



19 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

12 **Offenlegungsschrift**  
10 **DE 195 43 289 A 1**

61 Int. Cl.<sup>8</sup>:  
**G 01 L 1/24**  
G 01 B 11/30  
G 01 N 21/89  
// G 01 B 121:02

21 Aktenzeichen: 195 43 289.4  
22 Anmeldetag: 21. 11. 95  
43 Offenlegungstag: 9. 5. 96

DE 195 43 289 A 1

Mit Einverständnis des Anmelders offengelegte Anmeldung gemäß § 31 Abs. 2 Ziffer 1 PatG

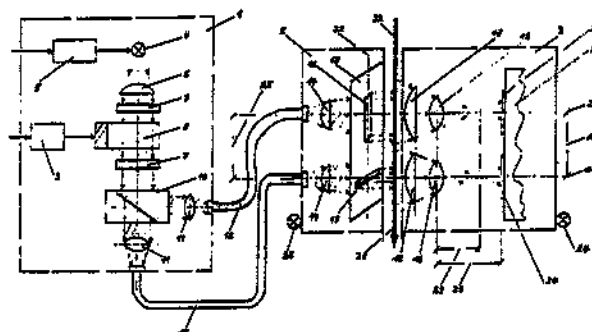
71 Anmelder:  
Große, Werner, 59399 Olfen, DE

72 Erfinder:  
gleich Anmelder

Rechercheantrag gem. § 43 Abs. 1 Satz 1 PatG ist gestellt

54 Verfahren und Vorrichtung zur opto-dynamischen Oberflächenspannungsmessung an laufenden Substraten

57 Zur opto-dynamischen in-line Oberflächenspannungsmessung wird ein Verfahren und deren Vorrichtung beschrieben, mit der die im Meßspalt (31) senkrecht durchlaufende Substratbahn (22) über zwei um 90 Grad gegeneinander versetzten Optokanäle (12/13) eine chromatische Lichtdurchstrahlung erfahren, welche auf der anderen Bahnseite durch zwei optische Detektionssysteme (20) erfassbar sind. Mittels materialspezifischer Wellenlängenwahl (8), Schlitzeblenden (16/17) und Querverschiebungen (23) der Strahlzuführungen entlang der optischen X-Achsen (27/28) ist es möglich, extreme optische Streuungen und Beugungen im Grenzschichtbereich der Substratbahn (22) zu generieren, deren transmittierte Lichtintensität nach der Detektion und entsprechender Auswertung eine direkte Relation zur absoluten Oberflächenspannung erlauben. Und dies in völliger Unabhängigkeit der materialspezifischen Einflüsse wie: Material-, Oberflächenkonsistenz, Kristallinität, Dicke, Dichte, Struktur, polarer Gruppierung, Temperatur oder der Vorbehandlungsart.



DE 195 43 289 A 1

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur opto-dynamischen, also einer berührungslosen, in-line Oberflächenspannungs- bzw. Oberflächenenergiemessung für laufende Substrate, wobei die Detektion sowohl in Quer- wie auch in Laufrichtung der Bahn erfolgen kann.

Unter laufenden Substraten oder bewegtem Bahnmaterial sind im Zusammenhang der vorliegenden Erfindung insbesondere Kunststoffolien zu verstehen, wie z. B. PE, PP, LDPE, HDPE, LLDPE, EVOH, PTFE, PET, PS, PMMA, PBMA, PVC, PA und desweiteren kaschierte oder coated Film-, Folien- oder Papierbahnen, welche eine noch meßbare optische Transmission im Wellenlängenbereich von 200 bis 8000 nm aufweisen.

Bei der Herstellung, Veredelung, Bedruckung und Weiterverarbeitung von laufenden Substratbahnen wird in sehr vielen Anwendungsfällen zur besseren Bedruck-, Beschicht- oder Klebbarkeit eine höhere Benetzung- bzw. Haftungsfähigkeit des Materiales gefordert, welche durch Oberflächenspannungserhöhungen erzielbar sind.

Bezüglich dieser komplexen physikalischen Zusammenhänge ist auf die entsprechende Fachliteratur, wie auszugsweise: J.Hansmann: Korona-Oberflächenbehandlung zur Haftungsverbesserung, Sonderdruck Papier und Kunststoffverarbeiter 4/7/81; J.Reif: Physical interaction mechanisms between laser radiation and the surface of transparent materials, Vortrag Laserkolloquium Erlangen 6.12.1989; V. Zafropoulos: Laser Ellipsometrie, Laser Magazin 5/91; Prof. Dr.-Ing. L.Dorn: Klebeflächenuntersuchungen mittels Rastertunnelmikroskop; Dr. Gerstenberg: Korona-Vorbehandlung zur Erzielung von Benetzung und Haftung, coating 7/90 und B.Johs: real-time monitoring and controlling with multi-wavelength ellipsometry, ICSE 93, zu verweisen.

Vereinfacht ist unter Oberflächenspannung bzw. Oberflächenenergie eine physikalisch meßbare Zugspannung zu verstehen, welche durch die im Grenzschichtbereich des Substrates befindlichen Moleküle und deren Adhäsionskräfte bestimmt werden. Diese energetische wie auch mechanisch anzusehende Zugspannung ist in der physikalischen Einheit Millinewton/m mN/m, früher auch dyn/cm, definiert. Zur Vereinfachung wird im weiteren Text für Oberflächenspannungsenergie auch der Begriff Oberflächenspannung benutzt.

Beispielhaft lassen sich einige Oberflächenspannungsgrundwerte von verschiedenen Substraten angeben: PS = 33 mN/m, PA = 43 mN/m, PE = 31 mN/m, PP = 29 mN/m. Im Vergleich hierzu die Angaben für einige Flüssigkeiten: Wasser = 72 mN/m, Methanol = 22 mN/m und Toluol = 28 mN/m.

Zur Oberflächenspannungserhöhung oder "molekularen Aufräuhung" der Materialoberflächen kommen industrielle Vorbehandlungsverfahren mit Lösungsmitteln, Primer, Plasma, UV-Bestrahlung, Beflammung, OZON-Begasung und Korona zur Anwendung.

Ein ganz wesentliches Qualitätskriterium der nach dem Veredelungs- oder Herstellungsprozeß entstandenen Produkte, und dies ist völlig unabhängig vom angewandten Vorbehandlungsverfahren, ist die Ein- und Konstanthaltung der material- und produktspezifisch vorgegebenen Oberflächenspannung innerhalb des Verarbeitungsprozesses. Dies gilt sowohl für eine möglichst homogene Flächenausbildung, wie auch für einen kurz- und langfristig einzuhaltenden engen Oberflä-

chenspannungsbereich, welcher durch die äußeren und Materialfaktoren, Vorbehandlungsart und Behandlungsänderungen exorbitant stark beeinflusst wird.

So liegen beispielsweise extrudierte LDPE-Folien nach deren Oberflächenspannungserhöhung, je nach Verwendung von Lösungsmittel- oder wasserlöslichen Farben für die Bedruckung, im Basisbereich von 36–46 mN/m, wobei deren Variation durchweg +/- 3 mN/m und mehr betragen kann.

Nach dem derzeitigen Stand der Technik werden diverse statische, also nicht in-line, und meist optisch arbeitende Meßverfahren zur Detektion der Oberflächenspannung für bahnförmige oder stückige Materialien angewandt, wie z. B. mit Testtinten nach ASTM-D2578-67, nach der Randwinkelmeßmethode, mittels der Rheology für Flüssigkeiten, der ESCA-Electron spectroscopy for chemical analysis oder ATR-Methode.

Die Messungen erfolgen hierbei grundsätzlich nach dem off-line Prinzip, so daß zum Maschinenstillstand oder während des laufenden Produktionsprozesses Probenentnahmen mit anschließender Oberflächenspannungsermittlung ausgeführt werden müssen, um so den gewünschten Vorbehandlungsgrad nachträglich anzupassen bzw. die einzuhaltenden Oberflächenspannungswerte auf diese Weise anzustreben.

Als die wesentlichen Patent- und Offenlegungsschriften unter der IPC G01 B 11/30 sind hierzu die: EP 003.27. 10 A1/B1, EP 023.72.21, DE 28.04.975 A1, EP 013.49.30 A1, DE 34.06.191 A1, DE 38.08.860 A1, DE 34.10.778 A1, DE 41.02.990 A1, DE 31.05.752 A1, DE 25.37.343, zu nennen.

Aus der Anmeldung DE 22.25.946 ist weiterhin bekannt, daß mit zwei optischen Einrichtungen im in-line Modus vor und nach der Vorbehandlungseinrichtung versucht wird, eine Differenzmessung der Oberflächenspannung herbeizuführen, deren Arbeitsweise aber nicht erläutert ist. Die Offenlegungsschrift DE 38.25.416 A1 hingegen beschreibt ein dynamisches Auftragsverfahren von Prüftinten auflaufende Bahnen, um so zur in-line Ermittlung der Oberflächenspannung zuzugreifen.

Zur optischen in-line Porositätsmessung an laufenden Bahnen sind in der EP 0.608.544 A2 und DE 43.02.137 A1 optische Transmissionsverfahren beschrieben, mit denen durch eine horizontale Meßkopferschiebung entlang der optischen Achse der Traversiereinrichtung und über große Bahnbreiten materialunabhängige Meßwerte als Funktion der Gasdurchlässigkeit ermittelbar sind.

Weiterhin sind traversierende und in-line arbeitende Meßsysteme für die eingangs angeführten Bahnmateriale bekannt, mit denen im optischen Transmissionsmodus eine Vielzahl von materialspezifischen Eigenschaften meßbar sind, aber keine Oberflächenspannungsmessung oder mathematische Ableitung möglich ist.

Aufgrund der produktionsellen Vorgaben und damit gestellten Kriterien zur berührungslosen in-line Oberflächenspannung an laufenden Substraten bei völliger Unbeeinflussbarkeit der Meßergebnisse von Material- und Oberflächenkonsistenz, Kristallinität, Dicke, Dichte, Struktur, polarer Formation, Temperatur, Vorbehandlungsart, bei Bahngeschwindigkeiten bis 600 m/min und Bahnbreiten bis 6 m erfüllen die statisch und beiden dynamisch arbeitenden Verfahren nicht die gewünschten Anforderungen.

Bei den angeführten Meßverfahren ist es weiterhin von Nachteil, daß zusätzliche Maschinenstillstandszeiten zur Probenentnahme oder zwischen den Testinter-

vallen unerwünschte Oberflächenspannungsschwankungen entstehen können.

Darüber hinaus ist eine direkte Prozeßsteuerung oder Regelung, CIM-Einbindung und Produktzertifizierung nicht möglich, da die Systeme off-line arbeiten.

Die Kardinalforderungen an ein berührungslos und in-line arbeitendes Oberflächenspannungsmesssystem lassen sich nach den einleitenden Ausführungen wie folgt zusammenfassen

- Verwendbarkeit für bahnförmigen Materialien wie z. B. PE, PP, LDPE, HDPE, LLDPE, EVOH, PTFE, PET, PS, PMMA, PBMA, PVC, PA, kaschierte oder coated Filme, Folien oder Papiere
- Meßunabhängigkeit von Material- und Oberflächenkonsistenz, Kristallinität, Dicke, Dichte, Struktur, polarer Gruppierung, Temperatur und Vorbehandlungsart
- Bahngeschwindigkeiten bis 600 m/min und Bahnbreiten bis 6 m
- in-line, real-time und berührungslos arbeitendes Meßverfahren
- ein-Meßkopfverfahren
- Oberflächenspannungsmessbereich von 30 bis 60 mN/m bei Reproduzierbarkeiten von  $\pm 1$  mN/m
- einfache Integrierbarkeit in vorhandene Traversiersysteme
- Rechnerbetrieb und Maschinen-Interfacing
- Unempfindlichkeit gegen äußere Einflüsse wie Staub, Dämpfe, Fremdlicht, mechanische Erschütterungen usw.
- große Wartungsfreiheit und absolute Zuverlässigkeit
- leichte Kalibrierungsmöglichkeit.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren und eine Vorrichtung anzugeben, nach der das voranstehenden Anforderungsprofil zur opto-dynamischen, also einer berührungslosen, Oberflächenspannungsmessung möglichst genau erfüllbar ist.

Das erfindungsgemäße Verfahren zur opto-dynamischen Oberflächenspannungsmessung an laufenden Substraten löst die gestellte Aufgabe durch die Merkmale des Patentanspruches 1.

Danach erfährt die im Meßspalt des Systems durchlaufende und zu messende Substratbahn über zwei um 90 Grad gegeneinander versetzte, optische Kanäle eine chromatische Durchstrahlung, welche auf der anderen Bahnseite durch zwei optisch gleiche Detektionssysteme erfassbar ist. Über eine Querverschiebung der beiden Lichtzuführungs- oder Detektoreinheiten entlang der optischen Achse ist es möglich, durch extreme Strahlwinkelverschiebungen und damit verbundene optische Streuungen und Beugungen im Grenzschichtbereich der Substrate zu generieren, deren eingefangenen Lichtphotonen und Intensität nach der entsprechenden Auswertung über einen konventionellen Personalcomputer eine direkte Relation zur Oberflächenspannung, in Unabhängigkeit der eingangs genannten Materialeinflüsse, ermöglichen.

Erfindungsgemäß ist erkannt worden, daß bei einer zweikanaligen um 90 Grad gedrehten optischen Durchstrahlung des laufenden Bahnmaterials und extreme Strahlwinkelverschiebungen der optischen Achsen notwendig sind, um die gewünschten Streu- und Beugungseffekte im Grenzschichtbereich, sowohl in horizontaler wie auch in vertikaler Richtung, bei unterschiedlichen

Wellenlängen zu generieren, detektionstechnisch einzufangen und auszuwerten. Erst die Kombination von horizontaler und vertikaler Strahlengangführung und der wellenlängenspezifischen Wahl zum eingesetzten Substrat ermöglicht die Eliminierung der materialspezifischen Einflüsse, so daß beim optischen Durchstrahlen der Grenzschichtbereiche und deren dort befindlichen polaren Gruppen eine Meßgröße ermittelbar ist, welche in eindeutiger Korrelation zur physikalischen Oberflächenspannung steht.

Dies erfolgt im Relativmeßverfahren über die Differenzbildung zwischen zwei unterschiedlichen Oberflächenspannungswerten bei materialgleichen Substraten.

Aus diesen fundamentalen Erkenntnissen ist das erfinderische optodynamische Oberflächenspannungsmessverfahren und deren Vorrichtung für laufende Substrate entstanden, welche die eingangs aufgestellten Anforderungen und aufgezeigten Meßvorteile in idealer Weise erfüllt und einen in-line Systemeinsetz ermöglicht.

Ein weiterer großer Vorteil des erfinderischen Meßverfahrens besteht darin, daß die gesamte optische Anordnung innerhalb eines Meßkopfgehäuses integrierbar ist und somit auf industriell vorhandene Traversiersysteme aufgebaut und dort prozeßtechnisch eingebunden werden kann.

Gleichermaßen ist es möglich, das Meßkopfsystem auch autark an Extruder- oder Vorbehandlungsanlagen zu betreiben, in deren Steuerungs- und Regelprozesse einzubinden und für die so hergestellten Substratprodukte eine in-line Zertifizierung zu ermöglichen. Dies ist ein weiterer großer Vorteil des erfinderischen Verfahrens, welcher produktions- und wirtschaftlich gänzlich neue Dimensionen eröffnet.

Die eingangs genannte Aufgabe wird ferner von einer Vorrichtung zur opto-dynamischen Oberflächenspannungsmessung an laufenden Substraten mit den Merkmalen des Patentanspruches 7 gelöst.

Danach ist die Vorrichtung so ausgestaltet, daß eine wellenlängendurchstimmbare Lichtquelleneinrichtung zwei optisch gleiche Kanäle versorgt, die eine Transmission in vertikaler und horizontaler Position über zwei Schlitzblenden für die im Meßspalt durchlaufende Substratbahn ermöglichen.

Beide optische Kanäle sind geometrisch gegenüber den auf der anderen Bahnseite befindlichen und optischen Achsen angeordneten Detektoreinheiten in der X- und Y-Richtung verschiebbar. Die im Detektionsteil auf die optische Linsenordnung einfallenden Lichtphotonen werden eingefangen, gebündelt und auf fotoempfindliche Detektoren fokussiert. Nach deren elektrischer Vorverstärkung erfolgt die Signalauswertung und Meßgrößenermittlung durch einen konventionellen Personalcomputer, welcher darüber hinaus auch alle Steueraufgaben für die Wellenlängenvorgabe, X-Verstellung der optischen Achsen und Systemkalibrierung übernimmt.

Es gibt nun verschiedene Möglichkeiten, die Lehre der vorliegenden Erfindung in vorteilhafter Weise auszugestalten und weiterzubilden. Dazu ist einerseits auf die den Patentansprüchen beschriebenen Ausführungen, andererseits auf die nachfolgende Erläuterung eines Ausführungsbeispiels der Erfindung anhand der Zeichnungen zu verweisen. In Verbindung mit der Erläuterung des bevorzugten Ausführungsbeispiels der Erfindung und mittels der Zeichnungen werden auch im allgemeinen bevorzugte Ausgestaltungen der Lehre erläutert.

Die Zeichnungen zeigen im einzelnen Fig. 1 die Gesamtansicht der Oberflächenspannungsmeßeinrichtung,

Fig. 2 die optischen Abbildungen der X- und Y-Schlitzblenden auf den fotoempfindlichen Detektoren bei optischer Achsengleichheit,

Fig. 3 die optischen Abbildungen der X- und Y-Schlitzblenden auf den fotoempfindlichen Detektoren bei optischer Achsverschiebung,

Fig. 4 ein Diagramm des Spannungsprofils und der Transmissionsverteilung zur Oberflächenspannungsermittlung für eine PP-Folie,

Fig. 5 ein Diagramm des Spannungsprofils und der Transmissionsverteilung zur Oberflächenspannungsermittlung für eine PE-Folie.

Zusammenstellung aller Positionserklärungen zu den Fig. 1—5

Zunächst wird in der nachfolgenden Beschreibung die Vorrichtungsausführung und deren grundsätzliche Arbeitsweise erklärt, um dann eingehender das Meßverfahren und die Ermittlung der Oberflächenspannungswerte für laufende Substratbahnen zu erläutern.

In Fig. 1 ist die gesamte Oberflächenspannungsmeßeinrichtung für laufende Substrate dargestellt. Die Lichtquelleneinrichtung 1 besteht hierbei im wesentlichen aus einer industriellen Breitbandlichtquelle 4, z. B. der Kombination aus Deuterium-, Halogen- und IR-Lampe sowie der Spannungsversorgungs- und Regleinrichtung 5, deren gemeinsamer Strahlengang über ein Linsensystem 6 und Polarisationsfilter 7 auf das akusto-optische Filter 8 ausgerichtet ist. Mittels eines Hochfrequenzgenerators 9 für z. B. 10—100 Mhz, ist es möglich, den Wellenlängenbereich von 200 nm bis zu 5000 nm kontinuierlich durchzustimmen.

Die Strahlauskopplung erfolgt ebenfalls über ein Polarisationsfilter 7 mit nachfolgendem Strahlteiler 10 zur Generierung von zwei optischen Kanälen, deren Strahlen über die beiden Linsen 11 in die breitbandigen Lichtfaserbündel 12 und 13 eingekoppelt werden.

Im den zum Meßkopf gehörenden Strahlzuführungsgehäuse 2 erfolgt die Ankopplung der beiden optischen Kanäle über die zugeführten Lichtfaserbündel 12 und 13, deren Strahlprojektion mittels der Linsen 14 auf die beiden vertikal 16 und horizontal 17 angeordneten Schlitzblenden zu der im Meßspalt 31 senkrecht durchlaufenden Bahn 22 erfolgt. Auf der gegenüberliegenden Bahnseite befinden auf der optischen X- und Y-Achse zur achsfernen Einfangung der Lichtphotonen die großen Sammellinsen 18, die mit kleineren Linsen 19 in Richtung der Detektoren 20 kaskadiert sind.

Als photoempfindliche Detektoren 20 sind sowohl breitbandige Fotodioden, Fotodiodenarrays, CCD-Zeilen wie auch Bildwandler einsetzbar, welche auf der Grundplatte 21 plaziert sind. Zur Abdeckung des breiten Wellenbandes von 200—5000 nm hat es sich als vorteilhaft erwiesen, die Detektoren 20 gemäß ihrer Spektralempfindlichkeit für zwei Wellenlängenbereiche entsprechend auszuwählen und dual einzusetzen.

Der Meßspalt 31 hat vorzugsweise eine Weite von 10 mm, so daß für die durchlaufende Bahn 22 auch bei nicht exakter Positionierung, mittiger Führung oder Positionsbewegung ein genügend großer Freiraum verbleibt. In Fig. 1 und 2 sind zur Vereinfachung die mechanischen Verschiebelemente für die X-Verstellung 23 und 24 beider optischen Kanäle zu den Mittenachsen 32 und 33 nicht dargestellt.

Eine besonders große meßtechnische Bedeutung nimmt hierbei die optische Detektoranordnung 20 weit außerhalb der eigentlichen Brennpunkte 29 ein, um so die durch Streustrahlung und Beugung an den Grenzflächen der laufenden Bahn transmittierten und achsfernen Lichtphotonen auf die Detektoren abzubilden.

Fig. 2 zeigt die sich aus der vertikalen Schlitzblende 16 und optischer Achse der Strahlzuführungseinheit 32 und Detektoren 33 ergebene Kissenform 34 des ersten optischen Kanales auf dem Detektor 20. Analog hierzu ist in der gleichen Figur die optische Abb. 35 des horizontal angeordneten, zweiten Kanales bei Achsengleichheit 32 zu 33 auf dem Detektor 20 dargestellt.

Mit der X-Verschiebung von Strahlzuführungs- 32 zur Detektorachse 33, wobei vorzugsweise die Detektionseinheit gegenüber der Strahlzuführung bewegt wird, ergibt sich eine optisch verzerrte Abbildung in vertikaler 36 und horizontaler 37 Richtung, wie dies aus Fig. 3 zu ersehen ist.

Die mit dem erfinderischen Meßverfahren erzeugte Abbildungsverzerrung resultiert aus einer Kombination der vertikalen und horizontalen Schlitzblendengeometrien und optischen X-Achsverschiebung der Detektoren weit außerhalb deren Linsenbrennpunkte 29.

Aus verschiedenen produktionsellen Anwendungen und den eingangs genannten Anmeldungen ist bekannt, daß eine Selektion der materialspezifischen Eigenschaften der laufenden Substrate bei unterschiedlichen Wellenlängen, den sogenannten material finger prints, möglich ist.

Diese grundlegende Erkenntnis führt bei diesem Meßverfahren dazu, daß die Wellenlängenwahl verbunden mit der optischen X-Achsenverschiebung zur Kompensation der Substrateigenschaften benutzt wird, um so den Oberflächenspannungswert unbeeinflusst von den Materialkriterien zu ermitteln.

Im Diagramm der Fig. 4 sind am Beispiel zwei materialgleicher PP-Folien 38 bzw. 39 und unterschiedlicher Oberflächenspannung von 37 mN/m bzw. 43 mN/m deren Transmissionswerte, detektiert bei gleicher Wellenlänge und mit fotoempfindlichen Sensoren, dargestellt. Auf der unteren Ordinate ist die optische Durchlässigkeit beider Substrate 38 und 39 als Funktion einer einseitigen Achsenverschiebung zwischen 32 und 33 ausgeführt, deren optischen Achsdeckung in den Punkten 32 und 33 definiert ist.

Es ist deutlich zu erkennen, daß die materialgleichen, aber mit unterschiedlichen Oberflächenspannungswerten behafteten PP-Folien 38 und 39, über die optische Achsenverschiebung eine Betragsdifferenz erfahren, deren substituiertes Flächenintegral 40 die Differenz zwischen den Oberflächenspannungswerten von 37 mN/m zu 43 mN/m als Oberflächenbetragsänderung ausweisen. Auf der Abszisse ist der Verschiebebetrag bzw. die Verschieberichtung nach rechts aufgetragen.

Fig. 5 zeigt analog hierzu am Beispiel zweier PE-Folien 41 und 42, welche mit Oberflächenspannungswerten von 36 mN/m und 42 mN/m behaftet sind, mit den nach der Substitution sich eine Flächenintegral 43 als Differenz des Oberflächenbetrages ausweist.

Die elektrische Schaltung der optischen Detektoren, welche aus einzelnen Fotodioden, Fotodioden-Arrays oder CCD-Zeilen bestehen kann, ist technisch allgemein bekannt, und deshalb nicht dargestellt. Auch deren elektrische Ankopplung mittels AD-Wandlungskarte an einen konventionellen Personalcomputer bedarf keiner weiteren Erklärungen. Auf die Signalauswertung und Differenzbildungen wird auch im nachfolgenden Erklä-

rungsteil vertiefter eingegangen.

Wie schon im Eingangsteil ausgeführt, ist erfinderisch erkannt worden, daß zwei um 90 Grad versetzte optische Substratdurchstrahlungen und deren Strahlverschiebungen entlang der optischen X-Achsen Streu- und Beugungseffekte im Grenzschnittbereich generieren, welche materialspezifisch von der verwendeten Wellenlänge abhängig sind. Die auf diese Weise transmittierten und detektierten Lichtquanten ermöglichen nach der Signalkonditionierung eine betragsmäßige Ermittlung des Relativmeßwertes für die Oberflächenspannung.

Zur Vereinfachung dieser Vorrichtungsbeschreibung sind alle mechanischen Ausführungen und Angaben zur Traversiereinrichtung für die Links- und Rechtsverschiebungen 23 der optischen X-Achsen 27/28 nicht weiter angegeben, da deren grundsätzliche Arbeitsweise als allgemein bekannt vorausgesetzt wird.

Die mit dem erfinderischen Meßverfahren gefundenen Transmissionsverhalten und deren Ableitungen zur Bestimmung der opto-dynamischen Oberflächenspannung an laufenden Substraten lassen sich physikalisch und lichtquantentechnisch wie folgt erklären

a) Die von der Wellenlänge abhängige Transmissionsänderung bei optisch durchlässigen Substraten 22 erzeugt ein materialspezifisches Durchlaßverhalten, den sogenannten finder-prints, was physikalisch allgemein bekannt ist und technisch für eine Vielzahl von Applikationen eingesetzt wird. Für das erfinderische Verfahren findet die Wellenlängenveränderung im Bereich von 200 nm bis 8000 nm mittels einer Breitbandlichtquelle 4 und eines durchstimmbaren akusto-optischen Filters 8 statt.

b) Aus dem Elipsometriemeßverfahren für transparente Kunststoffolien ist zu erfahren, daß optisch gedrehte und polarisierte Strahlengänge die mathematische Dickenermittlung dieser laufenden Substrate ermöglichen. Für das hier beschriebene Verfahren haben die Polarisationsfilter 7 die Aufgabe der Strahlein- und Auskopplung für das akusto-optische Filter 8. Eine optische um 90 Grad gedrehte Durchstrahlung der laufenden Substratbahnen 22 ist über die beiden optischen Kanäle 12 und 13 sowie den Längs- 16 und Querschlitzenblenden 17 verifiziert. Mit dieser Ausführung ist eine detektionstechnische Berücksichtigung der längs- und querorientierten Materialformationen, wie sie häufig bei biaxialen Folien, coated Bahnen oder Multilayern auftritt, möglich.

c) Spezielle Schlitzblenden 16 und 17 erzeugen an ihren Rändern extreme Streustrahlungen und damit verbundene Strahlwinkelveränderungen, die weit entfernt von der optischen Achslinie 27/28/32/33 liegen. Teilweise werden diese Streustrahlungseffekte bei verschiedenen industriellen Verfahren zur Glanz-, Glätte-, Divergenz-, Opazitäts- oder Porositätsmessung von optisch durchlässigen Materialien meßtechnisch genutzt und berücksichtigt. Die in beiden optischen Kanäle 12/13 bei der Ein- und Auskopplung in das laufende Substrat 22 transmittierten Streustrahlungen führen zu Adsorptions- und Diffusionserscheinungen an deren Grenzflächen. Es hat sich bei Streustrahlversuchen mit chromatischem Licht gezeigt, daß entgegen der allgemeinen Wellenlängentheorie Molekularstrukturänderungen optisch nachweisbar sind,

welche um den Faktor 200 kleiner sind, als die verwendete Wellenlänge. Dies bedeutet, daß bei einer Wellenlänge von z. B. 400 nm optische Detektionen von "molekularen" Rauigkeiten im Grenzschnittbereich von 2 nm möglich sind. Die für die Oberflächenspannung, Materialhaftung und polaren Gruppen verantwortlichen Grenzschnittbereiche bewegen sich zwischen 10 bis 200 Ångström, was 1 nm bis zu 20 nm entspricht.

d) Bei diesen speziellen Geometrien von Durchstrahlung erfahren die transmittierten Lichtquanten bei Veränderungen der "molekularen Aufrauung" und einer damit verbundenen Oberflächenspannungserhöhung eine erleichterte Materialtransmission, was zu einer größeren Lichtquantenausbeute auf der Detektorseite führt.

Nur so lassen sich die praktischen Ergebnisse interpretieren, die eine direkte Korrelation zur Oberflächenspannungsdifferenz 40 und 43, und dies völlig unabhängig von der Material-, Oberflächenkonsistenz, Kristallinität, Dicke, Dichte, Struktur, polarer Gruppierung, Temperatur oder der Vorbehandlungsart erlauben.

e) Die geschilderten und für dieses Verfahren benutzten Transmissionserhöhungen sind dann besonders signifikant ausgeprägt, wenn die verwendete Wellenlänge in der Nähe oder direkt im Resonanzpunkt der Bahnsubstrate liegt, also eine stark verminderte optische Durchlässigkeit als Opazität auftritt und eine sensorische Erfassung weit außerhalb der Linsenbrennpunkte stattfindet. Diese lichtquantentechnischen Resonanzpunkte sind materialspezifisch zugeordnet und verändern sich im laufenden Produktions- und Veredelungsprozeß für die laufenden Bahnen nur unwesentlich, wie dies praktische Ergebnisse zeigen.

f) Weitere Versuchsreihen mit dem erfinderischen Verfahren zeigen, daß mit der angeführten Vorrichtung und den beschriebenen optischen X-Achsenverschiebungen und damit ausgelösten Streu- und Beugungseffekten im Grenzschnittbereich der Substratbahnen 22 genügend große Mengen von transmittierten Lichtquanten freisetztbar sind.

g) Da es sich bei diesem Verfahren um eine Relativmeßmethode handelt, ist es notwendig, die gewünschten Oberflächenspannungswerte über eine Korrelations- oder Vergleichsmessung bei gleichen Substratarten oder Artengruppen mit niedrigen und höheren Oberflächenspannungswerten, gemäß einem Zweipunkteverfahren, zu ermitteln.

Basierend auf den vorstehenden und notwendigen Erläuterungen läßt sich die Zweipunktkalibrierung des opto-dynamischen Verfahrens in folgenden Schritten zusammenfassen

— im ersten Kalibrierungsschritt wird im Meßspalt 31 die später dynamisch zu messende Substratart mit bekannter, aber niedriger Oberflächenspannung, z. B. einer PP-Folie 38 mit 37 mN/m, auf einer besonderen Vorrichtung eingelegt und statisch detektiert

— anschließend erfolgt deren Resonanzpunktfindung über die Wellenlängenvariation im Bereich von z. B. 200 nm bis 8000 nm mittels des akusto-optischen Filters 8 für beide optischen Kanäle, und deren fotoempfindlichen Detektoren und entspre-

chenden Signalkonditionierung die zahlenmäßige Auswertung durch einen Personalcomputer ermöglichen

— die optischen Achsen 27/28/32 und 33 sind beim ersten Wobbeldurchgang der Wellenlängen deckungsgleich

— für den zweiten Wobbeldurchgang erfolgt die beschriebene Achsverschiebung zur rechten Seite in X-Richtung bis zum Punkt 44

— im dritten Wobbeldurchgang folgt analog hierzu die Achsverschiebung zur linken Seite in X-Richtung

— nach einer einfachen Substitutionsmethode läßt sich jetzt aus den drei aufgenommenen Spannungintegralen der materialspezifische Resonanzpunkt ermitteln, welcher durch den größten Adsorptionswert bestimmt wird

— gleichzeitig bestimmt die Summe der Integralflächen, welche durch die Links- und Rechtsverschiebung der beiden optischen Kanäle 12/13 auf der X-Achse 27/28 entstanden sind, innerhalb dieses Resonanzpunktes den Kalibrierungswert 1 für die Oberflächenspannung dieses PP-Substrates von 37 mN/m

— im zweiten Kalibrierungsschritt erfolgt analog hierzu die Detektionsaufnahme des im Meßspalt 31 eingelegten zweiten und artgleichen PP-Substratmusters von z. B. 48 mN/m, wobei die zuzumessende Substratbahn später in dem Bereich dazwischen dynamisch gemessen werden soll

— der weitere Ablauf zur Detektionsaufnahme gestaltet sich in der gleichen Weise, wie zuvor geschildert

— es sind aber auch andere Wertekonstellationen von z. B. 29 mN/m für PP-Folien oder 31 mN/m für PP-Folien denkbar.

— anschließend erfolgt zur Verfestigung der Erstdatenaufnahme nach der gleichen Substitutionsmethode die materialspezifische Resonanzpunktfindung, deren Punkt ebenfalls durch den größten Adsorptionswert bestimmt wird in Versuchen hat sich gezeigt, daß bei beiden Kalibrierungsschritten die Resonanzpunkte nahezu deckungsgleich sind so sind z. B. bei speziellen PP-Folien die Resonanzpunkte bei einer Wellenlänge von 2,8  $\mu\text{m}$  und für spezielle PE-Folien bei 3,2  $\mu\text{m}$  zu finden

— beispielhaft sind in Fig. 4 die sich hierbei ergebenden Spannungsprofile 38/39 im Resonanzpunkt dargestellt

— dabei bestimmt die Summe der Integralflächen, welche durch die Links- und Rechtsverschiebung der beiden optischen Kanäle 12/13 auf der X-Achse entstanden sind, den Kalibrierungswert 2 für die Oberflächenspannungsdifferenz dieses artgleichen PP-Substrates 3 von 43 mN/m

— die Integraldifferenz beider Kalibrierungsaufnahmen sind den beiden Oberflächenspannungswerten von 37 mN/m und 43 mN/m zugeordnet, also 6 mN/m, um so das opto-dynamische Relativmeßsystem in Betragsübereinstimmung mit den tatsächlichen Absolutwerten zu bringen

— die sich aus den beiden Resonanzpunkten ergebene Wellenlänge wird für die weiteren Meßabläufe und während des laufenden Meßprozesses nicht mehr variiert

— damit ist die Zweipunktkalibrierung abgeschlossen

— eine Strahlintensitätsüberwachung oder Abwei-

chung ist in der Weise bei der erfinderischen Vorrichtung vorteilhafterweise realisiert, daß diese immer bei optischer Achsdeckung von 32/33, also bei jedem Rechts- Linkszyklus der X-Verschiebung, über die Sensoren stattfindet.

Der Meßablauf und die Ermittlung der aktuellen Oberflächenspannungswerte lassen sich für die laufenden Substrate im in-line Betrieb, und dies sowohl für traversierende wie auch stationäre Meßsystemausführungen, wie folgt beschreiben

— die optischen Achsen 27/28/32 und 33 sind zum Meßbeginn deckungsgleich

— danach erfolgt zunächst die beschriebene Achsverschiebung zur rechten Seite in X-Richtung bis zum Punkt 44 bei gleichzeitiger Aufnahme der Detektionswerte für den optischen Kanal 12 und 13

— anschließend erfolgt die Traversierbewegung und Detektionsaufnahme zur linken Seite in X-Richtung

— beispielhaft sind in Fig. 4 die sich aus der Rechtsbewegung 23 des Strahlzuführungs- 2 zum Detektorgehäuse 3 aufgenommenen Spannungintegralen für PP-Substrate dargestellt

— basierend auf den Zweipunktkalibrierwerten von 37 mN/m und 43 mN/m läßt sich jetzt nach der Substitutionsmethode der zwischen diesen beiden Werten liegende und aktuelle Oberflächenspannungsbetrag rechnerisch leicht ermitteln und ausweisen.

Praktische Messungen zeigen, daß die mit dem hier beschriebenen Verfahren und deren Vorrichtung ermittelten Oberflächenspannungswerte an laufenden Substratbahnen gegenüber den statischen Messungen um  $\pm 1$  mN/m als Absolutbetrag variieren und damit in der gewünschten Meßauflösungsgrenze verbleiben. Gleichermäßen sind Meßbereiche von 28— 53 mN/m erzielt worden.

Ein weiteres Beispiel dieser Kalibrier- bzw. Meßverfahrensweise und den sich daraus ableitenden Meßwerten sind für ein PE-Substrat mit Oberflächenspannungswerten von 36 mN/m und 42 mN/m der Fig. 5 zu entnehmen.

Für einen Meßsystemeinsatz im Traversiermodus wiederholen sich die beschriebenen Meßvorgänge zyklisch über die Bahnbreite, wie dies für andere technische Prozeßmeßsysteme allgemein bekannt ist.

Im stationären Betrieb verbleibt in der Regel der Meßkopf über die laufende Substratbahn, wobei es auch denkbar ist, diesen auf einer mechanischen Vorrichtung manuell auf die andere Bahnseite zu verschieben und dort die Oberflächenspannung opto-dynamisch zu messen.

Zur Prozeßkontrollenbindung oder Nachregelung von Vorbehandlungsprozessen zur Oberflächenspannungserhöhung, wie dies häufig bei Corona- oder Flammbehandlungen erwünscht ist, sind die ermittelten Substitutions- und über die Kalibrierung zugeordneten Absolutwerte nach einer Signalkonditionierung und in technisch bekannter Weise mit dem gleichen Personalcomputer umform- und den externen Einrichtungen zuführbar.

Gleichermäßen gilt dies für die statistische Weiterverarbeitung der Meßdaten hinsichtlich deren Mittelwerte, Variationskoeffizienten, Trends, Grenzwertüberschreitungen usw., wie dies von Prozeßmeßeinrichtun-

gen gefordert wird.

Abschließend sei hervorgehoben, daß die erfinderi-  
sche Lehre durch die voranstehenden Ausführungsbei-  
spiele lediglich erläutert, jedoch keinesfalls einge-  
schränkt ist.

Vielmehr läßt sich die erfindungsgemäße Lehre auch  
weitere Verfahrensschritte zur opto-dynamischen  
Oberflächenspannung an laufenden Substratbahnen zu,  
die andere bzw. weitere konstruktive Merkmale aufwei-  
sen.

#### Bezugszeichenliste

- 1 — Gehäuse der Lichtquelleneinrichtung
- 2 — Strahlzuführungsgehäuse
- 3 — Detektorgehäuse
- 4 — Breitbandlichtquelle
- 5 — Lichtversorgungs- Intensitätsregeleinrichtung
- 6 — Plankonvexlinse
- 7 — Polarisationsfilter
- 8 — akusto-optisch durchstimmbares Filter
- 9 — Hochfrequenzgenerator 10—100 Mhz zur Wellen-  
längenvariation
- 10 — Strahlteiler
- 11 — Bikonvexlinsen zur Lichtfasereinkopplung
- 12 — Lichtleitfaser — optischer Kanal 1
- 13 — Lichtleitfaser — optischer Kanal 2
- 14 — Plankonvexlinsen zur Lichtfaserauskopplung
- 15 — Kombinationsblende mit 90 Grad versetzten Öff-  
nungsschlitzen
- 16 — Längsöffnungsschlitz
- 17 — Queröffnungsschlitz
- 18 — große Plankonvexlinsen
- 19 — Bikonvexlinsen
- 20 — optische Detektoren : Fotodiodenarray oder Zei-  
lensensoren
- 21 — Grundplatte für die Detektoren
- 22 — in Y-Richtung des Meßspaltes durchgeführtes  
Substrat
- 23 — X-Verschieberichtung des Strahlzuführungsge-  
häuse
- 24 — X-Verschieberichtung des Detektorgehäuses
- 25 — geo. Abstand der optischen Achsen 1/2 in der  
Lichtzuführungsr.
- 26 — geo. Abstand der optischen Achsen 1/2 in Detek-  
toreinrichtung
- 27 — X-Achse des optischen Kanales 1
- 28 — X-Achse des optischen Kanales 2
- 29 — Brennweite der Bikonvexlinsen 19
- 30 — geom. Abstand der Bikonvexlinsen außerhalb de-  
ren Brennpunkte
- 31 — Meßspalt für das durchlaufende Substrat
- 32 — optische Y-Achse der Strahlzuführungseinrich-  
tung
- 33 — optische Y-Achse der Detektoreinrichtung
- 34 — kissenförmige Abbildung der Längsschlitzblende  
auf dem Detektor bei deckungsgleichen optischen Ach-  
sen im Strahlkanal 1
- 35 — kissenförmige Abbildung der Querschlitzblende  
auf dem Detektor bei deckungsgleichen optischen Ach-  
sen im Strahlkanal 2
- 36 — verzerrte Abbildung auf dem Detektor bei einer  
optischen X-Achsenverschiebung des Strahlkanales 1  
nach rechts
- 37 — verzerrte Abbildung auf dem Detektor bei einer  
optischen X-Achsenverschiebung des Strahlkanales 2  
nach rechts
- 38 — Spektral- und Transmissionsdetektion beider opti-

schen Kanäle für eine PP-Folie mit einem Oberflächen-  
spannungswert von 37 mNm

39 — Spektral- und Transmissionsdetektion beider opti-  
schen Kanäle für eine PP-Folie mit einem Oberflächen-  
spannungswert von 43 mNm

40 — das durch Substitution ermittelte und normierte  
Oberflächenspannungsintegral

41 — Spektral- und Transmissionsdetektion beider opti-  
schen Kanäle für eine PE-Folie mit einer Oberflächen-  
spannungswert von 36 mNm

42 — Spektral- und Transmissionsdetektion beider opti-  
schen Kanäle für eine PE-Folie mit einer Oberflächen-  
spannungswert von 42 mNm

43 — das durch Substitution ermittelte und normierte  
Oberflächenspannungsintegral

44 — Verschieberichtung der optischen X-Achse nach  
rechts

#### Patentansprüche

1. Verfahren und zur opto-dynamischen Oberflä-  
chenspannungsmessung an laufenden Substratbah-  
nen wie: Kunststoffolien, kaschierte oder coatier-  
te Film-, Folien- oder Papierbahnen, welche eine noch  
meßbare optische Transmission im Wellenlängen-  
bereich von 200 bis 8000 nm aufweisen und dadurch  
gekennzeichnet, daß die optisch-stationär oder  
über die Bahnbreite traversierend und in-line arbei-  
tende Meßeinrichtung die im Meßspalt (31) senk-  
recht durchlaufende Substratbahn (2) mit zwei um  
90 Grad gegeneinander versetzten Optokanälen  
(12/13) mit chromatischem Licht in einem moderat  
und lückenlos veränderbaren Wellenlängenbereich  
von 200 nm bis zu 8000 nm durchstrahlt wird und  
das während der Transmission gegenüber der opti-  
schen Y-Achsen (32/33) nach links und rechts ge-  
richtete Querverschiebungen (23) der beiden  
Strahlzuführungen (12/13) gegenüber den auf der  
anderen Substratbahnseite befindlichen Detekto-  
ren (20) und entlang deren optischen X-Achsen  
(27/28) stattfinden, so daß die beiden Y-Achsen  
(32/33) während des für beide Kanäle (12/13) zeit-  
gleich ablaufenden Meßvorganges nicht deckungs-  
gleich sind, und über die so erzeugten optischen  
Abbildungsverzerrungen sich Transmissionsinte-  
grale ausbilden aus denen der Relativwert der  
Oberflächenspannung gebildet wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekenn-  
zeichnet, daß eine optische Detektion der durch die  
senkrecht laufenden Substratbahn (22) und deren  
Grenzschichtbereiche durchtretenen Lichtpho-  
tonenmenge außerhalb der Brennpunkte (23) der fo-  
toempfindlichen Elemente (20) auf der Sensorseite  
erfolgt.

3. Verfahren nach Anspruch 1 bis 2, dadurch ge-  
kennzeichnet, daß die Wellenlänge zur Findung des  
größten Substratadsorptionswertes lückenlos im  
Bereich von 200 nm bis 8000 nm durchstimmbar ist  
und die Oberflächenspannungsermittlung in diesem  
Adsorptionspunkt ausgeführt wird.

4. Verfahren nach Anspruch 1 bis 3, dadurch ge-  
kennzeichnet, daß mit dem Verschiebeprozess ent-  
lang der beiden optischen Achsen (27/28) eine  
Spannungsintegralaufnahme als Funktion der  
transmitierten Lichtintensität verbunden ist.

5. Verfahren nach Anspruch 1 bis 4, dadurch ge-  
kennzeichnet, daß der Oberflächenspannungsmeß-  
wert nach der Substitutionsmethode gegenüber

zwei bekannten Substratmeßwerten gleicher Materialart berechenbar ist.

6. Verfahren nach Anspruch 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß zur Meßsystemkalibrierung zwei Oberflächenspannungswerte bei gleicher Substratart statisch aufgenommen werden.

7. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1, wobei die im Meßspalt (31) senkrecht durchlaufende Substratbahn (22) mit chromatischem Licht von einer Seite durchstrahlt und auf deren Lichtintensität auf der anderen Substratseite detektions-technisch erfaßt wird, dadurch gekennzeichnet, daß während des Meßprozesses eine Verschiebeeinrichtung die Strahlzuführung mit den beiden um 90 Grad versetzten optischen Kanälen (12/13) gegenüber den Detektoren (20) entlang der optischen X-Achse (27/28) geometrisch verändert, so daß deren Y-Achsen (32/33) beim Meßvorgang nicht mehr deckungsgleich sind.

8. Vorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß eine gemeinsame Breitbandlichtquelle (4) für den Wellenlängenbereich von 200 nm bis 8000 nm benutzt wird.

9. Vorrichtung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Wellenlänge mittels eines akustooptischen Filters (8) lückenlos variiert wird.

10. Vorrichtung nach einem oder mehreren der Ansprüche 7—9, dadurch gekennzeichnet, daß zwei breitbandige Lichtfaserbündel (12/13) die Strahlzuführung zum Meßort an der laufenden Substratbahn (22) zuführen.

11. Vorrichtung nach einem oder mehreren der Ansprüche 7—10, dadurch gekennzeichnet, daß über zwei um 90 Grad versetzte Schlitzblenden (16/17) die Strahlprojektion auf die im Meßspalt durchlaufende Substratbahn (22) stattfindet.

12. Vorrichtung nach einem oder mehreren der Ansprüche 7—11, dadurch gekennzeichnet, daß eine gemeinsame Verschiebeeinrichtung die Strahlzuführung (12/13) gegenüber dem Detektorgehäuse (3) entlang der optischen und geometrischen X-Achse (22/23) zu beiden Seiten und während des Meßvorganges bewegt.

13. Vorrichtung nach einem oder mehreren der Ansprüche 7—12, dadurch gekennzeichnet, daß die beiden fotoempfindlichen Detektoren (20) außerhalb deren Linsenbrennpunkte (29) und um 90 Grad gegeneinander versetzt angeordnet sind.

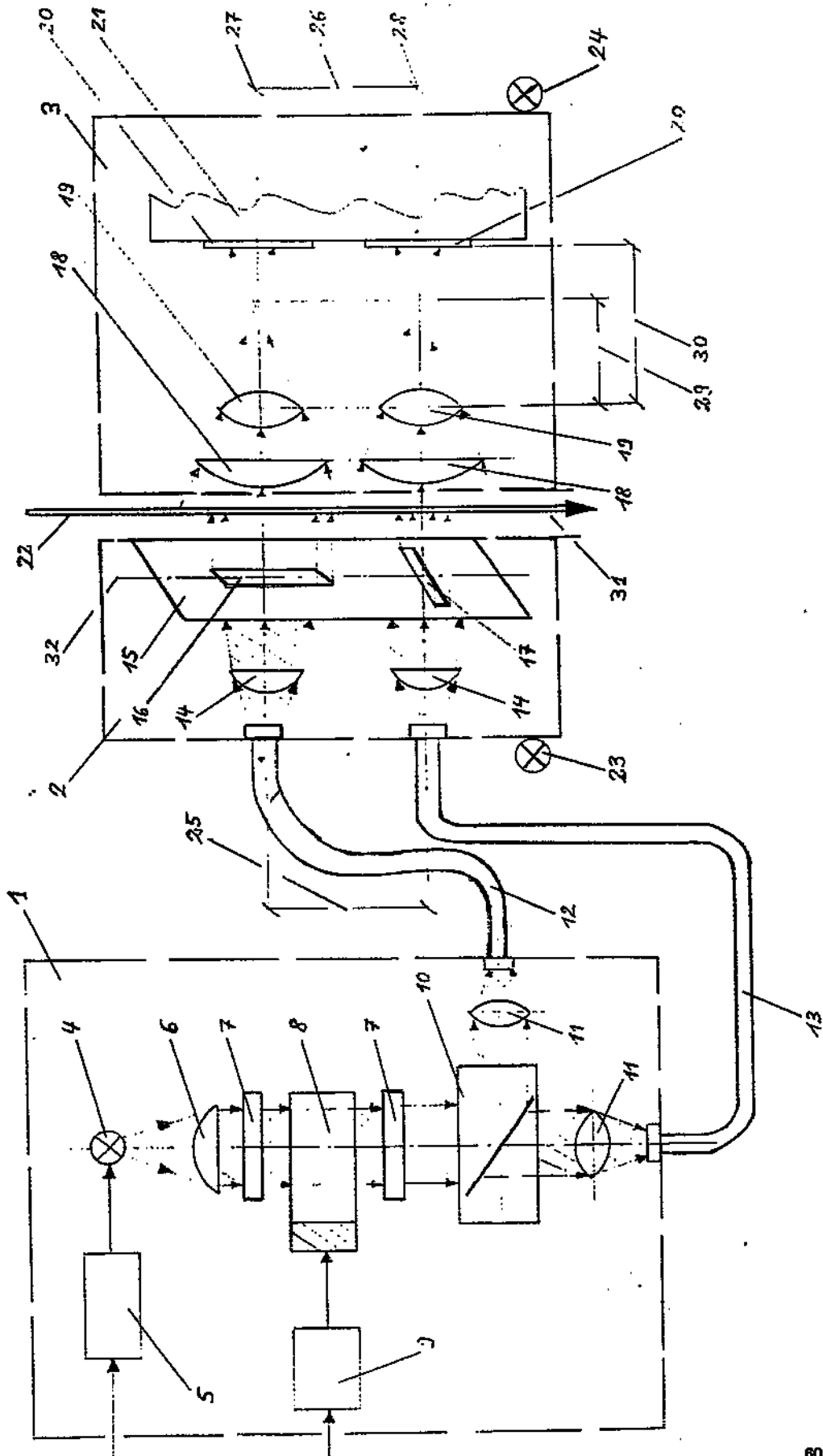
14. Vorrichtung nach einem oder mehreren der Ansprüche 7—13, dadurch gekennzeichnet, daß die Oberflächenspannungsmesseinrichtung eigenständig stationär oder mechanisch in vorhandene Traversiersysteme integriert und in den Prozeßmeßbetrieb in-line eingebunden ist.

15. Vorrichtung nach einem oder mehreren der Ansprüche 7—14, dadurch gekennzeichnet, daß die mathematische Auswertung, Ermittlung der Oberflächenspannungswerte, Steuerung der Verschiebeeinrichtung und des akustooptischen Filters (8) mittels eines gemeinsamen Personalcomputers ausgeführt wird.

Hierzu 4 Seite(n) Zeichnungen

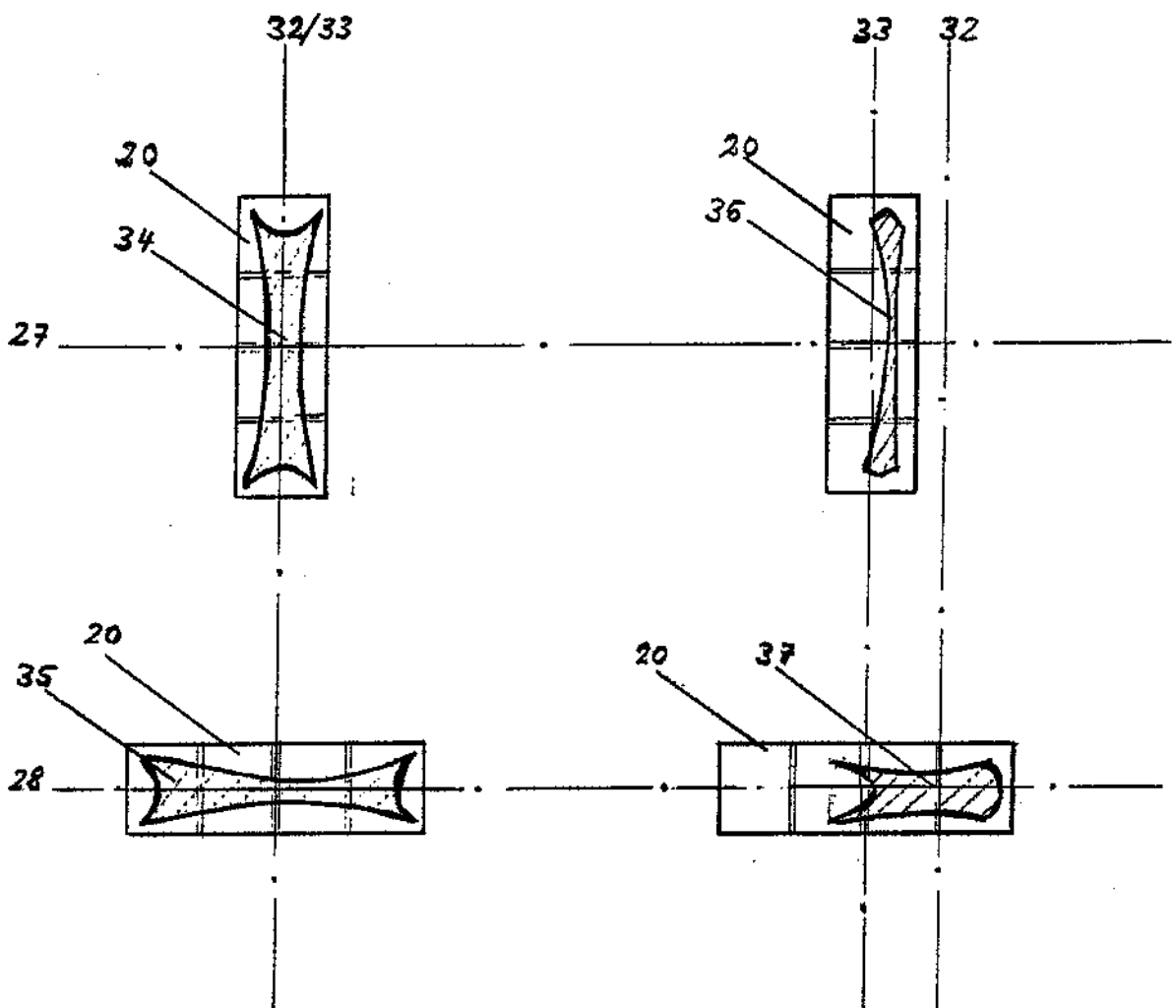


FIGUR : 1

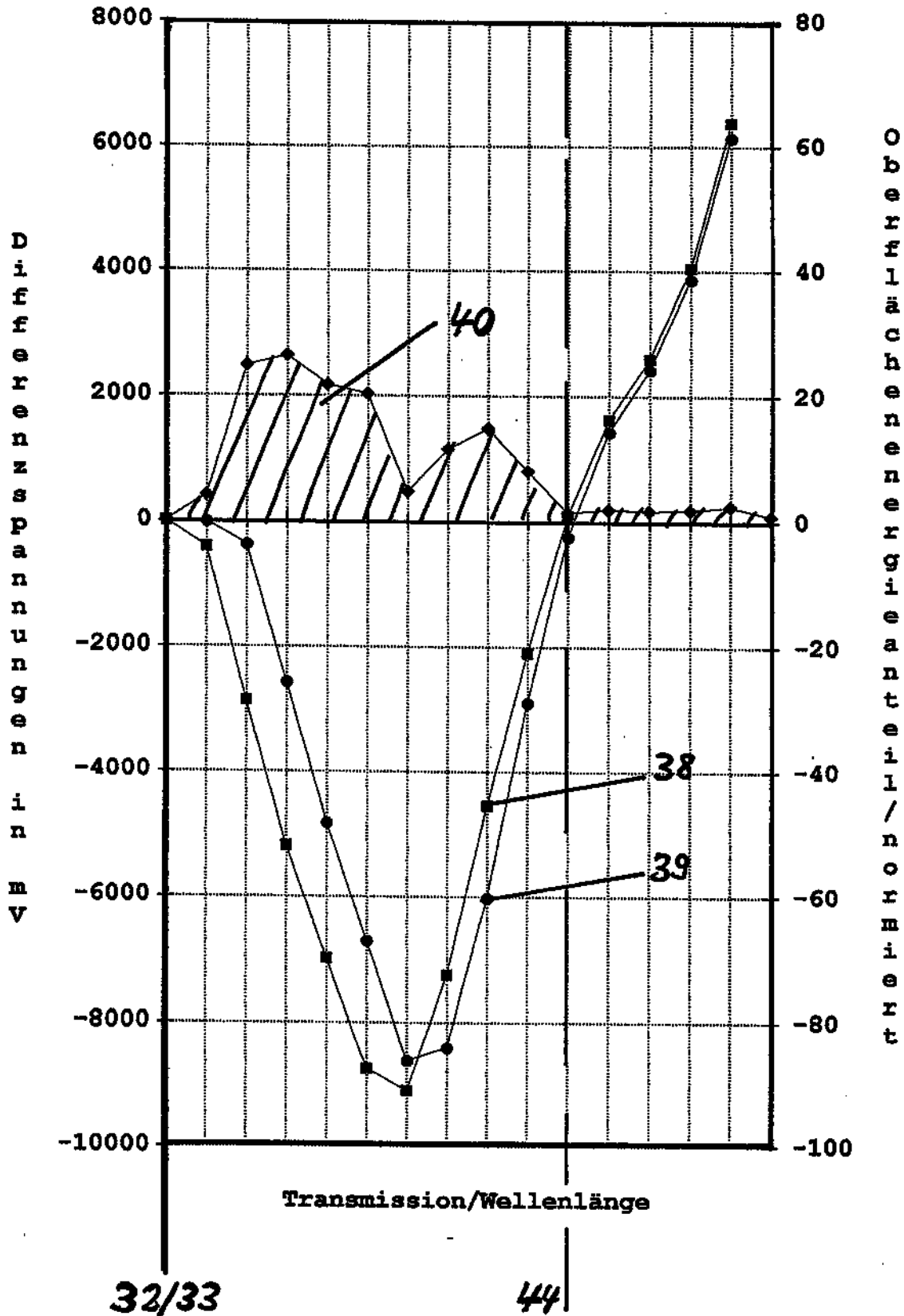


Figur : 2

Figur : 3



Figur : 4



Figur : 5

