

- ▶ WISSEN SCHAFFT FORTSCHRITT®
- ▶ **GWP WHITE PAPER EXL 001 20210321**
- ▶ **AUTOREN**

Dr. Thomas Reith
M. Sc. Chemie
Leiter Chemische Analytik
Experte energetische Materialien
thomas.reith@gwp.eu

Dr. F. Xaver Steemann
M. Sc. Chemie
Leiter Analytikum
Experte energetische Materialien
xaver.stehmann@gwp.eu

Florian Kronpass
Werkstoffprüfer
Spezialist Computertomographie
florian.kronpass@gwp.eu

1 ZUSAMMENFASSUNG

Die vorliegende Technische Mitteilung soll anhand einer Beispieluntersuchung die Charakterisierungsmöglichkeiten von Tabletten mittels computertomografischer Messung aufzeigen.

Experimentell wurde eine große Probenanzahl an gealterten Airbag-Treibladungstabletten untersucht, welche durch Feuchte- und Temperatureinwirkung vom Originalzustand abweichen. Die feuchteempfindlichen Tabletten wurden unverzüglich luftdicht verschweißt, um ihren Alterungszustand zu konservieren. Die Proben wurden zerstörungsfrei in automatisierten Prozessen vermessen und hinsichtlich Form, Volumen und Dichte charakterisiert. Die Ergebnisse wurden abschließend unter statistischer Betrachtung ausgewertet. Das automatisierte Verfahren erlaubt eine hoch-reproduzierbare, manipulationsfreie, hochauflösende und einzeltablettengenaue dimensionale Charakterisierung der Tabletten. Die Güte der Messergebnisse schlägt sich maßgeblich in der anschließenden Korrelation mit anderen experimentell (auch zerstörend) geprüften Probenparametern nieder.

INHALTSVERZEICHNIS

| | | |
|-----|---|---|
| 1 | Zusammenfassung | 2 |
| 2 | Einführung | 2 |
| 3 | Computertomografische Untersuchungen an Treibladungstabletten | 3 |
| 4 | Ergebnisse und Bewertung | 4 |
| 5 | Ausblick | 6 |
| 6 | Berichtserstatter | 6 |
| 7 | Anhang | 7 |
| 7.1 | Abbildungen | 7 |
| 8 | Versionskontrolle dieses White PAPERS | 7 |

2 EINFÜHRUNG

Die Bestimmung von Tabletteneigenschaften findet mithilfe der industriellen Computertomographie hochgenau und zerstörungsfrei statt. Die Messungen liefern dabei eine Vielzahl an metrologischen bzw. dimensional Parametern wie Volumen, Durchmesser, Dichte oder Auskunft über das Vorhandensein von Rissen, Einschlüssen und Hohlräumen. Die Methode funktioniert weitestgehend unabhängig von Größe, Form, Dichte und Oberflächenbeschaffenheit der Proben an Einzeltabletten oder einem Ensemble von Tabletten. Die Messmethode kann kundenspezifisch angepasst und modifiziert werden, beispielsweise sind Untersuchungen unter Lichtausschluss oder geschützt vor Außenluft und Feuchtigkeit möglich. Automatisierbare Prozesse ermöglichen hohe Probendurchsätze und eine attraktive Preisgestaltung. Neben Tablettenproben aller Art (z.B. pharmazeutische Erzeugnisse, Nahrungsergänzungsmittel, chemische Reiniger) kann die GWP mbH als Inhaber einer Erlaubnis nach §7 SprengG auch Treibladungen und Pyrotechnik-Formkörper untersuchen.

Treibladungen werden in pyrotechnischen Airbag-Gasgeneratoren oftmals in Tablettenform eingesetzt. Das für eine definierte Gaserzeugung maßgebliche Abbrandverhalten wird dabei zu einem wesentlichen Teil von der geometrischen Form und Pressdichte der Tabletten bestimmt. Durch widrige Umwelteinflüsse oder andere Fehlerquellen können jedoch Treibladungstabletten in ihrer Form geschädigt oder ihrer Pressdichte verändert werden, wodurch ihr Abbrandverhalten einer möglicherweise nachteiligen Änderung unterworfen wird. Die Früherkennung der Veränderungen der Treibladungstabletten ist deshalb sicherheitsrelevant und kann einen wesentlichen Beitrag bei der Beurteilung der Gebrauchssicherheit pyrotechnischer Tabletten leisten.

3 COMPUTERTOMOGRAFISCHE UNTERSUCHUNGEN AN TREIBLADUNGSTABLETTEN

Nach Bergung der Treibladungen wurden die Tabletten in beschichtete Folienbeutel eingebracht und luftdicht verschweißt. Der Untersuchungsprozess wurde zeitgleich validiert und skaliert und von Anfang an auf große Probendurchsatzmengen ausgelegt.

Jede computertomografische Messung erfasste dabei in einer speziellen Aufnahme zeitgleich neunzehn Proben. Jede Messung beinhaltet eine Probe zur ständigen Qualitätskontrolle, deren Parameter durch Mehrfachmessungen und komplementäre Messmethoden verifiziert wurden. Nach der vollautomatischen mathematischen Rekonstruktion der Einzelbilder zu 3D-Modellen konnte die nachgelagerte Auswertung durch stabile Prozesse zu einem hohen Grad automatisiert werden. Laufende Qualitätskontrollen in jeder Messung zeigten Abweichungen und Auffälligkeiten zuverlässig auf und garantierten ein hochwertiges und zuverlässiges Messergebnis.

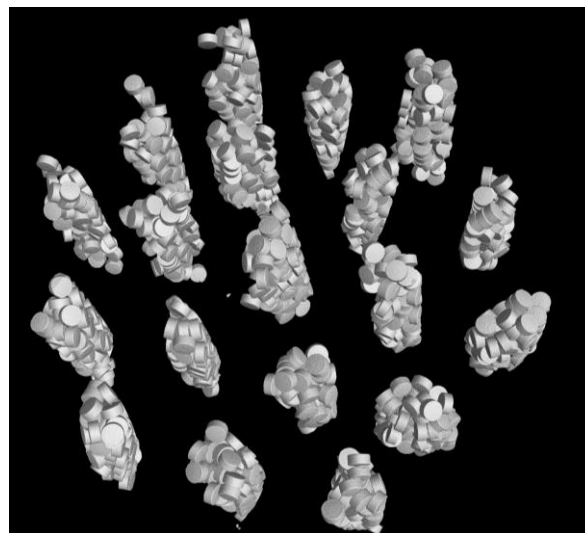


Abbildung 1: Links: YXLON FF35 CT (Dualröhren-Konfiguration mit Nanofokus-Transmissionsröhre und Hochleistungs-Mikrofokusröhre, Tabelle 1). Rechts: 3D-Aufnahme einer computertomografischen Messung von 19 Tablettenproben.

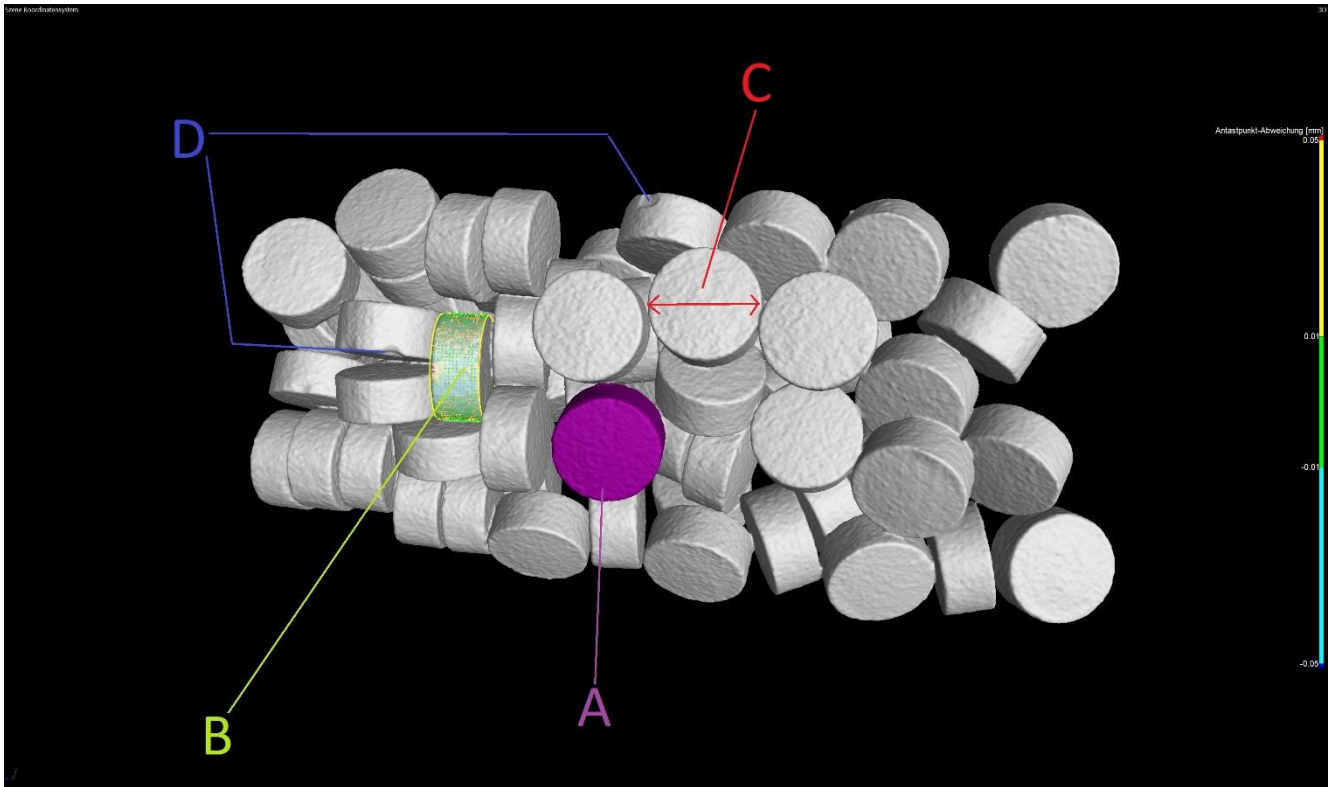


Abbildung 2: Methoden zur Auswertung verschiedener Tablettenparameter: Anpassung an die tatsächliche Tablettenoberfläche (A), Anpassung eines idealen geometrischen Körpers an die Tablette (B, Zylinderfit) oder Auswertung über geometrische Messmittel (C). Deutlich sichtbar: Kleinste Unebenheiten und Abplatzungen (D) auf der Tablettenoberfläche (Einzeltablettenmaße ca. 6,4 × 3,7 mm).

Tabelle 1: Parameter der Prüfmethode und -verfahren

| | |
|--------------------|---|
| Gerät: | #991 YXLON FF35 CT |
| Modus: | 225 kV Mikrofokus Direktstrahler |
| Spezifikation: | Erfassen der Tablettenoberfläche, Volumenbestimmung nach ROI-Aufteilung |
| Probenpräparation: | Verschweißung in metallbeschichtete Polymerfolie |
| Prüfaufbau: | Parallelmessung an 19 Einzelproben inkl. Qualitätssicherung |

4 ERGEBNISSE UND BEWERTUNG

Die CT-Volumen der Einzelproben wurden erfasst und während der Validierungsphase mit komplementären Verfahren überprüft. Die Dichte der Proben lässt sich in Kombination mit der ermittelten Masse (Mikrofeinwaage) nach der Formel

$$\rho = \frac{m}{V}$$

ermitteln. Das Volumen der Qualitätskontrollprobe wird mittels Qualitätsregelkarten überprüft und die CT-Messung nach optischer Sichtung der 3D-Modelle und Plausibilisierung der zu erwartenden Werte freigegeben. Die ermittelten Messergebnisse werden automatisiert ermittelt und verarbeitet (Tabelle 2).

Tabelle 2: Parameterbestimmung Masse, CT-Volumen und Dichte an 18 Einzelproben und einer Qualitätskontrollprobe

| Probe | Masse / g | Volumen / mm ³ | Dichte / g cm ⁻³ |
|-------|-----------|---------------------------|-----------------------------|
| 1 | 0,0739 | 430,23 | 1,6962 |
| 2 | 0,0725 | 422,37 | 1,6954 |
| 3 | 0,0716 | 421,05 | 1,6813 |
| 4 | 0,0728 | 424,48 | 1,6952 |
| 5 | 0,0711 | 410,39 | 1,7108 |
| 6 | 0,0753 | 439,25 | 1,6942 |
| 7 | 0,0720 | 418,73 | 1,6986 |
| 8 | 0,0744 | 432,03 | 1,7005 |
| 9 | 0,0711 | 414,08 | 1,6960 |
| 10 | 0,0722 | 419,74 | 1,7007 |
| 11 | 0,0724 | 420,23 | 1,7029 |
| 12 | 0,0705 | 410,39 | 1,6985 |
| 13 | 0,0768 | 447,83 | 1,6946 |
| 14 | 0,0713 | 414,21 | 1,7002 |
| 15 | 0,0718 | 415,82 | 1,7050 |
| 16 | 0,0767 | 446,35 | 1,6969 |
| 17 | 0,0729 | 425,19 | 1,6947 |
| 18 | 0,0699 | 407,45 | 1,6957 |
| QC | 10,8419 | 6434,36 | 1,6850 |

Untersucht wurden die Abweichungen der gefundenen Dichtebestimmungen zur ursprünglichen Produktionsdichte. Dazu wurde die Dichteverteilung innerhalb einer Population von Treibsätzen (Abbildung 3), die Verteilung innerhalb eines Tablettensatzes und das Verhältnis von Stichproben zum Gesamttreibsatz (Abbildung 4) untersucht und ausgewertet. Unter Berücksichtigung statistischer Methoden (Messgenauigkeit und Varianz des Verfahrens, Erwartungsbereich und Ausreißerbetrachtung der Ergebnisse) konnten die Messergebnisse mit kundenseitigen Informationen auf Zusammenhänge und Abhängigkeiten überprüft werden. Grundlegend dienen die gemessenen Abweichungen der untersuchten Proben als Indikator für den Zustand der Tablettentreibsätze. Eine deutlich erniedrigte Dichte, starke Verformungen oder ein hohes Maß an beschädigten Tabletten liefern qualifizierbare Informationen über den Fortschritt der Treibsatzalterung und ermöglichen die Entscheidungsfindung darauf aufbauender Maßnahmen. Insbesondere konnten Kennfelder und Eingreifgrenzen für fortlaufende Dichtebestimmungen ermittelt und eingeführt werden.

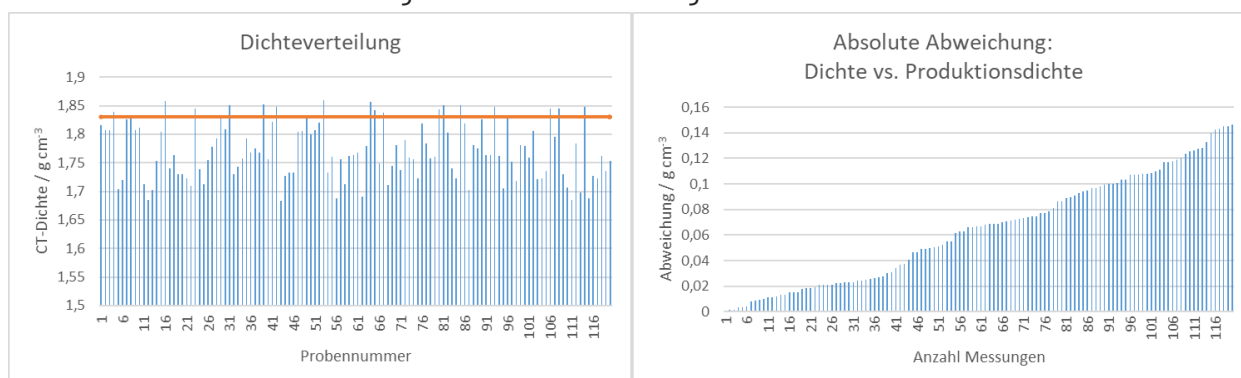


Abbildung 3: Links: Dichteverteilung von 120 gemessenen Proben in Relation zur Produktionsdichte (orange). Rechts: Absolute Abweichung zur Produktionsdichte.

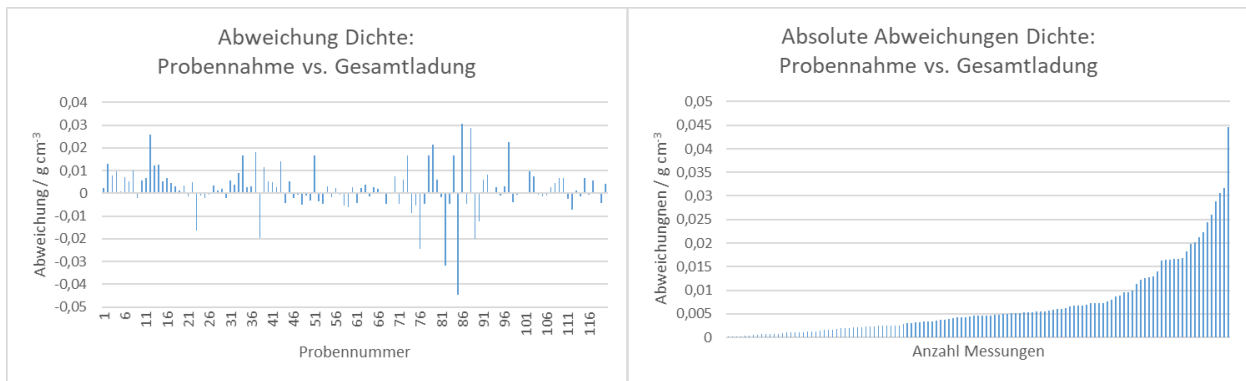


Abbildung 4: Links: Abweichungen der Dichte der Probennahme im Vergleich zur Gesamtprobe. Rechts: Absolute Abweichung der Probennahme im Vergleich zur Gesamtprobe.

Im Rahmen der Untersuchungen konnten die Einflussgrößen Alter, Umwelteinflüsse und bauartbedingte Unterschiede erfasst und qualifiziert und mit der resultierenden Dichte der Treibladungstabletten in Zusammenhang gesetzt werden. Zusätzlich wurde untersucht, in welchem Maß eine statistisch gezogene Teilprobe eines Generators die Gesamtladung repräsentiert und in welchem Maße die Dichtezusammensetzung streut. Effekte wie Abplatzungen, Tablettenbruch oder nicht-ideale Tabletten verfälschen das Ergebnis der CT-Volumenmessungen dabei nicht, sondern lassen sich bei Interesse gezielt untersuchen.

5 AUSBLICK

Die computertomografische Untersuchung von Tabletten und Presslingen ist eine zerstörungsfreie, hochpräzise und vielseitige Methode, mit welcher sich eine Vielzahl an Tabletteneigenschaften zuverlässig bestimmen lässt. Interessante Fragestellungen für das Verfahren sind unter anderem:

- Physikalischer Zustand von Tabletten: Größe, Volumen, Dichte, strukturelle Integrität
- Inhalt der Verpackung: Lage und Anzahl der Tabletten, Blister, Beipackzettel
- Zustand der Verpackung: Risse, Knicke, Verformungen, Siegelbruch

Wesentliche Vorteile der CT- Untersuchungen sind das schnelle Einbinden neuer Prozesse, der hohe Automatisierungsgrad und die fortlaufende Qualitätssicherung, durch welche hochwertige Ergebnisse zügig erreicht und preislich attraktiv gestaltet werden können.

Darauf aufbauend verfügt die GWP mbH als analytischer Komplettanbieter über ein umfangreiches Expertenteam und ein über die Jahrzehnte gewachsenes Know-how, um Sie mit weiteren Untersuchungen und Antworten auf spezielle Fragestellungen zu unterstützen.

6 BERICHTSERSTATTER

Alle Messergebnisse und Bewertungen beziehen sich ausschließlich auf die gemessene(n) Probe(n). Dieser Bericht darf nur vollständig und unverändert weiterverbreitet werden. Auszüge oder Änderungen bedürfen der Genehmigung der GWP mbH.

Dr. Thomas Reith
Berichtserstatter

Dr. F. Xaver Steemann
interne Prüfung

7 ANHANG

7.1 Abbildungen

Abbildung 1: Links: YXLON FF35 CT. Rechts: 3D-Aufnahme einer computertomografischen Messung von 19 Tablettenproben. 3

Abbildung 2: Methoden zur Auswertung verschiedener Tablettenparameter: Anpassung an die tatsächliche Tablettenoberfläche (A), Anpassung eines idealen geometrischen Körpers an die Tablette (B, Zylinderfit) und Auswertung über geometrisches Auslesen (C). Deutlich sichtbar: Kleinste Unebenheiten und Abplatzungen (D) auf der Tablettenoberfläche (Einzeltablettenmaße ca. 3,7 x 6,4 mm). 4

Abbildung 3: Links: Dichteverteilung von 120 gemessenen Proben in Relation zur Produktionsdichte (orange). Rechts: Absolute Abweichung zur Produktionsdichte..... 5

Abbildung 4: Links: Abweichungen der Dichte der Probennahme im Vergleich zur Gesamtprobe. Rechts: Absolute Abweichung der Probennahme im Vergleich zur Gesamtprobe. 6

8 VERSIONSKONTROLLE DIESES WHITE PAPERS

| Datum | Autor | REV # | Bemerkung |
|------------|-------|-------|-----------|
| 2020-01-19 | ReT | 00 | Erstellt |