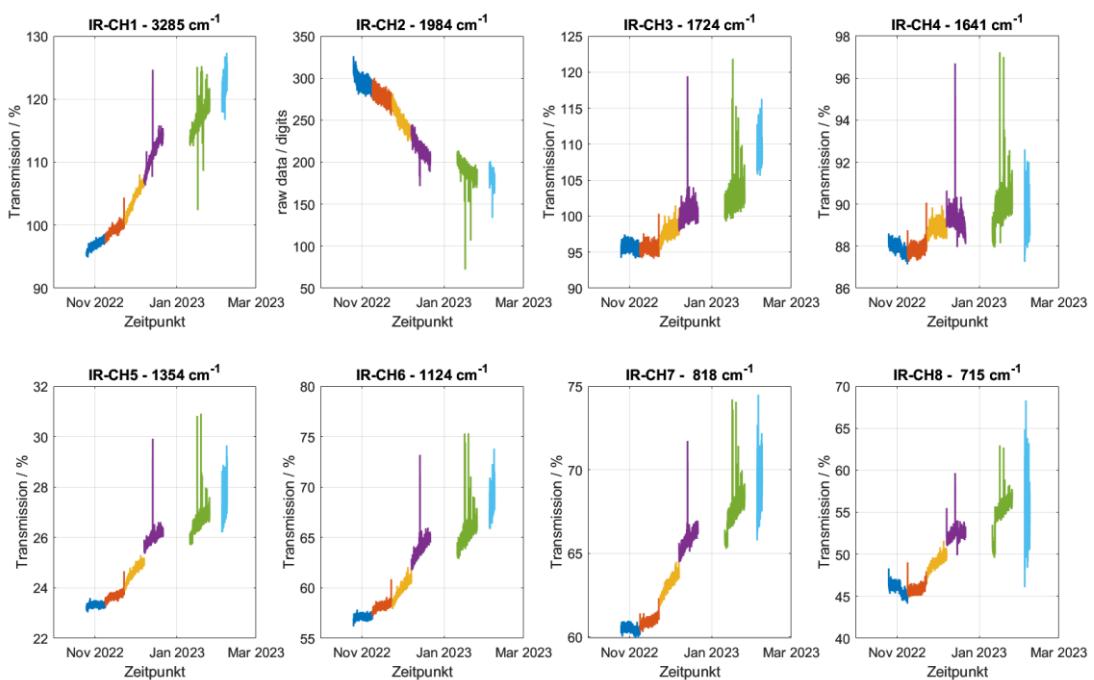


Abbildung 31, IR Sensor, IWM vollständige Versuchsreihe

In Abbildung 31 sind die Messsignale des IR-Sensors der vollständigen Versuchsreihe am IWM gezeigt. Abbildung 32 zeigt den Temperaturverlauf der Messreihe. Durch die nahezu konstanten Temperaturbedingungen zwischen 50...55°C sollte der temperaturbedingte Einfluss auf die Messsignale gering sein auch wenn die Temperatur außerhalb des spezifizierten Bereich lag. Allerdings setzt sich der Trend des Sensorsignaldrifts in Abbildung 31 fort, sodass

Langzeitveränderungen, die beispielsweise durch die parallelen IR-Laboranalysen (siehe Abbildung 33) begleitet wurden, nicht korrelierten.

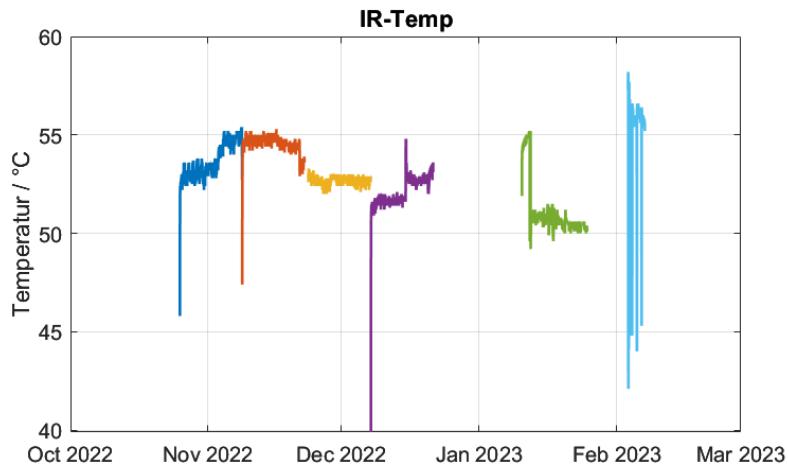


Abbildung 32, Temperaturverlauf der IWM Versuchsreihe

Entsprechend der Ergebnisse der Laboranalysen wäre ein verringertes Messsignal im Bereich der Carbonylbande (1724cm^{-1}) durch Alterung des Fluides zu erwarten gewesen. Im Bereich 1624cm^{-1} zeigt sich eine Zunahme der Transmission welche durch den Abbau eines Antioxidationsadditivs begründbar ist.

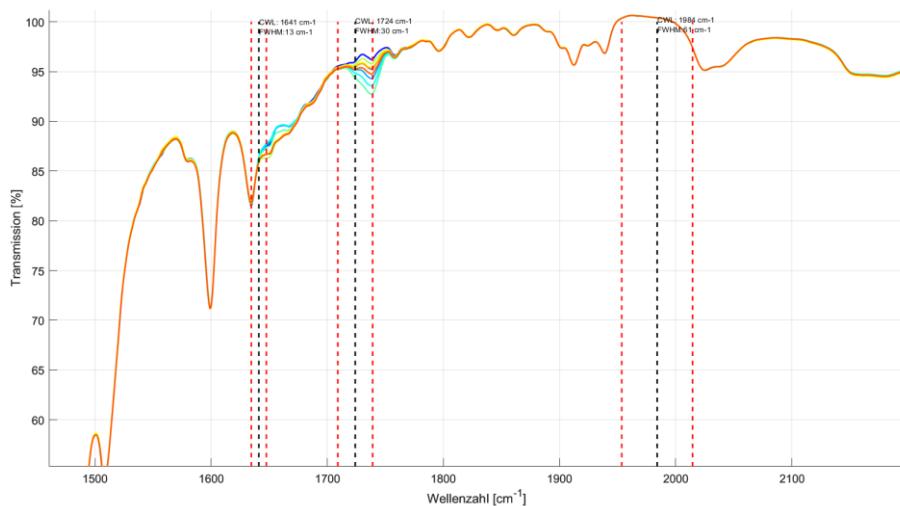


Abbildung 33, IR Spektren der IWM-Versuchsreihe

3.3.2. HYDACLab

Repräsentativ für das HYDACLab ist der Versuchszeitraum im August 2022 in Abbildung 34 dargestellt. Im Versuchszeitraum schwankt die Temperatur im Bereich $50\ldots60^\circ\text{C}$. Seitens der Dielektrizitätszahl ist ein leichter Abfall (-4%) zu beobachten, was durch die Verringerung polare Moleküle (z.B. Additive) durch den Ölverschleiß zu erklären ist.

Im Bereich der Leitfähigkeit ist keine Veränderung zu bemerken. Die Signalstreuung liegt hier um den Mittelwert 0.15 nS/m bei $\pm 0.10\text{ nS/m}$.

Zum Ende des Versuchs (24.8.22) wurde dem Öl Wasser zugegeben. Hier überschritt die Menge des

Löslichkeitspunkt von Wasser im Öl, sodass die relative Feuchte im Fluid auf 100% anstieg. Die zugegebene Wassermenge beeinflusst hierbei auch die Leitfähigkeit in geringem Maße.

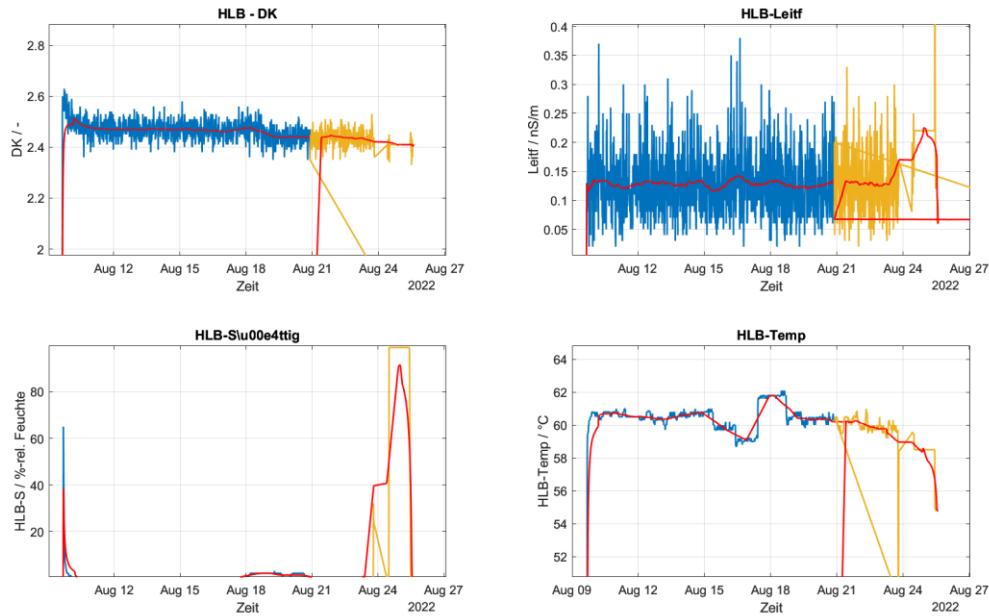


Abbildung 34, Versuchszeitraum exemplarisch für das HYDACLab mit Wasserzugabe

3.3.3. CS1000

In Abbildung 35 ist ein Versuchszeitraum mit Wasserzugabe des CS1000 exemplarisch dargestellt. Bei Betrachtung des Verschmutzungsgrades im Prüfsystem sind anfänglich 20/17/15 zu sehen. Bei Versuchsende haben sich die Ölreinheiten auf 17/15/10 durch Sedimentation verändert (kein Filter eingebaut). Die empfohlene Ölreinheiten für Windkraftanlagen sollten gemäß AGMA im Bereich 17/15/12 (4/6/14µm) liegen.

Wie schon zuvor erwähnt, wurde am 24.8 dem Öl Wasser zugegeben, welches laut HYDACLab, als freies Wasser im Öl vorliegt. Das freie Wasser wird in allen Messkanälen erkannt und resultiert in einer Partikelklasse von 24/24/20, welche sich jedoch wieder durch verdunsten bzw. absetzen des Wassers im Tank zu den Anfangswerten in den folgenden Tagen normalisiert hat.

Durch die Wasserzugabe entsteht eine Eintrübung des Öls, sodass die LED Leitung (CS-Drive) des CS1000 automatisch nachgeregelt hat..

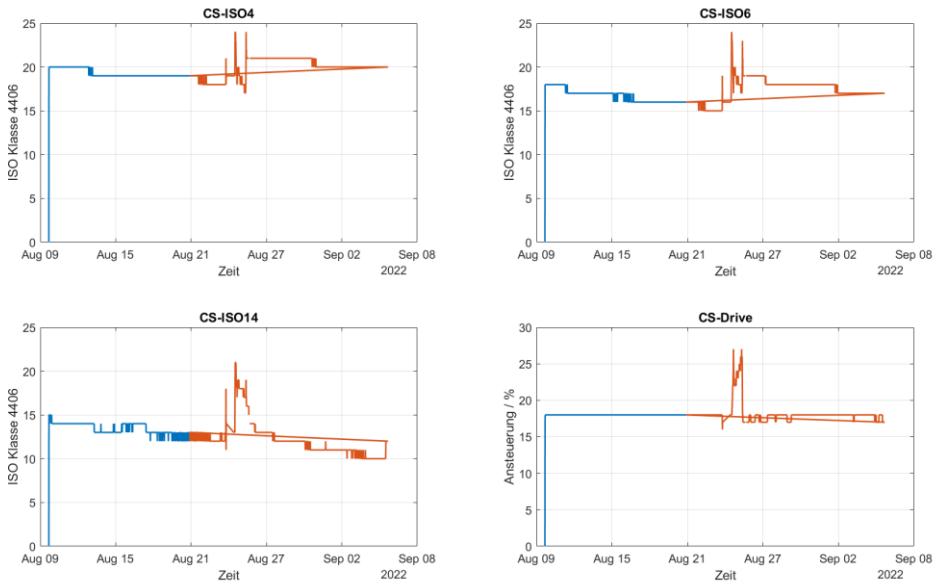


Abbildung 35, Versuchszeitraum exemplarisch für das CS1000 mit Wasserzugabe

3.4. Arbeitsschwerpunkt 4 – Lebensdauermodelle

Im Arbeitspaket Lebensdauermodelle unterstützte HYDAC die Projektpartner mit eigenem Knowhow. Somit kann über die Kopplung gewonnener Onlinemessdaten und den zugehörigen Offlinedaten in Verbindung mit den Lebensdauermodellen eine gezielte Aussage über das Fluid im Prozess getroffen werden.

3.5. Arbeitsschwerpunkt 5 – Webdienstleistungen

Im Arbeitspaket Webdienstleistungen unterstützte HYDAC die Projektpartner mit inhaltlichem Knowhow, welches aus dem Unternehmensverbund bzgl. Anforderungen einer Webplattform zusammengetragen wurde.

3.6. Arbeitsschwerpunkt 6 – Ölreparatur

In der Abstimmung mit den Konsortialpartnern wurde der inhaltliche Rahmen im Arbeitsschwerpunkt Ölreparatur auf das Vorbereiten des Fluides zur gezielten Zugabe eines Additivpakets gesetzt. Die beinhaltet sowohl das gezielte breitbandige oder selektive Entfernen des im Fluid noch vorhandenen teilweise verbrauchten Additivpaketes und der entstandenen Alterungsprodukte, sowie das nachfolgende Zudosieren eines Additivkomplettpakets. Daraufhin wurde zunächst untersucht

inwiefern ein komplettes bzw. selektives Entfernen (Filtrieren) von Additiven unter technischen Maßstäben möglich ist.

3.6.1. Selektives/Breitbandiges Filtrieren von Additiven

Zur genaueren Untersuchung inwiefern einem Testfluid gezielt Additive entzogen werden können, wurde ein Aufbau zur Filtration aufgebaut, siehe Abbildung 36. Der Aufbau besteht aus einem Tank aus dem mittels Pumpe (300ml/min) ein Fluid entweder umgewälzt wird oder durch ein Filtermedium (Harz) in einem Filtrationsrohr geführt wird. Dabei kann das Fluid sensorisch überwacht werden. Ebenfalls wurden in regelmäßigen Abständen Proben gezogen und diese im HYDAC Labor untersucht.

Je nach verwendetem Filtermedium soll dem Fluid selektiv oder breitbandig Komponenten entzogen werden. Die Abstimmung des verwendeten Filtermediums in Bezug auf dessen Selektivität wurde mit HYDAC Filtersystem und deren Zulieferer abgestimmt.

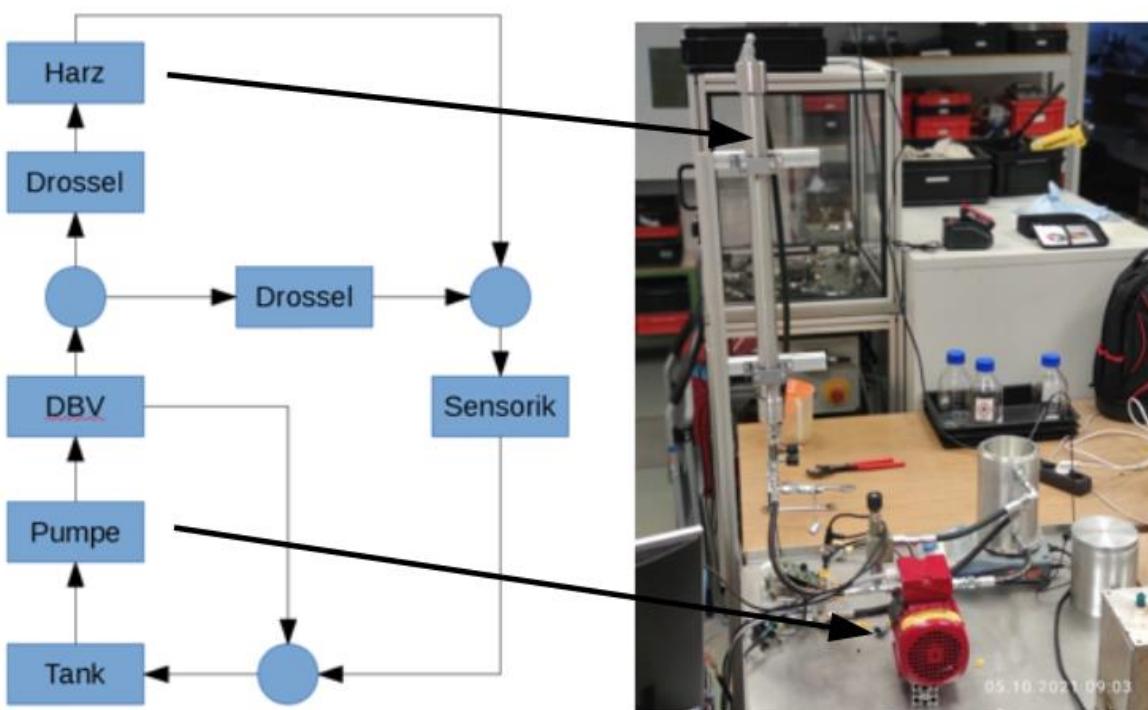


Abbildung 36, Filtrationsaufbau; links: Schematischer Aufbau; rechts: Laboraufbau

In Abbildung 38 ist das Absorbanzspektrum eines Filtrationsversuchs mit einem Ionenaustauscherharz der Fa. Purolite tabellarisch gezeigt. Es wurden 1L frisches Testfluid, welches von der Fa. FUCHS zur Verfügung gestellt wurde, und 300ml (200g) Ionenaustauscherharz verwendet. Im Versuch wurde bei Raumtemperatur das Ionenaustauscherharz vom Fluid 23h durchströmt. Hierbei wurden Proben gezogen und vom HYDAC Labor mittels FTIR Spektroskopie untersucht. Ziel des Versuchs war die Untersuchung wie schnell und wie weit sich ein Fluid durch die Filtration mit einem Ionenaustauscherharz verändert lässt. Dabei sollte sich das Grundöl, repräsentiert durch die breite CH-Schwingung im Bereich 3000cm⁻¹, nicht verändern, allerdings sollten sich Veränderungen im Bereich der Additivierung einstellen.

Ein Übersicht der verwendeten Additivkomponenten ist in Abbildung 37 dargestellt. Auf Basis der chemischen Struktur des jeweiligen Additivs wurden die charakteristischen IR Bereiche abgeleitet in

den durch Filtration Veränderungen möglich sind.

Die funktionellen Gruppen innerhalb der Additive sind teilweise identisch, sodass sich eine Zuordnung der einzelnen Additive nicht einfach durchführen ließ. Dahingehend wurde im ersten Versuch die Veränderung der Additive nur exemplarisch berücksichtigt.

Name	funktionelle Gruppe	charakteristische Wellenzahlen / cm-1	Erscheinung	Name	funktionelle Gruppe	charakteristische Wellenzahlen / cm-1	Erscheinung
2,6-di-tert-butyl-p-cresol	arom-OH	3650		1-Propene, 2-methyl-, sulfurized (sulfurized isobutylene)	CH3, CH2	2900	breit
	Aromate	1630				1500	breit
		810				1375	
		730			C-S	890	
		1055				816	
Amin, C11-C14-verzweigtes Alkyl-, Monoxyhexyl und Dihexylphosphat	P=O	1190		2,5-bis(tert-nonyldithio)-1,3,4-thiadiazol	CH3, CH2	2900	
	P-O-C	1160				1500	
	O=P-OH	2600				1375	
	O-H	3300	breit		C=N	1608	
	C-N	1281			C-S	1110	
		1050				890	
	N-H	1619				815	
		780		O, O, O-Triphenylthiophosphat	Aromate	1630	
	CH3, CH2	2900	breit			810	
		1500	breit			730	
		1375			P=S	690	
Anilin, N-Phenyl-, Reaktionsprodukt mit 2,4,4-Trimethylpenten	C-N	1050			P-O-C	1178	
	Aromate	1630			O-C (arom)	1160	
		810				1110	
		730			P-OR	940	
	N-H	1500		1-sec-Hexadecylnaphthalene	CH3, CH2	2900	breit
		620				1500	breit
						1375	
					CH-aromatisch	3064	
					Aromate	1630	
						810	
						730	

Abbildung 37, Übersicht der Additivkomponenten im Testfluid

In Abbildung 38 ist das gesamte Absorbanzspektrum sowie einzelne Teilbereiche des Fluides bei verschiedenen Versuchszeiten (0h, 0,25h, 2,5h, 18h, 23h) gezeigt.

Exemplarisch kann im rechten Teilabschnitt die Veränderung des 2,6-di-tert-butyl-p-cresol (Phenolisches Antioxidant) nachvollzogen werden. Durch die Filtration reduziert sich das Antioxidant um 15% innerhalb von 23h. Der Spektrale Anteil der Grundölkomponente (2700...3000cm-1) blieb hingegen unverändert. Auch andere funktionelle Gruppen, denen Additiven zugeordnet werden können, zeigten abnehmendes Verhalten. Allerdings sind diese Veränderungen in Bezug auf die angewendete Untersuchungsdauer sowie das Volumenverhältnis von Filtrationsmedium und Fluid sehr gering. Zur Bestimmung des Aufwands zur vollständigen Entnahme des Additivpaketes wurden weitere Versuche in Verbindung mit der HYDAC Filtersystems durchgeführt.

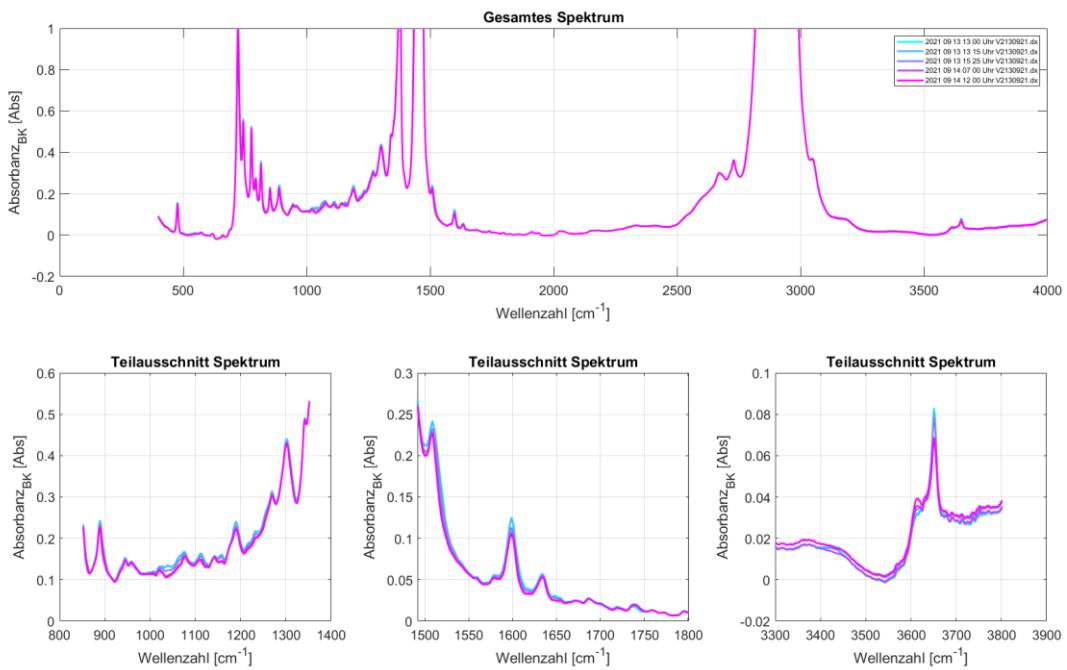


Abbildung 38, Spektren eines Filterversuchs; oben: Gesamtes Absorbanzspektrum; unten: Zoom-In in einzelne Teilbereiche des Gesamtspektrums

Die Versuche bei HYDAC Filtersystems wurden sowohl mit frischem, aber auch mit künstlich gealtertem Testfluid durchgeführt. Beide Fluide wurden vom Projektpartner zur Verfügung gestellt. Es wurden verschiedene Ionenaustauscherharze der Firmen Purolite und Resinex untersucht, siehe Tabelle 1.

Firma	Purolite				Resinex			
Name	A100DR	PAD600	PAD900	PPC150	AB-1	TPX4500	TPX4507	TPX4510
Porengröße	300...1200µm	90A	200A	750µm	keine Information	keine Information	keine Information	keine Information
Selektiv	ja	breitbandig	breitbandig	ja	ja	ja	ja	ja
Selektivität	Säuren			Mineralische Bestandteile	Mineralische Bestandteile	Organisches Material	Organisches Material	Organisches Material

Tabelle 1, Untersuchte Ionenaustauscherharze

Für den Versuche wurden Probengläser mit Fluid und den unterschiedlichen Harzen gefüllt (siehe Abbildung 39). Im Versuch wurde ein Fluid zu Harz Masseverhältnis von 1/10 gewählt. Die

Versuchsdauer betrug 7 Tage mit täglicher Durchmischung. Das Fluid wurde nach dem Versuch im HYDAC Labor bzgl. FTIR-Spektrum und Veränderungen chem. Bestanteile (ICP) untersucht.



Abbildung 39, Mit Fluid und Ionenaustauscherharz gefüllte Probengläser

In Abbildung 40 sind die Differenzspektren (Bezug Frischöl bzw. gealtertes Öl) der jeweiligen gefilterten Fluide nach Versuchsende zu sehen. Hierbei zeigt sich gerade im Fingerprintbereich, dass die Fluide durch den Ionenaustauscher beeinflusst worden sind. Ebenfalls zeigt sich durch den breiten Anstieg bei mehreren Fluiden im Bereich der OH-Bande 3200...3500cm⁻¹, dass sich die Feuchte im Fluid erhöht hat. Dieser Einfluss ist auf die erhöhte Restfeuchte des jeweiligen Ionenaustauscherharzes zurückzuführen.

Bzgl. der Selektivität/Breitbandigkeit wurde versucht die Additive anhand der eindeutigen funktionellen Gruppen zu identifizieren.

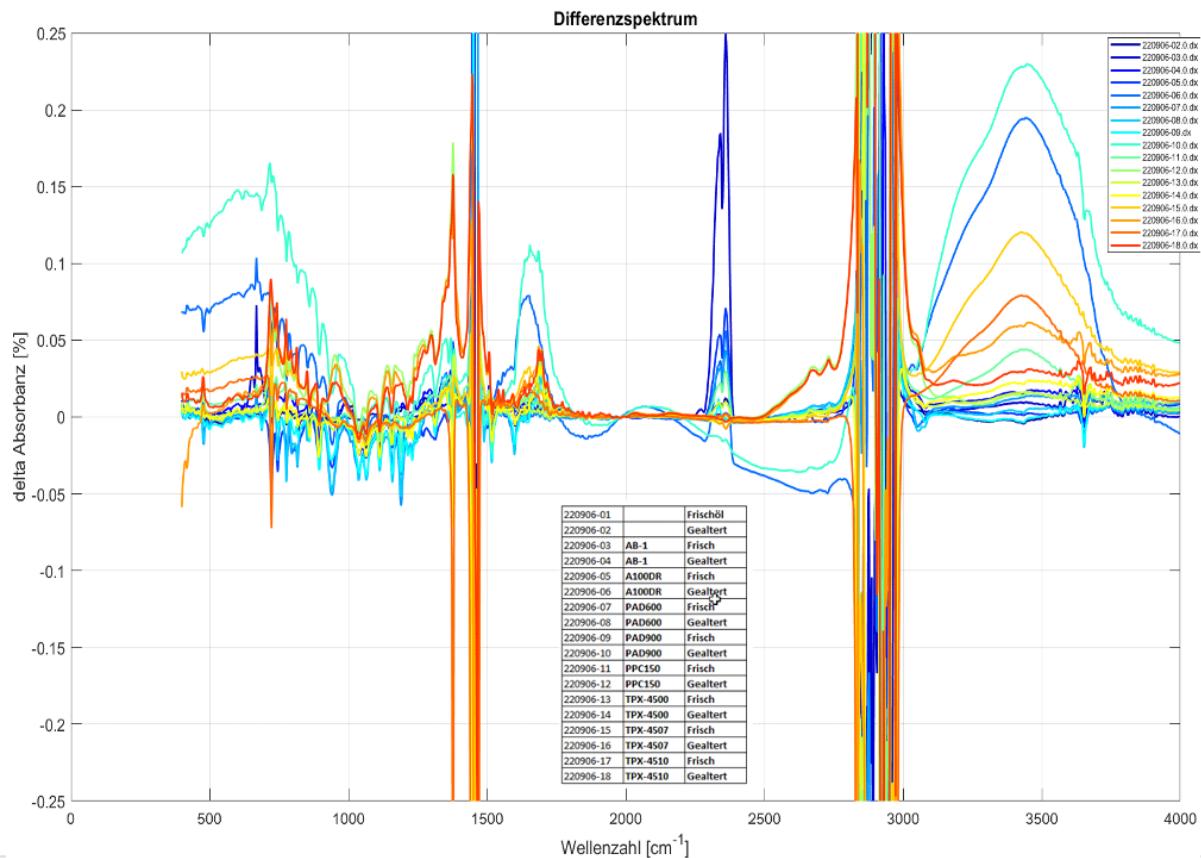


Abbildung 40, FTIR Differenzspektrum der gefilterten Fluide

Charakteristische Banden	Cresol nur bei Frischölen										Breitbandigkeit									
	arom-OH	3650	1600	1520	Amin, C11-C14... (mit 1050)	P&O	Dimethyloctadecylphosphonat	1190	1160	C.N	1050... (ohne 1190)	940	Sulf. Isobutylen(frisch)	& ...Thiadiazol (mit 1608)	C-S	740	722	P=S	Triphenylthiophosphat	Effekt
Gealtert	2																			1
AB-1	Frisch	3																		2
Gealtert	4		1																	6
A100DR	Frisch	5			1					1	1	1					1	1		5
Gealtert	6				1				1	1	1	1						1		10
PAD600	Frisch	7	1	1		1		1	1	1	1	1				1	1	1		7
Gealtert	8	1	1		1			1	1	1	1	1				1	1	1		11
PAD900	Frisch	9	1	1		1	1	1	1	1	1	1				1	1	1	1	9
Gealtert	10			1	1	1	1	1	1	1	1	1				1	1	1	1	4
PPC150	Frisch	11			1		1	1								1				2
Gealtert	12			1													1			0
TPX-4500	Frisch	13																		2
Gealtert	14																			0
TPX-4507	Frisch	15																		1
Gealtert	16																			0
TPX-4510	Frisch	17																		2
Gealtert	18																			0

Tabelle 2, Einfluss der Ionenaustauscher auf die Additive

In Tabelle 2 wurde versucht den Einfluss des Ionenaustauschers auf das jeweilige Additiv zu separieren indem spektral die jeweiligen Veränderungen für die jeweilige funktionelle Gruppe zugeteilt wurden. Hier zeigte sich beispielsweise, dass PAD900 als einziger Ionenaustauscher auf den

phenolischen Antioxidanten wirkt. Es zeigt sich aber auch, dass die Harze PAD600, PAD900 und A100DR eine sehr breitbandige Wirkung auf das Fluid zeigen, während die Harze von Resinex kaum einen Einfluss hatten.

Im HYDAC Labor wurden ICP (Inductive-Coupling-Plasma) Elementanalysen und Viskositätsanalysen durchgeführt, um auch hier den Einfluss der Ionenaustauscherharze zu untersuchen.

Das Ergebnis ist in Tabelle 3 dargestellt. Die maßgeblich durch die Elementanalyse gefunden Additivkomponenten sind Phosphor und Schwefel. Durch die künstliche Alterung des Fluides verminderte sich die Elemente Phosphor und Schwefel um ca. 10%. Die Viskosität erhöhte sich um 1,5%.

	220906-01	220906-02	220906-03	220906-05	220906-07	220906-09	220906-11	220906-13	220906-15	220906-17			220906-01	220906-02	220906-04	220906-06	220906-08	220906-10	220906-12	220906-14	220906-16	220906-18			
	Frischöl	Gealtert	Frisch			Frischöl	Gealtert	Gealtert	Gealtert	Gealtert	Gealtert	Gealtert	Gealtert	Gealtert	Gealtert										
			AB-1	A100DR	PAD600	PAD900	PPC150	TPX-4500	TPX-4507	TPX-4510				AB-1	A100DR	PAD600	PAD900	PPC150	TPX-4500	TPX-4507	TPX-4510				
Viskosität																									
40°C	361,75	5,09	-0,62	4,59	17,76	12,64	-1,23	-1,5	-0,74	-1,84				361,75	5,09	0	4,43	18	21,05	0,54	1,25	1	0		
100°C	43,4	0,26	0,1	0,45	1,61	1,05	0,12	-0,19	-3,85	1,96				43,4	0,26	0,22	0	0,74	1,82	#WERT!	0,17	0,17	-2,73	0,78	
VI	176	0	1	1	1	0	0	1	0	-16	9			176	0	1	1	1	#WERT!	0	0	-12	3		
Verschleißmetalle																									
Eisen	0	0	5	0	0	0	0	0	0	0				Eisen	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	
Chrom	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0				Chrom	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
Zinn	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0				Zinn	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
Aluminium	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0				Aluminium	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
Nickel	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0				Nickel	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
Kupfer	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0				Kupfer	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
Blei	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0				Blei	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
Mangan	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0				Mangan	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
PQ-Index	<25	#WERT!				PQ-Index	<25	#WERT!	#WERT!	#WERT!															
Additive															Additive										
Kalzium	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0				Kalzium	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	
magnesium	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0				magnesium	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
Bor	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1				Bor	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
Zink	0	0	2	0	0	0	4	0	0	5				Zink	0	0	2	0	0	0	0	0	2	2	
Phosphor	319	-30	-24	-95	-122	-90	-19	-39	-34	-58				Phosphor	319	-20	-15	-76	-110	-80	-12	-37	-28	-28	
Barium	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0				Barium	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
Molybdän	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0				Molybdän	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
Schwefel	4052	-49	-236	-41	-107	-897	-149	-56	-303	-348				Schwefel	4052	-49	63	-732	-876	-712	-164	-170	-3	-137	
Verunreinigung															Verunreinigung										
Silizium (Staub)	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0				Silizium (Staub)	0	2	0	0	1	0	0	1	1	0	
Kalium	1	0	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1				Kalium	1	0	-1	-1	0	-1	-1	-1	-1	-1	
Natrium	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0				Natrium	0	0	0	4	0	0	0	0	0	0	
Ölzustand	Oxidation	1	0	0	0	0	0	0	0	0				Ölzustand	Oxidation	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0

Tabelle 3, Differenzbetrachtung von Viskositäts- und Elementanalyse der gefilterten Fluide, links: Filtration des frischen Fluides; rechts: Filtration des gealterten Fluides

Analog zur Beurteilung der FTIR Spektren zeigte sich auch, dass die Ionenaustauscherharze AD100DR, PAD600 und PAD900 breitbandig sowohl bei phosphor- als auch schwefelhaltigen Komponenten Wirkung erzielen, wobei PAD600 die stärkste Reduzierung mit 25% erreichte. Die Harze von Resinex zeigten auch leichte Veränderungen in der Phosphor- und Schwefelkonzentration die aber mit ca. 2,5% bedeutend geringer ausfielen. Die starke Reduktion durch PAD600, PAD900 und AD100DR veränderten ebenfalls die Viskosität, wobei der Einfluss bei 40°C mit maximal 5% gegenüber 100°C mit 2,5% höher ausfiel. Dies zeigt, dass ebenfalls viskositätsverändernde Additive entfernt wurden. Der Einfluss der Ionenaustauscherharze auf das gealterte Fluid war vergleichbar.

Mit der bisherigen Versuchsdurchführung wurde allerdings noch keine vollständige Reduzierung der Additive erreicht. Daher wurde der Versuch angepasst:

- Ionenaustauscherharze: PAD600, AD100DR
- Versuchsdauer: 21 Tage
- Tägliches Vermischen
- Zusätzliches Versuchspanel mit Erneuerung des Ionenaustauscherharz alle 7 Tage
- Wöchentliche Probenuntersuchung

Die Element- und Viskositätsanalyse ist in Tabelle 4 zu sehen. Wird das Verhalten zwischen dem Versuchspanel mit Erneuerung des Ionenaustauscherharzes gegenüber der ohne Erneuerung verglichen, zeigt sich, dass bereits nach der ersten Woche ohne Erneuerung des Ionenaustauscherharzes eine Sättigung erreicht wurde. Im Rahmen der Viskositätsveränderung zeigte sich eine Diskrepanz zwischen beiden Versuchspanels von A100DR, die nicht mehr rückwirkend erklärt werden kann. Bei PAD 600 war die Veränderung der Viskosität nach einer

Woche bei beiden Versuchspanels vergleichbar. In Bezug auf die Elementanalyse, wenn eine Erneuerung des Harzes getätigigt wurde, konnte eine vollständige Reduzierung von Phosphor und eine 88%ige Reduzierung bei Schwefel mittels AD100DR erreicht werden. PAD600 erreichte bei Phosphor eine Reduzierung von 88% und bei Schwefel von 70%.

		Gleiche Harz 21 Tage				Alle 7 Tage neues Harz				Gleiche Harz 21 Tage				Alle 7 Tage neues Harz			
	Frischöl	A100DR	A100DR	A100DR	A100DR	A100DR	PAD600	PAD600	PAD600	PAD600	PAD600	PAD600	PAD600	PAD600	PAD600		
Viskosität	Harz	354,22	51,52	53,45	51,81	8,74	30,12	173,41	23,41	21,66	22,89	19,52	53,52	117,18			
40°C																	
100°C		40,91	2,73	2,87	2,64	2,66	4,17	9,72	3,979	3,84	3,92	3,92	7,1				
VI		169	-6	-6	-7	8	6	-13	4	8	8	9	9				
Wasser		0															
Verschleißmetalle	Eisen	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		
Chrom		0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		
Zinn		0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		
Aluminium		0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		
Nickel		0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		
Kupfer		0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		
Blei		0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		
Molybdän		2	-2	-2	-2	-2	-2	-2	-2	-2	-2	-2	-2	-2	-2		
PQ-Index		0															
Additive	Kalzium	0	1	1	0	0	0	1	2	0	0	0	0	0	4		
magnesium		0	0	0	0	0	1	1	1	1	0	1	0	1			
Bor		0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1		
Zink		0	0	2	0	0	2	3	0	0	0	0	0	0	4		
Phosphor		303	-255	-250	-259	-151	-270	-302	-127	-135	-133	-127	-233	-267			
Barium		0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		
Schwefel		3887	-1199	-1159	-1263	-716	-1611	-3441	-1213	-1221	-1225	-1010	-1971	-2689			
Verunreinigung	Silizium (Staub)	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	2		
Kalium		1	0	0	0	-1	-1	0	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1		
Natrium		0	0	0	0	0	0	2	2	2	2	2	4	1			

Tabelle 4, Differenzbetrachtung von Viskositäts- und Elementanalyse mit Erneuerung des Harzes

Daraus folgt, dass für eine komplette Reduzierung der phosphor- und schwefelhaltigen ein Einsatz von 40 Massen-% A100DR-Ionen austauscherharz notwendig ist.

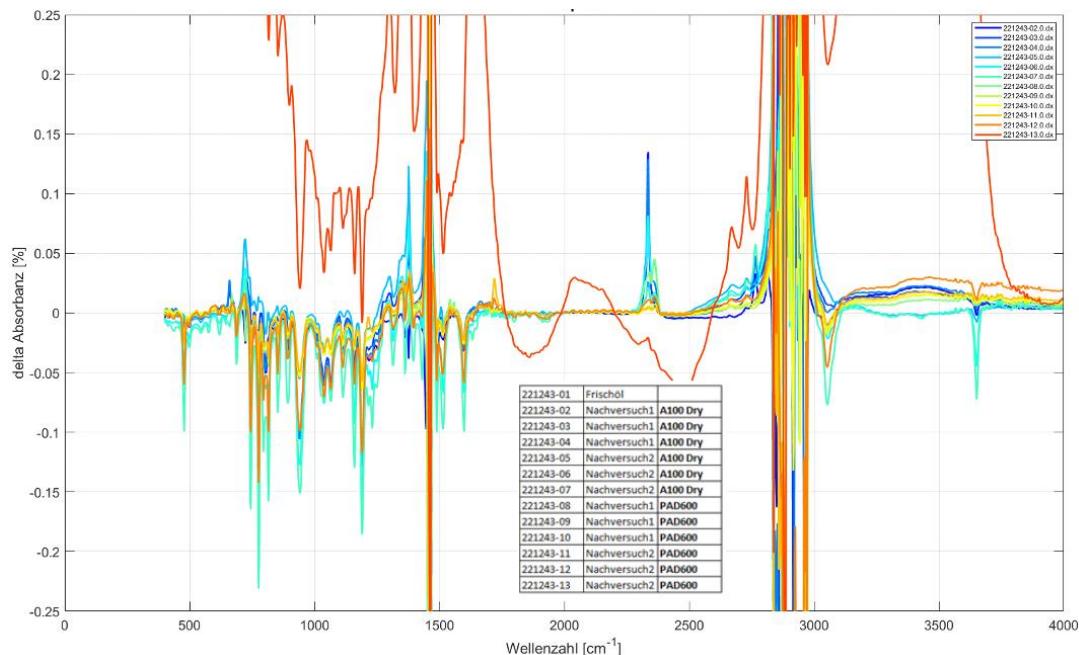


Abbildung 41, FTIR Differenzspektrum der gefilterten Fluide mit Harzerneuerung

Das Öl, bei welchen die teilweise bzw. vollständige Reduzierung der phosphor- und schwefelhaltigen Elemente ermittelt wurde, Wurde ebenfalls mit dem FTIR Differenzspektrum untersucht (Abbildung 41) und es zeigte sich ebenfalls, dass verschiedenste Bereiche die den jeweiligen Additiven

zugeordneten werden können im Spektrum maßgeblich durch A100DR mit Erneuerung (221243-07) Abbildung 41, FTIR Differenzspektrum der gefilterten Fluide mit Harzerneuerung reduziert wird. Im Gegensatz hierzu war beim PAD600 mit Erneuerung nach 21 Tagen das Spektrum komplett verändert. Grund hierfür ist, dass sich die hohe Eigenfeuchte zu einer starken Wasserverunreinigung geführt hat.

3.6.1.1. Fazit:

Mit den verwendeten Ionenaustauscherharzen konnte maßgeblich breitbandige Verringerungen der Additive erzeugt werden. Nur beim PAD 900 wurde gezielt der phenolische Antioxidant herausgefiltert.

Im Vergleich der Methoden Elementanalyse und FTIR zeigte sich, dass trotz mehrerer verschiedener Additive diese nur durch die Komponenten Phosphor und Schwefel repräsentiert wurden, während die FTIR-Analyse einen detaillierteren Blick auf die Zusammensetzung zeigte. Allerdings wurde hierbei die Zuordnung der spektralen Banden zu den Additiven durch die komplexen und teilweise überlagerten Absorptionsbanden der einzelnen funktionellen Gruppen überlagert, was die Auswertung stark erschwerte.

Die Nutzung der Ionenaustauscherharze zur vollständigen Entfernung der Additive vom Grundöl zeigte sich grundsätzlich als möglich, wobei weiterhin untersucht werden muss, inwiefern sich die veränderte Viskosität durch Wiederzugabe des Additivpaketes wieder anpassen lässt.

Dennoch ist für eine vollständige Reduzierung der Additive bei Nutzung von A100DR ein Masseverhältnis von 4:1 (Öl : Ionenaustauscher) nötig, was beispielsweise 88kg Ionenaustauscherharz bei einem 400L Öltank erfordert. Bei einem Harzpreis von 40€/kg entstehen Materialkosten von 3520€, wobei die Entsorgung bzw. Aufbereitung des Harzes im Anschluss zusätzlich berücksichtigt werden muss und das Additivpaket ebenfalls noch zugegeben werden muss. Bzgl. des Arbeitsaufwands kann die Aufwertung des Fluides sowie ein Ölaustausch als gleichwertig angesehen werden.

Dahingehend wäre zu prüfen ob eine selektive Gabe von Additiven entsprechend der Verringerung im Fluid und die gezielte Entnahme von Alterungsprodukten ein effizienter Weg darstellt.

3.6.2. Systemkonzept zur Ölreparatur

Mit dem Konsortialpartner FUCHS wurde gemeinsam ein Konzept abgestimmt, wie eine mögliche Ölreparatur ablaufen könnte (siehe Abbildung 42). Hierbei wurde als zusätzliches Modul oder als Direktintegration in eine Anlage eine mehrstufige Filtration des Fluides im System integriert und sensorisch überwacht. Bei entsprechendem Fortschritt der Reinigung des Fluides oder bei Abnahme notwendiger Additive könnte somit ein Nachfüllen von einzelnen Additiven oder eines Additivpaketes durchgeführt werden.

Eine Realisierung des Konzepts konnte im Projektrahmen nicht mehr durchgeführt werden, da zunächst ein Konzept entwickelt werden muss mit welchem Verfahren eine gezielte Filtrierung des Fluides umgesetzt werden kann.

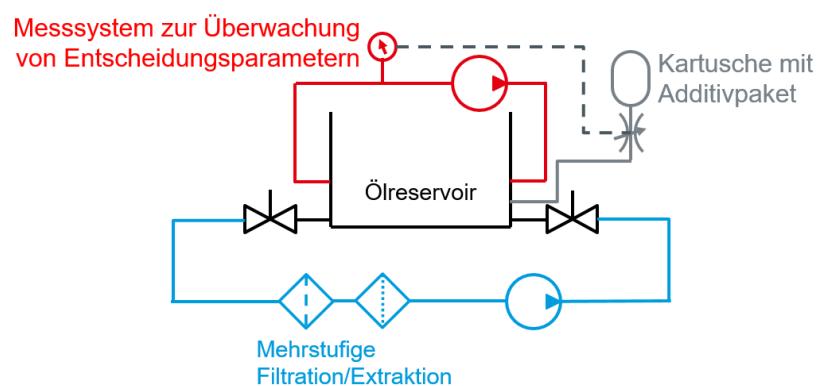


Abbildung 42, Abstimmung mit Konsortialpartner FUCHS - Konzept zur Ölreparatur

4. Wichtigste Positionen des zahlenmäßigen Nachweises

Entsprechend des ursprünglich im Antrag dargestellten Arbeitsumfangs, liegt der wesentliche Aufwand bei den Personalkosten. Diese entstanden vor allem bei der Konzeption, Realisierung und Betrieb des Sensorsystems sowie der Versuchsauswertung.

5. Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Projektarbeit

Im Teilvorhaben wurde ein grundlegend neuer Ansatz zur spektroskopischen Messung von Ölen entwickelt. In Zusammenarbeit mit den Partnern des Projektes konnten Indikatoren zur fortschrittlichen Überwachung von Ölen ermittelt werden. Insbesondere für Anwendungsgebiete, bei welchen mit Ölschmierung arbeitende Komponenten regelmäßig überwacht werden müssen, zugleich aber schwer zugänglich sind, wie es z.B. bei Windkraftanlagen der Fall ist, würde ein entsprechendes Überwachungssystem einen erheblichen ökologisch und ökonomischen Mehrwert liefern.

6. Nutzen und Verwertbarkeit des Ergebnisses, Planung für nähere Zukunft

Die im Rahmen des Projektes gewonnenen Erkenntnisse waren für alle Projektpartner ein deutlicher Know-How-Gewinn. Dennoch zeigte sich auch, dass ein neuwertiger IR Sensor, basierend auf die Detektion von 8 verschiedenen Wellenlängen erhebliche applikationsspezifische Hürden hat. So sind insbesondere Temperatur und Langzeiteffekte weiterhin als höchst anspruchsvoll zu bezeichnen und eine ausreichend stabile Ermittlung aller notwendigen Parameter müsste in zukünftigen Projekten erst erprobt werden, bevor ein Sensor eine ausreichende Industrialisierungsreife erreicht.

7. Fortschritt auf dem Gebiet des Forschungsvorhabens während der Durchführung

Über die gesamte Projektlaufzeit sind der HYDAC ELECTRONIC GMBH keine F&E Ergebnisse Dritter bekannt geworden, die für die Durchführung und Verwertung der Resultate relevant sind.

8. Erfolgte oder geplante Veröffentlichungen des Ergebnisses

Seitens der HYDAC ELECTRONIC GMBH wurden keine Ergebnisse des Lube.Life Vorhabens veröffentlicht. Zukünftige Veröffentlichungen der Partner werden wir unterstützen.