Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

TECHNISCHE UNIVERSITÄT WIEN

Diplomarbeit

Entwicklung einer optischen Methode zur Analyse von Gelpartikelfrachten im Viskoseprozess

ausgeführt zum Zwecke der Erlangung des akademischen Grades eines Diplom-Ingenieurs

am

Institut für Verfahrenstechnik, Umwelttechnik und Technische Biowissenschaften (E166)

unter der Leitung von

Senior Scientist Dipl.-Ing. Dr.techn. Andreas Bartl

eingereicht an der Technischen Universität Wien

Fakultät für Maschinenwesen und Betriebswissenschaften

von

Wolfgang Ipsmiller

[redacted]

Wien, 11. Dezember 2019

Wolfgang Ipsmiller

Danksagung

Mein großer Dank gilt zuvorderst Herrn Bartl, der mir die Möglichkeit gegeben hat, mit dieser Arbeit nicht nur einerseits Einsicht in einen interessanten und vielschichtigen Themenbereich zu nehmen, sondern andererseits vor allem einen aktiven Beitrag zur Weiterentwicklung von Theorien bzw. zu Neuentwicklungen im Bereich der Analysenmethodik betreffend konkrete und aktuelle Fragestellungen in der angewandten Forschung zu leisten. Herr Bartl hat mir darüber hinaus die Teilnahme an themenbezogenen Konferenzen ermöglicht und damit einen weiten Blick über verfahrenstechnische Anwendungsfelder in der industriellen Praxis eröffnet.

Gleichermaßen danke ich Herrn Müller und Herrn Rußler (Firma Glanzstoff Industries GmbH, R&D). Aktualität und Praxisnähe meiner Arbeit wurden erst durch die von Herrn Müller initiierte Zusammenarbeit im Rahmen eines Forschungsprojekts ermöglicht. In vielen Gesprächen wurden mir seine fundierten Kenntnisse über prozessbezogene und phänomenologische Charakteristika vertraut und nicht zuletzt dies hat meinen Anspruch geweckt, das gesetzte Thema – im Rahmen der Zeitspanne, die eine Bearbeitung dessen als Diplomarbeit zur Verfügung stellen kann – umfassend aufzuklären. Für die Expertise betreffend die Viskosegarnherstellung und für die organisatorische Unterstützung am Produktionsstandort von Glanzstoff Bohemia s.r.o., Tschechische Republik, sei speziell Herrn Rußler gedankt.

Des Weiteren gilt mein großer Dank Frau Janková, die meine Feldversuche im Werk mit Fachwissen begleitet und mich bei der Umsetzung meiner Versuchsreihen gemeinsam mit ihrem kompetenten Laborpersonal tatkräftig unterstützt hat.

Ein herzliches Dankeschön sage ich auch meinen geschätzten Kolleginnen und Kollegen der mechanischen Verfahrenstechnik, die durch ihre Diskussionsbereitschaft und ihren Gemeinschaftssinn die Voraussetzung für angenehmes Arbeiten geschaffen haben. Gleiches ist meinen Freunden versichert; für ihre fortwährende Treue, ihre warmherzige Gastfreundschaft, für gewachsene Traditionen kollegialer Ausflüge und Abende sowie inspirierende Gedanken und lange Gespräche bis in die Morgenstunden.

Ganz besonderen Dank aber richte ich an meine Familie; an meine Eltern und meine beiden Geschwister. Danke – für die überaus großzügige finanzielle Unterstützung, den großen Mut, den ihr mir in schwierigen Zeiten zugesprochen habt; für viele großartige Momente, die ich abseits meiner Arbeit mit euch erleben durfte. –
Vor allem aber danke ich euch aufrichtig für das bedingungslose Vertrauen, das ihr stets in euren Sohn / in euren Bruder, gesetzt habt.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Abstract

Following up a confrontation of existing theories on the state of solution of viscose spinning solutions and based on the incidence, in this regard, of particle loads a method is designed that utilizes optical properties to substanciate the occurrence of particles originating in accordance with these theories.

This method complements process analytics regarding particle parameters – hitherto only being carried out by contamination analysis of the spinning solution – where detection and mapping of particles in the actual regenerated viscose are concerned and allows for classification of the particle collective by ascertaining number distributions of the equivalent particle diameter.

This thesis represents the prerequisites for the application of optical image analysis in laboratory analytics of regenerated cellulose and forms the basis of knowledge for the implementation of those optical systems within quality control in the production process.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Kurzfassung

Nach einer Gegenüberstellung existierender Theorien zum Zustand von Viskose-Spinnlösungen und basierend auf dem damit in Zusammenhang stehenden In-Erscheinung-Treten einer Partikelfracht wird eine Methode entwickelt, die sich optische Eigenschaften zunutze macht, um ein Auftreten von Partikeln nach diesen Entstehungstheorien nachzuweisen.

Diese Methode ergänzt die – hinsichtlich der Partikelparameter bisher nur über die Analyse der Spinnlösung betriebene Prozessanalytik – um die Möglichkeit, Partikel auch in der regenerierten Viskose nachzuweisen und abzubilden sowie mittels der Bestimmung von Anzahlverteilungen der Äquivalentpartikeldurchmesser das Partikelkollektiv zu klassifizieren.

Diese Arbeit stellt die Voraussetzung für die Verwendung der optischen Bildanalyse in der Laboranalytik der Celluloseregenerate dar und bildet den Grundstock an Wissen zu deren Implementierung als Technik für Qualitätskontrollsysteme im Produktionsprozess.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Inhalt

1 Einleitung und Motivation **1**

2 Theorie **6**

2.1 Charakteristika und Herstellung von Viskosefasern 6

2.2 Partikelentstehung und Partikelgrößenverteilung in Viskosespinnlösungen 12

2.3 Partikelmesstechnik für Viskoselösungen 23

2.4 Optische Bilderfassung und Bildauswertung 26

3 Praktischer Teil **33**

3.1 Feldversuch 35

3.1.1 Generelle Versuchsstrategie, Grundschema 35

3.1.2 Teilversuche 42

3.2 Entwicklung des optischen Systems 47

3.2.1 Auswahl des Bildgebungsverfahrens 47

3.2.2 Probenpräparation, Einfluss von Hilfsmedien 52

3.2.3 Färbeversuch 56

3.2.4 Optische Bildanalyse 60

3.3 Methodik zum Vergleich von Kontaminationsanalyse der Spinnlösung und optischer Bildanalyse an Viskosefilmen 63

4 Ergebnisse **69**

4.1 Einfluss des Filtermedientyps auf die Filtration an der Spinnstelle und Gang der Partikelanzahl 69

4.2 Optische Bildanalyse der Celluloseregenerate 72

4.3 Evaluierung von Kontaminationsanalyse der Spinnlösung und optischer Bildanalyse 79

5 Diskussion **95**

5.1 Methodenentwicklung 95

5.2 Interpretation der Ergebnisse der optischen Bildanalyse und des Methodenvergleichs mit der Kontaminationsanalyse 102

6 Abschlussbetrachtungen und Ausblick **112**

7 Literatur *119*

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

1 Einleitung und Motivation

Viskosefasern finden heute auf breiter Basis Verwendung in einer Vielzahl von Produktionsprozessen und Anwendungsfeldern; die Anforderungen – ökologische, technische, wirtschaftliche, qualitative, legale – an diese Celluloseregenerate steigen dabei zusehends (Österreichisches Chemiefaser-Institut, 2015; Meierkord, 2015; Wimmer, 2014; Huber, 1985; Gebert-Germ & Müller, 2015; Müller, 2014; Bernt, 2015; Müller, 2015; Männer et al., 2015). Zur Veranschaulichung sollen hier zwei Bereiche stellvertretend herausgegriffen werden.

Ein wesentliches Element in der Reifenherstellung sind Cords aus hochverstreckten Viskosegarnen, die zum Aufbau des Stützgewebes der Laufflächen verwendet werden, welche im Betrieb starken mechanischen und thermischen Belastungen ausgesetzt sind (Müller & Rußler, 2015). Die Hersteller versuchen, nicht zuletzt aus ökonomischen Überlegungen, mit geringerem Materialeinsatz gleiche Performance zu erzielen. Der Aufbau eines modernen Reifens erschließt sich dabei keineswegs trivial (siehe Abbildung 1-1).

Abbildung 1-1 Prinzip der Verstärkung von Reifenlaufflächen und -karkassen (Müller, 2014, S. 8)

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Eine Vielzahl an Einflussfaktoren – physikalischer, chemischer, mechanischer Natur – bieten, ebenso zahlreich, Ansatzmöglichkeiten für Verbesserungen hinsichtlich Stabilität des Werkstoffverbundes, sowie Widerstandsfähigkeit gegen Verschleiß bei Durchwalken im Betrieb oder auch Abriebfestigkeit und Rundlaufeigenschaften. So ist es entscheidend, gleichmäßige und gleichbleibende Güte der zum Einsatz kommenden Werkstoffe sicherzustellen, gleichermaßen aber auch deren Verträglichkeit und innige Verbindung untereinander im Verbund, um Produkte so zu erzeugen, dass sie die an sie gestellten strengen Sicherheits- und Qualitätsanforderungen letztlich auch reproduzierbar erfüllen.

Die eingesetzten Stützgewebe aus Viskosegarnen stellen dabei einen die Charakteristika entscheidend beeinflussenden Faktor dar (Müller & Rußler, 2015). So sehr der Werkstoff einerseits für seine Materialeigenschaften wie geringes Gewicht, mechanische Flexibilität, sowie gute Haftung in der Matrix bei gleichzeitig hoher mechanischer Reißfestigkeit geschätzt wird, so kritisch ist aufgrund des dadurch möglichen sparsamen Einsatzes andererseits die Verlässlichkeit, mit der ebendiese Vorteile auch dauerhaft aufrechterhalten und für die kontinuierliche Produktion garantiert werden können. Ein Faserhersteller, der diese Bedürfnisse befriedigen kann, ist demnach eindeutig in einem Wettbewerbsvorteil gegenüber jenen Herstellern, die diesen Anforderungen seitens der Reifenproduzenten nur mit größeren Sicherheitszuschlägen, d. h. höherem Materialeinsatz, begegnen können.

Für spezielle Anwendungen, in der Herstellung sogenannter funktioneller Textilien, werden in der Produktion bewusst Partikel zugesetzt (Müller & Rußler, 2015; Bernt, 2015). Inhärent flammhemmende Textilien beispielsweise stellen eine interessante Alternative zu den aufwändig nachbehandelten Geweben dar, da die flammhemmende bzw. selbstlöschende Wirkung langzeitstabil aufrechterhalten werden kann und zudem keine gesundheitsbedenklichen chemischen Verbindungen eingesetzt werden müssen. In diesem Zusammenhang soll erwähnt werden, dass gerade jüngst – mit Stand 2015 – Studienergebnisse bekannt wurden, wonach es bei ausgerüsteten Textilien zur Emission dieser Rüstmittel, das sind oberflächenaktive organische Verbindungen vor allem aus der Stoffgruppe der poly- und perfluorierten Tenside, komme und damit mitunter zu schädlichen Auswirkungen auf Mensch und Umwelt – Stichworte in diesem Zusammenhang sind Reproduktionstoxizität und hormonelle Wirkung –, mindestens aber zu einer Agglomeration dieser Stoffe in der Umwelt aufgrund deren Persistenz (Santen & Kallee, 2012; Wefers & Cameron, 2015).

Der absichtliche Zusatz von Partikeln – in der Größenordnung einiger Massenprozente – hat neben dem erwünschten Erzeugen spezieller Funktionen aber immer auch Effekte hin zu unerwünschten Veränderungen zur Folge, so können beispielsweise Bereiche mit Anhäufungen von Partikeln ebenso auftreten wie

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Verarmungszonen (Müller & Rußler, 2015). Auch aus diesem Grund ist dafür Sorge zu tragen, mit so wenig Zusatzstoff wie möglich die geforderten Wirkungen zu erreichen.

Theoretische Überlegungen und verschiedene Experimente zeigen darüber hinaus, dass bereits in der (zusatzstofffreien, Anm.) Viskose Partikel unterschiedlichen Ursprungs vorhanden sind bzw. im Viskoseprozess entstehen, besonders die sogenannten Gelpartikel (siehe Kapitel 2.2). Die Anerkennung dieses Umstands führt konsequenterweise zum Schluss, dass auch in ansonsten partikelfrachtfreien Viskosefilamenten Störpartikel vorlägen, deren Größenverteilung und Anzahl sich als ebenso kritisch betreffend die Produktqualität darstellten.

Es kann die Annahme getroffen werden, dass besonders Festigkeit und Zähigkeit der in einer Größenordnung von etwa 10 µm vorliegenden Viskosefilamente durch hohe Störpartikelfrachten bzw. inhomogene Verteilung von Partikeln und damit auftretende Heterogenität der Fasermorphologie stark negativ beeinflusst und Werte für Reißkraft und Reißdehnung fallen würden (Müller & Rußler, 2015). Grundsätzlich darf weiter angenommen werden, dass die demnach gewünschte Isotropie der mechanischen Eigenschaften über die Faserlänge umso besser eingestellt werden kann, je sicherer Gehalte an Verunreinigungen / Zuschlagmaterial kontrolliert, sowie diese Partikel hinsichtlich deren Größenverteilung dokumentiert werden können und somit aktiv in den Produktionsprozess eingegriffen und dieser justiert werden kann.

Um also einerseits die mechanischen Eigenschaften auf stabilem, hohem Niveau und andererseits die Materialbedarfe an Zuschlagstoffen und an Viskosegarn selbst niedrig halten zu können, sind für die Qualitätssicherung in produzierenden Betrieben verlässliche Daten hierzu von steigender Bedeutung (Müller & Rußler, 2015).

Zerstörende Prüfverfahren zur Charakterisierung mechanischer Faser-eigenschaften – im Allgemeinen nach dem Prinzip kontinuierlicher Belastungstests bei konstanter Vorspannung – lassen zwar quantitativ Aussagen zur Fehlerhäufigkeit zu (Müller & Rußler, 2015), diese Versuche bieten aber weder die Möglichkeit zur direkten Quantifizierung des Gehalts an Partikeln, noch deren Größenverteilung. Über spezielle volumetrische Messverfahren (siehe Kapitel 2.3) lassen sich solche Partikelgrößen-verteilungen für wässrige Viskoselösungen erstellen, ein Vergleich mit den am fertigen Produkt, also der regenerierten Cellulose, während der zerstörenden Prüfung ermittelten mechanischen Kennwerten ist aber weiterhin nur sehr eingeschränkt möglich.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Forschungsansatz

Die vorliegende Arbeit setzt sich Gesagtem Rechnung tragend zwei thematische Schwerpunkte.

Einerseits soll das Ziel erreicht werden, die verschiedenen Theorien in der Literatur bezüglich der Herkunft, Beschaffenheit und Größenverteilung der in der flüssigen Viskose – respektive Spinnlösung – enthaltenen Partikel zusammenzuführen und damit die wissenschaftliche und technische Basis für künftige Verbesserungsansätze im Viskoseprozess und in der Prozessanalytik zu schaffen.

Zum anderen soll in der Folge eine Methode entwickelt werden, die es ermöglicht, Partikelanalysen an der regenerierten Viskose durchzuführen. Darüber hinaus sollen erste Analysen nach dieser Methode gemacht und mit Partikelmessungen der Viskose-Spinnlösung korreliert werden, um deren Vergleichbarkeit zu untersuchen und Veränderungen am Partikelkollektiv zu demonstrieren.

Ein Bild sagt mehr als tausend Worte

In der Vergangenheit waren es vor allem methodische Ansätze, die Verständnis und Weiterentwicklungen auf vielen Gebieten der Naturwissenschaften erst ermöglichten (Sitte, 1973). Unterschiedliche, in technischen Prozessen auftretende Phänomene lassen sich letztlich nicht selten oder gerade über die Struktur der ihnen zugrundeliegenden Materie erklären, eine Erforschung der funktionellen Hintergründe vieler Problemstellungen kann daher häufig von der Entwicklung neuer Methoden profitieren, die imstande sind, strukturelle Eigenschaften greifbar, sichtbar zu machen (Sitte, 1973).

Eins & Stiller (1995) nehmen Sittes Ansätze auf und interpretieren:

„Mit einem Anteil von 75% des visuellen am gesamten Informationsaustausch und der – verglichen mit anderen Sinnesorganen – höchsten Übertragungskapazität im visuellen Bereich (> 10^8 bit/s) weisen wir Menschen uns als vornehmlich sehende (‚bildverarbeitende') Wesen aus."

Eins & Stiller (1995)

Diesem Faktum gemäß und im Gegensatz zu den bereits angesprochenen klassischen Methoden sind nach Eins & Stiller (1995) bildgebende Verfahren im Besonderen geeignet, Strukturen in biologischen und vergleichbar heterogenen Systemen darzustellen sowie qualitativ und – in steigendem Maße mit der Einführung

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

der EDV-gestützten bildanalytischen Hilfsmittel – auch quantitativ zu bewerten. Die herausragende Bedeutung des menschlichen Sehens für die Bewertung des Gesehenen in den unterschiedlichsten (Problem-)Bereichen und die Fähigkeit differenzierten Erkennens von Mustern auf vielen (Größen-)Ebenen (Eins & Stiller, 1995) sind dabei einerseits Grundlage für die Entwicklung problemangepasster optisch-messtechnischer Methoden, andererseits eben dadurch auch Profiteur der Weiterentwicklung dieser Analysenverfahren. Die enge Verflechtung beider, der visuellen Sensorik des Menschen und bildanalytischer/bildverarbeitender Techniken stellen dabei eine (in dieser Form in der Messtechnik einzigartige, Anm.) Synergie dar (Eins & Stiller, 1995).

Im Folgenden wird eine Analysenmethode vorgestellt, die sich gegenüber den bereits genannten, dem Stand der Technik entsprechenden Verfahren speziell dadurch auszeichnet, dass sie erstmals die Bestimmung von Partikelgrößen-Anzahlverteilungen direkt im / am Regenerat (in Viskosefilmen, siehe Kapitel 3) ermöglicht, gleichzeitig qualitative und quantifizierbare Aussagen über die Partikelform erlaubt und – innerhalb gewisser Grenzen – zusätzlich Information über das Verhalten des Partikelkollektivs geben kann.

Anhand detaillierter Beschreibungen wird auf die Herausforderungen bei der Methodenentwicklung eingegangen, über umfangreiche Versuchsreihen wird die Anwendung der Methode getestet, Resultate werden mit Ergebnissen der Messungen an der Spinnlösung korreliert (siehe Kapitel 4 und 5). Hiermit wird die gegenseitige Verifizierung zweier Methoden und damit eine Aussage über deren Vergleichbarkeit möglich. Ein Einfluss unterschiedlicher Filtermedien bzw. -strategien für die Viskose-Produktion wird dabei ebenso untersucht, wie ein Gang des Partikelgehalts. Ergänzend werden methodische Ansätze zur Ausdehnung der Analytik auf Viskosefilamente diskutiert. Auf dem Prinzip der gefundenen Methode aufbauend werden in einer Vorschau Wege zur automatisierten Erfassung der Partikelkonturen über Bildverarbeitungs-Algorithmen besprochen; eingegangen wird dabei vor allem auf die Rahmenbedingungen einer weiterführenden Analyse nach diesen Schemata.

Erstmals werden konkrete, durch Mess- bzw. Analysendaten belegte Aussagen über Gestalt und Veränderungen des Partikelkollektivs während des Verarbeitungs- bzw. des Spinnprozesses getroffen. Über geeignete Adaption / Variation der eingesetzten optischen Geräte ist das Prinzip darüber hinaus auch on-line anwendbar, ohne dabei die Analysenmethode grundlegend abändern zu müssen.

Die Arbeit leistet in dieser Form auch einen wertvollen Beitrag für eine Weiterentwicklung und zukünftige Implementierung der optischen Analysenmethoden zum Zwecke der Einflussnahme und Prozessüberwachung on-line, also direkt im Produktionsprozess selbst.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

2 Theorie

2.1 Charakteristika und Herstellung von Viskosefasern

Die Viskosefaser

Viskosefasern sind ein künstlich gewonnenes Derivat der Cellulose und als solches in die Kategorie der „man made fibres“ – oder Chemiefasern – einzugliedern (Götze, 1967, S. 1 - 2). Für die Herstellung wird der polymere Rohstoff in einer Abfolge mehrerer Prozessschritte mechanisch, chemisch und thermisch so behandelt, dass niedermolekulare Intermediate entstehen, die in geeigneter Weise wieder zu Polymeren mit den gewünschten Eigenschaften verkettet werden (Götze, 1967, S. 38 - 39).

Das Ausgangsmaterial für die Herstellung ist Cellulose (Götze, 1967, S. 1), ein Naturstoff, auf dem als strukturellen Bestandteil (gemeinsam mit weiteren Komponenten) die – innerhalb gewisser Grenzen – zug- und druckstabilen Zellwände von Pflanzen aufbauen (Hölzl & Bancher, 1965, S. 135 - 161; Kayser & Averesch, 2015, S. 60 - 64), (siehe Abbildung 2-1).

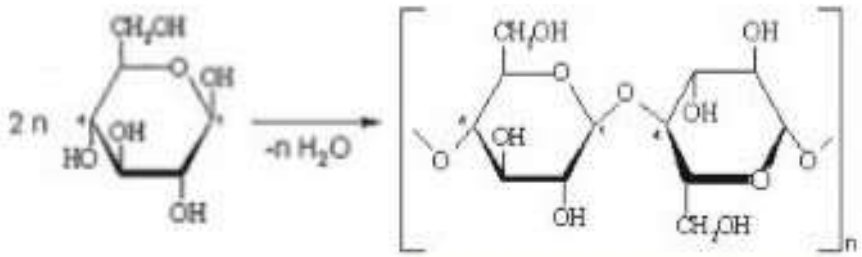


Abbildung 2-1 „Cellobiose-Einheit“: β-1,4-glycosidische Verknüpfung von Glucose als Grundstruktureinheit für Cellulose; (Götze, 1967, S. 219 - 223; Kayser & Averesch, 2015, S. 60 - 64).

Das Polysaccharid liegt in unverzweigten Ketten vor, die sich zu hinsichtlich deren Aufbaus komplexen übergeordneten Strukturen aneinanderlagern (Götze, 1967, S. 219 - 223; 237 - 256; Kayser & Averesch, 2015, S. 60 - 64); je nach Rohstoffquelle beträgt die Kettenlänge einige hundert bis zu mehreren tausend Monomereinheiten (Götze, 1967, S. 223 - 230). Grundlegend für die physikalisch-chemischen Eigenschaften der Cellulose ist in diesem Zusammenhang die Art der Polymerbildung durch β-1,4-

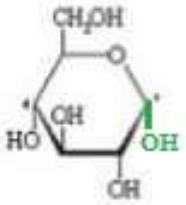
Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

glycosidische Bindung[1] der Glucosemoleküle. Naturfasern aus Cellulose, wie z. B. Baumwolle, können zu Garnen versponnen werden und finden beispielsweise in der Bekleidungsindustrie Anwendung (Wimmer, 2014, S. 16).

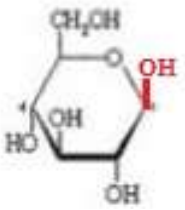
Die chemisch verwandten Viskosefasern bzw. deren Herstellung bieten diesen Naturfasern gegenüber eine Reihe von Vorteilen; bereits aus dem Herstellungsprinzip über den Weg mehr oder weniger monomerer Zwischenprodukte ergibt sich die Möglichkeit einer weitgehend freien Gestaltung der Fasergeometrie (Wimmer, 2014, S. 16 - 17). So kann die Querschnittsform den Erfordernissen ebenso angepasst werden wie der Faserdurchmesser, wie auch die Oberflächeneigenschaften durch geeignete Ver- und Bearbeitungsprozeduren und die geometrischen Verhältnisse in Faserlängsrichtung beeinflusst werden können – bspw. über das Aufprägen einer Kräuselung durch Stauchen der frisch ersponnenen Faser (Götze, 1967, S. 587 - 732; Wimmer, 2014, S. 16 - 17). Ein weiterer entscheidender Pluspunkt der Viskosefaser liegt darin, dass sie als Endlosfaser (Götze, 1967, S. 900), als sogenanntes Filament, hergestellt werden kann. Es entsteht dadurch eine Erweiterung des Anwendungsfeldes, beispielsweise als Reifencord (Götze, 1967, S. 962 - 979; Glanzstoff Industries GmbH, 2016). Die so hergestellten Garne weisen deutlich bessere mechanische Kennwerte auf als Stapelfasern (Götze, 1967, S. 962 - 963), da die einzelnen Filamente in Abzugs-richtung – wenn man von anderen Störeinflüssen absieht – durchgehend kovalente Bindungsstruktur aufweisen, wogegen bei Verwendung von Stapelfasern immer Unterbrechungen dieser auftreten und an diesen Stellen der Zusammenhalt nur durch Nebenvalenzen aufrechterhalten wird. Darüber hinaus kann Rohstoff aus Quellen genutzt werden, die einerseits weniger pflegeintensiv und damit zumindest hinsichtlich ihres Anbaus umweltfreundlicher erhalten werden können und andererseits auch in weitaus größeren Mengen und kostengünstiger verfügbar sind (Lenzing AG, 2008, S. 41 - 51).

---

[1] Der Präfix β gibt die Position der Hydroxygruppe des an der Bindung beteiligten anomeren Kohlenstoffatoms wieder. Glucose kommt in der cyclischen Pyranoseform als α-D-Glucopyranose oder β-D-Glucopyranose vor. Dies wird bei der Nomenklatur als *α- oder β-glycosidische Bindung* berücksichtigt. Die Anordnung der Hydroxygruppe ist maßgeblich für die strukturellen Eigenschaften der aus Glucose gebildeten Polymere verantwortlich, im Falle der Cellulose für die Ausbildung linearer Kettenmoleküle, die sich unter Ausbildung kristalliner Domänen aneinanderlagern und makroskopisch stabile Gebilde erzeugen. (Götze, 1967, S. 219 - 223; Kayser & Averesch, 2015, S. 60 - 64)



α-Glucose



β-Glucose

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Der Viskoseprozess

Eine sehr ausführliche Abhandlung aller beschriebenen Schritte bietet Götze (1967). In der Folge sollen nur die für das Prozessverständnis unmittelbar wesentlichen Eckpunkte skizziert werden.

Als Einsatzstoff wird Zellstoff verwendet, der aus den verholzten Teilen von Pflanzen – in erster Linie Bäumen – gewonnen wird. Dieser wird zunächst mechanisch zerkleinert und über verschiedene Aufschlussverfahren möglichst vollständig von den ebenso enthaltenen Substanzen Lignin, Harzen, Wachsen, Eiweißen, Lipiden, etc. gereinigt (Freie Universität Berlin - Institut für Chemie und Biochemie, 2000; Götze, 1967, S. 143 - 193). Das dabei erhaltene feinfaserige Material, der Zellstoff, besteht hauptsächlich aus Cellulose – Reinheiten deutlich über 90 % sind wünschenswert bzw. erforderlich (Müller & Rußler, 2015) – und wird zu handhabbaren Platten (bzw. Ballen) verpresst (Götze, 1967, S. 143 - 193). Die so erhaltenen „Pulps“ werden als Vorlage im Viskoseprozess (siehe Abbildung 2-2) verwendet (Glanzstoff Industries GmbH, 2016).

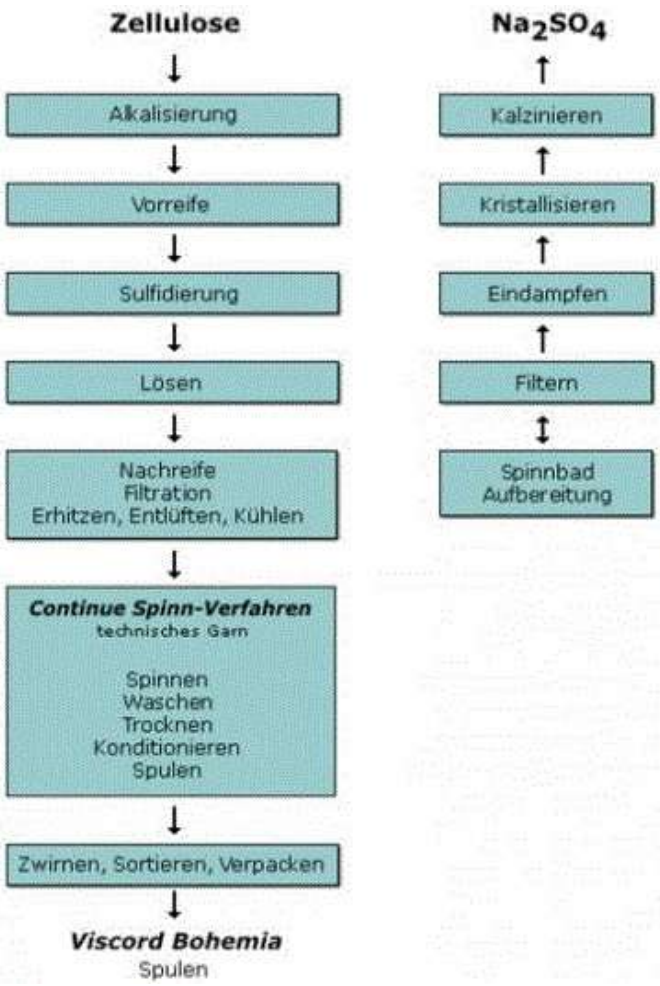


Abbildung 2-2 „Der Viskose-Prozess“ (Glanzstoff Industries GmbH, 2016)

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Im ersten Verfahrensschritt des Viskoseprozesses werden diese in etwa zwanzigprozentiger Natronlauge gequollen. Es bildet sich dadurch unter Abspaltung von Protonen ein Natriumsalz[2] der Cellulose (Freie Universität Berlin - Institut für Chemie und Biochemie, 2000), das Alkalicellulose (AC) benannt wird (Glanzstoff Industries GmbH, 2016). Die bei der Alkalierung entstandene Feuchte wird durch Abpressen teilweise entfernt und es wird mechanisch aufgelockert (Freie Universität Berlin - Institut für Chemie und Biochemie, 2000), um eine möglichst gute Zugänglichkeit für die nächsten Prozessschritte zu erreichen.

Die erhaltene, feinkrümelige Masse wird einer sogenannten Vorreife im Bereich einiger zehn Stunden zugeführt (Freie Universität Berlin - Institut für Chemie und Biochemie, 2000). Unter definierten Bedingungen kommt es hierbei chemisch zu Oxidationsreaktionen und damit zu einer mehr oder weniger stark ausgeprägten Depolymerisation, d. h., einer Verkürzung der durchschnittlichen Kettenlänge (Glanzstoff Industries GmbH, 2016; Freie Universität Berlin - Institut für Chemie und Biochemie, 2000), abhängig von der Reifedauer. Dies ist eine Voraussetzung um nachfolgend verspinnbare Lösungen genügend geringer Viskosität darstellen zu können (Götze, 1967, S. 356 - 357).

Die vorgereifte Alkalicellulose wird einige Stunden lang bei Temperaturen um 30 °C mit Schwefelkohlenstoff umgesetzt. Es entsteht sogenanntes Cellulose-Xanthogenat[3], indem an jenen Stellen im Molekül, an denen zuvor deprotoniert wurde eine CS_2-Gruppe eingefügt wird (Freie Universität Berlin - Institut für Chemie und Biochemie, 2000). Die Cellulosexanthogenate (siehe Abbildung 2-3) sind das Ausgangsmaterial für die Darstellung einer geeignet verspinnbaren Lösung (Roy, 2000, S. 638).

[2] Die Alkalicellulose stellt formal ein Natriumsalz der Cellulose dar. Der stereochemische Zustand dieser Substanz darf jedoch nicht mit dem Ionengitter eines klassischen anorganischen Salzes, bspw. aus Alkali- bzw. Erdalkalimetallen als Kationen und Halogenen als Anionen beschrieben werden.

[3] Salze von O-Alkylestern der Dithiokohlensäure werden auch als Xanthogenate bezeichnet; eine derartige chemische Struktur entsteht beim Addieren von Schwefelkohlenstoff an das Sauerstoffatom einer deprotonierten OH-Gruppe (Roy, 2000, S. 633). Im Viskoseprozess muss die Cellulose nicht vollständig xanthogeniert werden. Es ist ausreichend, gerade so viele Hydroxygruppen zu ersetzen, wie für die Darstellung einer spinnfähigen Lösung nötig. Ein gebundenes Molekül CS_2 pro zwei Glucose-Einheiten wird hier als hinreichend angegeben (Freie Universität Berlin - Institut für Chemie und Biochemie, 2000).

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

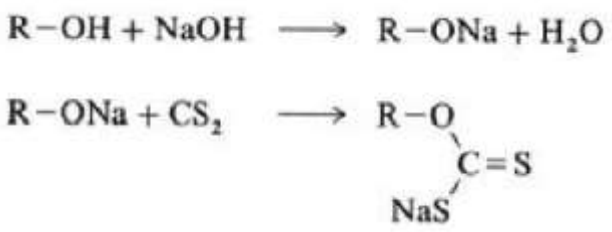


Abbildung 2-3 Schema zur Herstellung von Viskoselösungen; Alkalierung der Cellulose (hier: R-OH) mit Natronlauge unter Wasserabspaltung und anschließende (abhängig von den Reaktionsbedingungen mehr oder weniger vollständige) Xanthogenierung der Alkalicellulose mit Schwefelkohlenstoff unter Bildung des Cellulosexanthogenats (Roy, 2000, S. 636)

In einem weiteren Schritt muss diese „Spinnlösung“ hergestellt werden. In etwa siebenprozentiger Natronlauge wird dafür das Cellulosexanthogenat aufgenommen, die entstehende Lösung wird entlüftet und einige Tage gelagert (Freie Universität Berlin - Institut für Chemie und Biochemie, 2000). Sinn dieses als Nachreife bezeichneten Prozessschritts, in dem es zu einer teilweisen Repolymerisation kommt, ist die Einstellung der für das Verspinnen gewünschten chemischen und fluiddynamischen Eigenschaften. Die hierbei letztlich erzeugte, tief orangefarbene Lösung wird aufgrund ihrer hohen Viskosität (ähnlich jener von Bienenhonig, abhängig von der Temperatur, Anm.) auch „Viskose“ genannt und bezeichnet ebenso den Gesamtprozess (Glanzstoff Industries GmbH, 2016).

Die fertige Spinnlösung wird filtriert, zu den einzelnen Spinnstellen gepumpt, hier abermals filtriert und mittels Spinnpumpen durch die mit einer Vielzahl von Löchern durchsetzten Spinndüsen in ein schwefelsäurehaltiges Fällbad, oder Spinnbad, gepresst (Freie Universität Berlin - Institut für Chemie und Biochemie, 2000; Glanzstoff Industries GmbH, 2016). Neben verdünnter Schwefelsäure enthält dieses Sulfate, in der Hauptsache Na_2SO_4, $ZnSO_4$ (Freie Universität Berlin - Institut für Chemie und Biochemie, 2000), aber auch andere Salze, abhängig von den gewünschten Filamenteigenschaften; durch die hohe Salzkonzentration in saurem Milieu werden zum Ersten die CS_2-Gruppen zum allergrößten Teil wieder abgespalten (Freie Universität Berlin - Institut für Chemie und Biochemie, 2000) und zum Zweiten die OH-Gruppen neu ausgebildet; es entsteht wiederum ein Kettenpolymer, die Regenerat-Cellulose. Der Vorgang der Verdrängung der zu Verarbeitungszwecken eingeführten funktionellen Gruppen wird als Koagulation oder auch als „Aussalzen“ bezeichnet und die Wiederherstellung der ursprünglich vorhandenen funktionellen Gruppen bzw. der ursprünglichen chemischen Zusammensetzung als „Regeneration“ (Götze, 1967, S. 525 - 532). Der entfernte Schwefelkohlenstoff und in Nebenreaktionen entstandener Schwefelwasserstoff

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

müssen abgesaugt und dieses Abgas muss einer Reinigung zugeführt werden, das Spinnbad wird kontinuierlich ersetzt und wieder aufbereitet (Götze, 1967, S. 862 - 872; 913 - 921).

Über Walzenanordnungen werden die extrudierten Filamente abgezogen, über Waschstrecken geführt, verstreckt, getrocknet und schließlich als fertiges Viskose-Multifilamentgarn, oder Roving, aufgehaspelt. Diese Haspeln werden periodisch abgenommen und zur weiteren Verarbeitung zu Viskosegarnen, -corden oder -geweben eingelagert (Glanzstoff Industries GmbH, 2016; Götze, 1967, S. 873 - 913; 922 - 991).

Gut eingestellte Verweildauern für Vor- und Nachreife, gut angepasste NaOH- und CS_2-Konzentration, Salzkonzentration im Spinnbad, Prozesstemperaturen und Prozessdrücke, eine sauber funktionierende Filtration, richtig dimensionierte Anlagen und ein umfassendes Prozessmonitoring, generell also ein gut abgestimmter Verarbeitungsprozess, sind dabei unerlässlich für das Erreichen hoher Qualität des erzeugten Produkts und ganz allgemein für das Funktionieren des Prozesses selbst.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

2.2 Partikelentstehung und Partikelgrößenverteilung in Viskose-spinnlösungen

Technische Viskoselösungen stellen hinsichtlich ihrer Zusammensetzung kein homogenes Medium dar und sind weder chemisch, noch thermodynamisch langzeitstabil (siehe Kapitel 2.1). Können verdünnte Lösungen theoretisch behandelt werden, ist dies für technische Viskose noch nicht trivial möglich (Treiber, 1961). Zwei Theorien werden dabei aufgegriffen, zum einen das Modell von Cellulose in großen Aggregaten bzw. Mizellen, zum anderen eine quasimolekulare Dispersion (isolierte Cellulosemoleküle) auf kleinen Skalen; beide werden dabei als unabhängig voneinander plausibel beschrieben.

Aus Untersuchungsergebnissen über den Zusammenhang zwischen Substitutionsgrad, Viskosität und Löslichkeit bzw. dem Anteil einer unlöslichen Fraktion wird ein chemischer und physikalischer Nichtgleichgewichtszustand einer spinnfähigen Viskose abgeleitet, d. h. die Spinnlösung befindet sich in einem Übergangszustand, der durch die genannten Theorien eingegrenzt wird. Treiber (1961) schlägt hierfür ein mehr oder weniger kontinuierliches Partikelspektrum entsprechend einer Gauß-Verteilung mit Maximum im molekularen Bereich (Treiber & Nadziakiewicz, 1963) vor (siehe Abbildung 2-4).

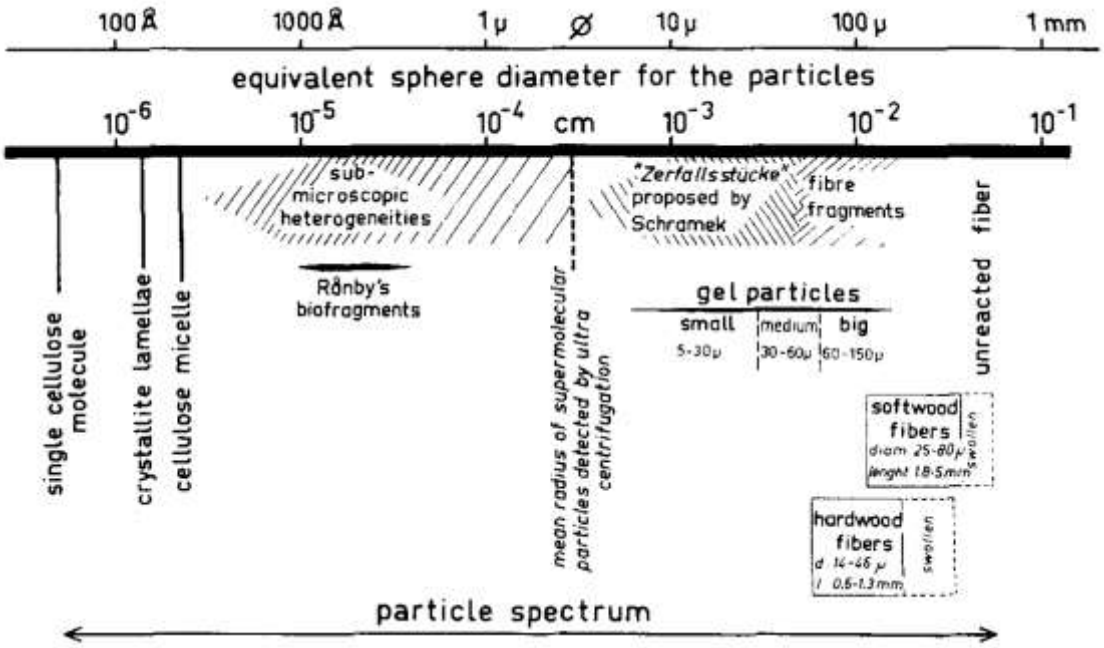


Abbildung 2-4 Partikelgrößenbereich; „the particle spectrum“ (Treiber, 1961, S. 302)

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Demnach sind geringe Anteile nichtxanthogenierter Cellulosefasern enthalten; es können zudem submikrone Heterogenitäten, wie auch amikroskopische Entitäten beobachtet werden (Treiber, 1961). Bei Streulichtversuchen auftretende Fehlmessungen werden auf nichtgelöste Partikel zurückgeführt. Beobachtungen im mikroskopischen Bereich, also in der Größenordnung von grob 1 - 100 µm, zeigen das Vorhandensein eines Partikelgrößenspektrums mit Abhängigkeit der Partikelanzahl von der Partikelgröße an. Nach Treiber (1961) ist dabei der Gehalt an unlöslichen Partikeln im Bereich < 0,1 %, der Anteil mikroskopischer Partikel – je nach Pulpqualität und Verarbeitungsbedingungen – bei approximativ 0,02 %. Bezüglich größerer Elemente hat Treiber (1961) ein schnelles Verschwinden mit Fortdauer des Lösungsvorganges im Dissolver gefunden. Er stellt außerdem besseres Lösungsvermögen für größere und Reduktion der Anzahl kleinerer Partikel und damit einhergehender besserer Filtrierbarkeit bei höherem Eintrag mechanischer Energie fest. Größeren Partikeln kann an dieser Stelle eine wohl eher untergeordnete Rolle bezüglich der Kontaminationsproblematik zugeschrieben werden, da deren Gehalte über Filtration nach Stand der Technik gut beherrschbar sind und über Art und Weise der mechanischen Bearbeitung während des Lösevorgangs und der Reife eine Beeinflussbarkeit möglicherweise direkt und einfach gegeben ist.

Unter Berücksichtigung bisheriger Überlegungen und dahingehend übereinstimmenden Beobachtungen an Produktionsanlagen bezüglich der Filtrierbarkeit der Spinnlösung kann vor allem in (licht)mikroskopischer Größenordnung auftretenden Partikeln besondere Bedeutung hinsichtlich mechanischer Stabilität von Viskosefilamenten zugemessen werden. Es kann die Vermutung abgeleitet werden, dass sie im Gegensatz zu deutlich größer dimensionierten, nicht reagierten Zellstoff-Rückständen in weitaus höherer Zahl in der filtrierten Spinnlösung enthalten sein würden. Wie bereits in der Einleitung andiskutiert, ist anzunehmen, dass vor allem Partikel mit Durchmessern jenseits eines kritischen Wertes für die Beeinträchtigung der mechanischen Eigenschaften von Fasern verantwortlich zeichnen; zu finden ist hier – in erster Näherung – der Filamentdurchmesser, wenn von durchmesserproportionalen Kugeln als Modellpartikel ausgegangen wird, die in dieser Größe unter sonst vom Filament schadlos ertragener Belastung zu einem Abriss führen würden. Abhängig von der Zähigkeit des Filaments, auf die abgezielt wird, kann und wird dieser Durchmesser jedoch auch deutlich darunterliegen. Unbeschadet einer Possibilität, dass submikrone Heterogenitäten zu mikroskopischen Partikeln aggregieren, sollte in Hinblick auf Verarbeitbarkeit und Qualität der Erzeugnisse jedenfalls eine Partikelfracht speziell dieses kritischen Größenbereichs genauer betrachtet werden.

Ein umgekehrt proportionaler, linearer Zusammenhang zwischen logarithmiertem Durchmesser und dem Logarithmus der Anzahl innerhalb eines

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

bestimmten Volumens gemessener Partikel in jener mikroskopischen Größenordnung deutet dabei auf eine stufenweise Desintegration im Zusammenhang mit der Xanthogenierungsreaktion innerhalb der Viskoselösung hin (Treiber, 1961), (siehe Abbildung 2-5).

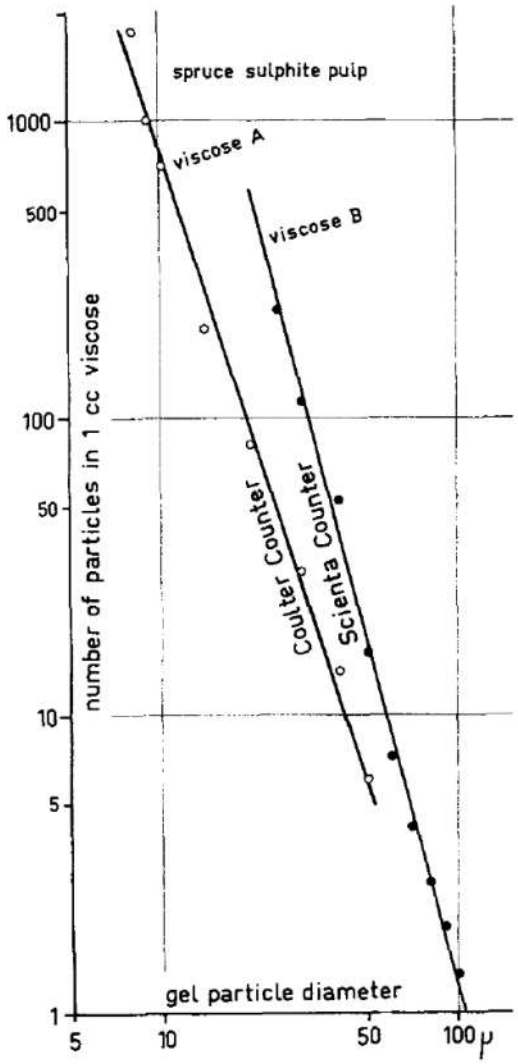


Abbildung 2-5 Partikelanzahl in Abhängigkeit des Durchmessers; „Particle number versus gel particle diameter in a double logarithmic plot“ (Treiber, 1961, S. 298)

Es treten dabei Stadien sogenannter Gelpartikel in der Form gering substituierter, stark gequollener Partikel ohne ausgeprägte Faserstruktur, aber in makroskopischer Größenordnung, etwa zwischen 10 und 80 µm auf (Treiber & Nadziakiewicz, 1963). Sie zeichnen hauptverantwortlich für die beobachtete Filterverstopfung in der Viskose-Produktion (Treiber, 1961), da ihre Strukturlosigkeit im makroskopischen Bereich und ihre Quellbarkeit starke Deformationen erlauben, d. h. es ist anzunehmen, dass es beim Eintritt in das Filtermedium zu Kontraktionseffekten quer zur Strömung kommt, wobei

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

gleichzeitig eine Elongation in Strömungsrichtung auftritt, was in der Summe zu einer Abscheidung aus der Strömung erst im Inneren der Filtermedien führen und damit die Rückspülbarkeit verschlechtern bzw. einen unerwünschten Durchtritt durch die Filtereinrichtungen erlauben würde. Gerade in Hinblick auf Filterverstopfung und -penetration ist daher das Verständnis für Vorgänge, die zu vermehrten Gelpartikelgehalten in der Spinnlösung führen, von großer Bedeutung.

Bereits die Betrachtung der Partikelgröße in der Viskose während der Desintegration bei der Xanthogenierung lässt darauf schließen, dass ebendiese Desintegration mit fortschreitender Reifedauer immer langsamer vonstattengeht, um ab einem bestimmten Punkt letztlich zu stagnieren (Treiber, 1961). Treiber (1961) vermutet hier eine mit der Einwirkzeit verminderte „Solvatationskraft“ durch aufgrund der Stöchiometrie der Reaktion zwangsläufig sinkende Laugenkonzentrationen.

Da bei Messungen nach sinkenden Werten der Viskosität während der Solvatation ein Anstieg bei weiter verlängerter Standzeit beobachtet wird (Treiber, 1961), (siehe Abbildung 2-6), die Viskosität aber offensichtlich mit der Partikelgröße darin enthaltener Partikel (die nichtxanthogenierte Cellulose ist aufgrund ihrer langen Polymerketten ein Feststoff bei Standardbedingungen) oder präziser, deren Volumina, zusammenhängt, kann allein daraus bereits ein erneutes Anwachsen der Partikel mit einhergehend steigenden Durchmessern bzw. Volumina postuliert werden.

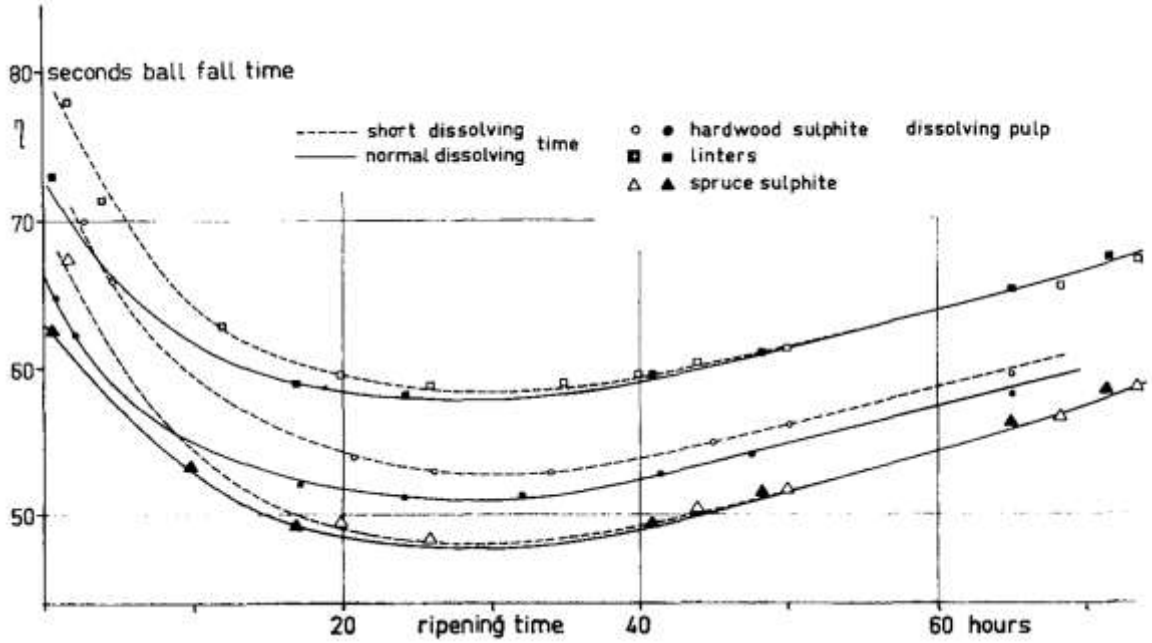


Abbildung 2-6 Viskosität von Spinnlösungen verschiedenen Cellulose-Ursprungs, Einfluss der Mischdauer; „Viscose viscosity (ball fall time) versus ripening time depending on mechanical dissolving time: (- - -) short stirring time (○: 50min; □, Δ: 85 min.) and normal stirring time (200 min.)” (Treiber, 1961, S. 299)

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Offenbar ist eine kurze Verweildauer der Spinnlösung in der Anlage nach abgeschlossener Xanthogenierung gleichermaßen entscheidend für niedrige Gelpartikelgehalte und damit ihrer Qualität, da aufgrund seiner chemischen Instabilität (oder Metastabilität) das Cellulosexanthogenat bei Fehlen jener Umgebung, die erst zur Xanthogenierung führt, die Lösungsneigung wieder sukzessive einbüßt, was Rykova et al. (1991) in ihrer Theorie über diffusionslimitierte Stoffaustauschvorgänge in laminaren Grenzschichten aufgreifen und Serkov und Novikova (1993) in ihrer Beschreibung eines Mechanismus der Formation sekundärer Gelpartikel untermauern.

Rykova et al. (1991) stützen im Wesentlichen die getroffenen Aussagen, ergänzen sie aber um das Konzept „primärer“ und „sekundärer“ Gelpartikel. Es wird die Überzeugung vertreten, dass der Unterschied dieser Bereiche herausgestrichen werden kann und sollte. Primäre Gelpartikel sind demnach die bereits erwähnten Rückstände der – aus verschiedenen bzw. bereits genannten Gründen – nicht vollständig xanthogenierten Cellulose sowie mit dem Rohmaterial eingetragene Partikel, die durch Anlagerung von Viskose vergleichbar einem Überzug ebenfalls gelpartikelähnliches (innerhalb gewisser Grenzen, Anm.) Verhalten zeigen (Serkov & Novikova, 1993). Verwendung von Pulps mit gesteigerter Reaktivität („sauberere“ Cellulose), Optimierung der Mischer / Dissolver, der Merzerisierung, Xanthogenierung und Solvatation im Viskoseprozess, also Pre-Line-Operationen im weitesten Sinne, führen so zu einer Verringerung der Partikelfracht primären Gelcharakters.

Sekundäre Gelpartikel auf der anderen Seite entstünden durch Löslichkeitsverlust (Serkov & Novikova, 1993) und damit einhergehenden lokalen Assoziations- und Kristallisationsprozessen, katalysiert durch Oberflächen fester Partikel und von Equipment, es komme zu einer Formierung von Polymerablagerungen bevorzugt an festen Wänden durch Dexanthogenierung in der immobilen Wandgrenzschicht (Rykova et al., 1991). Rykova et al. (1991) zeigen anhand empirischer Ergebnisse über die Variation der Temperatur, dass in laminaren Schichtenströmungen, wie sie an Wänden von Rohren, Leitungen, Behältern immer auftreten, diese Prozesse auch tatsächlich stattfinden werden. Als Arbeitshypothese dient die Annahme, dass je höher die Temperatur gewählt wird, die Xanthogenatzersetzung in der immobilen Wandschicht umso intensiver abläuft und dementsprechend rascher eine Akkumulation von Gelpartikeln in der Lösung auftreten wird. In einer einfachen Laborapparatur mit geschlossenem Kreislauf wird die Entstehung sekundärer Gelpartikel untersucht (siehe Abbildung 2-7).

Viskose aus einem thermostatierten Zylinder wird über ein Filterinstrument geführt und bei unterschiedlichen Temperaturen für definierte Zeit in Zirkulation gehalten. Nach bestimmten Zeitabschnitten werden Proben aus dem Zylinder gezogen

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

und über Kontrastmikroskopie unter Zuhilfenahme eines Indikatorfarbstoffes, Kongorot (ein Azofarbstoff, Anm.), die Gelpartikelgehalte bestimmt (Rykova et al., 1991).

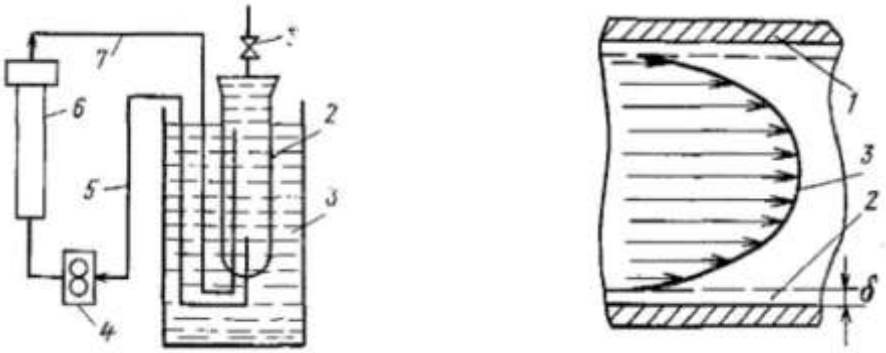


Abbildung 2-7 links: Versuchsanordnung Gelpartikelgehaltbestimmung, schematisch; „Scheme of set-up for studying the process of secondary gel-particle build-up in viscose“;
1) Ventil, 2) Zylinder mit Viskosevorlage, 3) Thermostat / Temperaturjustierung, 4) Zahnradpumpe, 5), 7) Rohrleitung, 6) Filterinstrument

rechts: Entstehung diffusionslimitierter Grenzschichten in Viskoseströmungen; „Formation of wall (diffusion) layer in flow of viscose“;
1) Rohrwand, 2) immobile Grenzschicht, 3) Geschwindigkeitsprofil,
δ .. Grenzschichtdicke

(Rykova et al., 1991, S. 264)

Tabelle 2-1 Entstehung sekundärer Gelpartikel in Abhängigkeit der Temperatur und Zirkulationsdauer; „Increase in Content of Secondary Gel Particles in Viscose at Various Temperatures“ (Rykova et al., 1991, S. 264)

Mean gel-particle cont. at indicated temp. / °C

Circulation time / h	20	30	35	40	50
0	5	5	5	5	5
4	14	18	18	32	Coagulation
8	18	22	23	39	-
24	19	23	32	65	-
28	22	32	41	70	-
32	24	40	44	Coagulation	-
48	38	47	45	-	-

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Ein ursächlicher Zusammenhang der Gelpartikelgenerierungsrate mit Grenzschichtprozessen allein über die Versuchsergebnisse ist damit noch nicht herausgestellt. Wird von einer Reorganisation – in welcher Form immer – dexanthogenierter Abschnitte ausgegangen, zeigt der Versuch zunächst nur eine Temperaturdependenz der Xanthogenatstabilität, zudem eine Verweildauer-abhängigkeit (siehe Tabelle 2-1). Bereits diese Ergebnisse aber sind aufschlussreich in Hinblick auf mögliche Gelpartikelminimierungsmaßnahmen für den Viskoseprozess.

Rykova et al. (1991) zeigen nun über Betrachtungen zur Grenzschicht, dass – Temperaturen wie im Viskoseprozess üblich vorausgesetzt – die in den Laborversuchen festgestellten Koagulationsereignisse zumindest rechnerisch durchaus nicht nur theoretisch denkbar, sondern auch praktisch wahrscheinlich sind. Die folgenden Überlegungen beziehen Rykova et al. (1991) auf Rohrleitungen, es bilden sich jedoch, physikalischen Randbedingungen genügend, an jeder festen Oberfläche zwangsläufig derartige Grenzschichten aus.

Die Aufenthaltsdauer solvatisierter Cellulosexanthogenatmoleküle ist abhängig von der Dicke der gegenständlichen Randzonen und den Diffusionseigenschaften, also dem Diffusionskoeffizienten des transportierten Stoffes, hier der Viskose. Aufgrund der hohen Viskosität stellt sich ein nahezu parabolisches Strömungsprofil in der Verrohrung ein (siehe Abbildung 2-7). Abhängig von der Strömungsgeschwindigkeit werden Grenzschichtdicken im Bereich von 0,1 - 0,5 mm bei Werten für den Diffusionskoeffizienten um D = 10^{-9} cm^2s^{-1} angegeben; Rykova et al. (1991). Vor allem in den Grenzschichten stagniert die Konvektion, eine Diffusionslimitierung ist gegeben, was in der Folge zu großen Verweildauern in ebendiesen führt, da der Transport durch Diffusion um Größenordnungen langsamer abläuft als jener durch Konvektion. Nähert die benötigte Zeit für vollständigen Stoffaustausch über den Hauptstrom durch Diffusion sich jenem Zeitbereich an, an dem die Löslichkeit verlorengeht, kommt es zur Ausbildung einer „koagulierten Zone“, aus der fortwährend Gelpartikel ausbrechen und die die Strömung mitreißt.

Serkov & Novikova (1993) betrachten dazu die Strömungsvorgänge in Rohr-Geometrien detaillierter und gehen von einem mathematischen Ansatz für die Geschwindigkeit in Abhängigkeit des Rohrradius, d. h. quer zur Hauptströmungs-richtung aus,

$$v(\bar{r}) = \frac{3n+1}{n+1} v_m \left(1 - \bar{r}^{n+1}\right) \qquad \left[v(\bar{r}), v_m\right] = m \cdot s^{-1} \;;\; [r, R] = m \;;\; [n] = 1 \qquad (2.1)$$

worin $\bar{r} = r/R$ der relative Radius (bezogen auf Rohrinnenradius R), v_m die über den Querschnitt gemittelte Strömungsgeschwindigkeit und n ein stoffspezifischer

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Exponent sind. Das Verhältnis $\bar{\tau}$ der für den Stoffaustausch in der Grenzschicht nötigen Zeit τ zur mittleren Zeit τ_m, die ein Fluidelement für das Durchströmen des Rohrabschnitts benötigt,

$$\bar{\tau} = \frac{\tau}{\tau_m} \qquad [\tau, \tau_m] = s \ , \ [\bar{\tau}] = 1 \tag{2.2}$$

wird über die mittleren Strömungsgeschwindigkeiten v_m für die Hauptströmung und die Grenzschicht definiert,

$$\tau = 1/v_{m,\delta} \qquad [v_{m,\delta}] = m \cdot s^{-1} \tag{2.3}$$

$$\tau_m = 1/v_m \qquad [v_m] = m \cdot s^{-1} \tag{2.4}$$

wobei die mittlere Grenzschichtdiffusionsgeschwindigkeit $v_{m,\delta}$ formal aus (2.1) und der geometrischen Beziehung

$$v_{m,\delta} = \frac{2\int_{1-\delta}^{1} v(\bar{r})\bar{r} \cdot d\bar{r}}{1-(1-\bar{\delta})^2} \qquad [\bar{\delta}] = 1 \tag{2.5}$$

mit der relativen Grenzschichtdicke $\bar{\delta} = \delta / R$ (Grenzschichtdicke δ bezogen auf Rohrinnenradius R) zu

$$v_{m,\delta} = \frac{2v_m}{1-(1-\delta)^2} \cdot \frac{3n+1}{n+1}\left[\frac{1-(1-\delta)^2}{2} - \frac{1-(1-\delta)^{(3n+1)/n}}{(3n+1)/n}\right] \qquad [\delta] = m \tag{2.6}$$

hergeleitet wird (Serkov & Novikova, 1993) und v_m für die Hauptströmung aus den Versuchsparametern gegeben ist bzw. über diese eingestellt wird. Die Berechnung von $\bar{\tau}$, also der Mobilität der Grenzschicht, in Abhängigkeit des Abstandes von der Wand liefert den in Abbildung 2.8 dargestellten asymptotischen Zusammenhang.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

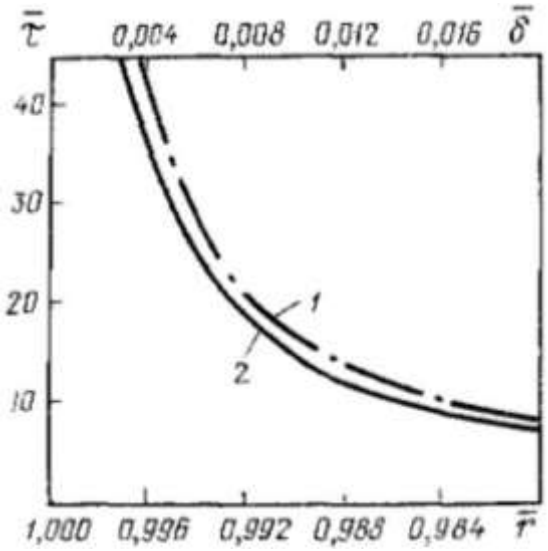


Abbildung 2-8 Änderung des Verhältnisses $\bar{\tau}$ der Zeit für den Stoffaustausch in der Grenzschicht zur mittleren Zeit für den Fluidaustrag aus dem Strömungskanal; „Change in ratio of time for displacement of liquid in the wall layer to the mean time for displacement of liquid as a function of the thickness of the wall layer […]";
Exponent n aus (2.6): 1: $n = 0,273$; 2: $n = 0,343$ (2 untersch. Werte für Viskose)
(Serkov & Novikova, 1993, S. 106)

Unterhalb eines gewissen Abstandes zur Rohrwand erreichen das Zeitverhältnis und damit die Verweildauer eine Größe, sodass von einer mehr oder weniger immobilen Schicht ausgegangen werden kann. Mit einem angegebenen Diffusionskoeffizienten für die Xanthogenat-Makromoleküle von $D = 0,2 \cdot 10^{-7} cm^2 s^{-1}$ wird mit dem Zusammenhang

$$\tau^* \sim \delta \, , {}^{1}/_{D} \tag{2.7}$$

die Zeit für einen vollständigen Austausch der Grenzschicht durch Diffusion τ^* für verschiedene Grenzschichtdicken δ angegeben (siehe Abbildung 2-9).

(Vgl. S. 18: D = 10^{-9} cm^2s^{-1}, Rykova et al. (1991); Serkov & Novikova (1993) nehmen demnach für ihre Berechnung noch etwas stärkere Diffusion an.)

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

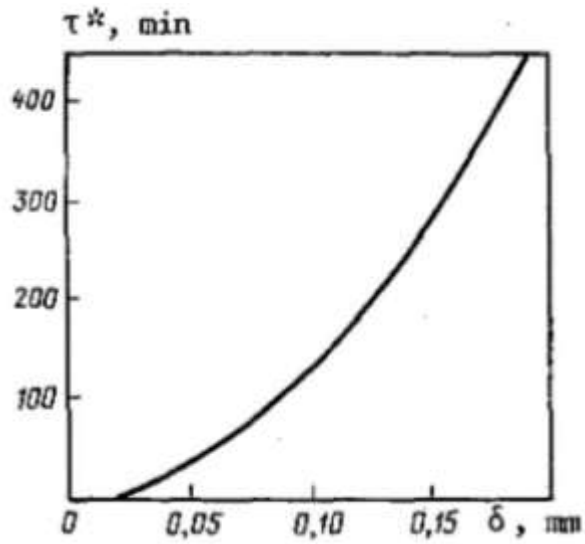


Abbildung 2-9 Zeit für vollständigen Diffusionsaustausch der Wandgrenzschicht τ^* abhängig von der Dicke dieser Grenzschicht bzw. vom Abstand zur Wand; „Dependence of time for a complete diffusion exchange τ^* on thickness of wall layer δ " (Serkov & Novikova, 1993, S. 107)

Diesen Ergebnissen wird der experimentell untersuchte Einfluss der Temperatur auf die Koagulationsneigung gegenübergestellt (siehe Abbildung 2-10).

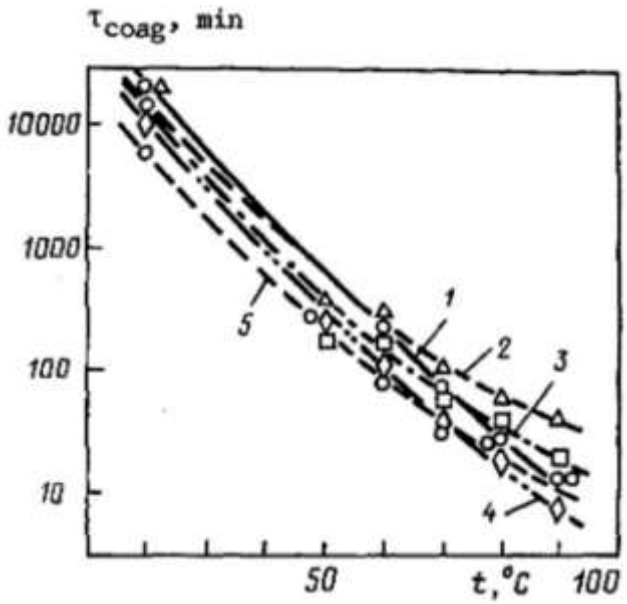


Abbildung 2-10 Temperaturabhängigkeit der Koagulation von Viskose; „Dependence of time for coagulation of viscoses of various types on temperature“ $\tau_{coag,\min}$ als Standzeit, zu der eine 0,13 g schwere Stahlkugel aufgrund des Verlusts an Fluidität nicht mehr einsinkt; 1 – 5: unterschiedliche Viskose-Typen (Serkov & Novikova, 1993, S. 107)

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Temperaturerhöhungen führen zwar zu einer beschleunigten Diffusion und geringerer Verweilzeit der Makromoleküle, verstärken aber auch die Neigung zur Abspaltung der Xanthogenatgruppen. Dieser Effekt überwiegt mit einem Faktor von etwa 2, höhere Steigerungsraten der Partikelanzahl bei steigenden Temperaturen (siehe Tabelle 2-1) sind damit plausibel (Rykova et al., 1991).

Unter Berücksichtigung der Diffusion und mit der Annahme einer durchschnittlichen Grenzschichtdicke von 0,1 - 0,2 mm bei einem exemplarischen Rohrdurchmesser von 100 mm nähern sich die Zeiten für einen vollständigen Diffusionsaustausch jenen Zeitspannen an, ab denen Koagulation auftritt (Serkov & Novikova, 1993). Ein Vergleich der Ergebnisse in Abbildungen 2-9 und 2-10 zeigt Übereinstimmung mit dieser Theorie und mit den Ergebnissen der Koagulationsversuche von Rykova et al. (1991); bei üblichen Prozesstemperaturen im Viskoseprozess steigt der Gelpartikelgehalt demnach signifikant (etwa Faktor 4 - 6 innerhalb 4 h) an.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

2.3 Partikelmesstechnik für Viskoselösungen

Wie bereits unterstrichen wurde, sind vor allem Partikel ab einer bestimmten kritischen Größe nachteilig bezüglich der Filamenteigenschaften, indem sie durch ihre Dimension mechanische Schwachstellen provozieren (Müller & Rußler, 2015). Das Finden von Möglichkeiten zur Beeinflussung der Prozessbedingungen dahingehend, dass von Anfang an eine hohe Partikellast unterbunden werden kann, ist daher in jedem Falle der Produktqualität zuträglich.

Ebenso wichtig sind aus demselben Grund Messmethoden, die Aussagen über in der fertigen Spinnlösung verbliebene bzw. enthaltene Partikel treffen lassen können, um einerseits Qualitätskontrolle betreiben und andererseits die Wirksamkeit der Filteranordnung überwachen zu können. Eine indirekte Abschätzung des (Gesamt-)Partikelvolumens ist über das Ausmaß der Filterverstopfung – über Bestimmung der Abnahme der Filtrationsgeschwindigkeit bei konstantem Differenzdruck oder der Steigerung dieses Druckunterschieds bei konstant gehaltener zeitlicher Filtratmenge – möglich (Götze, 1967, S. 495 - 498). Es können damit Langzeitmittelwerte (Mittelwerte im Stundenbereich) erfasst werden (Götze, 1967, S. 495), wobei in der Praxis Vereinfachungen betreffend die Filtrationsgesetzmäßigkeiten getroffen werden (müssen, Anm.) (Götze, 1967, S. 495 - 497). Der gravierendste Nachteil der Methode besteht darin, dass Informationen über Partikelform und Größenverteilung nicht zugänglich sind. Es sind daher zusätzlich Methoden vonnöten, die Partikelanzahl und Partikelgröße erfassen.

Sogenannte konduktometrische Verfahren, die sich die Änderung der Leitfähigkeit in einem Medium zunutze machen sowie Verfahren, die über Lichtstreuung bzw. Lichtblockade einen Partikeldurchtritt detektieren, haben sich für die Kontaminationsanalyse im Labor und in der Qualitätskontrolle in produzierenden Betrieben etabliert (Müller & Rußler, 2015; Marini, 2015; PAMAS Partikelmess- und Analysesysteme GmbH, 2013).

Prinzipiell ist in einer Messvorrichtung eine Apertur vorgesehen, deren Weite an die zu erwartende Partikelgröße möglichst genau angepasst ist. Aus einem Vorrat wird solange Messflüssigkeit über die Messapertur geleitet bis die erforderliche Menge analysiert ist (PAMAS Partikelmess- und Analysesysteme GmbH, 2014 a). Die Höhe der Änderung der elektrischen Leitfähigkeit entsprechend einer Verminderung des fließenden Messstroms bzw. die Änderung der Lichtintensität am Sensor geben dabei Auskunft über die Größe der durchtretenden Partikel, wobei bei im Viskoseprozess-Monitoring eingesetzten Partikelzählgeräten ein linearer Zusammenhang entweder mit der Projektionsfläche oder dem Äquivalentvolumen (Treiber, 1961) der Partikel besteht (siehe Abbildungen Abbildung 2-11 und Abbildung 2-12).

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

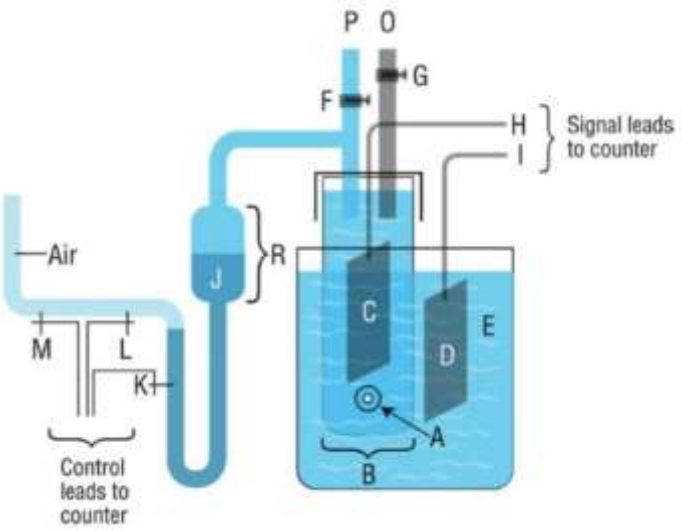


Abbildung 2-11 Grundprinzip der Partikelzählung durch Konduktometrie; „Functional schematic of the Coulter sample stand, co-invented by the Coulter brothers […]“
Prüfmedium durchströmt die Messblende A, die Veränderung der Leitfähigkeit bei Durchtritt eines Partikels wird über die Beeinflussung eines über die Elektroden C und D fließenden Messstromes als ein Partikel hierzu proportionaler Größe gewertet (Graham, 2003)

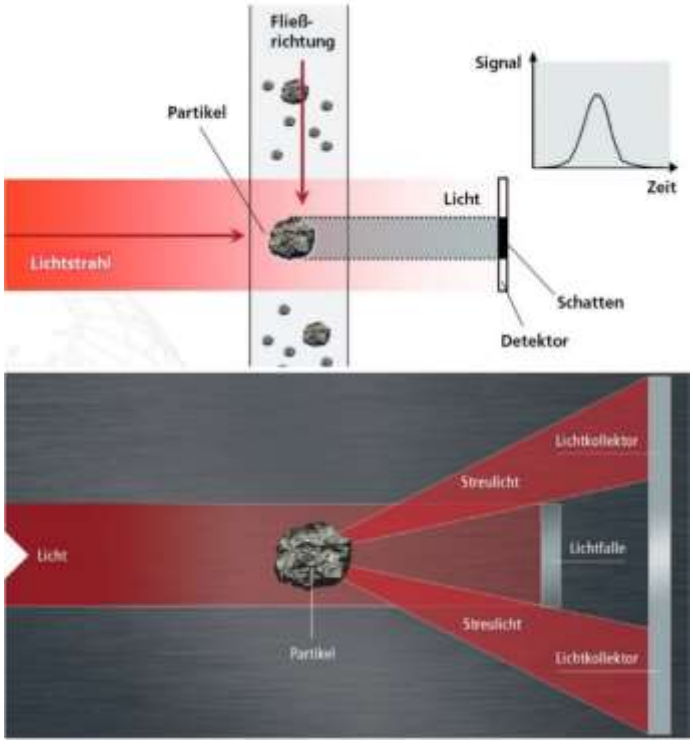


Abbildung 2-12 Partikelmessung durch Lichtblockade (oben); „Funktionsprinzip der Lichtabschattungssensoren“ (PAMAS Partikelmess- und Analysesysteme GmbH, 2014 b) bzw. Streulicht (unten); „Funktionsprinzip des Streulichtsensors“ (PAMAS Partikelmess- und Analysesysteme GmbH, 2014 c)

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Je nach Größe der Apertur können Partikel mit Durchmessern bis zu einer unteren Grenze von etwa 1,5 - 5 µm erfasst werden, eine Kalibrierung ist nötig und wird beispielsweise über Suspensionen von Kunststoffpellets, Latexpartikeln oder Teststaub bekannter Größenverteilung nach Kalibriernormen vorgenommen (Treiber & Nadziakiewicz, 1963; Treiber, 1961; PAMAS Partikelmess- und Analysesysteme GmbH, 2014 b; PAMAS Partikelmess- und Analysesysteme GmbH, 2014 c). Eine untere Grenze ergibt sich dadurch, dass für das sichere Erkennen eines Ereignisses ein gewisser Pegelunterschied, also eine genügend große Amplitudendifferenz im elektrischen Strom bzw. in der Schwächung der Lichtintensität, Voraussetzung ist, um nicht geringfügige Schwankungen fälschlicherweise als Partikel zu erfassen.

Unter Berücksichtigung des Verdünnungsmaßes kann damit – unter labortechnischen Gesichtspunkten relativ einfach – eine Qualitätskontrolle durch Stichproben im laufenden Betrieb realisiert werden.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

2.4 Optische Bilderfassung und Bildauswertung

„Der Bildentstehung und Wahrnehmung liegen komplexe physikalische (Mikroskopie), mathematische (Tomographie) und physiologische (Sehen) Prozesse zugrunde. Das Objekt und sein Abbild sind durch prinzipielle Grenzen der Bilderzeugungsverfahren nicht identisch.“

(Eins & Stiller, 1995)

Für die Anwendung lichtoptischer (oder VIS-) Verfahren ist daher entscheidend, den physikalischen Rahmen für Abbildungen im sichtbaren Bereich der elektromagnetischen Strahlung zu kennen, sowie für jedes Teilsystem der Verarbeitungskette des optischen (Gesamt-) Systems den Betriebsmodus bzw. das Verfahren so zu wählen, diesen möglichst vollständig auszunützen.

Licht und das optische System

Um zu verstehen, wie ein passendes optisches System / Abbildungsverfahren für eine spezielle Aufgabe ausgewählt bzw. adaptiert werden kann, ist die Kenntnis physikalischer Randbedingungen sowie möglicher Fehlerquellen vonnöten. Im Folgenden wird insoweit auf Begriffe im Zusammenhang mit der Bilderfassung und -verarbeitung eingegangen, als sie für ein grundlegendes Verständnis der innerhalb dieser Arbeit beschriebenen Herausforderungen und verwendeten Ansätze nötig erscheinen. Auf die genaue Beschreibung der physikalischen Vorgänge, die in einem optischen System zu einer Abbildung des untersuchten Objektes führen, die genaue Funktionsweise verwendeter Mikroskopiertechniken, sowie eine umfassende Bearbeitung des Themenbereichs der (automatischen) Bildanalyse wird an dieser Stelle verzichtet, Robenek (1995) gibt hierzu eine hervorragende Fachartikelsammlung.

Hintergrund der optischen Abbildung und aller dabei auftretenden Probleme ist das inhärente Verhalten des Lichts selbst, eine Erklärung kann je nach beobachtetem Effekt stets unter Zuhilfenahme der oder eines der folgenden Modelle erfolgen (Gerlach, 1995).

- *Strahlenmodell*
  ..Eine Betrachtungsweise, die grundlegend das Zustandekommen eines Bildes, dessen Vergrößerung und die Proportionalität der Abbildung zum Objekt über geometrische Zusammenhänge beschreibt.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

- *Wellenmodell*
  ..Licht als Teil des elektromagnetischen Spektrums (Lichtfarben); Beschränkung der Auflösung durch die Wellenlänge, Ausnützung von Wellenlängenveränderungen bzw. -unterschieden zur Kontrastanhebung. Viele Problembereiche resultieren aus dem Wellencharakter des Lichts.

- *Teilchenmodell*
  ..Auch eine quantenmechanische Deutung ist möglich; Energie kann nur „paketweise“ von einer Lichtquelle emittiert werden, diese Energiemenge steht in direktem Zusammenhang mit der Frequenz und so auch mit der Wellenlänge der Strahlung. Die Fluoreszenz lässt sich z. B. damit erklären.

Auflösung, Vergrößerung, Abbe-Limit

„Die Auflösung von Kameras, Teleskopen oder anderer bildgebender Verfahren wird Auflösungsvermögen genannt. Sie gibt an, wie nahe zwei Quellen sein können, damit sie gerade noch von einer einzigen Quelle unterschieden werden können. Dieser kleinste Abstand wird ‚Strukturauflösung‘ (…) genannt. Hiervon zu unterscheiden ist die mögliche Schrittweite bei der Lagebestimmung einer Struktur im Bild. Diese kann (…) deutlich feiner sein als die Strukturauflösung und wird als ‚Ortsauflösung‘ oder auch ‚metrologische Auflösung‘ bezeichnet.“

(Deutsches Institut für Normung e.V., 1995)

Wesentlich für jedes optische Bildgebungsverfahren ist also das Vermögen, die zu untersuchenden Strukturen in einer Form darstellen zu können, in der die einzelnen Individuen – vom Betrachter oder von Bilderfassungsgeräten – als getrennt voneinander wahrnehmbar sind.

Prinzipiell kommt es bei einigen, wie beispielsweise der Lichtmikroskopie (Gerlach, 1995), aber nicht bei allen Verfahren zu einer Vergrößerung. Gerlach (1995) streicht hierbei die Wichtigkeit des Auflösungsvermögens deutlich über jener der Vergrößerung heraus. Kann mit einem System bei gegebener Objektvergrößerung eine bezüglich der Problemstellung ausreichende Auflösung erzielt werden, so ist es in Hinblick auf die damit verbundene Einschränkung des dargestellten Bereichs unzweckmäßig, höhere Vergrößerungen (durch den Einsatz anderer Objektive) zu wählen. Andererseits liefert ein optisches System auch bei noch so hoher Vergrößerung keine Erhöhung der Informationsdichte, wenn aufgrund mangelnder Qualität der den Strahlengang erzeugender, optischer Komponenten die praktische Auflösung nur unzureichend ist.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Ein sehr gutes System erreicht Auflösungen nahe der durch den Wellencharakter des Lichts limitierten theoretischen Auflösung. Eine einfache Darstellung dieser Auflösungsgrenze der klassischen Lichtmikroskopie ist das sogenannte Abbe-Limit,

$$d = \frac{\lambda}{NA_{Objektiv} + NA_{Kondensor}} \tag{2.8}$$

mit

$$NA = n_D^{20} \cdot \sin(\alpha) \tag{2.9}$$

worin d der noch unterscheidbar darstellbare Abstand zwischen zwei Punkten, λ die Wellenlänge des verwendeten Lichts – meist angenommen mit 550 nm, da die Rezeptoren des menschlichen Auges hier am empfindlichsten sind –, $NA_{Objektiv}$ die numerische Apertur des Objektivs und $NA_{Kondensor}$ die numerische Apertur des Kondensors sind. NA wiederum ist das Produkt aus Brechungsindex n (bzw. n_D^{20}) [4] des Immersionsmediums (bzw. der Luft) und des Sinus des halben (objektseitigen) Öffnungswinkels – oder Akzeptanzwinkels – der jeweiligen optischen Linse.

Die Auflösung wird darüber hinaus über Beugungseffekte aufgrund des Wellencharakters des Lichts beeinflusst; oft wird hier das Rayleigh-Kriterium genannt. Anwendung dessen führt zu einer Veränderung der Abbe-Beziehung der Form

$$a = 0{,}61 \cdot \frac{\lambda}{NA_{Objektiv} + NA_{Kondensor}} \tag{2.10}$$

wobei a der nach Berücksichtigung der Beugung auflösbare kleinste Abstand ist.

Die Größe des effektiven Öffnungswinkels bestimmt entscheidend die Auflösung des optischen Gesamtsystems. Hohe Öffnungswinkel führen aber zu starker Lichtbrechung im Strahlengang zwischen Präparat und Objektiv. Bei Verwendung von Trockenobjektiven lässt sich NA also nur beschränkt steigern. (Immersionsobjektive erlauben demgemäß höhere Aperturen und somit höhere Auflösungen.)

[4] Die Bestimmung der Brechungsindizes wird in der Regel unter normierten Bedingungen durchgeführt. Häufig verwendete Messbedingungen sind eine konstant gehaltene Temperatur von 20 °C (Index „20“) und monochromatische Beleuchtung einer Wellenlänge, die ident mit jener der emittierten Photonen auf der sogenannten Natrium-D-Linie (Index „D“, etwa 589 nm) ist.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Dieses grundlegende Prinzip der Abhängigkeit der Auflösung von den Brechungsindizes führt aber auch zum Schluss, dass die Auflösung umso besser ist, je geringer der Unterschied der Brechungsindizes der verwendeten Medien ist. Bei Einbettung einer zu untersuchenden Probe zwischen Objektträger und Deckglas ist es deshalb vorteilhaft, ein Hilfsmedium zu verwenden, das einen der Probe ähnlichen Brechungsindex hat.

Kontrastbegriff

„Kontrast (C) ist das Intensitäts- oder Helligkeitsverhältnis von zwei Bereichen eines Bildes, zum Beispiel der Helligkeitsunterschied zwischen der aufgelösten Struktur (I_S = Structure) und dem Hintergrund (I_B = Background).“

(Lichtmikroskopie online - Theorie und Anwendung, 2016)

Der Bildkontrast ist ebenso wie die Auflösung entscheidend für eine gute Sichtbarkeit der Struktur. Wird das Objekt als ein Liniengitter betrachtet, das das durchtretende Licht moduliert (also durch Interferenz in der Stärke bzw. Amplitude verändert), so kommt dies einer „Veränderung“ des Objekts in der Abbildung gleich. Abhängig von der Beleuchtungsstärke und der Optik selbst ist diese „Kontrast-Übertragung“ (Modulationsübertragungsfunktion) vom Objekt zum Bild unterschiedlich gut.

Je stärker beleuchtet wird, desto höher wird zwar insgesamt der Unterschied in der Amplitude (d. h., der Helligkeitsunterschied zwischen abgebildeten Objekt-Strukturen und Hintergrund), desto rascher sinkt dieser Amplitudenunterschied jedoch. Feine Strukturen werden so u.U. viel schlechter dargestellt als bei geringer Beleuchtung.

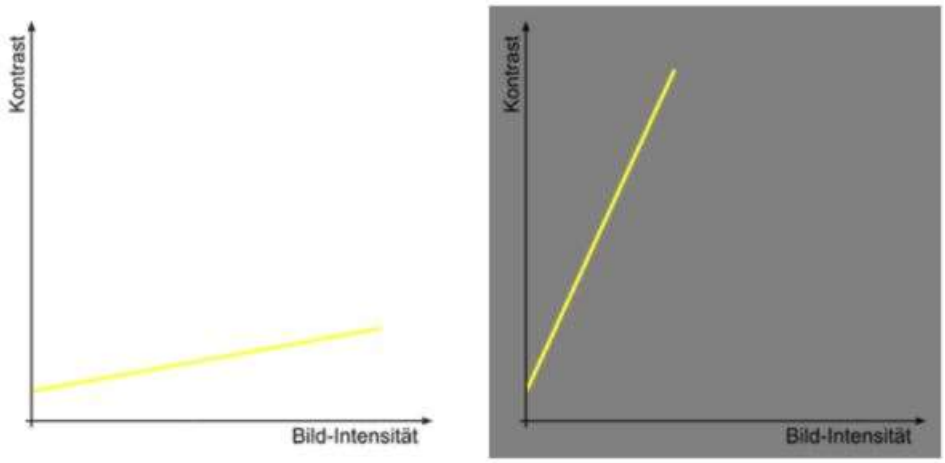


Abbildung 2-13 Kontrast in Abhängigkeit der Hintergrundintensität (Lichtmikroskopie online - Theorie und Anwendung, 2016)

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Höhere Beleuchtungsstärke (z. B. durch größere Öffnungswinkel im Linsensystem) führt also zu einer Verringerung des noch auflösbaren Abstandes, gleichzeitig aber auch zu einem flachen Helligkeitsverlauf zwischen kleinen Objekten und demnach wird die Auflösung wiederum begrenzt. Für jedes System bzw. jede Probenart muss also ein Kompromiss gefunden werden.

Ein Detailkontrastverlust kann auch über nachträgliche Bearbeitung mittels Software nicht mehr erhöht werden.

Ein hiermit zusammenhängender Begriff, der bei digitalen Sensoren (in Scannern und Digitalkameras) zur Bilderfassung auftritt, ist der sogenannte Dichteumfang oder Kontrastumfang. Dieser beschreibt den Bereich, in dem Helligkeitsunterschiede erfasst werden können, also den Abstand des hellsten in einem Bild darstellbaren Punktes zum dunkelsten. Der Helligkeitsverlauf zwischen den einzelnen Bildpunkten im digitalisierten Bild wird dadurch maßgeblich mitbestimmt.

Beleuchtungs- bzw. Abbildungsverfahren

Die über physikalische Gesetzmäßigkeiten gegebene theoretische maximale Auflösung eines Bildgebungssystems kann also nur theoretisch erreicht werden, praktisch wird das Auflösungsvermögen über eine Vielzahl an Faktoren beeinflusst bzw. mehr oder weniger stark vermindert und es gibt unterschiedliche Möglichkeiten, im optischen System entstehende Fehler über konstruktive Maßnahmen zu beheben.

Vor allem bei von vornherein geringen Kontrastunterschieden zwischen Untersuchungsobjekt und Hintergrund kann es nötig sein, Mittel bzw. Verfahren zur Verstärkung dieser heranzuziehen, um die geforderte Unterscheidbarkeit Objekt – Hintergrund bzw. Objekt 1 – Objekt 2 dennoch zu erreichen. Es kann dies entweder über eine entsprechende Vorbereitung der zu analysierenden Proben (Färben, etc.) oder über spezielle konstruktive Maßnahmen an der optischen Apparatur geschehen.

In jedem Fall ist die Wahl des Abbildungsverfahrens selbst entscheidend für die Bildqualität. Für annähernd transparente Objekte bieten sich Durchlichtverfahren an. Das Licht wird hierbei durch die Probe hindurch gestrahlt, die zu betrachtenden Proben müssen hierzu dünn sein.

Um Objekte mit von vornherein geringem Detailkontrast besser abzubilden, können diese Durchlichtverfahren erweitert werden. Hierbei erzeugt nicht die Absorption von Licht die Helligkeitsunterschiede der Abbildung. Beim Phasenkontrastverfahren wird der Unterschied der optischen Dichte, also der Brechungsindizes, zwischen Objekt und Umgebung ausgenützt. Durch die unterschiedliche

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Ausbreitungsgeschwindigkeit des Lichts kommt es zu einer Phasenverschiebung (einem Laufzeitunterschied), die über spezielle Einbauten in den Strahlengang sichtbar gemacht wird, wodurch sich die Strukturen derartiger Objekte deutlich vom Hintergrund abheben. Bei dieser Art Abbildungsverfahren ist eine korrekte Einstellung entscheidend für eine Verbesserung der Abbildung.

Halbleiterscanner

Diese Anwendungen bieten Vorteile in zweierlei Hinsicht. Zum einen ist die Technologie rasch und problemlos zugänglich, was in der Nutzung im Labor Zeit- und Ressourceneinsatz minimiert. Zum anderen arbeiten auch die kommerziell verfügbaren optischen Systeme zur Prozessüberwachung häufig mit Zeilensensoren / -kameras.

Information über die Struktur der Probe wird dabei über Kontrastunterschiede zwischen zu untersuchendem Partikelkollektiv und aufnehmender Matrix erhalten. Über eine Lichtquelle wird die Probe von oben bestrahlt, diese absorbiert bzw. streut einen Teil des einfallenden Lichts, der transmittierte Anteil wird über ein Spiegelsystem auf lichtempfindliche Sensoren (CCD) fokussiert. Durch zeilenweises Abtasten des definierten Bildbereiches und Vorschub des Abtastschlittens normal zur Sensorzeile wird ein digitales Bild aufgebaut, das mittels EDV verarbeitet wird.

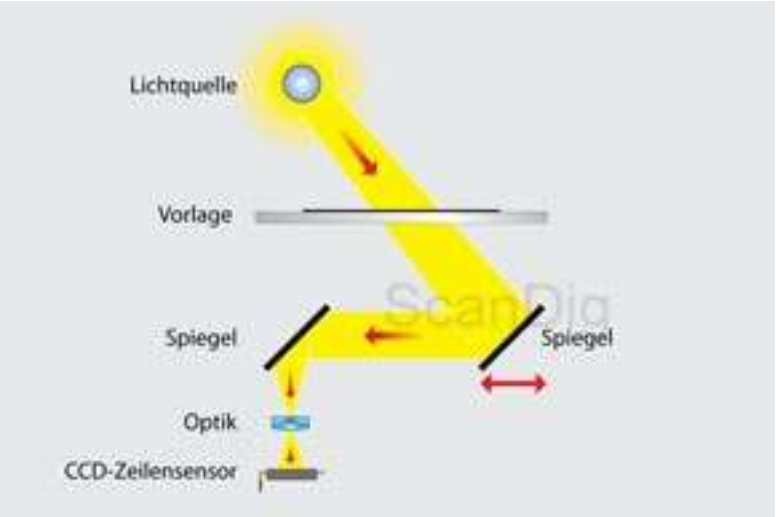


Abbildung 2-14 Prinzip eines Durchlicht-Flachbettscanners (Steinhoff & Wagner, 2015)

Der nicht zu verneinende Vorteil einer sehr raschen Bildgenerierung steht dabei den relativ niedrigen nach diesem Prinzip erzielbaren Auflösungen gegenüber, die in aller Regel erheblich von berechneten theoretischen Werten abweichen.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Lichtmikroskopie

Die Mikroskopie stellt ein Standardverfahren in vielen naturwissenschaftlich-technischen Fachrichtungen dar, wenn eine Darstellung von Strukturen gewünscht ist. Die Anwendungsfelder reichen von der Zellanalyse in der Biologie über die Auswertung metallischer Schliffbilder bis hin zur Qualitätskontrolle von Elektronikbauteilen.

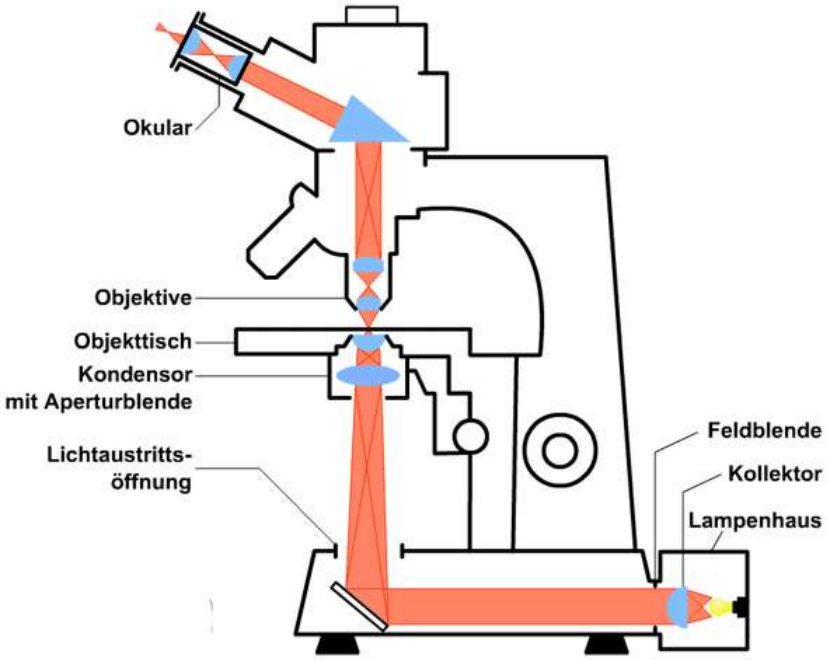


Abbildung 2-15 Prinzipbild der mikroskopischen Bilderzeugung im Durchlicht (Lichtmikroskopie online - Theorie und Anwendung, 2016)

Eine am Tubus aufgesetzte Digitalkamera dient Bildanalyseprogrammen als Übertragungseinrichtung des im Mikroskop erzeugten Bildes. Die Qualität, speziell der Dichteumfang und die Kameraauflösung in Form der Sensordichte ist nicht unwesentlich für eine möglichst verlustfreie Digitalisierung des Bildes.

Die erzielbare praktische Auflösung wird durch die Wahl des Kontrast- bzw. Abbildungsverfahrens, die Qualität der optischen Systemkomponenten und das Auflösungsvermögen der Digitalkamera sowie in diesem Zusammenhang auftretende systembedingte Fehlerquellen bestimmt.

Generell stellt die Entwicklung bildanalytischer Methoden für die Partikelzählung in Celluloseregeneraten eine Herausforderung dar. Aus diesem Grunde besteht noch ein weites Feld an Möglichkeiten der Verbesserung und Weiterentwicklung, welches mit den Erkenntnissen dieser Arbeit gestützt werden soll.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

3 Praktischer Teil

Die in Punkt 2.3 der Theorie besprochenen Methoden zur Messung und Klassifizierung von Partikelkollektiven in wässrigen Lösungen sind heute Stand der Technik, werden auf breiter Basis in der Qualitätskontrolle in produzierenden Betrieben und als Labortechnik angewandt und haben dort aufgrund der einfachen Vorbereitungsarbeiten und der relativ guten Reproduzierbarkeit, beispielsweise im Vergleich zur Abschätzung der Menge an Verunreinigungen über die Bestimmung einer Filterverstopfungskonstante, auch ihre Berechtigung (Schleicher & Borrmeister, 1998; Partikelzähler, Optimal für Proteine, 2012; PAMAS Partikelmess- und Analysesysteme GmbH, 2013). Zwar geschieht bei den Methoden zur Bestimmung der Filterverstopfungskonstanten – gängige Abläufe vorausgesetzt (Götze, 1967, S. 495 - 498) – eine Mittelung über die Zeit, doch sind dabei prinzipiell keine Punktmessungen möglich, zudem ist eine Vielzahl an Parametern konstant zu halten bzw. zu berücksichtigen – Anfangsdruckdifferenz, Änderungsrate des Druckverlusts, Filtermittelbeschaffenheit, Probennahmeplan, um nur einige zu nennen – was einen hohen Messaufwand bedeutet und daher in der Praxis meist nur ein fester zeitlicher Ablauf sichergestellt wird (Götze, 1967, S. 495 - 498), der einfach eingehalten werden kann. Es ist somit lediglich ein grober Vergleich der Gesamtmengen der über die Filteranlagen retinierten Partikel über größere Zeitabschnitte möglich, weder aber eine genaue Aussage über Größenverteilungen, noch über Anzahlen einzelner Größenklassen.

Kontaminationsanalysegeräte mit Leitfähigkeitsmessung bzw. Messung der optischen Dichte (Schleicher & Borrmeister, 1998) demgegenüber können dies – in Abhängigkeit der Klasseneinteilung mehr oder weniger gut (siehe Kapitel 5) – leisten, die Morphologie der enthaltenen Partikel kann aber weiterhin nicht erschlossen werden. Im Zusammenhang mit der Analytik an Viskose ist ein noch schwerer wiegender Nachteil der Umstand, dass diese Verfahren ausschließlich an der Spinnlösung und nicht am fertigen Celluloseregenerat angewandt werden können. Für diese Zwecke stehen nur Tests zur Verfügung, die die mechanischen Eigenschaften des Garns, beispielsweise über Reißkraftbestimmung, darstellen (Müller & Rußler, 2015). Ein möglicher Einsatz automatischer Partikelzählgeräte direkt an den Produktionslinien erscheint zwar denkbar (automatische Beprobung, Verdünnung, Analyse), der apparative Aufwand ist dabei jedoch als hoch einzuschätzen und die Auswertung aufgrund der in diesem Falle nötigen In-situ-Messzellen und der damit verbundenen Beprobung nicht des gesamten Volumens problematisch. Stichworte in diesem

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Zusammenhang sind der Ort der Probennahme und die Genauigkeit der Auswertealgorithmen. Ganz unabhängig davon stellten diese aber immer Messungen vor der Spinndüse und nicht am fertigen Produkt dar.

Gute Erfahrungen hinsichtlich der Erfassung und Zählung von charakteristischen Merkmalen einer Gesamtheit (eines Feststoffs) wurde in den vergangenen Jahren mit der optischen Analytik auf verschiedenen anderen Ebenen bzw. in anderen Prozessen gemacht. Eine Integration in laufende Produktionsprozesse ist an vielen Stellen möglich, Erfassung und Verarbeitung großer Datenmengen sind dank enorm gesteigerter Kapazitäten in der rechnergestützten Prozessüberwachung in Echtzeit realisierbar.

Bisher sind in der Literatur keine derartigen Verfahren zur Qualitätskontrolle im Viskoseprozess bekannt, das Erschließen einer bildanalytischen Methode zur späteren Anwendung in einer In-Line-Komponente zur Prozesskontrolle könnte so großen Informationszuwachs zu Partikelgehalten und Partikelverteilungen in der ersponnenen Viskose liefern.

Im nun Folgenden soll die Anwendbarkeit der optischen Bildanalyse zum Zweck der Partikelanalyse demonstriert werden.

Dabei werden Probennahme und Probenverarbeitung besprochen, ebenso werden verschiedene Verfahren und Modifikationsmöglichkeiten zur Probenaufbereitung für die Bildanalyse vorgestellt und durchgeführt, um sie auf deren Eignung zu untersuchen. Über optische Bildanalyse werden Partikelgrößenverteilungen erstellt. Parallel dazu wird eine Kontaminationsanalyse der Spinnlösung durchgeführt.

Um zudem einen Vergleich bzw. eine gegenseitige Verifizierung dieser und der optischen Analyse am Celluloseregenerat zu ermöglichen, werden unterschiedliche Feldversuchsreihen erstellt.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

3.1 Feldversuch

Voraussetzung für jede anzuwendende bzw. zu entwickelnde Material-Analysentechnik ist das Herstellen repräsentativer Proben. Im Idealfall ist bereits im Vorhinein klar, welche Merkmale in den Proben zu erwarten sind und wie diese allenfalls mit den Probenmerkmalen, die über andere Untersuchungsmethoden erkannt werden, in Korrelation stehen.

Sind dieser direkte Zusammenhang und generell die Merkmale der interessierenden Individuen (noch) unbekannt bzw. können lediglich Vermutungen angestellt werden, so kann auf verschiedene Weise versucht werden, diese Zusammenhänge herzustellen.

Für die gegebene Problemstellung erscheint es zweckmäßig, in einem ersten Schritt mittels einer breit angelegten Beprobung Hinweise auf die zu erwartenden Merkmale zu erhalten und anschließend diese Merkmale nachzuweisen bzw. deren Vorhandensein auszuschließen. Sukzessive – und parallel zur Entwicklung der Analysenmethode – wird sodann entschieden, welche weiteren Versuchsreihen einen Informationsgewinn erwarten lassen und die Beprobung dahingehend angepasst.

3.1.1 Generelle Versuchsstrategie, Grundschema

Die beiden Hauptzwecke der Versuche sind die Herstellung repräsentativer Proben für die Entwicklung einer gut zugänglichen Labormethode und der Vergleich der Ergebnisse dieser mit jenen der Kontaminationsanalyse der Spinnlösung.

Im Gegensatz zu den Viskosegarnen bieten „Viskosefilme“, dies sind dünne Folien aus regenerierter Viskose, einige Vorteile.

Das innerhalb einer Aufnahme (siehe Kapitel 3.2) untersuchbare Volumen ist ungleich größer jenem bei der Darstellung eines Einzelfilaments. Um dasselbe Volumen bei Verwendung der Garne selbst in einer Aufnahme analysieren zu können, wären in der Folge Anpassungen nötig: Vorerst müsste hier über – ebenso zu entwickelnde – mechanische Einrichtungen das Garn in seine Einzelfilamente aufgetrennt werden, da die auftretenden Störeffekte (siehe Kapitel 2) eine optische Analyse eines kompletten Garn-abschnitts nicht zulassen. (Es kommt hierbei zu einer derart starken Beeinflussung des Strahlengangs, dass Strukturen innerhalb der Filamente nicht mehr vom Hintergrund unterscheidbar und diese Strukturen zudem – je nach Fasertiter –

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

mannigfach überlagert werden.) Es müsste dann eine Vorrichtung konstruiert werden, die es ermöglicht, viele Filamentabschnitte parallel in einer Aufnahme abbilden zu können, was zeitaufwändig und optisch ebenso problematisch ist.

Aus der Forderung, mittels der optischen Methode Vergleiche zur Kontaminationsanalyse der Spinnlösung anstellen zu können, resultiert überdies die geringere Eignung von Garnen als Probe, da diesbezüglich zumindest kein direkter Zusammenhang der Ergebnisse für eine Einzelprobe hergestellt werden kann.

Im laufenden Produktionsprozess werden daher – jeweils zweckangepasst – Proben gezogen, die gleichzeitig für die Kontaminationsanalyse und die Herstellung von Viskosefilmen verwendet werden. Für jede einzelne Probe werden beide Schritte durchgeführt. Versuchsaufbau und -ablauf werden insoweit sie für alle Proben gelten der Übersichtlichkeit wegen zuerst beschrieben; Strategien der einzelnen Versuchsreihen danach aufgegliedert.

Probennahme

An ausgewählten Entnahmestellen werden (Einzel-)Proben nach einem gleichbleibenden Schema gezogen und aufbereitet.

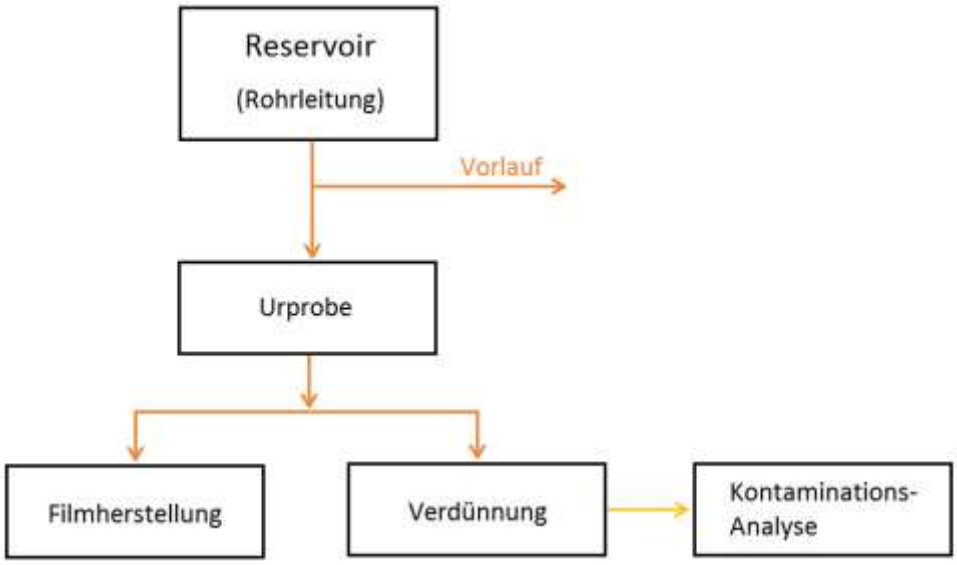


Abbildung 3-1 Schematische Darstellung von Probennahme und Probenaufbereitung

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Versuchsablauf

Vor dem eigentlichen Sammeln der Vorlage wird an jeder Entnahmestelle ein Vorlauf einiger Liter der Spinnlösung verworfen um Probenbeeinflussungen auszuschließen, die bereits durch auftretende Standzeiten in den Rohrleitungsabzweigungen zwischen Förderleitung und Entnahmestelle entstehen, um so vergleichbare und reproduzierbare Bedingungen für die nachfolgende Probenverarbeitung zu gewährleisten. Sodann werden in mit Deionat gereinigten und im Trockenschrank bei 105 °C getrockneten Bechergläsern jeweils etwa 30 - 50 ml der Spinnlösung gesammelt. Es wird darauf geachtet, dass das Volumen der Bechergläser entsprechend der Probenmenge gewählt wird und auf Gefäße einer schlanken Geometrie zurückgegriffen wird, um die Oberfläche der Probe zur Umgebung so gering wie möglich zu halten. Für den Transport und die – kurzzeitige – Lagerung der Proben werden diese zusätzlich mit sauberen Glasschalen abgedeckt. Die gesammelten Proben werden zur weiteren Verarbeitung im Abzug abgestellt.

Es werden jeweils nur so viele Proben auf einmal gesammelt, wie sie für die nächsten Versuchsschritte erforderlich sind. Mit der Ausnahme eines Koagulationsversuches, um die Stabilität der Viskose einschätzen zu können, wird die durchschnittliche Zeit bis zur Weiterverarbeitung möglichst kurz (etwa < 20 min) gehalten (siehe Kapitel 5).

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Filmherstellung

Die „Viskosefilme“ sind – im getrockneten Zustand – dünne Folien aus (reinem) Celluloseregenerat, bestehen demnach aus demselben Material wie die Viskosegarne. Die geometrischen Parameter ergeben sich aus der Art der Herstellung und der hierbei verwendeten Apparate.

Versuchsanordnung

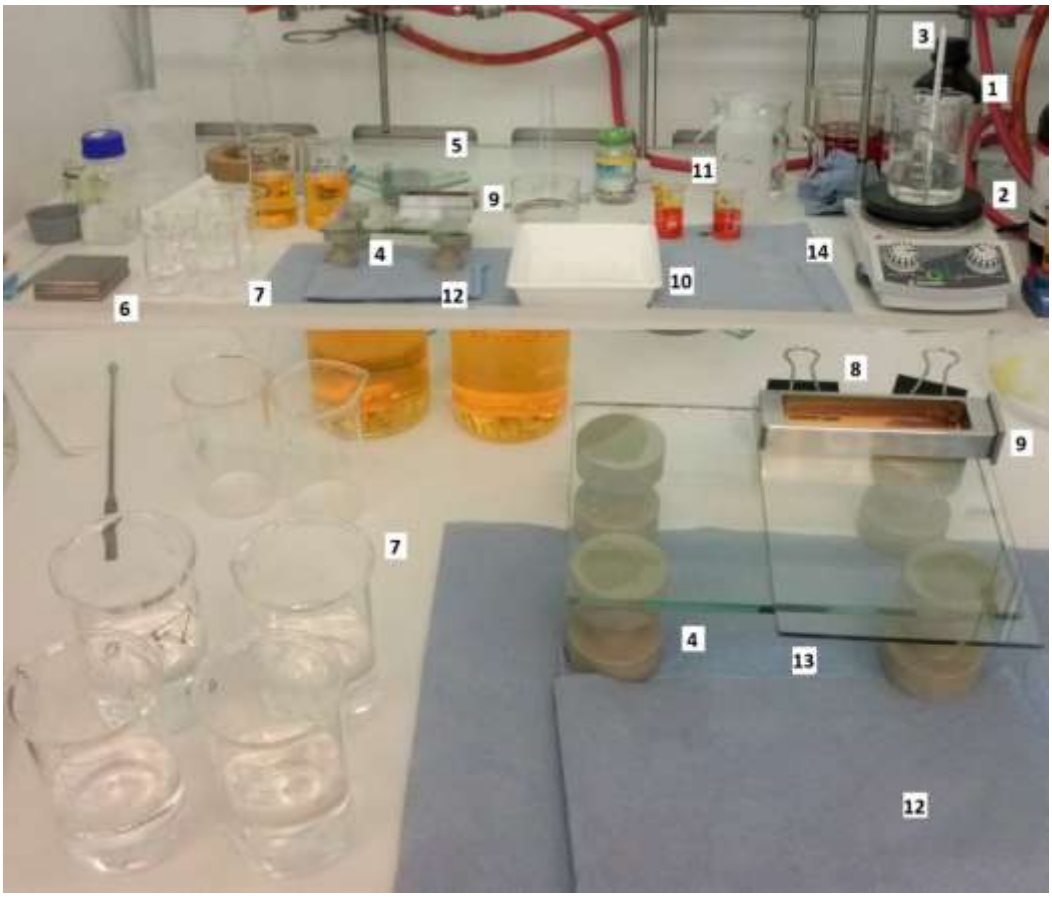


Abbildung 3-2 Versuchsanordnung zur Herstellung von Viskosefilmen

Versuchsablauf

In einem Becherglas mit Henkel (1) werden etwa 400 ml einer Spinnbadlösung aus dem Lager vorbereitet. (Diese Lösung entspricht chemisch in etwa dem Spinnbad, das auch im Viskoseprozess Verwendung findet.) Mittels eines Heizrührers (2) und unter ständigem, moderatem Magnetrühren wird die Lösung auf etwa 50 °C temperiert. Über ein Thermometer (3) wird der Temperaturanstieg überwacht.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Währenddessen wird eine aufgeständerte Glasplatte (4; Größe etwa DIN A5) platziert und es werden mehrere kleinere (etwa DIN A6), mit Deionat und Aceton gereinigte Glasplatten (5) und rostfreie Stahlplatten (6) vorbereitet.[5] Des Weiteren werden pro Film 2 kleine Bechergläser (7; etwa 100 ml Volumen) mit je etwa 50 ml Deionat gefüllt und bereitgestellt. Eine der kleineren Glasplatten wird nun unter Zuhilfenahme zweier Dokumentenklemmen (8) so an der aufgeständerten Grundplatte befestigt, dass zwei Kanten leicht überstehen. Am geklemmten Ende der oberen Platte wird nun ein mit einer rechteckigen Ausnehmung zur Aufnahme der Viskoselösung versehenes Metalllineal (9) so angesetzt, dass es plan aufliegt. Das Lineal besitzt zur seitlichen Führung einen Materialüberstand und an seiner Planfläche eine Einfräsung bestimmter Tiefe, durch welche die Viskose austreten kann.[6]

Ein Teil der temperierten Spinnbadlösung wird in eine hitze- und säurebeständige Kunststoffwanne einiger cm Höhe (10) transferiert. Es wird darauf geachtet, dass die Spinnbadlösung klar ist und keine Verunreinigungen durch unvollständig gelöste Salze, die im Spinnbad enthalten sind (siehe Kapitel 2.1) vorliegen.

Etwa 10 ml der vorgelegten Probe (11) werden sorgfältig (der Linealgrund muss vollständig gefüllt und frei von sichtbaren Lufteinschlüssen sein) in die Linealöffnung eingebracht. Das Lineal wird nun behutsam über die volle Länge der Glasplatte gezogen, der Überschuss wird auf Putzpapier (12) abgestreift. Dieser Vorgang muss möglichst gleichmäßig erfolgen, um keine Dickenunterschiede im aufgetragenen Film zu provozieren und immer so, dass der Film beim Aufstreichen nicht abreißt.

Die den Viskosefilm tragende Glasplatte (13) wird nun in die vorbereitete Wanne mit dem Spinnbad (10) eingelegt. Das Spinnbad sollte hierbei etwa noch eine Temperatur von 40 °C aufweisen (Temperaturkontrolle!). Der Regenerationsprozess startet sofort (erkennbar durch das rasche Schwinden der charakteristisch orangen Färbung der Viskose) und wird durch mehrmaliges Hin- und Herschwenken der Wanne und leichtes Drücken an den Randzonen des Films mit einem Glasstab (14) unterstützt.

Ist keine Restfärbung mehr zu erkennen, wird der Film mit dem Glasstab aus der Wanne gehoben, in eines der beiden bereitgestellten Bechergläser mit Deionat (7)

---

[5] Die Anzahl der Platten richtet sich nach der Menge der während eines Versuchsdurchlaufs zu erstellenden Filme. Stahlplatten werden demgemäß in doppelter Anzahl vorgehalten.

[6] Das verwendete Lineal bietet 4 Einfräsungen unterschiedlicher Tiefen. Es wurden im Zuge der Versuche Tiefen von 50 µm, 100 µm und 200 µm verwendet. Als praktikabler Kompromiss zwischen Arbeitsaufwand und dem Wunsch, möglichst dünne Filme herzustellen (in Hinblick auf die optische Analyse, siehe Kapitel 3.2 und 5) hat sich die Verwendung des 100 µm - Ausschnitts herausgestellt.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

eingelegt und für einige zehn Sekunden bewegt. Dies wird in einem zweiten Becherglas wiederholt.

Der nunmehr gewaschene Film wird mit dem Glasstab auf eine der vorbereiteten Stahlplatten (6) gehoben, auf dieser möglichst gleichmäßig und vollständig ausgebreitet und mit einer zweiten Stahlplatte abgedeckt. Der so präparierte Film wird bei 105 °C im Trockenschrank für 90 min (bis zur Gewichtskonstanz) getrocknet und kann danach entnommen und – mit Angabe der Probenbezeichnung – zum Schutz vor Kontakt mit der Umgebung in saubere Kunststoffdruckbeutel verpackt werden.

Kontaminationsanalyse der Spinnlösung

In der Prozessüberwachung stellen volumetrische Partikelmessverfahren einen Standard dar (siehe Kapitel 2.3). Es ist daher von großem Interesse, diese Methode hinsichtlich ihrer Aussagekraft zu überprüfen und sie als Vergleichswerkzeug für neue Analysemethoden einzusetzen. Für jede gezogene Probe wird daher parallel eine Messung an der Spinnlösung durchgeführt.

Versuchsanordnung

Abbildung 3-3 Versuchsanordnung für die Partikelanalyse der Spinnlösung

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Versuchsablauf

In einem hohen Becherglas (1; etwa 200 ml Volumen) werden genau 10 g der Spinnlösung mit 140 g Deionat über eine Feinwaage eingewogen. (Es ist darauf zu achten, dieses Verhältnis so genau wie möglich einzuhalten, da Fehleinwaagen zu verfälschten Messergebnissen führen.) Sodann wird unter Magnetrühren (2) für 20 min eine homogene – klar-orange – Lösung (3) hergestellt. Es muss darauf geachtet werden, keine Umgebungsluft einzuschleppen, um die Bildung feiner Bläschen zu vermeiden. Das Becherglas wird danach zur Entfernung eventuell dennoch entstandener Luftbläschen für einige Minuten stehengelassen.

Es wird nun der Messvorgang zur Bestimmung des Partikelgehalts begonnen, hier mit einem PAMAS SBSS Partikelanalysator (4) mit der Software LPCMD Lab Version von Lenzing Technik (5). Zunächst werden in den Messdom (6) ein hohes, mit Deionat gefülltes Becherglas (etwa 200 ml Volumen) eingebracht, der Dom geschlossen und über die Gerätesoftware ein Reinigungsvorgang gestartet (große Reinigung). Jeder Reinigungsvorgang spült die Messzelle hierbei mit 60 ml Flüssigkeit. (Dies entspricht 6 Injektionen des 10 ml - Probeninjektors (7).) Nach dem Reinigungszyklus wird über eine Vergleichsmessung an Wasser (10 ml) überprüft, ob ein Partikelgehalt nahe Null, d. h., praktisch in der Größenordnung grob etwa eines Restpartikels, in der Ergebnistabelle ausgegeben wird. Reinigung und Kontrollmessung werden solange wiederholt, bis dies erreicht ist.

Nach dem Einbringen der vorbereiteten Lösung aus dem vom Magnetrührstab befreiten Becherglas (3) in den Messdom (6) wird der Dom geschlossen und die Messung für die verdünnte Viskosespinnlösung gestartet. Als Messvolumen hierfür werden standardmäßig 30 ml gewählt. Während des Messzyklus wird die Probe zunächst unter Vakuum weiter entgast, dann ein moderater Überdruck im Messdom aufgebaut und die Probe aus dem Becherglas über eine Transportlanze (8) in den Injektor (7) gefördert. Ist dieser gefüllt, wird die Probe in die Messeinrichtung injiziert. Der Gesamtzyklus endet mit der Ausgabe der auf 1 ml der Spinnlösung normierten Partikelgesamt- und Partikelklassenanzahlen.

Nach jeder Messung wird der oben beschriebene Reinigungsvorgang ausgeführt. Da für jedes Medium prinzipiell eine eigene Kalibrierkurve verwendet wird / verwendet werden muss (siehe Kapitel 2.3), ist streng darauf zu achten, dass der entsprechend korrekte Datensatz für das zu messende Medium in der Software (5) ausgewählt wird.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

3.1.2 Teilversuche

Samples für Evaluierung der optischen Bildanalyse

Versuchsstrategie

An repräsentativen Stellen im Viskoseprozess sollen Proben gezogen und daraus Viskosefilme hergestellt werden. Die Entnahmestellen sollen derart gewählt werden, dass möglichst große Unterschiede hinsichtlich Form und Anzahl der an diesen Stellen in der Viskoselösung vorhandenen Partikel zu erwarten sind. Ebenso soll überprüft werden, ob – in Hinblick auf die theoretischen Aussagen über die Stabilität der Viskose als heterogenes System (siehe Kapitel 2.2) – die Standzeit der Proben nach Entnahme einen Einfluss auf den während der optischen Bildanalyse beobachteten Partikelgehalt im Film hat. Des Weiteren soll ein möglicher Einfluss der Filmdicke auf die optische Darstellung überprüft werden.

In der Folge soll dies der Methodenentwicklung für die optische Bildanalyse dienen und die Selektivität bzw. Sensitivität des optischen Systems aufzeigen, indem die aus den Proben hergestellten Filme optisch verglichen werden.

Versuchsanordnung

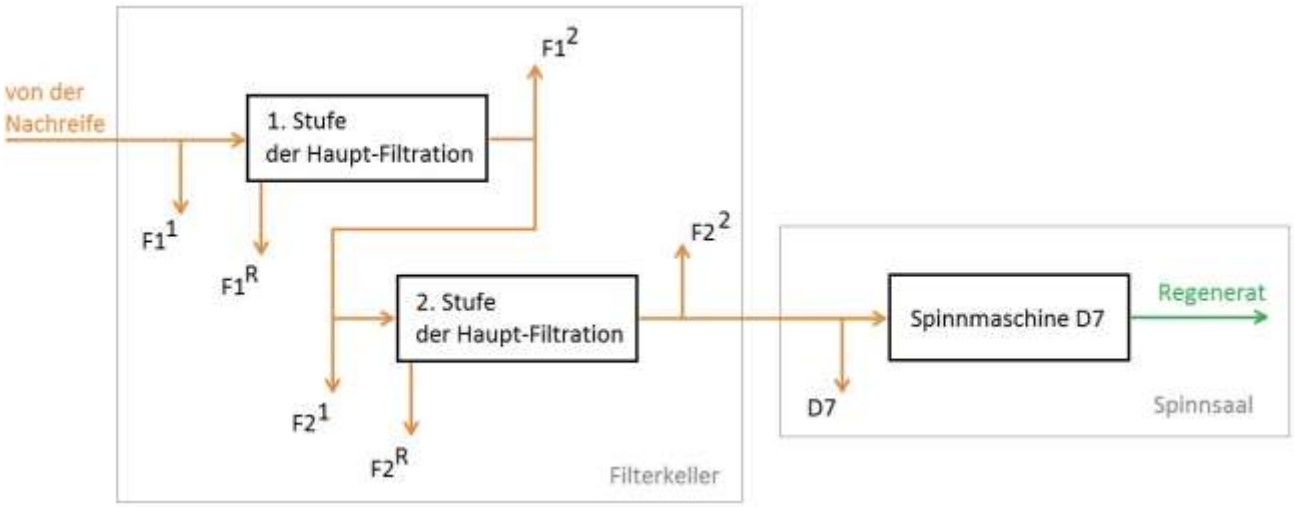


Abbildung 3-4 Schematische Darstellung aller Probennahmestellen

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Versuchsablauf

Probennahme und Filmherstellung erfolgen nach Grundschema in 3.1.1. Je eine Probe wird vor und nach der ersten und zweiten Kaskade der Hauptfiltration und zu jeder Kaskade jeweils eine Retentat-Probe entnommen. Zusätzlich wird eine Probe in der Zuleitung zur Spinnmaschine D7 entnommen. („F1“ bezeichnet die erste Filtration, „F2“ die zweite, die hochgestellten Symbole 1, 2, R jeweils die Entnahme vor und nach der Filtrationsstufe bzw. aus dem Retentat. „D7“ bezeichnet jene Probe, die vor der Spinnmaschine entnommen wird.) Aus einer bereits vorhandenen Viskose-lösung, die im Labormaßstab hergestellt und tiefgefroren gelagert wurde, wird ebenfalls eine Probe entnommen. Je Probe werden vier Filme hergestellt.

Für die Feststellung eines Einflusses der Filmdicke wird eine größere Probe (etwa 250 ml) nach der 2. Filtrationsstufe („$F2^2$“) entnommen. Nacheinander werden nun je 4 Filme mit 200 und 100 µm und ein Film mit 50 µm Dicke hergestellt. Es wird hierzu das Metalllineal (siehe Kapitel 3.1.1, Filmherstellung) mit der jeweils passenden Ausfräsung so aufgesetzt, dass ein Film entsprechender Dicke aufgezogen werden kann.

Für die optische Darstellung der zeitlichen Entwicklung der Viskose hinsichtlich ihres Partikelgehalts wird die restliche Probe zwei Tage (etwa 44 h) sich selbst überlassen und aus dieser gealterten Probe ein weiterer Film mit 100 µm Dicke hergestellt.

Tagesgang

Versuchsstrategie

Für zwei an unterschiedlichen Stellen im Prozess entnommene Proben (entsprechend zweier „unterschiedlicher Prozessstufen der Viskose“) soll ein Gang der Partikelanzahl über einige Tage festgestellt werden. Ergebnisse daraus sollen zunächst dafür verwendet werden, die Vergleichbarkeit der Kontaminationsanalyse der Spinnlösung mit der optischen Analyse am Regenerat hinsichtlich Partikelgehalten bei unterschiedlichen Gesamtgehalten zu überprüfen. Es soll zuvor außerdem festgestellt werden, ob die Kontaminationsanalyse in sich konsistent ist; hierzu sollen die Verteilungen der „unterschiedlichen Viskosetypen“ gegenübergestellt werden.

Ferner soll der Versuch dazu dienen, die grundsätzliche Schwankungsbreite im Prozess festzustellen. Dies nicht zuletzt deshalb, da es in Hinblick auf zukünftige Arbeiten zu Entstehungsmechanismen sekundärer Gelpartikel (siehe Kapitel 2.2) und Entwicklung von Verminderungsstrategien als sinnvoll einzustufen ist.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Es werden hierzu Proben an Leitungsabschnitten kurz nach der zweistufigen Filtration sowie unmittelbar vor der Zuleitung zu einer ausgewählten Spinnmaschine gezogen. In dieser Konstellation können einerseits Verunreinigungen von der Erfassung ausgeschlossen werden, die durch die Hauptfiltration entfernt werden, ebenso ein Einfluss der lokalen Filtration an der jeweiligen Spinnstelle; der Lageunterschied der Entnahmepositionen innerhalb der Transportverrohrung ist jedoch genügend groß, um gegebenenfalls eine Veränderung der Viskose während des Transports aufzeigen zu können. Der Informationsgewinn umfasst idealerweise auch Aussagen über den Einfluss der Hauptfiltration, beispielsweise vor und nach Reinigungsvorgängen.

Versuchsanordnung

Probennahme aus dem Filtrat der 2. Stufe der Hauptfiltration ($F2^2$) und an der Zuleitung zur Spinnmaschine Nr. D7 (siehe Abbildung 3-4).

Versuchsablauf

An drei aufeinander folgenden Tagen werden im Abstand von etwa 2 h Proben jeweils nacheinander an einer ausgewählten Entnahmestelle nach der Haupt-Filtration (bzw. – genauer – nach der 2. Stufe der zweistufigen Hauptfiltration) und einer ausgewählten Entnahmestelle in der Zuleitung zur Spinnmaschine mit der Nummer D7 gezogen. Die Proben werden konsequenterweise jeweils mit „F2“ und „D7“ (sowie Tag und Uhrzeit) bezeichnet. Sie werden einer Kontaminationsanalyse zugeführt und es werden Cellulosefilme daraus hergestellt. Probennahme, Analyse und Filmherstellung erfolgen nach generellem Schema in 3.1.1.

Filtermitteltest

Versuchsstrategie

Ein Test auf Partikelgehalt des Filtrats bei Einsatz unterschiedlicher Filtermittel an einzelnen Spinnstellen soll ergänzend zur Untersuchung des Tagesgangs der Partikelanzahl die Vergleichsgrundlage für die Partikelanalyse der Viskoselösung und der optischen Analyse am Viskosefilm schaffen. Der Versuch soll so angelegt werden, dass zur künftigen Einleitung einer prozessverbessernden Maßnahme auch Aussagen über die Qualität der unterschiedlichen Filtermittelkombinationen und das zeitliche Verhalten jener über die Höhe der Partikelkontamination an den jeweils beprobten Spinnstellen möglich sind.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Versuchsanordnung

Abbildung 3-5 Versuchsanordnung zum Test verschiedener Filtermittel-kombinationen

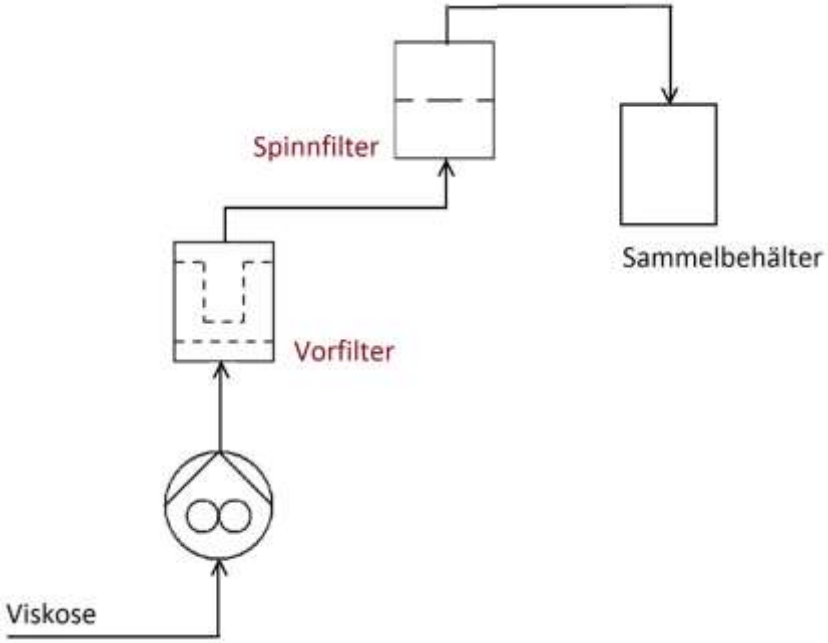


Abbildung 3-6 Schematische Darstellung der Probennahmeanordnung; Vor- und Spinnfilter werden variiert

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Versuchsablauf

An 8 aufeinanderfolgenden Spinnstellen einer Spinnmaschine werden unterschiedliche Kombinationen aus Vor- und Spinnfiltern installiert. Zwei Kerzenfiltertypen werden hierzu mit vier Gewebefiltertypen (bzw. Fabrictypen) nach dem folgenden Schema kombiniert (siehe Tabelle 3-1).

Tabelle 3-1 Auflistung der Paarungen für den Filtermitteltest

Spinnstelle / Sample Nr.:	1	2	3	4	5	6	7	8
Vorfilter (Filterkerze)								
Porengröße / µm	30				5			
Spinnfilter (Fabric)								
Maschenweite / µm	25	5	6	15	25	5	6	15
offene Fläche / %	n.a. [a)]	1	5	10	n.a. [a)]	1	5	10
Material	n.a. [a)]	PA 6.6	PA 6.6	PA 6.6	n.a. [a)]	PA 6.6	PA 6.6	PA 6.6

[a)] *aus der Kodierung des Filtermediums nicht ableitbar*

Nach 1 h und nach 22 h werden jeweils Proben gezogen und nach generellem Schema in 3.1.1 zu Filmen für die optische Bildanalyse verarbeitet bzw. volumetrisch analysiert.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

3.2 Entwicklung des optischen Systems

Für das Auffinden einer aussagekräftigen und verlässlichen Methode der optischen Bildanalyse für die Laboranwendung und spätere Adaption im Produktionsprozess ist eine ganze Reihe von Problemfeldern zu betrachten.

So geradlinig es zunächst für einen Außenstehenden erscheinen mag, über optische Methoden ein Bild zu erzeugen – es sei hier beispielsweise an die Digitalfotografie gedacht, die mittlerweile (mit Stand 2015) zu einem Massenphänomen geworden ist und deren Verwendung für den Laien denkbar einfach zugänglich gemacht wurde –, so komplex wird der Themenbereich, wenn tiefer in diese Materie eingedrungen wird. Eine Darstellung mikroskopischer Partikel, deren optische Eigenschaften und Verteilung im Substrat zunächst wenig bekannt sind, deren Kontrastunterschied zur Matrix äußerst gering ist und deren bildanalytischer Erfassung eine Vielzahl verschiedener, meist erst im Laufe der Methodenentwicklung erkannter Störquellen gegenübersteht, ist keineswegs trivial.

Ein Vorteil einer Einstellung am System nach einem bestimmten Prinzip geht häufig mit Nachteilen in anderen Bereichen einher. Unterschiedliche methodische Ansätze werden daher zunächst getestet, über eine große Zahl an Versuchsreihen werden erfolgversprechende von weniger gut anwendbaren Methoden abgegrenzt.

Einer guten Übersichtlichkeit Rechnung tragend, werden an dieser Stelle nicht alle Versuchsreihen in deren exaktem Ablauf dargestellt. Vielmehr wird erläutert, warum ein Prinzip zur Testung ausgewählt wurde sowie ob und wie angewendet es für die gegenständliche Aufgabenstellung zielführend und verhältnismäßig ist.

3.2.1 Auswahl des Bildgebungsverfahrens

Ein erster Ansatz ist der Einsatz eines hochwertigen handelsüblichen Büroscanners (siehe Kapitel 2.4). Da im vorliegenden Fall nahezu transparente Partikel zu erwarten sind wird ein Gerät mit Durchlichteinheit, konkret ein „EPSON Perfection V500 Photo“ (siehe Abbildung 3-7) verwendet.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Abbildung 3-7 Flachbettscanner mit Durchlichteinheit, EPSON Perfection V500 Photo

Weiters werden für die Versuche zwei Lichtmikroskope verwendet. Einerseits ist dies ein „Olympus BX61“ in „Hellfeld“-Anordnung (siehe Kapitel 2.4) mit drei unterschiedlichen Objektiven der Vergrößerungsstufen 2x, 5x, 10x (siehe Abbildung 3-8).

Abbildung 3-8 Mikroskop Olympus BX61 + verwendete Objektive

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Die Z-Achse des Mikroskops ist feinjustierbar, zusätzlich ist ein Märzhäuser-Mikroskoptisch installiert, der Bewegungen der Präparate in der Ebene ermöglicht. Alle drei Achsen sowie der Objektivrevolver mit den installierten Objektiven (so wie in Abbildung 3-8 angegeben) sind über die Software ansteuerbar. Darüber hinaus sind die Beleuchtungsstärke und Kamerabelichtungszeit einstellbar.

Zum anderen findet ein Mikroskop „Leica DMLS“ (siehe Abbildung 3-9) mit Phasenkontrasteinrichtung (siehe Kapitel 2.4) Anwendung. Dieses Gerät ist in den drei Raumachsen (nur) manuell mechanisch verstellbar und bietet eine Möglichkeit zur manuellen Beleuchtungsstärkenanpassung. Das Bild kann aber ebenso wie bei dem beschriebenen Lichtmikroskop BX61 mittels derselben Digitalkamera erfasst werden.

Es werden ebenso drei unterschiedliche, um etwa eine Größenordnung höher vergrößernde Objektive, 10x, 40x, 100x (siehe Abbildung 3-9) verwendet. Dies bietet einerseits die Möglichkeit, einen breiteren Vergrößerungsfaktorbereich abzudecken. Anderseits sind Phasenkontrastmikroskope in aller Regel mit höhervergrößernden Objektiven ausgestattet, da Phasenobjekte meist auch relativ geringe Größe aufweisen.

Abbildung 3-9 Mikroskop Leica DMLS mit Phasenkontrasteinrichtung u. -objektiven

Das in den Mikroskopen entstehende Bild wird von einer Digitalkamera „Olympus ColorView I“ mit CCD-Sensor abgegriffen und via eine gerätetechnische Schnittstelle über die Bildanalysesoftware „AnalySiS“ dargestellt. Diese Software wird

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

ebenfalls für die Scannerbilddarstellung verwendet. Die Kamera selbst kann an beiden Mikroskopen installiert werden und wird zu diesem Zweck auf den Tubus des jeweils verwendeten Mikroskops aufgesetzt.

Sowohl der Scanner, als auch die mikroskopischen Methoden verwenden Durchlicht. Für kontrastschwache Strukturen – wie sie hauptsächlich zu erwarten sind – stellt diese Belichtung das Verfahren der Wahl dar (2.4).

Über die Bilderfassung eines sogenannten Objektmikrometers wird der Bildkanal (bzw. der Maßstab des Bildkanals) zunächst für jedes verwendete Objektiv kalibriert. Diese Kalibrierung ist in der Folge essenziell für eine exakte Flächenmessung am digitalisierten Bild.

Versuchsstrategie

Zunächst soll überlegt werden, ob die theoretisch erzielbare Auflösung einen Test der Methoden rechtfertigt. Daran anschließend soll das praktische Auflösungsvermögen der verschiedenen Methoden direkt am erfassten Bild demonstriert und verglichen werden.

Für den Scanner lässt sich aus den Herstellerangaben ein Wert errechnen. Da bei den Mikroskopen die minimale Länge, die noch unterschieden werden kann, nicht nur von der Wellenlänge des Lichts abhängt, sondern – neben anderen Parametern – vor allem von der numerischen Apertur des Objektivs und Kondensors (siehe Kapitel 2.4) sowie dem Auflösungsvermögen der Kamera, wird von der Kalibrierung des Bildkanals ausgegangen.

Es ergeben sich somit folgende theoretische Auflösungen:

Auflösung, Scanner $= 6400\ dpi \rightarrow 1\ inch = 25400\ \mu m \rightarrow \frac{25400}{6400} \approx \mathbf{3,9\ \frac{\mu m}{Pixel}}$

Auflösungen, Olympus BX61 (Hellfeld), lt. Kalibration:

$2x \approx 3{,}5\ \frac{\mu m}{Pixel}$ $5x \approx 1{,}4\ \frac{\mu m}{Pixel}$ $10x \approx 0{,}7\ \frac{\mu m}{Pixel}$

Auflösungen, Leica DMLS (Phasenkontrast), lt. Kalibration:

$10x \approx 0{,}35\ \frac{\mu m}{Pixel}$ $40x \approx 0{,}09\ \frac{\mu m}{Pixel}$ $100x \approx 0{,}04\ \frac{\mu m}{Pixel}$

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Ausgehend von Partikeln einer Minimalgröße von etwa 4 µm (Müller & Rußler, 2015) und ohne Berücksichtigung diverser Einflussfaktoren und der Kontraststärke ist davon auszugehen, dass beide Methoden entsprechende Strukturen abbilden würden. Werden die beschriebenen Einflüsse in Betracht gezogen, kann vermutet werden, dass die Verwendung von Scanner und Objektivvergrößerung 2x des Hellfeldmikroskops problematisch sein würden.

Überprüft werden sollen diese Annahmen mittels des bereits erwähnten Objektmikrometers. Dieses stellt ein sehr kontrastreiches Objekt dar und besitzt zudem eine Skalenteilung, die größer als die zu erwartende zu unterscheidende Länge ist (siehe Abbildung 3-10). Funktioniert die Methode für dieses Objekt nicht, kann mit hoher Sicherheit angenommen werden, dass sie auch auf kontrastschwächere Objekte – unter sonst unveränderten Bedingungen – nicht angewendet werden kann.

Versuchsanordnung

Scanner mit Durchlichteinheit bzw. Hellfeldmikroskop bzw. Phasenkontrastmikroskop mit aufgelegtem Durchlicht-Objektmikrometer, mit einer Skalengesamtlänge von 1000 µm und einer geringsten Teilung von 10 µm.

Abbildung 3-10 Objektmikrometer für Durchlicht mit Skalenlänge 1 mm und einer Teilung von 0,01 mm

Versuchsablauf

Das Objektmikrometer wird zunächst auf den Scanner aufgelegt und mittels Durchlichteinheit und mit der über die Scannersoftware einstellbaren maximalen, nicht-interpolierenden Geräteauflösung von 6400 dpi abgetastet.

Nacheinander wird dieselbe Durchlichtskala auf den Tischen des Hellfeld- und Phasenkontrastmikroskops angeordnet, der Fokus auf die Objektebene eingestellt und die Beleuchtung und Belichtungszeit angepasst, sodass das bestmögliche Bild entsteht. Für den Scanner wird zudem eine softwaremäßige Kontrastanhebung durchgeführt.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Die Versuchsergebnisse zeigen, dass das Konzept der optischen Bildanalyse über Flachbettscannertechnologe – zumindest in dieser Form, mit gegebenem Auflösungsvermögen – verworfen werden muss, da ein überproportional großer Anteil der zu untersuchenden Partikel nicht dargestellt werden kann (siehe Kapitel 4.2). Die Ausweitung der Versuche geschieht nachfolgend daher für die mikroskopischen Methoden.

3.2.2 Probenpräparation, Einfluss von Hilfsmedien

Versuchsstrategie

Es soll eine brauchbare Form der Präparation der Probe gefunden werden. Dies wirft zuerst die Frage auf, ob die Probe unter dem Mikroskop fixiert werden muss, um gute Bildqualität zu erreichen.

Zudem unterscheiden sich die Brechungsindizes verschiedener Medien häufig stark. Speziell hin zu hohen Vergrößerungsfaktoren erscheint die Untersuchung des Einflusses verschiedener Hilfsmedien (siehe Tabelle 3-2) sinnvoll. Dabei soll ein möglichst großer Brechungsindexbereich abgedeckt werden.

Als zu untersuchende Hilfsmedien werden ausgewählt: Einerseits – aufgrund dessen einfacher Verfügbarkeit naheliegend – deionisiertes Wasser, andererseits Waffenöl sowie auch Polyethylenglycol, PEG 400, da dieser Stoff ungiftig und in großen Mengen (und damit relativ billig) verfügbar ist, dem Brechungsindex der Cellulose am nächsten kommt und die präparierte Probe stabil zwischen Objektträger und Deckglas hält.

Tabelle 3-2 Brechungsindizes für die verwendeten Hilfsmedien und Luft

Medium	**Brechungsindex (n_D^{20})** [a)]	**Quelle**
Cellulose	1,471	(Filmetrics, Inc., 2016)
Luft (bodennah)	1,000292	(CHEMIE.DE Information Service GmbH, 2016)
Wasser	1,33	(CHEMIE.DE Information Service GmbH, 2016)
PEG 400	1,465 - 1,468	(Reininghaus-Chemie GmbH & Co.KG, 2012)

[a)] *Brechzahlen nach DIN 53169; Die Angabe eines Brechungsindexes für das verwendete Waffenöl ist nicht möglich, da die genaue Zusammensetzung unbekannt ist.*

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Versuchsanordnung

Mikroskop BX61 unter automatischer Beleuchtungs- und Belichtungszeitanpassung sowie Mikroskop DMLS mit manueller Beleuchtungsregulierung und automatischer Belichtungszeitanpassung.

Für den 2. Versuchsteil zusätzlich eine Probenpräparation der Form Objektträger – Hilfsmedium – beschnittene Probe – Hilfsmedium – Deckglas (siehe Abbildung 3-11).

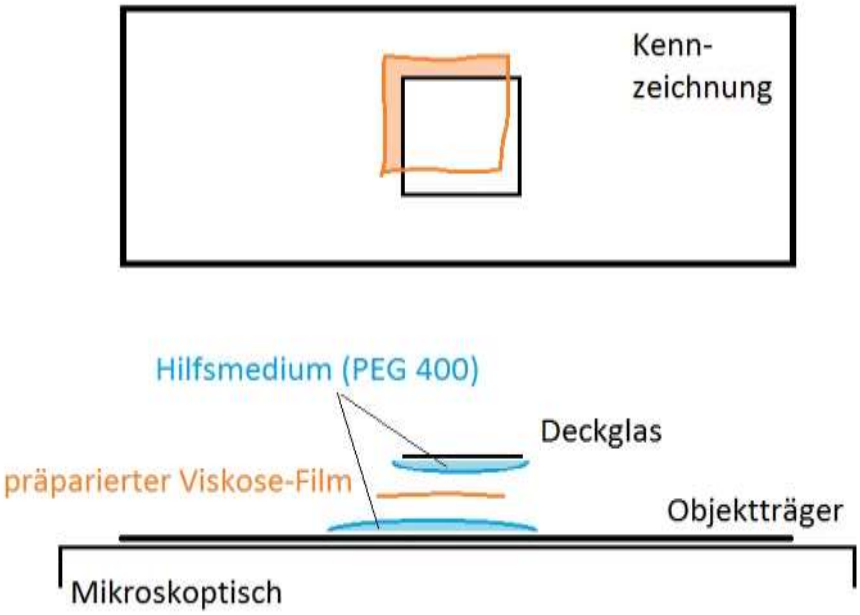


Abbildung 3-11 Probenaufbereitung der Filmausschnitte für die Mikroskopie

Versuchsablauf

Vor Mikroskopierbeginn werden die verwendeten Objektive mit Luft aus einem Reinigungsballon und danach mit trockenem (bzw. bei dem verwendeten Immersionsobjektiv für Phasenkontrast mit in Reinigungslösung getränktem) Objektivreinigungsspezialpapier gesäubert. Vor jeder neuen Versuchsreihe werden auch die Auflageplatten der Mikroskoptische mit in Ethanol getränktem Putzpapier gereinigt.

Teil 1

Zunächst wird durch einfaches Auflegen eines ausgewählten Filmes und von Einzelfilament-Segmenten aus HT- und FR-Garnen festgestellt, ob die Probe im Fokus gehalten werden kann und die Bildqualität ausreichend ist.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Teil 2

Wiederum werden je ein Einzelfilament-Segment aus HT- und FR-Garn und zusätzlich 7 unterschiedliche Filme ausgewählt. Konkret bezüglich der Filme sind dies Proben aus Retentat der 1. Filtrationsstufe der Hauptfiltration, Filtrat der 2. Stufe, Laborviskose, einer kohlenstoffnanopartikelgefüllten Viskose und dreier unterschiedlich lange gealterter Viskosen.

Zu jeder Versuchsreihe (bestehend jeweils aus den 7 genannten Proben) wird eine Probenpräparation in folgender Konfiguration vorgenommen:

1. Fabrikneue Objektträger der Dicke 1 mm und Deckgläser der Dicke 0,13 mm für die Mikroskopie werden vorbereitet. Sie werden hierzu in je ein verschließbares, zur Hälfte mit Aceton als Reinigungsmittel gefülltes Gefäß angemessener Größe unter leichtem Schwenken (zur Benetzung) einzeln nacheinander eingelegt und die Gefäße werden mit Aceton aufgefüllt. (Für die Objektträger wird hier ein Schraubglas und für die Deckgläser ein kleines Wägeglas mit einem Uhrglas als Abdeckung verwendet.) Die für die Versuchsreihe benötigte Anzahl Objektträger und Deckgläser wird nach weiterem Schwenken der Gefäße entnommen und die Gläser werden möglichst lotrecht an eine Wand (bspw. Wand eines Becherglases) zum Abtropfen angelehnt. Vor Verwendung werden die getrockneten Gläser noch einmal mit einem Stück farbigem (siehe Kapitel 5) Putzpapier in einer Richtung auf beiden Seiten abgestreift, um letzte verbliebene Verunreinigungen und mikroskopische Glasbruchstücke zu entfernen.

2.a <u>Viskosefilme:</u> Die Probe wird aus dem Probensäckchen entnommen und davon wird ein etwa 1 cm² großes Stück möglichst aus der Mitte des Films abgetrennt. (Es empfiehlt sich hierzu die Verwendung einer zuvor mit Aceton gereinigten, gut schneidenden Papierschere.) Die vorbereitete Probe wird in eine gereinigte Petrischale aus Glas gelegt und mit einem kleinen Stück farbigem (siehe Kapitel 5), leicht in Isopropanol getränktem Putzpapier an beiden Seiten abgestreift. Gehalten wird die Probe hierbei mit einer feinen, gesäuberten Pinzette. (Die Verwendung des teureren Isopropanol ergibt sich daraus, dass dieser bessere Trocknungs-eigenschaften als Ethanol zeigt. Somit hinterlässt er weniger Schlieren am Film, der nicht wie eine Einlageplatte eines Mikroskoptisches poliert werden kann. Wirkt er nur kurz auf die Filme ein, zeigt er überdies deutlich weniger Lösungs- bzw. Mattierungstendenz als Aceton.) Bis zur Verwendung der Probe wird die Petrischale immer abgedeckt gehalten, um Kontamination aus der Umgebungsluft zu vermeiden.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Auf einen gesäuberten Objektträger wird mit einer Pasteurpipette ein Tropfen des Hilfsmediums aufgebracht und das gesäuberte Filmstück aufgelegt. Auf dieses wird ein weiterer Tropfen des Hilfsmediums aufgebracht und das Präparat mit einem sauberen Deckglas abgedeckt. Auf das Vermeiden feiner Luftbläschen wird ebenso geachtet wie auf das möglichst plane Aufliegen des Präparats. Um dies zu erreichen wird das Deckglas etwas exzentrisch aufgelegt, sodass immer (zumindest) 2 Kanten etwa 1/3 der Kantenlänge überstehen. (Dies hat sich als die beste Methode zur Präparatüberdeckung hinsichtlich Handhabbarkeit und Bildqualität herausgestellt, da es so am unwahrscheinlichsten ist, dass das Deckglas aufschwimmt, aber auch weil das Präparat so weniger Aufwölbungen in z-Richtung ausbilden kann.)

2.b Viskosefilamente: Von einer mehrere Meter langen Garnprobe, jeweils von HT- und FR-Garn wird grob 1 m abgewickelt. Ein etwa 3 cm langes Stück des Garns wird abgeschnitten und auf einer schwarzen, filzbestückten Platte vereinzelt. Einzelfilamente aus diesen Abschnitten werden für die Versuchsreihen als Proben verwendet, indem sie auf die gesäuberten – mit einem Tropfen des jeweiligen Hilfsmediums versehenen – Objektträger aufgelegt und mit einem Deckglas bedeckt werden.

3. Die Präparate werden nacheinander auf beiden Mikroskopen, bei unterschiedlichen Objektivvergrößerungen betrachtet. Beleuchtungsstärke, Belichtungszeit und Fokus werden über die Software bzw. manuell angepasst. Die Deckgläser werden zuvor mit einer Pinzette nochmals leicht angedrückt, um möglichst ebene Lage sicherzustellen. Der Fokus wird so gut wie möglich auf die Filmmitte scharf gestellt; hierzu wird über Bewegung der Mikroskoptische eine unter dem Deckglas befindliche Präparatkante angefahren, einmal auf die obere Ebene scharf gestellt, einmal auf die untere und aus der Z-Abstandsdifferenz (lt. Software bzw. abgelesen am Handrad) die Filmmitte ermittelt und der Beleuchtungsfleck auf diesen Z-Achsen-Wert scharf gestellt. Über diese Verfahrensweise wird eine gewisse Standardisierung der Bildaufnahme erreicht. Über die Software werden schließlich von den Ausschnitten Bilder aufgenommen, welche über die Bildkanaleinstellungen längenmäßig kalibriert sind. Es wird zuvor immer auch ein Weißabgleich mit einem erkennbar partikelfreien Bereich als Referenz durchgeführt, um den Partikelkontrast zu steigern.

Die Punkte 1 bis 3 werden mit allen ausgewählten Filmen und Filamenten jeweils für deionisiertes Wasser und PEG 400 durchgeführt, zusätzlich für in deionisiertem Wasser bzw. PEG 400 über eine Zeit von 72 h gealterten Proben. Als Referenz wird eine

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Trockenpräparation verwendet, d. h. die Prozeduren werden exakt beibehalten, lediglich die Hilfsmedienzugabe entfällt (entsprechend Umgebungsluft als Medium). In jenen Fällen, in denen Hilfsmedien zugegeben werden, muss darauf geachtet werden, so wenig wie für vollständige Benetzung möglich zu verwenden, um keine zusätzlichen Bildschärfefehler zu induzieren.

Aus den Versuchen kann als praktikabelste Methode die Durchlicht-Hellfeld-Mikroskopie nach der oben angegebenen Präparationsprozedur mit Hilfsmittel angepassten Brechungsindexes angegeben werden. Für die weitere Analyse der Viskosefilme wird daher diese Methode angewendet und ausgebaut.

3.2.3 Färbeversuch

Aus vorangegangenen Versuchen der vorliegenden Arbeit konnte festgestellt werden, dass der Kontrastunterschied zwischen den gefundenen Gelpartikeln und der sie einbettenden Matrix kaum vorhanden ist und diese hauptsächlich durch die Brechungsindexunterschiede an der – wenn auch gering ausgeprägten – Phasengrenze bzw. dem Partikelperimeter und dem damit verbundenen Kontrastunterschied / Helligkeitsunterschied erkennbar sind. Könnte die gesamte Projektionsfläche gegenüber der Matrix verdunkelt werden oder umgekehrt, so brächte dies im Hinblick auf eine spätere automatische Bildanalyse entscheidende Vorteile bezüglich der Unterscheidbarkeit durch einen Suchalgorithmus.

Versuchsstrategie

Ein gängiges Mittel zur Kontrastverstärkung bei der Charakterisierung von Viskosefasern ist, diese anzufärben. Es werden dafür Reaktivfarbstoffe verwendet, die kovalent an die Faser binden. Darüber hinaus ist ein Verfahren – Iod-Stärke-Nachweis – bekannt, das zur Sichtbarmachung von Stärke in einer Probe verwendet wird. Da die Cellulose bezüglich deren chemischen Aufbaus der Stärke nicht unähnlich ist, kann auch von einer gewissen Wahrscheinlichkeit einer Färbung der Viskose ausgegangen werden. Ein zusätzlicher Vorteil der Anwendung gerade dieser beiden Färbeverfahren ist die chemisch unterschiedliche Wirkung, womit Aussagen über einen grundsätzlichen Effekt von Färbeverfahren in der Anwendung auf Viskosefilme eine breitere Basis haben.

Für verschiedene Färbebedingungen (hinsichtlich Konzentrationen, Einwirkdauern, Temperaturen, nominelle Dicke der Filme) sollen hierbei Versuchsreihen erstellt werden.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Iod-Stärke-Nachweis-Färbung

Versuchsanordnung

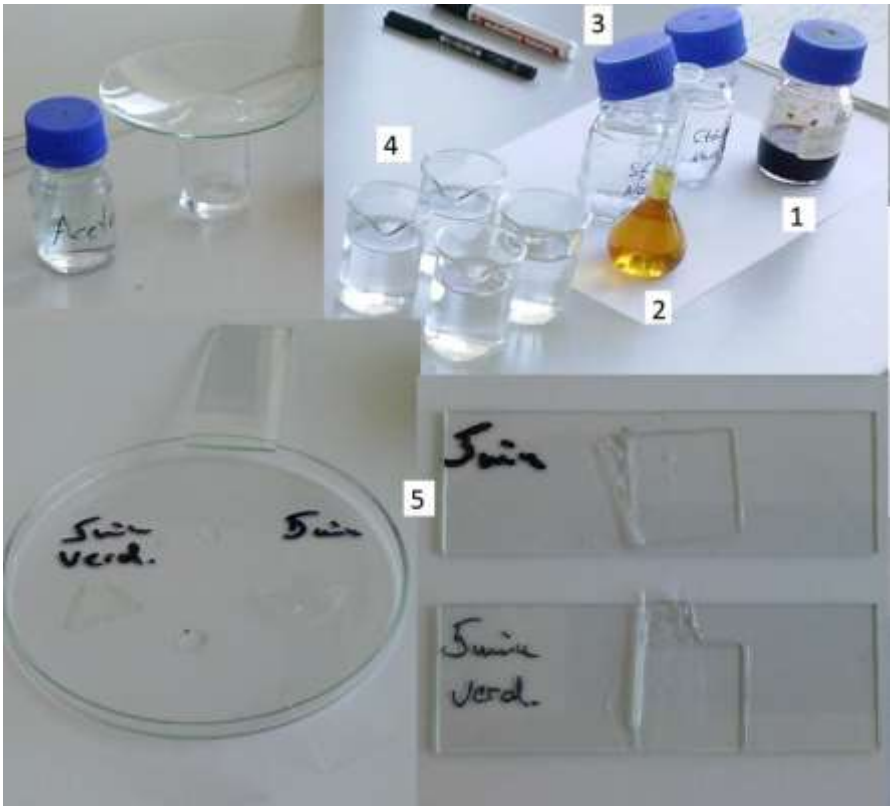


Abbildung 3-12 Färben mittels Iod-Zinkchlorid-Lösung

Versuchsablauf

Objektträger und Deckgläser sowie alle Manipulationsgeräte und die verwendeten Filmproben werden gründlich gereinigt und vorbereitet, wie in 3.2.2 angegeben.

Für die beschriebenen Versuche werden Filme aus Filtrat der 2. Filtrationsstufe der Hauptfiltration und einer nominellen Dicke von 200 µm verwendet. (Alle Abschnitte aus demselben Film zwecks Vergleichs.)

Zunächst wird aus einer gesättigten Iod-Zinkchlorid-Lösung (1) eine verdünnte Lösung hergestellt (siehe Abbildung 3-12). Hierzu werden 5 ml der Ausgangslösung in einen 50 ml - Messkolben mittels einer Messpipette eingebracht und bis zur Markierung mit Deionat aufgefüllt (2) und die Lösung durch Schwenken gut durchmischt. Diese verdünnte Lösung wird nun in eine Probenflasche (3, 100 ml) transferiert.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Drei Filmabschnitte (1 cm²) werden darin eingelegt, die Flasche wird leicht geschwenkt, um die Filmabschnitte vollständig zu benetzen und verschlossen. Ein Abschnitt wird für 5 min, einer für 60 min, einer für 24 h darin belassen.

Nach Entnahme werden die Filme mit 2x je 75 ml Deionat (4) gewaschen und getrocknet.

Der beschriebene Vorgang wird parallel unter Verwendung der gesättigten Nachweislösung durchgeführt.

Die getrockneten Filmabschnitte werden wie in 3.2.2 beschrieben für die Mikroskopie präpariert (5).

Reaktivfärbung mit Novacron Black NN

Versuchsanordnung

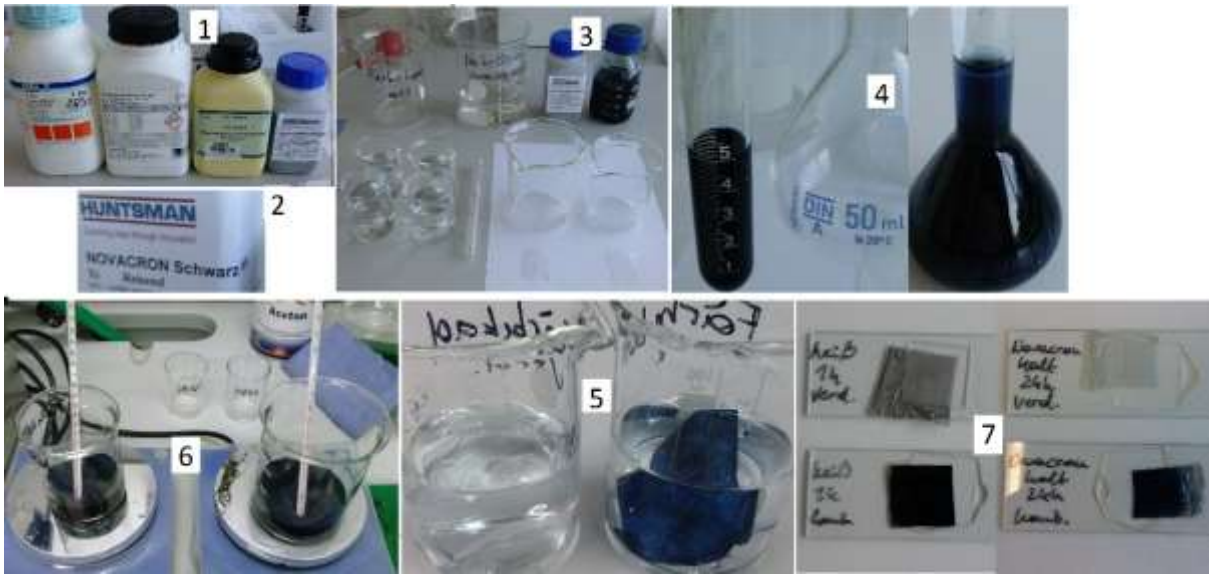


Abbildung 3-13 Färben mittels Reaktivfarbstoff

Versuchsablauf

Objektträger und Deckgläser sowie alle Manipulationsgeräte und die verwendeten Filmproben werden gründlich gereinigt und vorbereitet, wie in 3.2.2 angegeben.

Für die beschriebenen Versuche werden Filme aus Filtrat der 2. Filtrationsstufe der Hauptfiltration und einer nominellen Dicke von 200 µm bzw. dem Filtrat der 1.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Filtrationsstufe mit nomineller Dicke 100 µm verwendet. (Je Versuchsteil alle Abschnitte aus demselben Film zwecks Vergleichs.)

Die Bereitung der Färbeflotte und der Heißfärbevorgang erfolgen angelehnt an die Methodenbeschreibung von Winter (2015, S. 16 - 17).

Teil 1

40 g NaCl, 20 g Na_2CO_3, 1 g NaOH (1) werden in 500 ml Deionat in einem Becherglas unter Magnetrühren vollständig gelöst (siehe Abbildung 3-13). Die Lösung wird in einer großen Probenflasche (800 ml) aufbewahrt.

200 ml dieser Elektrolytlösung werden entnommen und darin etwa 6 Spatelspitzen Novacron Black NN (2) gelöst (3). Für die Versuche mit verdünnter Färbelösung werden 5 ml dieser konzentrierten Lösung entnommen und mit deionisiertem Wasser auf 50 ml aufgefüllt (4).

Kaltfärbung: In je einem Becherglas (etwa 200 ml) werden 50 ml der konzentrierten bzw. 50 ml der verdünnten Färbelösung vorgelegt, je zwei Filmabschnitte werden in die Bechergläser eingebracht. Es wird für etwa 10 min magnetisch gerührt. Aus den Bechergläsern wird je ein Filmabschnitt entnommen, diese Abschnitte werden unter Magnetrühren je 2x mit etwa 100 ml Deionat gewaschen (5), dann entnommen, ablaufende Restflüssigkeit wird mit saugfähigem Papier aufgenommen und die gefärbten Proben werden in gereinigten Probenfläschchen luftdicht verschlossen.

Die beiden noch verbleibenden Filmabschnitte werden in den Bechergläsern abgedeckt für 24 h belassen und danach ebenso wie beschrieben behandelt.

Heißfärbung: Der Heizzyklus wird lt. Winter (2015, S. 16) durchgeführt (siehe Anhang), Temperaturkontrolle erfolgt über zwei Thermometer (6). Ansonsten wird derselbe Ablauf wie bei Kaltfärbung eingehalten.

Teil 2 – Variation der NaOH-Konzentration

Zuerst werden 100 ml einer 0,5 N NaOH sowie 100 ml einer 2 N NaOH hergestellt. In zwei Bechergläsern (etwa 200 ml) werden dann jeweils 2/5 der Menge der in Versuchsteil 1 zur Bereitung der Elektrolytlösung verwendeten Stoffe, mit Ausnahme der NaOH, eingewogen, mit je 100 ml Deionat übergossen und unter Magnetrühren eine Elektrolytlösung bereitet. Je ein Becherglas wird mit je einer der zuvor hergestellten NaOH-Lösungen aufgefüllt und es werden jeweils 6 Spatelspitzen Novacron Black NN zugegeben.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Der 2. Teilversuch wird in der Folge wie die Heißfärbung im 1. Teilversuch durchgeführt.

Als Proben werden zwei Abschnitte aus einer Hälfte je zweier Filme verwendet. Die jeweils zweiten Filmhälften werden für einen Vergleich nichtgefärbter und gefärbter Abschnitte aus demselben Film für die Mikroskopie aufbewahrt.

Die getrockneten Filmabschnitte aus den Färbeversuchen werden jeweils wie in 3.2.2 beschrieben für die Mikroskopie präpariert (7). Es wird über alle Färbeversuche hinweg stets schriftlich festgehalten, welcher Filmabschnitt aus welchem Film stammt.

3.2.4 Optische Bildanalyse

Um die Anwendbarkeit der optischen Bildanalyse zum Zweck der Erstellung von Partikelgrößenverteilungen für Gelpartikel zu demonstrieren und einen Vergleich mit der volumetrischen Analyse der Spinnlösung anstellen zu können, werden systematisch Filme relevanter Viskoseproben mithilfe der gefundenen Methode (siehe Kapitel 3.2.2) untersucht. Es sollen hierdurch zudem noch genauere Aussagen über Erscheinungsbild, Auftrittshäufigkeit und Verteilung in der Matrix möglich werden.

Versuchsstrategie

Von den während der Feldversuchsreihen „Tagesgang“ und „Filtermitteltest“ aus den gezogenen Proben hergestellten Viskosefilmen sollen Partikelgehalt und Partikelform erfasst werden. Die Präparate sollen hierzu einer manuellen Analyse unter den oben genannten Bedingungen unterzogen werden. Hierzu sollen mittels der Software AnalySiS Bilder (zweidimensionale Projektionen der Filmausschnitte) hergestellt werden. Die Partikel hierin sollen hinsichtlich deren Anzahl, Fläche und Abweichung von der Kreisform charakterisiert werden.

Aus den gewonnenen Daten sollen für die gezählten Partikel die Durchmesser einer flächengleichen Kreisfläche berechnet, eine Klasseneinteilung vorgenommen und daraus Partikelgrößenverteilungen erstellt werden.

Für jede Probe sollen zehn solcher Abläufe durchgeführt werden.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Versuchsanordnung

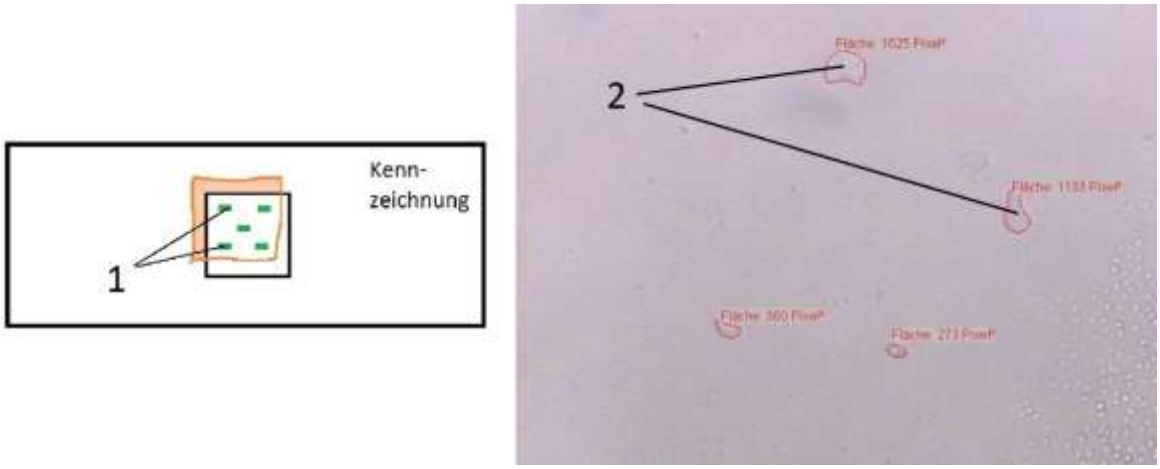


Abbildung 3-14 Erstellung von Bildern mit AnalySiS aus den präparierten Proben

Versuchsdurchführung

Für jede während der Feldversuchsreihen „Tagesgang“ und „Filtermitteltest“ gezogene Probe der Spinnlösung werden zwei daraus hergestellte Filme ausgewählt. Für jeden dieser Filme wird eine manuelle Partikelzählung durchgeführt.

Die Bildanalysedaten werden wie folgt generiert:

- Aus jedem der ausgewählten Filme wird mittig ein etwa 1 cm² großes Stück abgetrennt.
- Die Ausschnitte werden wie in 3.2.2 beschrieben präpariert. (Die Reinigungsprozeduren müssen unbedingt eingehalten werden, da sonst grobe Fehler bei der Erfassung der Partikelanzahl entstehen können.)
- Das jeweilige Präparat wird auf den Mikroskoptisch aufgelegt, ein markanter Punkt wird gesucht, der Fokus in z-Richtung so gut wie möglich auf die Mitte des Filmes eingestellt. (Ergänzend kann dazu die sich unter dem Deckglas befindende Filmausschnittkante verwendet werden.)
- Es werden nun fünf Bereiche im Ausschnitt angefahren (1) und hiervon Bilder erstellt, die Partikel parametriert (2) und die Ergebnisse tabellarisch (AnalySiS) ausgegeben (siehe Abbildung 3-14). Die Parametrierung erfolgt durch manuelles Festlegen eines Partikelumfanges in mehreren Teilschritten. Aus den Software-

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

funktionen, die hierfür zur Verfügung stehen, wird das „ausgleichende Polynom“ gewählt, da es die tatsächliche Partikelfläche am besten wiedergibt. Die Bilder werden über die Bildkanalwerte (bezüglich der gewählten Objektivvergrößerung) kalibriert. – Ist ein Bereich leer, wird er verworfen und ein anderer Bereich gesucht, in welchem sich zumindest ein Partikel deutlich abzeichnet, um genügend Daten sammeln zu können. (Dies kann aber zu anderen Fehlern führen, siehe Kapitel 5.)

- Aus den Ergebnissen der jeweils zusammenhängenden Messungen, also für jede Viskoseprobe, werden Partikelgrößenverteilungen erstellt.

Als passabelste softwaremäßige Einstellungen aus allen Analysen – für die gegebenen Umstände – konnten die in Tabelle 3-3 angegebenen Daten ermittelt werden.

Tabelle 3-3 Bildeinstellungen für die Bildanalyse mittels der Software AnalySiS unter Verwendung des Mikroskops Olympus BX61 im Hellfeld-Durchlicht mit Digitalkamera Olympus ColorView I

optische Einstellungen				
Farbanpassung	Rot 1,14	Grün 1,00	Blau 3,46	
Bildkontrastanpassung	Gamma 0,67	Sättigung 0,00	Kontrast 2,00	Helligkeit 8,00
Belichtungszeit	~ 27 ms			
Beleuchtungsstärke	~ 3			
Bildinformation				
Farbtiefe	24 bit			
Bildfläche	2080 x 1544 (Pixel)²			
Bildkanalkalibrierung	0,6886 µm/Pixel bei Objektivvergrößerung 10x			

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

3.3 Methodik zum Vergleich von Kontaminationsanalyse der Spinnlösung und optischer Bildanalyse an Viskosefilmen

Beide Verfahrensweisen, Partikelmessung der Spinnlösung und optische Partikelzählung, zielen darauf ab, Partikelgrößenanzahlverteilungen zu ermitteln, um im Sinne einer Qualitätskontrolle des Produktionsprozesses eine Überwachung des Gesamtpartikelgehalts, der Partikelgröße und der Aufteilung in Größenklassen sicherzustellen.

Um eine Korrelation der Ergebnisse beider Analysenmethoden herstellen zu können, ist hierzu eine Normierung auf eine gemeinsame Basis nötig. Die in 2.3 beschriebenen Methoden zur Untersuchung der Spinnlösung – so auch jenes während des Feldversuchs für die vorliegende Arbeit verwendete Messsystem – liefern auf 1 ml Spinnlösung normierte Verteilungen. Eine Gehaltsbestimmung über das optische System nach der entwickelten Methodik in 3.2.4 bezieht sich im Gegensatz dazu immer auf das Volumen des während der Messung ausgewerteten Bildausschnitts. Der Partikelgehalt wird hier als Summe der gezählten Partikel aller während einer Messung ausgewerteten Bildausschnitte, genauer, zuzuordnenden Volumina, erhalten.

Es muss also zunächst mit genügender Genauigkeit festgestellt werden, wie groß ein derartiges durchschnittliches Volumen pro Bildausschnitt – bei gegebener optischer Vergrößerung bzw. Bildkanalkalibrierung – ist.

Unter Berücksichtigung der Verringerung des Gesamtvolumens und der Gesamtmasse der Viskosefilme während Regeneration und Trocknung sowie des Dichteunterschieds zwischen Spinnlösung und Viskosefilm lässt sich dann diese Anzahl hochrechnen, wobei bezüglich der Viskose die – für eine korrekte Umrechnung nötige – Massenerhaltung stets gewährt bleibt. Das errechnete Volumen ist hiermit dem Messvolumen der Kontaminationsanalyse der Spinnlösung äquivalent und Ergebnisse beider Partikelmessverfahren sind direkt vergleichbar.

Berechnung einer äquivalenten Partikelanzahl

Die optische Bildanalyse liefert die Anzahl der Partikel pro Bildausschnitt N_{BA}. Für jede Messung wird eine definierte Anzahl an Bildausschnitten n_{BA} ausgewertet. Die Anzahl der während einer Messung gezählten Partikel ist daher mit

$$\left(n_{BA} \cdot N_{BA}\right) \tag{3.1}$$

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

gegeben. Das Gesamtvolumen des regenerierten Viskosefilms sei nun mit V_2 bezeichnet. Unter Berücksichtigung des Verhältnisses aus diesem Gesamtvolumen und dem Volumen eines Bildausschnitts V_{BA} errechnet sich die Partikelanzahl des gesamten Films N_2 zu

$$N_2 = \left(n_{BA} \cdot N_{BA}\right) \cdot \frac{V_2}{n_{BA} \cdot V_{BA}} \quad . \tag{3.2}$$

Weder V_2 noch V_{BA} sind messtechnisch zugänglich. Die Volumina können jedoch über die (messbare) mittlere Fläche eines Viskosefilms $\bar{A}_2$ und die aufgrund der Bildkanalkalibrierung (siehe Kapitel 3.2.4 bzw. Tabelle 3-3) exakt bekannte Fläche des Bildausschnitts A_{BA} und die (ebenso messbare) mittlere Dicke $\bar{s}_2$ eines Films berechnet werden. Das Volumenverhältnis reduziert sich auf ein Flächenverhältnis der Form

$$\frac{V_2}{V_{BA}} \approx \frac{\bar{A}_2 \cdot \bar{s}_2}{A_{BA} \cdot \bar{s}_2} \quad , \tag{3.3}$$

wenn eine gleichmäßige Dicke der Filme vorausgesetzt wird und beide Volumina daher mit $\bar{s}_2$ berechnet werden können. Hierin ist die Bildausschnittfläche für den konkreten Fall

$$A_{BA} = \left(2080 \cdot 1544\right) Pixel^2 \cdot 0{,}6886^2 \frac{\mu m^2}{Pixel^2} \approx 1.5 \cdot 10^{-8}\ cm^2 \quad . \tag{3.4}$$

Die auf den gesamten Film hochgerechnete Partikelanzahl kann auf diese Weise angegeben werden mit

$$N_2 \approx \left(n_{BA} \cdot N_{BA}\right) \cdot \frac{\bar{A}_2}{n_{BA} \cdot A_{BA}} \quad . \tag{3.5}$$

Es wird davon ausgegangen, dass diese Partikelanzahl bereits in der Spinnlösung enthalten ist[7],

$$N_1 \equiv N_2 \quad , \tag{3.6}$$

[7] Diese Annahme ist problematisch, da phänomenologisch nicht ausgeschlossen werden kann, dass während der Regeneration Veränderungen im Partikelkollektiv auftreten und nicht bekannt ist, welcher Natur diese Veränderungen sein würden. Da die Prämisse der Berechnung jedoch ist, eine Vergleichbarkeit mit der Kontaminationsanalyse der Spinnlösung herzustellen, stellt die Annahme dennoch die richtige Vorgehensweise dar, da eine Anpassung an dieser Stelle für sich bereits inkonsistent betreffend eine derartige Korrelation wäre und Ergebnisse dementsprechend verfälschte (siehe Kapitel 4 und 5).

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

wobei N_1 als die Partikelanzahl in der für die Filmherstellung aufgestrichenen Viskosemenge definiert wird.

Diese „Partikeldichte“ ist aber gerade jene, die in der Spinnlösung vorliegen würde, auf die die Kontaminationsanalyse normiert ist. N_1 braucht daher lediglich auf dieses Normvolumen umgelegt zu werden.

Nun ist die theoretische Dicke aufgrund der Ausfräsungen an jenem Lineal, mit welchem die Viskose für die Filmherstellung aufgezogen wird (siehe Kapitel 3.1.1) bekannt. Aufgrund der hohen Viskosität der Lösung wird diese Dicke praktisch jedoch nicht erreicht (siehe Kapitel 5) und es kann daher das Volumen nicht darüber ermittelt werden. Die Dichte der Spinnlösung aber ist in guter Näherung $1g/cm^3$ (Müller & Rußler, 2015), es ist daher eine Volumenberechnung auch über die mittlere Masse $\bar{m}_1$ der aufgestrichenen Menge und die Dichte ρ_1 der Spinnlösung möglich:

$$\bar{V}_1 = \frac{\bar{m}_1}{\rho_1} \qquad \text{mit} \qquad \rho_1 \approx 1{,}0\,\frac{g}{cm^3} \quad . \tag{3.7}$$

Da die Partikelanzahl in der Spinnlösung proportional deren Volumen ist,

$$N_1 \propto V_1 \quad , \tag{3.8}$$

kann eine äquivalente Partikelanzahl $N_{eq.}$ unter Berücksichtigung des Volumens $V_{norm.}$, auf welches die Kontaminationsanalyse normiert ist, berechnet werden

$$N_{eq.} = N_1 \cdot \frac{V_{norm.}}{\bar{V}_1} \quad . \tag{3.9}$$

Mit den Beziehungen (3.6) und (3.7) wird dies zu

$$N_{eq.} \approx N_2 \cdot \frac{V_{norm.} \cdot \rho_1}{\bar{m}_1} \tag{3.10}$$

und mit der Beziehung (3.2) ergibt sich das Äquivalentvolumen schließlich mit

$$N_{eq.}\left(V_{norm.}\right) \approx \left(n_{BA} \cdot N_{BA}\right) \cdot \frac{\bar{A}_2}{n_{BA} \cdot A_{BA}} \cdot \frac{V_{norm.} \cdot \rho_1}{\bar{m}_1} \quad . \tag{3.11}$$

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Messung der relevanten Größen

Die in Beziehung (3.11) verwendete Variable N_{BA} sowie die Konstanten n_{BA}, A_{BA}, $V_{norm.}$ und ρ_1 sind aus der Bildanalyse bekannt (siehe oben) bzw. können als gegeben vorausgesetzt werden. Es ergibt sich die Notwendigkeit der Messung der restlichen unbekannten Größen, es sind dies die mittlere Fläche $\bar{A}_2$ der getrockneten, regenerierten Viskosefilme und die mittlere Masse $\bar{m}_1$ der aus der Spinnlösung hergestellten Vorfilme.

Es wird in Hinblick auf eine zukünftige Verwendung als Labormethode angestrebt, hierfür aus einer genügend großen Anzahl an Messungen allgemeingültige Durchschnittswerte festzulegen, um eine rasche, EDV-gestützte Auswertung zwecks Vergleichs mit der Kontaminationsanalyse der Spinnlösung zu ermöglichen. Anders formuliert bedeutet dies die Bestimmung eines Äquivalenzfaktors (Zahlenwert), der verwendet werden kann, wenn die Analysenparameter (d. h. die Gleichungsgrößen) sich nicht ändern.

Zusätzlich zu jenen für die Auswertung der Beziehung (3.11) nötigen Größen werden die mittlere Masse $\bar{m}_2$ und die mittlere Dicke $\bar{s}_2$ der regenerierten Filme sowie die mittlere Fläche $\bar{A}_1$ der Vorfilme bestimmt. Diese Größen können für spätere Vergleiche und die Beschreibung von Veränderungen während des Filmherstellungsprozesses verwendet werden.

Die folgenden Messungen werden mehrmals jeweils getrennt für Filme mit nomineller Dicke 100 µm und 200 µm durchgeführt. Die Ermittlung der zugehörigen Größen wird dabei immer an denselben Filmen vorgenommen.

Mittlere Masse $\bar{m}_1$ der Vorfilme

Für je 10 auf die Glasplatte aufgetragene Filme aus Spinnlösung (siehe Kapitel 3.1.1, Filmherstellung) wird die Nettomasse auf einer Feinwaage ausgewogen. Hieraus wird der arithmetische Mittelwert berechnet.

Mittlere Fläche $\bar{A}_1$ der Vorfilme

Für je 10 auf die Glasplatte aufgetragene Filme aus Spinnlösung werden Länge und Breite mit einem Lineal gemessen. Eine Genauigkeit von etwa 1 mm wird

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

eingehalten. Es wird jeweils die Fläche berechnet und aus allen Flächenwerten der arithmetische Mittelwert gebildet.

Mittlere Masse $\bar{m}_2$ der regenerierten Filme

Die getrockneten Filme werden mit einer Pinzette vorsichtig in ein kleines Becherglas eingelegt und mittels einer Analysenwaage ausgewogen. Es wird der arithmetische Mittelwert der Einzelnettomassen bestimmt. Zusätzlich wird die Gesamtmasse aller Filme ausgewogen, diese wird durch die Anzahl der Filme dividiert. Aus diesem Wert und dem zuvor gebildeten Mittelwert wird erneut gemittelt.

Mittlere Fläche $\bar{A}_2$ der regenerierten Filme

Die Fläche wird wiederum aus mittels eines Lineals auf etwa 1 mm genau gemessenen Längen und Breiten bestimmt und aus allen so erhaltenen Flächen wird der arithmetische Mittelwert berechnet. Es wird hierbei streng darauf geachtet, dass eingerollte Kanten (diese liegen produktionsbedingt immer vor) so gut wie möglich ausgerollt werden, ohne die Filme zu beschädigen. Da die Filmkanten hierbei nicht immer völlig rechtwinkelig vorliegen, wird nach Augenmaß jeweils jene Strecke für die Messung von Länge und Breite gewählt, die einem Durchschnitt für den jeweiligen Film entspricht. Dies ist in der Regel etwa für die Flächenhalbierenden der Fall.

Mittlere Dicke $\bar{s}_2$ der regenerierten Filme

Mittels einer Bügelmessschraube wird an drei repräsentativen Stellen (Filmmitte, Filmrandbereich, Zwischenbereich) auf 1 µm genau die Dicke der Filme bestimmt. Es wird darauf geachtet, dass diese Messpunkte jeweils nicht auf einer Linie liegen, um einen eventuellen Einfluss der Filmaufstreichrichtung auf die Filmdicke zu umgehen. Aus der Summe der gemessenen Dicken aller Filme gleicher nomineller Dicke wird das arithmetische Mittel errechnet.

EDV-gestützte Aufbereitung der Messdaten

Über zwei speziell für die Daten aus der optischen Bildanalyse (nach dem Schema in 3.2.4) und der Kontaminationsanalyse der Spinnlösung (nach dem Schema in 3.1.1) entwickelte, automatisierte Verarbeitungsmasken (Excel-Templates) werden die Messdaten für den Vergleich aufbereitet und einer grafischen Darstellung als

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Partikelgrößenanzahlverteilungen zugeführt. Die Daten der beiden Systeme werden auf diese Weise für eine Qualitätskontrolle im Produktionsprozess anschaulich aufbereitet.

Zunächst wird dabei unter Zuhilfenahme des gefundenen mathematischen Zusammenhangs (3.11) eine Umrechnung in äquivalente Partikelparameter für die Spinnlösung vorgenommen. Die relevanten Daten aus der optischen Analyse sowie der Kontaminationsanalyse sind hierfür in zwei getrennte Ordner (innerhalb einer EDV-Ordnerstruktur) zu laden und es sind in einem Eingabeblatt Parameter für Filmherstellung und das optische System einzutragen. (Diese Werte müssen nur geändert werden, falls sich die Parameterwerte ändern.) Die Verarbeitung bzw. Aufbereitung der Daten kann auf sehr einfache Weise gestartet werden und erfolgt automatisch.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

4 Ergebnisse

4.1 Einfluss des Filtermedientyps auf die Filtration an der Spinnstelle und Gang der Partikelanzahl

Gang der Partikelanzahl

Die Kontaminationsanalyse der Spinnlösung offenbart deutlich, dass ein Tagesgang der Anzahl feststellbar ist. Eine erhöhte Partikellast ist an allen Tagen zur Mittagszeit feststellbar (siehe Abbildung 4-1).

Es kann vermutet werden, dass es einen Tagesrhythmus gibt, die Wochenschwankung aber gering ist. Die Viskose, die in der Zuleitung zur Spinnmaschine entnommen wurde (D7), zeigt im Tagesverlauf größere Schwankungen. Um beide Aussagen sicher zu bestätigen, müsste jedoch über einen noch längeren Zeitraum beobachtet werden.

Der große Unterschied im Partikelgehalt zwischen „D7“- und „F2“-Viskose an der Position Do, 1000 kann wahrscheinlich auf den Einfluss der Abreinigung der Filtereinrichtung (Hauptfiltration) zurückgeführt werden. Die Verweildauer in der Zuleitung (Rohrleitungspuffer) des Filtrats von der Hauptfiltration (F2) zur Spinnmaschine (D7) führt in jedem Fall zu einem Zeitversatz, weshalb die Änderung der Partikelkonzentration ebenso zeitversetzt auftritt. Bei einer Messung, die zufällig in diesem Zeitfenster zu liegen kommt, würde sich der Einfluss des Umschaltens der wechselweise betriebenen (bzw. abgereinigten) Filterapparate an Probennahmestelle „F2“ bereits zeigen, bei Filtermedienwechsel an „D7“ jedoch nicht.

Verlässliche Aussagen zu Partikeln speziell in einer Größenordnung > 10 - 20 µm sind nur schwer möglich, da diese Partikel in einer nur unzureichenden Anzahl pro Messung in der Spinnlösung vorliegen.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

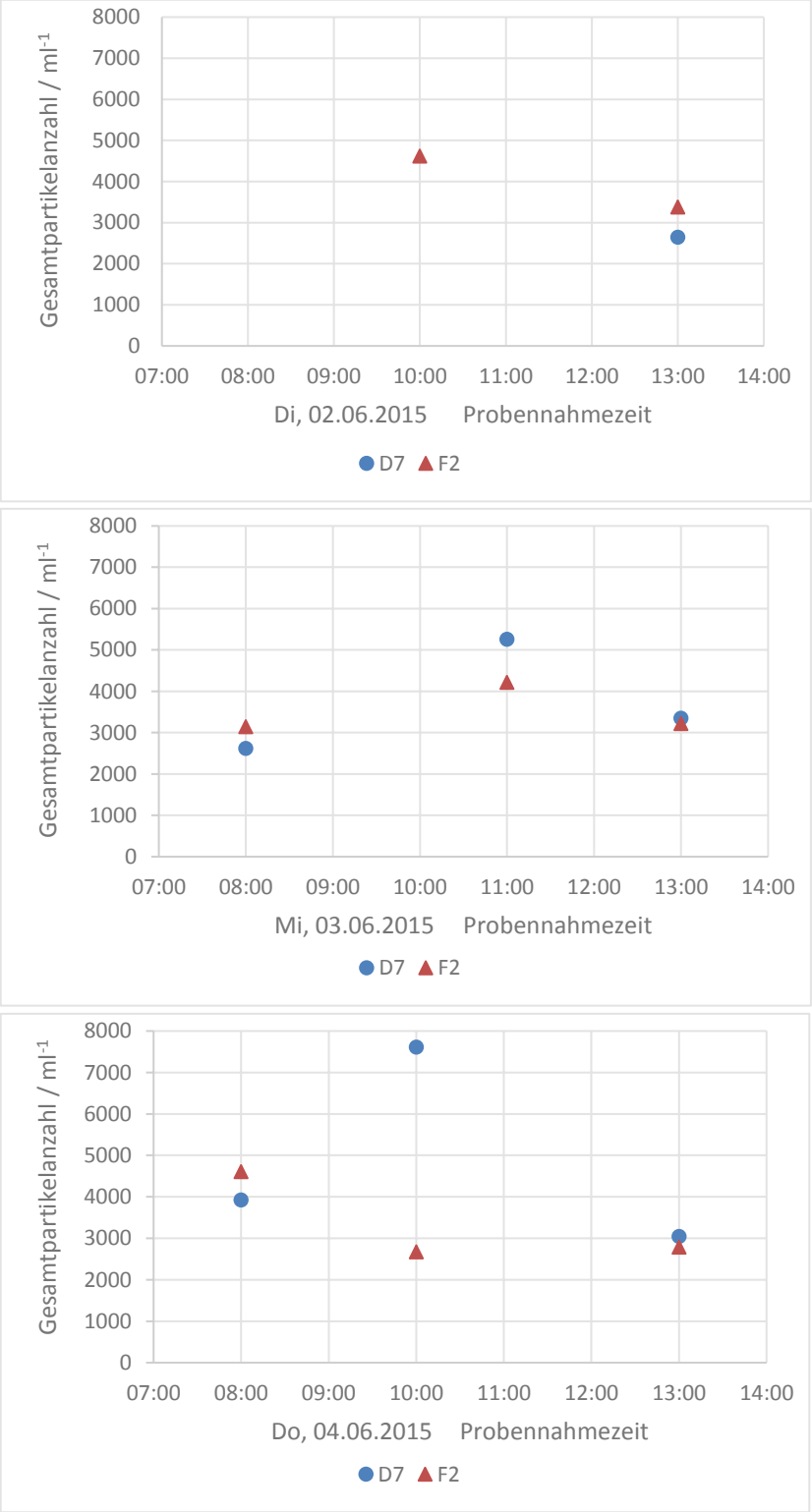


Abbildung 4-1 Darstellung des Gangs der Partikelkonzentration für Viskosen aus zwei unterschiedlichen Entnahmestellen (F2: nach der 2. Stufe der Hauptfiltration; D7: in der Zuleitung zur Spinnmaschine Nr. D7)

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Einfluss der Filtermittelkombination

Für Partikeldurchmesser etwa < 10 µm sind an allen 8 Probennahmestellen größere Partikelanzahlen nach 22 h Standzeit gegenüber 1 h feststellbar. Statistisch belastbare Aussagen für größere Partikeldurchmesser sind aufgrund der zu geringen Klassenpartikelanzahl ähnlich wie für den Gang der Partikelanzahl nicht möglich. Der Probenumfang müsste hierfür weiter erhöht werden, bzw. – wichtiger noch – das Messvolumen pro Messung gesteigert werden. (Die Messungen wurden jeweils mit 30 ml Probenvolumen nach dem Schema für die Kontaminationsanalyse in 3.1.1 durchgeführt. Eine deutliche Erhöhung dieses Messvolumens erscheint nötig.)

Zudem sollte abgeklärt werden, wie hoch der Partikelgehalt an jeder der Probennahmestellen für den Test noch vor der Kaskade Kerzenfilter / Spinnfilter ist, um die Aussagekraft der Einstundenwerte überprüfen zu können. Gegebenenfalls könnte eine Normierung auf einen gemeinsamen Ausgangswert durchgeführt werden; dies aber nur in Grenzen, da eine höhere Ausgangskonzentration eine schnellere Filterverstopfung bewirkt und somit die Messergebnisse, vor allem die 22-h-Werte verzerren würde. (Werden stark unterschiedliche Ausgangsgehalte an den Probennahmestellen festgestellt, könnte eine eigens konstruierte Entnahme-vorrichtung mit kurzen Zuteilwegen vorteilhaft sein.)

Ein Problem in diesem Zusammenhang ist auch die Tatsache, dass ein Tagesgang der Partikelkonzentration sich ebenfalls auf die Filtermitteltestanordnung auswirken würde.

Unbeschadet der Tatsache, dass die gemessenen Unterschiede in Summe relativ gering sind, zeigen sich doch Hinweise darauf, dass die Kombination aus gröberem Kerzenfilter und „mittelfeinem“ Fabric die beste Option darstellt. Der Partikelgehalt steigt bei guter Filterwirkung zu Beginn am langsamsten über die Zeit an.

Die beste aller getesteten Kombinationen ist nach dieser Einschätzung ein 30 µm - Kerzenfilter mit einem Fabric der Bezeichnung 03-6/5 (entsprechend einer Maschenweite von 6 µm und einer offenen Fläche von 5 %).

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

4.2 Optische Bildanalyse der Celluloseregenerate

Darstellung und Auflösungsvermögen

Die Versuche zur Auswahl des bildgebenden Verfahrens (siehe Kapitel 3.2.1) zeigen deutlich, dass die praktisch erzielbare Auflösung des verwendeten Flachbett-scanners nicht ausreicht. Die theoretische Auflösung

$$\text{Auflösung, Scanner } = 6400\ dpi \rightarrow 1\ inch = 25400\ \mu m \rightarrow \frac{25400}{6400} \approx \mathbf{3,9}\,\frac{\mu m}{\boldsymbol{Pixel}}$$

wird nicht erreicht. Praktisch ist ab einer Objektivvergrößerung von 10x im Durchlicht-mikroskop bei Hellfeld-Beleuchtung – in Abhängigkeit der numerischen Apertur – mit einer ausreichenden Auflösung zu rechnen (siehe Abbildung 4-2).

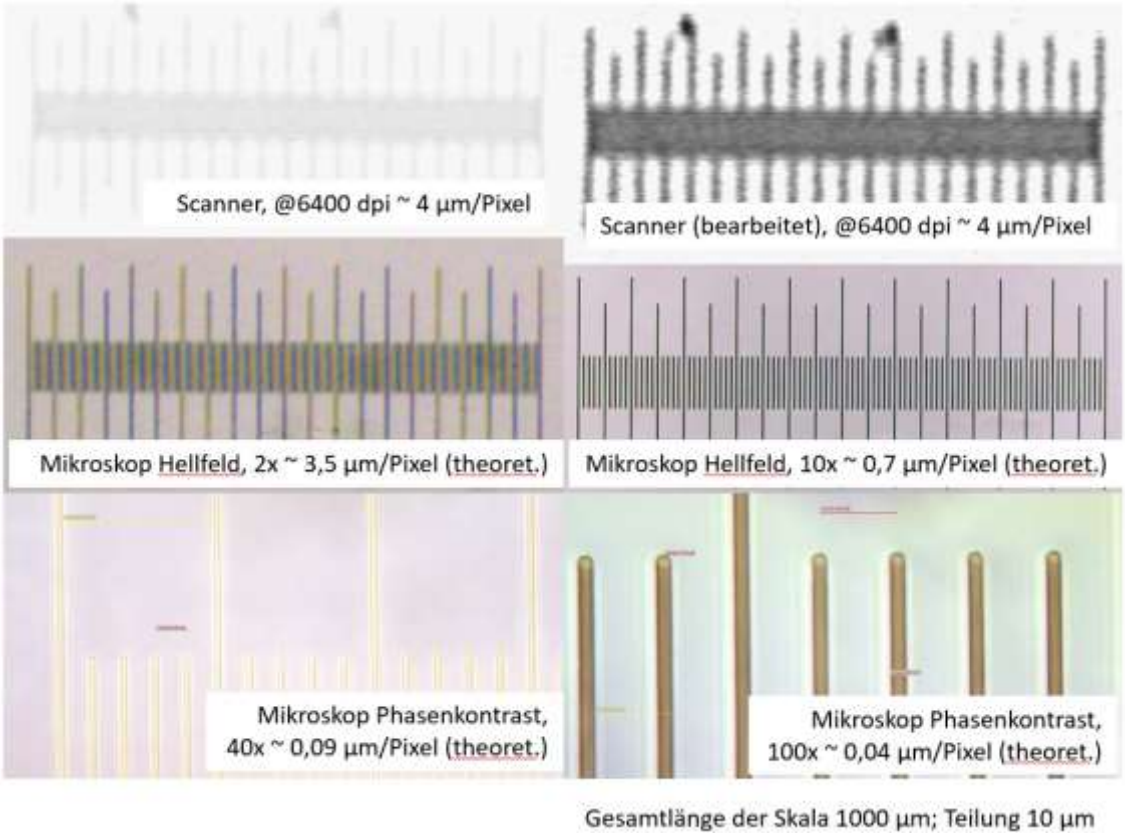


Abbildung 4-2 Vergleich des Auflösungsvermögens von Scanner und Mikroskop in Durchlicht-Hellfeld- bzw. Phasenkontrastbeleuchtung über die Abbildung eines Objektmikrometers

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Die Verwendung einer Phasenkontrasteinrichtung führt ebenfalls zu guten Ergebnissen. Das Abbildungsprinzip erzeugt jedoch stärkere chromatische Aberrationen und verstärkt auch strukturelle Begrenzungslinien von Ungleichmäßigkeiten im Viskosefilm bzw. am Viskosefilament, weshalb der Einsatz dieser Methode nur für – abgesehen von den darzustellenden Partikeln – einschlussfreie Filme empfohlen werden kann.

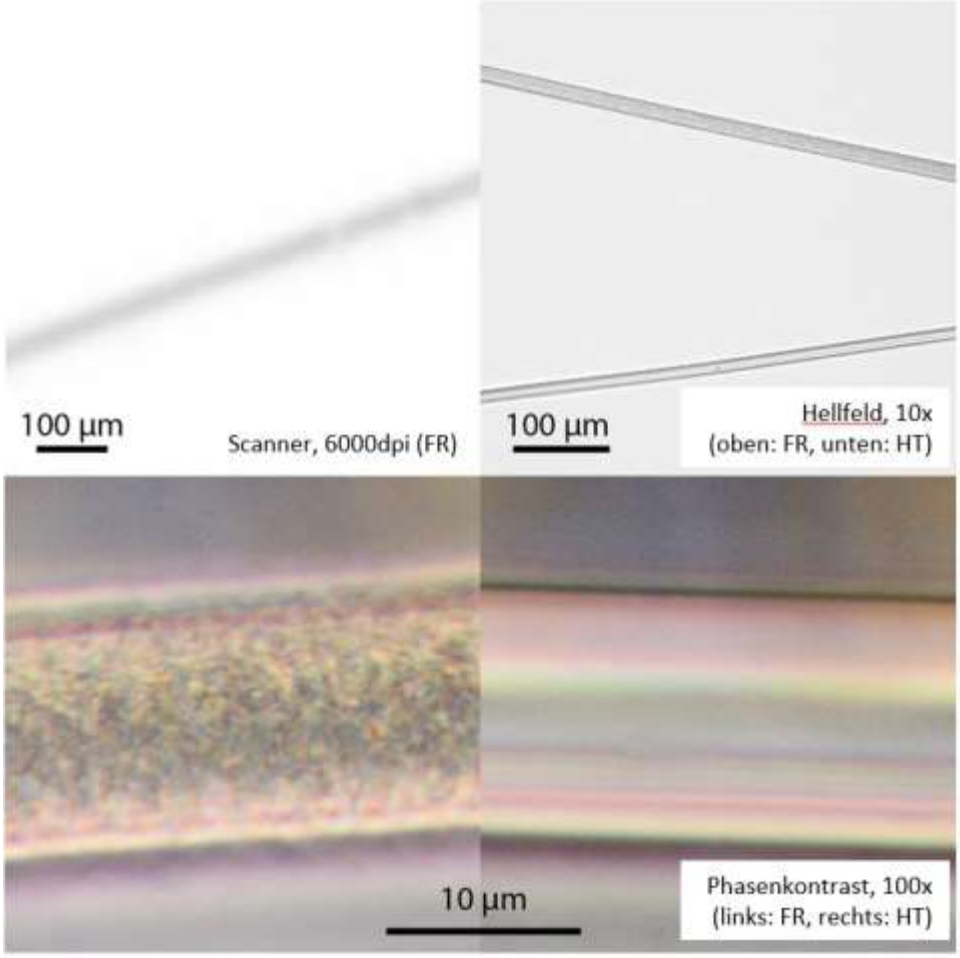


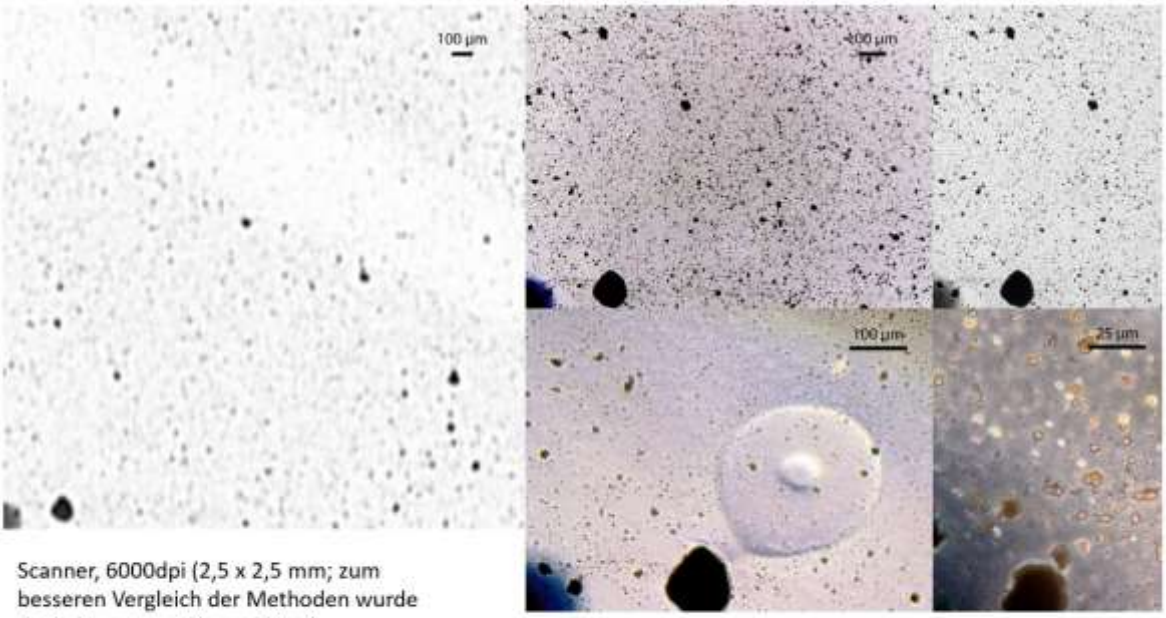
Abbildung 4-3 Methodenvergleich anhand Einzelfilamentproben

Zudem zeigen sich vor allem dann gute Ergebnisse, wenn die Partikel tatsächlich geringe Kontrastunterschiede zur umgebenden Matrix aufweisen (siehe Kapitel 5).

Viskosefilme

Für die Bildanalyse an Viskosefilmen kann als bester Kompromiss zwischen pro Bild erfassbarer Fläche, am geringsten störungsverstärkender Abbildung und guter Auflösung die Verwendung der Methode Mikroskop, Durchlicht, Hellfeld bei einer Objektivvergrößerung von 10x angegeben werden (siehe Abbildung 4-4).

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub



Scanner, 6000dpi (2,5 x 2,5 mm; zum besseren Vergleich der Methoden wurde die linke untere Ecke markiert)

oben links: Hellfeld, 10x, Farbe
oben rechts: Hellfeld, 10x, s.w.

unten links: Phasenkontrast, 10x
unten rechts: Phasenkontrast, 40x

Abbildung 4-4 Methodenvergleich für einen CNT-gefüllten Viskosefilm

Viskosefilamente

Die Anwendung der Mikroskopiermethoden an Viskoseeinzelfilamenten zeigt für HT-Fasern einen Vorteil der Phasenkontrastmethode. Vor allem zu hohen Objektivauflösungen (etwa 100x) hin zeichnen sich darin eingeschlossene oder an der Oberfläche angelagerte Partikel (bzw. Einschlüsse) deutlich ab. Höhere Vergrößerungen erhöhen in diesem Zusammenhang notwendigerweise auch die Anzahl der zu erfassenden Bilder pro Zeiteinheit. Bei genügend hoher Bilderfassungs- und Verarbeitungsfrequenz wiegt der Informationsgewinn den Zeitverlust jedoch auf.

Um die Methode anwenden zu können, muss jedoch ein Verfahren zur automatischen Vereinzelung der Viskosegarne realisiert werden. Sinnvoll erscheint auch die Konstruktion einer Apparatur, die es einerseits erlaubt, das Einzelfilament (von einer Spule) kontinuierlich über eine optische Bilderfassungseinrichtung zu führen, gleichzeitig aber auch eine Benetzung des abgespulten Filaments mit einem Hilfsmedium ähnlichen Brechungsindexes gestattet, da die erzielbare Auflösung aufgrund der geringeren Abweichungen im Strahlengang deutlich höher ist. Aufgrund der chromatischen Aberrationen ist diese Methode für FR-Fasern nur dann geeignet, wenn die Füllstoffkonzentration gering ist. Für relativ hohe Konzentrationen ist kein Qualitätsunterschied zur Hellfeld-Darstellung erkennbar. Hier könnte der Einsatz noch höher vergrößernder Objektive mitunter noch Verbesserungen bringen.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Kontrasteinstellung bzw. -anhebung

Probenpräparation und Hilfsmedium

Aus den Versuchen zur Probenpräparation in 3.2.2 kann eindeutig abgeleitet werden, dass die beste Verfahrensweise zur Vorbereitung der Viskosefilme für die optische Bildanalyse eine Präparation repräsentativer, etwa 1 cm^2 großer Abschnitte (bevorzugt eher aus der Filmmitte, vor allem aufgrund der geringeren Welligkeit in diesen Bereichen und damit verbundener besserer Fokussierbarkeit der Filmebene) zwischen Objektträger und Deckglas ist und dass hierzu unbedingt ein Hilfsmedium eingesetzt werden sollte. Dieses sollte so dünn wie für eine vollständige Benetzung gerade noch ausreichend in die Zwischenebenen eingebracht werden.

Vor allem aufgrund seiner geringen Flüchtigkeit auch aus sehr dünnen Schichten bei chemischen Standardbedingungen und seinem der Cellulose sehr nahekommenden Brechungsindex hat sich hierfür Polyethylenglycol 400 (PEG 400) ausgezeichnet. Ohne die Verwendung eines derartigen Hilfsmediums ist kaum ein brauchbares Kontrastverhältnis für die Bildanalyse erzielbar (siehe Abbildung 4-5).

Abbildung 4-5 Hellfeldmikroskopie von Viskosefilmen mit und ohne Hilfsmedium

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Eine Verwendung des Hilfsmittels PEG 400 ist auch für die Analyse von Viskosefilamenten nötig. Ohne die Verwendung eines solchen ist aufgrund der Brechungseffekte an der Filamentoberfläche ebenso wenig eine kontrastreiche Darstellung möglich. Das Filament wird hierbei zudem nicht nur besser analysierbar, sondern auch im Hilfsmedium eingebettet, wodurch Luftbewegungen die Bilderzeugung nicht stören (siehe Abbildung 4-6). Die Verwendung einer Spuleinrichtung, welche das Filament unter leichter Vorspannung hält während es über ein relativ stark vergrößerndes (40x - 100x) Immersionsobjektiv abgebildet wird, erscheint hier ideal. Idealerweise sollte das Objektiv an PEG 400 als Immersions-flüssigkeit hinsichtlich des Brechungsindexes angepasst sein bzw. das verwendete Immersionsmedium einen Brechungsindex ähnlich jenem der Cellulose besitzen.

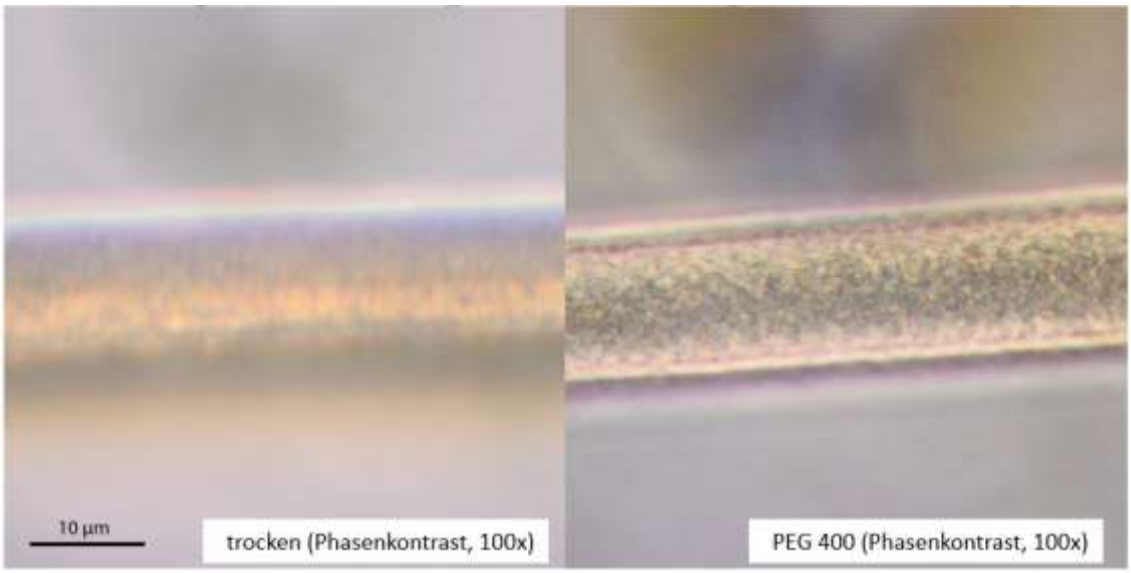


Abbildung 4-6 Einfluss des Hilfsmediums bei Phasenkontrastmikroskopie von FR-Filamenten

Färbemethoden

Eine Einfärbung nach beschriebenem Heißfärbeschema mit einem Reaktivfarbstoff in 3.2.3 erzeugt eine deutliche Kontrastanhebung und ist daher von den untersuchten Färbemethoden jene der Wahl (siehe Abbildung 4-7). Problematisch ist jedoch die vorhandene Unsicherheit bezüglich der Eindringtiefe. Es kann an dieser Stelle nicht klar abgegrenzt werden, ob Strukturen an der Oberfläche der Viskosefilme stärker (und u. U. auch fälschlicherweise) hervorgehoben werden, wogegen die Mitte des Filmvolumens nur schwach beeinflusst wird.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Da für eine manuelle Zählung der Partikel auch ohne Färben ein ausreichender Kontrast über die beschriebene Probenpräparationsprozedur unter Zuhilfenahme eines Hilfsmediums erreicht werden kann, ist der zusätzliche Aufwand mit aber unsicherem Informationsgewinn nicht gerechtfertigt.

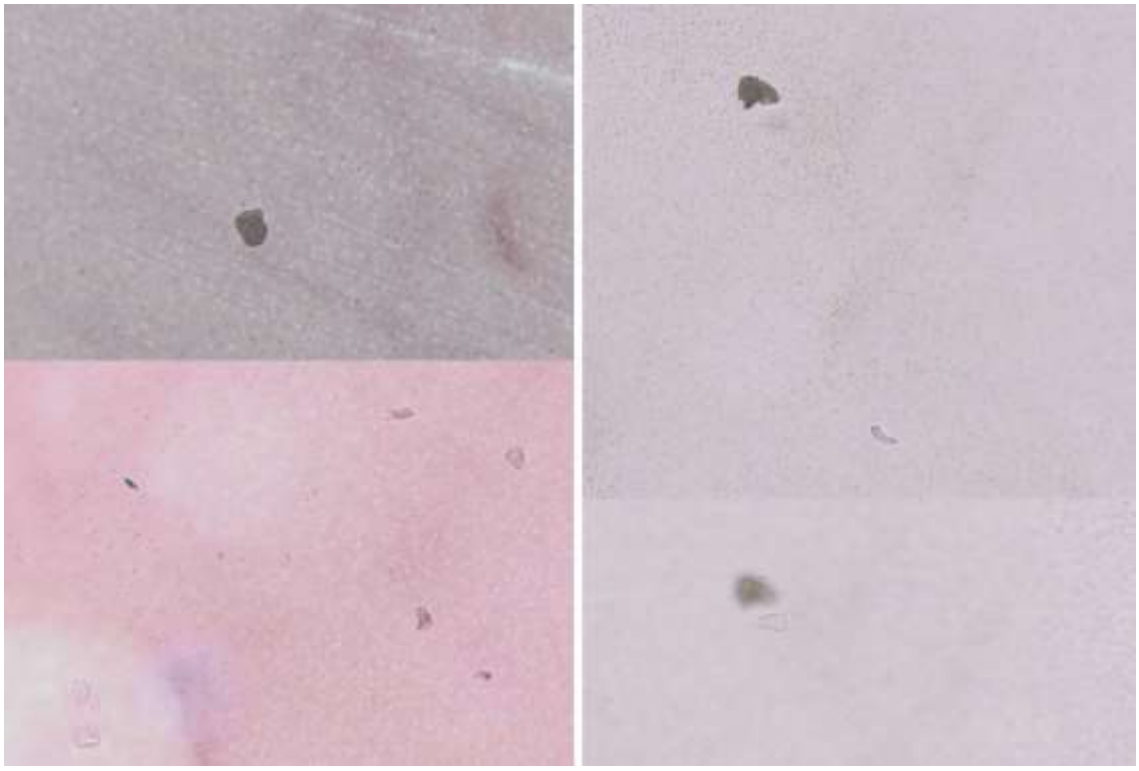


Abbildung 4-7 Heißfärbung von Viskosefilmen mit Reaktivfarbstoff: einige Partikel zeigen sich stark gefärbt, andere sind jedoch kaum stärker kontrastiert (links: Heißfärbung mit Verweildauer in der Färbelösung für 24 h, rechts: Entnahme der Filme direkt nach dem Färbezyklus)

Aufgrund der Tatsache, dass Kontrastanhebung aber über die gesamte Partikelfläche erfolgt und sich so nicht nur der Grenzbereich zwischen Partikel und einbettender Matrix abzeichnet, erscheint eine weitere Entwicklung und Verbesserung dieser Kontrastmethode erstrebenswert und dies insbesondere mit Blick auf eine automatische Bildanalyse (siehe Kapitel 5).

Manuelle Bildauswertung

Die entwickelte Methodik zur Probenpräparation von Viskosefilmen in Kombination mit dem ausgewählten, adaptierten Bildgebungsverfahren (siehe Kapitel 3.2.1, 3.2.2) liefert die Grundlage für eine manuelle Partikelzählung nach 3.2.4

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

in Viskosefilmen. Unter den beschriebenen Voraussetzungen ist eine formgetreue Erfassung der Partikel möglich und es können Störeffekte (siehe Kapitel 5) mit guter Genauigkeit eliminiert werden (siehe Abbildung 4-8).

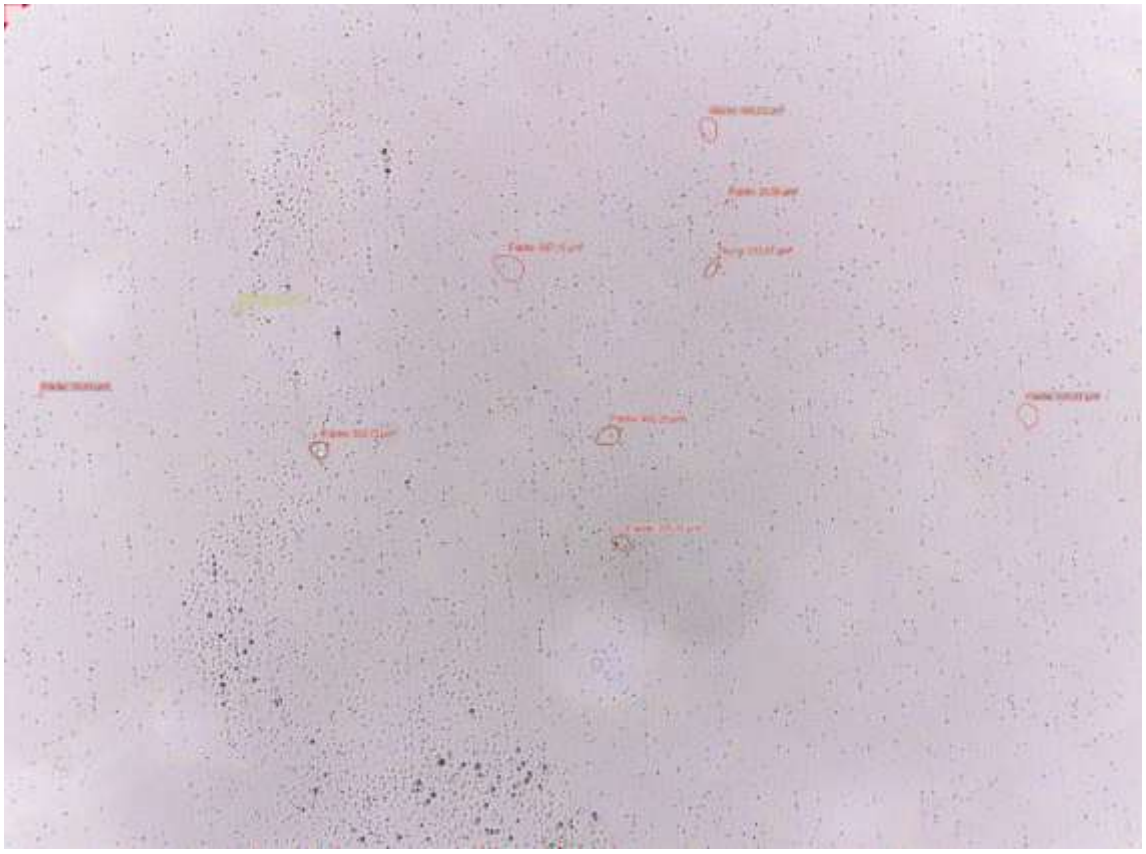


Abbildung 4-8 Manuelle Partikelzählung; die Partikel werden umrandet, die Messergebnisse für Fläche und Umfang tabelliert

Die Anzahl der Partikel wird dabei über die Software AnalySiS standardisiert erfasst und für jedes erfasste Partikel werden Fläche und Umfang tabelliert. Die Anzahl pro Messung untersuchter Bildausschnitte kann hierbei individuell festgelegt werden, eine größere Zahl liefert naturgemäß statistisch aussagekräftigere Daten (siehe Kapitel 5).

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

4.3 Evaluierung von Kontaminationsanalyse der Spinnlösung und optischer Bildanalyse

Die über die in 3.3 beschriebene Vergleichsmethodik aufbereiteten Daten und ermittelten Parameter werden so adaptiert, dass eine anschauliche Darstellung möglichst gut realisiert wird. Auf eine komplette Abbildung bzw. Angabe aller Messdaten wird zwecks Erhalts der Übersicht verzichtet, da die Prozeduren zur Messdatenaufnahme bereits in 3 detailliert beschrieben werden. Die Daten werden zu relevanten Ergebnissen zusammengefasst.

Darstellung und Vergleich der Messergebnisse

Durchschnittswerte der Parameter der für die Analyse und Vergleichsrechnung verwendeten Filme (siehe Tabelle 4-1)

Tabelle 4-1 Durchschnittswerte physikalischer Daten für Viskosefilme

	Vorfilm (Spinnlösung), nominelle Dicke 100 µm *(Index 1)*	**Film (Regenerat)** *(Index 2)*
Dichte	$\rho_1 \approx 1{,}0 \frac{g}{cm^3}$ a)	$\bar{\rho}_2 = \frac{\bar{m}_2}{\bar{V}_2} \approx 0{,}96 \frac{g}{cm^3}$ c)
mittlere Masse	$\bar{m}_1 \approx 0{,}45\,g$ b)	$\bar{m}_2 \approx 0{,}049\,g$ b)
mittlere Fläche	$\bar{A}_1 \approx 104\,cm^2$ b)	$\bar{A}_2 \approx 71{,}5\,cm^2$ b)
mittlere Dicke	$\bar{s}_1 = \frac{\bar{V}_1}{\bar{A}_1} \approx 42\,\mu m$ c)	$\bar{s}_2 \approx 7{,}1\,\mu m$ b)
mittleres Volumen	$\bar{V}_1 = \frac{\bar{m}_1}{\rho_1} \approx 0{,}45\,cm^3$ c)	$\bar{V}_2 = \bar{A}_2 \cdot \bar{s}_2 \approx 0{,}051\,cm^3$ c)

a) Näherung/Annahme
b) gemessen
c) berechnet

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Die Dichte ρ_2 in Tabelle 4-1 scheint mit etwa $1\ \frac{g}{cm^3}$ für den regenerierten Film zu gering, da für die regenerierte Viskose ein größerer Dichtewert als für die Spinnlösung erwartet wird. Wenn allerdings feine Lufteinschlüsse vorliegen, wie sie auch durch Sichtung der Mikroskopiebilder vermutet werden können (siehe Kapitel 5), ist die Dichte plausibel.

Für den Vergleich der beiden Partikelanalysenmethoden wurden für diese Arbeit repräsentativ Ergebnisse aus den im Feldversuch durchgeführten Analysen „Tagesgang“ und „Filtermitteltest“ (siehe Kapitel 3.1.2) herangezogen. Hierbei bedeuten die Zusätze „1h“ und „22h“ die Probeentnahmezeit nach Aufbau der Filtermitteltestanordnung (siehe Tabelle 3-1), der Zusatz „F2“ bezeichnet jene Proben, die nach der 2. Stufe der Hauptfiltration entnommen wurden und „D7“ Proben, die in der direkten Zuleitung der Spinnmaschine mit Nummer D7 gezogen wurden (siehe Abbildung 3-4). Die folgenden Aussagen beziehen sich auf diese Datensätze.

Nachfolgend werden zunächst Dichte- und Summenfunktion der Partikelgrößen-anzahlverteilung dargestellt, so wie sie aus den Messdaten für jede Messung berechnet wurden (siehe Abbildungen Abbildung 4-9 - Abbildung 4-12). Im ersten Fall wird hierzu exemplarisch eine Messung zufällig ausgewählt, um das prinzipielle Verhalten des Messsystems zu demonstrieren. Im zweiten Fall werden alle Messungen – unabhängig von der Teststrategie – in jeweils einem Diagramm dargestellt, um grafisch einen Überblick über das Konvolut an Messwerten zu erhalten.

Die aus diesen Messdaten erstellten durchschnittlichen Verteilungen und relevanten Verteilungs- und Vergleichsparameter werden im Anschluss daran kurz erläutert. (Eine umfassende Diskussion erfolgt in Kapitel 5).

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Einzelmessung mittels Kontaminationsanalyse der Spinnlösung

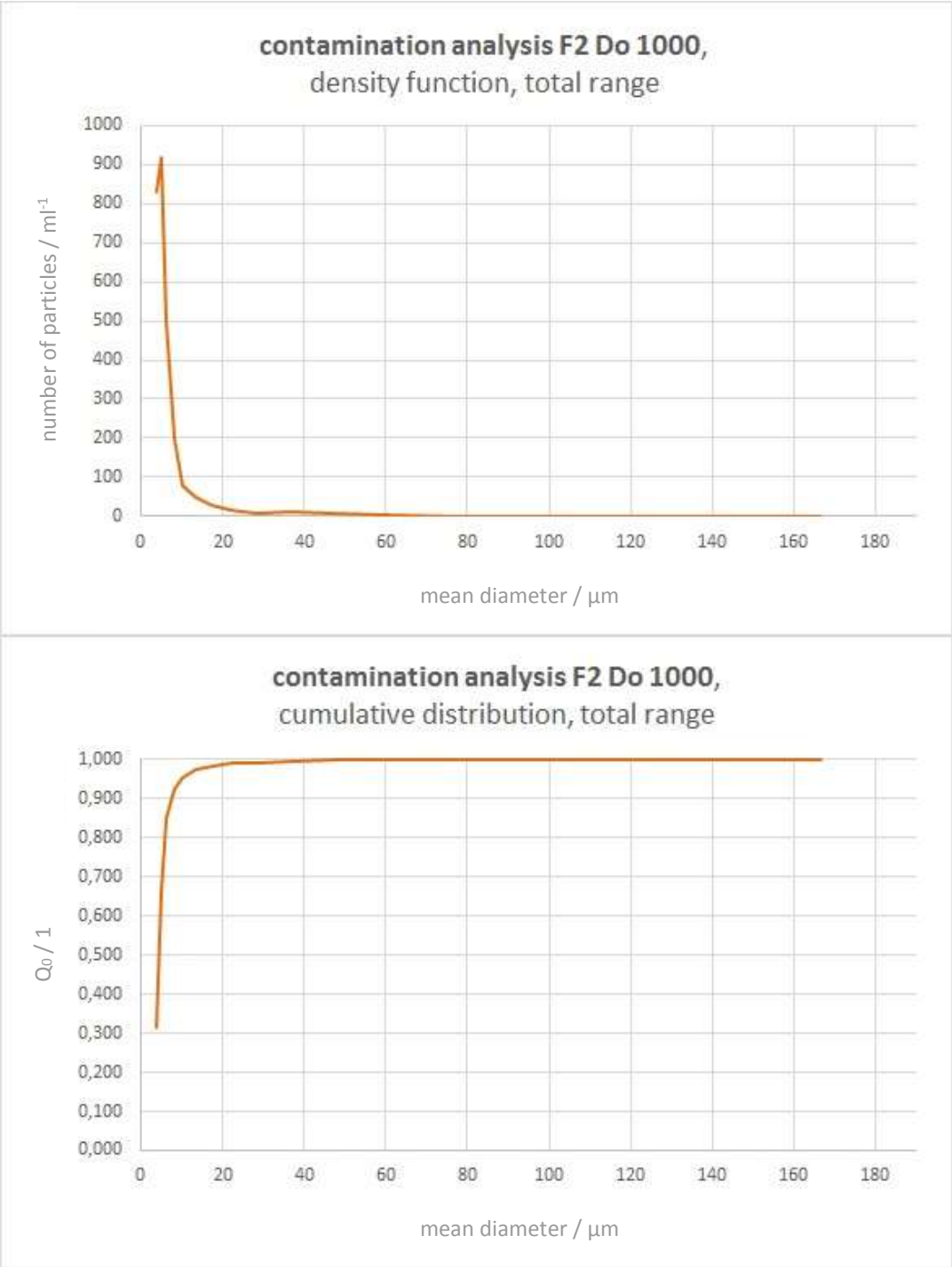


Abbildung 4-9 Typische Verteilung der Messdaten einer ausgewählten Messung mittels Kontaminationsanalyse der Spinnlösung (Einzelmessung einer Probe nach Schema in 3.1.1)

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Einzelmessung mittels optischer Bildanalyse eines Viskose-Films (Regenerat)

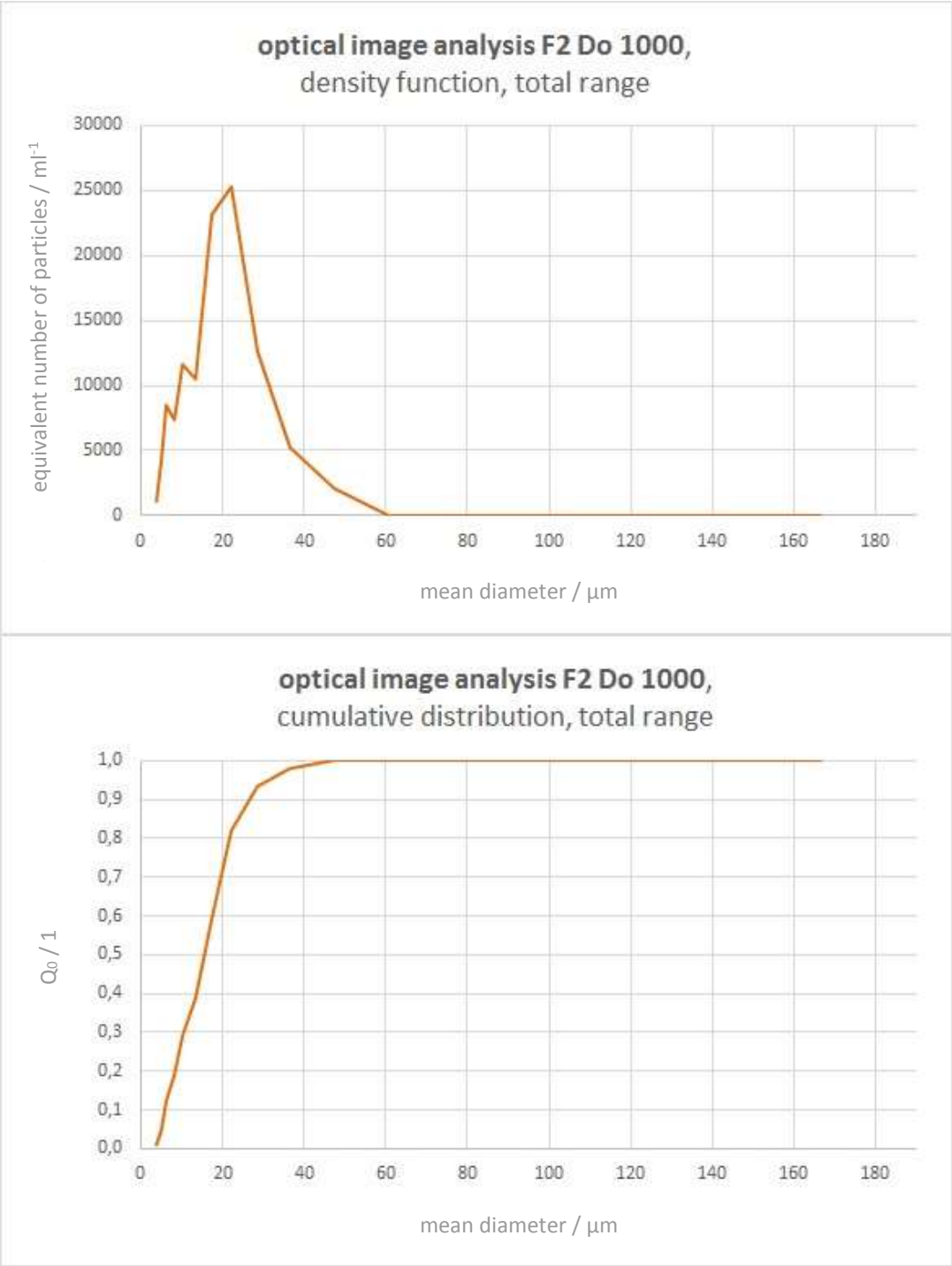


Abbildung 4-10 Typische Verteilung der äquivalent umgerechneten Messdaten einer ausgewählten Messung mittels optischer Bildanalyse (Einzelmessung einer Probe nach Schema in 3.2.4, Partikelzählung aus 10 Bildausschnitten)

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Kontaminationsanalyse der Spinnlösung, Gesamtdarstellung

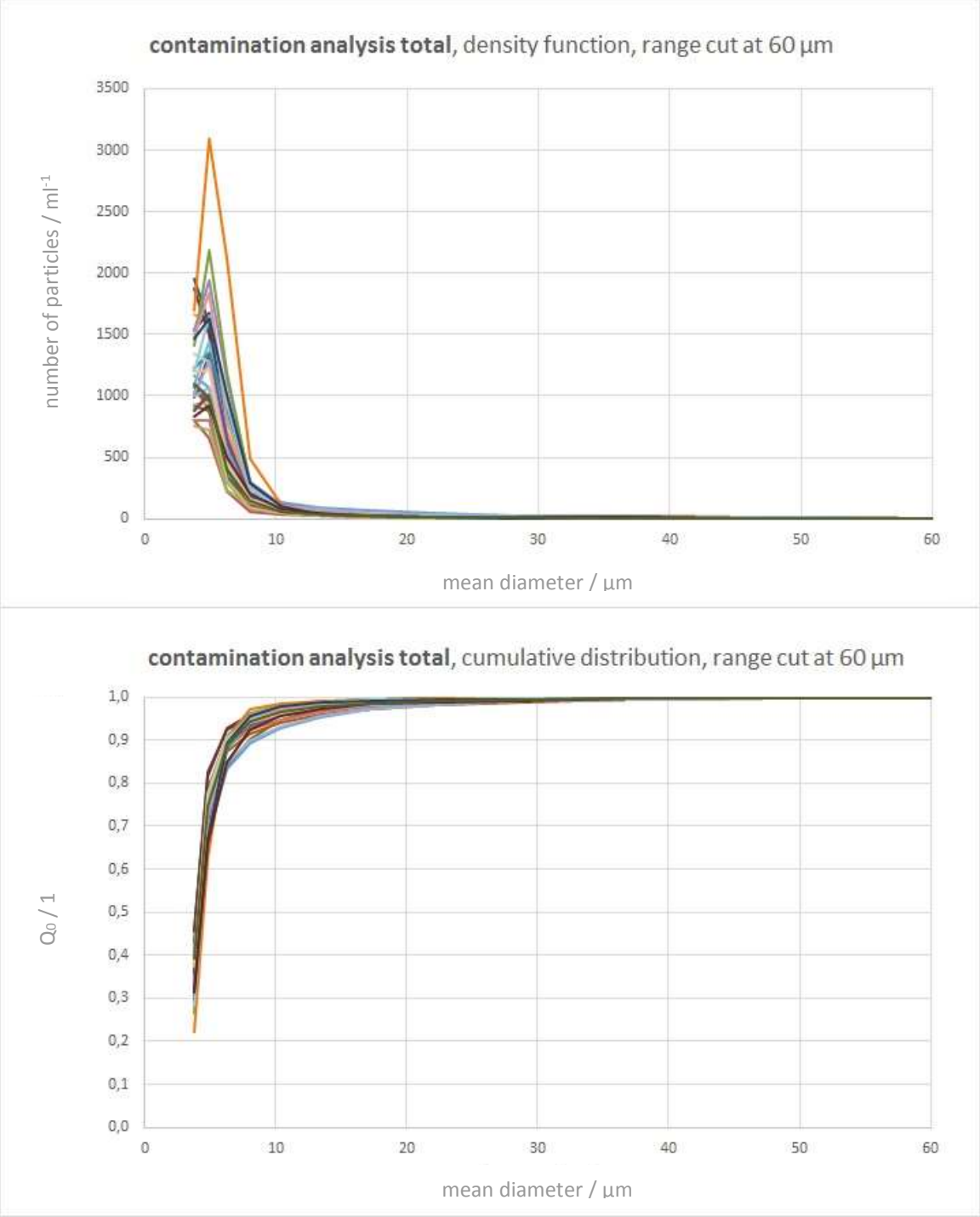


Abbildung 4-11 Parallele Darstellung der Verteilungen aller zur Auswertung verwendeten Messungen der Kontaminationsanalyse der Spinnlösung; Messwerte für > 60 µm werden ignoriert (hier liegen weniger als 0,5 % der Messwerte)

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Optische Bildanalyse der Viskosefilme, Gesamtdarstellung

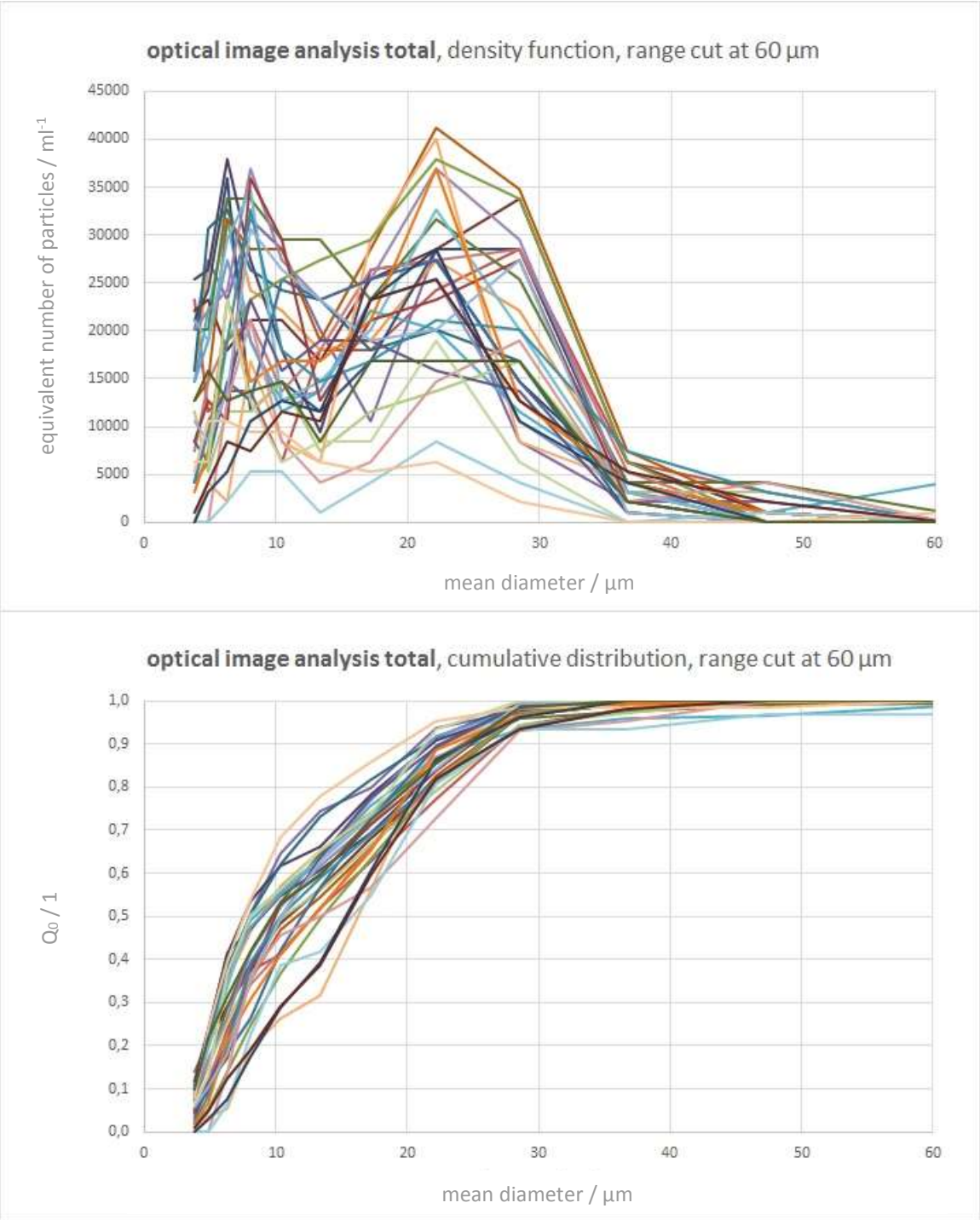


Abbildung 4-12 Parallele Darstellung der Verteilungen aller zur Auswertung verwendeten Messungen der optischen Bildanalyse; Messwerte für > 60 µm werden ignoriert (hier liegen nur etwa 1 % der Messwerte)

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Bereits aus den oben dargestellten Verteilungen können zwei Dinge abgeleitet werden. Es zeigt sich einerseits eine deutliche Verbreiterung der Verteilung und damit zusammenhängend andererseits auch eine Rechtsverschiebung des Verteilungs-Mittelwertes (Summenverteilung in Abbildung 4-9 bzw. Abbildung 4-10).

Die Dichtefunktionen der Kontaminationsanalysen bilden hierbei nicht eine typische Glockenkurve mit einem Maximum, sondern erscheinen zu kleineren Durchmessern hin abrupt abgeschnitten. Die plausibelste Erklärung hierfür ist die heterogene Struktur der Viskose (siehe Kapitel 2.2, Partikelspektrum) verbunden mit höheren Partikelanzahlen zu kleineren Durchmessern hin in Kombination mit der Limitierung der Messung durch eine untere Erfassungsgrenze der Messzelle. Es wird demnach nur ein Teilbereich des postulierten Partikelspektrums erfasst, was der Erwartung entspricht.

Hingegen ist die Kurve der Messung mittels optischer Bildanalyse durchaus glockenförmig (Dichtefunktion in Abbildung 4-10). Dies gilt auch für die Gesamtdarstellung in Abbildung 4-12, wenn zunächst nur der Äquivalentdurchmesser-Bereich > 10 µm in Betracht gezogen wird. Dies lässt den Schluss zu, dass die Annahme einer Rechtsverschiebung der Verteilung insgesamt plausibel ist. Eine Erklärung hierfür ist die Agglomeration kleinerer Partikel hin zu größeren und die Ausbildung eines Maximums bei größeren Partikeldurchmessern, möglich erscheint aber auch das Anwachsen der Partikel während der Regeneration der Viskose (siehe Kapitel 5).

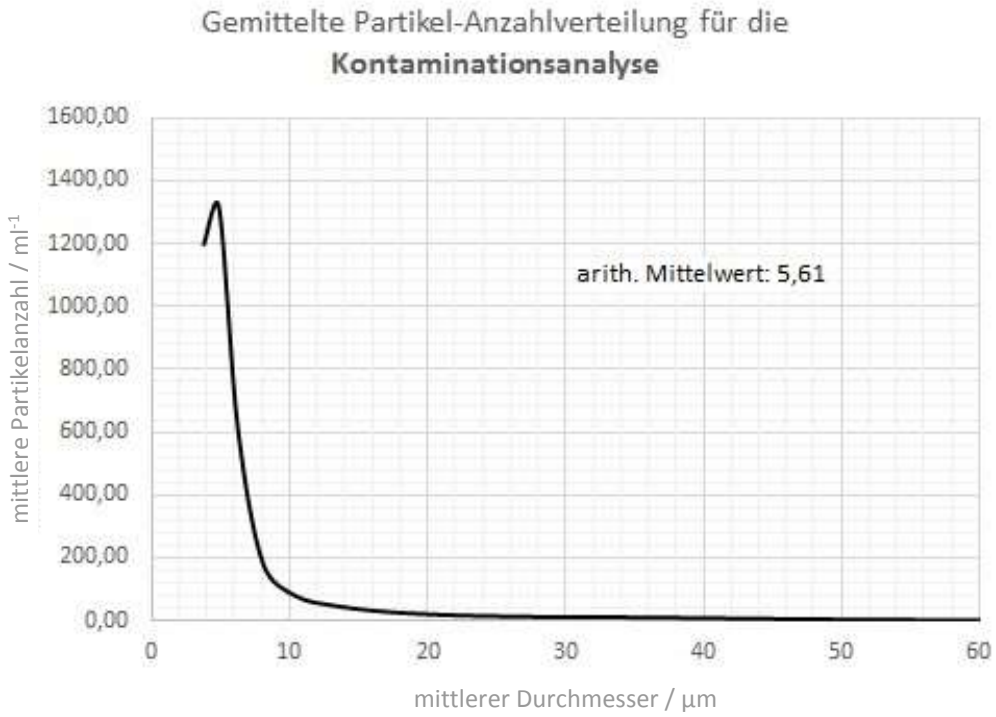
Der zweite Peak der Dichtefunktionen in Abbildung 4-12 mit einem Maximum bei grob 7 µm widerspricht dieser Argumentation zunächst. Wird dieser Größenbereich nämlich mit betrachtet, stellt sich die Verteilung als bimodal dar. Verschiedene Überlegungen zeigen jedoch, dass hier ein unabhängiges Phänomen identifiziert werden kann (siehe Kapitel 5), zumal diese Bimodalität nicht bei allen Messungen auftritt (siehe beispielsweise Dichtefunktion in Abbildung 4-10).

Bei Betrachtung der Verteilungssummen der Gesamtdarstellung (Abbildung 4-11, Abbildung 4-12) kann eine größere Schwankungsbreite der Messwerte und damit eine geringere Reproduzierbarkeit vermutet werden. Eine Aussage in diese Richtung allein aus diesen Diagrammen ist jedoch kaum sicher möglich, da die breitere Verteilung der Bildanalyse sich für den Betrachter auch „höher aufgelöst“ darstellt. Werden nun auch die Dichtefunktionen verglichen, so sind bezüglich der Partikelanzahlen (bezüglich der Ordinaten) für beide Messverfahren (grob) vergleichbar große Schwankungen zwischen den einzelnen Messungen erkennbar. Eine Aussage mittels der Dichtefunktionen ist aber noch weniger gut möglich und widerspräche zudem der ersten Aussage.

Es werden daher zusätzlich statistische Kennwerte angegeben, um einen aussagekräftigen Vergleich der beiden Messsysteme zu ermöglichen. Zu diesem Zweck werden auch Verteilungen erstellt, die das durchschnittliche Verhalten der Systeme auf Basis der gemessenen Daten verbildlichen.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Durchschnittliche Verteilungen für Analyse der Spinnlösung und optische Analyse auf Basis der durchgeführten bzw. ausgewählten Messreihen



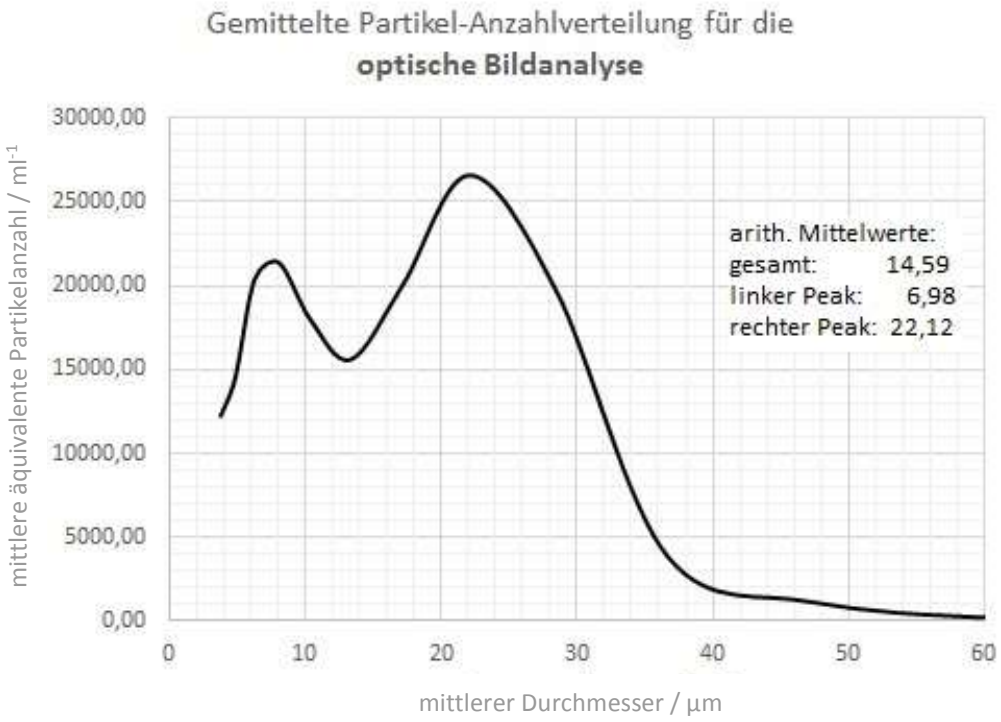


Abbildung 4-13 Durchschnittliche Anzahlverteilungen der Partikeldurchmesser bzw. äquivalenten Partikeldurchmesser

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Arithmetische Mittelwerte der Klassenhäufigkeit und Klassenstandardabweichung für die berechneten Durchschnittsverteilungen (siehe Tabelle 4-2)

Tabelle 4-2 Arithmetische Klassenmittelwerte und -standardabweichungen zu den aus Messdaten der verwendeten Messreihen erstellten mittleren Partikelgrößenanzahlverteilungen

		Kontaminationsanalyse der Spinnlösung			**Optische Bildanalyse der Viskosefilme**		
Klasse	mittl.d / µm	arith. MW. diff. Anzahl pro Klasse	Std.-Abw.	Std.-Abw. normiert auf MW.	arith. MW. diff. Anzahl pro Klasse	Std.-Abw.	Std.-Abw. normiert auf MW.
1	3,79	1197,9	322,2	0,3	12232,8	11111,1	0,9
2	4,87	1316,4	501,7	0,4	14540,9	10678,9	0,7
3	6,27	603,3	380,2	0,6	20344,0	10887,0	0,5
4	8,07	182,0	87,7	0,5	21366,2	9505,5	0,4
5	10,39	79,7	22,8	0,3	17970,0	7847,8	0,4
6	13,37	46,9	14,7	0,3	15596,0	7367,5	0,5
7	17,21	27,7	11,2	0,4	20080,2	8438,8	0,4
8	22,15	17,0	6,9	0,4	26575,8	12451,0	0,5
9	28,51	12,0	6,0	0,5	19651,6	10242,9	0,5
10	36,69	9,9	4,8	0,5	3857,8	2606,8	0,7
11	47,23	4,8	2,8	0,6	1154,0	*1427,2*	[a)]*1,24*
12	60,79	1,5	1,0	0,7	197,8	*778,5*	*3,9*
13	78,24	0,7	*0,9*	[a)]*1,18*	131,9	*444,4*	*3,4*
14	100,7	0,3	*0,6*	*2,1*	65,9	*373,0*	*5,7*
15	129,6	0,0	*0,0*	*n. a.*	33,0	*186,5*	*5,7*
16	166,8	0,1	*0,3*	*5,6*	0,0	*0,0*	*n. a.*

a) Standardabweichungen > 1, wenn auf den arithmetischen Mittelwert der Klassenhäufigkeit normiert wird, sind nicht möglich. Die Schätzfunktion versagt, wenn eine nur unzureichende Anzahl an Messwerten als Grundgesamtheit zur Berechnung zur Verfügung steht. Die Werte müssen daher vom Vergleich ausgeschlossen werden.

Die in Abbildung 4-13 dargestellten Kurven und die hierfür berechneten arithmetischen Mittelwerte der Partikeldurchmesser bestätigen die Vermutungen zu Form und Breite der Verteilungen für die beiden Messverfahren. Für die optische Bildanalyse stellt sich deutlich eine Verteilung dar, die ein Maximum bei etwa 22 µm besitzt. Ein zweites Maximum bei kleineren Äquivalentdurchmessern für die optische Analyse zeichnet sich ebenfalls deutlich ab und kann somit bestätigt werden. Unter den getroffenen Annahmen zur Erklärung dieses Umstands (siehe Kapitel 5) kann – unter

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

den gegebenen Versuchsbedingungen – eine untere Einsatzgrenze des optischen Analysensystems von grob 10 µm angegeben werden. Diese Grenze ist brauchbar, da der Hauptteil der Verteilung rechts davon liegt. Es kann jedoch angenommen werden, dass im Bereich von 5 - 10 µm sich noch ein Anteil mittels Lichtmikroskopie erfassbarer Partikel befindet (geschätzt maximal etwa 20 %), der aus anderen Gründen maskiert wird. Diese Maskierung zeigt sich bereits visuell in der Gesamtdarstellung der Dichtefunktionen (Abbildung 4-12), wo der Bereich etwa < 10 µm besonders starke Schwankungen erkennen lässt.

Besser noch ist dieser Effekt über die auf den Klassenmittelwert der Partikelanzahlen normierte Standardabweichung – berechnet für alle innerhalb dieser Klasse liegenden Datenpunkte der verschiedenen Messungen – nachweisbar. Die Betrachtung dieser Werte für die Größenklassen 1 - 5 (bis zu einem mittleren Durchmesser von etwa 10 µm) zeigt eine stetige Abnahme (siehe Tabelle 4-2). Vor allem für die Klassen 1 und 2 (etwa < 5 µm Durchmesser) zeigen die normierten Standardabweichungen für die Analyse der Spinnlösung hier niedrigere Werte, die Schwankungsbreite zu kleinen Durchmessern hin ist also nach diesem Messprinzip deutlich geringer.

Die Klassenstandardabweichungen der Häufigkeiten können auch zur Einschätzung der Aussagekraft der Messung verwendet werden. Für beide Messsysteme zeigt sich, dass Aussagen über die Partikelanzahl für Durchmesserwerte größer etwa 50 - 60 µm relativ unsicher und zu noch größeren Werten unbrauchbar werden. Der Hauptgrund hierfür ist mit hoher Wahrscheinlichkeit in der geringen durchschnittlichen Partikelanzahl, die während einer Messung innerhalb dieser Klassen gezählt wird, zu suchen. Exaktere Werte bezüglich dieser Partikelgrößenbereiche können in beiden Fällen am besten über Vergrößerung der Datenbasis erzielt werden, also mit der Erhöhung der Anzahl an Messwerten und somit der Erhöhung des Probenumfangs. Für beide Messverfahren bedeutet dies erheblichen Mehraufwand.

Die optische Bildanalyse zeigt in der Summe etwas schlechtere Werte für die normierte Standardabweichung, die Anzahl der pro Messung erfassten Partikel ist jedoch nur etwa 1/10 der Anzahl der während der Analyse der Spinnlösung gemessenen Partikel. Es müsste hier wiederum der Schritt zu einer größeren Anzahl an Messwerten gemacht werden.

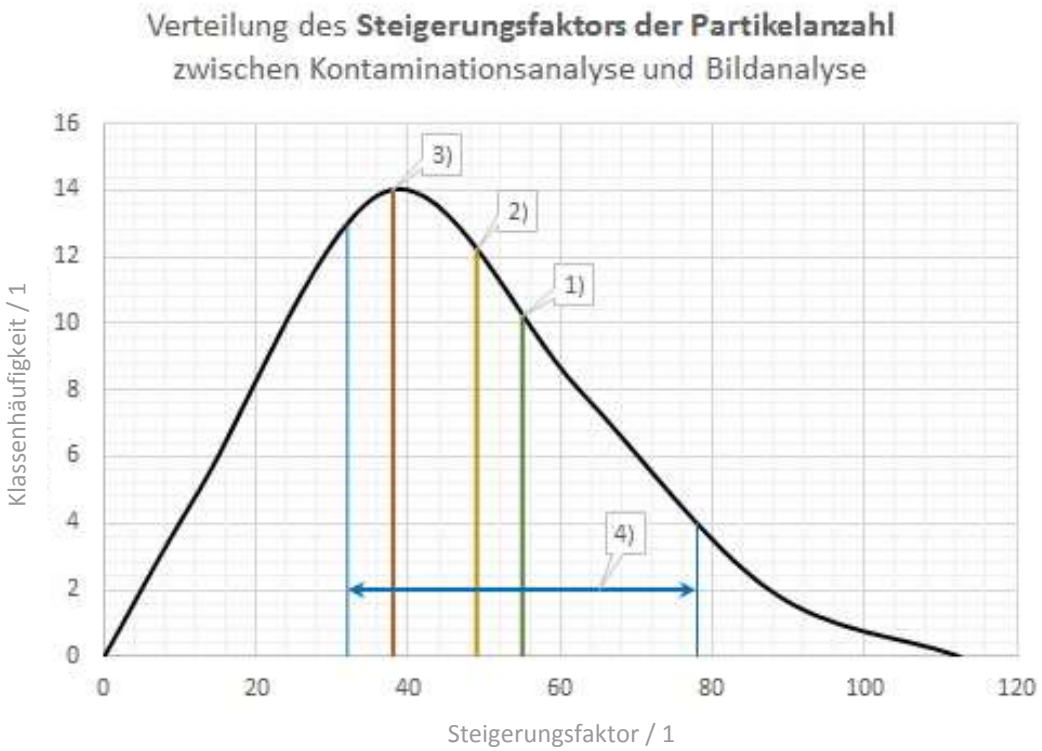
Der direkte Vergleich beider Systeme über die normierten Klassen-standardabweichungen beweist aber auch, dass die Schwankungsbreiten innerhalb jener Klassen mit größeren Häufigkeiten durchaus vergleichbar sind. Die Korrektheit des Messprinzips vorausgesetzt sind demnach innerhalb jeweiliger Ober- und Untergrenzen der Partikeldurchmesser beide Messsysteme – für sich – einsetzbar.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Nicht erklärbar über bisher Gesagtes sind in diesem Kontext aber die für die optische Bildanalyse berechneten hohen Partikelanzahlen und aufgrund dieser großen zahlenmäßigen Unterschiede kann zum jetzigen Zeitpunkt eine Korrelation der Werte beider Analysenverfahren nicht bestätigt werden. Die gewissenhafte Überprüfung der Umrechnungsmethode liefert keine Anhaltspunkte für eine Erklärung dieser Problematik. Denkbar ist eine Reihe verschiedener Gründe, die mit vorhandenem Versuchsumfang aber nicht einwandfrei nachvollziehbar bzw. belegbar sind. In der nachfolgenden Diskussion (siehe Kapitel 5) werden hierzu weitere Vorschläge gegeben.

Ein erster Versuch, einen Zusammenhang herzustellen kann aber dennoch erfolgen und zwar über den Vergleich des „Steigerungsfaktors" der Partikelanzahl zwischen Messwerten der Analyse der Spinnlösung und der optischen Analyse.

Gesamtpartikelanzahlen der Kontaminationsanalyse der Spinnlösung und der optischen Bildanalyse, mathematischer Zusammenhang



1)	arithmetischer Mittelwert:	55	3)	Modus:	38
2)	Median:	49	4)	Standardabweichung:	23

Abbildung 4-14 Verteilung des Faktors zwischen Partikelanzahl der Analyse der Spinnlösung und Äquivalentpartikelanzahl der Bildanalyse

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Tabelle 4-3 Gesamtpartikelanzahlen für Analyse der Spinnlösung und Äquivalentpartikelanzahlen für die optische Bildanalyse, dargestellt für die zum Messsystemvergleich herangezogenen Messreihen bzw. Proben; Angabe der jeweiligen Faktoren zwischen den Zahlenwerten

Probe-Nr.	**Filtermittel-Test, 1h**			**Filtermittel-Test, 22h**		
	Gesamtpartikelanzahl / ml^{-1}		Faktor	Gesamtpartikelanzahl / ml^{-1}		Faktor
	Kont.-Analyse	Bildanalyse		Kont.-Analyse	Bildanalyse	
1	1853	166709	90	4253	218410	51
2	1944	294378	a) *151*	2691	208914	78
3	2519	202583	80	2648	247953	94
4	2943	178315	61	3746	168819	45
5	4422	215244	49	2157	181480	84
6	4275	196252	46	2429	110787	46
7	4115	217354	53	5189	250063	48
8	2612	257449	99	3603	207858	58
arithmet. Mittel	3085	216036	68	3339	199286	63

Probe-Nr.	**Gang der Partikelanzahl, D7**			**Gang der Partikelanzahl, F2**		
	Gesamtpartikelanzahl / ml^{-1}		Faktor	Gesamtpartikelanzahl / ml^{-1}		Faktor
	Kont.-Analyse	Bildanalyse		Kont.-Analyse	Bildanalyse	
Di_1000	n. a.	120284	n. a.	4623	92850	20
Di_1300	2643	160378	61	3378	97071	29
Mi_0800	2625	183590	70	3144	278551	89
Mi_1100	5264	213134	40	4221	32709	a) *8*
Mi_1300	3356	136110	41	3227	66472	21
Do_0800	3926	166709	42	4608	109732	24
Do_1000	7613	158268	21	2646	111843	42
Do_1300	3050	180425	59	2787	130835	47
arithmet. Mittel	4746	164862	48	3579	115008	39

a) Diese Faktoren sind weit vom Rest der Werte entfernt, es handelt sich mit hoher Wahrscheinlichkeit um Ausreißer durch Fehlmessung. Sie bleiben daher unberücksichtigt.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Bezüglich der Tabellendaten (siehe Tabelle 4-3) können mehrere Aussagen getroffen werden. Als Erstes wird festgestellt, dass der durchschnittliche Gesamtpartikelgehalt jener Viskoseprobe, die an der Spinnmaschine gezogen wurde („D7“) höher ist als jener der nach Stufe 2 der Hauptfiltration entnommen. Ursächlich hierfür könnte das vermehrte Entstehen sekundärer Gelpartikel aufgrund der Verweilzeit in der Grenzschicht der Rohrleitungen vom Filterkeller zu den Spinnmaschinen sein (siehe Kapitel 2.2), diese Vermutung bedarf aber weiterführender Untersuchungen.

Betreffend die Verhältnisfaktoren für die Gesamtpartikelgehalte wird erkannt, dass diese sich für alle vier Testreihen (bis auf zwei Ausreißer) in einer ähnlichen Größenordnung bewegen. Dies gibt einen ersten grundsätzlichen Hinweis darauf, dass ein Zusammenhang zwischen den Messwerten der beiden Analysenverfahren besteht. Vor allem die arithmetischen Mittel der Faktoren für die beiden Filtermittel-testmessreihen („Filtermittel-Test, 1h“ und „Filtermittel-Test, 22h“, siehe Tabelle 4-3) liegen einander verhältnismäßig nahe und dies bei nicht allzu großen Unterschieden der mittleren Gesamtpartikelanzahlen, die in der Kontaminationsanalyse der Spinnlösung ermittelt wurden.

Innerhalb der einzelnen Testreihen jedoch variieren die Faktoren stärker. Da die Partikelmessungen für dieselben Proben jeweils mit beiden Messverfahren durchgeführt wurden, erscheint es daher sinnvoll, die Streuung dieses Verhältnisses unabhängig von den Testreihen für die Einzelproben zu vergleichen.

Abbildung 4-14 stellt den Verhältnisfaktor als (leicht) rechtsschiefe Verteilung (Modus < Median < arith. Mittelwert) dar. Bei nicht zusammenhängenden Werten für die Gesamtpartikelanzahlen würde aber erfahrungsgemäß eine vom Steigerungsfaktor gänzlich unabhängige Klassenhäufigkeit desselben erwartet werden. Die deutliche Ausprägung als Glockenkurve bestätigt dies nicht. Vielmehr streicht diese Form der Verteilung ebenso einen Zusammenhang heraus.

Dieser vermutete Zusammenhang muss zunächst bestätigt werden. Hierzu wird ein statistischer Signifikanztest durchgeführt und die Daten auch in einem Q-Q-Diagramm dargestellt (siehe Abbildungen Abbildung 4-15 und Abbildung 4-16). Aufgrund der relativ geringen Stichprobenanzahl (< 50) wird das Ergebnis des „Shapiro-Wilk-Tests“ bevorzugt, der auch für kleine Stichproben relativ große Teststärke besitzt. (Die Aussagekraft der Tests wird mit sinkendem Stichprobenumfang geringer, da der Standardfehler zunimmt.)

Dieser Test prüft, ob eine Stichprobe (aus Messwerten) einer Normalverteilung genügt und damit die Hypothese einer normalverteilten Grundgesamtheit anzunehmen ist. Es wird ein übliches Signifikanzniveau mit $\alpha = 5\ \%$ gewählt. Die Auswertung der Stichprobe erfolgt mittels der Software IBM SPSS.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Tests auf Normalverteilung

	Kolmogorov-Smirnov[a]			Shapiro-Wilk		
	Statistik	df	Signifikanz	Statistik	df	Signifikanz
VAR00001	,117	29	,200*	,945	29	,132

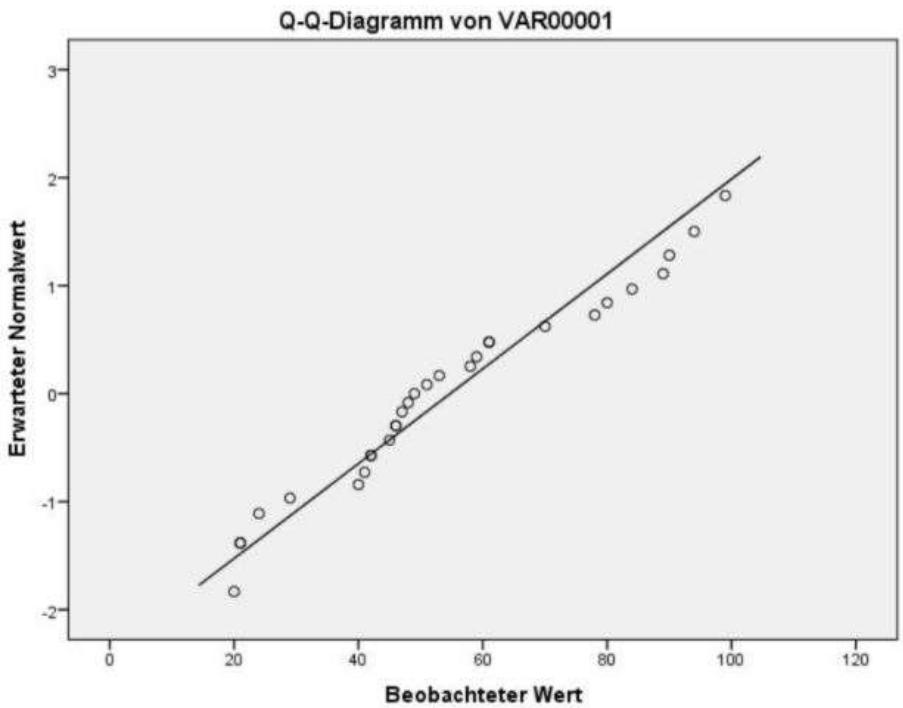
*. Dies ist eine untere Grenze der echten Signifikanz.

a. Signifikanzkorrektur nach Lilliefors

Abbildung 4-15 Überprüfen der Faktoren aus Tabelle 4-3 auf Normalverteilung; „df“: Stichprobenumfang 29, „Statistik“: kritischer Wert der Teststatistik bezüglich Annahme/Ablehnung der Nullhypothese, „Signifikanz“: p-Wert der Stichprobe

Ein „Signifikanz“-Wert von $p = 0{,}132$ liegt deutlich über dem Signifikanzniveau von $0{,}05$, sodass Normalverteilung der Messwerte (Nullhypothese) anzunehmen ist und damit eine Standardabweichung angegeben werden kann. Diese beträgt $22{,}77 \approx 23$ (siehe Abbildung 4-14) bei einem Mittelwert von $54{,}76 \approx 55$.

Eine grafische Darstellung der Korrelation der Messwerte mit erwarteten Werten der Normalverteilung ist (z. B.) in einem Q-Q-Plot möglich (siehe Abbildung 4-16):



(Steigerungsfaktor / 1)

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Abbildung 4-16 Darstellung der Faktoren aus Tabelle 4-3 zum Vergleich mit Normalverteilung; (Q-Q-Plot: Vergleich theoretischer und empirischer Quantile, Gerade entspricht den Quantilen der Normalverteilung)

Die berechnete Standardabweichung von 23 in Relation zu einem arithmetischen Mittelwert von 55 zeigt eine relativ breite Verteilung, aber dennoch eine Abhängigkeit an. Bei Normierung mit dem arithmetischen Mittelwert der Verteilung wird diese 0,42. (Sie liegt damit in derselben Größenordnung wie jene normierten Standardabweichungen, die aus den Klassenpartikelanzahlen der Einzelmessungen für die verschiedenen Partikelgrößenklassen berechnet wurden.)

Eine normierte Standardabweichung von etwa 0,4 bedeutet, dass etwa 68 % der Werte in einem Bereich von +/- 40 % um den Faktor-Mittelwert liegen. Etwa 95 % (entsprechend zweifacher Standardabweichung) liegen somit bei +/- 80 % um den Mittelwert. Dies kann interpretiert werden als ein ebenso großer Fehler, der bei der Messung der Partikelanzahlen mittels optischer Bildanalyse bei 95 % der Messungen maximal gemacht werden würde. Nach diesen Überlegungen heißt dies letztlich, dass die mittels optischer Bildanalyse ermittelten Partikelanzahlen nach den hier getroffenen mathematischen Überlegungen eine Unsicherheit von etwa Faktor 2 aufweisen. Die Anzahl könnte demnach auch nur halb so groß oder doppelt so groß wie der Messwert sein, die Unsicherheit liegt nach dieser Rechnung aber deutlich innerhalb (bei 1/5) einer Größenordnung und somit weit entfernt von dem durchschnittlichen Steigerungsfaktor der Partikelanzahl von 55 (knapp 2 Größenordnungen).

Eine Theorie diese Diskrepanz zu erklären ist, dass makroskopisch die Partikel gleichmäßig über das gesamte Filmvolumen verteilt sind, sie auf mikroskopischer Ebene aber aufgrund einer vermuteten Agglomerationsneigung wabenstrukturartig auftreten und – geschuldet der Notwendigkeit genügend Daten zu sammeln – bevorzugt aber die Bereiche analysiert wurden, die (viele) Partikel enthalten. Bei akzeptabler Genauigkeit der Messung und auch korrekter Rechnung würden so dennoch deutlich zu hohe Äquivalentpartikelanzahlen berechnet.

Um diesen Sachverhalt zu klären, wären jedenfalls weitere Messserien nötig; zwecks Schaffung eines größeren Datenpools, um statistisch aussagekräftigere Kennwerte zu erhalten, sollten für dieses spezielle Problem bevorzugt viele Messungen weniger Einzelproben erfasst werden.

Eine Verringerung der Standardabweichungen für die oben beschriebenen Größen im direkten Vergleich mit den Standardabweichungen bezüglich der Messergebnisse dieser Arbeit entspräche für den Fall von Messungen derselben Proben der Erwartung, d. h., die Verteilung der Multiplikatoren („Steigerungsfaktoren“)

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

zwischen den beiden Messsystemen würde enger. Diese Feststellung wäre eine zusätzliche Bestätigung der Anwendbarkeit beider Messsysteme.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

5 Diskussion

5.1 Methodenentwicklung

Verwendbarkeit von Flachbettscannern für die Bilderzeugung

Im Auflichtmodus, also einem Strahlengang Lichtquelle -> Vorlage (hochtransparente Probe) -> Reflektorfläche -> erneuter Durchtritt durch die Probe auf der Vorlagenplatte -> Umlenkoptik auf die Fotodetektoren des Abtastschlittens, tritt eine relativ große Beeinflussung des Strahlengangs auf. So bewirkt die Reflektorfläche eine Streuung des einfallenden Lichts, die reflektierten Lichtstrahlen treten mit starken Winkeländerungen aus, gleichzeitig absorbiert eine hochtransparente Probe – konkret die in der transparenten Matrix vorhandenen Gelpartikel – nur in sehr geringem Umfang. Die starke Streuung am Reflektor wird durch den prinzipbedingten zweiten Probendurchtritt der Lichtstrahlen noch zusätzlich verstärkt. Der örtliche Versatz der Lichtstrahlen bezüglich des gesamten Spektrums der polychromatischen Lichtquelle am Detektor ist demnach stark, somit auch der Informationsverlust. Nicht zuletzt ist auch – in den allermeisten Fällen – die Strahlungsintensität der Lichtquelle nicht veränderbar, die Intensitätsminderung durch Absorption in der Probe wird durch ebendiese lichtstarke Reflexion in Kombination mit der starken Streuung verdeckt; die Probe wird „überstrahlt“. Bei Verwendung einer Durchlichtvorrichtung findet dem Namen gemäß keine Reflexion an einer Reflektorfläche statt; die Probe wird durchstrahlt. Die lokale Intensität der Strahlung sinkt umso stärker, je höher die Absorption durch die Probe ist. Im Unterschied zum Auflichtscannen ist der Strahlengang direkter – das Licht passiert die Probe nur einmal und je nach Qualität und Abstimmung der optischen Komponenten nahezu senkrecht bzw. in wohldefinierten Winkeln zur Vorlagenebene.

Die Notwendigkeit einer Durchlichtabtastung ist also dem Umstand geschuldet, dass die zu erwartende Absorption in der Probe zu gering ist, um Strukturinformation über Unterschiede im Reflexionsgrad gewinnen zu können. Selbst wenn eine wenig transparente Probe und damit ein niedriger Transmissionsgrad vorlägen, erschiene es zweckmäßig, Durchlichteinheiten zu verwenden. Einem geringen gerätetechnischen Mehraufwand steht jedenfalls ein deutlicher Informationsgewinn gegenüber.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Die Scanqualität von Durchlichtauflagen entspricht nicht jener die mit guten Filmscannern erreicht wird, unter anderem aufgrund der Glasvorlage, die die Probe trägt (Steinhoff & Wagner, 2015) und zu besprochenen Aberrationen im Strahlengang führt, wobei Herstellerangaben bezüglich des theoretischen Auflösungsvermögens bzw. die unteren Auflösungsgrenzen in der Praxis deutlich überschritten werden. Steinhoff und Wagner weisen zudem darauf hin, dass die handelsüblichen Geräte zu geringen Dichteumfang besitzen.

Ersteres führt dazu, dass jeder Bildpunkt mehrfach vorhanden ist (Steinhoff & Wagner, 2015), wodurch die Datenmenge steigt, der Informationsgehalt aber im Gegenzug abnimmt, da die gestreute Abbildung eines Bildpunktes die Abbildung eines anderen – ebenso gestreuten – Bildpunktes negativ beeinflusst. Da überdies die Auflösung in Vorschubrichtung von der Schrittgenauigkeit der Vorschubeinheit abhängt, ist somit zusätzlich eine Richtungsabhängigkeit der kleinsten noch unterscheidbaren Strukturen vorhanden, mit üblicherweise schlechterer Erfassung in Vorschubrichtung. Der zweite Punkt kommt vor allem dann zum Tragen, wenn eine Probe einen größeren Kontrastumfang aufweist, bzw. der Kontrastbereich einer Vorlage nicht im Bereich des Dichteumfangs des verarbeitenden optischen Systems liegt. Wagner (2016) bietet zum Themenkomplex Strahlengang, Dichteumfang und Kontrastbegriff bei der Digitalisierung von Bildvorlagen mittels verschiedener optischer Systeme eine gute Übersicht.

Beide Problembereiche zusammengenommen führen zu einem starken Detailkontrastverlust und – wie bereits gezeigt werden konnte (siehe Kapitel 2) – zu einer gering selektiven Abbildung vor allem filigraner Strukturen im Untermillimeterbereich.

Die praktisch erzielbare Auflösung und Bildqualität verfügbarer Flachbettscanner mit Glasvorlage sind daher zur Abbildung in deren Gesamtstruktur wenig opaker, gleichzeitig kontrastschwacher Partikel im Mikrometerbereich weitaus zu gering und solche Systeme daher für deren Abbildung ungeeignet.

Bilderzeugung mittels Lichtmikroskopie

Aus den Versuchen kann abgeleitet werden, dass sich für Viskosefilme mit den Mitteln der Hellfeldmikroskopie im Durchlicht bei einer Objektivvergrößerung von 10x und der Verwendung der angegebenen Präparationsprozedur mit Hilfsmitteln angepasster Brechungsindizes Partikel ausreichend gut abzeichnen und am praktikabelsten dargestellt werden können.

Für HT-Filamente werden die besten Ergebnisse im Phasenkontrast ab Objektiv-Vergrößerungen von 40x erreicht. Einen Vorteil bietet die Phasenkontrastdarstellung aber vor allem dann, wenn die zu erfassenden Partikel tatsächlich geringen Kontrastunterschied zur einbettenden Matrix aufweisen. Für die Analyse der FR-Filamente hinsichtlich Verteilung der zugesetzten opaken Partikel könnte daher die Methode

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Hellfeld-Durchlicht mit hoher Objektvvergrößerung möglicherweise die besten Ergebnisse erzeugen, da chromatische Aberrationen gegenüber der Phasenkontrastmethode eher vermieden werden. (Dies gilt jedoch unbeschadet der Tatsache, dass zu höheren Objektivvergrößerungen hin diese Aberrationen in jedem Fall, auch bei Hellfeld-Beleuchtung, zunehmen und entsprechend hochwertige, farbfehlerkorrigierte Objektive – sogenannte Achromaten – verwendet werden sollten.) Generell ist das Hauptproblem im Zusammenhang mit der Analyse von mit opaken Partikeln gefüllten Fasern die dreidimensionale Fasergeometrie. Werden sehr feine Partikel in größerer Konzentration eingesetzt, kommt es auch bei starker Vergrößerung zu Überlagerungen in der z-Ebene, was eine Einzeldetektion der Partikel schwierig bis unmöglich macht. Die Entscheidung für FR-Filamente muss an dieser Stelle daher ausbleiben, da die – im Rahmen dieser Arbeit – verfügbaren Objektive eine nur unzureichende Vergrößerung bieten.

Die Versuchsergebnisse zeigen aber auch, dass die Verwendung eines Hilfsmediums mit einem Brechungsindex möglichst ähnlich jenem der Cellulose in allen Fällen die Bildqualität steigert.

Eine moderate Steigerung der Objektivvergrößerung bei der Hellfeld-Durchlicht-Analyse von Viskosefilmen kann für die Darstellung ebenfalls durchaus noch Vorteile bringen. Jedoch wird dadurch das pro Messung im Bild darstellbare Volumen stark verkleinert, eine Verdoppelung der Vergrößerung geht beispielsweise mit der Reduktion des pro Bildausschnitt erfassten Volumens auf ein Viertel einher.

Da die Probenpräparation eine relativ aufwändige Prozedur darstellt und die Lichtmikroskopie bezüglich der Bilderfassung naturgemäß auch nicht die „Schnelligkeit“ der Scannermethode (da hier ein vergleichsweise großer Bereich auf einmal erfasst werden kann) erreicht, muss für die Verwendbarkeit als Labormethode demnach stets ein Kompromiss zwischen Bildqualität und Analysengeschwindigkeit eingegangen werden.

Vor allem im Lichte der Entwicklung einer – schnelleren – automatischen Analyse erscheint dieser Punkt aber überprüfenswert.

Optische Bildanalyse

Partikelformen und Verteilung der Partikel über die Bildfläche

Die entwickelte Methode zeigt im Gegensatz zu den Scanneranwendungen klar verschiedene Partikelstrukturen und diese in guter Auflösung auf. Beispielsweise unterscheiden sich Präparate aus Viskosefilmen, die aus dem Retentat der ersten

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Hauptfiltrationsstufe hergestellt werden, deutlich von Präparaten aus Filmen des Filtrats nach Filtration (siehe Abbildung 5-1). Im Retentat treten klar Partikel bzw. Strukturen hervor, die weder in Farbgebung noch Größe jenen Partikeln entsprechen, die in Filmproben der filtrierten Viskose vorhanden sind. Dies lässt zwei Schlussfolgerungen zu. Einerseits entfernt die Filtration – wie erwartet – offensichtlich einen Teil der Verunreinigungen, vornehmlich die größeren Elemente wie nicht oder unvollständig gelöste bzw. xanthogenierte Cellulose oder eingeschleppte anorganische Verunreinigungen. Andererseits demonstriert dies auch die Anwendbarkeit des Bildanalyseprinzips, da im Filtrat derartige Strukturen nicht mehr – oder nur äußerst eingeschränkt – auftreten.

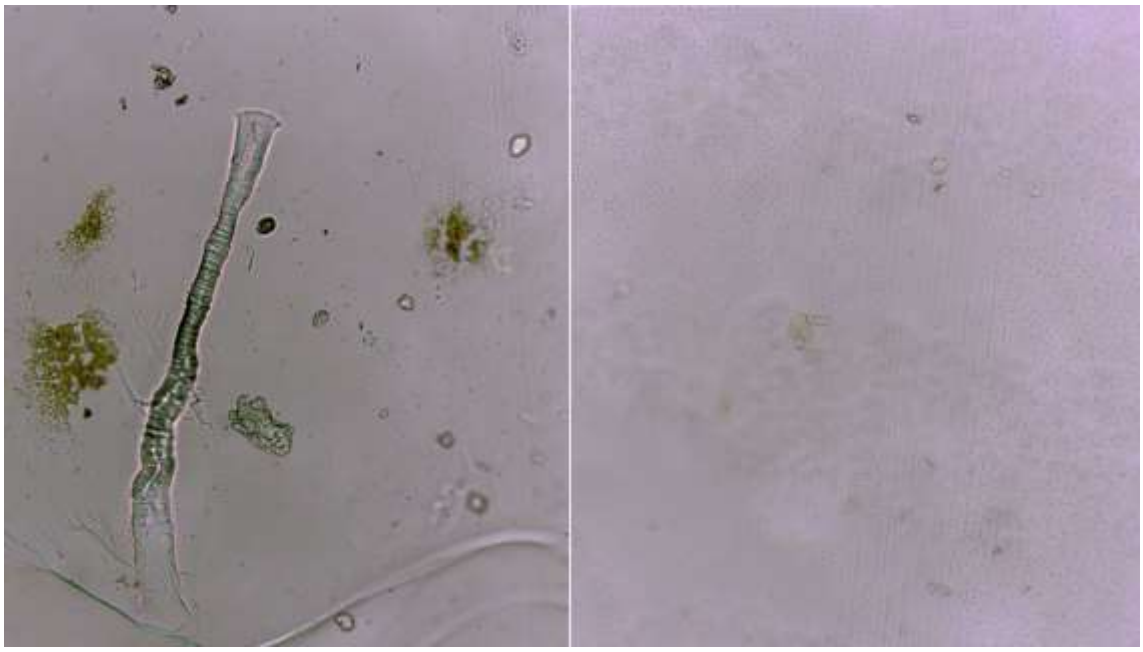


Abbildung 5-1 Vergleich Retentat der 1. Stufe (links) und Filtrat der 2. Stufe (rechts) der Hauptfiltration; nominelle Filmdicke jeweils 100 µm

Aus der Analyse mehrerer Bildserien lassen sich zudem zwei dominante Formen für Gelpartikel definieren. Offenbar treten diese zum einen Teil als relativ stark abgerundete Strukturen auf, zum anderen Teil als kleinere, schärfer begrenzte Partikel, die häufig einander nahe angeordnet vorliegen. Letzteres legt die Annahme nahe, dass es während des Regenerationsprozesses zu einer Agglomeration eines Teils der Gelpartikel kommt. Denkbar ist aufgrund der Art des Auftretens der Partikel auch, dass es – entsprechend theoretischen Überlegungen – tatsächlich zu einer sequenziellen Ablösung aus Grenzschichten kommt, in denen die Viskose teilweise dexanthogeniert.

Eine ungleichmäßige Partikelverteilung über die Bildfläche könnte nicht zuletzt aber auch dem Filmherstellungsprozess geschuldet sein, wenn in Betracht gezogen

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

wird, dass die errechneten Werte für die Dicke der aufgetragenen Filme nicht jener der nominellen Dicke entspricht, die die Ausfräsung des Lineals vorgibt, das zur Filmherstellung verwendet wird. (Einer nominellen Dicke von 100 µm steht hier eine tatsächliche Dicke des aufgetragenen Films aus Spinnlösung von etwa 42 µm gegenüber.) Die hohe Viskosität, die sehr wahrscheinlich für diesen Effekt verantwortlich zeichnet, indem sie beim Auftragen der Spinnlösung die Ausbildung eines Meniskus zwischen Linealunterkante und Glasplatte hervorrufen würde, könnte gleichermaßen eine „Gruppierung“ der Partikel bewirken, abhängig von der Partikelgröße und der tatsächlichen Filmdicke.

In den meisten Proben treten – jedoch nicht gleichmäßig häufig – überdies bläschenartige Strukturen im Größenbereich von grob 3 µm heraus, vermutet werden hier kleinskalige Lufteinschlüsse. Sie sind nur schwer von anderen Partikeln ähnlichen Durchmessers unterscheidbar und begrenzen den unteren Größenbereich verlässlicher Aussagen über die Partikelanzahl (siehe Kapitel 5.2).

Probenpräparation

Das menschliche visuelle System ist bei der Entscheidung, ob es sich bei einer sich in der Abbildung des präparierten Filmabschnitts abzeichnenden Struktur tatsächlich um ein zu erfassendes Partikel handelt, einem automatischen Suchalgorithmus überlegen, da es nicht nur Bildparameter hinsichtlich deren Werte vergleicht, sondern im Bild lokal auftretende Strukturen aufgrund des ständigen Abgleichs mit Erfahrungswerten (also bereits bekannten Strukturen) relativ klar einordnen kann.

Unerlässlich für eine ausreichende Bildqualität ist aber in jedem Fall, auch für die manuelle Auswertung, eine penible Reinigung der für die Herstellung und Verarbeitung der Viskosefilme verwendeten Arbeitsgeräte sowie der ausgewählten Filmausschnitte, da eine Vielzahl an Störfaktoren Einfluss auf die Verwertbarkeit der Ergebnisse der optischen Bildanalyse nehmen können. Einige Partikel, wie z. B. Pollen, können in diesem Zusammenhang gut abgegrenzt werden, da deren Form und Farbgebung sie deutlich auszeichnen. Vor allem dann, wenn das Kontrastverhältnis jener Störpartikel zum Hintergrund jenem entspricht, das auch von den zu erfassenden Partikeln erwartet wird, ist ein sicherer Ausschluss aber nur eingeschränkt möglich. Zwar können nicht im Film befindliche Partikel durch gute Einstellung des Fokus bei der Mikroskopie auf die Filmmitte (z-Richtung) auch dann noch gut ausgeschlossen werden, für Verunreinigungen, die bereits im Herstellungsprozess der Viskosefilme aus der Umgebungsluft eingeschleppt werden und somit in der Matrix zu liegen kommen, ist diese Unterscheidung allerdings deutlich erschwert. Derartige Verunreinigungen ließen

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

sich demnach nicht als solche identifizieren und würden fälschlich als Partikel gewertet, da Information über die Beschaffenheit dieser Kontamination aus der Luft nur schwer zugänglich ist bzw. zuerst festgestellt werden müsste.

Identifizierbar ist im Zusammenhang mit der Kontamination der Präparate der Einfluss der Probenaufbereitungsstrategie. Wird auf die beschriebene Methode zur Reinigung der Handhabungsgeräte und Filmausschnitte verzichtet, zeichnet sich in den Bildern ein hoher Gehalt an mikroskopischen Glasbruchstücken ab, die hauptsächlich von den verwendeten Objektträgern und Deckgläsern herrühren. In der Regel sind diese Bruchstücke zwar scharfkantig begrenzt und somit im direkten Vergleich innerhalb eines Bildausschnitts gegenüber Gelpartikeln abgrenzbar, aber nur dann, wenn sie exakt im Fokus liegen, zudem führt die teilweise starke Überlagerung der Bilder mit diesen Kontaminationen zu einer eingeschränkten Verwendbarkeit für die Partikelzählung.

Betreffend die Präparation der Filmabschnitte für die Bildanalyse kann eine zusätzliche Empfehlung in der Form gegeben werden, dass für die Reinigung dieser Abschnitte farbiges Papier verwendet werden sollte. Im Falle des Herauslösens von Fasern aus diesem können diese nämlich umso besser von den nahezu farblosen Partikeln unterschieden werden, je stärker der Farbunterschied ist. (Für die Vorbereitungen für die vorliegende Arbeit wurde dementsprechend blaues Putzpapier verwendet.) Im Falle einer zusätzlich erfolgten Färbung der Filme sollte jedoch darauf geachtet werden, dass dieser Farbunterschied gewahrt bleibt (und Papier einer entsprechend unterschiedlichen Färbung ausgewählt wird).

Der Versuch, über eine Einfärbung das generelle Problem des geringen Kontrastverhältnisses zwischen Partikeln und Hintergrund zu lösen ist vor allem im Hinblick auf die automatische Bildauswertung nicht uninteressant. Für jede automatische Analyse muss letzten Endes eine Binarisierung der Bilder über Grauwert- bzw. Farbwertfestlegung durchgeführt werden. Hierbei tatsächlich nur die Partikel, nicht aber nach oben dargelegten Mechanismen auftretende störende Elemente zu erfassen, stellt vor allem bei den gegebenen geringen Kontrastunterschieden eine große Herausforderung dar. Eine Färbung, die diesen Unterschied deutlicher hervorhebt, also den Farbwert (Grauwert) der Partikel vereinheitlicht und somit den „Signal-Rausch-Abstand“ der Partikel bezüglich des Hintergrundes und der Bildstörungen erhöht, brächte daher eine deutlich selektivere Auswahl durch die Analysenalgorithmen.

Die Heißfärbung mittels Reaktivfarbstoff nach beschriebenem Schema zeigt hier zwar, dass eine deutliche Kontrastanhebung möglich ist, es kann aber nicht mit Sicherheit ausgesagt werden, ob dadurch in der Regel das gesamte Volumen erfasst wird, ob also der Film „durchgefärbt“ wird. Für eine belastbare Aussage diesbezüglich erscheint die Analyse weiterer Proben nötig.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Generell ist festzustellen, dass die Partikelanalyse für dünnere Viskosefilme eindeutiger möglich ist. Partikelüberlagerungen und bei der Trocknung der Filme auftretende Verwerfungen in Dickenrichtung (die sich als Linien abzeichnen und die Fokuseinstellung erschweren) werden dadurch eher vermieden. Zudem fokussiert ein Lichtmikroskop nicht exakt auf eine Position in z-Richtung, sondern es wird ein Bereich abgedeckt, der scharf abgebildet wird. Für das verwendete Mikroskop (Olympus BX61) bei Objektivvergrößerung 10x ist dieser Bereich gerade so groß, dass die Filmdicke von etwa 7 µm (entsprechend einer nominellen Dicke bei der Herstellung von 100 µm) gerade noch scharf abgebildet wird. Gegenüber dickeren Filmproben ergibt sich hierdurch ein Vorteil. (Dieser Bereich, die Schärfentiefe, ist vom jeweiligen abbildenden System abhängig.)

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

5.2 Interpretation der Ergebnisse der optischen Bildanalyse und des Methodenvergleichs mit der Kontaminationsanalyse

Großer Vorteil der optischen Bildanalyse gegenüber der Kontaminationsanalyse der Spinnlösung ist ganz ohne Zweifel die Möglichkeit der Darstellung von Partikelform, Struktur, Verteilung über die Bildfläche, Neigung zu Gruppierung und vieles mehr. Ein direktes Fassbarmachen für menschliche Sinne – oder zukünftig auch Bildverarbeitungsalgorithmen – erzeugt so bereits eine Verifikation der Analysen, da es auf diese Weise das Vorhandensein der erwarteten Partikel tatsächlich zu bestätigen vermag.

Darüber hinaus bietet die Methode über die gefundenen Zusammenhänge einen erweiterten Einblick in den Prozess; beispielsweise kann aufgrund der Verbreiterung der Partikelgrößenanzahlverteilung auch ein Einfluss des Regenerationsvorganges vermutet werden. Aufgrund der Bilddaten kann auch von einer Agglomerationsneigung eines bestimmten Teils der Partikel ausgegangen werden. Wenn die gegenüber der in der Spinnlösung vorhandenen Anzahl an Partikel deutlich höheren Äquivalentpartikelanzahlen, die aus den regenerierten Filmen bestimmt wurden, betrachtet werden, kann zudem eine Partikelneogenese während des Regenerationsvorganges nicht ausgeschlossen werden.

Ein großes Problem in diesem Zusammenhang sind aber noch die großen Unsicherheiten in einigen dieser Punkte. Nachfolgend soll daher zusammenfassend darauf eingegangen werden, welche Probleme festgestellt wurden bzw. welche Phänomene vermutet werden und wie diese behandelt werden könnten oder sollten.

Aussagekraft der Analysenmethoden

Bereits für die Kontaminationsanalyse der Spinnlösung kann festgestellt werden, dass für Partikeldurchmesser größer etwa 40 µm kaum mehr statistisch belastbare Aussagen möglich sind, da schlicht der Stichprobenumfang – die Anzahl der in diesen Größenklassen gezählten Partikel – zu gering ist. Die Schwankungsbreite wird zu hoch. Einzig möglicher Ausweg hier ist die Erhöhung des analysierten Volumens einer Probe.

Aufgrund der Gefahr von Koinzidenzfehlern, wenn zwei (oder mehr) Partikel gleichzeitig die Messapertur durchwandern und zum Zweck der Herstellung einer abrissfrei fließfähigen Lösung, wie für die geringen Weiten der Messeinbauten nötig, müssen Messlösungen aber auch ausreichend verdünnt werden, um die Wahrscheinlichkeit solcher Paralleldurchtritte so gering wie möglich zu halten. Dies gilt

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

speziell für Medien, die breite Verteilungen der enthaltenen Partikel aufweisen, so auch für Viskoselösungen, da die Messapertur an den größten zu erwartenden Partikeln dimensioniert wird und auch das Aperturvolumen dementsprechend groß ist. Die nötige starke Verdünnung führt dazu, dass eine vergleichsweise große Anzahl an Messzyklen durchfahren werden muss um auch den Anteil jener Partikel mit statistisch genügend hoher Genauigkeit, d. h. geringer Standardabweichung erfassen zu können, die im Partikelkollektiv nur in geringer Anzahl auftreten. Dies trifft umso stärker zu, je größer die Partikel werden.

Da der Gesamtanteil an Partikeln in diesem Größenbereich jedoch unter 1 % liegt, ist der Informationsgewinn dadurch fraglich, zumal die nötige Erhöhung der Menge der beprobten Viskoselösung auf z. B. das Zehnfache eine Verlängerung der gesamten Analysenprozedur auf etwa die fünffache Zeit bedeuten würde. Exakte Information darüber, wie viele besonders große Partikel in der Spinnlösung vorhanden sind, ist im Sinne einer vollumfassenden Prozessüberwachung zwar wünschenswert, würde auf die Prozessqualität aber geringen Einfluss haben, da die Anzahl jener Partikel ab etwa halbem Filamentdurchmesser, denen Schadwirkung zugesprochen wird, weitaus größer ist und Partikel dieser Größenklassen so in der Masse auch weitaus größeren Effekt auf die mechanischen Eigenschaften der Filamente haben.

Die Schwankungsbreite der Ergebnisse der optischen Bildanalyse ist aufgrund der gegenüber der Kontaminationsanalyse geringeren Anzahl tatsächlich gezählter und bewerteter Partikel als noch etwas höher einzuschätzen. Wie viele Bildausschnitte für eine noch deutlichere Aussage nötig sind, kommt aber auf den zu untersuchenden Partikelgrößenbereich und die gewünschte Genauigkeit an. Für die vorliegende Arbeit wurden pro Probe (pro Viskosefilm) je 2 x fünf Zählungen durchgeführt. Um dieselbe Gesamtpartikelanzahl wie bei der Kontaminationsanalyse zu beproben, müsste dies auf etwa das Zehnfache gesteigert werden (z. B. durch Analyse von 5 Bildausschnitten zu je 20 Bildern). Dies käme einem beträchtlichen zusätzlichen Zeitaufwand gleich. Als Erstes sollte daher eine andere Vorgehensweise bevorzugt werden, die ohne Mehraufwand bei der optischen Analyse exaktere Ergebnisse liefert. (Siehe hierzu den letzten Unterpunkt in diesem Kapitel.)

Aufgrund der beobachteten Standardabweichungen kann summa summarum für die optische Bildanalyse eine Aussagekraft nach bisherigen Messungen bis ebenfalls zu einem Äquivalentpartikeldurchmesser von etwa 40 µm angegeben werden.

Untere Erfassungsgrenze

Eine untere Einsatzgrenze der Kontaminationsanalyse der Spinnlösung ist trivial über die von den Herstellern der Analysengeräte angegebenen Sensordaten gegeben.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Praktisch liegt diese Grenze etwas höher und ist auch abhängig von der Klasseneinteilung. Im gegebenen Fall, mit Einteilung der Größenklassen in mittlere Klassendurchmesser, liegt diese Grenze bei exakt 3,79 µm, dieses Maß entspricht dem kleinsten mittleren Durchmesser. (Wird die Klassenbreite berücksichtigt, wird der Wert formal noch etwas geringer, allerdings kann praktisch keine Aussage darüber getroffen werden, wie groß der Durchmesser des kleinsten erfassten Partikels tatsächlich war, da für eine Klasseneinteilung natürlich die gezählte Anzahl innerhalb eines bestimmten Größenbereichs auf die Klassenmitte als Einheitswert umgelegt werden muss.)

Wegen des gewünschten (und nötigen) Vergleichs der Analysenmethoden wurde für diese Arbeit für die optische Bildanalyse dieselbe Klasseneinteilung verwendet, d. h., die untere Erfassungsgrenze für die optische Analyse kann aus diesem Grund nicht niedriger sein.

Praktisch wird diese Grenze nicht erreicht. Die Messungen aus der optischen Analyse erzeugen in einer daraus berechneten durchschnittlichen Verteilung eine deutlich erkennbare Bimodalität mit Maximum bei etwa 7 µm. Ein direkter Vergleich der Verteilungen für die einzelnen Proben zeigt in diesem Bereich aber auch große Schwankungsbreite hinsichtlich der Partikelanzahlen, deutlich erkennbar ist dies auch an den höheren Klassenstandardabweichungen für die Gesamtpartikelanzahl der beiden unteren Größenklassen.

Es muss für die optische Bildanalyse – zum jetzigen Zeitpunkt – also eher eine untere Einsatzgrenze von etwa 10 µm angegeben werden.

Grund für Bimodalität

Aus einer Vielzahl an analysierten Proben unterschiedlicher Herkunft aus dem Prozess konnte ein Effekt als über alle Samples auftretend identifiziert werden. Im Größenbereich um etwa 3 - 6 µm treten Störungen auf, die den zu analysierenden Partikeln hinsichtlich ihres Erscheinungsbildes recht ähnlich sind, von denen aber aufgrund deren regelmäßigerer Struktur und Art des Auftretens angenommen werden kann, dass sie keine Partikel darstellen (siehe Abbildung 5-2). In vielen Filmausschnitten treten sie in einer hohen Anzahl auf, sodass dies die Erkennung tatsächlicher Partikel bzw. die Unterscheidung hiervon schwierig und unsicher macht. Dies beschränkt letztlich die untere Grenze der erfassbaren Partikelgröße.

Am wahrscheinlichsten sind diese Entitäten mikroskopisch kleine Lufteinschlüsse, die während des Filmherstellungsvorganges eingebracht werden bzw. bereits in der Spinnlösung vorhanden sind und aufgrund deren hoher Viskosität nicht entweichen können.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

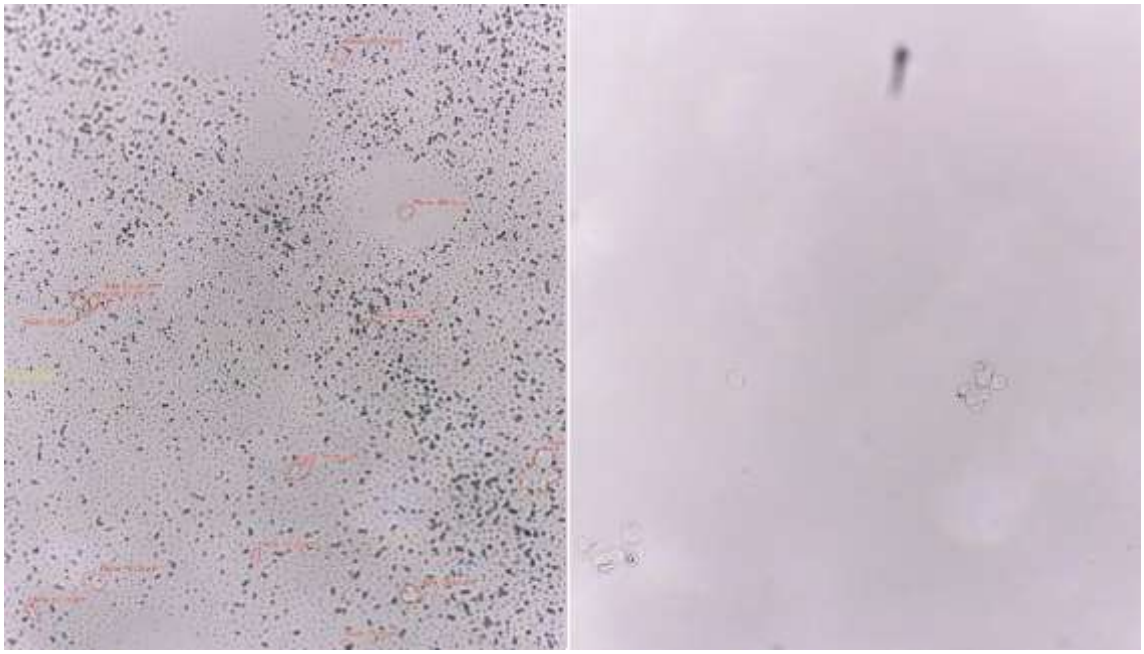


Abbildung 5-2 Problem bei der Auswertung von Filmabschnitten mit kleinskaligen Störungen (vermutlich Lufteinschlüssen); links: hohes Aufkommen dieser Einschlüsse, rechts: nahezu einschlussfreier Film, die Partikel sind hier deutlich klarer als solche erkennbar

Für das Entfernen dieser angenommenen Luftbläschen ist jedoch viel Zeit nötig. Nachfolgend wird eine Berechnung der Sinkgeschwindigkeit (respektive der Steiggeschwindigkeit) nach Stokes für die in der Analyse verwendeten dünneren Filme einer nominellen Dicke von $s = 100 \mu m$ durchgeführt.

Die Dichte ρ_1 der Spinnlösung und deren maximale dynamische Viskosität $\eta_{\max}$ und die Dichte der Luft bei Standardbedingungen ρ_{Luft} können angenommen werden mit

$$\rho_1 \approx 1000 \frac{kg}{m^3} \quad , \quad \eta_{\max} \approx 140 P = 14 \, Pa \cdot s \quad , \quad \rho_{Luft} = \rho_P \approx 1{,}2 \frac{kg}{m^3} \quad .$$

Zunächst wird weiter angenommen, dass die Reynolds-Zahl klein genug ist und eine Geschwindigkeit berechnet. Anschließend wird Re berechnet und diese Annahme überprüft. Hierin sind v_p die Steiggeschwindigkeit der Luft, ρ_p die Partikeldichte, hier die Dichte der Luft bei Standardbedingungen, $\overline{r}_P$ der angenommene Partikelradius und g die Erdbeschleunigung. Mit der Annahme eines durchschnittlichen Partikelradius von

$$\overline{r}_P \approx 3 \, \mu m$$

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

kann die Geschwindigkeit berechnet werden:

$$\mathrm{Re} < 0{,}5 \qquad \Rightarrow \qquad \text{Stokes:} \quad v_p = \frac{2 r_P^{\,2} g \left(\rho_p - \rho_1\right)}{9 \eta_{\max}} \tag{5.1}$$

$$\left|v_p\right| \approx 1{,}40 \cdot 10^{-9} \ \frac{m}{s}$$

Hieraus ergibt sich eine nötige Zeit für das Durchwandern des Films von der Mitte bis zur Oberseite von:

$$t = \frac{s_{SL}/2}{\left|v_P\right|} \approx 10\,h \tag{5.2}$$

Die Kontrolle der Reynolds-Zahl ergibt:

$$\mathrm{Re} = \frac{\left|v_p\right| \cdot \bar{r}_P}{\nu} \quad , \quad \text{mit } \eta = \nu \cdot \rho : \quad \mathrm{Re} = \frac{\left|v_p\right| \cdot \bar{r}_P \cdot \rho_1}{\eta_{\max}} \approx 3{,}0 \cdot 10^{-13} \quad < 0{,}5 \tag{5.3}$$

Bei gleichzeitig angenommener Gültigkeit der aus der Theorie über den Lösungszustand der Viskose abgeleiteten Tatsache, dass innerhalb dieser Zeitspanne laut Theorie die Viskose aber bereits soweit destabilisiert ist, dass der Partikelgehalt um den Faktor 4 gestiegen und damit die Probe für eine Analyse unbrauchbar geworden wäre, kann für dieses Problem allein durch Stehenlassen keine praktikable Lösung gefunden werden. Vakuumierung könnte diesen Vorgang u. U. beschleunigen, es müsste hierzu aber wiederum erst eine Versuchsreihe durchgeführt werden, zudem ist der gerätetechnische Aufwand relativ hoch.

Ein Ansatz könnte auch die Färbung der Filme sein, wenn angenommen wird, dass Luftblasen natürlich nicht gefärbt werden können bzw. sich der Farbstoff nur an deren Rändern absetzen kann. Auch hierzu wären weitere Versuche vonnöten.

Als eine indirekte Bestätigung der Annahme des Vorhandenseins von Lufteinschlüssen innerhalb der regenerierten Viskosefilme kann jedenfalls gewertet werden, dass die berechnete Dichte der Filme nicht der erwarteten Dichte (sollte

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

deutlich > 1 g/cm³ liegen) entspricht, sondern einen durchschnittlichen Wert von $\bar{\rho}_2 \approx 1 \frac{g}{cm^3}$ annimmt (siehe Kapitel 4, Tabelle 4-1).

Höhe der Äquivalentpartikelanzahl bei der optischen Analyse

Warum die errechnete Partikelanzahl jene, die bei der Kontaminationsanalyse ermittelt wird, so deutlich übersteigt, kann an dieser Stelle nicht abschließend geklärt werden. Aufgrund des – wenn auch schwach – nachgewiesenen Zusammenhangs der beiden Verteilungen durch den durchgeführten Test auf Normalverteilung, die Bestimmung der Standardabweichung der Verteilung des Verhältnisfaktors und generell des Aussehens dieser Verteilung kann die Lösung zu diesem Problem nicht trivial in der Aussage gesucht werden, dass die optische Analyse nicht anwendbar ist. Aufgrund der durchgeführten statistischen Betrachtungen muss im Gegenteil von einer Korrelation ausgegangen werden (die auf alle Fälle aber noch besser überprüft werden muss).

Es können daher verschiedene alternative Gründe gefunden werden, diesen Sachverhalt zu beschreiben. Eine Überlegung in diesem Zusammenhang ist, dass die beobachtete Agglomerationsneigung eines Teils der Partikel Einfluss auf die Verteilung dieser über das gesamte Filmvolumen nimmt. Ein Hinweis darauf könnte die Tatsache sein, dass bei der optischen Analyse etwa jeder zweite mit dem Lichtfleck des Mikroskops angefahrene Bildausschnitt sich partikelfrei darstellte und andere Bereiche wiederum eine größere Menge und in einigen Fällen eben auch agglomeriert enthielt. Für die Analyse wurden aber bewusst Bildausschnitte mit zumindest einem vorhandenen, deutlich erkennbaren Partikel ausgewählt, um den nötigen Versuchsumfang nicht zu stark zu erhöhen. Wenn also von einem wabenartigen Verteilungsmuster der Partikel über den Film ausgegangen wird, würde dies erklären, warum die Anzahl gezählter Partikel – und damit auch die berechnete äquivalente Gesamtpartikelanzahl – so viel größer ist, als die in der Kontaminationsanalyse ermittelte Gesamtanzahl bei aber vorhandener Korrelation. Eine Überprüfung dieser Annahme könnte erfolgen, indem einige Filme (oder zumindest große Bereiche einiger Filme) systematisch gerastert und die einzelnen Sektorergebnisse tabelliert würden. Ließe sich hieraus ein netzartiges Verteilungsmuster ableiten, könnte dies die Annahme bestätigen und es wäre davon auszugehen, dass das hier erhaltene Ergebnis systematisch falsch und die berechneten Äquivalentpartikelanzahlen in realiter um eben die beobachteten Faktoren oder zumindest deutlich geringer sein würden. In diesem Fall müssten „partikelfreie“ Bildausschnitte in der Umrechnung mitberücksichtigt werden bzw. tatsächlich ein großer Filmbereich komplett untersucht („abgerastert“) werden.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Eine weitere Erklärungsmöglichkeit könnte die Annahme liefern, dass während des Regenerationsvorganges Strukturveränderungen in Kombination mit einer Partikelneogenese stattfinden, wobei eine gewisse Anzahl an Partikeln zu größeren anwächst und u. U. auch aggregieren kann[8]. Es ist in diesem Zusammenhang anzunehmen, dass eine gewisse kritische Größe der Partikel gegeben sein muss, damit diese agglomerieren oder anwachsen und sich in den regenerierten Filmen abzeichnen, während es zu einer Homogenisierung noch kleinskaligerer Partikel mit der Matrix kommt (vergleichbar einem Mindestkeimradius in der Polymerchemie oder beim Kristallwachstum). Da diese Theorie praktisch nur schwer zu beweisen sein wird, da keine Vergleichsmöglichkeit angegeben werden kann, könnte auch hier auf die „Komplettanalyse“ großer Bereiche mehrerer Filme zurückgegriffen werden. In Betracht gezogen werden sollte in diesem Zusammenhang auch das Erstellen einer Versuchsserie unter hochreinen Bedingungen, möglicherweise in einem Reinraum. Das Ausschließen des Einschleppens von Verunreinigungen aus anderen Bereichen als der Viskose und dem Herstellungsprozess selbst gäbe einer Aussage zu dieser Problematik so deutlich mehr Gewicht.

Von einer größeren thermodynamisch-chemischen Beeinflussung der Probe während der Filmherstellung muss an dieser Stelle nicht ausgegangen werden, da kurze Weiterverarbeitungszeiten stets eingehalten und die Proben zur Bereitung der Lösung für die Kontaminationsanalyse aus demselben Gefäß entnommen werden. Wird die Viskose durch Transport und Standzeit von etwa 40 °C auf 25 - 30 °C abgekühlt und wird die maximale Standzeit mit höchstens 20 min angegeben, so liefert die Interpolation der Ergebnisse aus Tabelle 2-1 zur Theorie über die postulierte Steigerung der Partikelanzahl aufgrund Löslichkeitsverlusts und damit auftretender Koagulation eine

[8] Dies könnte auch eine alternative Erklärung der als Lufteinschlüsse kategorisierten mikroskopisch kleinen „Bläschen“ sein. Die Möglichkeit, dass der linke Verteilungs-Peak auch aus Partikeln entstanden sein kann, die in der Analyse der Spinnlösung nicht erfasst werden konnten oder während der Regeneration der Viskose neu entstanden sind, besteht grundsätzlich, dies ist aber sehr unwahrscheinlich, da dies wiederum der Tatsache widersprechen würde, dass zu kleineren Partikeldurchmessern hin aufgrund des Lösungszustandes der Spinnlösung immer mehr Partikel vorhanden sein müssten. Könnten derartige Partikel stabil anwachsen, müsste sich daher ein ähnliches Verteilungsmuster wie bei der Analyse der Spinnlösung zeigen, da trotz Rechtsverschiebung der Verteilung an der unteren Erfassungsgrenze des Lichtmikroskops in etwa die höchste Partikelanzahl festzustellen wäre. Darüber hinaus zeigen einige Messungen keinen derartig ausgeprägten zweiten Peak. Auch aufgrund der Tatsache, dass diese in manchen Bildausschnitten auch deutlich „aufgefädelt“ hintereinander auftreten und zudem nicht in allen Ausschnitten gleich stark in ihrer Anzahl, ist diese Möglichkeit unwahrscheinlich.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

maximale Erhöhung der Gelpartikelanzahl bei dieser Durchschnittstemperatur um etwa 60 %.

Die Verarbeitungszeit so gering wie möglich zu halten macht Sinn, der berechnete mittlere Steigerungsfaktor der Partikelanzahl von etwa 50 ist aber mit dem möglichen Einfluss der verarbeitungsbedingten Standzeit nicht in Einklang zu bringen.

Umrechnung der Partikelgehalte im Viskosefilm auf äquivalente Partikelanzahlen

Es bleibt noch die nähere Betrachtung der Art der Hochrechnung der Partikelanzahl, um Fehlerquellen auszuschließen.

Aufgrund des Verdampfens von Wasser aus der Spinnlösung bei der Filmherstellung ist eine Gesamtmassenkonstanz der Form $m_1 = m_2 = const.$ mit m_1 als der Masse der bei der Filmherstellung verwendeten Viskose und m_2 als der Masse des regenerierten, getrockneten Films nicht gegeben. Gleichermaßen kann auch keine Massenkonstanz der um die Wassermasse bereinigten Viskosemenge angenommen werden, da auf der trockenen Seite das Celluloseregenerat, also die mehr oder weniger reine Cellulose, vorliegt und auf der nassen Seite das Cellulosexanthogenat, dessen Xanthogenierungsgrad aber nicht mit der Genauigkeit bekannt ist, wie sie für eine Berechnung der reinen Cellulosemasse nötig wäre.

Wird angenommen, dass Gelpartikel morphologisch gering oder nicht substituierte Cellulose darstellen (siehe Kapitel 2.2) und wird weiter angenommen, dass die Masse der Partikel gegenüber der Masse der sie tragenden Matrix vernachlässigbar ist, kann ohne Berücksichtigung des Massenverhältnisses Partikelkollektiv / Matrix dennoch mit hoher Sicherheit von einer direkten Vergleichbarkeit der Partikelkollektive in Spinnlösung und Viskoseregenerat ausgegangen werden. Eine direkte Umlage der Partikelanzahlen aus der optischen Analyse auf äquivalente Anzahlen in der Spinnlösung ist mit sehr geringem Fehler möglich.

Für die Rechnung muss weiter angenommen werden, dass die während der optischen Bildanalyse ermittelte Partikelanzahl bereits in der Spinnlösung vorhanden gewesen sein muss. Ein Miteinbeziehen unbekannter Faktoren kann daher nicht und ein Ergänzen um vermutete Faktoren darf im Sinne einer globalen Vergleichbarkeit der Ergebnisse nicht vorgenommen werden.

Kommt es tatsächlich zu einer Partikelneogenese während der Regeneration oder ist tatsächlich ein Verteilungsmuster im Film gegeben, wird die Hochrechnung dementsprechend jedoch falsch. Es entspräche dies einem systematischen Fehler, wobei die Qualität der Aussage über die Partikelgehalte (d. h., die Verteilung auf einzelne Größenklassen, die Breite der Verteilung, etc.) zwar ähnlich bliebe (genügend

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

hohe Anzahl an betrachteten Bildausschnitten vorausgesetzt), aber die Anzahlen selbst unverhältnismäßig hoch erschienen.

Anpassung der Probennahmestrategie

Für alle bisher diskutierten Überlegungen muss letztlich auch in Betracht gezogen werden, dass die Messungen an jeweils unterschiedlichen Proben erfolgt sind. Diese Vorgehensweise ist für die Entwicklung einer neuen Analysenmethode auch notwendig und richtig, betreffend die statistische Auswertung, also die Überprüfung der Methode selbst auf ihre Schwankungsbreite und den Vergleich mit einer anderen Analysenmethode ist diese Probennahmestrategie jedoch nicht ideal und wäre anzupassen.

Eine Überprüfung der Partikelgrößenverteilungen und der statistischen Kennzahlen wie Standardabweichung und Mittelwert kann besser erfolgen, wenn viele Analysen einer Probe durchgeführt werden (und dieses Prozedere auf mehrere unterschiedliche Proben angewendet wird). Eine erhöhte Schwankungsbreite aufgrund des Vergleichs unterschiedlicher Proben unterschiedlichen Partikelgehalts hat naturgemäß auch Auswirkungen auf jede Analysenmethode, wobei die sich dadurch einstellende höhere Schwankungsbreite der statistischen Kennwerte noch potenziert, wenn zwei bereits auf diese Art beeinflusste Analysenergebnisse verglichen werden.

Gesagtes gilt nur, wenn der Partikelgehalt tatsächlich signifikant über alle Viskoseproben schwankt. Da der über die Kontaminationsanalyse der Spinnlösung festgestellte Gesamtpartikelgehalt über alle gezogenen Proben aber bereits um grob den Faktor 4 unterschiedlich ist (etwa 2000 - 8000 Partikel gesamt pro ml Spinnlösung), ist diese Signifikanz deutlich und es sollte die Vergleichsprozedur der Kontaminationsanalyse mit der Optischen Bildanalyse mittels der beschriebenen Steigerung des Versuchsumfangs an „Einzelproben“ wiederholt und erneut die relevanten statistischen Verteilungsparameter ermittelt und diskutiert werden. Unter sonst ähnlichen Umständen, gleichbedeutend mit denselben Reinigungs- und Probenaufbereitungsprozeduren, gleichem oder höherem Stichprobenumfang und gleichen Analysenbedingungen müssen die diskutieren Zusammenhänge signifikanter auftreten, also vor allem die Klassen-Std.-Abweichungen der Gesamtpartikelanzahlen beider Analysenmethoden geringer werden und ein Zusammenhang zwischen beiden Methoden noch deutlicher hervortreten, d. h., auch die Standardabweichungen der Vergleichsfaktoren abnehmen.

Trifft dies zu, so kann der Zusammenhang zwischen Kontaminationsanalyse und optischer Bildanalyse bestätigt werden und es müssen die genannten Alternativen für die Diskrepanz zwischen Gesamtpartikelanzahl der Kontaminationsanalyse der Spinnlösung und Äquivalentpartikelanzahl näher betrachtet und Lösungen für das Problem auf der Basis der Untersuchung eben dieser Alternativen gefunden werden.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Eine zusätzliche Ausdehnung des Versuchsumfangs erscheint letztlich für alle Analysen sinnvoll, um genügend verwertbare Ergebnisse einer statistischen Analyse zuführen und so die erkannten Zusammenhänge konkretisieren zu können.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

6 Abschlussbetrachtungen und Ausblick

Die Theorien zum Lösungszustand der Viskosespinnlösungen legen das Vorhandensein eines kontinuierlichen Partikelspektrums nahe, für den mittels Kontaminationsanalyse und optischer Analyse abdeckbaren Größenbereich konnte dies bestätigt werden. Die über die entwickelte optische Methode erstellten Bilddaten enthalten Strukturen, die zudem mit Eigenschaften der in der Theorie postulierten Gelpartikel in Übereinstimmung gebracht werden können. Zur Entstehung dieser werden über theoretische und experimentelle Betrachtungen unterschiedliche Mechanismen angegeben. Primäre Gelpartikel entstehen demzufolge bereits während der Verarbeitung der Cellulose-Pulps aufgrund unvollständiger Xanthogenierung. Laut Theorie sind zudem anorganische Partikel und größere Aggregate unveränderten bzw. nur gering beeinflussten Ausgangsmaterials vorhanden. Diese seien über gründliche Filtration gut und primäre Gelpartikel teilweise aus der Viskose entfernbar. Das Auftreten größerer Elemente und die diesbezügliche Wirkung der Filtration konnten im direkten Vergleich von regenerierten Viskosefilmen aus Retentat und Filtrat mittels optischer Bildanalyse nachgewiesen werden.

Sogenannte sekundäre Gelpartikel werden nach deren Entstehungstheorie in diffusionslimitierten Grenzschichten an Wänden von Rohrleitungen und Apparaturen gebildet, umgehen damit die Hauptfiltration und können – ohne zusätzliche Beeinflussung des Prozesses – nur über Filtration an den Spinnstellen entfernt werden. Dieser Entstehungsprozess wird experimentell über Koagulationsversuche demonstriert. Eine weitergehende Verifizierung an einer Versuchsanlage, zugeschnitten auf die Bedingungen des Produktionsprozesses (angepasste Rohrleitungsquerschnitte, Verweildauern, usw.), erscheint in diesem Zusammenhang sinnvoll, bevor in den Produktionsprozess eingegriffen wird.

Zur Analyse der Viskoseregenerate hinsichtlich des Partikelgehalts wurden verschiedene Ansätze der optischen Bilderfassung diskutiert, Hilfsmethoden zur Kontrastverbesserung entwickelt und die für verschiedene Regeneratformen (FR-Filamente, HT-Filamente, Viskosefilme) jeweils besten Methoden angegeben.

Die eingehende Analyse regenerierter Viskosefilme konnte demonstrieren, dass (Gel-)Partikel vorhanden und optisch erfassbar sind.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Darauf aufbauend wurde eine Labormethode zur manuellen optischen Bildanalyse entwickelt. Über detaillierte Versuchsbeschreibungen wurde die Anwendung besprochen.

Mittels der gefundenen Methode wurden Partikelgrößenverteilungen erstellt, in mehreren Feldversuchsreihen wurden hierzu an der Produktionsanlage Proben der Spinnlösung gezogen. Hieraus wurden jeweils die Filme zur optischen Analyse hergestellt sowie Kontaminationsanalysen der Spinnlösung selbst durchgeführt. Für beide Methoden konnten Einsatzgrenzen und Problembereiche aufgezeigt werden.

Es konnte über den Vergleich der Partikelgrößenverteilungen beider Methoden und charakteristischer statistischer Parameter ein Zusammenhang festgestellt werden. Eine hochsignifikante Korrelation war mit der eingesetzten Versuchsstrategie und gegebenem Versuchsumfang noch nicht zu erreichen.

Die in diesem Zusammenhang diskutierten Vorschläge zu Verbesserungsmöglichkeiten der Versuchs- und Analysenstrategie stellen den Ansatzpunkt für weitere Versuchsreihen dar und sollen so einer exakteren Verifikation dienen, um beide Analysenmethoden zukünftig parallel und vergleichbar für die Prozessanalytik anwendbar zu machen.

Im Hinblick auf die Verwendung als Technik für den Einsatz an der Produktionslinie zur Qualitätsüberwachung wurde abschließend auch die Möglichkeit einer Automatisierung der optischen Bildanalyse betrachtet. Im Folgenden soll dieser Themenkomplex kurz umrissen werden.

Automatisierung der optischen Bildanalyse

Grundlage eines jeden Bildanalysealgorithmus ist die Binarisierung vorhandener Bildwerte entsprechend einer Grau- bzw. Farbschwellwertfestlegung. Entscheidend für die Definition solcher Schwellwerte ist die Einteilung in „Hintergrund“ und „Vordergrund“, also eine Unterscheidung der zu erfassenden Strukturen gegenüber dem diese Strukturen umgebenden Bildmaterial.

Die Definition mehrerer Schwellwerte bezüglich Grauwert oder Farbwert in diesem Zusammenhang ist mit unterschiedlichen Bildverarbeitungsprogrammen darstellbar, auch ist eine automatisierte Klassifikation aufgrund bereits entwickelter Algorithmen (Entropiemethode, Energiemethode und andere Verfahren) möglich. Im konkreten Fall wurde eine automatisierte Bildanalyse mittels der Open-Source-Software ImageJ untersucht. Nur ein Beispiel ist in diesem Zusammenhang das Schwellwertverfahren nach OTSU, welches auch für die vorliegende Bildanalyse getestet wurde.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Schwellwertverfahren sind aufgrund ihrer simplen Implementierbarkeit und damit verbundenem geringen Rechenaufwand breit angewendete Bildanalysemethoden, jedoch ist die Erkennungsrate bzw. Erkennungsqualität relativ schlecht, wenn die zu klassifizierenden Bilddaten große Schwankungen hinsichtlich der Bandbreite der Helligkeit, des Kontrasts gegenüber dem Hintergrund und der Farbgebung aufweisen. Bei der für eine computergestütze Auswertung nötigen Binarisierung aufgrund der ermittelten Schwellwerte können dieser Tatsache geschuldet erhebliche Fehler auftreten – bzw. treten diese auch tatsächlich häufig auf – und eine Selektivität der Analyse ist kaum gegeben.

Es müssen demnach weitere Kriterien als nur Schwellwerte berücksichtigt werden. Eine Erweiterung kann bereits die Berücksichtigung mehrerer Schwellwerte in Folge, also eine sequenzielle Verarbeitung der Bilddaten, darstellen. Hiermit steigt der Rechenaufwand aber bereits deutlich.

Diese Vorgänge kommen bereits der Entwicklung individueller Algorithmen gleich, d. h., die Algorithmen werden den spezifischen Gegebenheiten angepasst.

Für bestimmte Bildausschnitte konnte bereits eine Möglichkeit der Auswertung aufgezeigt werden. Mittels der Software AnalySiS wurden zunächst aus mehreren Bildausschnitten zusammengesetzte Bilder erzeugt (MIA – multiple image alignment) und anschließend über die Software ImageJ analysiert bzw. parametriert. Hierzu wurde zunächst eine Differenzmaske zur Entfernung der nicht in der Focusebene liegenden Störungen erstellt. Über einen Farbkanal-Split (mit Verwerfen des in dieser Darstellung kontraproduktiv wirkenden Blaukanals, da dieser die meisten kleinskaligen Störungen deutlich hervorhebt) wurde schließlich ein Colour-Threshold (Farbschwellwert) gesetzt. Nach Anwendung unterschiedlicher Bildverarbeitungsmechanismen (Kontrastverstärkung, Entfernen von Störungen, Anwendung verschiedener Bildfilter) wurde schließlich eine Binarisierung und Konkretisierung der Strukturen (Skalierung der Bildpunkte in Kombination mit Verwerfen schwach und Verstärken stark ausgeprägter Strukturen) durchgeführt. Nach Subtraktion der zuvor erzeugten Differenzmaske zur Entfernung von nicht in der Focusebene liegenden Artefakten wurde ein fertiges Analysenbild erhalten. Dieses wurde zur visuellen Kontrolle der Erfassung der Partikel mit dem Originalbild überlagert. Die Ergebnisse dieser Verarbeitungsprozedur sind in den nachfolgenden Abbildungen dargestellt (siehe AbbildungenAbbildung 6-1 - Abbildung 6-3).

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

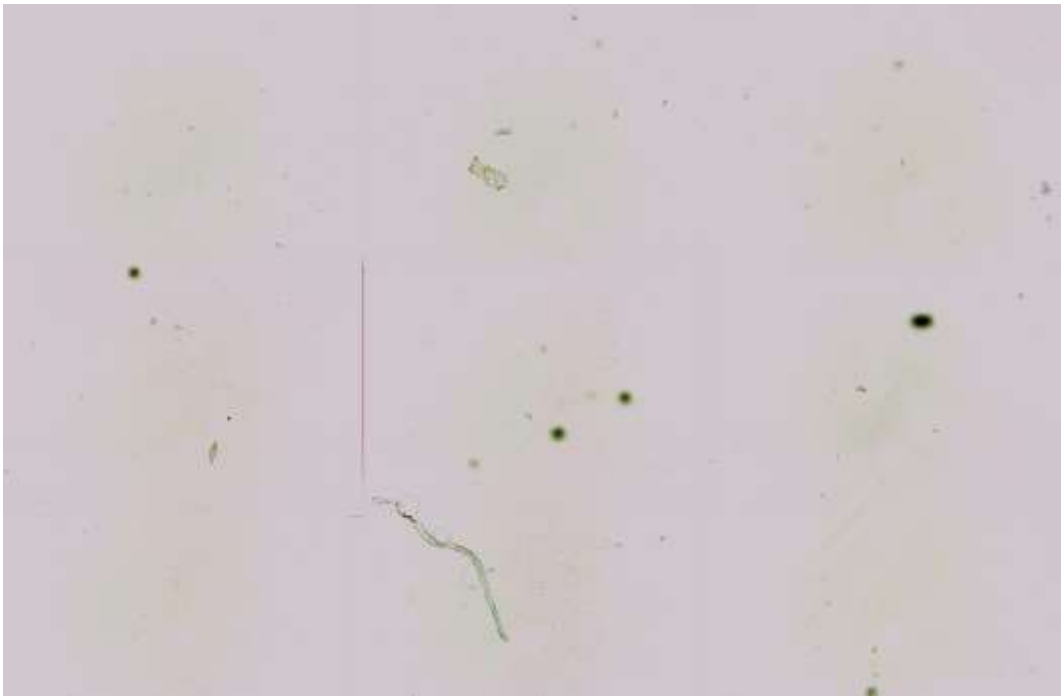


Abbildung 6-1 Originalbild aus der Multiple-Image-Alignment-Funktion der Software AnalySiS; ein Partikelgehalt ist feststellbar bei gleichzeitigem Vorhandensein von Störungen außerhalb der Focusebene.

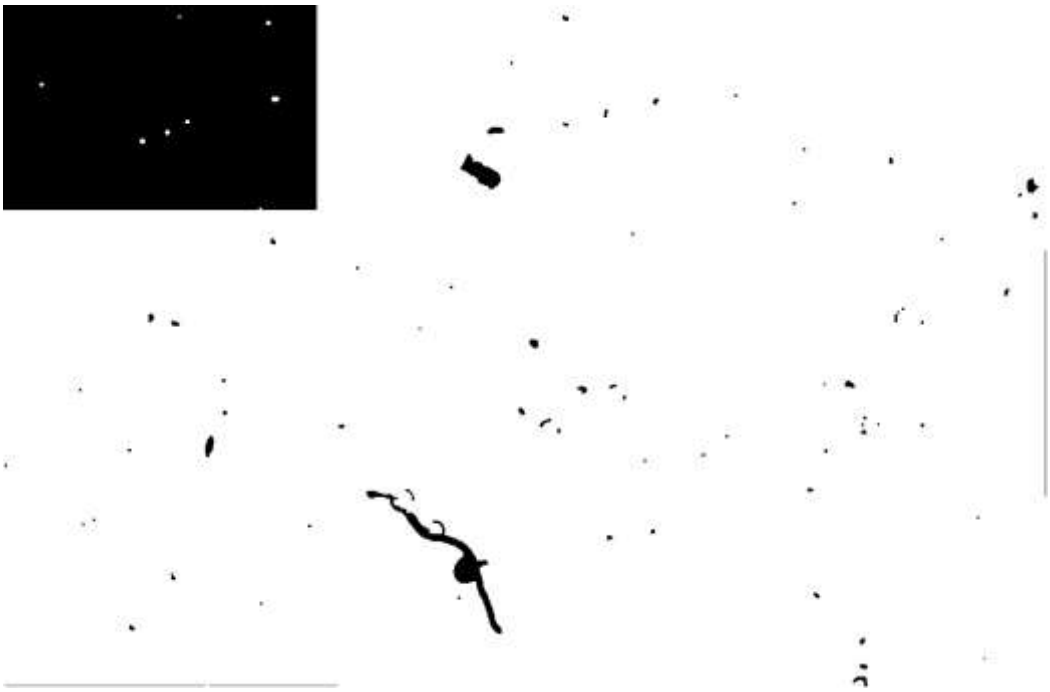


Abbildung 6-2 Binarisiertes Bild (nach Bearbeitung über genannte Verfahrensweise) mit verkleinerter Darstellung der Differenzmaske zur Entfernung von Störungen außerhalb der Focusebene

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

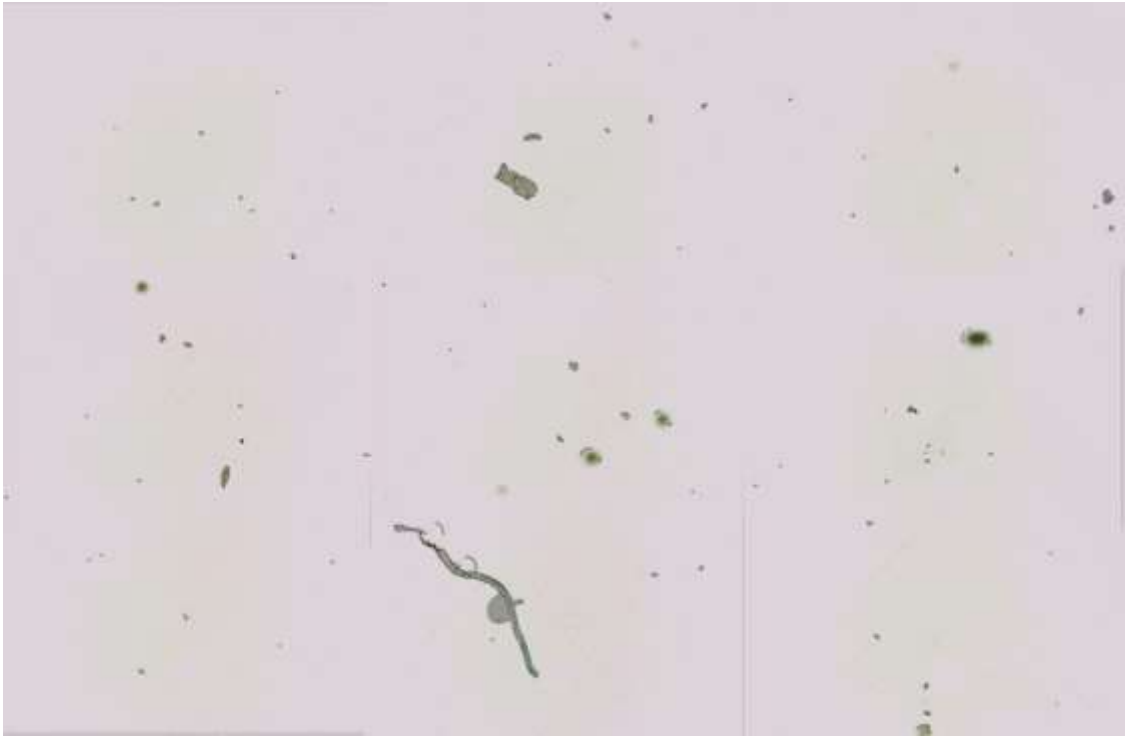


Abbildung 6-3 Darstellung des Overlays (der Überlagerung aus Originalbild und binarisiertem Bild) zur Demonstration der Anwendbarkeit des Analysenalgorithmus; alle relevanten Strukturen werden erfasst, irrelevante ausgeschlossen.

Die Anwendbarkeit der automatischen Bildanalyse (für einzelne Bilder) kann also bestätigt werden. Je individueller allerdings ein Erfassungsalgorithmus wird, desto unwahrscheinlicher ist aber auch seine Anwendbarkeit bezüglich anderer Bildausschnitte und eine statistisch signifikante Selektivität ist ebenso wenig gegeben, wie beim Einsatz von einfachen Schwellwertverfahren.

Ziel muss also sein, grundlegende Unterscheidungsmerkmale gegenüber dem „Rauschen“, also den nicht zu erfassenden Strukturen im Bild zu finden, die bezüglich der Bilddaten ubiquitär Anwendung finden können. Da aber die Kontrastdifferenz zu eben diesem Hintergrundrauschen meist – so beobachtet – sehr gering ist, bzw. sich das Signal-Rausch-Verhältnis lokal auch (mindestens für die gegenständliche Bildanalyse) gravierend ändern kann, ist als einziger praktikabler Lösungsansatz eine lokale Schwellwertdefinition in Kombination mit lokaler Lageerfassung der Helligkeits- bzw. Farbwertparameter denkbar. Dies wiederum setzt jedoch die Einteilung des gesamten Bildes in genügend kleine Bildelemente voraus, also eine Rasterung des Gesamtbildes, eine Adressierung der einzelnen Bildabschnitte mit Erfassung der interessierenden

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Parameter und entspricht gleichsam einer Verfahrensweise nicht unähnlich der Finiten-Elemente-Methode in der Mechanik.

Von einer gesamtbildlichen Betrachtungsweise mit der Definition konkreter Schwellwerte oder der Definition eines wie auch immer ermittelten Schwellwertes für das Gesamtbild sollte demnach Abstand genommen werden, da auf diese Weise für die großen vorhandenen Bandbreiten dieser Partikelparameter keine zufriedenstellende Methode mit ausreichender Signifikanz bezüglich der Unterscheidung gegenüber dem Hintergrundrauschen oder anderen Verunreinigungen gefunden werden wird können.

Vielmehr muss zunächst festgestellt werden, welche Entscheidungskriterien lokal definiert werden können. Die Form der Partikel spielt hier eine wesentliche Rolle. Die Berücksichtigung der lokalen Krümmung – bei einem lokal vorhandenen Helligkeits- oder Farbunterschied – könnte beispielsweise bereits ein weitaus signifikanteres Unterscheidungsmerkmal darstellen. Auch der lokale Gradient dieser Merkmale, d. h., die – lokale – Änderungsrate gewisser Parameter wie beispielsweise Helligkeit oder Farbwert könnte eine Einteilung deutlich verbessern und die Selektivität der Analysenmethode steigern.

Eine erhöhte Sensitivierung würde zudem über die Bildung von Merkmal-Clustern erreicht. Ein Cluster in diesem Zusammenhang bedeutet das Zusammenfassen von Bereichen gleichartiger Parameter-Werte, die lokalen Analysenbereiche würden demzufolge den geometrischen Ausdehnungen der Strukturen angepasst. Beispielsweise könnte ein Cluster aufgrund der Änderungsrate der Helligkeit definiert werden, wobei alle Bereiche heller als die dunkelste Helligkeits-Isolinie (mit der Annahme gewisser Toleranzbreiten) innerhalb dieses abgeschlossenen Raums als Partikelinhalt, alle Bereiche außerhalb als Hintergrund gewertet würden. Ebenso könnte der im jeweils angewendeten Farbraum (YUV, HSV, RGB, etc.) auftretende lokale Farbgradient herangezogen werden.

Alle genannten Möglichkeiten bedürfen allerdings erheblichen Aufwands bezüglich der Algorithmenentwicklung und müssen über eine genügend große Anzahl an Bildern verifiziert werden können. Die Entwicklung einer automatischen Bilderfassung bezüglich dreidimensionaler Strukturen stellt demnach eine große Herausforderung dar, die genügend Mittel und empirischer Versuche bedarf.

In jedem Fall müssen die gemeinsamen lokalen Merkmale jedoch zunächst erkannt und definiert werden, bevor eine Analyse diesbezüglich lokal erfolgen kann. Die Komplettierung dieser lokalen Ergebnisse auf ein Gesamtergebnis wiederum würde lediglich eine „Addition“ der Einzelergebnisse darstellen und somit einen nur geringfügigen Mehraufwand.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Eine automatische Bildanalyse von Viskosefilamenten könnte unter Umständen einfacher erfolgen. Unter der Voraussetzung ausreichend hoher Rechnerleistung aufgrund der für den praktischen Einsatz hohen nötigen Durchlaufgeschwindigkeit und der Möglichkeit der Vereinzelung der Filamente eines Garns könnte über eine Zeilenkamera die lokale Änderung der optischen Parameter viel effizienter vorgenommen werden. Werden ähnliche Partikelparameter vorausgesetzt, könnte aufgrund der recht geringen Durchmesser der Filamente der Untersuchungsaufwand auf eine (nahezu) eindimensionale Erfassung der lokalen Parametergradienten beschränkt werden, da die erwarteten Partikelgrößen in der Größenordnung den Werten der Filamentdurchmesser entsprächen und somit eine Betrachtung der relevanten Parameter nur in Faserrichtung nötig wäre.

Die Automatisierung der bildanalytischen Methoden ist somit ein sehr wünschenswertes Entwicklungsziel, um dieses zu erreichen ist allerdings noch deutlich mehr Versuchsaufwand erforderlich.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

7 Literatur

Bernt, I. (2015). Mineralisch modifizierte Cellulosefasern und ihre Anwendungen. Dornbirn: Kelheim Fibres GmbH. Abgerufen am 7. März 2016 von http://www.dornbirn-mfc.com/download/MFC-2015/2-Functionalisation/2_1709_1125_Bernt.pdf

ChemicalBook. (2016). *ChemicalBook*. Abgerufen im März 2016 von http://www.chemicalbook.com/Search_DE.aspx?keyword=

CHEMIE.DE Information Service GmbH. (1997-2016). *Brechzahl*. Abgerufen im März 2016 von http://www.chemie.de/lexikon/Brechzahl.html

Deutsche Norm: Grundlagen der Meßtechnik. Grundbegriffe (Bd. Teil 1). (1995). DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

Eins, S., & Stiller, K. (1995). Automatische Bildanalyse. In H. Robenek, *Mikroskopie in Forschung und Praxis* (S. 325-392). Darmstadt: GIT Verlag GmbH. Von http://katalog.ub.tuwien.ac.at/AC01315586 abgerufen

Filmetrics, Inc. (2016). *Brechungsindex von Cellulose*. Abgerufen im März 2016 von http://www.filmetrics.de/refractive-index-database/Cellulose

Freie Universität Berlin - Institut für Chemie und Biochemie. (2000). *Kunststoffe zum Kennenlernen*. Von http://www.chemie.fu-berlin.de/chemistry/kunststoffe/viskosyn.htm abgerufen

Gebert-Germ, M., & Müller, B. (2015). A Continuous Shrinkage Process for High Tenacity Viscose Multifilament Yarns. Dornbirn: Glanzstoff Industries GmbH. Abgerufen am 7. März 2016 von http://www.dornbirn-mfc.com/download/MFC-2015/1-Fiber-Innovations/1_1709_1735_Gebert-Germ.pdf

Gerlach, D. (1995). Lichtmikroskopie. In H. Robenek, *Mikroskopie in Forschung und Praxis* (S. 13-85). Darmstadt: GIT Verglag GmbH. Von http://katalog.ub.tuwien.ac.at/AC01315586 abgerufen

Glanzstoff Industries GmbH. (2016). *Der Viskose-Prozess*. Abgerufen in 2016 von http://www.glanzstoff.com/de/der-viskose-prozess-1404042198.html

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Glanzstoff Industries GmbH. (2016). *Viscord*. Abgerufen am 7. März 2016 von http://www.glanzstoff.com/de/viscord-1404042196.html

Götze, K. (1967). *Chemiefasern nach dem Viskoseverfahren* (Bd. 1). Springer-Verlag.

Götze, K. (1967). *Chemiefasern nach dem Viskoseverfahren* (Bd. 2). Springer-Verlag.

Graham, M. (2003). The Coulter Principle: Foundation of an Industry. (T. A. Automation, Hrsg.) *Journal of Laboratory Automation*(Vol. 8 No. 6), S. 72-81. doi:10.1016/S1535-5535(03)00023-6

Hölzl, J., & Bancher, E. (1965). *Bau und Eigenschaften der organischen Naturstoffe.* Wien: Springer-Verlag. doi:10.1007/978-3-7091-8125-6

Huber, B. (7. März 1985). Viskosespinnfasern in nichtkonventionellen Einsatzgebieten. *Lenzinger Berichte*(58), S. 78 - 80. Abgerufen am 7. März 2016 von http://www.lenzing.com/fileadmin/template/pdf/konzern/lenzinger_berichte/ausgabe_58_1985/LB_1985_11_Huber.pdf

Kayser, O., & Averesch, N. (2015). *Technische Biochemie.* 2015: Springer Fachmedien Wiesbaden GmbH.

Lenzing AG. (2008). Fokus Nachhaltigkeit. *Nachhaltigkeit in der Lenzing Gruppe 2008*. (L. AG, Hrsg.) Von http://www.lenzing.com/sites/nh08/html/1.htm abgerufen

Männer, J., Gallo, M., Kulka, S., & Slater, A. (September 2015). New TENCEL® fibers for wet laid processing. Dornbirn: Lenzing AG. Abgerufen am 7. März 2016 von http://www.dornbirn-mfc.com/download/MFC-2015/3-NonWoven/3_1609_1555_M%C3%A4nner.pdf

Marini, I. (2015). Coulter-Methode in der Viskose-Herstellung. (W. Ipsmiller, Interviewer) TUW Vienna, Institute of Chemical Engineering.

Meierkord, H. (16. September 2015). The European Man-made Fibres Industry: Global Overcapacities and Other Challenges. Dornbirn, Austria: CIRFS European Man-made Fibres Association. Abgerufen am 7. März 2016 von http://www.dornbirn-mfc.com/download/MFC-2015/0-Opening/0_1609_0935_H%20MEIERKORD.pdf

Müller, B. (2014). Green dipping technologies - a case study how regulatory constraints influence innovation and its application. Glanzstoff Industries. Von http://www.reach.lu/mmp/online/website/menu_vert/documentation/301/file_13895/bernhard_muller_-_innovation_case_study.pdf abgerufen

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Müller, B. (17. September 2015). Potential alternatives to resorcinol-formaldehyde-latex dipping for tire reinforcements. Dornbirn: Glanzstoff Industries GmbH. Abgerufen am 7. März 2016 von http://www.dornbirn-mfc.com/download/MFC-2015/2-Functionalisation/2_1709_1150_Mueller.pdf

Müller, B., & Rußler, A. (2015). Projektbesprechung: Viskoseherstellung. (W. Ipsmiller, Interviewer) St. Pölten, Glanzstoff Industries GmbH, headquarters.

Österreichisches Chemiefaser-Institut. (2015). Programm. *54. Chemiefaser-Tagung Dornbirn.* Wien.

PAMAS Partikelmess- und Analysesysteme GmbH. (August 2013). Reproduzierbere Messergebnisse: Pamas SBSS - Bewährtes Referenzinstrument für die Partikelanalyse im Labor. (W. S. GmbH, Hrsg.) *reinraum online*(08-2013), S. 11. Abgerufen im März 2016 von http://www.reinraum.de/uploads/files/newsletter_de_08_2013.pdf

PAMAS Partikelmess- und Analysesysteme GmbH. (2014 a). PAMAS SBSS Partikelmess-System für viskose Flüssigkeiten. Von https://www.pamas.de/fileadmin/user_upload/download/brochure/Labor-Partikelzaehler/PAMAS_SBSS/SBSS_de_screen.pdf abgerufen

PAMAS Partikelmess- und Analysesysteme GmbH. (2014 b). PAMAS HCB-LD Optische Sensoren für die Partikelanalyse von 1 bis 8000 µm. Abgerufen im März 2016 von https://www.pamas.de/fileadmin/user_upload/download/brochure/Sensoren/PAMAS_HCB-LD/HCB-LD_de_screen.pdf

PAMAS Partikelmess- und Analysesysteme GmbH. (2014 c). PAMAS SLS-25/25 Kontaminationsanalyse von Flüssigkeiten ab 0,5 µm bzw. 1,5 µm(c). Abgerufen im März 2016 von https://www.pamas.de/fileadmin/user_upload/download/brochure/Sensoren/PAMAS_SLS-2525/SLS-2525_de_screen.pdf

Partikelzähler, Optimal für Proteine. (November 2012). *Laborpraxis*(36. Jhg., LP 11), S. 57. Abgerufen im März 2016 von http://files.vogel.de/vogelonline/vogelonline/issues/lp/4290.pdf

Reininghaus-Chemie GmbH & Co.KG. (2012). Polyglykol PEG 400. Abgerufen im März 2016 von www.reininghaus.de/content/download/11028/122259/file/310079-sp40.10-Polyglykol_PEG_400.pdf

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Robenek, H. (1995). *Mikroskopie in Forschung und Praxis.* (H. Robenek, Hrsg.) Darmstadt: GIT Verlag GmbH.

Roy, K.-M. (2000). Xanthates. In *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry* (Bd. 39). Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. doi:10.1002/14356007.a28_423

Rykova, L., Dmitriev, V., & Serkov, A. (01. 07 1991). Formation of secondary gel particles in viscose. *Fibre Chemistry*(22 No. 4), S. 263-265. doi:10.1007/BF00548105

Santen, M., & Kallee, U. (10 2012). *www.greenpeace.at.* (F. 1. Greenpeace in Zentral- und Osteuropa, Hrsg.) Abgerufen in 2016 von http://www.greenpeace.org/austria/Global/austria/dokumente/Reports/gifte_outdoor_report_2012.pdf

Schleicher, H., & Borrmeister, B. (1998). Investigations on the state of solution of viscose. (L. AG, Hrsg.) *Lenzinger Berichte*(78), S. 7 - 8. Abgerufen in 2016 von http://www.lenzing.com/fileadmin/template/pdf/konzern/lenzinger_berichte/ausgabe_78_1998/LB_1998_01_Schleicher.pdf

Serkov, A., & Novikova, N. (01. 03 1993). Mechanism of secondary gel-particle formation in viscose. *Fibre Chemistry*(24 No. 2), S. 105-108. doi:10.1007/BF00555025

Sitte, P. (1973). Methodengefüge und Erkenntnisfortschritt. *Naturwissenschaften*(60), S. 333 - 339.

Steinhoff, S., & Wagner, P. (2015). *filmscanner.info.* Abgerufen in 2015 von http://www.filmscanner.info/FilmscannerKlassen.html

Treiber, E. (1961). The state of solution of technical viscose. *Journal of Polymer Science*(Volume 51, Issue 155), S. 297-315. doi:10.1002/pol.1961.1205115518

Treiber, E., & Nadziakiewicz, H. (1963). New contributions to the state of viscose. *Journal of Polymer Science Part C*(Volume 2, Issue 1), S. 357-376.

Wagner, P. (2016). *filmscanner.info.* Abgerufen am 2016 von http://www.filmscanner.info/Dichte.html

Wefers, H., & Cameron, P. (2015). *www.bund.net.* (B. f. (BUND), Hrsg.) Abgerufen in 2016 von https://www.bund.net/fileadmin/bundnet/publikationen/chemie/150714_bund_chemie_fluor_studie.pdf

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Wien, C. F.-U. (Hrsg.). (2016). *Lichtmikroskopie online - Theorie und Anwendung*. Abgerufen im März 2016 von https://www.univie.ac.at/mikroskopie/index.htm

Wimmer, P. (2014). Viskose-Spezialfasern für Filtrationsanwendungen. *F & S Filtrieren und Separieren*(28 Nr. 1), S. 16 - 21. Abgerufen am 7. März 2016 von http://www.fs-journal.de/Schwerpunktthemen/2014/deutsch/3_14.pdf

Winter, M. (2015). Untersuchung des Zerkleinerungsprozesses von Zellulosefasern in einer Schneidmühle und Charakterisierung der dabei erhaltenen Kurzfasern. 92. Wien: Technische Universität Wien.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Abbildungen

Abbildung 1-1 Prinzip der Verstärkung von Reifenlaufflächen und -karkassen (Müller, 2014, S. 8) 1

Abbildung 2-1 „Cellobiose-Einheit“ (Götze, 1967, S. 219 - 223; Kayser & Averesch, 2015, S. 60 - 64). 6

Abbildung 2-2 „Der Viskose-Prozess“ (Glanzstoff Industries GmbH, 2016) 8

Abbildung 2-3 Schema zur Herstellung von Viskoselösungen (Roy, 2000, S. 636) 10

Abbildung 2-4 Partikelgrößenbereich; „the particle spectrum“ (Treiber, 1961, S. 302) 12

Abbildung 2-5 Partikelanzahl in Abhängigkeit des Durchmessers (Treiber, 1961, S. 298) 14

Abbildung 2-6 Viskosität von Spinnlösungen verschiedenen Cellulose-Ursprungs, Einfluss der Mischdauer (Treiber, 1961, S. 299) 15

Abbildung 2-7 Versuchsanordnung Gelpartikelgehaltbestimmung; Entstehung diffusionslimitierter Grenzschichten in Viskoseströmungen (Rykova et al., 1991, S. 264) 17

Abbildung 2-8 Änderung des Verhältnisses $\overline{\tau}$ der Zeit für den Stoffaustausch in der Grenzschicht zur mittleren Zeit für den Fluid-Austrag aus dem Strömungskanal (Serkov & Novikova, 1993, S. 106) 20

Abbildung 2-9 Zeit für vollständigen Diffusionsaustausch der Wandgrenzschicht τ^* abhängig von der Dicke dieser Grenzschicht bzw. vom Abstand zur Wand (Serkov & Novikova, 1993, S. 107) 21

Abbildung 2-10 Temperaturabhängigkeit der Koagulation von Viskose (Serkov & Novikova, 1993, S. 107) 21

Abbildung 2-11 Grundprinzip der Partikelzählung durch Konduktometrie (Graham, 2003) 24

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Abbildung 2-12 Partikelmessung durch Lichtblockade bzw. Streulicht (PAMAS Partikelmess- und Analysesysteme GmbH, 2014 c) 24

Abbildung 2-13 Kontrast in Abhängigkeit der Hintergrundintensität (Lichtmikroskopie online - Theorie und Anwendung, 2016) 29

Abbildung 2-14 Prinzip eines Durchlicht-Flachbettscanners (Steinhoff & Wagner, 2015) 31

Abbildung 2-15 Prinzipbild der mikroskopischen Bilderzeugung im Durchlicht (Lichtmikroskopie online - Theorie und Anwendung, 2016) 32

Abbildung 3-1 Schematische Darstellung von Probennahme und Probenaufbereitung ... 36

Abbildung 3-2 Versuchsanordnung zur Herstellung von Viskosefilmen 38

Abbildung 3-3 Versuchsanordnung für die Partikelanalyse der Spinnlösung 40

Abbildung 3-4 Schematische Darstellung aller Probennahmestellen 42

Abbildung 3-5 Versuchsanordnung zum Test verschiedener Filtermittel-kombinationen 45

Abbildung 3-6 Schematische Darstellung der Probennahmeanordnung 45

Abbildung 3-7 Flachbettscanner mit Durchlichteinheit, EPSON Perfection V500 Photo ... 48

Abbildung 3-8 Mikroskop Olympus BX61 + verwendete Objektive 48

Abbildung 3-9 Mikroskop Leica DMLS mit Phasenkontrasteinrichtung u. -objektiven 49

Abbildung 3-10 Objektmikrometer für Durchlicht 51

Abbildung 3-11 Probenaufbereitung der Filmausschnitte für die Mikroskopie 53

Abbildung 3-12 Färben mittels Iod-Zinkchlorid-Lösung 57

Abbildung 3-13 Färben mittels Reaktivfarbstoff 58

Abbildung 3-14 Erstellung von Bildern mit AnalySiS aus den präparierten Proben 61

Abbildung 4-1 Darstellung des Gangs der Partikelkonzentration für Viskosen aus zwei unterschiedlichen Entnahmestellen 70

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Abbildung 4-2 Vergleich des Auflösungsvermögens von Scanner und Mikroskop über die Abbildung eines Objektmikrometers 72

Abbildung 4-3 Methodenvergleich anhand Einzelfilamentproben 73

Abbildung 4-4 Methodenvergleich für einen CNT-gefüllten Viskosefilm 74

Abbildung 4-5 Hellfeldmikroskopie von Viskosefilmen mit und ohne Hilfsmedium 75

Abbildung 4-6 Einfluss des Hilfsmediums bei Phasenkontrastmikroskopie 76

Abbildung 4-7 Heißfärbung von Viskosefilmen mit Reaktivfarbstoff: Kontrast 77

Abbildung 4-8 Manuelle Partikelzählung 78

Abbildung 4-9 Typische Verteilung der Messdaten einer ausgewählten Messung mittels Kontaminationsanalyse der Spinnlösung 81

Abbildung 4-10 Typische Verteilung der äquivalent umgerechneten Messdaten einer ausgewählten Messung mittels optischer Bildanalyse 82

Abbildung 4-11 Parallele Darstellung der Verteilungen aller zur Auswertung verwendeten Messungen der Kontaminationsanalyse der Spinnlösung 83

Abbildung 4-12 Parallele Darstellung der Verteilungen aller zur Auswertung verwendeten Messungen der optischen Bildanalyse 84

Abbildung 4-13 Durchschnittliche Anzahlverteilungen der Partikeldurchmesser bzw. äquivalenten Partikeldurchmesser 86

Abbildung 4-14 Verteilung des Faktors zwischen Partikelanzahl der Analyse der Spinnlösung und Äquivalentpartikelanzahl der Bildanalyse 89

Abbildung 4-15 Überprüfen der Faktoren aus Tabelle 4-3 auf Normalverteilung 92

Abbildung 4-16 Darstellung der Faktoren aus Tabelle 4-3 zum Vergleich mit Normalverteilung; Q-Q-Plot 93

Abbildung 5-1 Vergleich Retentat der 1. Stufe und Filtrat der 2. Stufe der Hauptfiltration 98

Abbildung 5-2 Problem bei der Auswertung von Filmabschnitten mit kleinskaligen Störungen 105

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Abbildung 6-1 Originalbild aus der Multiple-Image-Alignment-Funktion der Software AnalySiS 115

Abbildung 6-2 Binarisiertes Bild mit verkleinerter Darstellung der Differenzmaske zur Entfernung von Störungen außerhalb der Focusebene 115

Abbildung 6-3 Darstellung des Overlays zur Demonstration der Anwendbarkeit des Analysenalgorithmus 116

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Tabellen und Listen

Tabelle 2-1 Entstehung sekundärer Gelpartikel in Abhängigkeit der Temperatur und Zirkulationsdauer (Rykova et al., 1991, S. 264) 17

Tabelle 3-1 Auflistung der Paarungen für den Filtermitteltest 46

Tabelle 3-2 Brechungsindizes für die verwendeten Hilfsmedien und Luft 52

Tabelle 3-3 Bildeinstellungen für die Bildanalyse mittels der Software AnalySiS unter Verwendung des Mikroskops Olympus BX61 im Hellfeld-Durchlicht 62

Tabelle 4-1 Durchschnittswerte physikalischer Daten für Viskosefilme 79

Tabelle 4-2 Arithmetische Klassenmittelwerte und -standardabweichungen zu den aus Messdaten der verwendeten Messreihen erstellten mittleren Partikelgrößenanzahlverteilungen 87

Tabelle 4-3 Gesamtpartikelanzahlen für Analyse der Spinnlösung und Äquivalent-partikelanzahlen für die optische Bildanalyse 90

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Symbole und Indizes

Strömungsmechanische Größen

Größe	Symbol	gebräuch-liche Einheit	SI-Einheit	Beschreibung
Diffusionskoeffizient	D	$cm^2 \cdot s^{-1}$	$m^2 \cdot s^{-1}$	
Grenzschichtdicke	δ	μm od. mm	m	Dicke der immobilen, stationären Diffusionszone in der Nähe von Wänden
relative Grenzschichtdicke	$\bar{\delta}$	1	$m \cdot m^{-1}$	Dicke der immobilen, stationären Diffusionszone in der Nähe von Wänden
stoffspezifischer Exponent	n	1	(dimensions-los)	
Radius	r	mm	m	Radialkomponente einer Kreisflächengeometrie
relativer Radius	$\bar{r}$	1	$m \cdot m^{-1}$	Radius bezogen auf Rohrinnenradius
Rohrinnenradius	R	mm	m	Radius der offenen Kreis-fläche einer Rohrleitung
Zeit für Stoffaustausch in der Grenzschicht	τ	$\min$ od. s	s	Zeit für Stoffaustausch über Diffusion zwischen Grenzschicht und Hauptströmung
Stoffaustausch-Zeitverhältnis	$\bar{\tau}$	1	$s \cdot s^{-1}$	Verhältnis der für Stoffaustausch in der Grenzschicht nötigen Zeit zur mittleren nötigen Zeit eines Fluidelements für das Durchströmen eines Rohrabschnitts

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Größe	Symbol	gebräuch-liche Einheit	SI-Einheit	Beschreibung
Zeit für das Durchströmen eines Rohrabschnitts	τ_m	s	s	
Zeit für vollständigen Austausch der Grenzschicht	τ^*	$\min$ od. s	s	Zeit für vollständigen Austausch der immobilen Grenzschicht an Wänden durch Diffusion in den und aus dem Hauptstrom
Koagulationszeit	$\tau_{coag,\min}$	$\min$ od. s	s	Standzeit, ab welcher der Verlust an Fluidität ein definiertes Maß erreicht; empirische Größe
Strömungs-geschwindigkeit in Hauptstromrichtung	v	$m \cdot s^{-1}$	$m \cdot s^{-1}$	Strömungsgeschwindigkeit eines Fluids in einer Rohrleitung
Strömungs-geschwindigkeit in Hauptstromrichtung, Mittelwert	v_m	$m \cdot s^{-1}$	$m \cdot s^{-1}$	über den Querschnitt gemittelte Strömungs-geschwindigkeit
Strömungs-geschwindigkeit in der Grenzschicht, Mittelwert	$v_{m,\delta}$	$m \cdot s^{-1}$ od. $mm \cdot s^{-1}$	$m \cdot s^{-1}$	

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Partikelzählung

Größe	Symbol	gebräuch-liche Einheit	SI-Einheit	Beschreibung
(Bild-)auflösung	-	$\mu m \cdot Pixel^{-1}$ od. dpi	n. a.	Seitenlänge eines quadratischen Punktes, die ein Bildgebungssystem gerade noch imstande ist, unterscheidbar aufzulösen
mittlere Fläche der aufgetragenen Spinnlösung	$\bar{A}_1$	cm^2	m^2	aus einer definierten Anzahl auf Glasplatten aufgestrichener Mengen Spinnlösung bestimmte mittlere Fläche dieser Filme
mittlere Fläche eines Viskosefilms, Regenerat	$\bar{A}_2$	cm^2	m^2	aus einer definierten An-zahl an Filmen bestimmte Durchschnittsfläche
Fläche eines Bildausschnitts	A_{BA}	cm^2	m^2	über Bildkanalwerte (optische Analyse) exakt bestimmte Fläche eines betrachteten Ausschnitts
mittlerer Klassen-durchmesser	$mittl.\ d$	μm	m	Klassenmittel des Partikeldurchmessers der einzelnen Klassen bei der Partikelzählung durch Kontaminationsanalyse bzw. des Äquivalent-partikeldurchmessers bei Zählung durch optische Bildanalyse
mittlere Masse der Spinnlösung	$\bar{m}_1$	g	kg	Durchschnittswert der Masse für die zur Viskosefilmherstellung aufgestrichenen Menge Spinnlösung

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Größe	Symbol	gebräuch-liche Einheit	SI-Einheit	Beschreibung
mittlere Masse, Regenerat	$\bar{m}_2$	g	kg	aus einer definierten Anzahl an Filmen bestimmte durchschnittliche Masse
Partikelgehalt der Spinnlösung	N_1	1	n. a.	Partikelanzahl in der für die Filmherstellung aufgestrichenen Viskosemenge
Gesamtpartikel-anzahl, Regenerat	N_2	1	n. a.	ausgehend von der für während einer Bildanalyse-reihe pro Bildausschnitt bestimmten Partikelanzahl hochgerechnete Partikelanzahl für einen gesamten Viskosefilm
Anzahl der Bildausschnitte	n_{BA}	1	(dimensions-los)	pro Messung (Bildanalyse) betrachtete Anzahl an Bildausschnitten
Anzahl der Partikel pro Bildausschnitt	N_{BA}	1	n. a.	während der optischen Bildanalyse pro Bildausschnitt gezählte Partikelanzahl
Äquivalent-partikelanzahl	$N_{eq.}$	1	n. a.	während der optischen Bildanalyse bestimmte Partikelanzahl, umgelegt auf die Spinnlösung
Dichte der Spinnlösung	ρ_1	$g \cdot cm^{-3}$	$kg \cdot m^{-3}$	
Dichte Regenerat	$\bar{\rho}_2$	$g \cdot cm^{-3}$	$kg \cdot m^{-3}$	errechnete durschschnitt-liche Dichte des Regenerats
mittlere Dicke eines Films, Spinnlösung	$\bar{s}_1$	μm	m	berechnete durchschnittliche tatsächliche Filmdicke

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Größe	Symbol	gebräuch-liche Einheit	SI-Einheit	Beschreibung
mittlere Dicke eines Viskosefilms, Regenerat	$\bar{s}_2$	μm	m	aus einer definierten Anzahl an Filmen und Messungen pro Film bestimmte durchschnittliche Dicke
Volumen bzw. mittleres Volumen der Spinnlösung	$V_1, \bar{V}_1$	cm^3	m^3	Volumen bzw. Durchschnittswert des Volumens der zur Viskosefilmherstellung aufgestrichenen Menge Spinnlösung
Gesamtvolumen bzw. mittleres Gesamtvolumen, Regenerat	$V_2, \bar{V}_2$	cm^3	m^3	gesamtes bzw. gesamtes mittleres Volumen eines Films regenerierter Viskose
Volumen eines Bildausschnitts	V_{BA}	cm^3	m^3	Volumen eines betrach-teten Bildausschnitts (optische Analyse)
Messvolumen der Kontaminations-analyse	$V_{norm.}$	1	n. a.	standardmäßig während der Kontaminationsanalyse beprobtes Volumen

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

(Licht-)Optik

Größe	Symbol	gebräuch-liche Einheit	SI-Einheit	Beschreibung
auflösbare Länge unter Berücksichti-gung der Beugung	a	μm	m	Berücksichtigung von Beugungseffekten für d (Wellencharakter des Lichts; Rayleigh-Kriterium)
Öffnungswinkel, Akzeptanzwinkel	α	° (Grad, Winkelmaß)	„Grad“ zum Gebrauch mit SI zugelassen	bezüglich eines fokalen optischen Systems: Winkel zwischen Punkt auf optischer Achse und Öffnung des Strahlengangs (Ein- bzw. Austrittspupille)
auflösbare Länge	d	μm	m	gerade noch unterscheid-bar darstellbarer Abstand zwischen zwei Punkten
Wellenlänge	λ	nm	m	Wellenlänge elektromagn. Strahlung; in der Optik jene des verwendeten Lichts
numerische Apertur	NA	1	(dimensions-los)	Lichtfokussierungsver-mögen optischer Elemente; Produkt aus Sinus des halben (objektseitigen) Öffnungswinkels einer optischen Linse und Brechungsindex des sie umgebenden Mediums
(standardisierter) Brechungsindex	n_D^{20}	1	(dimensions-los)	optische Materialeigen-schaft; setzt Wellenlänge und Phasengeschwindigkeit von Licht in einem Medium ins Verhältnis mit Vakuum-Werten derselben; meist standardisiert auf T = 20°C und λ ≈ 589 nm (Natrium-D-Linie)

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Sedimentation (Stokes)

Größe	Symbol	gebräuch-liche Einheit	SI-Einheit	Beschreibung
dynamische Viskosität	$\eta, \eta_{\max}$	$Pa \cdot s$	$kg \cdot m^{-1} \cdot s^{-1}$	dynamische Viskosität; max. dyn. Viskosität von Luft bei Standardbedingungen
kinematische Viskosität	ν	$m^2 \cdot s^{-1}$	$m^2 \cdot s^{-1}$	
Partikelradius	$r_P, \overline{r}_P$	μm	m	Radius bzw. angenommener Durchschnittsradius aufsteigender Luftblasen in der Spinnlösung
Reynolds-Zahl	Re	1	(dimensionslos)	
Dichte	ρ	$g \cdot cm^{-3}$	$kg \cdot m^{-3}$	Stoffdichte unter definierten Umgebungsbedingungen
Luftdichte unter Standardbedingungen	ρ_{Luft}	$kg \cdot m^{-3}$	$kg \cdot m^{-3}$	
Partikeldichte	ρ_P	$kg \cdot m^{-3}$	$kg \cdot m^{-3}$	entspricht hier der Luftdichte; $\rho_P = \rho_{Luft}$
Filmdicke	s_{SL}	μm	m	Dicke eines dünnen Films Spinnlösung, allgemein
Steigzeit	t	h	s	für Durchwandern einer Schicht aus Spinnlösung definierter Dicke nötige Zeit
Steig-geschwindigkeit	v_P	$mm \cdot s^{-1}$ od. $m \cdot s^{-1}$	$m \cdot s^{-1}$	Geschwindigkeit, mit der sich Luftblasen in der Spinnlösung entgegen der Schwerkraft bewegen

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Indizes

Index	Beschreibung
m bzw. $\overline{}$	(arithmetisches) Mittel einer physikalischen Größe bezüglich eines charakteristischen Parameters
δ	Größe zur Beschreibung der Grenzsschicht
Objektiv	Größe bezüglich eines optischen Objektivs
Kondensor	Größe bezüglich des Kondensors in einem optischen Strahlengang
1	wenn nicht anders angegeben: Größe bezüglich der Spinnlösung
2	wenn nicht anders angegeben: Größe bezüglich Celluloseregenerat

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Anhang I – Auszug aus Winter (2015)

Bereitung der Färbeflotte und Heizzyklus für die Heißfärbung (Kapitel 3.2.3) mittels des Reaktivfarbstoffes Novacron Black NN werden angelehnt an die Methodenbeschreibung nach Winter (2015, S. 16 - 17) durchgeführt:

„Due to contrast problems it was necessary to dye white fiber samples before analyzing them with the scanner. Colored fibers could be analyzed without dying. For dying the reactive dye Novacron Black NN was used. The dying procedure was based on a scheme found in literature and was slightly amended [38]. A stock solution of distilled water containing 80 g/l sodium chloride, 40 g/l sodium carbonate and 2 g/l sodium hydroxide was prepared. 0.5 g fiber sample were dispersed in 35 ml of this stock solution and about 0.04 g (one spattle top) of Novacron Black NN were added. This mixture was then stirred using a magnetic stirrer and heated following the temperature profile shown in Figure 1.

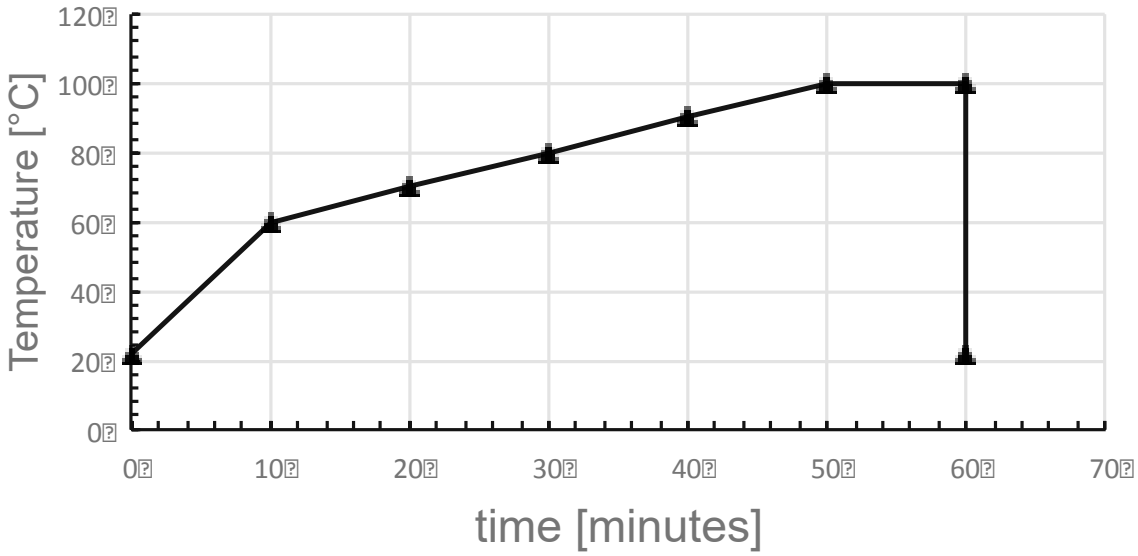


Figure 1: Temperature profile for fiber dying reaction

After the dying reaction the fiber/dying solution mixture was diluted with distilled water and again stirred for washing. Afterwards the fibers were separated using a blue ribbon filter, a strainer, a feeding bottle and a water-pump-jet. After separation the fibers were dried by sucking air through the formed fiber fleece on the filter. Afterwards the fiber sample was ready for characterization.“

(Winter, 2015, S. 16 - 17)

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Anhang II – Microsoft-Excel-Templates mit Quellcodes für VBA

Für die Aufbereitung und den Vergleich der Daten der Kontaminationsanalyse der Spinnlösung und der Daten der optischen Bildanalyse werden zwei Microsoft-Excel-Templates erstellt, die nacheinander zu verwenden sind. Die Bearbeitung der Datensätze innerhalb dieser Templates erfolgt automatisch über das Ausführen von Visual-Basic-Modulen. Hierfür wird eine definierte Ordnerstruktur für In- und Output-Files vorgegeben; diese Struktur kann innerhalb der Header der VBA-Module bedarfsgerecht angepasst werden.

Im Folgenden wird die Verwendung der die Makros enthaltenden Templates beschrieben. Die wesentlichen Elemente der Templates werden in Abbildungen dargestellt, die VBA-Codes werden als Text abgedruckt, ebenso wird die Verwendungsbeschreibung angegeben. Insoweit die entsprechenden Elemente direkt übernommen werden, wird die englische Originalsprache beibehalten. (Betreffend die elektronischen Versionen der Excel-Templates bitte beim Autor anfragen.)

Anwendungsbeschreibung – USER GUIDE

How to perform the evaluation of conductometry with optical analysis

---

!ATTENTION!

! For correct function, an Excel version capable of dealing with macros is needed.
(For development of the templates, an "Excel 2013" version was used.)

!! Please, make sure the correct data path is provided to the macros on every machine they are going to be used on.
(You only need to do this once before use.)

Therefore, within BOTH of the Excel templates, navigate to "Ansicht -> macros -> choose "work_all_files_in_folder(s)" -> Bearbeiten" and on top of the page displayed in the macro editor, enter the path in which the folder "evaluation_optical-conductometry" is contained. Afterwards, save the Excel workbooks as TEMPLATES (*.xltm) again. (Create new templates or simply overwrite the old ones.)

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

!! For correct processing, the number of images within one optical measure and other data concerning film making and optical equipment have to be entered on the "Input" sheet of the first template (see description below).
Default values are already set. Make sure to change the values whenever the process changes and to save the changes to the TEMPLATE!
(This only needs to be done once, as long as the film making and analysation procedure do not change.)

! Do not change the structure inside "evaluation_optical-conductometry" folder, for it is necessary with the macros to work correctly.

! For correct comparison (i.e. colouration of curves in the Excel comparison sheets), use only alike names for conductometry and optical analysis!
For overall comparison, it is only necessary to place files of conductometry and files of optical analysis in the correspondent input folder.

! The macros will handle a maximum number of 1000 particle counts per measurement table within the folder "input_optical". A higher number of particles counted per measure within the software AnalySiS will thus lead to wrong results!

! The "processed_" folders are wiped when executing the macro of the first Excel template!
(If necessary, ensure data within the folders are saved prior to macro usage.)

Macro usage

There are two Excel templates, containing one Visual Basic Macro each. These two macros have to be executed subsequently.

Therefore, open first template and execute macro with the shortcut "ctrl + m".
Then, open second template and as well execute macro with "ctrl + m".

FIRST TEMPLATE "01_preparation_of_measurement_files" ..
..will prepare data from Excel-Sheets obtained with conductometric and optical analysis for correct comparison.
The samples of optical analysis are renamed, where the prior "o" in the processed file name stands for the results of the optic method and the prior "c" for the conductometric method.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

When conducted, the processed data will be placed insid the "processed_conductometry" and "processed_optical" folders.
(The workbook can be saved, if desired, the template will not change.)

SECOND TEMPLATE "02_evaluation_conductometry_optical_analysis" ..
..will create seperate sheets within the workbook from the data inside the "processed_" folders and load the values required for comparison / evaluation of conductometric / optical analysis into diagrams.
For each evaluation, an Excel workbook file will be saved to the "evaluated_data_conductometry_optical_analysis" folder.

Input folders / input file format

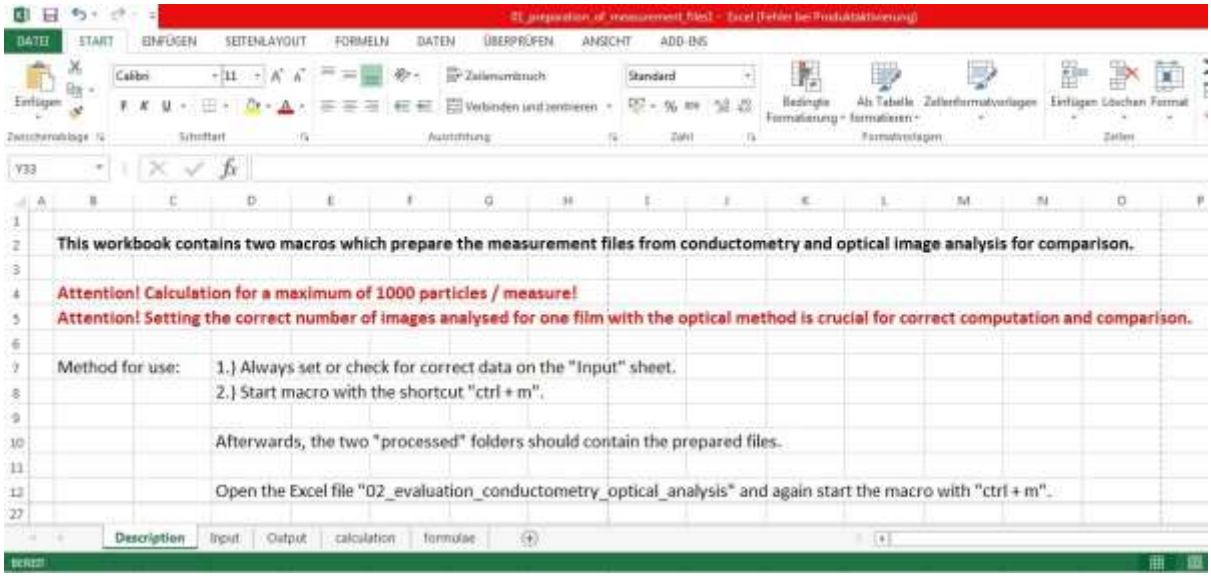
Results from conductometry (Excel sheets) are to be placed inside "input_conductometry".
Results from optical analysis (Excel sheets) are to be placed inside "input_optical".

The macros only accept Excel files.
The format of files obtained during the optical analysis with AnalySiS have to show the following structure. (Choose the appropriate output scheme within the AnalySiS software.)

	A	B	...
1	2D Object	2D Object	
2	Area	Perimeter	
3	µm²	µm	
4	[value]	[value]	
5	[value]	[value]	
.	.	.	
.	.	.	
.	.	.	

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

Template 1 – Ein- / Ausgabestruktur, Berechnung schematisch



This workbook contains two macros which prepare the measurement files from conductometry and optical image analysis for comparison.

Attention! Calculation for a maximum of 1000 particles / measure!

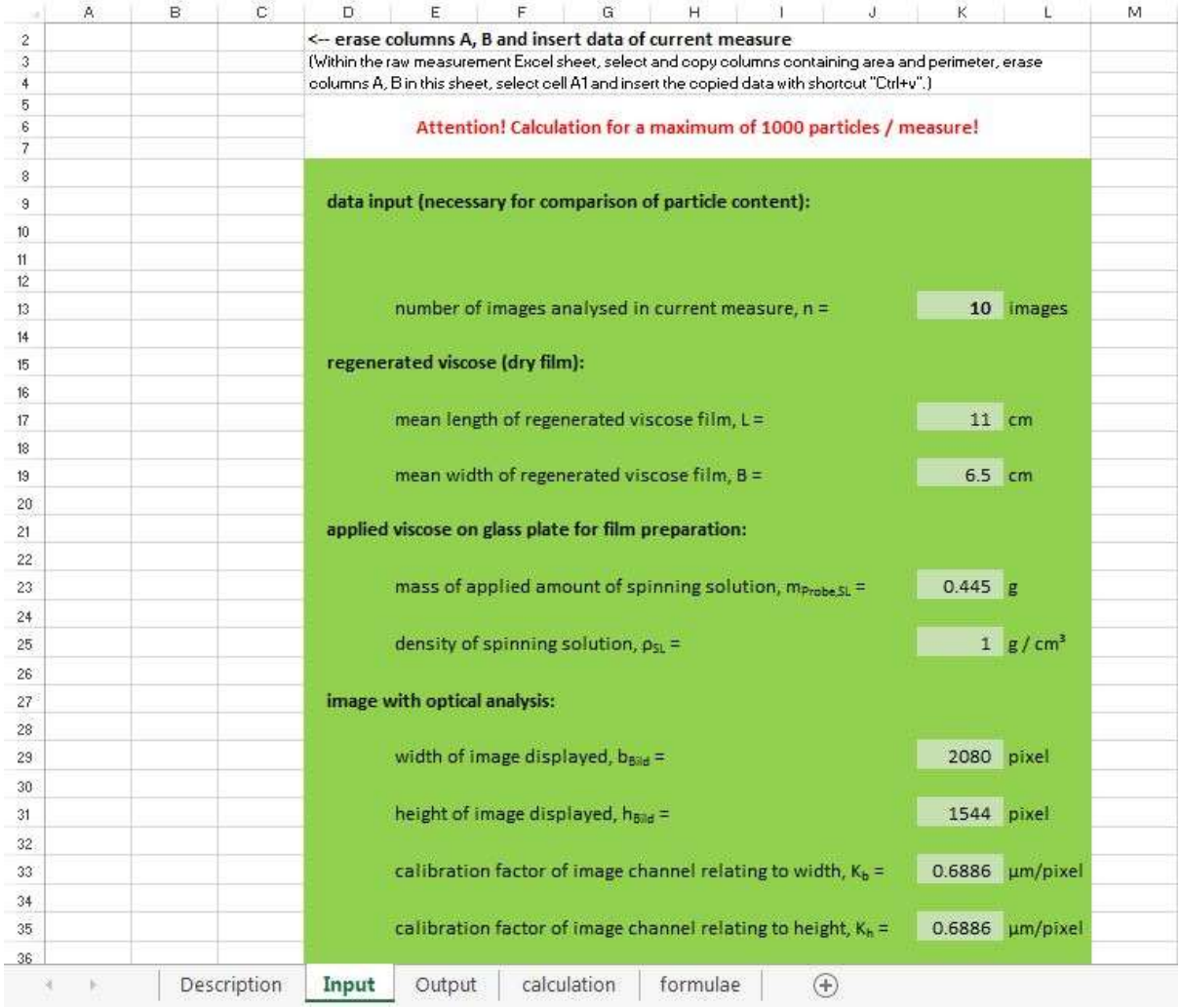
Attention! Setting the correct number of images analysed for one film with the optical method is crucial for correct computation and comparison.

Method for use:
1.) Always set or check for correct data on the "Input" sheet.
2.) Start macro with the shortcut "ctrl + m".

Afterwards, the two "processed" folders should contain the prepared files.

Open the Excel file "02_evaluation_conductometry_optical_analysis" and again start the macro with "ctrl + m".

Description | Input | Output | calculation | formulae



<-- erase columns A, B and insert data of current measure

(Within the raw measurement Excel sheet, select and copy columns containing area and perimeter, erase columns A, B in this sheet, select cell A1 and insert the copied data with shortcut "Ctrl+v".)

Attention! Calculation for a maximum of 1000 particles / measure!

data input (necessary for comparison of particle content):

number of images analysed in current measure, n =	10	images
regenerated viscose (dry film):		
mean length of regenerated viscose film, L =	11	cm
mean width of regenerated viscose film, B =	6.5	cm
applied viscose on glass plate for film preparation:		
mass of applied amount of spinning solution, $m_{Probe,SL}$ =	0.445	g
density of spinning solution, ρ_{SL} =	1	g / cm³
image with optical analysis:		
width of image displayed, b_{Bild} =	2080	pixel
height of image displayed, h_{Bild} =	1544	pixel
calibration factor of image channel relating to width, K_b =	0.6886	µm/pixel
calibration factor of image channel relating to height, K_h =	0.6886	µm/pixel

Description | Input | Output | calculation | formulae

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N
1	0		differential number of particles				arith. mean							
2	dimension	mean d_{eq}	eq. sp.-sol.	count OIA	eq. in film	share	circularity		<-- copy cells (A1:G20) to the evaluation sheet					
3	class no.	[µm]	[# / ml]	[#/measure	[# / film]	[%]	[0 .. 1]							
4	1	3.79	0	0	0	#DIV/0!	n.a.							
5	2	4.87	0	0	0	#DIV/0!	n.a.							
6	3	6.27	0	0	0	#DIV/0!	n.a.							
7	4	8.07	0	0	0	#DIV/0!	n.a.							
8	5	10.39	0	0	0	#DIV/0!	n.a.							
9	6	13.37	0	0	0	#DIV/0!	n.a.							
10	7	17.21	0	0	0	#DIV/0!	n.a.							
11	8	22.15	0	0	0	#DIV/0!	n.a.							
12	9	28.51	0	0	0	#DIV/0!	n.a.							
13	10	36.69	0	0	0	#DIV/0!	n.a.							
14	11	47.23	0	0	0	#DIV/0!	n.a.							
15	12	60.79	0	0	0	#DIV/0!	n.a.							
16	13	78.24	0	0	0	#DIV/0!	n.a.							
17	14	100.7	0	0	0	#DIV/0!	n.a.							
18	15	129.62	0	0	0	#DIV/0!	n.a.							
19	16	166.83	0	0	0	#DIV/0!	n.a.							
20	total	-	0	0	0	#DIV/0!								
21														
22														
23														
24		mean d_{eq}		for class i, mean diameter of a circular area equivalent to measured particle area										
25														
26		eq. sp.-sol.		for class i, apportioned number of particles within 1ml of spinning solution										
27														
28		count OIA		counted number of particles of the optical image analysis										
29														
30		eq. in film		for class i, apportioned number of particles within the regenerated viscose (dry film)										
31														
32		share		percentage share of particle counts per class										
33														
34		arith. mean circularity		mean circularity of particles of class i, whereat "1" refers to a perfect circle and "0" refers to a ratio of area to perimeter of 0										
35														
36														
37														

Description | Input | **Output** | calculation | formulae

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N	O	P	Q	R	S	T	U	V	W	X	Y	Z
1	2D object	2D object	circularity	d_{eq}	classification (16 classes) / particle count ("1" refers to one count within the related class)																					
2	area	perimeter	0 .. 1	µm	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	upper class boundaries	1	2	3	4	5
3	0.00	0.00																								
4	0.00	0.00	#DIV/0!	0.00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	4.30	0	0	0	0	0
5	0.00	0.00	#DIV/0!	0.00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	5.53	0	0	0	0	0
6	0.00	0.00	#DIV/0!	0.00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	7.12	0	0	0	0	0
7	0.00	0.00	#DIV/0!	0.00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	9.16	0	0	0	0	0
8	0.00	0.00	#DIV/0!	0.00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	11.79	0	0	0	0	0
9	0.00	0.00	#DIV/0!	0.00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	15.17	0	0	0	0	0
10	0.00	0.00	#DIV/0!	0.00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	19.53	0	0	0	0	0
11	0.00	0.00	#DIV/0!	0.00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	25.14	0	0	0	0	0
12	0.00	0.00	#DIV/0!	0.00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	32.35	0	0	0	0	0
13	0.00	0.00	#DIV/0!	0.00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	41.64	0	0	0	0	0
14	0.00	0.00	#DIV/0!	0.00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	53.60	0	0	0	0	0
15	0.00	0.00	#DIV/0!	0.00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	68.99	0	0	0	0	0
16	0.00	0.00	#DIV/0!	0.00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	88.79	0	0	0	0	0
17	0.00	0.00	#DIV/0!	0.00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	114.29	0	0	0	0	0
18	0.00	0.00	#DIV/0!	0.00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	147.10	0	0	0	0	0
19	0.00	0.00	#DIV/0!	0.00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		0	0	0	0	0
20	0.00	0.00	#DIV/0!	0.00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		0	0	0	0	0
21	0.00	0.00	#DIV/0!	0.00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		0	0	0	0	0
22	0.00	0.00	#DIV/0!	0.00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		0	0	0	0	0
23	0.00	0.00	#DIV/0!	0.00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		0	0	0	0	0
24	0.00	0.00	#DIV/0!	0.00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		0	0	0	0	0
25	0.00	0.00	#DIV/0!	0.00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		0	0	0	0	0
26	0.00	0.00	#DIV/0!	0.00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		0	0	0	0	0
27	0.00	0.00	#DIV/0!	0.00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		0	0	0	0	0
28	0.00	0.00	#DIV/0!	0.00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		0	0	0	0	0
29	0.00	0.00	#DIV/0!	0.00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		0	0	0	0	0
30	0.00	0.00	#DIV/0!	0.00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		0	0	0	0	0

Description | Input | Output | **calculation** | formulae

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

	Y	Z	AA	AB	AC	AD	AE	AF	AG	AH	AI	AJ	AK
1					arith. mean circularity per class								
2	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16
3													
4	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
5	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
6	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
7	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
8	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
9	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
10	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
11	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
13	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
14	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
15	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
16	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
17	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
18	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
19	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
20	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
21	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
22	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
23	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
24	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
25	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
26	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
27	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
29	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
30	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

	AL	AM	AN	AO	AP	AQ	AR	AS	AT
1					differential number of particles			arith. mean	
2		dimension	mean d_{eq}	eq. sp.-sol.	count OIA	eq. in film	share	circularity	
3		class no.	[µm]	[# / ml]	[#/measure]	[# / film]	[%]	[0 .. 1]	
4		1	3.79	0	0	0	#DIV/0!	n.a.	
5		2	4.87	0	0	0	#DIV/0!	n.a.	
6		3	6.27	0	0	0	#DIV/0!	n.a.	
7		4	8.07	0	0	0	#DIV/0!	n.a.	
8		5	10.39	0	0	0	#DIV/0!	n.a.	
9		6	13.37	0	0	0	#DIV/0!	n.a.	
10		7	17.21	0	0	0	#DIV/0!	n.a.	
11		8	22.15	0	0	0	#DIV/0!	n.a.	
12		9	28.51	0	0	0	#DIV/0!	n.a.	
13		10	36.69	0	0	0	#DIV/0!	n.a.	
14		11	47.23	0	0	0	#DIV/0!	n.a.	
15		12	60.79	0	0	0	#DIV/0!	n.a.	
16		13	78.24	0	0	0	#DIV/0!	n.a.	
17		14	100.7	0	0	0	#DIV/0!	n.a.	
18		15	129.62	0	0	0	#DIV/0!	n.a.	
19		16	166.83	0	0	0	#DIV/0!	n.a.	
20		total	-	0	0	0	#DIV/0!		

Description | Input | Output | calculation | formulae

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N	O	P	Q	R
1																		
2																		
3		**circularity of particles [0 .. 1]:**																
4																		
5		$C_i =$	$\Sigma\ [(4*\pi*A_p)/U_p^2]$				C_i		mean circularity of particles of class i									
6							A_p		measured area of particle from optical image analysis									
7							U_p		measured perimeter of particle from optical image analysis									
8																		
9																		
10		**particle count in film:**																
11																		
12		$N_{regenerat.i} = N_{Messung.i}*A/(n*A_{Bild})$					$N_{regenerat.i}$		for class i, apportioned number of particles within the regenerated viscose (dry film)									
13							$N_{Messung.i}$		particle count of class i from current measurement									
14		$A_{Bild} = b_{Bild}*K_b*h_{Bild}*K_h$					A		mean gross area of regenerated viscose									
15							A_{Bild}		calculated image area according to microscope magnification and image channel (camera calibration)									
16							n		number of (equally large) images taken during the measurement									
17							b_{Bild}		with of image in pixels									
18							h_{Bild}		height of image in pixels									
19							K_b		calibration factor of image channel relating to width									
20							K_h		calibration factor of image channel relating to height									
21																		
22																		
23		**number of particles in spinning solution:**																
24																		
25		$N'_{Spinnlösung.i} = N_{regenerat.i}/V_{Spinnlösung}$					$N'_{Spinnlösung.i}$		for class i, apportioned number of particles within 1ml of spinning solution									
26							$V_{Spinnlösung}$		volume of applied amount of spinning solution for film preparation									
27		$V_{Spinnlösung} = m_{Probe,Spinnlösung}/\rho_{Spinnlösung}$					$m_{Probe,Spinnlösung}$		mass of applied amount of spinning solution									
28							$\rho_{Spinnlösung}$		density of spinning solution									
29																		

Description | Input | Output | calculation | formulae

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Template 1 – VBA-Code für Makro

```
Option Explicit

Const cstrOrdner = "D:\WORK_Wolfgang_D\0_DA_Daten\0_evaluation_optical-
conductometry\input_optical\"
Const cstrOrdner2 = "D:\WORK_Wolfgang_D\0_DA_Daten\0_evaluation_optical-conductometry\"
Const cstrOrdner1 = "D:\WORK_Wolfgang_D\0_DA_Daten\0_evaluation_optical-
conductometry\input_conductometry\"
Const cstrOrdner3 = "D:\WORK_Wolfgang_D\0_DA_Daten\0_evaluation_optical-conductometry\"


Sub work_all_files_in_folder()

  Sheets("Description").Select
  Range("D18").Clear
  Range("D20").Clear

  Dim eraseFilesInFolder
  Dim eraseFilesInFolder2
  Dim strName1 As String
  Dim strName2 As String

  eraseFilesInFolder = cstrOrdner2 + "processed_optical\"
  On Error Resume Next
  Kill (eraseFilesInFolder & "\*.*")

  eraseFilesInFolder2 = cstrOrdner3 + "processed_conductometry\"
  On Error Resume Next
  Kill (eraseFilesInFolder2 & "\*.*")

  strName1 = Dir(cstrOrdner & "*.xls")
  While strName1 <> ""
    Application.EnableEvents = False
    Workbooks.Open cstrOrdner & strName1
    Application.EnableEvents = True
    Call optical_analysis_data_processing
    ActiveWorkbook.Close False ' False = nicht abspeichern, True = Abspeichern
    strName1 = Dir
  Wend
```

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

```
  Sheets("Description").Select
  Range("D18") = "Preparation of optical files for evaluation    ...done!"

  strName2 = Dir(cstrOrdner1 & "*.xls")
  While strName2 <> ""
    Application.EnableEvents = False
    Workbooks.Open cstrOrdner1 & strName2
    Application.EnableEvents = True
    Call Makro2
    ActiveWorkbook.Close False ' False = nicht abspeichern, True = Abspeichern
    strName2 = Dir
  Wend

  Sheets("Description").Select
  Range("D20") = "Preparation of conductometry files for evaluation    ...done!"

End Sub


Sub optical_analysis_data_processing()
'
' optical_analysis_data_processing Makro
'
' Tastenkombination: Strg+m
'
   Dim var1 As String

   var1 = ActiveWorkbook.ActiveSheet.Name
   ActiveWorkbook.SaveAs Filename:=cstrOrdner2 + "temp.xls"
   Windows("01_preparation_of_measurement_files1").Activate
   Sheets("Input").Select
   Range("I11:K11").Select
   ActiveCell.FormulaR1C1 = "o_" + var1
   Windows("temp.xls").Activate
   Columns("A:B").Select
   Selection.Copy
   Windows("01_preparation_of_measurement_files1").Activate
   Range("A1").Select
   ActiveSheet.Paste
   Sheets("Output").Select
   Range("A1:G20").Select
   Range("G20").Activate
   Selection.Copy
```

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

```
Windows("temp.xls").Activate
Range("F1").Select
Selection.PasteSpecial Paste:=xlPasteValues, Operation:=xlNone, SkipBlanks _
    :=False, Transpose:=False
Range("L4:L19").Select
Range("L19").Activate
Application.CutCopyMode = False
With Selection
    .HorizontalAlignment = xlRight
    .VerticalAlignment = xlBottom
    .WrapText = False
    .Orientation = 0
    .AddIndent = False
    .IndentLevel = 0
    .ShrinkToFit = False
    .ReadingOrder = xlContext
    .MergeCells = False
End With
Selection.NumberFormat = "0.00"
Range("K4:K20").Select
Selection.NumberFormat = "0.0"
Range("H4:J20").Select
Selection.NumberFormat = "0"
Range("H1:K1").Select
With Selection
    .HorizontalAlignment = xlGeneral
    .VerticalAlignment = xlBottom
    .WrapText = False
    .Orientation = 0
    .AddIndent = False
    .IndentLevel = 0
    .ShrinkToFit = False
    .ReadingOrder = xlContext
    .MergeCells = True
End With
With Selection
    .HorizontalAlignment = xlCenter
    .VerticalAlignment = xlBottom
    .WrapText = False
    .Orientation = 0
    .AddIndent = False
    .IndentLevel = 0
    .ShrinkToFit = False
```

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

```
        .ReadingOrder = xlContext
        .MergeCells = True
    End With
    Range("F1").Select
    Selection.Font.Bold = True
    Range("N1").Select
    Windows("01_preparation_of_measurement_files1").Activate
    Range("I4").Select
    Sheets("Input").Select
    Range("I11:K11").Select
    ActiveCell.FormulaR1C1 = ""
    Columns("A:B").Select
    Selection.ClearContents
    Range("A1").Select
    Windows("temp.xls").Activate
    ActiveWorkbook.SaveAs Filename:=cstrOrdner2 + "processed_optical\o_" + var1 + ".xls"
    Kill (cstrOrdner2 + "temp.xls")

End Sub
```

Sub Makro2()

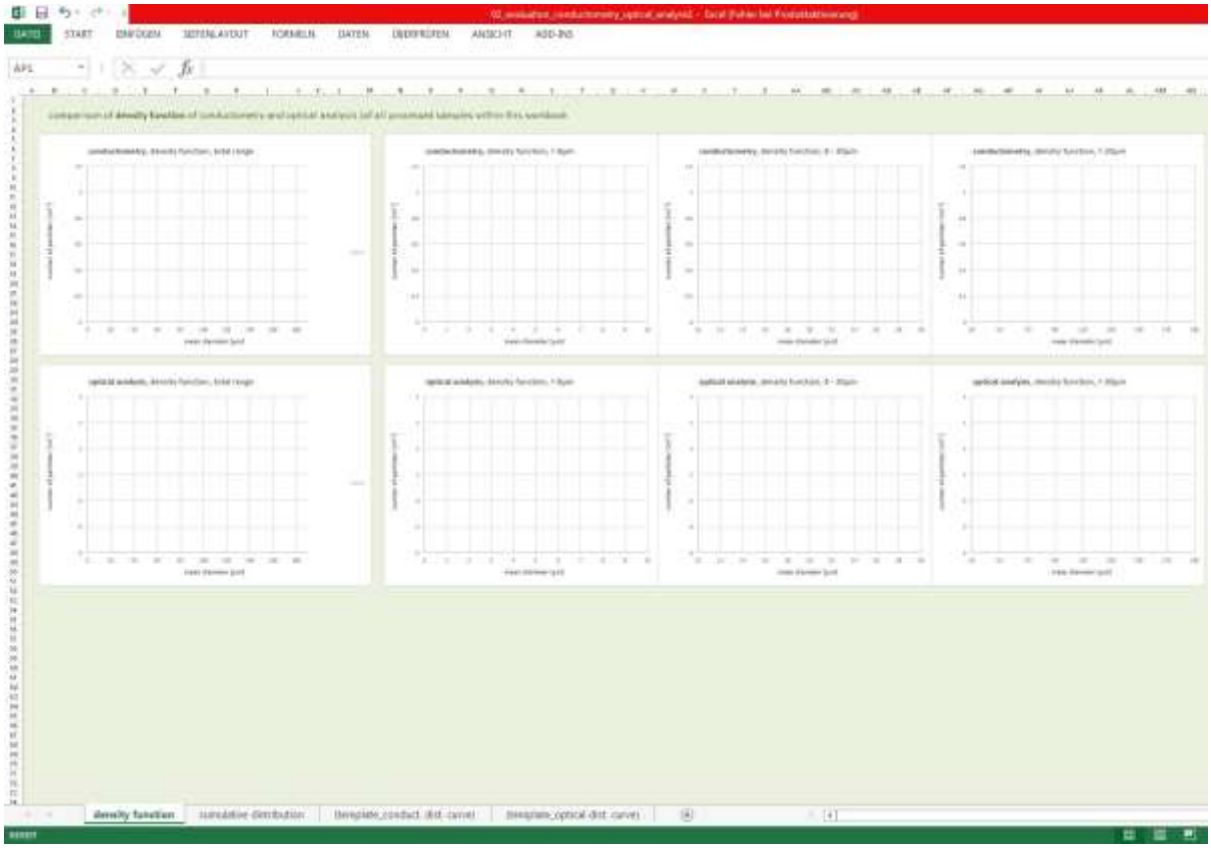
```
'
' Makro2 Makro
'
' Tastenkombination: Strg+n
'
    Dim var As String

    var = ActiveWorkbook.ActiveSheet.Name
    Range("A1") = "c_" + var
    ActiveWorkbook.SaveAs Filename:=cstrOrdner3 + "processed_conductometry\c_" + var + ".xls"

End Sub
```

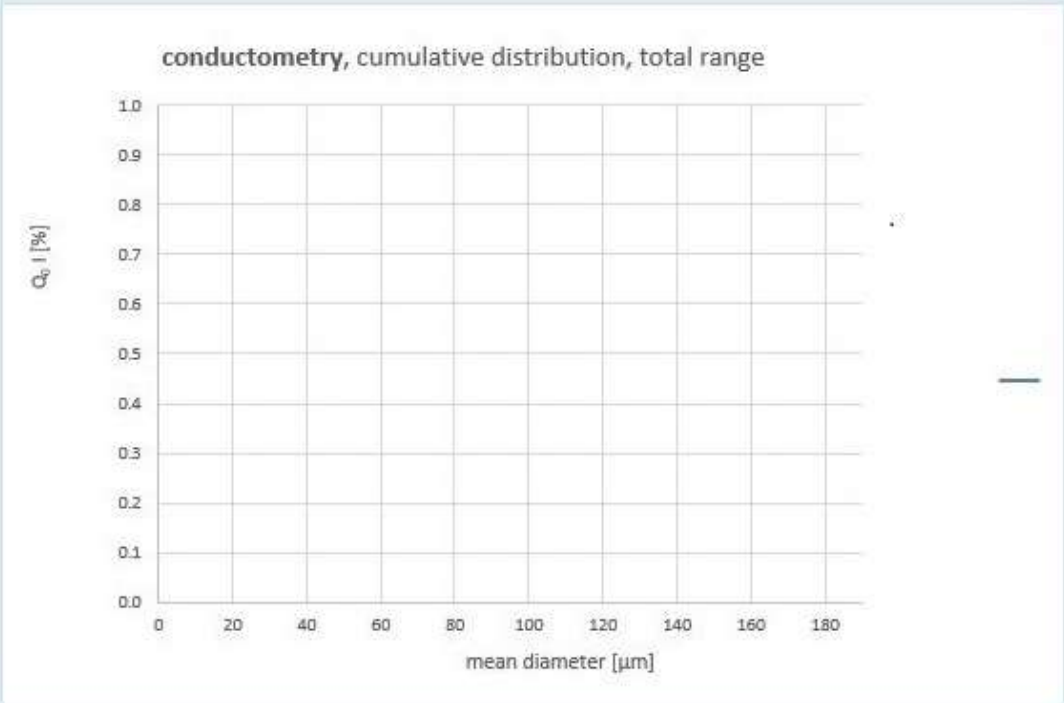
Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

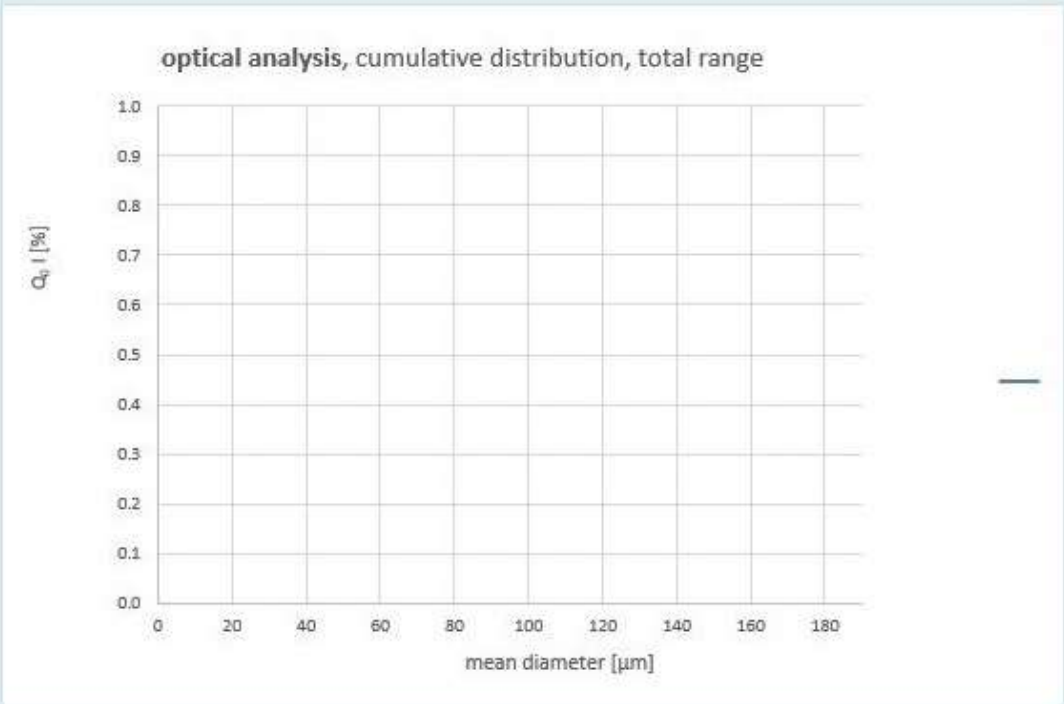
Template 2 – Ausgabestruktur



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

comparison of **cumulative distribution** of conductometry and optical analysis (





density function | **cumulative distribution** | (template_conduct. dist. curve)

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Template 2 – VBA-Code für Makro

```
Option Explicit

Const cstrOrdner1 = "D:\WORK_Wolfgang_D\0_DA_Daten\0_evaluation_optical-
conductometry\processed_conductometry\"
Const cstrOrdner2 = "D:\WORK_Wolfgang_D\0_DA_Daten\0_evaluation_optical-
conductometry\processed_optical\"
Const cstrOrdner3 = "D:\WORK_Wolfgang_D\0_DA_Daten\0_evaluation_optical-
conductometry\evaluated_data_conductometry_optical_analysis\"


Sub work_all_files_in_folders()

  Application.DisplayAlerts = False

  Dim strName1 As String
  Dim strName2 As String
  Dim i
  Dim j
  Dim Dateiname As String
  Dim Dateiname2 As String
  Dim Dateiname3 As String
  Dim Dateiname4 As String

  i = 1
  j = 1

  strName1 = Dir(cstrOrdner1 & "\*.xls")
  While strName1 <> ""
    i = i + 1
    Application.EnableEvents = False
    Workbooks.Open cstrOrdner1 & strName1
    Call Makro1(i)
    Application.EnableEvents = True
    strName1 = Dir
  Wend

  strName2 = Dir(cstrOrdner2 & "\*.xls")
  While strName2 <> ""
     j = j + 1
```

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

```
        Application.EnableEvents = False
        Workbooks.Open cstrOrdner2 & strName2
        Call Makro2(j)
        Application.EnableEvents = True
        strName2 = Dir
    Wend

    Dateiname = Format(Now, "YYYY-MM-DD")
    Dateiname2 = Format(Now, "hh")
    Dateiname3 = Format(Now, "mm")
    Dateiname4 = Format(Now, "ss")
    ActiveWorkbook.SaveAs fileName:=cstrOrdner3 + "evaluation_" + Dateiname + "_" + Dateiname2
+ "h" + Dateiname3 + "m" + Dateiname4 + "s" + ".xls"

    Application.DisplayAlerts = True

End Sub
```

Sub Makro1(i)

```
'
' Makro1 Makro
'

'
    Dim tempv1 As String
    Dim wkbMyWorkbook As Excel.Workbook

    Set wkbMyWorkbook = ActiveWorkbook

    Windows("02_evaluation_conductometry_optical_analysis1").Activate
    Sheets("(template_conduct. dist. curve)").Select
    Sheets("(template_conduct. dist. curve)").Copy After:=Sheets(4)
    wkbMyWorkbook.Activate
    Range("A1:H20").Select
    Selection.Copy
    Windows("02_evaluation_conductometry_optical_analysis1").Activate
    Sheets("(template_conduct. dist. cu (2").Select
    Range("A1").Select
    ActiveSheet.Paste
    wkbMyWorkbook.Activate
    Application.CutCopyMode = False
    ActiveWorkbook.Close False ' False = nicht abspeichern, True = Abspeichern
```

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

```
Set wkbMyWorkbook = Nothing
Windows("02_evaluation_conductometry_optical_analysis1").Activate
Sheets("(template_conduct. dist. cu (2").Select

tempv1 = ActiveSheet.Range("A1").Value

Sheets("(template_conduct. dist. cu (2").Name = "temp_sheet"
Range("A1").Select
Application.CutCopyMode = False

Sheets("density function").Select

ActiveSheet.ChartObjects("Diagramm 11").Activate
ActiveChart.SeriesCollection.NewSeries
ActiveChart.FullSeriesCollection(i).Name = "=temp_sheet!$A$1"
ActiveChart.FullSeriesCollection(i).XValues = "=temp_sheet!$B$4:$B$19"
ActiveChart.FullSeriesCollection(i).Values = "=temp_sheet!$C$4:$C$19"

ActiveSheet.ChartObjects("Diagramm 31").Activate
ActiveChart.SeriesCollection.NewSeries
ActiveChart.FullSeriesCollection(i).XValues = "=temp_sheet!$B$4:$B$7"
ActiveChart.FullSeriesCollection(i).Values = "=temp_sheet!$C$4:$C$7"

ActiveSheet.ChartObjects("Diagramm 32").Activate
ActiveChart.SeriesCollection.NewSeries
ActiveChart.FullSeriesCollection(i).XValues = "=temp_sheet!$B$8:$B$12"
ActiveChart.FullSeriesCollection(i).Values = "=temp_sheet!$C$8:$C$12"

ActiveSheet.ChartObjects("Diagramm 33").Activate
ActiveChart.SeriesCollection.NewSeries
ActiveChart.FullSeriesCollection(i).XValues = "=temp_sheet!$B$13:$B$19"
ActiveChart.FullSeriesCollection(i).Values = "=temp_sheet!$C$13:$C$19"

Sheets("cumulative distribution").Select

ActiveSheet.ChartObjects("Diagramm 1").Activate
ActiveChart.SeriesCollection.NewSeries
ActiveChart.FullSeriesCollection(i).Name = "=temp_sheet!$A$1"
ActiveChart.FullSeriesCollection(i).XValues = "=temp_sheet!$B$4:$B$19"
ActiveChart.FullSeriesCollection(i).Values = "=temp_sheet!$L$4:$L$19"

ActiveSheet.ChartObjects("Diagramm 3").Activate
ActiveChart.SeriesCollection.NewSeries
```

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

```
    ActiveChart.FullSeriesCollection(i).XValues = "=temp_sheet!$B$4:$B$7"
    ActiveChart.FullSeriesCollection(i).Values = "=temp_sheet!$I$4:$I$7"

    ActiveSheet.ChartObjects("Diagramm 4").Activate
    ActiveChart.SeriesCollection.NewSeries
    ActiveChart.FullSeriesCollection(i).XValues = "=temp_sheet!$B$8:$B$12"
    ActiveChart.FullSeriesCollection(i).Values = "=temp_sheet!$J$8:$J$12"

    ActiveSheet.ChartObjects("Diagramm 5").Activate
    ActiveChart.SeriesCollection.NewSeries
    ActiveChart.FullSeriesCollection(i).XValues = "=temp_sheet!$B$13:$B$19"
    ActiveChart.FullSeriesCollection(i).Values = "=temp_sheet!$K$13:$K$19"

    Sheets("temp_sheet").Select
    Sheets("temp_sheet").Name = tempv1
    Sheets("density function").Select

End Sub


Sub Makro2(j)
'
' Makro2 Makro
'

'
    Dim tempv2 As String
    Dim wkbMyWorkbook As Excel.Workbook

    Set wkbMyWorkbook = ActiveWorkbook

    Windows("02_evaluation_conductometry_optical_analysis1").Activate
    Sheets("(template_optical dist. curve)").Select
    Sheets("(template_optical dist. curve)").Copy After:=Sheets(4)
    wkbMyWorkbook.Activate
    Range("F1:L20").Select
    Selection.Copy
    Windows("02_evaluation_conductometry_optical_analysis1").Activate
    Sheets("(template_optical dist. cur (2").Select
    Range("A1").Select
    ActiveSheet.Paste
    wkbMyWorkbook.Activate
    Application.CutCopyMode = False
```

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

```
ActiveWorkbook.Close False ' False = nicht abspeichern, True = Abspeichern
Application.CutCopyMode = False
Set wkbMyWorkbook = Nothing
Windows("02_evaluation_conductometry_optical_analysis1").Activate
Sheets("(template_optical dist. cur (2").Select

tempv2 = ActiveSheet.Range("A1").Value

Sheets("(template_optical dist. cur (2").Name = "temp_sheet"
Range("A1").Select
Application.CutCopyMode = False

Sheets("density function").Select

ActiveSheet.ChartObjects("Diagramm 21").Activate
ActiveChart.SeriesCollection.NewSeries
ActiveChart.FullSeriesCollection(j).Name = "=temp_sheet!$A$1"
ActiveChart.FullSeriesCollection(j).XValues = "=temp_sheet!$B$4:$B$19"
ActiveChart.FullSeriesCollection(j).Values = "=temp_sheet!$C$4:$C$19"

ActiveSheet.ChartObjects("Diagramm 34").Activate
ActiveChart.SeriesCollection.NewSeries
ActiveChart.FullSeriesCollection(j).XValues = "=temp_sheet!$B$4:$B$7"
ActiveChart.FullSeriesCollection(j).Values = "=temp_sheet!$C$4:$C$7"

ActiveSheet.ChartObjects("Diagramm 35").Activate
ActiveChart.SeriesCollection.NewSeries
ActiveChart.FullSeriesCollection(j).XValues = "=temp_sheet!$B$8:$B$12"
ActiveChart.FullSeriesCollection(j).Values = "=temp_sheet!$C$8:$C$12"

ActiveSheet.ChartObjects("Diagramm 36").Activate
ActiveChart.SeriesCollection.NewSeries
ActiveChart.FullSeriesCollection(j).XValues = "=temp_sheet!$B$13:$B$19"
ActiveChart.FullSeriesCollection(j).Values = "=temp_sheet!$C$13:$C$19"

Sheets("cumulative distribution").Select

ActiveSheet.ChartObjects("Diagramm 2").Activate
ActiveChart.SeriesCollection.NewSeries
ActiveChart.FullSeriesCollection(j).Name = "=temp_sheet!$A$1"
ActiveChart.FullSeriesCollection(j).XValues = "=temp_sheet!$B$4:$B$19"
ActiveChart.FullSeriesCollection(j).Values = "=temp_sheet!$L$4:$L$19"
```

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub

```
    ActiveSheet.ChartObjects("Diagramm 6").Activate
    ActiveChart.SeriesCollection.NewSeries
    ActiveChart.FullSeriesCollection(j).XValues = "=temp_sheet!$B$4:$B$7"
    ActiveChart.FullSeriesCollection(j).Values = "=temp_sheet!$I$4:$I$7"

    ActiveSheet.ChartObjects("Diagramm 7").Activate
    ActiveChart.SeriesCollection.NewSeries
    ActiveChart.FullSeriesCollection(j).XValues = "=temp_sheet!$B$8:$B$12"
    ActiveChart.FullSeriesCollection(j).Values = "=temp_sheet!$J$8:$J$12"

    ActiveSheet.ChartObjects("Diagramm 8").Activate
    ActiveChart.SeriesCollection.NewSeries
    ActiveChart.FullSeriesCollection(j).XValues = "=temp_sheet!$B$13:$B$19"
    ActiveChart.FullSeriesCollection(j).Values = "=temp_sheet!$K$13:$K$19"

    Sheets("temp_sheet").Select
    Sheets("temp_sheet").Name = tempv2
    Sheets("density function").Select

End Sub
```

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU WIEN Bibliothek Your knowledge hub