

# Der Terahertz-Blick

**Spektroskopie.** Mithilfe von Terahertz-Wellen lässt sich neben der Stoffzusammensetzung auch die Materialdicke berührungslos und zerstörungsfrei bestimmen. Das Potenzial dieser Messtechnik, die auch Informationen zur Homogenität von Polymer-Additiv-Systemen und faserverstärkten Kunststoffen liefert, soll in diesem Beitrag aufgezeigt werden.

**STEFFEN WIETZKE  
FRANK RUTZ  
MARTIN KOCH**

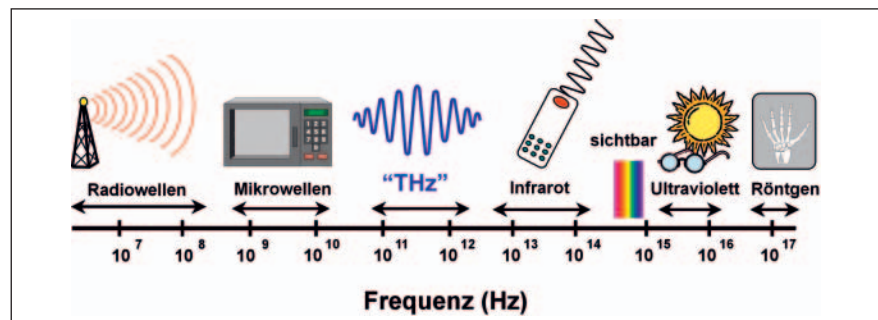
Zwischen den Frequenzbereichen der Elektronik und der Optik klafft eine Lücke, deren industrielle Erschließung gerade begonnen hat. Der Durchbruch zur spektroskopischen Nutzung dieser enthüllenden Wellen gelang dabei erst Anfang der 90er-Jahre. Die Anwendungsfelder dieser Technik sind vielfältig und bieten auch neue Möglichkeiten in der Materialforschung.

Viele Kunststoffe sind im unteren Terahertz (THz)-Frequenzbereich nahezu transparent. Sowohl unerwünschte Einschlüsse wie Luft oder Fremdkörper als auch gezielt eingebrachte Zusatzstoffe, wie beispielsweise Additive, haben andere optische Eigenschaften als die Polymermatrix. Dadurch können sie charakterisiert und vom Kunststoff unterschieden werden. Die THz-Wellen vereinen die große Eindringtiefe der Mikrowellen mit der lateralen Submillimetrauflösung des höher frequenten Infrarotbereichs. Daraus ergibt sich ein enormes Potenzial für den Einsatz in der zerstörungsfreien Prozess- und Qualitätskontrolle, das am Institut für Hochfrequenztechnik an der TU Braunschweig erforscht wird.

## Aus dem Schatten ins Licht

THz-Frequenzen liegen im elektromagnetischen Spektrum zwischen dem elektronischen und dem optischen Bereich (Bild 1). Mit etwa 0,1 bis 10 THz schließt sich der THz-Bereich auf der einen Seite an höchste Mikrowellenfrequenzen an, auf der anderen Seite grenzt er an sehr langwellige Infrarotstrahlung.

Mit neuen optoelektrischen oder elektrooptischen Bauteilen ist es gelungen, ausgehend von den angrenzenden Frequenzbereichen, den Schatten zwischen Mikro-



**Bild 1.** Der THz-Frequenzbereich liegt im elektromagnetischen Spektrum zwischen den Mikrowellen und der Infrarotstrahlung

wellen und Ferninfrarot zu erhellen [1]. Neben der Grundlagenforschung und astronomischen Messungen gibt es für die THz-Technik zahlreiche praxisrelevante Einsatzmöglichkeiten [2]. THz-Kameras auf Grundlage der Mikrowellentechnik könnten neue Standards in Sicherheitssystemen schaffen. Mit dieser Technik können neben Sprengstoff auch metallische und keramische Waffen unter Kleidung und in nicht metallischen Behältern entdeckt werden. Im Gegensatz zu den ebenfalls materialdurchleuchtenden Röntgenstrahlen sind THz-Wellen jedoch ungefährlich, da sie nicht ionisierend wirken.

Erfolgreiche Untersuchungen an wärmeisolierendem Schaumstoff für den Spaceshuttle belegen die Möglichkeiten in der Materialprüfung wie z. B. Fehlstellendetektion. Langfristig ist sogar der Einsatz der THz-Wellen zur Indoor-Kommunikation vorstellbar.

## THz-Spektrometer: Gepulst oder Dauerstrich?

Grundsätzlich wird in breitbandige THz-Pulse und Dauerstrichstrahlung, d.h. kontinuierliche Wellen konstanter Frequenz, unterschieden. Dauerstrichsysteme sind kostengünstiger, stellen aber weniger Informationen bereit als gepulste Spektrometer. THz-Pulse liefern analog

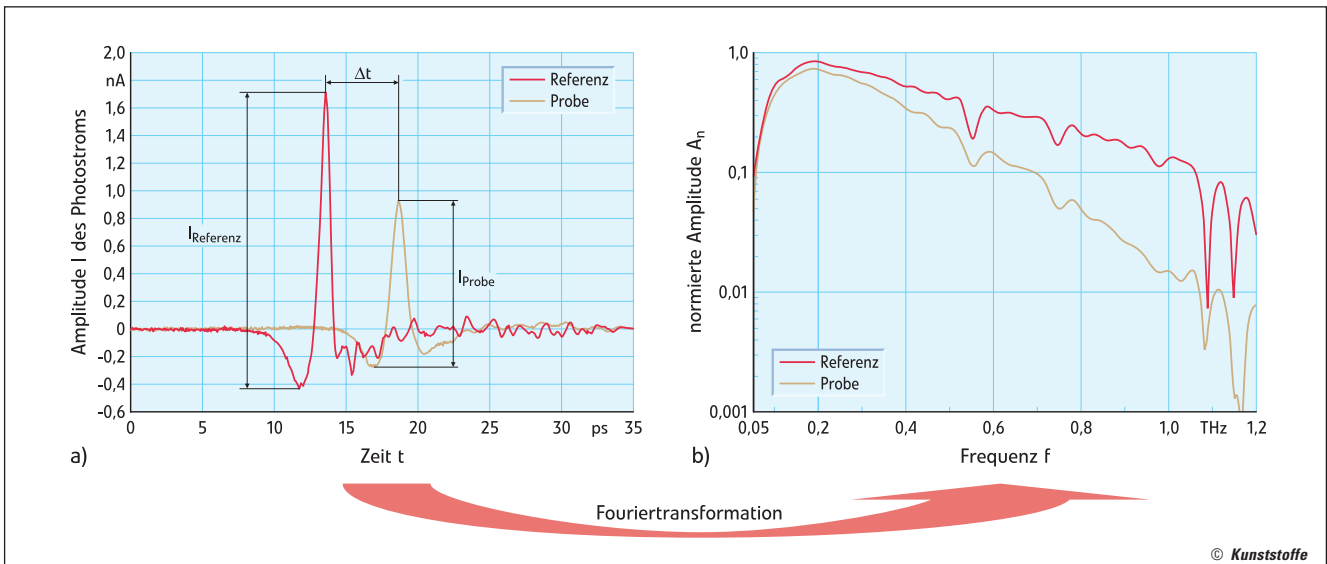
zum Ultraschall zusätzlich Aussagen über Materialstärke sowie innere Struktur der untersuchten Objekte.

Der Durchbruch der THz-Spektroskopie gelang erst Anfang der 90er-Jahre, als man feststellte, dass photoleitende Dipolantennen beim Beschuss mit Laserimpulsen THz-Pulse aussenden. Seitdem ermöglicht ihr Einsatz als Sender und Empfänger zeitaufgelöste Messungen (siehe Kasten S. 54).

## Ermittlung von Materialkenngrößen

Aus den Messungen von Proben und Referenzen ergeben sich Phasen- und Amplitudeninformationen der THz-Pulse. Damit können Aussagen über die dielektrischen Eigenschaften (Brechungsindex, Absorptionskoeffizient) eines Materials getroffen werden. Bild 2a zeigt beispielhafte Photostrom-Zeit-Verläufe von Referenz- und Probenmessung. Aufgrund von Reflexionen an den Grenzflächen, Streuung und stärkerer Absorptionen im Material ergibt der THz-Puls, der die Probe durchlaufen hat, einen geringeren Spitze-zu-Spitze-Wert. Wegen der größeren optischen Weglänge besitzt er auch die längere Laufzeit.

Die mittels Fouriertransformation berechneten Spektren weisen als Folge der Luftfeuchtigkeit Absorptionslinien auf ▶



© Kunststoffe

**Bild 2. THz-Pulse (a) und zugehörige Spektren (b) zur Extraktion der dielektrischen Materialeigenschaften**

(Bild 2b). Diese lassen sich durch Messung unter Stickstoffatmosphäre vermeiden. Das Amplitudenverhältnis von Referenz- und Probenspektrum liefert den frequenzabhängigen Absorptionskoeffizient  $\alpha(f)$ . Die Phasendifferenz führt auf den Brechungsindex  $n(f)$ .

Die THz-Spektroskopie ist bildgebend möglich, indem durch Rastern der Probe im THz-Strahlfokus eine zweidimensionale Aufnahme erzielt wird. Die Zeit- und Frequenzbereichskenngrößen der Messpunkte werden Pixelwerten zugewiesen. Eine Karte der Werte veranschaulicht die aus der Probe gewonnenen Informationen.

Um Inhomogenitäten aufzudecken, reicht meist die Darstellung der Intensität aus, d. h. des Quadrats der transmittierten elektrischen Feldstärke des THz-Pulses.

Laufzeitmessungen geben Aufschluss über Materialstärke und innere Struktur der untersuchten Objekte. Mit verschiedenen Lösungsansätzen begegnen Forscher der Herausforderung, industrietaugliche Messgeschwindigkeiten zu erreichen.

### Additivgehalt in Compounds messen

Standardpolymere werden mit Additiven versetzt, um die technischen Eigenschaften zu verbessern. Die THz-Kenngrößen der Additivteilchen und der Polymermatrix unterscheiden sich signifikant. Dadurch kann die Konzentration der Zusätze und die Homogenität des Produkts zuverlässig und wiederholgenau überprüft werden.

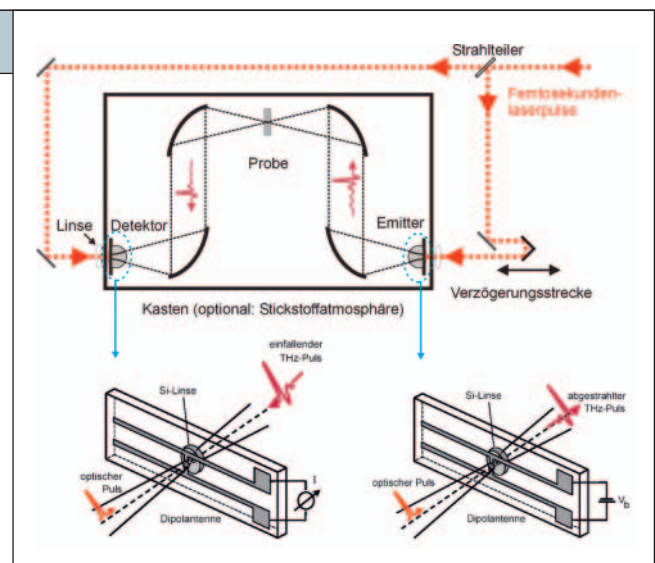
Für erste Untersuchungen wurden am Süddeutschen Kunststoff-Zentrum (SKZ), Würzburg, Polymer-Additiv-Systeme als Konzentrationsreihen compoundiert und zu Spritzgussprobekörpern verarbeitet. Danach wurden die bis zu 4 mm dicken Platten mittels THz-Spektroskopie charakterisiert. Um der Vielfalt der dabei in Frage kommenden Stoffsysteme Rechnung zu tragen, kamen verschiedene Standardpolymere und Additive unterschiedlicher Funktionen und Teilchengemetrien zum Einsatz:

- Magnesiumhydroxid ( $Mg(OH)_2$ ) in Polyethylen-Linear Low Density (PE-LLD),
- Kalziumkarbonat ( $CaCO_3$ ) in Polypropylen (PP),
- Glasfasern in Polyamid 66 (PA66),

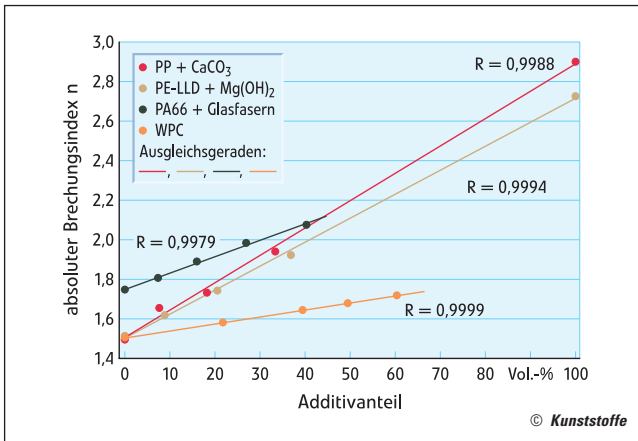
## THz-Pulse

Die THz-Pulse werden aufgrund transientser Photoleitung in der Emittanten-antenne erzeugt. Auf ihr halbleitendes Substrat, z. B. Galliumarsenid (GaAs), sind zwei parallele Leitungen aus Metallstreifen photolithographisch aufgebracht, zwischen denen eine Spannung  $V_b$  angelegt wird. In den Zwischenraum der Streifen fokussiert eine Linse Laserpulse, die eine zeitliche Dauer von nur zehn Femtosekunden aufweisen. Diese Anregung erzeugt im Halbleiter freie Ladungsträger, die im elektrischen Feld zwischen den Streifenleitungen beschleunigt werden und als Hertzsche Dipole elektromagnetische Felder aussenden. Dadurch entstehen THz-Pulse, die über eine Optik die Probe im Zwischenfokus durchstrahlen.

Das elektrische Feld der THz-Pulse kann danach mittels optoelektronischen Nachweises in einer zweiten Antenne als vektorielle Größe gemessen werden. Analog zur Erzeugung treffen Laserpulse auf das halbleitende Detektormaterial. Statt im elektrischen Feld zwischen den Streifenleitungen beschleunigt zu werden, bewegen sich Elektronen und Löcher hier im Feld des eintreffenden THz-Pulses. Als Folge kann ein kleiner Photostromfluss registriert werden. Eine optische Verzögerungsstrecke gestattet es, den zeitlichen Pulsverlauf abzutasten.



**THz-Spektrometer mit photoleitenden Dipolantennen als Emitter und Detektor**



**Bild 3. Brechungsindizes der Compounds (gemittelt in einem verlässlichen THz-Frequenzbereich), aufgetragen über dem Additivvolumenanteil mit Korrelationskoeffizient  $R$**

sche Größe: Eine zu geringe Wanddicke kann zum unbeabsichtigten Bruch der Airbag-Verkleidung führen, eine zu große beim Auslösen des Airbags zum Sicherheitsrisiko werden. In der THz-Aufnahme spiegelt sich die Kerbe durch eine geringere Amplitude wider – eine Folge von Beugungseffekten an den Kanten der Sollbruchstelle (Bild 4 unten).

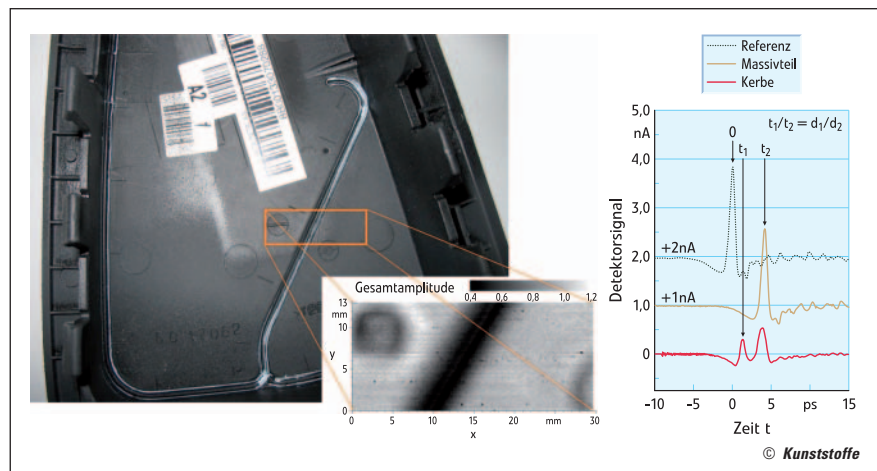
Interessanter sind jedoch drei exemplarisch abgebildete THz-Pulse, die für eine anschaulichere Darstellung mit einem künstlichen Ordinatenversatz versehen worden sind (Bild 4 rechts). Gegenüber der Referenzmessung wird ein

■ Wood Plastic Composites (WPC): Holz in PP.

Bei allen untersuchten Stoffsystemen ließen sich im Rahmen der Messfehler Brechungsindex und Additivgehalt linear korrelieren (Bild 3). Da für optische Eigenschaften der Volumenanteil der Komponenten ausschlaggebend ist, wurden die gravimetrisch dosierten Additivanteile in Volumenprozent umgerechnet. Zumindest für die Polymermatrix und anorganische Additive kann dabei, im Gegensatz zu den WPC, vereinfachend Inkompressibilität bei der Compoundierung angenommen werden. Der Holzvolumenanteil muss über zusätzliche Messungen abgeschätzt werden. Die Ergebnisse überzeugen aber umso mehr durch den hohen Korrelationskoeffizienten. Derzeit wird in einem Projekt der TU Braunschweig und dem SKZ gemeinsam der Demonstrator eines fasergekoppelten Inline-Spektrometers für die Qualitäts- und Prozesskontrolle in der Compoundierung entwickelt.

**Schwankungen in der Materialdicke aufdecken**

Die zeitliche Verzögerung der THz-Pulse hängt von der optischen Dicke (Produkt



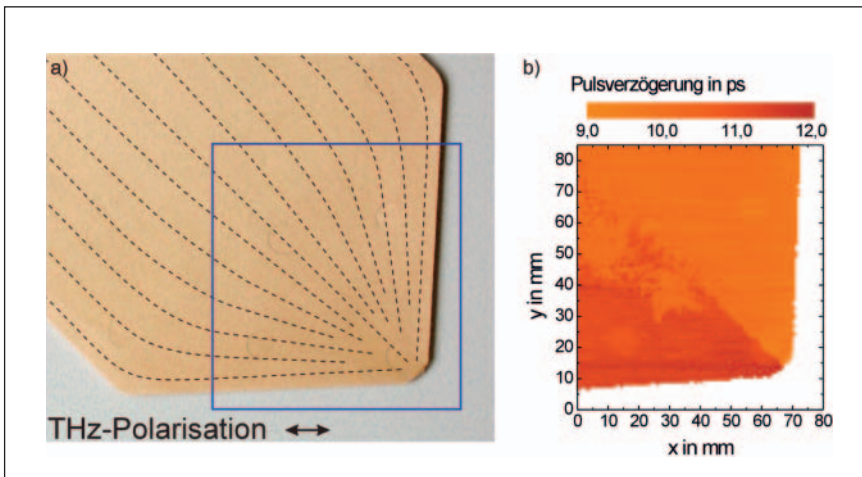
**Bild 4. THz-Messung einer Airbagabdeckung: Die Laufzeit der THz-Pulse ermöglicht die Kontrolle der Materialstärke**

aus Brechungsindex  $n$  und Materialdicke  $d$ ) ab. Daher lässt sich neben der Stoffzusammensetzung auch die Materialstärke berührungslos und zerstörungsfrei messen. Mit diesen Voraussetzungen könnte die THz-Spektroskopie das langsame, mechanische Abtasten ersetzen.

Als Beispiel wurde ein Teilbereich einer Airbagabdeckung in Transmission gemessen (Bild 4). Bei der Abdeckung ist die Kerbtiefe der Sollbruchstelle eine kriti-

sche THz-Puls, der durch die Probe gelaufen ist, verzögert und abgeschwächt detektiert. An der Sollbruchstelle lässt sich ein Doppelpuls verzeichnen: Die laterale Strahlausdehnung führt dazu, dass mehr als nur die schmale Kerbe durchstrahlt wird. Da die THz-Wellen auch die angrenzenden Bereiche erfassen, spaltet sich der THz-Puls auf. Anhand der zuerst registrierten Pulsspitze kann man über das Laufzeitverhältnis  $t_1/t_2$  und die Dicke des





**Bild 5.** Die Orientierung der Fibrillen und Glasfasern im Flüssigkristallpolymer (a) spiegelt sich in der THz-Aufnahme des blau markierten Bereichs wider (b)

massiven Probenbereichs  $d_2$  auf die Materialstärke  $d_1$  in der Kerbe schließen. Über eine Reflexionsanordnung könnten so auch Wandstärken in extrusionsgeblasenen Behältern kontrolliert werden.

### Orientierung der Verstärkungsfasern ermitteln

Gepulste Spektrometer können innere Strukturen wie Faserorientierungen sichtbar machen. Dieses Wissen ist besonders wichtig, wenn verstärkte Kunststoffe als strukturelle Bauteile eingesetzt werden. Beispielsweise können sich die stäbchenförmigen Molekülketten von Flüssigkristallpolymeren (LCP) in der Schmelze parallel ausrichten. Die dadurch entstandenen mesomorphen Regionen führen zu einer Fibrillenstruktur, die dem Bauteil bereits ohne Fasern eine Verstärkung verleiht. Die Ausrichtung der Fibrillen entscheidet dabei maßgeblich über die mechanischen Eigenschaften. Die bildgebende THz-Spektroskopie ist in der Lage, diese Vorzugsrichtung zerstörungsfrei sichtbar zu machen [3]. Untersucht wurde dazu ein 3 mm starkes Statorblatt eines Helikopters, aus einem mit 30 Vol.-% Glasfasern verstärktem LCP (Typ: Vectra B130; Hersteller: Ticona GmbH).

Fibrillen und Glasfasern haben sich beim Spritzgießen überwiegend entlang der Flusslinien der Kunststoffschmelze orientiert, die als Strichlinien in Bild 5a schematisch eingezeichnet sind. Die THz-Aufnahme des markierten Bereichs zeigt, dass diese Anordnung eine optische Anisotropie bewirkt, d. h. die Probe wird doppelbrechend (Bild 5b). Liegen Fibrillen und Glasfasern mehrheitlich parallel zur Polarisationsrichtung der THz-Strahlung (Bild 5b links unten), dominieren die

THz-Pulse, die im Material als außerordentlicher Strahl stärker verzögert werden. Im Gegensatz dazu überwiegen im Fall senkrechter Anordnung die ordentlichen Strahlanteile (Bild 5b rechts oben). Es ergibt sich ein Unterschied im Brechungsindex von bis zu  $\Delta n = 0,14$ . Entlang der Diagonalen mit Faserausrichtungen um  $45^\circ$  sind beide Strahlkomponenten in etwa gleich stark.

Analog können Glasfaserstrukturen in Matrices aus PP oder Epoxidharz aufgedeckt werden [4]. Folglich eröffnen Polarisationseffekte die Möglichkeit, Orientierungsgrad und -richtung in faserverstärkten Kunststoffbauteilen mittels bildgebender THz-Spektroskopie zerstörungsfrei zu analysieren.

### Ausblick

Es tauchen immer schnellere, kompaktere und kostengünstigere optische Systemkomponenten wie Halbleiter- und Faserlaser auf. Daraus ergibt sich mittelfristig ein stark ausgeprägtes Potenzial, THz-Wellen zur flexiblen, zeit- sowie kosteneffizienten Qualitäts- und Prozesskontrolle einzusetzen. Doch am Institut für Hochfrequenztechnik wird bereits an weiteren, symbiotischen Lö-

sungen geforscht: Kunststoffe werden nicht nur charakterisiert (momentan steht die Güte von Schweißverbindungen im Fokus), sondern sollen auch die stoffliche Grundlage optischer Bauteile für die THz-Technik liefern. ■

### DANK

Die Autoren danken dem Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie (BMWi), aus dessen Haushaltsmitteln ihre Arbeiten über die Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen „Otto von Guericke“ e. V. (AiF) unter der Nummer 182 ZN gefördert wurden. Der Dank gilt auch dem Süddeutschen Kunststoff-Zentrum in Würzburg sowie der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung in Berlin für die zur Verfügung gestellten Probekörper und die fruchtbare Zusammenarbeit.

### LITERATUR

- 1 Koch, M.: The Search Continues for Efficient Terahertz Sources. *Laser Focus World* 41, 11 (2005), S. 97.
- 2 Zandonella, C.: T-ray Specs. *Nature* 424 (2003), S. 721.
- 3 Rutz, F. et al.: Terahertz Birefringence of Liquid Crystal Polymers. *Applied Physics Letters* 89 (2006), S. 221911.
- 4 Rutz, F. et al.: Non-destructive Testing of Glass-fibre Reinforced Polymers Using Terahertz Spectroscopy. ECNDT, Berlin: 25/29.09.2006.

### DIE AUTOREN

DIPL.-ING. STEFFEN WIETZKE, geb. 1980, ist wissenschaftlicher Mitarbeiter an der TU Braunschweig; steffen.wietzke@ihf.tu-bs.de

DIPL.-PHYS. FRANK RUTZ, geb. 1974, arbeitete im Rahmen seiner Promotion am IHF und forscht jetzt am Fraunhofer-Institut für Angewandte Festkörperphysik in Freiburg i. Br.

PROF. DR. MARTIN KOCH, geb. 1963, leitet die Abteilung „Terahertz-Systemtechnik“ des Instituts für Hochfrequenztechnik der TU Braunschweig.

### SUMMARY KUNSTSTOFFE INTERNATIONAL

## The Terahertz View

**SPECTROSCOPY.** With the aid of terahertz waves, not only the composition but also the material thickness can be determined using a noncontact and nondestructive measurement technique. The potential of this technology, which also provides information on the homogeneity of polymer-additive systems and fibre-reinforced plastics, is presented in this article.

NOTE: You can read the complete article by entering the document number **PE103872** on our website at [www.kunststoffe-international.com](http://www.kunststoffe-international.com)

i	<b>Institut</b>
<b>Technische Universität Braunschweig</b> <b>Institut für Hochfrequenztechnik</b> <b>Schleinitzstraße 22</b> <b>D-38106 Braunschweig</b> <b>Tel. +49 (0) 5 31/3 91-2000</b> <b>Fax +49 (0) 5 31/3 91-2045</b> <b><a href="http://www.tu-bs.de/ihf/ag/terahertz">www.tu-bs.de/ihf/ag/terahertz</a></b> <b><a href="http://www.tcl.tu-bs.de">www.tcl.tu-bs.de</a></b>	