

FORSCHUNGSBERICHT

# **Bildgebende Dichtheitsprüfung (Shearoseal)**

Entwicklung eines bildgebenden und massentauglichen Verfahrens für eine sekundenschnelle zuordenbare Dichtheitsprüfung in den Bereichen der Medizin- und Lebensmitteltechnik (Shearoseal)

Luis Wachter | Giovanni Schober | Pierre Pfeffer | Benjamin Baudrit |  
Thomas Hochrein | Martin Bastian

## **Danksagung**

Das Vorhaben 21951 N „Entwicklung eines bildgebenden und massentauglichen Verfahrens für eine sekundenschnelle zuordenbare Dichtheitsprüfung in den Bereichen der Medizin- und Lebensmitteltechnik (Shearoseal)“ mit dem Kurztitel „Bildgebende Dichtheitsprüfung (Shearoseal)“ der Forschungsvereinigung Fördergemeinschaft für das Süddeutsche Kunststoff-Zentrum e.V. (FSKZ) wurde über die Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen „Otto von Guericke“ (AiF) im Rahmen des Programms zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

Gefördert durch:



Bundesministerium  
für Wirtschaft  
und Klimaschutz

aufgrund eines Beschlusses  
des Deutschen Bundestages

Außerdem möchten wir den Unternehmen unseren Dank aussprechen, die das Forschungsvorhaben durch ihre Leistungen unterstützt haben. Darüber hinaus bedanken wir uns bei den Teilnehmern des projektbegleitenden Ausschusses für die wertvollen Diskussionen, welche maßgeblich zum Erfolg des Forschungsvorhabens beigetragen haben.

## **Kurzfassung**

Es wurde gezeigt, dass ein kommerzielles Shearografiesystem zusammen mit einer Unterdruckkammer geeignet ist, um verschiedene Probekörper auf ihre Dichtheit zu prüfen. Dabei befinden sich die benötigten Unterdrücke im niedrigen zweistelligen Millibar-Bereich. Vorteilhaft bei diesem bildgebenden Verfahren ist, dass mehrere Proben gleichzeitig geprüft werden können und trotzdem eine Aussage über jede einzelne getroffen werden kann. Untersucht wurden Verpackungen aus den Bereichen Lebensmittel, Arznei und Medizintechnik, wie z. B. Müsliriegelverpackungen oder verpackte Einwegspritzen. Um die Messergebnisse zu quantifizieren, wurden mehrere Auswertungsalgorithmen getestet. Es konnte gezeigt werden, dass eine zuverlässige und schnelle automatische Unterscheidung von dichten und undichten Proben möglich ist und mit einer Referenzmessreihe auch auf die Leckrate geschlossen werden kann. Zusätzlich zur automatischen Bewertung der Dichtheit wurde auch ein Verfahren zur automatischen Objekterkennung zu prüfender Proben entwickelt, sodass der komplette Prüfvorgang vom Einlegen der Prüflinge in die Kammer bis zur Ergebnisausgabe vollständig benutzerunabhängig gestaltet werden kann. Messungen mit einem im Funktionsumfang stark simplifizierten und damit perspektivisch sehr kostengünstig Testaufbau zeigen, dass auch mit diesem eine Dichtheitsprüfung möglich ist, allerdings mit den getesteten Auswertalgorithmen keine Quantifizierung der Dichtheit erlaubt. Um dieses Prüfkonzept weiterzuentwickeln, wird ein Nachfolgeprojekt angestrebt.

## **Abstract**

It was shown that a commercial shearography system together with a vacuum chamber is suitable for testing various test specimens for leaks. The required negative pressures are in the low two-digit millibar range. The advantage of this imaging method is that several samples can be tested at the same time and a statement can still be made about each individual sample. Packaging from the food, pharmaceutical and medical technology sectors, such as cereal bar packaging or packaged disposable syringes, were examined. In order to quantify the measurement results, several evaluation algorithms were tested. It could be shown that a reliable and fast automatic differentiation of leaky and non-leaky samples is possible and that the leak rate can also be concluded with a reference measurement series. In addition to the automatic evaluation of the leaktightness, a procedure for the automatic object recognition of samples to be tested was also developed, so that the complete test procedure from the insertion of the test specimens into the chamber to the output of the results can be designed completely user-independently. Measurements with a test set-up that is highly simplified in terms of its functional scope and thus very cost-effective show that a leak test is also possible with this set-up, but that it does not allow quantification of the leak tightness with the tested evaluation algorithms. In order to further develop this test concept, a follow-up project is being sought.

**Inhaltsverzeichnis**

<b>Projektsteckbrief.....</b>	<b>II</b>
<b>1 Einleitung.....</b>	<b>1</b>
1.1 Anlass für Forschungsvorhaben.....	1
1.2 Problemstellung .....	2
1.3 Zielsetzung.....	3
<b>2 Stand der Technik.....</b>	<b>4</b>
2.1 Dichtheitsprüfung durch (Werker-)Wasserbad-Prüfung .....	5
2.2 Dichtheitsprüfung durch (Differenz-)Druck-Prüfung.....	6
2.3 Dichtheitsprüfung durch Testgase .....	7
2.4 Zerstörungsfreie Fehlstellendetektion.....	7
2.5 Shearografie .....	8
2.6 Vergleichende Übersicht zu Dichtheitsprüfverfahren .....	10
<b>3 Lösungsweg zur Erreichung des Forschungsziels .....</b>	<b>11</b>
<b>4 Ergebnisse.....</b>	<b>12</b>
4.1 Entwicklung eines Prüfkonzpts.....	12
4.1.1 Aufbau des Messsystems.....	12
4.1.2 Manipulation der Proben .....	13
4.1.3 Durchführung von Messungen .....	14
4.2 Prüfung unterschiedlicher Bauteile und Ausloten der Systemgrenzen.....	15
4.3 Entwicklung passender Signal- und Bildverarbeitungsalgorithmen.....	20
4.4 Automatische Auswertung mittels maschinellen Lernens.....	23
4.5 Transfer auf eines im Funktionsumfang reduzierten Messsystems .....	25
<b>5 Zusammenfassung .....</b>	<b>28</b>
<b>6 Literaturverzeichnis .....</b>	<b>29</b>

## Projektsteckbrief

Die Dichtheit stellt eines der zentralen Qualitätskriterien in der Kunststoffindustrie dar. Dies betrifft neben technischen Bauteilen wie Behälter jeglichen Sicherheitsgrades v. a. die gesamte Industrie von Primärverpackungen, die in Deutschland 2019 einen Umsatz von 27 Mrd. € erzielte. Beispiele stellen neben der Lebensmittelindustrie v. a. die sicherheitsrelevante Pharmazie mit 49 Mrd. € und Medizintechnik mit 31 Mrd. € Umsatz in Deutschland, die insbesondere in Krisenzeiten, wie sie derzeit international im Kontext der Covid19-Ausbreitung präsent sind, dar.

Bisherige Verfahren zur Dichtheitsprüfung weisen entscheidende Limitationen auf. Entweder werden die Produkte zeitaufwändig sequenziell oder simultan geprüft, wobei im letzteren Fall keine Ergebniszuordnung auf ein bestimmtes Produkt innerhalb der Prüfmenge möglich ist.

Abhilfe schafft hier ein am SKZ entwickelter Prüfansatz, der im Rahmen des vorliegenden Antrags zu einem Demonstrator weiterentwickelt und anhand einer Vielzahl von verpackten Pharmazie- und Medizintechnikprodukten zur Bestimmung maßgeblicher Einflussfaktoren erprobt wird. Zu diesen Produkten zählen neben den derzeit besonders benötigten Hygieneartikeln in Form von Schutz- und Atemmasken, steril verpackten Verbänden und Spritzen auch Blisterverpackungen und Kleinstbehälter zur Lagerung fester und flüssiger Medikamente. Die Basis des Vorhabens stellt dabei die direkt bildgebende und in Sekunden messende Shearografie, die die Verformungsmessung von Bauteilen infolge eines angelegten Druckunterschiedes ermöglicht, dar. Ist die Verpackung dicht, so verformt sich diese dabei. Liegt hingegen eine Undichtigkeit vor, so verformt sich die Verpackung infolge des stattfindenden Druckausgleiches zwischen dem Verpackungsinneren und der Umgebung nicht. Gelingt der Nachweis der Verfahrenseignung, so wird erstmals eine ressourceneffiziente Massenprüfung mit gleichzeitig direkter Ergebniszuordnung auf ein bestimmtes Produkt ermöglicht.

AiF/IGF-Projekt 21951 N:

*„Entwicklung eines bildgebenden und massentauglichen Verfahrens für eine sekunden-schnelle zuordenbare Dichtheitsprüfung in den Bereichen der Medizin- und Lebensmitteltechnik (Shearoseal)“*

Dauer: 01.08.2021 – 31.12.2022

Unterstützt durch den projektbegleitenden Ausschuss:

- Siemens Healthcare Diagnostics Products GmbH
- MICRO-EPSILON MESSTECHNIK GmbH & Co. KG
- Röchling Medical Neuhaus GmbH & Co. KG
- triLitec GmbH
- Druck- und Spritzgußwerk Hettich GmbH & Co. KG

## **1 Einleitung**

### **1.1 Anlass für Forschungsvorhaben**

Die Dichtheit stellt eines der wichtigsten Qualitätskriterien in der Bauteilherstellung dar. Die dabei gestellten Anforderungen bestehen in nahezu allen erdenklichen Branchen und bei einer Vielzahl an Ausgangsmaterialien. Beispiele sind Stahlbehälter im Kraftwerksbereich [1], Keramikgefäße in der chemischen Industrie [2] und Kunststofftanks im Automobilbereich [3] und insbesondere auch in der Medizintechnik. Das Gleichgewicht zwischen der Zuverlässigkeit der Prüfung und die für die Prüfung erforderlichen wirtschaftlichen Notwendigkeiten verschiebt sich mit zunehmender Sicherheitsrelevanz der Produkte und den damit verbundenen Folgen bei einem Produktversagen hin zum Kriterium der Zuverlässigkeit. Dies ist insbesondere in Branchen ersichtlich, bei denen Menschenleben von der Dichtheit eines Bauteils abhängen. Dies betrifft zunächst einmal die Energiebranche im Allgemeinen und den Kraftwerksbereich im Speziellen, bei dem im Falle eines Versagens i. d. R. eine begrenzte Anzahl an Personen zu Schaden kommt. Die Industriesegmente des Transportwesens einschließlich der Automobil-, Nutzfahrzeug-, Maritim- sowie Luft- und Raumfahrtbranche führen im Weiteren zu einem größeren Personenkreis, der von Schadensfällen direkt betroffen sein kann. Die Bereiche mit der größten Sicherheitsrelevanz stellen neben den Branchen, die mit radioaktiven Substanzen umgehen, unmittelbar die Pharmazeutik, Medizin- und Lebensmitteltechnik dar. Hier spielt die Dichtheit der primären, d. h. produktberührenden Verpackung ab Produktentstehung bis zum Einsatzzeitpunkt eine entscheidende Rolle. Innerhalb dieser wichtigen Bereiche existieren selbstverständlich Anwendungen, bei denen der betroffene Personenkreis begrenzt ist. Anders stellt sich jedoch die Situation bei medizinischen Massenprodukten wie Medikamenten, steril verpackten Schutzausrüstungen oder Blutkonserven dar. Derartige Produkte werden jährlich in einer enormen Menge hergestellt, verpackt und bis in die abgelegensten Regionen der Erde verbreitet, wobei die Dichtheit maßgeblich die Haltbarkeit bestimmt. Diesem Umstand wird v. a. in Zeiten gesundheitlicher Krisen in Form von Pandemien, wie sie mit der Covid19-Ausbreitung erlebbar war, eine zunehmende Bedeutung zugesprochen. Die Dichtheit von Verpackungen ist in diesem Kontext höchst sicherheitsrelevant und kann derzeit in Ermangelung geeigneter Prüftechniken nur unbefriedigend bewertet werden.



## 1.2 Problemstellung

Die derzeitigen Methoden beschränken sich entsprechend der DIN EN 1779 [4] auf den Einsatz von Wasserbadprüfungen und der visuellen oder ggf. ultraschallgestützten Detektion von aufsteigenden Luftblasen, die Drucküberwachung von mit Prüfgasen einzeln befüllten Behältern oder der i. d. R. auf Gas-Chromatografen oder Massenspektrometern basierenden Erfassung von eingesetzten Schutz- und Prüfgasen an Einzelobjekten. All diesen Verfahren ist gemein, dass entweder nur sequenziell geprüft werden kann und damit die Anzahl vorhandener Anlagentechniken die Anzahl an simultan prüfbareren Objekten limitiert oder bei einer möglichen simultanen Prüfung einer größeren Stichprobe nicht auf die Undichtigkeit eines einzelnen Objekts dieser Stichprobe geschlossen werden kann. Damit ist derzeit hinsichtlich Gerätetechnik und ggf. notwendiger Hilfsmittel wie Schutz- und Prüfgasen sowie Prüfpersonal keine ressourcenschonende und damit wirtschaftliche Überwachung der Dichtheit von sicherheitsrelevanten Verpackungen möglich. Aus diesem Grund werden deutlich mehr Ressourcen in die Verpackungstechnik investiert, als sie eigentlich notwendig wären, was v. a. bei Knappheit von Schutzausrüstungen im Rahmen von Pandemien von Bedeutung ist. Dies betrifft etwa manuelle Einzelprüfungen, die naturgemäß eine deutlich geringere Reproduzierbarkeit als automatisierte Verfahren aufweisen, und Sicherheitsfaktoren während der Verpackungsherstellung z. B. in Form von sicherheitshalber größeren Wandstärken, längeren Zykluszeiten der Fügetechnik oder komplexeren Mehrschichtaufbauten als notwendig. Abhilfe für dieses seitens der Wirtschaft umfassend anerkannten Problems schafft hier ein am Kunststoff-Zentrum – SKZ entwickelter neuer Prüfansatz, der im Rahmen des vorliegenden IGF-Projekts zu einem Demonstrator weiterentwickelt und anhand einer Vielzahl von verpackten Produkten der Medizin- und Lebensmittelbranche zur Bestimmung maßgeblicher Einflussfaktoren erprobt wurde. Dabei wurden explizit nicht die Permeationseigenschaften von intakten Verpackungen untersucht, sondern Undichtigkeiten, die infolge von z. B. fehlerbehafteten Ausgangsmaterialien, unsachgemäßen Fügeprozessen oder Transportschäden resultieren. Die Basis stellt dabei die direkt bildgebende und in Sekunden messende Shearografie, die die Verformungsmessung von Bauteilen infolge eines extern angelegten Druckunterschiedes ermöglicht, dar. Liegt eine Dichtigkeit der Verpackung vor, so verformt sich diese infolge der Druckdifferenz zwischen dem Inneren der Verpackung und der Umgebung. Liegt hingegen eine Undichtigkeit vor, so verformt sich die Verpackung infolge des stattfindenden Druckausgleichs nicht. Zusätzlich wird betont,

dass die unmittelbare Notwendigkeit auch unabhängig von der aktuellen Gesundheitskrise etwa im Lebensmittelbereich besteht [5]. Aus wissenschaftlich-technischer Sicht besteht die größte Herausforderung in dem Transfer der Shearografie ausgehend von dem derzeitigen Labormessverfahren unter definierten Bedingungen hin zu einem praxistauglichen Massenprüfverfahren unter variierenden Prüfbedingungen. Weiterhin soll eine quantitative Aussage zur Dichtheit erzielt werden, wobei die Shearografie trotz der grundsätzlichen Möglichkeit von quantitativen Messungen bisher eher als qualitativ-vergleichendes Verfahren eingesetzt wurde.

### **1.3 Zielsetzung**

Der globale Umsatz mit v. a. flexiblen Verpackungen hat sich zwischen 2010 und 2019 auf 202 Mrd. € verdoppelt. Voraussichtlich steigt er bis zum Jahr 2024 um durchschnittlich 3,3 % pro Jahr auf 240 Mrd. € [6]. Die Verpackungsindustrie stellt auch in Deutschland mit einem jährlichen Umsatz von ca. 18,5 Mrd. € einen wesentlichen Treiber der kunststoffverarbeitenden Industrie dar. Dabei konnten in 2019 in Deutschland 262 Betriebe gezählt werden, die Verpackungen aus Kunststoffen herstellen [7]. Neben der Bauindustrie finden diese v. a. Anwendung im Lebensmittelsegment, der mit ca. 600.000 Mitarbeitern in 6.000 Betrieben, von denen etwa 80 % kleine und mittlere Unternehmen (KMU) darstellen [8], in Deutschland 2017 einen Umsatz von 180 Mrd. € generierte [9] sowie in der Pharmabranche und Medizintechnik. Die Pharmazeutik stellt mit ca. 1.200.000 Beschäftigten und einem Umsatz im Jahr 2019 von 48 Mrd. € [10] und die Medizintechnik mit 31 Mrd. € [11] eine Schlüsselbranche der deutschen Wirtschaft mit gleichzeitig international anerkanntem Wissensstand dar. Dies betrifft insbesondere die Forschungs- und Entwicklungsaktivitäten. Deutschland liegt innerhalb Europas unter den Top 3 Ländern in Bezug auf Umsatz und Anzahl der Beschäftigten dieser Branchen. Im internationalen Vergleich liegt der Umsatz deutlich hinter Ländern wie USA, China und Indien, wobei hervorzuheben ist, dass sich in Deutschland KMU mit Alleinstellungsmerkmalen etwa in Form der Entwicklung sehr spezifischer medizinischer Produkte auszeichnen [12]. In der Pharmabranche stellen geklebte Kunststofffüten, Blisterverpackungen, Kunststoffkapseln und Kunststoffflaschen die am meisten verbreiteten Formen zur Lagerung flüssiger und fester Medikamente dar [13, 14]. „Mit [...] der DIN EN ISO 11607 liegt erstmals eine Norm vor, die den Stand der Technik zum Thema Validierung von Verpackungsprozessen steriler Medizinprodukte beschreibt. Die Norm gilt nicht nur

für industrielle Hersteller von sterilen Medizinprodukten, sondern nun auch für Einrichtungen des Gesundheitswesens, also zum Beispiel für Krankenhäuser“ [15]. Hierin wird neben der notwendigen Sterilisation auch die Dichtheit von Verpackungen stringent thematisiert. Ebenso weist das Bundesgesundheitsministerium auf dieses zentrale Thema als „Grundvoraussetzung für sterile Herstellungs- und Verpackungsprozesse“ hin [16]. Eine internationale Studie prognostiziert bei Sterilverpackungen ein jährliches Umsatzwachstum von 3 % bis 2025 [17]. Wird erstmals eine simultane Massenprüfung von sterilen Verpackungen innerhalb kürzester Zeit, deren Ergebnisse direkt bildgebend einzelnen untersuchten Produkten zugeordnet werden können, realisiert, so werden Unternehmen befähigt, sehr wirtschaftlich gesetzliche Auflagen zur Dichtheit von Verpackungen einzuhalten. Damit profitieren die gesamte Verpackungsindustrie und eine Vielzahl von Branchen. Neben einer deutlich höheren Wertschöpfung infolge der Vermeidung von oftmals nicht notwendigen Sicherheitsfaktoren in der Verpackungsauslegung und -herstellung, einer Vermeidung von reklamierten undichten Verpackungen und den darin enthaltenen Produkten etwa aus der Lebensmittel- und Pharmaziebranche werden v. a. Personenschäden reduziert und Menschenleben gerettet. Bedingt durch die Herstellung, Verbreitung und den Einsatz steriler medizinischer Produkte kann eine Infektionsprävention und -bekämpfung verbessert werden. Während die Infektionsprävention v. a. Risikogruppen wie Beschäftigten im Gesundheitswesen zugutekommt, die einer höheren Ansteckungsgefahr ausgesetzt und damit zwingend auf sterile Schutzausrüstung angewiesen sind [18], profitiert die gesamte Bevölkerung von der möglichen Infektionsbekämpfung durch Bereitstellung steriler Medikamente und medizinischen Instrumenten. Neben der Verpackungsindustrie und der Gesamtgesellschaft werden erfahrungsgemäß auch die Lieferanten von Halbzeugen wie Folienhersteller und v. a. Prüfgerätehersteller profitieren. Deutschland zeichnet sich durch eine KMU geprägte Landschaft von Prüfgeräteherstellern aus. Zahlreiche Startups unterstützen diesen Trend [19] und fungieren neben etablierten Herstellern oftmals als prüfungsdurchführende Stellen. Es ist zu erwarten, dass mit dem Aufkommen einer neuen Technologie Unternehmensgründungen folgen.

## **2 Stand der Technik**

Die Dichtheit eines Behälters bzw. einer Grenzfläche gegenüber einem bestimmten Stoff lässt sich durch die auftretende Leckrate quantifizieren. Die zuvor beschriebene wirtschaftliche Relevanz der Dichtheit von geschlossenen Bauteilen wie Behältern und Verpackungen hat zu der Entwicklung zahlreicher Verfahren, die die Dichtheit prüfen und

unterschiedliche, minimale Leckraten detektieren können, geführt. Tabelle 1 führt eine Reihe von relevanten Leckraten bei der Prüfung mittels unterschiedlicher Medien auf.

Tabelle 1: Grenz-Leckrate gegenüber unterschiedlichen Medien

Dichtheit	Größenordnung der Grenz-Leckrate [mbar·l/s]
Wasserdicht	$10^{-2}$
Dampfdicht	$10^{-3}$
Öldicht	$10^{-3}$
Benzindicht	$10^{-5}$
Gasdicht	$10^{-6}$

Als Basis für industrielle Dichtheitsprüfung dienen zum einen in Deutschland die DIN EN 1779 sowie darin nicht aufgeführte Sonderverfahren und zum anderen auch im US-amerikanischen Raum die Kapitel der USP 1207 zur Integritätsbewertung der Primärbehältnisse steriler Arzneiformen. Diese legt beispielsweise fest, dass bereits in der frühen Entwicklungsphase von medizinischen Behältnissen der Hersteller verpflichtet ist, sicherzustellen, dass dessen Produkt konstruktiv die Sterilität des Inhalts gewährleisten und somit Defekte im Bereich von mindestens 0,2 Mikrometer Durchmesser ausschließen bzw. eine Leckrate von maximal  $6 \cdot 10^{-6}$  mbar·l/s garantieren kann. Neben dem Nachweis dieser Eigenschaften an einzelnen mit hochsensiblen Methoden wie der Helium-Massenspektrometrie getesteten Exemplaren werden aufgrund deren langer Prüfzeiten in der Produktionspraxis Integritätsprüfungen an größeren Stichproben hinsichtlich Defektgrößen zwischen 2 und 20  $\mu\text{m}$  und somit Leckraten von  $10^{-4}$  mbar·l/s bis  $10^{-1}$  mbar·l/s durchgeführt. Bei 100 %-Prüfungen wird darüber hinaus häufig auf noch größere Defekte hin geprüft. Die verbreitetsten Prüfverfahren werden im Folgenden anhand ihrer Funktionsweise und den damit verbundenen Vor- und Nachteilen vorgestellt, wobei am Ende jeweils eine abschließende Bewertung erfolgt.

### 2.1 Dichtheitsprüfung durch (Werker-)Wasserbad-Prüfung

Bei der (Werker-)Wasserbad-Prüfung werden die zu prüfenden Objekte mit einem Überdruck durch Luftbefüllung beaufschlagt, abgedichtet und in ein Wasserbecken getaucht.

Bei Vorhandensein einer Leckrate von minimal  $10^{-3}$  mbarl/s steigt die Luft zur Wasseroberfläche. Die Luftblasen werden entweder von einem Werker visuell oder einem Ultraschallsystem detektiert [20]. Von Nachteil ist, dass die Ergebnisbewertung im ersten Fall subjektiv erfolgt. Aufgrund der Vielzahl der Bauteile kann nicht jede aufsteigende Luftblase sicher vom Auge erfasst werden [21]. Auch steht das strömungsbedingt nicht senkrechte Aufsteigen der Luftblase einer präzisen Zuordnung der Leckage auf ein einzelnes Objekt entgegen [22]. Gleiches gilt auch für den Einsatz der Ultraschalltechnik, die zwar eine Objektivierung der Prüfung darstellt, aber in Abhängigkeit der Prüffrequenz i. d. R. zusätzlich eine geringere Auflösung als das menschliche Auge aufweist. Nachteilig bei beiden Verfahrensvarianten sind zudem das Eintragen von Luft im Zuge des Objekteintauchens, was zu Prüfsicherheiten führt, der Wartungsbedarf von Wasserbecken, der zeitaufwändige Eintrag eines Überdrucks in das Bauteil und der anschließende Trocknungsvorgang, der mit einem entsprechenden Energieeinsatz einhergeht [23]. Damit ist das Verfahren nicht für die Massenprüfung der Dichtheit von Medizinprodukten geeignet.

## **2.2 Dichtheitsprüfung durch (Differenz-)Druck-Prüfung**

Bei der (Differenz-)Druck-Prüfung werden entweder ein Prüf- und ein Referenzobjekt oder ausschließlich das Prüfobjekt mit gleichem Druck beaufschlagt [24, 25]. Durch Betrachtung des Differenzdrucks beider Objekte oder des Absolutdrucks des Prüfobjekts über die Zeit kann auf Undichtigkeiten bei Leckraten über  $10^{-3}$  mbarl/s geschlossen werden. Vorteilhaft ist, dass eine Undichtigkeit unmittelbar einem direkten Bauteil zugeordnet werden kann. Von Nachteil ist erneut, dass ein zeit- und damit kostenintensiver Befüllungsvorgang notwendig ist, der Druck temperaturabhängig ist und die Anzahl der gleichzeitig prüfbar Teile durch die Anzahl an Befüllungs- und Druckmessanlagen beschränkt ist [26, 27]. Gleichermaßen sind nicht alle Bauteile, respektive Verpackungen reversibel mit einem Druck beaufschlagbar. Die meisten im medizinischen Bereich vorliegenden Verpackungen sind entlang des kompletten Umfangs verschweißt oder verklebt, sodass eine für die Prüfung notwendige Druckbeaufschlagung gar nicht möglich ist. Damit weist die (Differenz-)Druck-Prüfung entscheidende Nachteile gegenüber des angestrebten Prüfverfahrens auf.

### 2.3 Dichtheitsprüfung durch Testgase

Bei der Dichtheitsprüfung mit Testgasen wird zwischen zwei grundsätzlichen Verfahrensvarianten unterschieden, die unter einer Vielzahl von Begriffen wie Lecksuchverfahren, Vakuumverfahren oder Bombing bekannt sind. Entweder wird ein Objekt, das mit einem ohnehin vorhandenen anwendungsspezifischen Gas wie etwa einem Schutzgas oder einem Prüfgas wie Helium oder Wasserstoff befüllt ist, in einer Kammer platziert oder es wird mit einer Sonde abgefahren [28]. In beiden Fällen erfasst ein gassensitives Messsystem wie z. B. ein Chromatograph oder Massenspektrometer das Austreten des spezifischen Schutz- bzw. Prüfgesetzes [29]. Druckunterschiede in der Kammer, respektive der Prüfumgebung, und dem zu untersuchenden Objekt können hierbei unterstützend der Gasaustritt fördern. Messbare Leckraten reichen bis zu  $10^{-7}$  mbarl/s hinunter. In beiden Fällen ist von Nachteil, dass ein spezielles Gas, auf das das Messsystem explizit ausgelegt ist, eingesetzt werden muss [30]. Viele medizinische Verpackungen beinhalten hingegen keine speziellen Schutzgase, sondern sind lediglich gegenüber der Umgebung abdichtend verpackt. Wird die Prüfung in einer Kammer durchgeführt, so ist sie bei Prüfung eines einzelnen Objekts zeitaufwändig, zumal in der Kammer stabile Bedingungen herrschen müssen, und bei der simultanen Prüfung vieler Bauteile ist der Gasaustritt nicht auf ein explizites Bauteil zuordenbar [29]. Aus diesen Gründen ist auch die Testgas-Dichtheitsprüfung kein geeignetes Mittel für die zeiteffiziente Massenprüfung medizinischer Produkte.

### 2.4 Zerstörungsfreie Fehlstellendetektion

Es existiert ein umfangreicher Stand der Technik zu zerstörungsfreien Prüfverfahren auf Basis mechanischer und elektromagnetischer Wellen, die für die Laborprüfung von finalen Bauteilen und die Prozessüberwachung während der Herstellung sowie des Betriebs eingesetzt werden. Dazu gehören v. a. Ultraschall, Mikrowellentechnik, Terahertz-Verfahren, UV-/VIS-/(N)IR-/Raman-Spektroskopie, Thermografie, die Sichtprüfung, Hyper Spectral Imaging, optische Kohärenztomografie, Röntgenverfahren, Wirbelstromprüfung und Kernspinresonanzmethoden. All diese Verfahren, auf deren Beschreibung aus Platzgründen verzichtet wird, verfolgen i. d. R. das Ziel, punktuell spektral oder bildgebend Bauteile zu charakterisieren und Fehlstellen zu identifizieren. Physikalisch bedingt weisen alle Prüfverfahren u. a. eine wellenlängenabhängige laterale und longitudinale

Ortsauflösung auf. Fehlstellen und Inhomogenitäten können in dieser Größenordnung identifiziert werden. Hervorzuheben ist insbesondere die Röntgentechnik, die bei Betrachtung eines vollständig vorliegenden industrierelevanten Bauteils eine Auflösung im Mikrometerbereich aufweist. Bei all diesen Verfahren ist jedoch kein direkter messtechnischer Zusammenhang zwischen Fehlstellenidentifikation und Undichtigkeit möglich. Auch kleinste Risse im Mikrometerbereich stellen bei sehr großen Verpackungen eine Ursache für Undichtigkeiten dar. Aus diesem Grund ist keines der genannten Verfahren geeignet, um große Mengen an Verpackung wirtschaftlich auf Undichtigkeiten zu prüfen. Einzig die bisher nicht aufgeführte Shearografie, die folgend betrachtet wird, bietet in im Vergleich zum derzeitigen Einsatzgebiet abgewandelter Form, das Potenzial, diese Lücke zu schließen.

## 2.5 Shearografie

Die Shearografie ist ein berührungsloses, optisches Messverfahren, das auf der Erfassung von an der Objekt Oberfläche reflektierten Laserstrahlen basiert. Sie wird in der Industrie verwendet, um eine mobile Inspektion in Kombination mit Temperatur- und/oder Vakuumbelastung, insbesondere im Luftfahrtbereich, zur zerstörungsfreien Prüfung von Reifen und Compositbauteilen durchzuführen. Weitere nennenswerte Branchen, in denen die Shearografie eingesetzt wird, sind: Boot- und Schiffsbau, Windkraft, Automotive und Kunstrestauration. Es lassen sich mit Auflösungen im Megapixel-Bereich nach einer Belastung des Objekts reversible Verformungen, messen, die klassischerweise genutzt werden, um Rückschlüsse auf das Vorhandensein von Fehlstellen zu ziehen [31]. Die durch Bestrahlung mit aufgeweiteten und damit als Klasse 2 eingestuften Lasern erzeugten Speckle-Muster auf der Bauteiloberfläche werden durch Verwendung einer sog. Scher-Optik in ein charakteristisches Interferenzmuster überführt. Entsprechend Abb. 1 hat sich ein Michelson-Interferometer durchgesetzt, da bei diesem der Scherwinkel  $\alpha$  und damit der -betrag einfach verändert werden können [32].

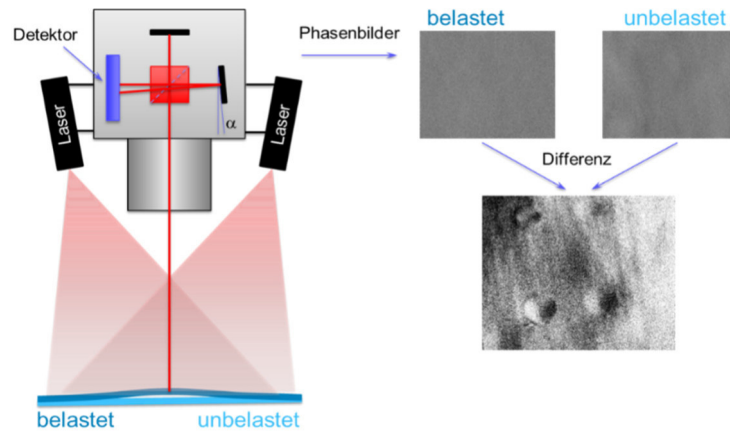


Abbildung 1: Schema des shearografischen Messprinzips

Die Intensitätsverteilung  $I(x,y)$  des durch die Überlagerung hervorgerufenen und mittels CCD-Chip erfassten Interferenzmusters wird beschrieben durch [33]:

$$I(x,y) = I_0 \cdot \{1 + \gamma \cdot \cos[\phi(x,y)]\} \quad (1)$$

Dabei sind  $I_0$  der Mittelwert der Intensität,  $\gamma$  die Modulation des Interferenzterms und  $\phi(x,y)$  die Phasenverschiebung des Interferenzmusters. Durch Einsatz der sog. temporalen Phasenschiebetechnik [34] kann anhand der Intensität auf die Phasenverschiebung und damit sinnbildlich den Abstand zwischen Messsystem und Objekt geschlossen werden. Durch die Subtraktion im belasteten  $\phi'(x,y)$  und im unbelasteten Zustand  $\phi(x,y)$  lässt sich die relative Gesamt-Phasendifferenz  $\Delta\phi(x,y)$ , die unter Berücksichtigung des Beleuchtungswinkels, des Shearbetrags und der Wellenlänge der genutzten Laser proportional zur messbare Verformung des Objekts ist, berechnen zu:

$$\Delta\phi(x,y) = \phi'(x,y) - \phi(x,y) \quad (2)$$

Erfassbare Verformungen infolge der Objektbelastung liegen bei Einsatz von einem roten Laser im sichtbaren Bereich mit 680 nm bei ca. 60 nm bis 200 nm [35]. Um die für die Shearografie notwendige Bauteilverformung zu erzielen, eignen sich verschiedene Belastungsmethoden, wobei auf eine detaillierte Beschreibung der thermischen sowie der mittels Ultraschallwellen verzichtet wird. Für das vorliegende Projekt ist hingegen eine mechanische Anregung durch Anlegen eines Druckunterschiedes von zentraler Bedeutung. Die Verwendung von Druckkammern ermöglicht eine Prüfung von beliebigen Freiformflächen und ist nur durch den Bauraum begrenzt [36, 37]. Die Belastung mittels Druckdifferenz ist jedoch auf die Detektion von Fehlstellen, die keinem Druckausgleich unter-



liegen, etwa allseitig abgeschlossenen Lufteinschlüssen, beschränkt. Dieser für den klassischen Einsatz der Shearografie sehr negative Effekt soll nun gezielt genutzt werden. Liegt eine ausreichend große Undichtigkeit einer Verpackung vor, so verformt sich die Verpackung infolge des stattfindenden Druckausgleichs zwischen der Prüfumgebung und dem Produktinneren nicht bzw. nur wenig. Ist eine Verpackung dicht bzw. liegt die Leckrate unter einem zu ermittelnden Grenzwert, so findet eine wesentlich stärkere Verformung statt, die im Vergleich mit dem unverformten Fall im unbelasteten Zustand erkannt werden kann.

## 2.6 Vergleichende Übersicht zu Dichtheitsprüfverfahren

Tabelle 2: Vergleichende Übersicht zu Dichtheitsprüfverfahren, Eigenschaften sind farblich bewertet (rot: negativ, orange: neutral, grün: positiv)

Vergleichskriterium	Wasserbadprüfung	Druckprüfung	Testgasprüfung	Shearografie
Simultane Prüfbarkeit vieler Verpackungen	Ja	Nein	Ja	Ja
Eindeutige Ergebniszuordnung	Nein	Ja	Nein	Ja
Vorhandensein einer Bildgebung	Nein	Nein	Nein	Ja
Notwendigkeit einer behälterspezifischen Druckbeaufschlagung	Nein	Ja	Ja	Nein
Berührungslose Arbeitsweise	Nein	Nein	Ja	Ja
Größenordnung der Prüfzeit	Mehrere Minuten	Mehrere Minuten	Viele Minuten	Sekunden
Mobile Einsatzbarkeit	Nein	Teilweise	Teilweise	Ja

### **3 Lösungsweg zur Erreichung des Forschungsziels**

Um das Forschungsziel zu erreichen, wurde zunächst ein robustes Prüfkonzept entwickelt und Proben gezielt manipuliert. Durch das Durchführen von Messungen an verschiedenen Verpackungstypen konnte eine passende Bild- und Signalverarbeitung sowie eine automatische Erkennung der Positionierung der einzelnen Objekte realisiert werden. Um die Projektergebnisse v. a. KMU zugänglicher zu machen, wurde ein weiteres Prüfkonzept mit deutlich reduzierten Systemkosten entworfen und Messungen an diesem durchgeführt.

## 4 Ergebnisse

### 4.1 Entwicklung eines Prüfkonzpts

#### 4.1.1 Aufbau des Messsystems

Zur Durchführung von shearografischen Messungen wurde das System SE 2 der Firma isi-sys GmbH verwendet, wobei sich der gesamte Aufbau zur Reduktion von Prüfrahmeneinflüssen wie unbeabsichtigten Vibrationen in einer schwingungsentkoppelten Unterdruckkammer befindet, siehe Abbildung 1. An der Kamera sind Laser mit einer Gesamtleistung von 1 W angebracht und zusätzlich an zwei Seiten der Kammer weitere Laser mit zusätzlichen 1 W Gesamtleistung. Als Objektiv dient ein 10-24mm f/3,5-4,5 Objektiv der Firma Tamron Europe GmbH. Mit diesem Objektiv beträgt die in der Kammer maximal zu untersuchende Fläche 43 x 52 cm<sup>2</sup>, die minimal erfassbare Fläche 22 x 18 cm<sup>2</sup>.

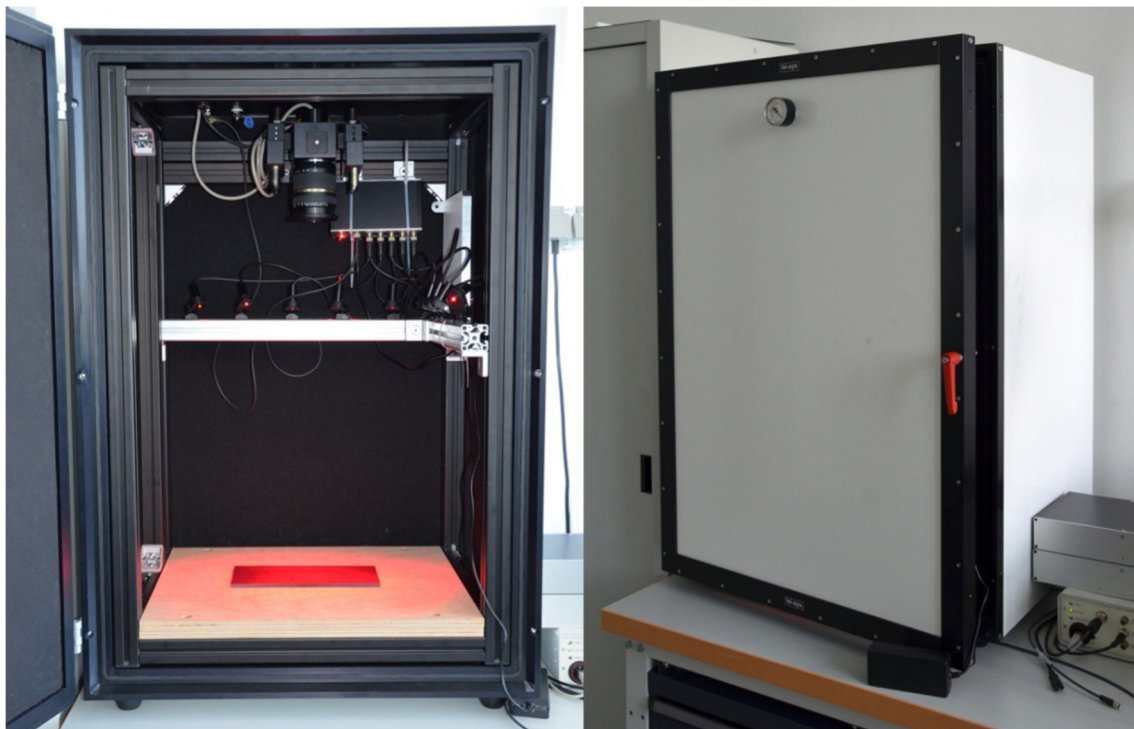


Abbildung 1: Links: Der shearografische Aufbau mit Kamera und Laserarray in der Unterdruckkammer. Rechts: Die Unterdruckkammer von außen mit analoger Druckanzeige.

Der gesamte Aufbau mit Kamera und Laserdioden befindet sich in einer Unterdruckkammer, die in Abbildung 1 rechts zu sehen ist. An dieser ist die Pumpe EVE-TR-T 4 AC F der Firma J. Schmalz GmbH, die bei einem Volumenstrom von  $4 \text{ m}^3/\text{h}$  einen Unterdruck von maximal  $-850 \text{ mbar}$  Differenz zum Umgebungsdruck erzeugen kann, angeschlossen. Typischerweise betrug der für die Messungen maximal erzeugte Unterdruck in der Kammer etwa  $-30 \text{ mbar}$  Differenz zum Umgebungsdruck.

#### **4.1.2 Manipulation der Proben**

Um gezielt Fehlstellen in die Proben einzubringen und damit Undichtigkeiten zu erzeugen, wurden mit dünnen Nadeln kleine Löcher in die Proben eingetragen. Diese haben die Durchmesser  $0,5 \text{ mm}$ ,  $0,4 \text{ mm}$ ,  $0,3 \text{ mm}$ ,  $0,25 \text{ mm}$  und  $0,15 \text{ mm}$  und stellen so unterschiedliche Leckraten nach. Zusätzlich wurden noch kleinere Löcher mittels Laserbohren in verschiedene Verpackungen mit Durchmessern von  $0,15 \text{ mm}$  bis  $0,02 \text{ mm}$  eingebracht. Ein Vergleich der gestochenen und lasergebohrten Proben bei mikroskopischer Betrachtung ist in Abbildung 2 zu sehen. Während das lasergebohrte Loch eine definierte Begrenzung zeigt, konnte die Nadel das Material nicht abtragen, sondern lediglich einen Schlitz einbringen und das Material zur Seite drücken. So ist zu erwarten, dass die Leckrate eines mittels Nadel eingebrachten Lochs geringer ist als ein lasergebohrtes Loch, das den Durchmesser der Nadel besitzt.

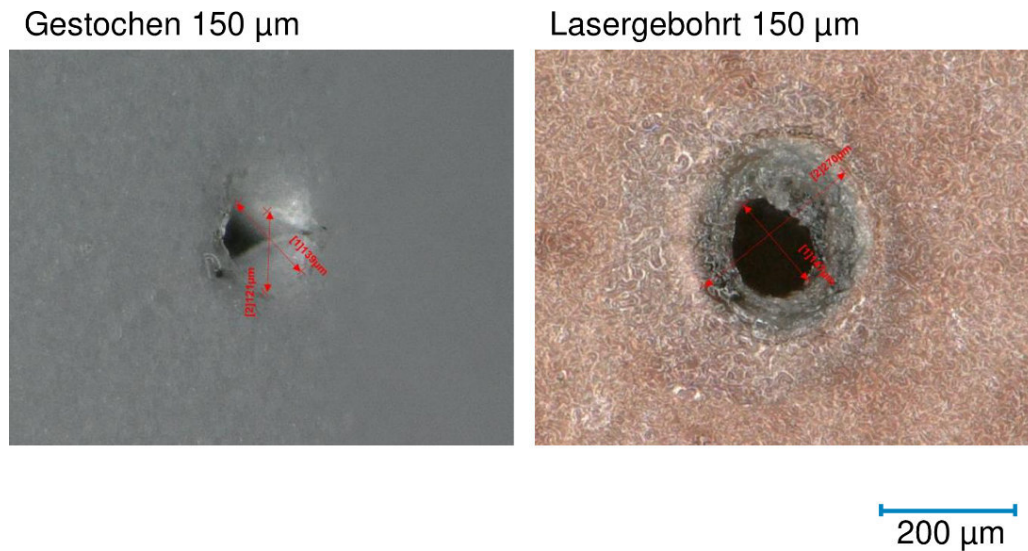


Abbildung 2: Vergleich von Löchern in einer dünnen Verpackungskunststofffolie eines Müsliriegels. Links ist das mit einer 150 µm dicken Nadel gestochene Loch zu sehen, rechts das mittels Laserbohren eingebrachte Loch, das einen Durchmesser von 150 µm besitzt.

#### 4.1.3 Durchführung von Messungen

Zunächst wurde ein robustes Prüfkonzept entwickelt. Es wurden immer mehrere Proben batchweise geprüft, wobei wenn möglich immer mindestens eine nicht manipulierte Probe als Referenz zusammen mit einer oder mehreren manipulierten undichten Proben geprüft wurden. Als Messvorgang stellte sich folgende Vorgehensweise als geeignet heraus:

1. Proben in die Unterdruckkammer legen
2. Kammer schließen und ca. 30 s warten
3. shearografische Referenzaufnahme ohne Belastung durchführen
4. Unterdruck anlegen
5. kontinuierliche shearografische Aufnahme der Probekörper für etwa 30 – 60 s

Da das Messverfahren bildgebend ist, können theoretisch so viele Proben gleichzeitig in der Kammer gemessen werden, wie in das Bildfeld der Kamera passen und es die Auflösung der Kamera ermöglicht. In der Praxis ist jedoch die Ausleuchtung mithilfe der Laserdioden entscheidend, da jede Probe gleichmäßig mit Laserlicht beleuchtet sein sollte.

Die Wartezeit nach dem Schließen der Kammer wird benötigt, da Proben, die sehr flexibel sind, sich durch Anfassen und Ablegen verformen. Um eine shearografische Verformungsmessung durchzuführen, dürfen sich die Proben allerdings nicht durch eine Eigenbewegung verformen, sondern nur durch den angelegten Unterdruck. Vor der Messung müssen sie deshalb wieder in einen Gleichgewichtszustand gebracht werden. Proben, die sehr steif sind und sich nur schwer verformen lassen, wie z. B. Konservendosen oder Glasbehälter, erreichen diesen Zustand bereits nach wenigen Sekunden, wohingegen Verpackungen aus dünnen Kunststoff- oder Papierfolien teilweise auch noch nach 30 s Verformungen zeigen.

Mit der Referenzmessung vor der Belastung wird festgestellt, wie gut sich dieser Gleichgewichtszustand eingestellt hat. So dient diese Messung später auch als Vergleich zu den Messungen unter Belastung, um festzustellen, ob eine sichtbare Verformung tatsächlich vom angelegten Unterdruck oder dem noch nicht vollständigem Erreichen des Gleichgewichtszustandes herrührt.

Der angelegte Unterdruck stellt sich aufgrund der typischen geringen Werte von -10 mbar bis etwa -50 mbar bereits nach wenigen Sekunden ein und mit der Messung kann direkt begonnen werden. Nun sind mehrere Fälle denkbar: die Proben verformen sich nicht, die Proben verformen sich und das typische Streifenmuster aus Phasensprüngen ist sichtbar, oder die Proben verformen sich so stark, dass die Phasensprünge nicht mehr dargestellt sind und das Bild an der gegebenen Stelle dekorreliert. So kann es vorkommen, dass sich durch den Unterdruck die Proben derart verformen, dass direkt eine Unterscheidung zwischen dicht und undicht sichtbar ist. Allerdings kann es auch vorkommen, dass die Verformung so groß ist, dass sowohl dichte als auch undichte Proben nur noch ein dekorreliertes Bild zeigen und nicht mehr unterscheidbar sind. Undichte Proben erreichen aber auch hier schneller einen Gleichgewichtszustand, sodass durch eine kontinuierliche Bildaufnahme über einen definierten Zeitraum zwischen dichten und undichten Proben unterschieden werden kann.

#### **4.2 Prüfung unterschiedlicher Bauteile und Ausloten der Systemgrenzen**

Eine Aufnahmeserie von Verpackungen von Müsliriegeln mit unterschiedlichen Undichtigkeiten ist in Abbildung 3 zu sehen. Im unbelasteten Zustand sehen alle vier Proben gleich aus. Das zweite Bild zeigt die Proben unmittelbar nach Anlegen eines Unterdrucks

von -30 mbar. Die Probe mit einem 0,5 mm großem Loch zeigt das typische Verformungsmuster. Die anderen drei hingegen sind dekorreliert. Anhand der Bilderserie lässt sich erkennen, dass nach 20 s zunächst die 0,35 mm Probe und nach 40 s die 0,15 mm Probe vom dekorrelierten Zustand in das typische Streifenmuster übergehen. Die unmanipulierte Referenzprobe bleibt über 115 s dekorreliert. Diese Messung zeigt, dass mittels shearografischen Dichtheitsprüfung nicht nur zwischen dichten und undichten Proben unterschieden werden kann, sondern auch zwischen unterschiedlich dichten bzw. undichten. Bei gleichem Messaufbau und gleichen Messparametern lässt sich über eine erstmalige Referenzierung so die Leckrate bestimmen.

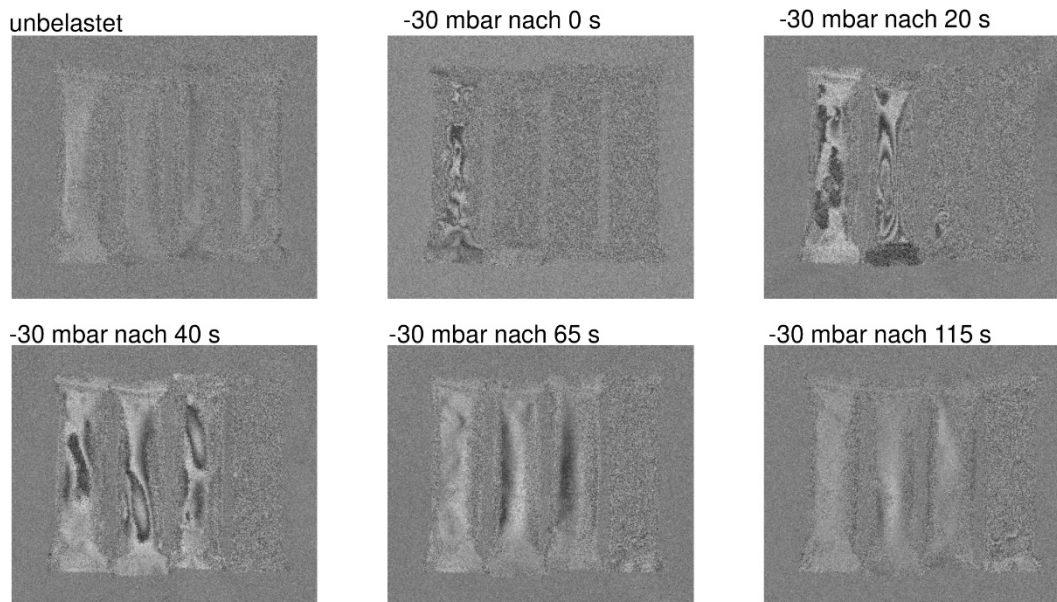


Abbildung 3: Aufnahmeserie von Verpackungen von Müsliriegeln. In jede Probe wurde ein Loch mit einer Nadel mit dem Durchmesser (von links nach rechts) von 0,5 mm, 0,35 mm und 0,15 mm gestochen. Ganz rechts liegt die unmanipulierte Referenzprobe.

Um die Tauglichkeit des Messaufbaus zu testen, wurden Verpackungen mit unterschiedlichen Eigenschaften getestet. Tabelle 2 fasst die Tauglichkeit der untersuchten Verpackungen hinsichtlich der Messbarkeit mit dem Shearografiesystem zusammen. Es ist zu erkennen, dass für typische Schlauchbeutelverpackungen wie für Müsliriegel, aber auch für Verbundverpackungen wie von Einwegspritzen oder Blisterverpackungen eine effiziente Prüfmöglichkeit gegeben ist. Bedingt messbar sind die Müsliboxen aus Papier. Hier

zeigt die dichte Probe selbst nach langer Wartezeit immer noch Verformungen des Deckels. Auch bei der anschließenden Messung sind die einzelnen Proben nicht eindeutig einem Muster zuzuordnen. Ebenfalls bedingt messbar sind Jogurtbecher bzw. dafür stellvertretend alle Proben, bei denen der Inhalt an den Wänden der Verpackung haftet. Beim gemessenen Jogurtbecher befand sich Jogurt auch an der Unterseite des Deckels, der das in den Deckel gestochene Loch sofort wieder verschloss. So konnte kein Luftaustausch zwischen der Verpackung und der Unterdruckkammer stattfinden und die Dichtheitsprüfung lieferte keine Ergebnisse. Deshalb ist es notwendig, dass sich im Inneren des Probekörpers kein Inhalt befindet, der potenzielle Undichtigkeiten bei einer Unterdruckbeaufschlagung wieder verschließt.

<b>Verpackung</b>	<b>Tauglichkeit</b>
Müsliriegel (Kunststofffolie)	Gut
Einwegspritzen (Kunststoff/Papier-Folie)	Gut
Pflasterverpackung (Kunststoff/Papier-Folie)	Gut
Blisterverpackung (Tabletten) (Kunststoff/Alu)	Gut
Konservendosen (Blech)	Gut
Müslibox (Papier)	Bedingt
Jogurtbecher (Kunststoff)	Bedingt
Tortellini (Kunststofffolie vakuumiert)	Gering
Zahnseideverpackung (Kunststoff/Papier)	Gering
Kaffee (Kunststofffolie vakuumiert)	Gering

Tabelle 2: Tauglichkeit unterschiedlicher Verpackungen für die shearografische Dichtheitsprüfung.

Abbildung 4 bis Abbildung 7 zeigen exemplarische Messungen der in Tabelle 2 genannten Verpackungssysteme. Gezeigt ist dabei jeweils eine shearografische Aufnahme im unbelasteten Zustand ohne angelegten Unterdruck, eine Aufnahme unmittelbar nach An-



legen des Unterdrucks und eine Aufnahme nach 30 s sowie nach 60 s. In allen vier Messungen betrug der Unterdruck etwa -30 mbar, was sich für Verpackungen aus Kunststoff- oder Papierfolien bewährt hat. Steifere Proben wie etwa Konservendosen aus Blech benötigen einen größeren Unterdruck zur Erzeugung messbarer Verformungsdifferenzen.

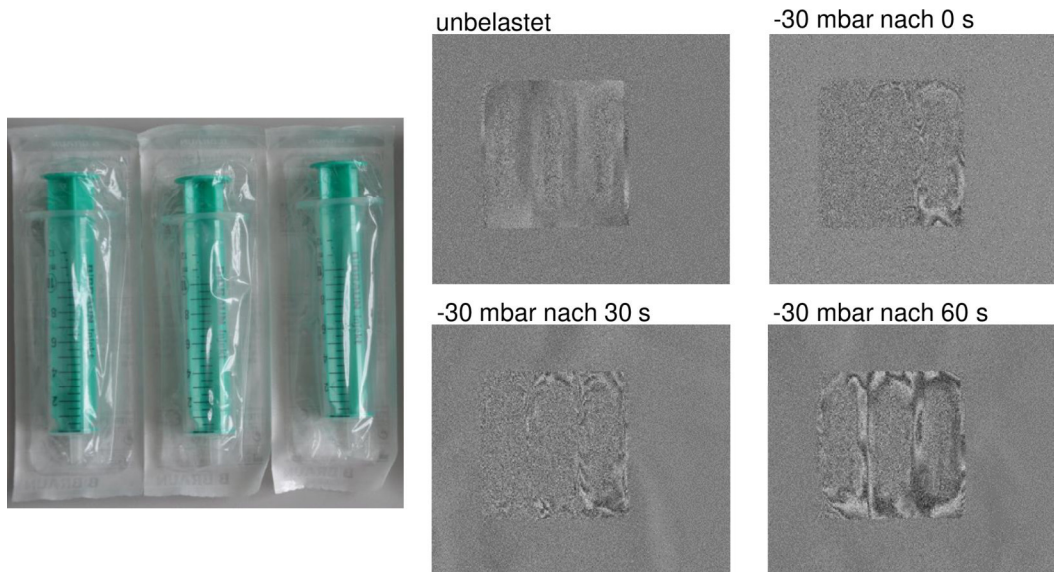


Abbildung 4: Shearografische Dichtheitsprüfung von Einwegspritzen. Die linke Verpackung ist die unmanipulierte Referenz, die mittige wurde mit einer 0,15 mm dicken Nadel angestochen, die rechte mit einer 0,5 mm dicken Nadel.

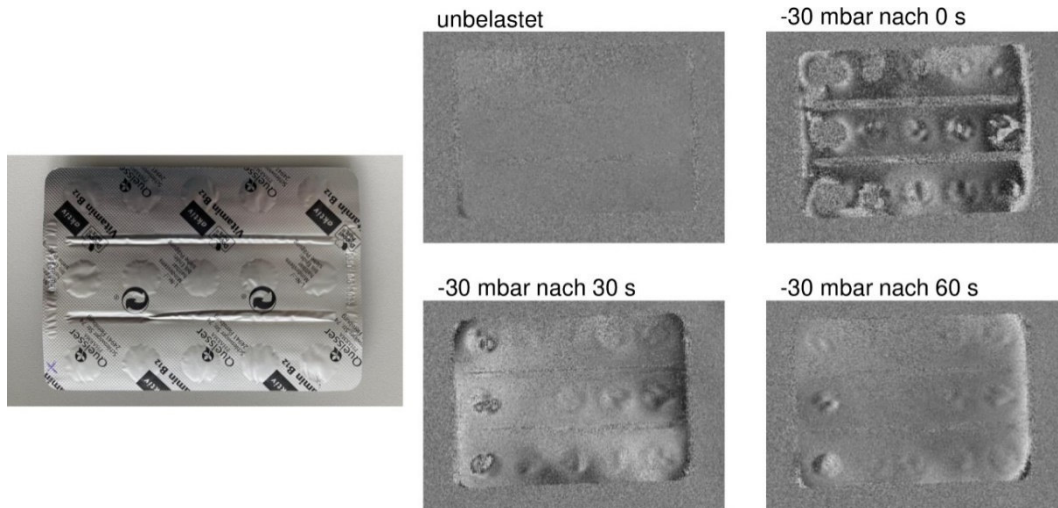


Abbildung 5: Shearografische Dichtheitsprüfung einer Blisterverpackung. Die drei linken Blister dienen unmanipuliert als Referenz, die weiteren wurden spaltenweise mit einer Nadel mit einem Durchmesser von 0,15 mm, 0,25 mm, 0,35 mm und 0,5 mm von links nach rechts angestochen.

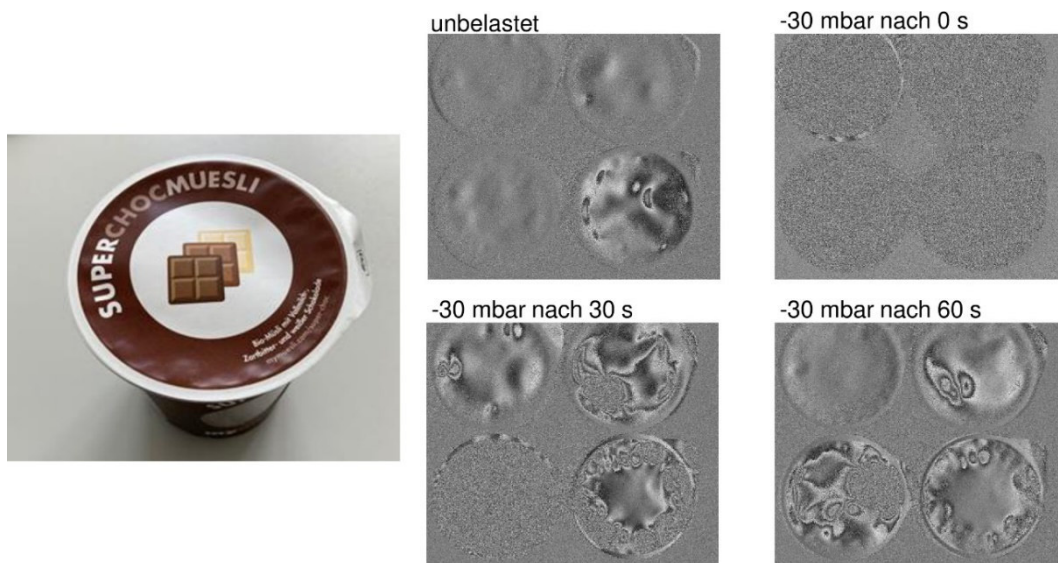


Abbildung 6: Shearografische Dichtheitsprüfung von Müsliboxen, die mit einem Papierdeckel verschlossen sind. Die Verpackung unten rechts dient als unmanipulierte Referenzprobe, die weiteren wurden mit dünnen Nadeln angestochen: oben links: 0,5 mm, oben rechts: 0,35 mm, unten links: 0,15 mm.

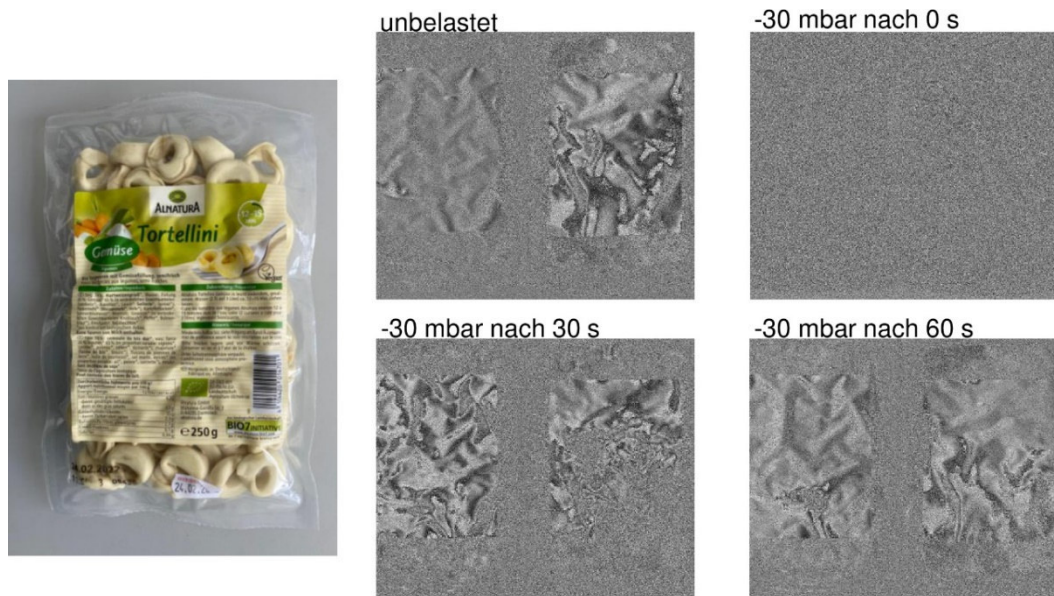


Abbildung 7: Shearografische Dichtheitsprüfung von vakuumverpackten Tortelliniverpackungen. Die linke Verpackung dient als unmanipulierte Referenz, die rechte wurde mit einer 0,25 mm dicken Nadel angestochen.

### 4.3 Entwicklung passender Signal- und Bildverarbeitungsalgorithmen

Um die komplette Messung zu automatisieren und nicht auf die händische Auswertung eines Prüfers angewiesen zu sein, muss ein Auswertalgorithmus gefunden werden, der zuverlässig zwischen dichten und undichten Proben sowie unterschiedlichen Leckraten ermöglicht. Zunächst wurde dafür die Bereiche der einzelnen Proben manuell ausgewählt und verschiedene Bildverarbeitungsalgorithmen auf den einzelnen Proben getestet. Im weiteren Verlauf soll die Probenauswahl auch automatisiert werden. Folgende Methoden wurden für die automatische Auswertung getestet:

1. Mittelwertbestimmung über den ganzen Bereich der Probe
2. Bestimmung der Standardabweichung über den ganzen Bereich der Probe
3. Bestimmung der Standardabweichung in einem Filter der Größe 3 mal 3 Pixel<sup>2</sup> und anschließender Mittelwertbildung über alle einzelnen Standardabweichungen
4. Bestimmung der Shannon-Entropie über den gesamten Bereich mittels `scipy.stats.entropy` aus dem `scipy` package nach [38]
5. Bestimmung des Speckle-Index über den gesamten Bereich nach [39]
6. Darstellung des Bereichs als Konturenbild und anschließender Bestimmung der Anzahl an individuellen Konturen

Diese Methoden wurden hinsichtlich ihrer Fähigkeit, Proben mit unterschiedlichen Leckraten zu unterscheiden, sowie ihrer Geschwindigkeit bzw. dem erforderlichen Ressourcenverbrauch für die Berechnung bewertet. Dabei erwies sich die Methode der mittleren lokalen Standardabweichung (Methode 3) als am geeignetsten. Abbildung 8 zeigt dieselbe Messung von Verpackungen von Müsliriegeln wie schon in Abbildung 2 gezeigt. Für die einzelnen Proben wurde händisch der jeweilige Bereich festgelegt, zu sehen in den bunten Markierungen um die Proben herum. Dabei ist bewusst der äußere Rand der Probe abgeschnitten, da dort oft Effekte auftreten, die die Auswertung behindern. Abbildung 9 zeigt die Auswertung dieser Messung exemplarisch für die Methoden 1, 2, 3 und 4, wobei die Farben der Proben den Farben im Graph entsprechen. Es ist zu sehen, dass die Methoden „Mittelwert“ und „Standardabweichung“ ungeeignet in der Unterscheidung der einzelnen Proben sind. Die Methoden „Mittlere lokale Standardabweichung“ und „Entropie“ können sicher und in richtiger Ordnung zwischen den Proben unterscheiden, wobei die Methode „Mittlere lokale Standardabweichung“ für die vorliegende Probe etwas früher eine Unterscheidung hinsichtlich der Dichte ermöglicht.

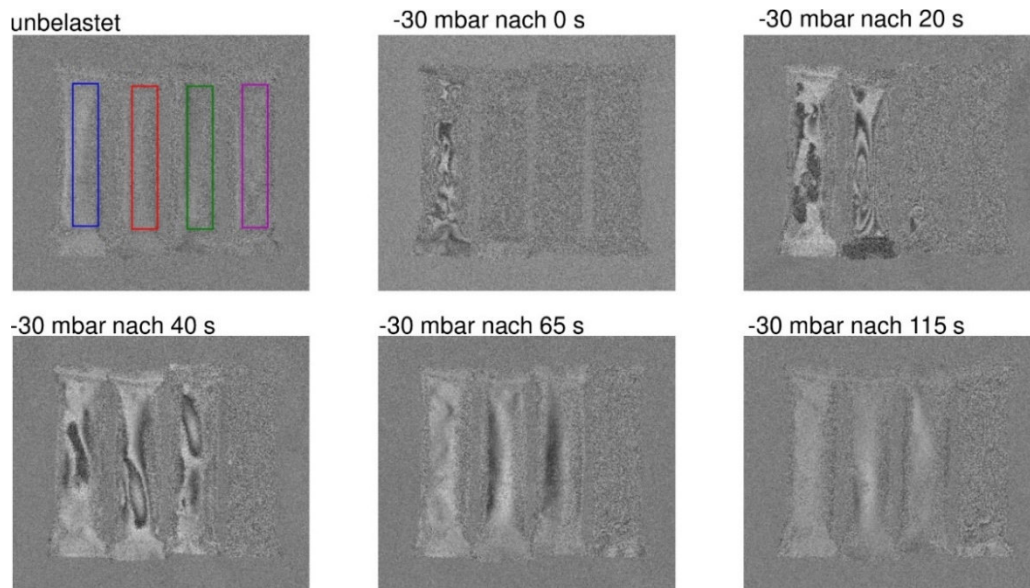


Abbildung 8: Aufnahmeserie von Müsliriegeln. In jede Probe wurde ein Loch mit einer Nadel mit dem Durchmesser (von links nach rechts) von 0,5 mm, 0,35 mm und 0,15 mm gestochen. Ganz rechts liegt die unmanipulierte Referenzprobe. Die Bereiche der Proben (farbige Boxen) wurden händisch ausgewählt.



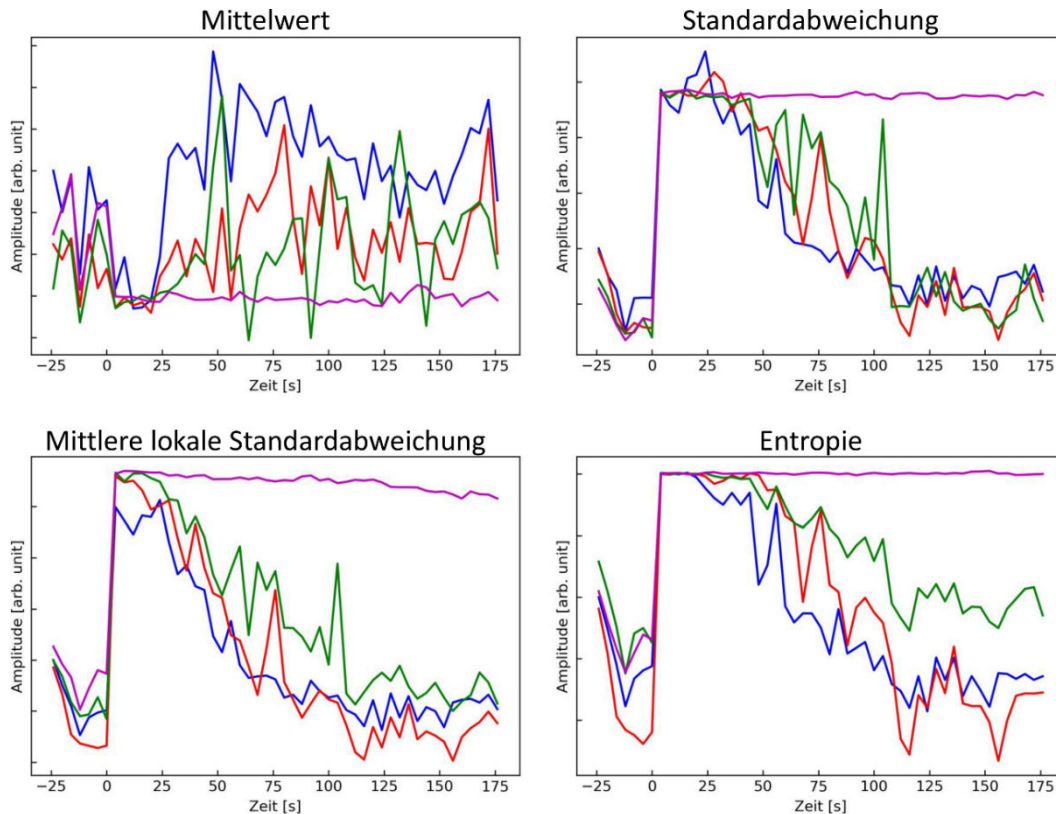


Abbildung 9: Auswertung einer shearografischen Dichtheitsprüfung von Verpackungen von Müsliriegeln, die mit Löchern von 0,5 mm (blau), 0,35 mm (rot), 0,15 mm (grün) und 0 mm (lila) versehen wurden, bei einer Druckdifferenz von ca. -30 mbar. Die einzelnen Proben wurden mit der Methode der Mittelwertbestimmung über den ganzen Bereich, der Bestimmung der Standardabweichung über den gesamten Bereich, der Bestimmung der Standardabweichung in einem 3 mal 3 Filter und anschließender Mittelwertbildung und Bestimmung der Entropie untersucht.

Um die Tauglichkeit der Messmethode bei kleineren Leckraten zu testen, wurden Verpackungen von Müsliriegel mit lasergebohrten Löchern geprüft. Abbildung 10 zeigt die Auswertung einer Messung von zwei Proben: Durchmesser 0,15 mm (Nadel) sowie Durchmesser 0,02 mm und 0,09 mm (jeweils Laser). Es ist zu erkennen, dass die Probe mit dem 0,02 mm großem Loch kaum von der Referenzprobe zu unterscheiden ist, die 0,09 mm Probe hingegen problemlos unterschieden werden kann. Dies zeigt, dass die Grenze der Detektierbarkeit zwischen diesen beiden Werten liegt. Auffällig ist, dass die Probe mit dem 0,15 mm mit einer Nadel gestochenen Loch laut der Messung mit der

Leckrate zwischen den beiden lasergebohrten Proben liegt. Die mikroskopischen Aufnahmen in Abbildung 2 bestätigen dieses Verhalten, da die mit der Nadel gestochenen Löcher nicht den vollen Nadeldurchmesser groß sind. Die Leckrate ist daher geringer und liegt sogar unter der des 0,09 mm großen lasergebohrten Lochs.

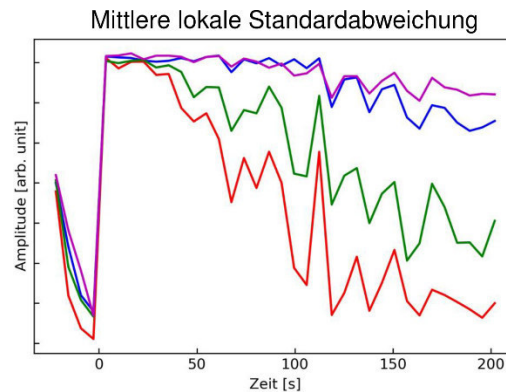


Abbildung 10: Auswertung einer shearografischen Dichtheitsprüfung von Müsliriegeln, die mit Löchern versehen wurden. Blau: 0,02 mm lasergebohrt, rot: 0,09 mm lasergebohrt, grün: 0,15 mm mit einer dünnen Nadel gestochen, violett: unmanipulierte Referenzprobe.

#### 4.4 Automatische Auswertung mittels maschinellen Lernens

Neben der Unterscheidung von Proben mit unterschiedlicher Leckrate ist die automatische Erkennung der einzelnen Objekte im aktuellen Phasenbild des Shearografiesystems eine zentrale Herausforderung. Dies muss jedoch für eine vollständig automatisierte und vom Prüfer unabhängigen Bewertung der Dichtheit der einzelnen Objekte gewährleistet werden. Im Rahmen des Projekts wurde zur automatischen Erkennung der Objekte ein Auswerteablauf entwickelt, der aus zwei Schritten besteht [40]:

1. Vor-Verarbeitung der Roh-Phasenbilder
2. Gabriel-Graph-Rekonstruktion

Zur Rekonstruktion der Objektpositionen wurde zunächst folgender Ablauf auf die Roh-Phasenbilder angewendet:

1. Bildvorbereitung: Medianfilter und Anpassung des Kontrastes über eine lineare Anpassung des Histogramms
2. Merkmalsextraktion: Laplace-Filter zur Kantendetektion
3. Binarisierung: Binarisierung durch einen Schwellwert, der je nach Objekt angepasst wurde

Abbildung 11 zeigt ein Roh-Phasenbild und das Ergebnis der Vor-Verarbeitung. Zu erkennen ist, dass die Schritte der Vor-Verarbeitung zuverlässig lediglich positive Pixelwerte an den Stellen der Objekte übriglässt. Die eigentliche Rekonstruktion erfolgte anschließend mittels einer Gabriel-Graph-Rekonstruktion nach [41], beschrieben in [42] und [43]. Abbildung 12 zeigt das Ergebnis der Gabriel-Graph-Rekonstruktion der Messung aus Abbildung 11. Es ist zu sehen, dass alle drei Objekte klar getrennt sind und somit automatisiert auf deren Dichtheit überprüft werden können. Durch Untersuchungen an unterschiedlichen Probekörpern konnte gezeigt werden, dass die Kombination aus Vor-Verarbeitung und Gabriel-Graph-Rekonstruktion relativ robust gegenüber unterschiedlichen Geometrien ist.

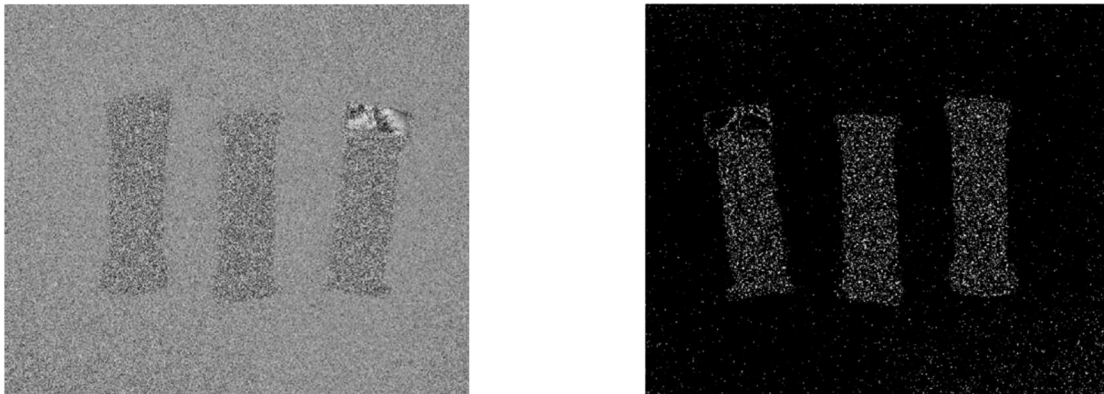


Abbildung 11: Links: Roh-Phasenbild einer Dichtheitsprüfung von Müsliriegeln. Rechts: Ergebnis der Vor-Verarbeitung der Aufnahme nach der Binarisierung.

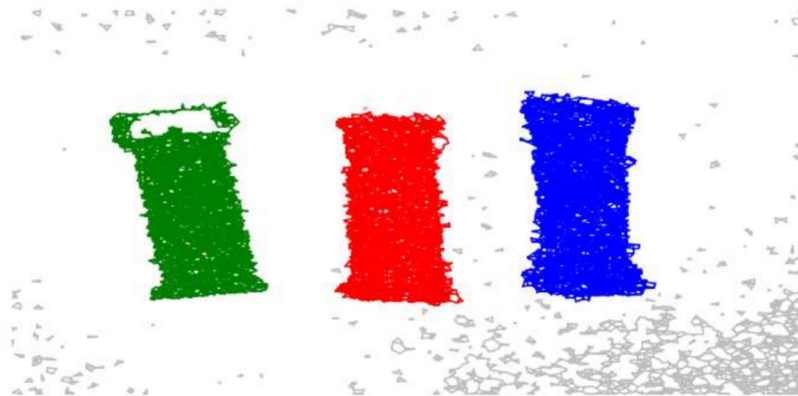


Abbildung 12: Messung aus Abbildung 11 nach der Gabriel-Graph-Rekonstruktion

#### 4.5 Transfer auf eines im Funktionsumfang reduzierten Messsystems

Um die Anwenderakzeptanz für das neue Messkonzept zu steigern wurde ein Testaufbau im Funktionsumfang reduziert, um perspektivische Systemkosten zu minimieren. Als Testsystem für diesen sog. simplifizierten Messaufbau wurde eine Raspberry Pi High Quality Kamera zusammen mit einem 16 mm Teleobjektiv und einem Rotfilter an einem Raspberry Pi 4 betrieben (vgl. Abbildung 13). Die Kosten liegen im niedrigen dreistelligen Bereich, ein Bruchteil der hohen fünfstelligen Summe, die für das kommerzielle Shearografiesystem aufgewendet werden muss. Dieser Aufbau nimmt normale RGB-Fotos des Specklemusters auf. Um dieselben Verformungsinformationen wie in der Shearografie zu erhalten, wird ein Bild des Specklemusters im unbelasteten und eins im belasteten Zustand aufgenommen und beide voneinander abgezogen. In Bereichen auf dem betrachteten Probekörper, die sich verformen, ändern sich auf Grund der zufälligen Interferenz die lokalen Helligkeiten der einzelnen Speckle. So kann durch Subtraktion der Helligkeitswerte zwischen dem belasteten und dem unbelasteten Zustand Bereiche, die sich verformen, sichtbar gemacht werden.

Da lediglich Helligkeitsinformationen über das Specklemuster aufgenommen werden, wird diese Messmethode als Laser-Speckle-Photography (LSP) bezeichnet. Der komplette Aufbau befindet sich in derselben Unterdruckkammer wie der Shearografieaufbau, um dieselben Belastungszustände zu generieren und simultane Messungen zu ermöglichen.



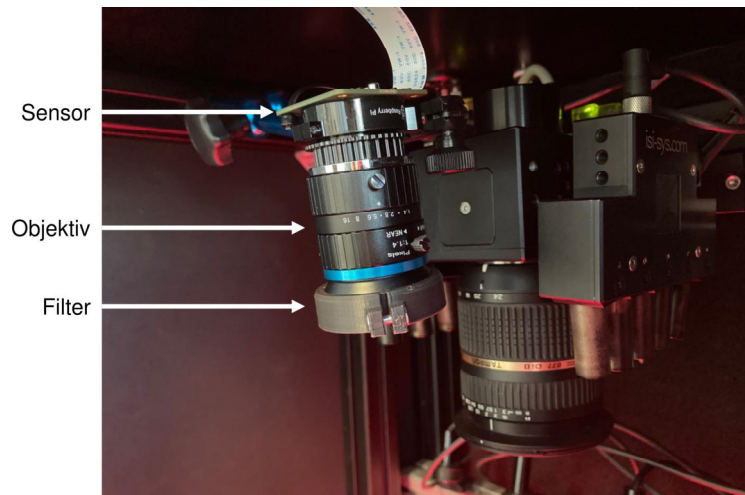


Abbildung 13: Testaufbau eines simplifizierten Messsystem bestehend aus einer Raspberry Pi High Quality Kamera, einem 16 mm Teleobjektiv und einem Rotfilter.

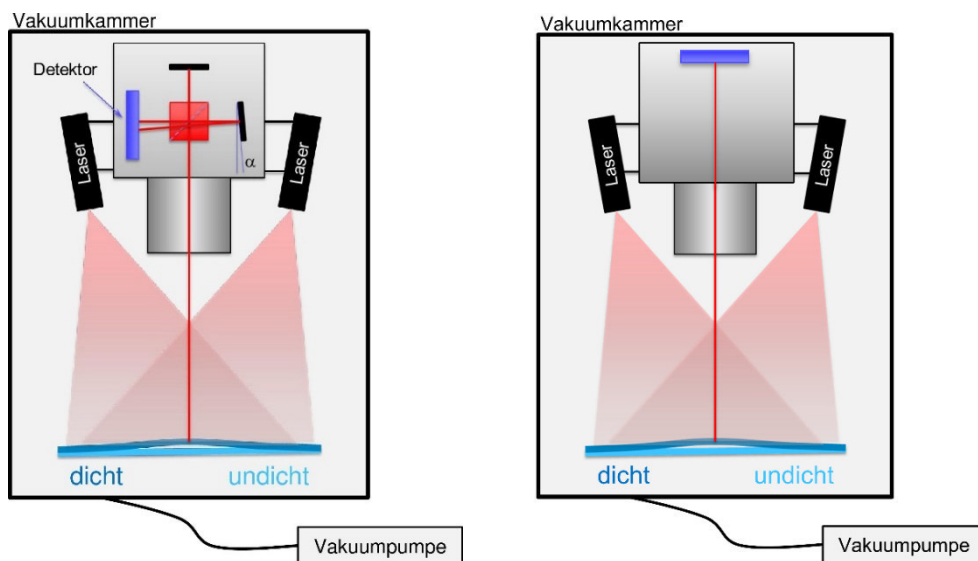


Abbildung 14: Vergleich der beiden Messprinzipien. Das Messsystem befindet sich in einer Unterdruckkammer, in der sich der Prüfling befindet. Dieser wird mit Laserlicht beleuchtet und das auf der Oberfläche entstehende Speckle-Muster mit einem Detektor detektiert. Links: Shearographiesystem basierend auf einem Michelson-Interferometer, wobei der eine Spiegel um den Winkel  $\alpha$  verkippt ist. Rechts: Simplifiziertes System bestehend lediglich aus einer handelsüblichen Kamera und Laserbeleuchtung.

Die Tauglichkeit des simplifizierten Testaufbaus ist exemplarisch mithilfe Abbildung 15 demonstriert. Gezeigt ist die Messung einer Blisterverpackung, wobei zwei Aufnahmen

der Raspberry Pi High Quality Kamera voneinander abgezogen wurden. Zu sehen ist, dass die unmanipulierten Blister heller als die mit einer Nadel angestochenen erscheinen. Dies lässt sich mit zufälligen Änderungen im Specklemuster, die durch die stärkere Verformung der dichten Blister hervorgerufen werden, erklären. Werden zwei Bilder voneinander subtrahiert, zeigen sich Bereiche, in denen eine Änderung der Helligkeit vorliegt, heller als Bereiche, in denen keine Änderung stattfand.

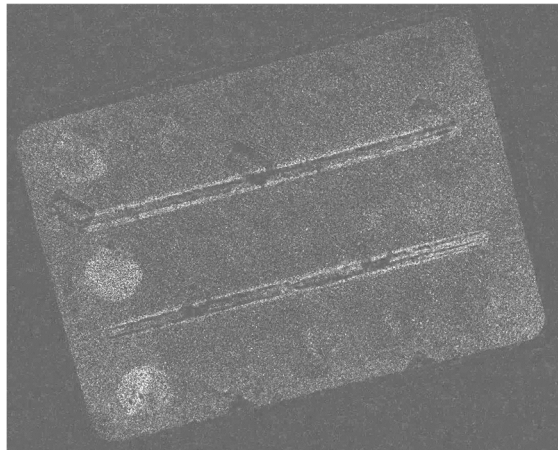


Abbildung 15: Shearografische Dichtheitsprüfung mit dem simplifiziertem Messsystem einer Blisterverpackung mit Tabletten. Das Bild zeigt das Differenzbild zweier Aufnahmen während der Messung. Alle bis auf die drei linken, im Bild heller erscheinenden Blister wurden mit einem Loch versehen.

Auch hier wurde die Quantifizierung der Messergebnisse mit den oben beschriebenen Methoden evaluiert. Dabei zeigte sich, dass keine der Methoden eine Quantifizierung der Dichtheit ermöglicht. Lediglich qualitative Aussagen (dicht/undicht) sind mit einer gegenüber der Shearografie reduzierten Empfindlichkeit möglich. Hier besteht weiterer Forschungsbedarf der klärt, ob eine Quantifizierung der Dichtheit mit anspruchsvolleren Messmethoden möglich ist.

## 5 Zusammenfassung

Es wurde gezeigt, dass ein kommerzielles Shearografiesystem zusammen mit einer Unterdruckkammer geeignet ist, um verschiedene Probekörper auf ihre Dichtheit zu prüfen. Dabei befinden sich die benötigten Unterdrücke im niedrigen zweistelligen Millibar-Bereich. Vorteilhaft bei diesem bildgebenden Verfahren ist, dass mehrere Proben gleichzeitig geprüft werden können und trotzdem eine Aussage über jede einzelne getroffen werden kann. Untersucht wurden Verpackungen aus den Bereichen Lebensmittel, Arznei und Medizintechnik, wie z. B. Müsliriegelverpackungen oder verpackte Einwegspritzen. Um die Messergebnisse zu quantifizieren, wurden mehrere Auswertungsalgorithmen getestet. Es konnte gezeigt werden, dass eine zuverlässige und schnelle automatische Unterscheidung von dichten und undichten Proben möglich ist und mit einer Referenzmessreihe auch auf die Leckrate geschlossen werden kann. Zusätzlich zur automatischen Bewertung der Dichtheit wurde auch ein Verfahren zur automatischen Objekterkennung zu prüfender Proben entwickelt, sodass der komplette Prüfvorgang vom Einlegen der Prüflinge in die Kammer bis zur Ergebnisausgabe vollständig benutzerunabhängig gestaltet werden kann. Messungen mit einem im Funktionsumfang stark simplifizierten und damit perspektivisch sehr kostengünstig Testaufbau zeigen, dass auch mit diesem eine Dichtheitsprüfung möglich ist, allerdings mit den getesteten Auswertalgorithmen keine Quantifizierung der Dichtheit erlaubt. Um dieses Prüfkonzept weiterzuentwickeln, wird ein Nachfolgeprojekt angestrebt.

## 6 Literaturverzeichnis

- [1] Jutz L: Perfekt verschlossen, Blechtechnik – Schweißen Schneiden Umformen, 11, 2012.
- [2] Schacht M.: Das Korrosionsverhalten von Werkstoffen auf Aluminiumoxid- und Zirkondioxid-Basis in wäßrigen Lösungen unter hydrothermalen Bedingungen, wissenschaftlicher Bericht FZKA 6112, 1998.
- [3] Herrmann K. et al.: Grundlagen und Anwendungen der Lecksuche mit Trägergasverfahren, 7. Fachseminar zur Dichtheitsprüfung und Lecksuche, Dortmund, 2016.
- [4] Beuth: DIN EN 1799, Zerstörungsfreie Prüfung – Dichtheitsprüfung – Kriterien zur Auswahl von Prüfmethoden und -verfahren; Deutsche Fassung, 1999.
- [5] Miyako Y. et al.: Helium Leak Test for Sterility Assurance of a Sealed Bag. II: Establishing a Test Method for the Manufacturing Process, PDA J Pharma Science Technology, 57/3, 2003.
- [6] Smithers: The Future of Paper vs Plastic Packaging Markets to 2024, 13.08.2019.
- [7] <https://de.statista.com/statistik/daten/studie/165434/umfrage/betriebe-in-der-verpackungsindustrie-im-jahresvergleich-2005-und-2009/>, abgerufen am 05.04.2020.
- [8] <https://de.statista.com/statistik/daten/studie/321349/umfrage/umsatz-in-der-lebensmittelindustrie-in-deutschland-nach-groessenklassen/>, zuletzt abgerufen am 05.04.2020.
- [9] <https://www.bmwi.de/Redaktion/DE/Artikel/Branchenfokus/Industrie/branchenfokus-lebensmittelindustrie.html>, zuletzt abgerufen am 05.04.2020.
- [10] <https://de.statista.com/statistik/daten/studie/158096/umfrage/pharma-gesamtmarkt-umsatzentwicklung-seit-2006/>, zuletzt abgerufen am 05.04.2020.
- [11] Spectaris: Deutsche Medizintechnikbranche durchbricht erstmals 30-Milliarden-Euro-Umsatzgrenze, Thieme, kma-online, 03.10.2018.
- [12] Insitut der deutschen Wirtschaft: Die pharmazeutische Industrie in Deutschland,

- Branchenportrait, 4. Überarbeitete Auflage 2018.
- [13] Dux Dental: Sterilgutverpackung: Schere zwischen Anspruch und Realität, ZMK online, 27.09.2014.
- [14] Gehrke B. et al.: Branchenanalyse Pharmaindustrie, Hans Böckler Stiftung, Band 305, 2015.
- [15] Oppermann B.: Sterile Medizinprodukte: Neue Normen fürs Verpacken und Sterilisieren: Übergangsfristen sind keine Ruhepausen, medizintechnik online, 21.05.2007.
- [16] Bundesgesundheitsministerium: Anlage zur Bekanntmachung des Bundesministeriums für Gesundheit zu § 2 Nr. 3 der Arzneimittel- und Wirkstoffherstellungsverordnung vom 12. März 2008 (BAnz. S.1217).
- [17] Gerret M.: Steril-Verpackungen Marktbericht, Umsatz, Preis und Wachstumsrate 2025, Market Insight, 04, 2020.
- [18] RKI: Empfehlungen des RKI zu Hygienemaßnahmen im Rahmen der Behandlung und Pflege von Patienten mit einer Infektion durch SARS-CoV-2, Stand 01.04.2020.
- [19] Bundesverband deutscher Startups: 7. Deutscher startup Monitor, 2019.
- [20] Steck J.: Vollautomatische Dichtheitsprüfung von KEG-Fässern mit der Ultraschall Blasen Detektion, 8. Fachseminar Dichtheitsprüfung und Lecksuche, Dortmund, 2019.
- [21] Inficon: Dichtheitsprüfung in der Automobilindustrie: Ein Leitfaden, 2016.
- [22] Beuth: DIN EN ISO 11607-1:2017-10, Verpackungen für in der Endverpackung zu sterilisierende Medizinprodukte, 2017.
- [23] Seitz S.: Auf der Suche nach dem Leck – Dichtheitsprüfverfahren bei der Fertigung automobiler Komponenten, Quality Engineering, 10, 2019.
- [24] Bley G. et al.: Wie dicht ist dicht? oder: suchst Du noch oder misst Du schon?, DGZfP-Jahrestagung, Fürth, 2007.
- [25] Lapsien J.: Dichtheitsprüfung von gekapselten Sensorsystemen mit dem Prüfmedium Druckluft, DGZfP-Jahrestagung, Friedrichshafen, 2019.

- [26] Rauscher F.: Charakterisierung der Druckprüfung und der Schallemissionsuntersuchung im Vergleich zu anderen zerstörungsfreien Prüfungen, DGZfP-Jahrestagung, Salzburg, 2004.
- [27] Lapsien J.: Produktionsbegleitende Dichtheitsprüfung von Leuchten und Scheinwerfern, 7. Fachseminar Dichtheitsprüfung und Lecksuche, Dortmund, 2016.
- [28] Mähler S.: Helium oder Wasserstoff – Das richtige Prüfgas, 7. Fachseminar Dichtheitsprüfung und Lecksuche, Dortmund, 2016.
- [29] Schröder G.: Neue Norm zur Auswahl eines geeigneten Verfahrens zur Lecksuche und Dichtheitsprüfung, ZfP-Zeitung 74, 2001.
- [30] Block M.: Lecksuche und Dichtheitsprüfung an Wasserstoff-Systemen wie z. B. Brennstoffzellen und Wasserstoff-Fahrzeugen, DGZfP-Jahrestagung, Rostock 2005.
- [31] Yang L. et al.: Digitale Shearografie für die direkte Messung der Biege- und Scherdehnungen von dünnen Platten, Forschung, Ingenieurwesen, 62, 6, 1999.
- [32] Honlet M. et al.: Shearografie–Stand der Technik eines optischen Verfahrens für die ZfP, ZfP-Zeitung, 78, 2002.
- [33] Yang L. et al.: Digital Shearography for Nondestructive Evaluation and Application in Automotive and Aerospace Industries, J. Hologr. Speckle, 1, 248, 2004.
- [34] Steinchen W. et al.: Digital Shearography: Theory and Application of Digital Speckle Pattern Shearing Interferometry, SPIE Press Book, 2003.
- [35] Burke J. et al.: Performance of Spatial vs. Temporal Phase Shifting in ESPI, Interferometry – Techniques and Technologies, 3744, 1999.
- [36] Moser E.: Detection Capabilities of State-of-the-Art Shearography Systems, Insight-Non-Destructive Testing and Condition Monitoring, 52, 5, 2010.
- [37] Steinchen W. et al.: Non-Destructive Testing of Aerospace Composite Materials using Digital Shearography, Journal of Aerospace Engineering, 212, 1, 1998.

- 
- [38] Virtanen, Pauli et al.: “Fundamental Algorithms for Scientific Computing in Python.” *Nature Methods*, 17(3), 261-272.
- [39] Crimmins, Thomas R. “Geometric filter for reducing speckle.” *Optical Engineering* 25.5 (1986)
- [40] Miro, Jorge “Comparison between Computer Vision and Machine Learning Schemes for the Detection of Samples in a Shearography Measurement System”, 2022
- [41] Gabriel, K. R., and RR SOKAL. "Some new approaches to geographic variation analysis." *Syst. Zool* 18 (1969): 259-278.
- [42] Klein, Rolf. "Abstract Voronoi diagrams and their applications." *Computational Geometry and its Applications: CG'88, International Workshop on Computational Geometry Würzburg, FRG, March 24–25, 1988 Proceedings*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2005.
- [43] Boyer, Edmond, and Sylvain Petitjean. "Curve and surface reconstruction from regular and non-regular point sets." *Proceedings IEEE Conference on Computer Vision and Pattern Recognition. CVPR 2000 (Cat. No. PR00662)*. Vol. 2. IEEE, 2000