

Radiometrische Untersuchungen an Holz und Holzwerkstoffen unter Einsatz ionisierender Strahlung

Konrad SOLBRIG^{*}, Katja FRÜHWALD^{*}, Jörg B. RESSEL^{**}, Matthias GRUCHOT^{***}

^{*} Hochschule Ostwestfalen-Lippe, Fachbereich Produktion und Wirtschaft,
Liebigstraße 87, 32657 Lemgo

^{**} Universität Hamburg, Zentrum für Holzwirtschaft, Mechanische Holztechnologie,
Leuschnerstraße 91, 21031 Hamburg

^{***} SWEDSPAN, Swedspan Tech Center, Box 502, 57726 Hultsfred, Schweden

Kurzfassung. In der Holzverarbeitung werden radiometrische Methoden zur Untersuchung der Rohdichteverteilung in Holz und Holzwerkstoffen eingesetzt. Die Schwächung ionisierender Strahlung ist nicht nur von der Dichte sondern aufgrund der Hygroskopizität des Holzes insbesondere auch vom Feuchtegehalt des Materials abhängig. In den vorliegenden Untersuchungen wurden Algorithmen zur Kalibrierung eines Röntgenmessgerätes und zur Auswertung der Daten bei der radiometrischen Rohdichteprofilbestimmung entwickelt, die diese Sachverhalte und die Eigenschaften polychromatischer Strahlung berücksichtigen. Die durchgeführten radiometrischen Rohdichteprofilbestimmungen an unterschiedlich klimatisierten Parallelproben (MDF) zeigen, dass zur Steigerung der Messqualität in der Praxis eine Klimatisierung der Proben unabdingbar ist.

1 Einführung

Holz ist ein inhomogener, anisotroper und hygroskopischer Werkstoff natürlichen Ursprungs. Viele mechanisch-physikalische Eigenschaften des Holzes werden von dessen Rohdichte beeinflusst. Gemäß [1] steigen beispielsweise die Festigkeitseigenschaften des Holzes mit zunehmender Rohdichte. Sie schließt definitionsgemäß die Zellhohlräume und Poren mit ein bei einer Spanne über alle Holzarten von $\rho = 100 - 1300 \text{ kg/m}^3$ [2]. Im Gegensatz dazu beinhaltet die Reindichte, die bei allen Holzarten etwa 1500 kg/m^3 beträgt [2], die reine Zellwandsubstanz. Die Rohdichte ist direkt vom Feuchtegehalt des Holzes abhängig, der wiederum alle mechanisch-physikalischen Eigenschaften beeinflusst. Der beschriebene poröse Aufbau des Holzes und die chemische Zusammensetzung der Zellwand bedingen dessen hygroskopisches Verhalten (vgl. [3]).

Gleiches gilt für Werkstoffe, die aus zerkleinertem Holz unter Verwendung organischer oder anorganischer Bindemittel hergestellt werden. Plattenförmige Holzwerkstoffe bestehen, je nach Zerlegungsgrad des Ausgangsmaterials, aus Fasern, Spänen oder Strands – z. B. Medium Density Fiberboard (MDF), Spanplatte oder Oriented Strand Board (OSB). Bei Holzwerkstoffplatten ist neben der Streuung der Dichte in allen Raumrichtungen insbesondere die Ausprägung eines Dichtegradienten senkrecht zur Plattenebene zu beobachten. Dieses Rohdichteprofil ist – abhängig vom Plattentyp – teils auf einen mehrschichtigen Aufbau der Platten zurückzuführen, entsteht jedoch insbesondere aufgrund thermodynamischer und rheologischer Vorgänge im Platteninneren während des

Heißpressvorganges. Durch verfahrenstechnische Beeinflussung des Rohdichteprofiles kann gezielt Einfluss auf die Platteneigenschaften genommen werden, was die verwendungsbezogene Herstellung von Holzwerkstoffen erlaubt. Hierzu ist die Kenntnis und Kontrolle des Rohdichteprofiles der produzierten Platte im Rahmen der Qualitätssicherung unabdingbar, weil dieses über die mechanisch-physikalischen Zusammenhänge hinaus ein bedeutendes Qualitätsmerkmal der Holzwerkstoffplatte ist. Ein typisches Rohdichteprofil zeigt Abbildung 1.

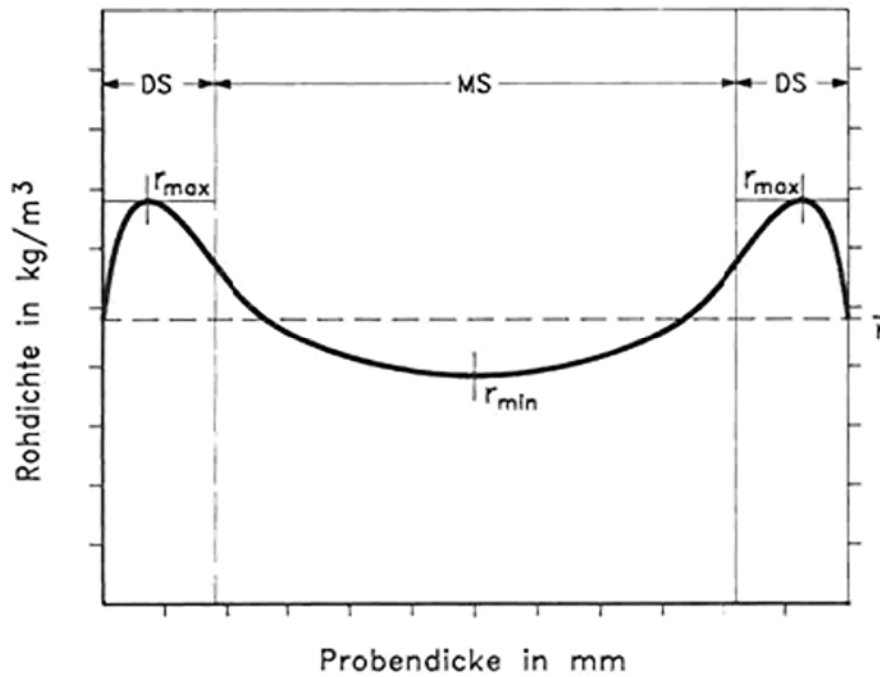


Abbildung 1: Rohdichteprofil einer ungeschliffenen Spanplatte (schematisiert), mit r_{max} = Rohdichtemaximum, r_{min} = Rohdichteminimum und r = mittlere Rohdichte sowie DS = Deckschicht und MS = Mittelschicht, nach [4]

2 Rohdichteprofilbestimmung an plattenförmigen Holzwerkstoffen

Bei Holzwerkstoffherstellern ist die Bestimmung des Rohdichteprofiles i. d. R. fest im Qualitätsmanagement verankert und zielt laut [5] auf den Herstellungsprozess sowie die relevanten Parameter in diesem Prozess. Aus den aus der Produktion stichprobenartig ausgeschleusten Platten werden hierfür kleine Prüfkörper entnommen. Hinsichtlich dieser Prüfkörper können verschiedene Verfahren zur Bestimmung des Rohdichteprofiles unterschieden werden: zerstörungsfreie und zerstörende Verfahren. Zerstörungsfreie Verfahren unter Anwendung ionisierender Strahlung stehen hierbei im Vordergrund. Unter wissenschaftlichen Gesichtspunkten kommen jedoch auch zerstörende Verfahren zum Einsatz.

2.1 Schwächung ionisierender Strahlung durch Holz und Holzwerkstoffe

Prinzipiell gelten bei der radiometrischen Dichteuntersuchung an Holz und Holzwerkstoffen gleiche Gesetzmäßigkeiten wie bei der allgemeinen Durchstrahlungsprüfung. Die Schwächung der ionisierenden Strahlung beim Durchgang durch die Materie – also die Wechselwirkungswahrscheinlichkeit der Photonen mit dem Untersuchungsmaterial – wird durch das Schwächungsgesetz (Beer'sches Gesetz) beschrieben. Für monochromatische Strahlung lautet es

$$I(d) = I_0 \cdot e^{-\mu \cdot d} \quad (1).$$

Bei polychromatischer (Röntgen-)Strahlung kann es laut [6] aufgrund der Energieabhängigkeit des linearen Schwächungskoeffizienten μ nicht direkt Anwendung finden. Hier ist die Ermittlung einer mittleren Photonenenergie durch Intergration über das gesamte Strahlungsspektrum erforderlich.

Bei radiometrischen Dichteuntersuchungen kommt in der Regel der weitaus aussagekräftigere und materialspezifische Massenschwächungskoeffizient μ/ρ zum Einsatz. Er zeigt die gleiche Energieabhängigkeit wie der lineare Schwächungskoeffizient, ist darüber hinaus jedoch auch dichteabhängig. Durch den Zusammenhang

$$\mu = \frac{\mu}{\rho} \cdot \rho \quad (2)$$

ändert sich Gleichung (1) in

$$I(d, \rho) = I_0 \cdot e^{-\frac{\mu}{\rho} \cdot \rho \cdot d} \quad (3)$$

Holz ist keine Elementsubstanz sondern eine Verbindung, die aus den Elementen Kohlenstoff (50 %), Sauerstoff (40 - 45 %), Wasserstoff (5 - 6 %) sowie Stickstoff und Spurenelementen (Rest) besteht [7]. Darüber hinaus ist hygroskopisch gebundenes Wasser in variierenden Anteilen enthalten. Die Schwächungsprozesse der einzelnen Elemente werden gemäß [8] in einem gewichteten spezifischen Massenschwächungskoeffizienten

$$\overline{\left(\frac{\mu}{\rho}\right)} = \sum_{i=1}^k w_i \cdot \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_i \quad (4)$$

zusammengefasst. Holzwerkstoffe beinhalten neben Holzpartikeln weiterhin Bindemittel und mitunter weitere Zuschlagstoffe (z. B. Paraffin). Beispielsweise kommt bei MDF mit einem Festharzanteil von 10 - 15 % im einfachsten Fall Harnstoffformaldehydharz (UF) zum Einsatz [1]. Holzwerkstoffe bilden somit ein Stoffgemisch. Das ist bei der theoretischen Bestimmung der spezifischen Massenschwächungskoeffizienten unter Zuhilfenahme von Gleichung (4) zu berücksichtigen. Tabelle 1 gibt einen Überblick über die in der Literatur angegebenen Massenschwächungskoeffizienten von Holz, Spanplatte, verschiedenen Bindemitteln und Wasser, die bei einer definierten monochromatischen Strahlungsenergie entweder nach Gleichung (4) berechnet oder experimentell ermittelt wurden. Es wird deutlich, dass die Unterschiede zwischen Holz, Bindemitteln und Wasser bei einer Strahlungsenergie von etwa 60 keV in kleinen Größenordnungen liegen. Daraus ergeben sich zwei wesentliche Aspekte bei der radiometrischen Untersuchung insbesondere von Holzwerkstoffen. Zum Einen ist die stoffliche Zusammensetzung des Holzwerkstoffes aus Sicht des Massenschwächungskoeffizienten eher unerheblich, zum Anderen erschwert dieser Sachverhalt Untersuchungen, bei denen ein expliziter radiometrischer Kontrast insbesondere zwischen der reinen Holzsubstanz und dem in den Zellwänden enthaltenen Wasser erforderlich ist.

Obleich sich die Massenschwächungskoeffizienten von Holz und Wasser nur unwesentlich unterscheiden, ist die Schwächung der Strahlung durch die Holz-/Holzwerkstoffprobe und damit deren Massenschwächungskoeffizient direkt vom Feuchtegehalt des Materials (und nicht ausschließlich von dessen Rohdichte) abhängig. Aufgrund der Hygroskopizität von Holz und Holzwerkstoffen stellt sich im Material entsprechend der umgebenden Luftfeuchte ein thermodynamisches Gleichgewicht – ein Holzfeuchtegleichgewicht – ein. Durch Wasseraufnahme oder -abgabe ändert sich die Rohdichte, womit der dichteabhängige spezifische Massenschwächungskoeffizient bei Holz und Holzwerkstoffen auch feuchteabhängig ist. Deshalb ist die Berücksichtigung der Materialfeuchte (Ausgleichsfeuchte) bei radiometrischen Untersuchungen an Holz und Holzwerkstoffen unabdingbar.

Tabelle 1: Beispiele diverser Massenschwächungskoeffizienten

Strahlungsquelle; [Quelle]	$\frac{\mu}{\rho} \left[\frac{\text{cm}^2}{\text{g}} \right]$					
	Spanplatte	Holz (Art)	Holz (Art)	Phenol- Formalde- hydharz	Harnstoff- Formalde- hydharz	Wasser
^{241}Am , 60 keV; [9]	0,172	-	-	-	-	-
^{241}Am , 60 keV); [10]	0,189	-	-	0,186	0,186	0,197
60 keV, berechnet nach Gleichung (4); [7]	-	0,193 (Kiefer)	0,192 (Lärche)	-	-	-
^{241}Am , 60 keV; [11]	-	0,182 (Red oak)	0,183 (Douglas-fir)	0,186	0,189	0,196
60 keV, berechnet nach Gleichung (4); [11]	-	0,183 (Red oak)	0,183 (Douglas-fir)	0,181	0,182	0,196
60 keV; [12]	-	-	-	-	-	0,2059

2.2 Zerstörungsfreie Verfahren zur Rohdichteprofilbestimmung

Die Rohdichteprofilbestimmung an Holzwerkstoffen erfolgt zerstörungsfrei unter Einsatz von Röntgen- oder γ -Strahlung an kleinen, der Platte entnommenen Proben im Qualitätssicherungslabor des Holzwerkstoffherstellers oder im Rahmen wissenschaftlicher Untersuchungen, beispielsweise hinsichtlich etwaiger Korrelationen mechanisch-physikalischer Eigenschaften mit dem Verlauf des Rohdichteprofiles. Aber auch „online“ im Fertigungsprozess wird das Rohdichteprofil gemessen, wozu zwei Verfahren [13, 14] existieren, die jedoch nicht die Kontrolle im Labor ersetzen.

Im Labor erfolgte die radiometrische Rohdichteprofilbestimmung an Holzwerkstoffen zunächst unter Einsatz von Röntgenfilmen mit anschließender densitometrischer Auswertung [15, 16]. Unter Einsatz elektronischer Strahlungsdetektoren (Szintillationszähler, später Halbleiterdetektoren) stellen [9] ein Verfahren vor, welches von [10] automatisiert wird. Abbildung 2 veranschaulicht das Grundprinzip, welches bis heute in den meisten Messgeräten zur laborseitigen Rohdichteprofilbestimmung zu finden ist. Ursprünglich kommen Radioisotope (^{241}Am , ^{55}Fe , ^{137}Cs), heute vornehmlich Röntgenröhren (Röhrenspannung der Kathodenstrahlröhre $U_R = 30 - 60 \text{ kV}$) als Strahlungsquelle zum Einsatz. Mit dem raytest der Firma raytest Isotopenmessgeräte GmbH und dem von [17] vorgestellten Gerät kommen Mitte der 1980er Jahre erste praxistaugliche Messsysteme auf den Markt. Heute sind daneben Röntgenscanner verschiedener Hersteller erhältlich.

Der Itrax Woodscanner der Firma Cox Analytical Systems AB, Mölndal, Schweden ist ein Gerät, das in den vorliegenden Untersuchungen zum Einsatz kommt. Wesentliche technische Merkmale sind die Röntgenröhre mit einer Silberanode und einer maximalen Röhrenspannung von $U_{R\text{max}} = 60 \text{ kV}$, der durch eine Kapillaroptik breit und äußerst flach kollimierte Röntgenstrahl, die Zeilenkamera mit 1024 Pixeln als Strahlungsdetektor sowie ein Probenraum, der durch seine Größe verschiedene Sonderanwendungen erlaubt. Bisher fand das Gerät vornehmlich in Jahrringanalysen und dendroklimatologischen Untersuchungen Anwendung (vgl. [18]). Für die Rohdichteprofilbestimmung an Holzwerkstoffplatten stellt [19] ein auf den Arbeiten von [20] aufbauendes Standardprocedere vor, das sich u. a. durch eine effiziente Stapelbearbeitung von bis zu 24 Proben auszeichnet.

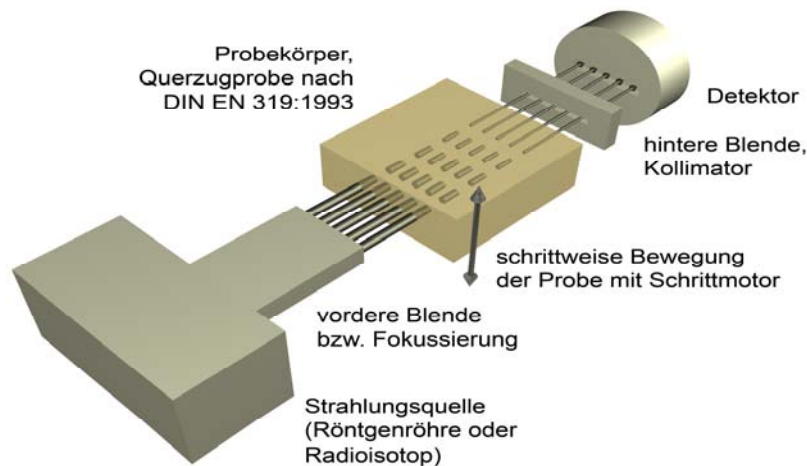


Abbildung 2: Schematische Darstellung des Grundprinzips der Rohdichteprofilbestimmung plattenförmiger Holzwerkstoffe, eigene Darstellung in Anlehnung an [10]

2.3 Zerstörende Verfahren zur Rohdichteprofilbestimmung

Vor der Verbreitung der radiometrischen Verfahren kamen Hobel-, Schleif- oder Sägeverfahren zum Einsatz, die mit einer Zerstörung der kleinen, aus der Platte entnommenen Probe einhergingen. Heute finden diese Verfahren in seltenen Fällen nur noch zur Verifizierung der radiometrischen Messungen Anwendung. Beim Hobel- und Schleifverfahren wird der Prüfkörper schichtweise abgetragen. Nach jeder Schicht wird deren Dicke und die Restmasse der Probe bestimmt und daraus die Rohdichte der jeweiligen Schicht berechnet. Mittels einer Präzisionskreissäge werden im Sägeverfahren dünne Schichten (ca. 2 mm) vom Prüfkörper abgetrennt. Deren Rohdichte wird unmittelbar bestimmt und daraus der Rohdichteprofilverlauf gezeichnet, wobei die „Lücken“ des Sägeschnittes interpoliert werden. (vgl. [21])

Die Nachteile der Verfahren sind offensichtlich: enormer Zeitaufwand, mögliche Fehlerfortpflanzung infolge häufiger Masse- und Dickebestimmungen, Approximierung des Rohdichteprofilverlaufs aufgrund begrenzter Anzahl mitunter breiter Messpunkte. Davon abgesehen stellen diese gravimetrischen Verfahren die einzige Möglichkeit dar, radiometrische Messergebnisse zu überprüfen und erfordern keinerlei Kalibrierung des Messsystems.

3 Kalibrierung eines Röntgenscanners

Bei der Arbeit mit dem Itrax Woodscanner wurden Fehler in den ermittelten Rohdichteprofilverläufen und den jeweiligen Absolutwerten der Rohdichte festgestellt. Dies wurde insbesondere auch durch z. T. erhebliche Differenzen zwischen der mittleren gravimetrischen und radiometrischen Rohdichte deutlich. Durch Versuche unter Einbeziehung verschiedener Holzwerkstofftypen und Plattenaufbauten wurde festgestellt, dass sich diese Differenzen vergrößerten, je ausgeprägter das Rohdichteprofil war. Bereits [22] stellt fest, dass Dichteschwankungen zu Fehlern bei der radiometrischen Rohdichteprofilbestimmung führen können. Durch gezielte Versuche an modifizierten Prüfkörpern aus Holz mit definierten Rohdichteunterschieden bestätigen [23] ähnliche Beobachtungen.

Die bei der Arbeit mit dem Itrax Woodscanner festgestellten Unregelmäßigkeiten liegen im bisherigen Kalibrieralgorithmus begründet. Es wird für jede Probe anhand der mittleren detektierten Durchgangsintensitäten $I(d, \rho)$ und der gravimetrischen Rohdichte der Probe unter Anwendung von Gleichung (3) ein mittlerer Massenschwächungskoeffizient ermittelt. Dieser ist bei ausgeprägten Dichtegradienten unzureichend genau aufgrund

der Dichteabhängigkeit des spezifischen Massenschwächungskoeffizienten. Bei der sich dieser Selbstkalibrierung anschließenden Auswertung der gemessenen transmittierten Strahlung und Berechnung der Rohdichte unter erneuter Anwendung von Gleichung (3) ergeben sich somit Fehler in den Absolutwerten an der jeweiligen Position im Rohdichteprofil. Daraus leitet sich das Erfordernis eines dem Untersuchungsgegenstand angepassten Kalibrierungsalgorithmus und Auswertungsprozesses ab, dem durch die vorliegenden Untersuchungen Abhilfe geschaffen wird.

3.1 *Material*

Am Itrax Woodscanner wurde bei allen Untersuchungen eine Röhrenspannung von $U_R = 55$ kV und einem Anodenstrom von $I_R = 40$ mA eingestellt. Nach dem üblichen Aufwärmprogramm wurde die Röntgenröhre für mindestens zwei Stunden bei den vorgegebenen Betriebsdaten betrieben, um ein gleichmäßiges Strahlungsniveau zu erhalten [24]. Die Schrittweite des Probensupports des Röntgenscanners betrug bei den Messungen für die Kalibrierung $20\ \mu\text{m}$ bzw. $50\ \mu\text{m}$ bei den Rohdichteprofilbestimmungen. Die Steuerung des Röntgenscanners sowie die Datenaufnahme- und teilweise Auswertung erfolgte mithilfe der von [20, 19] modifizierten herstellerseitig zugehörigen Software Woodscan.

Für die Kalibrierung wurden fünf Stufenkeile mit einer Breite von 25 mm aus industriell produzierter MDF (nominelle Dicke von 3 mm, mittlere Rohdichte von $928\ \text{kg/m}^3$, nahezu homogenes Rohdichteprofil) hergestellt. Dazu wurden aus Halbformatplatten 26 Streifen (je Stufenkeil) mit einer Länge von 35 - 160 mm in Schritten von 5 mm zufällig entnommen, wobei die Längsausrichtung der Streifen quer zur Fertigungsrichtung der Platten lag – ein 100 mm breiter Randbereich der Halbformatplatten wurde ausgespart. Die Streifen wurden senkrecht hintereinander angeordnet und ohne Klebstoff zwischen zwei Platten fixiert, wodurch 26 Stufen mit Durchstrahlungslängen von nominell 3 - 78 mm entstanden. Hierdurch wurde ein auf eine Durchstrahlungslänge von 50 mm normierter Dichtebereich von $58 - 1504\ \text{kg/m}^3$ mit Schritten von ca. $58\ \text{kg/m}^3$ dargestellt, der den für Holzwerkstoffe relevanten Bereich weitreichend abdeckt.

Für die vergleichende radiometrische Rohdichteprofilbestimmung unter Anwendung der in der vorliegenden Untersuchung ermittelten Kalibrierdaten kam MDF industrieller Herkunft mit einer nominellen Dicke von 19 mm und einer mittleren Rohdichte von $765\ \text{kg/m}^3$ zum Einsatz. Gemäß den Angaben von [19] wurden acht Proben mit den nominellen Abmessungen $50 \times 50 \times \text{Plattendicke}\ \text{mm}^3$ zufällig entnommen. Zur Validierung der radiometrischen Messungen wurde in gleicher Weise ein weiterer Satz von vier Proben aus MDF anderer industrieller Herkunft (nominelle Dicke von 19 mm, mittlere Rohdichte von $751\ \text{kg/m}^3$) hergestellt, um den ursprünglichen Probensatz nicht zu zerstören. Die genaue Zusammensetzung aller Platten (insbesondere Holzartenmix und Bindemittelanteil) ist aufgrund der industriellen Herkunft nicht bekannt.

3.2 *Methoden*

Die vorliegende Untersuchung gliedert sich methodisch in drei entsprechend aufeinanderfolgende Schritte. Für eine weiterentwickelte und in die Software Woodscan implementierte Funktion zur Auswertung der gemessenen transmittierten Strahlung und Berechnung der Rohdichte an der jeweiligen Querschnittsposition wurden zunächst entsprechende Kaliberdaten aufgenommen. Nach dieser Neukalibrierung des Röntgenscanners wurden Rohdichteprofilbestimmungen an ein und demselben, unterschiedlich klimatisierten Probensatz durchgeführt. Die Genauigkeit der Kalibrierdaten wurde mithilfe einer gravimetrischen (zerstörenden) Rohdichteprofilbestimmung validiert.

3.2.1 Aufnahme der Kalibrierdaten

Herstellerseitig wird die Kalibrierung des Röntgenscanners unter Berücksichtigung der Gesetzmäßigkeiten polychromatischer Strahlung mithilfe eines Stufenkeiles aus PMMA durchgeführt. Eine prinzipiell ähnliche Vorgehensweise schildern [25], die jedoch Aluminium bei nur drei unterschiedlichen Durchstrahlungslängen sowie eine andere Zielfunktion hinsichtlich der mathematischen Zusammenhänge verwenden. Ein weiteres Kalibrierprocedere für Untersuchungen an Holz – i. d. R. mittels γ -Strahlung – wird beispielsweise von [26] vorgestellt. Obwohl ähnliche Materialien und Methoden (d. h. definierte Dichteabstufungen von Holz) Anwendung finden, sind die Darstellungen nicht direkt auf den vorliegenden Anwendungsfall übertragbar, da wegen der monochromatischen Strahlung von [26] ein anderes Ziel verfolgt wird, nämlich die Darstellung der linearen Korrelation zwischen Schwächungskoeffizienten und Rohdichte. Der herstellerseitige Ansatz wird ebenso von [24] verfolgt, wobei die Kalibrierdaten an gezielt hergestellten Laborplatten aufgenommen werden. Unter Berücksichtigung dieser Sachverhalte im Hinblick auf biologische Materialien untersucht [27] die Abhängigkeit des Massenschwächungskoeffizienten von der Durchstrahlungslänge an Stufenkeilen aus Polystyrol als Referenzmaterial. Darauf sowie auf [24] und den Herstellerangaben aufbauend wurden für die vorliegende Untersuchung die genannten Stufenkeile sowie folgendes Procedere entwickelt und durchgeführt.

Die Stufenkeile wurden bei $\vartheta = 20\text{ °C}$ und $\varphi = 65\%$ – einem in der Holzverarbeitung üblichen Normklima – bis zur Massekonstanz klimatisiert. Vor dem Zusammensetzen der modularen Stufenkeile wurden die einzelnen Streifen einer gravimetrischen Rohdichtebestimmung unterzogen, woraus die mittlere Rohdichte jeder Stufe in Durchstrahlungsrichtung berechnet wurde. Dies und die folgenden Schritte wurden für jeden der fünf Stufenkeile separat durchgeführt. Es wurde jeweils ein Graustufenbild im 16 bit TIFF-Format über die gesamte Höhe von einem 17,4 mm breiten Ausschnitt (nutzbare Breite des Röntgenstrahls ohne Randeffekte) in der Mitte des Stufenkeiles aufgenommen. Die Pixel im Graustufenbild haben jeweils einen Wert von I/I_0 . Der mittlere Pixelwert je Stufe wurde unter Ausgrenzung sichtbarer Randeffekte zwischen den Stufen ermittelt. Die Berechnung des spezifischen Massenschwächungskoeffizienten je Stufe erfolgte nach Gleichung (3).

3.2.2 Vergleichende radiometrische Rohdichteprofilbestimmung

Unter Einsatz des Itrax Woodscanners wurden Rohdichteprofilbestimmungen in Anlehnung an das von [19] vorgestellte Standardprocedere zur Feststellung des Einflusses der Materialfeuchte auf die Messergebnisse durchgeführt. Für diese vergleichende Untersuchung wurde ein und derselbe Probensatz nacheinander in unterschiedlichen Klimata bis zur Massekonstanz klimatisiert, wodurch sich verschiedene Ausgleichsfeuchten (u_{gl}) ergaben (Tabelle 2). Alle Messungen erfolgten mit den zuvor aufgenommenen Kalibrierdaten für das Klima 20/65.

Tabelle 2: Klimatisierungsstufen für die vergleichende Rohdichteprofilbestimmung

Bemerkung	ϑ [°C]	φ [%]	u_{gl} [%] gemäß [28]
trockener als Normklima	20	30	6,4
Normklima, passend zur Kalibrierung	20	65	7,7
feuchter als Normklima	20	85	14,1

3.2.3 Validierung der radiographischen Messungen

Ein weiterer Probensatz wurde bei 20/65 bis zur Massekonstanz klimatisiert und zunächst der gleichen radiometrischen Rohdichteprofilbestimmung, wie unter 3.2.2 beschrieben, unterzogen. Zur Prüfung der Plausibilität der radiometrischen Messergebnisse und damit der Exaktheit der aufgenommenen und angewendeten Kalibrierdaten wurde das eingangs vorgestellte Hobelverfahren in abgewandelter Form angewendet. Mittels eines Mikrotoms wurden von der vorher radiometrisch gemessenen Probe dünne Schichten in exakt gleichen Schritten von 50 µm abgetragen. Jede Schicht wurde inklusiv abfallender Späne auf 0,1 mg genau gewogen. Die Messwerte wurden durch Mittelwertbildung mit Vorgänger und Nachfolger des jeweiligen Messwertes geglättet, da es durch Vorspaltung der Faserplatte am Messer des Mikrotoms zu leichten Unregelmäßigkeiten bezüglich der tatsächlich abgenommenen Schichtdicke kam. Aus den Probenabmessungen, der fixen Schichtdicke und gemessenen -masse wurde die Rohdichte jeder Schicht berechnet. Durch den Abtrag von 200 Schichten wurden 10 mm der Plattendicke untersucht – also mehr als die Hälfte der Platte bzw. des Rohdichteprofiles – was zur Validierung der radiometrischen Messungen ausreichend ist.

3.3 Ergebnisse

3.3.1 Kalibrierdaten

Für alle fünf Stufenkeile wurde je Stufe ein Wertepaar aus dem Massenschwächungskoeffizienten μ/ρ und dem logarithmierten Reziprokem des Messsignals $\ln(I_0/I)$ gebildet. Im Vorfeld wurden die zugehörigen Daten einem Ausreistest (Shapiro-Wilk-Test) unterzogen, infolgedessen wenige Werte aus der Matrix entfernt wurden. In einem Diagramm (Abbildung 3) wurden die Wertepaare für die Stufen aller fünf Keile aufgetragen und eine Regressionsgleichung, wie herstellerseitig vorgegeben, in Form eines Polynoms zweiten Grades bestimmt. Gleichung (5) zeigt diesen funktionellen Zusammenhang. Die Werte der Koeffizienten des Polynoms (a_1 , a_2 , a_3) wurden in die Auswertesoftware des Röntgenscanners zur Kalibrierung dessen eingegeben.

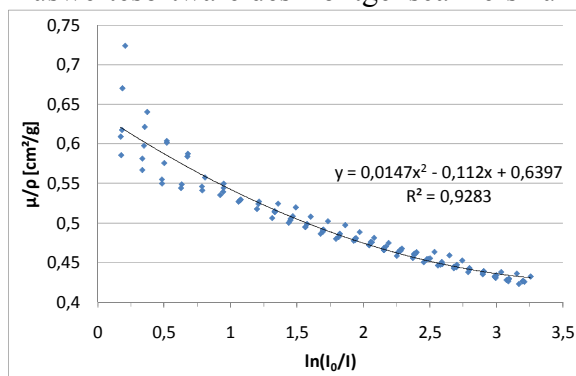


Abbildung 3: Massenschwächungskoeffizienten (polychromatische Strahlung) von MDF bei verschiedenen Verhältnissen von Ausgangs- zu Durchgangsintensität

$$\frac{\mu}{\rho} = a_1 + a_2 \cdot \ln\left(\frac{I_0}{I}\right) + a_3 \cdot \ln\left(\frac{I_0}{I}\right)^2 \quad (5)$$

Die in Abbildung 3 dargestellte Kurve zeigt hinsichtlich der polychromatischen Strahlung einen typischen Verlauf. Dieser ist nicht zwangsläufig auf etwaig detektierte vorwärtsgestreute Strahlung zurückzuführen, weil der transmittierte Strahl vor dem Detektor sehr eng (ca. 25 µm) kollimiert wird. Zu begründen ist der Kurvenverlauf mit der Aufhärtung der polychromatischen Strahlung bei steigender Dichte und Durchstrahlungslänge, wie es beispielsweise auch [27] beobachten.

3.3.2 Radiometrische Rohdichteprojile

Von der Auswertesoftware des Röntgenscanners werden unter Anwendung von Gleichung (3) die Dichtewerte je Messschritt (50 μm) aus den detektierten Verhältnissen I/I_0 berechnet. Hierbei kommt der jeweilige Massenschwächungskoeffizient aus Abbildung 3 bzw. berechnet nach Gleichung (5) zum Einsatz. Abbildung 4 (links) zeigt die Dichtewerte aufgetragen über der absoluten Plattendicke – das Rohdichteprofil – am Beispiel des Probekörpers MDF_1. Hier wird auch eine variierende Plattendicke der einzelnen Klimatisierungsstufen als Resultat des Quellens und Schwindens der Holzfasern infolge der Aufnahme bzw. Abgabe von hygroskopisch gebundenem Wasser deutlich. Zur besseren Vergleichbarkeit der Rohdichtewerte wurden diese des Weiteren über die prozentuale Plattendicke aufgetragen (Abbildung 4 (rechts)). Insbesondere anhand dieser Darstellung und des vergrößerten Ausschnitts wird die Abweichung der Messwerte der Klimatisierungsstufen 20/30 und 20/85 von den zur Kalibrierung passenden Werten bei 20/65 deutlich. Beide Kurven weichen z. T. erheblich (max. ca. 35 kg/m^3) von der korrekten Messung mit der richtigen Klimatisierung. Die Gründe hierfür unterscheiden sich bei trockenerer und feuchterer Klimatisierung. Die bei 20/30 klimatisierte Probe enthält 1,3 % weniger Wasser als bei Normklima, weshalb auch deren Rohdichte geringer ist. Die bei 20/85 klimatisierte Probe hingegen enthält zwar 6,4 % mehr Wasser als bei Normklima – also müssten die Rohdichtewerte über denen der Probe bei 20/65 liegen – jedoch kam es aufgrund der Feuchteaufnahme zu einer starken Dickenquellung (vergleiche Abbildung 4 (links)), wodurch sich die (konstant gebliebene) Masse der Holzsubstanz über ein größeres Volumen verteilt und damit die Rohdichte an den jeweiligen Querschnittpositionen trotz hygroskopischer Wassereinlagerung sogar sinkt. Dieses Verhalten ist in den Deckschichten (obere und untere 15 % der Plattendicke) wegen des höheren Verdichtungsgrades besonders stark ausgeprägt, wodurch die Kurve bei 20/85 sogar noch unter der bei 20/30 liegt.

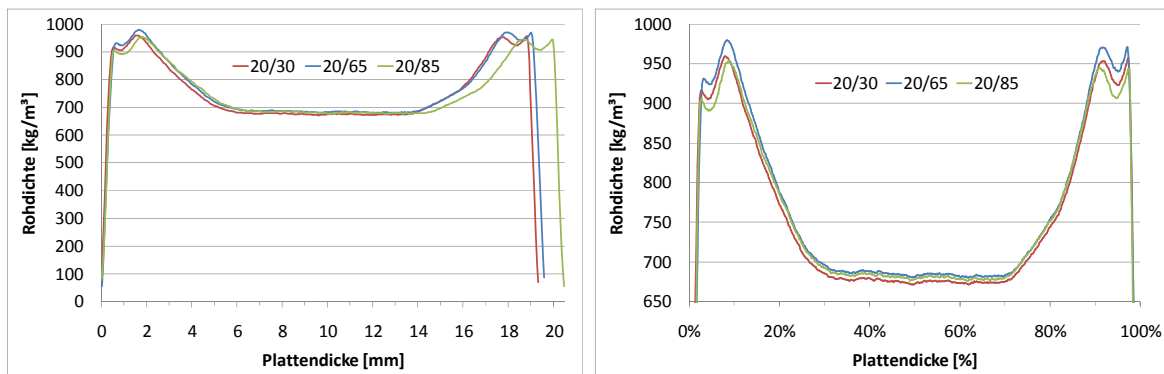


Abbildung 4: Radiometrische Rohdichteprofile der Probe MDF_1 bei unterschiedlichen Klimatisierungsstufen; Plattendicke absolut (links), vergrößerter Ausschnitt mit prozentualer Plattendicke (rechts)

3.3.3 Gravimetrische Rohdichteprofile

Die gravimetrisch (10 mm der Plattendicke) und radiometrisch bestimmten Rohdichteprofile wurden zusammen, wie Abbildung 5 (links) zeigt, am Beispiel der Probe MDF_1_O in einem Diagramm aufgetragen. Trotz des ungleichmäßigen Kurvenverlaufs der gravimetrischen Messung, der selbst nach der in Kapitel 3.2.3 beschriebenen Glättung aufgrund von Wägefehlern noch gegeben ist, lässt sich eine Übereinstimmung der Ergebnisse der beiden Messverfahren abschätzen. Dies bestätigt auch die straffe lineare Korrelation der gegeneinander aufgetragenen Messergebnisse (Abbildung 5 (rechts)).

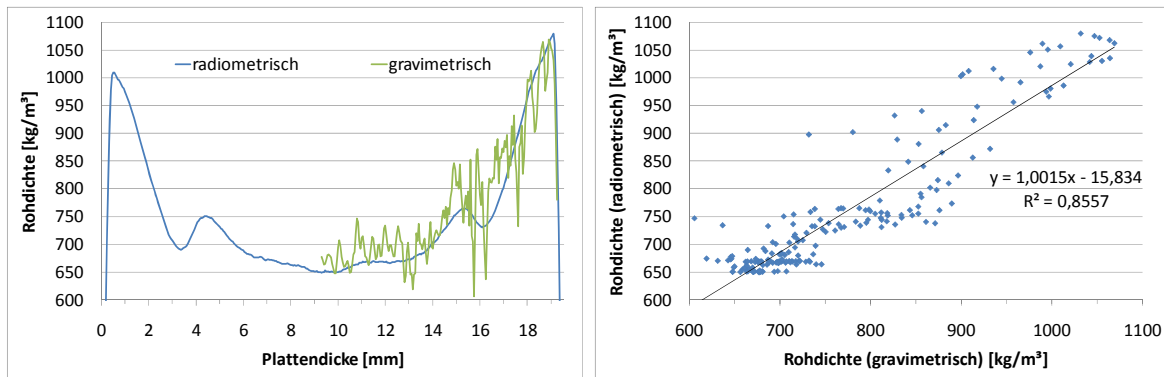


Abbildung 5: Vergleich des radiometrischen und gravimetrischen Rohdichteprofiles der Probe MDF_1_O; Rohdichteprofil (links), Korrelationsplot (rechts)

4 Diskussion

Die bei der Kalibrierung für den relevanten Dichtebereich von $58 - 1504 \text{ kg/m}^3$ bei $U_R = 55 \text{ kV}$ ermittelten Massenschwächungskoeffizienten erstrecken sich über eine entsprechende Spanne von $0,72 - 0,43 \text{ cm}^2/\text{g}$. Diese liegen deutlich über den in Tabelle 1 angegebenen Werten. Dies ist auf die eingesetzte polychromatische Röntgenstrahlung mit einem kontinuierlichen Spektrum und einem Peak des charakteristischen Strahlungsanteils (Silberanode) bei 55 kV zurückzuführen. Weiterhin ist die chemische Zusammensetzung und der genaue Masseanteil der Elemente der untersuchten MDF unbekannt, weshalb die experimentell bestimmten Werte nicht direkt mit den berechneten von [7] vergleichbar sind. Die Absolutwerte des Massenschwächungskoeffizienten sind darüber hinaus jedoch unerheblich, weil sich aufgrund des Kalibrieralgorithmus und Auswertungsprocedere ein etwaiger Fehler bei der Messsignalaufnahme nicht fortpflanzen sondern egalisieren würde.

Das Polynom zweiten Grades gemäß der Herstellerangaben als Regressionsgleichung ist die falsche Wahl. Ein hohes Bestimmtheitsmaß von $R^2 = 0,93$ suggeriert zwar eine gute Annäherung, jedoch ist von einem anderen funktionellen Zusammenhang zur Beschreibung dieses Sachverhaltes auszugehen. Durch weitere statistisch signifikantere Messreihen und die Aufnahme von Kalibrierdaten für weitere für die Holzverarbeitung relevante Materialien und für weitere Klimata ist diese These zu belegen. Die Validierung der radiometrischen Rohdichteprofilbestimmung durch die schichtweise gravimetrische Messung zeigt, dass durch den vorgestellten Kalibrierungs- und Auswertalgorithmus exakte Ergebnisse erzielt werden. Dies ist darüber hinaus auch der Fall, weil von den Algorithmen die von [22] dargestellten Sachverhalte hinsichtlich des Einflusses von Dichtegradienten bei densitometrischen Untersuchungen berücksichtigt werden.

Aus den Abweichungen der Rohdichteprofile bei 20/30 und 20/85 von denen bei 20/65 ergibt sich für die Rohdichteprofilbestimmung in der Praxis die klare Schlussfolgerung, dass eine konsequente, passende Klimatisierung der Proben unabdingbar ist, um Messergebnisse adäquater und reproduzierbarer Qualität zu erhalten.

Ist keine ledigliche Rohdichteprofilbestimmung Untersuchungsgegenstand – wie etwa bei der Betrachtung dynamischer Vorgänge beispielsweise bei der Wasserdampfsorption oder der in situ-Untersuchung des Heißpressvorganges – müssen weitere radiometrische/radiographische Methoden adaptiert werden. Die für das Untersuchungsziel erforderliche getrennte Betrachtung von Feuchte und Masse geht über die Anwendbarkeit von Röntgenstrahlung eines Energieniveaus hinaus.

Referenzen

- [1] Dunky, M.; Niemz, P. – Holzwerkstoffe und Leime: Technologie und Einflussfaktoren. Springer-Verlag: Berlin [u.a.], 2002. 954 Seiten.
- [2] Lohmann, U. (Hrsg.) – Holzlexikon. 4. völlig neu bearbeitete Auflage. Nikol Verlag: Hamburg, 2010. 1423 Seiten.
- [3] Bosshard, H. H. – Holzkunde. Band 2: Zur Biologie, Physik und Chemie des Holzes. Birkhäuser Verlag: Basel, Stuttgart, 1974. 312 Seiten.
- [4] Boehme, C. – Die Bedeutung des Rohdichteprofiles für MDF. Holz als Roh- und Werkstoff 50 (1992) 1. S. 18-24.
- [5] Beall, F. C. – Industrial application and opportunities for nondestructive evaluation of structural wood members. Maderas. Ciencia y tecnología 9 (2007) 2. S. 127-134.
- [6] Krieger, H. – Grundlagen der Strahlungsphysik und des Strahlenschutzes. 3., überarbeitete und erweiterte Auflage. Vieweg+Teubner | GWV Fachverlage GmbH: Wiesbaden, 2009. 729 Seiten.
- [7] Olson, J. R.; Arganbright, D. G. – Prediction of Mass Attenuation Coefficients of Wood. Wood Science 14 (1981) 2. S. 86-90.
- [8] Jackson, D. F.; Hawkes, D. J. – X-ray attenuation coefficients of elements and mixtures. Physics Reports 70 (1981) 3. S. 169-233.
- [9] May, H. A.; Schätzler, H. P.; Kühn, W. – Messung des Dichteprofiles von Spanplatten mittels Gammastrahlen. Kerntechnik 18 (1976) 11. S. 491-494.
- [10] Ranta, L.; May, H.-A. – Zur Messung von Rohdichteprofilen an Spanplatten mittels Gammastrahlen. Holz als Roh- und Werkstoff 36 (1978) 12. S. 467-474.
- [11] Laufenberg, T. L. – Using gamma radiation to measure density gradients in reconstituted wood products. Forest Products Journal 36 (1986) 2. S. 59-62.
- [12] Hubbell, J. H.; Seltzer, S. M. – Tables of X-Ray Mass Attenuation Coefficients and Mass Energy-Absorption Coefficients from 1 keV to 20 MeV for Elements Z = 1 to 92 and 48 Additional Substances of Dosimetric Interest, 1996. Internet: <http://www.nist.gov/pml/data/xraycoef/index.cfm>. Abruf am 17.02.2011.
- [13] Dueholm, S. – Bestimmung des Rohdichteprofiles von Holzwerkstoffplatten. HK (1995) 11. S. 1394-1398.
- [14] Warnecke, T. – Neuartige Rohdichteprofilmessung an MDF-Platten. HK (1995) 11. S. 1380-1383.
- [15] Henkel, M. – Ermittlung von Dichteprofilen an Span- und Faserplatten mit Röntgenstrahlen. Holztechnologie 10 (1969) 2. S. 93-96.
- [16] Polge, H.; Lutz, P. – Über die Möglichkeit der Dichtemessung von Spanplatten senkrecht zur Plattenebene mit Hilfe von Röntgenstrahlen. Holztechnologie 10 (1969) 2. S. 75-79.
- [17] Thompson, R.; Pineau, J.; Zerkus, M. – Design and construction of a profile density measurement system for the composite wood products industry. In: Southeastcon '89. Proceedings. Energy and Information Technologies in the Southeast., IEEE. Columbia, SC, USA 1989. S. 1366-1371.
- [18] Bergsten, U.; Lindeberg, J.; Rindby, A.; Evans, R. – Batch measurements of wood density on intact or prepared drill cores using x-ray microdensitometry. Wood Science and Technology 35 (2001) 5. S. 435-452.
- [19] Solbrig, K. – Optimierung und Evaluierung eines radiometrischen Dichtemessarbeitsplatzes am Beispiel des Itrax Wood Scanners. Masterarbeit Hochschule Ostwestfalen-Lippe, Fachbereich Produktion und Wirtschaft, Lemgo, 2009. 125 Seiten.
- [20] Gruchot, M., bis 08.2008 wiss. Mitarbeiter am Zentrum Holzwirtschaft an der Universität Hamburg – Erweiterung der Software Woodscan 6.x sowie Entwicklung und Implementierung der Software Itrax Samplepositioneditor, Persönliche Mitteilung. Hamburg, 30.04.2009.
- [21] Plath, E.; Schnitzler, E. – Das Rohdichteprofil als Beurteilungsmerkmal von Spanplatten. Holz als Roh- und Werkstoff 32 (1974) 11. S. 443-449.
- [22] Moschler Jr, W. W.; Winistorfer, P. M. – Direct scanning densitometry: an effect of sample heterogeneity and aperture area. Wood and fiber science 22 (1990) 1. S. 31-38.
- [23] Rautkari, L.; Kamke, F.; Hughes, M. – Potential error in density profile measurements for wood composites. European Journal of Wood and Wood Products 69 (2011) 1. S. 167-169.
- [24] Gruchot, M. – In situ-Untersuchungen des Rohdichteprofiles von Holzwerkstoffen am Beispiel von MDF. Diss. Universität Hamburg, Fakultät für Mathematik, Informatik und Naturwissenschaften, Fachbereich Biologie, Hamburg, 2009. 437 Seiten.
- [25] Lu, C.; Lam, F. – Study on the X-ray calibration and overlap measurements in robot formed flakeboard mats. Wood Science and Technology 33 (1999) 2. S. 85-95.
- [26] Moschler, J. W.; Dougal, E. – Calibration Procedure For A Direct Scanning Densitometer Using Gamma Radiation. Wood and fiber science 20 (1988) 3. S. 297-303.
- [27] Kotwaliwale, N.; Subbiah, J.; Weckler, P.; Brusewitz, G.; Kranzler, G. – Calibration of a Soft X-Ray Digital Imaging System for Biological Materials. Transactions of the ASABE 50 (2007) 2. S. 661-666.
- [28] DIN 68100:2010 – Toleranzsystem für Holzbe- und -verarbeitung – Begriffe, Toleranzreihen, Schwind- und Quellmaße. Beuth Verlag: Berlin, 25 Seiten.