

**Michael Klemm, BSc**

# **Generation and detection of high speed microdroplets at high frequencies**

## **MASTERARBEIT**

zur Erlangung des akademischen Grades  
Diplom-Ingenieur

Masterstudium Technische Physik



**Technische Universität Graz**

Betreuer:

Ao.Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Emil List- Kratochvil

Institut für Festkörperphysik

In Kooperation mit Lam Research Corporation

Graz, Oktober 2014

---

# Abstract

Monodisperse droplets (diameter variation  $< 1\%$ ) in the  $\mu\text{m}$  range get more and more important for several fields of application: e.g. Cleaning processes in the semiconductor industry, for medical use or Inkjet-printers [1]. Understanding the generation and possible ways to detect these droplets is crucial for some of these applications. For this reason the first part deals with the theoretical background of the break-up of a continuous liquid jet into monodisperse droplets. The used model is based on Plateau-Rayleigh-Instabilities. In the second part options to detect these droplets are investigated. This methodes are needed to evaluate if the nozzle is working properly (creating monodisperse droplets) or not to reach the best possible result. First the measurements are done by time-dependent differential pressure measurements with a piezoelectric ceramic. There the droplet rate could be detected, if the rate is close to the eigenfrequency of the used piezoelectric-ceramic. The second measurement method is based on the optical properties of the droplets. The attenuation of the light intensity as a result of the interaction of the light with the droplets is detected to measure the rate, the diameter and the speed of the droplets. Furthermore the signal is compared to the result of a ray-tracing-program. Additional telescopic photography is used to take images of the droplets.

---

# Kurzfassung

Monodisperse Tropfen (Durchmesser Variation  $< 1\%$ ) mit Abmessungen in  $\mu\text{m}$ -Bereich werden in zunehmender Anzahl von Anwendungsbereichen eingesetzt: z.B. Reinigungsprozesse in der Halbleiterindustrie, für medizinische Anwendungen oder Inkjet-Drucker [1]. Für einige dieser Anwendungen ist es entscheidend die Erzeugung und Möglichkeiten zur Detektion dieser Tropfen zu verstehen. Daher beschäftigt sich der erste Teil mit dem theoretischen Modell des Abbruchs eines kontinuierlichen Flüssigkeitsstrahls in monodisperse Tropfen, welches auf Plateau-Rayleigh-Instabilitäten basiert. Im zweiten Teil werden Möglichkeiten zur Detektion dieser Tropfen untersucht. Diese sind nötig um zu bestimmen ob die Düse korrekt arbeitet (monodisperse Tropfen erzeugt) oder nicht, um das beste Ergebnis zu erzielen. Zuerst werden die Messungen mit einer zeitabhängigen differentiellen Druckmessung, mit einer piezoelektrischen Keramik, durchgeführt. Hier konnte die Tropfenrate bestimmt werden, wenn die Rate etwa der Eigenfrequenz der verwenden piezoelektrischen Keramik entspricht. Die zweite Methode beruht auf den optischen Eigenschaften der Tropfen. Um die Rate, die Geschwindigkeit und den Durchmesser der Tropfen zu bestimmen wird hier die Abschwächung der Lichtintensität als Folge der Interaktion mit den Tropfen ausgenutzt. Zusätzlich wird das Signal mit einem Ergebnis eines Ray-Tracing-Programms verglichen und mittels teleskopischer Photographie Bilder der Tropfen erstellt.

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>6</b>
<b>2</b>	<b>Grundlagen</b>	<b>8</b>
2.1	Hydrodynamische Grundlagen . . . . .	8
2.2	Grundlagen zu den Messmethoden . . . . .	11
2.2.1	Optisch . . . . .	11
2.2.2	Mechanisch . . . . .	13
2.3	Die Tropfenbildung . . . . .	14
2.3.1	Theorie zur Tropfenentstehung . . . . .	14
2.3.2	Die Tropfengröße und Tropfengeschwindigkeit . . . . .	21
2.3.3	Realisierung in der Praxis . . . . .	23
<b>3</b>	<b>Messmethoden</b>	<b>25</b>
3.1	Teleskopische Photographie . . . . .	25
3.2	Mechanisch: über differentielle Druckmessung . . . . .	27
3.2.1	Grundidee . . . . .	27
3.2.2	Versuchsaufbau . . . . .	28
3.3	Optisch: über Intensitätsschwächung . . . . .	29
3.3.1	Grundidee . . . . .	29
3.3.2	Simulation . . . . .	30
3.3.3	Versuchsaufbau . . . . .	34
<b>4</b>	<b>Messergebnisse und Interpretation</b>	<b>37</b>
4.1	Mechanische Messungen . . . . .	37
4.1.1	Messergebnisse . . . . .	37
4.1.2	Interpretation . . . . .	47
4.2	Optische Messungen . . . . .	48
4.2.1	Messergebnisse . . . . .	50
4.2.2	Auswertung und Interpretation . . . . .	57
<b>5</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>60</b>

# 1 Einleitung

Diese Diplomarbeit wurde in der Abteilung Research an der LAM Research AG - Austria (Standort Villach), welche sich im Speziellen mit Spin-Clean und -Ätz Prozessen von Wafern für die Halbleiterindustrie beschäftigt, durchgeführt.

Zur Erstellung von Strukturen in der Halbleiterindustrie werden unterschiedlichste Ätzverfahren und Chemikalien eingesetzt. Dabei bleiben Verunreinigungen (Fremdpartikel), welche von den Masken, den Chemikalien oder vom Wafer selbst stammen können zurück und wirken sich unter Umständen auf die Eigenschaften des jeweiligen Bauelementes negativ aus. Daher müssen jene Fremdpartikel bestmöglich entfernt werden, ohne aber dabei die zuvor erzeugten Strukturen zu beschädigen oder zu zerstören.

Beim aktuellen Verfahren des Spin-Clean Prozesses wird der Wafer mittels eines Chucks in Rotation versetzt, über das Zentrum des Wafers jener mit deionisiertem Wasser benetzt und zusätzlich eine Sprüh-Düse eingesetzt, welche mit einem schwenkbaren Arm über den Wafer geführt werden kann. Bei dieser Düse wird ein Wasserstrahl durch eine Stickstoffeinleitung zerstäubt, wodurch Tropfen entstehen, welche eine breite Verteilung an Größe und Energie zeigen. Während die kleineren energieärmeren Tropfen beim Einschlag kaum zur Reinigung beitragen können die größeren und energiereicheren der polydispersen Tropfen die Strukturen am Wafer beim Einschlag bedeutend schädigen. Deshalb verwendet Lam Research monodisperse Tropfen mit wohldefinierter Größe und Energie, an Stelle der von der Sprüh-Düse erzeugten breiten Verteilung jener, zur Reinigung einzusetzen. Jene ermöglichen eine sehr effiziente Reinigung bei gleichzeitig keiner Schädigung der Strukturen.

Die monodispersen Tropfen werden dabei über erzwungene Plateau-Rayleigh-Instabilitäten mit Hilfe einer speziellen Düse erzeugt. Der Vorteil dieser Düse besteht darin, dass über die Tropfengröße und deren Geschwindigkeit die Energie jener Tropfen eingestellt werden kann. Wird die Energie nun knapp unterhalb des Schwellenwertes, ab welchem Beschädigungen der Struktur eintreten, gewählt so kann das beste Verhältnis von Reinigung pro Zeit zu Beschädigung erzielt werden. (Um die Prozesszeiten deutlich zu verkürzen werden in der Praxis mehrere Tropfenstrahlen gleichzeitig mittels einer

Düse erzeugt.) Um zu gewährleisten, dass die Erzeugung der monodispersen Tropfen korrekt funktioniert, daher die Reinigung maximal bei keiner Schädigung der Struktur ist, muss der Strahl zwischen oder während der einzelnen Prozessschritte dahingehend überprüft werden.

Das Ziel dieser Arbeit ist es das physikalische Modell der Tropfenbildung, welche auf erzwungene Plateau-Rayleigh-Instabilitäten zurückzuführen ist, für inkompressible Fluide mit geringer Viskosität, wie  $\text{H}_2\text{O}$ , zu verstehen und zusätzlich den Einfluss der Versuchsparameter (im speziellen Flüssigkeitsdruck, Düsenöffnungsdurchmesser und Anregfrequenz) auf die Tropfengröße und -geschwindigkeit zu untersuchen, um unterschiedliche physikalische Messmethoden, auf deren Tauglichkeit zur Tropfencharakterisierung betrachtet zu können. Hierbei soll ermittelt werden mit welcher Methode möglichst einfache Echtzeitmessungen durchgeführt werden können, welche eine Unterscheidung zwischen monodispersen Tropfen der gewollten Tropfenrate und allen anderen Fällen ermöglichen. Die Messungen erfolgen dabei einerseits optisch, mit einer nicht divergenten Lichtquelle, einer Lochblende und einer schnellen Si-Photodiode, und andererseits über differentielle Druckmessung mit einer piezoelektrischen Keramik. Zusätzlich werden Bilder der Tropfenstrahlen mittels teleskopischer Photographie erstellt.

## 2 Grundlagen

### 2.1 Hydrodynamische Grundlagen

Die folgenden Formeln und Begriffsdefinitionen dienen als physikalische Basis für die Untersuchung des Abbruchs eines Flüssigkeitsstrahles in monodisperse Tropfen, als Folge von erzwungenen Plateau-Rayleigh-Instabilitäten.

#### Reynolds-, Weber- und Ohnesorge-Zahl

Die Reynolds-, Weber- und Ohnesorge-Zahlen stellen jeweils dimensionslose Kennzahlen für Fluide dar, welche die, für die Beschreibung des Abbruchs des Flüssigkeitsstrahles, wichtigen Größen in Verbindung setzen. Im Falle der Reynolds-Zahl ( $Re$ ) werden die von der Trägheit und der Viskosität verursachten Kräfte, für ein relativ zu seiner Umgebung strömendes Fluid, in Relation gesetzt. Dieses Verhältnis gibt unter anderem Aufschluss über das radiale Strömungsprofil des Fluides am Düsen-Ausgang, ob eine laminare oder turbulente Strömung auftritt, und ist maßgeblich von der Geometrie der Düse abhängig.

$$Re = \frac{\rho v L}{\eta} \quad [2] \quad (1)$$

( $\rho$ ...Dichte,  $v$ ...Geschwindigkeit,  $L$ ...charakteristische Länge,  $\eta$ ...dynamische Viskosität)

Die Weber Zahl ( $We$ ) gibt das Verhältnis von kinetischer Energie eines Fluides zu seiner Oberflächenenergie wieder und gibt somit Aufschluss über die Verformbarkeit des Fluides und damit über die Wachstumsgeschwindigkeit von instabilen Störungen an der Oberfläche des Flüssigkeitsstrahles. Jene ermöglicht daher eine Abschätzung nach welcher Zeit der Flüssigkeitsstrahl zerfallen ist.

$$We = \frac{\rho v^2 L}{\sigma} \quad [3] \quad (2)$$

( $\rho$ ...Dichte,  $v$ ...Geschwindigkeit,  $L$ ...charakteristische Länge,  $\sigma$ ...Oberflächenspannung)

Die Ohnesorge Zahl (Oh) gibt den relativen Einfluss der Zähigkeit in Vergleich mit allen anderen wirkenden Kräften an und dient in Kombination mit der Reynolds Zahl zur Unterteilung der Strahl-Abbruchs-Regime eines Flüssigkeitsstrahles. Diese werden in Rayleigh-, Sinus-Wellen-, Wellen- mit Reibung und Sekundär-Zerfall eingeteilt, wobei die Unterteilung über die Größe der Tropfen relativ zum Öffnungsdurchmesser der Düse vorgenommen wird. Beim hier untersuchten Rayleigh- und Sinus-Wellen-Zerfall ist der Durchmesser der Tropfen stets größer als jener der Düsenöffnung.

$$Oh = \frac{\eta}{\sqrt{L\rho\sigma}} = \frac{\sqrt{We}}{Re} \quad [4] \quad (3)$$

( $\rho$ ...Dichte,  $L$ ...charakteristische Länge,  $\sigma$ ...Oberflächenspannung,  $\eta$ ...dynamische Viskosität)

### Navier-Stokes-Gleichungen

Die zeitliche Entwicklung des Flüssigkeitsstrahles wird mittels der zeitabhängigen Navier Stokes Gleichungen beschrieben. Jene setzen die zeitliche und örtliche Geschwindigkeitsänderung mit dem Druckgradienten und dem Geschwindigkeitsprofil entlang des Fluides, sowie dessen Dichte und Viskosität in Verbindung.

$$\rho \left[ \frac{\partial \vec{v}}{\partial t} + (\vec{v} \cdot \nabla) \vec{v} \right] = -\nabla p + \eta \Delta \vec{v} + \left( \zeta + \frac{1}{3} \eta \right) \nabla \nabla \cdot \vec{v} \quad [5] \quad (4)$$

( $\rho$ ...Dichte,  $\vec{v}$ ...Geschwindigkeitsvektor,  $t$ ...Zeit,  $p$ ...Druck,  $\zeta$ ...Zähigkeitskoeffizient,  $\eta$ ...dynamische Viskosität)

Betrachtet man zusätzlich die Kontinuitätsgleichung für ein inkompressibles Fluid:

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \vec{v} \cdot \nabla \rho + \rho \nabla \cdot \vec{v} = 0$$

$$\text{inkompressibl:} \quad \frac{\partial \rho}{\partial t} = \nabla \rho = 0$$

$$\Rightarrow \quad \nabla \cdot \vec{v} = 0 \quad (5)$$

( $\rho$ ...Dichte,  $\vec{v}$ ...Geschwindigkeitsvektor,  $t$ ...Zeit)

So können die Navier-Stokschen Gleichungen vereinfacht werden.

$$\rho \left[ \frac{\partial \vec{v}}{\partial t} + (\vec{v} \cdot \nabla) \vec{v} \right] = -\nabla p + \eta \Delta \vec{v} \quad (6)$$

Vernachlässigt man zusätzlich noch die Viskosität erhält man die Eulerschen Gleichungen, in welchen keine dissipativen Kräfte auftreten.

$$\rho \left[ \frac{\partial \vec{v}}{\partial t} + (\vec{v} \cdot \nabla) \vec{v} \right] = -\nabla p \quad (7)$$

Diese Näherungen werden oft zur einfacheren Beschreibung für nahezu inkompressible Fluide mit geringer Viskosität, wie dies etwa für H<sub>2</sub>O der Fall ist, verwendet.

### Young-Laplace-Gleichung

Für die Entwicklung des Flüssigkeitsstrahles ist der Young-Laplace-Druck die wichtigste treibende Kraft. Jener gibt die Druckänderung beim Übergang von einem Fluid zu einem anderen auf Grund der Oberflächenkrümmung und der Oberflächenspannung an.

$$\Delta p = -\sigma \nabla_{\Omega} \cdot \hat{n} = -\sigma \kappa \quad [6][7] \quad (8)$$

( $\Delta p$ ...Druckänderung,  $\sigma$ ...Oberflächenspannung,  $\Omega$ ...Oberfläche des Fluids,  $\hat{n}$ ...Normalvektor zur Oberfläche,  $\kappa$ ...Doppelte mittlere Krümmung der Oberfläche)

Da der Druck daher in einer konvexen größer als in einer konkaven Oberfläche sein muss, kommt es bei bestimmten periodischen Störungen, welche die Oberflächenenergie verkleinern, zu einer fortlaufenden Abschnürung des Flüssigkeitsstrahles und daher zur Tropfenbildung.

Um die Druckdifferenz nach Gleichung 8 zu bestimmen ist eine Funktion erforderlich, welche die Oberfläche des Flüssigkeitsstrahles definiert und gleichzeitig die folgende Bewegungsgleichung erfüllt:

$$\frac{\partial C}{\partial t} + \vec{v} \cdot (\nabla C) = 0 \quad (9)$$

(C...die gesuchte Funktion der Oberfläche,  $\vec{v}$ ...Geschwindigkeitsvektor des Fluids, t...Zeit)

Wie in Abschnitt 2.3.1 gezeigt wird führen nur rotationssymmetrische Störungen zur Tropfenbildung und daher stellt die gesuchte Funktion den lokalen Radius des Flüssigkeitsstrahles dar und ist nur von der Koordinate in Achsenrichtung und der Zeit abhängig. Die Krümmung und damit die Druckdifferenz an der Oberfläche des Fluides, zu einem bestimmten Zeitpunkt, lässt sich für  $C=r(z,t)$ , unter Annahme der Rotationssymmetrie, mit nachfolgender Formel bestimmen.

$$\kappa = \frac{r''}{(1+r')^{\frac{3}{2}}} - \frac{1}{r\sqrt{1+r'^2}} \quad (10)$$

( $\kappa$ ...Doppelte mittlere Krümmung der Oberfläche,  $r$ ...Radius der Oberfläche)

## 2.2 Grundlagen zu den Messmethoden

Im Folgenden sollen kurz die physikalischen Eigenschaften von  $H_2O$ -Tropfen und die daraus ableitbaren Messmethoden, sowie deren Messprinzip, abgehandelt werden.

### 2.2.1 Optisch

Die optische Messmethode beruht hauptsächlich auf dem im Medium, im Vergleich zu Luft, erhöhten komplexen Brechungsindex im sichtbaren Spektralbereich. Über jenen können die meisten optischen Effekte bei der Interaktion des Lichtes mit dem Medium beschrieben werden. Grundsätzlich ist er zwar von der Wellenlänge abhängig, jedoch ist die Änderung im sichtbaren Spektralbereich äußerst gering. Der Realteil der Brechzahl beschreibt dabei die Abnahme der Phasengeschwindigkeit des Lichtes im Medium relativ zum Vakuum, während der Imaginärteil die Dämpfung der Amplitude des elektromagnetischen Feldes im Medium beschreibt. Mittels dieses Werts können die Reflexion, die Absorption und die Brechung berechnet werden. Die reflektierten Anteile der Feldamplituden ergeben sich dabei, im Idealfall einer perfekten Grenzfläche, aus den Fresnelschen Formeln und sind zusätzlich abhängig vom Einfallswinkel des Lichtes und dessen Polarisationsrichtung zur Oberfläche. Die beiden Polarisationsrichtungen entsprechen dabei einer senkrechten (s) und parallelen (p) Amplitude des elektrischen Feldes relativ zur Einfallsebene des Lichtes.

$$r_s = \frac{N_1 \cos(\alpha) - N_2 \cos(\beta)}{N_1 \cos(\alpha) + N_2 \cos(\beta)} \quad [8] \quad (11)$$

$$r_p = \frac{N_2 \cos(\alpha) - N_1 \cos(\beta)}{N_2 \cos(\alpha) + N_1 \cos(\beta)} \quad [8] \quad (12)$$

( $r_s/r_p$ ...reflektierte Amplituden für senkrechte/parallele Amplitude des elektrischen Feldes zur Einfallsebene,  $N_1/N_2$ ...komplexe Brechungsindizes der Medien auf Einfalls-/Ausfallsseite der Grenzfläche,  $\alpha$ ...Einfallswinkel des Lichtes in Medium 1,  $\beta$ ...Ausfallswinkel des Lichtes in Medium 2)

Die reflektierte Intensität für polarisiertes, teilweise oder unpolarisiertes Licht kann aus den beiden Spezialfällen, des s- und p-polarisierten Lichtes, durch anteilmäßige Addition des Betragsquadrates der Feldamplituden bestimmt werden. Für den häufigen Fall, dass es sich um unpolarisiertes Licht handelt, müssen die beiden Polarisationsrichtungen zu gleichen Teilen vorkommen.

$$R = \frac{r_s r_s^* + r_p r_p^*}{2} \quad (13)$$

( $R$ ...Reflektierter Anteil der eingestrahnten Intensität)

Der absorbierte Anteil ( $A$ ) der ins Medium eindringenden Intensität kann über das Beer-Lambertsche Gesetz unter Verwendung des Absorptionskoeffizienten, im eigentlichen dem komplexen Anteil des Brechungsindex, bestimmt werden.

$$A = 1 - e^{-\alpha x} \quad \text{mit} \quad \alpha = \Im N \frac{4\pi f}{c} \quad [8] \quad (14)$$

( $\alpha$ ...Absorptionskoeffizient,  $x$ ...Weglänge im Medium,  $\Im N$ ...Imaginärteil des Brechungsindex,  $f$ ...Frequenz der Lichtwelle,  $c$ ...Lichtgeschwindigkeit im Vakuum)

Die Brechung und damit die angulare Ablenkung der Lichtwelle wird über das Snelliusche Brechungsgesetz bestimmt und besitzt, wie die mit ihr gekoppelte Reflexion, eine Abhängigkeit vom Einfallswinkel.

$$\sin(\beta) = \sqrt{\frac{N_1 N_1^*}{N_2 N_2^*}} \sin(\alpha) \quad [8] \quad (15)$$

( $\alpha$ ...Einfallswinkel,  $\beta$ ...Ausfallswinkel,  $N_1/N_2$ ...komplexer Brechungsindex des Mediums vor/nach der Grenzfläche)

Ein weiteres optisch relevantes Ereignis stellt die Beugung dar, welche im Wesentlichen von der Wellenlänge des Lichtes und der Geometrie des im Lichtweg befindlichen Körpers abhängt. Da die Abmessungen des Tropfen die Wellenlänge des Lichtes um Größenordnungen übersteigt und jener nur näherungsweise die Form einer Kugel annimmt werden Beugungseffekte am Tropfen bei theoretischen Überlegung nicht berücksichtigt. Auf einen möglichen Einfluss, bei sehr kohärenten Lichtquellen, sollte jedoch geachtet werden. Dies gilt im Speziellen auch für den optischen Aufbau.

Für spätere Überlegungen soll hier noch die Beugung an einer kreisförmigen Lochblende angegeben werden:

$$\sin(\theta) = 1.22 \frac{\lambda}{D} \quad [2] \quad (16)$$

( $\theta$ ...Beugungswinkel,  $\lambda$ ...Wellenlänge des Lichtes,  $D$ ...Lochdurchmesser)

### 2.2.2 Mechanisch

Die mechanische Methode basiert auf zeitaufgelösten differentiellen Druckmessungen. Jene werden im Wesentlichen mit einer piezoelektrischen Keramik durchgeführt, da deren Nachweisempfindlichkeit zu den höchsten unter den Drucksensoren gehört. Dabei wird der direkte piezoelektrische Effekt ausgenutzt, welcher bei ionischen Kristallen ohne bestimmte Symmetriezentren vorkommt. Dieser tritt auf, da beim Anlegen eines mechanischen Druckes an die Oberfläche des Kristalles, durch die Verformung, die positiven und negativen Ladungszentren, von ihrem gemeinsamen Zentrum im druckfreien Fall, gegeneinander verschoben werden und der Kristall dadurch polarisiert wird. Grundsätzlich kann hier zwischen dem direkten longitudinalen und direkten transversalen piezoelektrischen Effekt unterschieden werden. Beim longitudinalen Fall erfolgt die Polarisation parallel zum einwirkenden Druck, daher entlang einer polaren Achse, während beim transversalen Fall die Polarisation normal zum einwirkenden Druck erfolgt, daher entlang einer nicht-polaren Achse. Die Polarisation und damit der Druck ist dabei einer Spannung proportional, welche am Piezoelement abgegriffen werden kann. [2]

Bei periodischen Druckschwankungen ist die Nachweisempfindlichkeit stark abhängig von der Periode der Schwankung, da jede Geometrie der Keramik bestimmte Eigenschwingungen besitzt, welche in Resonanz angeregt werden können. Im wesentlichen kann die Nachweisempfindlichkeit der einzelnen Frequenzen daher aus dem Impedanzspektrum des Piezoelementes abgeschätzt werden. Die Nachweisempfindlichkeit ist dabei indirekt proportional zum Betrag der Impedanz der jeweiligen Frequenz.

## 2.3 Die Tropfenbildung

Die theoretischen Überlegungen zu den Plateu-Rayleigh-Instabilitäten basieren im Wesentlichen auf den Werken von Eggers [9] und Eggers/Villermaux [10], welche die Tropfenbildung auf eine verkleinerte Grenzfläche zwischen der Flüssigkeit und deren Umgebung und daher auf eine geringere Oberflächenspannung zurückführen.

### 2.3.1 Theorie zur Tropfenentstehung

Da bei den durchgeführten Versuchen im geeigneten Frequenzbereich keine Satellitentropfen oder ähnliches zu beobachtet ist und es sich beim Fluid um Wasser handelt beschränken sich die nachfolgenden Überlegungen auf die nicht viskose lineare Theorie. Jene gibt an unter welchen Rahmenbedingungen Tropfen aus kleinen periodischen Störungen des Flüssigkeitsstrahles gebildet werden können und wie schnell die einzelnen Störungen wachsen und somit die Bildung von Tropfen erfolgt.

Wie bereits kurz erwähnt soll im nachfolgenden die Entwicklung, von im Vergleich zum Strahldurchmesser, kleinen periodischen Störungen betrachtet werden. Dafür wird die skalare Funktion  $r(\varphi, z)$  genutzt, welche den lokalen Radius und somit die Oberfläche des Flüssigkeitsstrahles als Funktion von  $z$  (Koordinate in Achsenrichtung des zylindrischen Strahles) und von  $\varphi$  (Winkel in der Ebene normal zur  $z$ -Achse) angibt. Für die ungestörte Flüssigkeit beträgt deren Radius  $r_0$ . Typischerweise wird die  $z$ -Koordinate in Einheiten von  $r_0$  ( $\zeta = z/r_0$ ) angegeben. Dies führt zu folgendem Ansatz für den lokalen Flüssigkeitsradius unter dem Einfluss einer kleinen linearen periodischen Störung  $\epsilon$ , mit der Amplitude  $\varepsilon$ :

$$r(\zeta, \varphi) = r_0(1 + \epsilon(\zeta, \varphi)) = r_0(1 + \varepsilon \cos(n\varphi) \cos(x\zeta)) \quad (17)$$

Um eine geschlossene Funktion in  $\varphi$ -Richtung zu erhalten muss  $n$  ein Element der natürlichen Zahlen darstellen, während  $x$  für einen unendlich langen Flüssigkeitszylinder aus den positiven reellen Zahlen gewählt werden kann.

Da im weiteren davon ausgegangen wird, dass es sich bei Wasser um eine inkompressible Flüssigkeit handelt muss das Volumen beim Übergang vom ungestörten in den gestörten Zustand erhalten bleiben. Die Volumina der Flüssigkeit können mittels Gleichung 18 bestimmt werden.

$$V = \int_r \int_\varphi \int_z r \, dr d\varphi dz = \int_r \int_\varphi \int_\zeta r \, r_0 \, dr d\varphi d\zeta \quad (18)$$

Dies führt für den periodisch gestörten und ungestörten Flüssigkeitsstrahl zu:

$$V_{\text{ungestört}} = \frac{4\pi^2 r_0^3}{2x} \quad (19)$$

$$V_{\text{gestört}} = \frac{4\pi^2 r_0^3}{2x} \left[ 1 + \frac{\varepsilon^2}{4} (\delta_{m0} + 1) \right] \quad (20)$$

Um die Massenerhaltung nicht zu verletzen muss daher der mittlere Radius des gestörten Strahles leicht reduziert werden. Die Oberflächenfunktion nimmt daher, nach Korrektur in quadratischer Ordnung, folgende Gestalt an:

$$r = r_0(1 + \varepsilon \cos(n\varphi) \cos(x\zeta) - \frac{\varepsilon^2}{8} (\delta_{m0} + 1) + O(\varepsilon^3)) \quad (21)$$

Diese Funktion definiert die Oberfläche der Flüssigkeit. Gesucht wird nun nach periodischen Störungen, welche die Oberflächenspannung verringern und somit zu einem fortlaufenden Abschnüren des Strahles und daher zum periodischen Abbruch der Flüssigkeit führen. Für die skalare Funktion  $r(\varphi, \zeta)$  kann die gesuchte Oberfläche mittels Gleichung 22 berechnet werden.

$$O = \int_\varphi \int_\zeta r_0^2 (1 + \varepsilon) \left[ 1 + (\delta_\zeta \varepsilon)^{1/2} + \left( \frac{\delta_\varphi \varepsilon}{1 + \varepsilon} \right)^{1/2} \right]^{1/2} d\varphi d\zeta \quad (22)$$

Für die Änderung der Oberfläche, innerhalb einer Periode in Achsenrichtung ergibt sich daraus vom gestörten zum ungestörten Zustand:

$$\Delta O = \frac{4r_0^2 \pi^2 \varepsilon^2 (\delta_{m0} + 1)}{8x} (x^2 + m^2 - 1) \quad (23)$$

Da nur  $x \geq 0$  (positive Längen) und  $m \in \mathbb{N}$  (geschlossene Störungen entlang des Umfanges) physikalisch sinnvoll sind, können nur rotationssymmetrische Störungen ( $m = 0$ ) zu einer Verringerung der Oberfläche führen.

$$\Delta O = \frac{r_0^2 \pi^2 \varepsilon^2}{x} (x^2 - 1) \quad \rightarrow \quad x^2 = (kr_0)^2 < 1 \quad (24)$$

Die Wellenlänge  $\lambda_k$  der periodischen Variation der Fluidquerschnittsfläche muss daher der nachfolgenden Bedingung genügen um die Oberflächenspannung abzusenken und somit zur Tropfenbildung führen zu können.

$$\lambda_k = \frac{2\pi}{k} > 2\pi r_0 \quad (25)$$

Dieses von Plateau (1849) hergeleitete Ergebnis zeigt, dass nur rotationssymmetrische Störungen, deren Periode größer als der Umfang des ungestörten Flüssigkeitszylinders ist, die Oberflächenspannung absenken und daher zur Bildung von Tropfen führen können.

Um auch die Kinetik des Prozesses zu untersuchen muss im nachfolgenden die erhaltene Störung in die Navier-Stokes-Gleichungen eingesetzt und die Young-Laplace-Gleichung ausgenutzt werden.

Die Störung entspricht dabei einer kleinen lokalen Änderung der Geschwindigkeit ( $\vec{v}$ ) und des Druckes ( $p$ ) im Flüssigkeitsstrahl. Zur Vereinfachung der mathematischen Formulierung wird das Bezugssystem derart gewählt, dass sich der Flüssigkeitsstrahl ursprünglich in Ruhe befindet ( $\vec{v}_0 = 0$ ) und angenommen, dass der Flüssigkeitsstrahl nicht um die z-Achse rotiert ( $\delta v_\varphi = 0$ ):

$$\vec{v} = \vec{v}_0 + \delta\vec{v} = \delta\vec{v} = \begin{pmatrix} \delta v_r \\ \delta v_\varphi \\ \delta v_z \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \delta v_r \\ 0 \\ \delta v_z \end{pmatrix} \quad (26)$$

$$p = p_0 + \delta p \quad (27)$$

In der weiteren Folge werden die Navier-Stokes-Gleichungen in der Form der Eulerschen Gleichungen (7) in zylindrischen Koordinaten benutzt, welche ein inkompressibles nicht viskoses ( $\eta = 0$ ) Fluid beschreiben.

$$\text{Eulersche Gleichungen:} \quad \frac{\partial \vec{v}}{\partial t} + (\vec{v} \cdot \nabla) \vec{v} = -\frac{\nabla p}{\rho}$$

$$\text{Nabla-Operator: } \quad \nabla = \frac{\partial}{\partial r} + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial \varphi} + \frac{\partial}{\partial z}$$

Durch einsetzen des Geschwindigkeitsvektors und des Druckes und nach Anwendung des Nabla-Operators erhält man aus den Eulerschen Gleichungen das folgende Gleichungssystem:

$$\begin{aligned} \text{I : } \quad & \frac{\partial \delta v_r}{\partial t} + \delta v_r \frac{\partial \delta v_r}{\partial r} + \delta v_z \frac{\partial \delta v_r}{\partial v_z} = \left[ -\frac{\nabla_r p}{\rho} \right] = -\frac{1}{\rho} \frac{\partial (p_0 + \delta p)}{\partial r} \\ \text{II : } \quad & \frac{\partial \delta v_z}{\partial t} + \delta v_r \frac{\partial \delta v_z}{\partial r} + \delta v_z \frac{\partial \delta v_z}{\partial v_z} = \left[ -\frac{\nabla_z p}{\rho} \right] = -\frac{1}{\rho} \frac{\partial (p_0 + \delta p)}{\partial z} \\ \text{III : } \quad & 0 = \left[ -\frac{\nabla_\varphi p}{\rho} \right] = -\frac{1}{\rho r} \frac{\partial (p_0 + \delta p)}{\partial \varphi} \end{aligned} \quad (28)$$

Da es sich bei den  $\delta$ -Beiträgen um kleine Störungen ( $\ll 1$ ) handelt werden quadratische Terme der Form 29 vernachlässigt.

$$\delta v_{x,y} \frac{\partial \delta v_{x,y}}{\partial x,y} = O(\delta v_{x,y}^2) \approx 0 \quad (29)$$

Im nächsten Schritt werden die Gleichungen 28 den folgenden Operationen unterzogen und addiert:

$$\text{I : } \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} r \quad , \quad \text{II : } \frac{\partial}{\partial z} \quad , \quad \text{III : } \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial \varphi}$$

Dies führt auf die nachfolgende Gleichung:

$$\frac{\partial \delta v_r}{\partial r \partial t} + \frac{1}{r} \frac{\partial \delta v_r}{\partial t} + \frac{\partial \delta v_z}{\partial z \partial t} = -\frac{1}{\rho} \left[ \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial p}{\partial r} \right) + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 p}{\partial \varphi^2} + \frac{\partial^2 p}{\partial z^2} \right] \quad (30)$$

Setzt man die Vertauschbarkeit und somit die Stetigkeit der 2.Ableitung der Geschwindigkeit voraus so ergibt sich mit Hilfe der Inkompressibilitätsbedingung und dem Laplace-Operator in Zylinderkoordinaten, dass der Druck der Laplace-Gleichung genügen muss.

$$\text{Inkompressibilitätsbedingung : } \quad \vec{\nabla} \cdot \vec{v} = 0$$

$$\text{Laplace-Operator : } \quad \Delta = \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial}{\partial r} \right) + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2}{\partial \varphi^2} + \frac{\partial^2}{\partial z^2}$$

$$\begin{aligned}
\frac{\partial}{\partial t} \left( \frac{\partial \delta v_r}{\partial r} + \frac{\delta v_r}{r} + \frac{\partial \delta v_z}{\partial z} \right) &= \frac{\partial}{\partial t} (\vec{\nabla} \cdot \vec{v}) = 0 \\
= -\frac{1}{\rho} \left[ \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial p}{\partial r} \right) + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 p}{\partial \varphi^2} + \frac{\partial^2 p}{\partial z^2} \right] &= -\frac{1}{\rho} \Delta p \\
\rightarrow \Delta p &= 0
\end{aligned} \tag{31}$$

Als Ansatz zur Lösung dieser homogenen Differentialgleichung wird für die Störung, wie zuvor abgeleitet, eine axialsymmetrische Funktion der Form

$$\delta p = \delta \bar{p} F(r) \cos(kz)$$

gewählt. Dabei stellt  $F(r)$  eine beliebige Funktion in  $r$  dar. Mit diesem Ansatz erhält man:

$$\Delta p = \delta \bar{p} \cos(kz) \left( \frac{\partial^2 F(r)}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial F(r)}{\partial r} - k^2 F(r) \right) = 0$$

Die einzige nicht singuläre Lösung für  $F(r)$  bei  $r = 0$  stellt eine modifizierte Besselfunktion erster Art dar (Kelvin-Funktion).

$$F(r) = I_0(kr) \quad \rightarrow \quad \delta p = \delta \bar{p} I_0(kr) \cos(kx)$$

Im nächsten Schritt geht man zurück zur linearisierten Navier-Stokes-Gleichung, welche die radiale zeitliche Geschwindigkeitsänderung mit dem radial Druckprofil in Verbindung setzt:

$$\frac{\partial \delta v_r}{\partial t} = -\frac{1}{\rho} \frac{\partial p}{\partial r} = -\frac{1}{\rho} \delta \bar{p} \cos(kx) \frac{\partial I_0(kr)}{\partial r} = -\frac{1}{\rho} \delta \bar{p} \cos(kx) k I_1(kr)$$

Die zur Lösung der Gleichung benötigte Geschwindigkeit der Flüssigkeit an der Grenzfläche kann nun aus der linearisierten Form der Bewegungsgleichung 9 gewonnen werden.

$$\frac{\partial r}{\partial t} + \delta v_z \frac{\partial r}{\partial z} \cong \frac{\partial r}{\partial t} = \delta v_r|_{\Omega}$$

Die Amplitude  $\delta \bar{p}$  der Störung wird aus der Young-Laplace-Gleichung (8), in Kombina-

tion mit Gleichung 10, aus der Differenz des ungestörten und des gestörten Zustandes bestimmt.

$$\Delta p = -\gamma\kappa = \gamma \left[ \frac{1}{r\sqrt{1+r'^2}} - \frac{r''}{(1+r')^{\frac{3}{2}}} \right]$$

$$\begin{aligned} r &= r_0(1 + \varepsilon \cos(kx) - \frac{\varepsilon^2}{4}) \\ r' &= -r_0 \varepsilon k \sin(kx) \\ r'' &= -r_0 \varepsilon k^2 \cos(kx) \end{aligned}$$

Einsetzen der Ableitungen und Vernachlässigung der quadratischen Terme führt auf:

$$\begin{aligned} \Delta p_{\text{ungestört}} &= \frac{\gamma}{r_0} \\ \Delta p_{\text{gestört}} &= \gamma \left( \frac{1}{r} + r_0 \varepsilon k^2 \cos(kx) \right) \\ \rightarrow \delta p &= \Delta p_{\text{gestört}} - \Delta p_{\text{ungestört}} = \frac{\gamma}{r_0} (k^2 r_0^2 - 1) \varepsilon \cos(kx) \end{aligned}$$

Durch gleichsetzen der beiden gewonnen Ausdrücken für  $\delta p$  kann  $\delta \bar{p}$  schließlich ermittelt werden.

$$\delta \bar{p} = \frac{\gamma}{r_0} (k^2 r_0^2 - 1) \varepsilon I_0^{-1}(kr)$$

Im letzten Schritt werden die Ausdrücke für  $\delta v_r$  und  $\delta \bar{p}$  in die letzte Form der Navier-Stokes-Gleichung eingesetzt und der kleinen Störung des Radius  $\varepsilon$  eine zeitlich periodische Abhängigkeit der Form  $\varepsilon = \varepsilon_0 e^{-i\omega t}$  unterstellt.

$$\begin{aligned} \frac{\partial^2}{\partial t^2} \left( r_0 + r_0 \varepsilon_0 e^{-i\omega t} \cos(kx) + r_0 \frac{\varepsilon_0^2}{4} \right) &= -\omega^2 r_0 \cos(kx) \varepsilon_0 e^{-i\omega t} \\ &= -\frac{\gamma}{\rho r_0} (k^2 r_0^2 - 1) \cos(kx) \varepsilon_0 e^{-i\omega t} k \frac{I_1(kr)}{I_0(kr)} \\ \rightarrow \omega^2 &= -\frac{\gamma k}{\rho r_0^2} (1 - k^2 r_0^2) \frac{I_1(kr_0)}{I_0(kr_0)} \end{aligned} \quad (32)$$

Betrachtet man die zeitliche Entwicklung der Störung, welche von  $\omega$  bestimmt wird, so ergeben sich zwei Arten von Störungen. Für den Fall, dass  $\omega^2$  einen positiven Wert repräsentiert ist die Störung stabil und  $r$  schwankt periodisch um  $r_0$  (bei Vernachlässigung der Korrekturterme). Wenn  $\omega^2$  jedoch negativ ist (selbe Bedingung wie bei Plateau)

steigt die Amplitude der Störung exponentiell an und führt auf Grund der Instabilität zum periodischen Abbruch des Flüssigkeitsstrahles.  $\omega$  ist dabei indirekt proportional zur Zeit die für den Abbruch des Flüssigkeitszylinders benötigt wird.

In der nachfolgenden Abbildung ist die dimensionslose Wachstumsrate in Abhängigkeit von der Periodenlänge der Störung (in Einheiten von  $kr_0$ , alle anderen Konstanten werden auf 1 gesetzt) aufgetragen. Die am schnellsten wachsende Störung findet man bei  $kr_0 = 0.69$ .

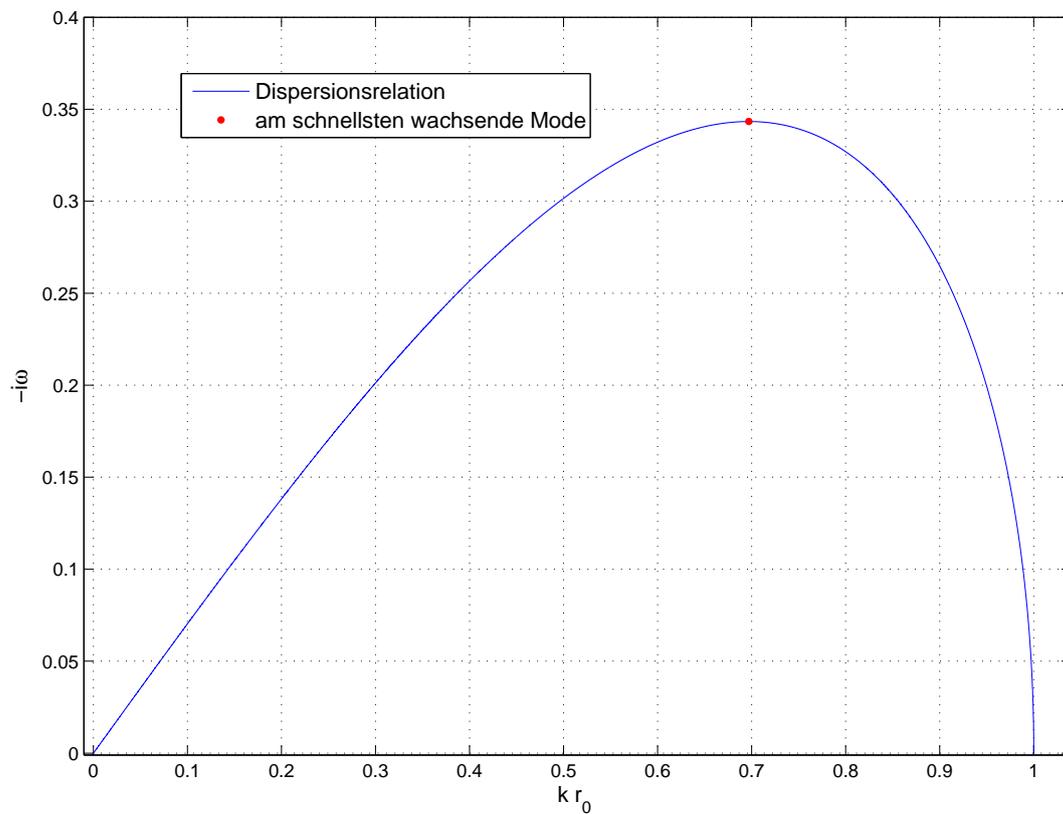


Abbildung 1: Dispersionsrelation des Störungswachstums

### 2.3.2 Die Tropfengröße und Tropfengeschwindigkeit

Der nachfolgende Abschnitt basiert auf den Arbeiten von Frommhold, Lippert, Holsteins und Mettin [11] und von Brenn [12] und beschreibt eine empirische Erweiterung zum Gesetz von Bernoulli zur Bestimmung der Tropfengröße, -geschwindigkeit und des möglichen Frequenzbandes, welches zu monodispersen Tropfen führt. Die empirischen Faktoren sind dabei auf die Geometrie der Öffnung am unteren Ende des Hohlkörpers zurückzuführen.

Im ersten Schritt wird hierfür die Durchflussrate  $Q$ , über die Viskosität  $\eta$  und Dichte der Flüssigkeit  $\rho$  sowie über den Durchmesser der Düse  $d$  mit dem Überdruck im Hohlkörper  $\Delta p$  in Verbindung gesetzt. Gemäß dem Gesetz von Bernoulli sollte folgende Proportionalität zwischen der Geschwindigkeit der Flüssigkeit an der Öffnung  $v$  und der Druckdifferenz  $\Delta p$  bestehen:

$$v \propto \left( \frac{\Delta p}{\rho} \right)^{0.5}$$

Die Geschwindigkeit wird nun durch Multiplikation mit der Querschnittsfläche der Düsenöffnung in eine Durchflussrate überführt, anschließend beide Seiten der Gleichung passend mit der Viskosität  $\eta$ , der Dichte  $\rho$  und dem Öffnungsdurchmesser erweitert, um auf einen dimensionslosen Ausdruck zu kommen, und zusätzlich mit zwei Parametern  $C_1$  und  $C_2$  versehen, welche die Geometrie der Düse berücksichtigen sollen. Die resultierende Gleichung 33 stellt in einem doppelt logarithmischen Plot, wobei  $\frac{Q\rho}{\eta d}$  über  $\frac{\Delta p \rho d^2}{\eta^2}$  aufgetragen wird, eine Gerade dar, aus welcher die empirischen Parameter experimentell bestimmt werden können.

$$\frac{Q\rho}{\eta d} = C_1 \left( \frac{\Delta p \rho d^2}{\eta^2} \right)^{C_2} \quad (33)$$

Die Geschwindigkeit der Tropfen  $U$  kann nun durch Rückführung der Durchflussrate in Flüssigkeitsvolumen und -geschwindigkeit bestimmt werden. Hierbei wird angenommen, dass der Flüssigkeitszylinder bei der Düsenöffnung die selbe Geschwindigkeit besitzt wie die anschließend entstehenden Tropfen. Dies führt auf Gleichung 34.

$$U = C_1 \frac{4\eta}{\pi \rho d} \left( \frac{\Delta p \rho d^2}{\eta^2} \right)^{C_2} \quad (34)$$

Hier sollte angemerkt werden, dass es nur innerhalb bestimmter Grenzen zur Ausbildung eines Flüssigkeitszylinders kommt. Die untere Grenze hängt im wesentlichen von der Viskosität der Flüssigkeit, dem Öffnungsquerschnitt der Düse und dem angelegten Überdruck ab und kann mit Hilfe der Webber- und Ohnesorge-Zahl angegeben werden (Gleichung 35 [13]). Unterhalb dieses Wertes kommt es zur Ausbildung eines Meniskus-ses oder zur Ausbildung von fallenden Tropfen.

$$We_{crit.} = 14.5 Oh^{0.08} \quad (35)$$

Das obere Limit ist gegen durch die Reibung des Flüssigkeitsstrahles mit dem umliegenden Gas (in der Regel Luft). Dabei führen Turbulenzen in der Gasschicht zum "Zerwellen" (Wellen-Zerfall mit Reibung) des Flüssigkeitszylinders, wobei Tropfen entstehen deren Durchmesser etwa dem Durchmesser des Flüssigkeitszylinders entspricht, oder bei noch höheren Geschwindigkeiten der Flüssigkeit zum "Zerstäuben" (Sekundär-Zerfall) des Flüssigkeitszylinders, wobei der Zylinder in Tropfen zerfällt, welche deutlich kleiner sind als der Durchmesser des Flüssigkeitszylinders. Die Grenze zum "Zerwellen" kann hier mittels der Reynolds- und Ohnesorge-Zahl angegeben werden (Gleichung 36 [3]).

$$Re_{crit.} = \left( \frac{Oh}{133} \right)^{-\frac{5}{4}} \quad (36)$$

Um zu Bestimmen welche Tropfengrößen realisiert werden können muss weiters auf die möglichen Frequenzen geachtet werden. Dabei gibt es ein oberes und unteres Limit für die Wellenlänge, innerhalb welches die Tropfenbildung rasch genug erfolgt (die Störungen z.B. der umliegenden Luft vernachlässigbar sind). Eigentlich hängt die minimale und maximale Frequenz von der Amplitude der angelegten Störung und den ungewollten, von der Umgebung induzierten, Störungen ab, in der Regel aber reicht der Frequenzbereich von etwa  $k_{min}r_0 = 0.3$  bis  $k_{max}r_0 = 0.9$ , bezogen auf die Dispersionsrelation. Mit diesen beiden Werten kann der Frequenzbereich aus nachfolgender Gleichung 37 bestimmt werden.

$$f = kr_0 C_1 \frac{4\eta}{\pi^2 \rho d^2} \left( \frac{\Delta p \rho d^2}{\eta^2} \right)^{C_2} \quad (37)$$

Des Weiteren ist der Tropfendurchmesser  $D$  von Interesse, welcher einfach aus der Ge-

schwindigkeit der Tropfen  $U$ , der angelegten Frequenz  $f$  und dem Durchmesser der Öffnung  $d$  bestimmt wird. Hierzu wird die Inkompressibilität von Wasser ausgenutzt, nach welcher das Volumen erhalten bleiben muss. Daraus folgt Gleichung 38.

$$D = \sqrt[3]{\frac{3Ud^2}{2f}} \quad (38)$$

In Kombination von Gleichung 34 und Gleichung 38 ergibt sich daher für den Durchmesser der Tropfen:

$$D = d \left( \frac{6C_1\eta}{\pi\rho d^2 f} \right)^{1/3} \left( \frac{\Delta p \rho d^2}{\eta^2} \right)^{C_2/3} \quad (39)$$

### 2.3.3 Realisierung in der Praxis

Als Ausgangspunkt dienen hier zwei Arbeiten von Brenn, Durst und Tropea [14] und Brenn, Durst und Helpö [15]. In der Praxis besteht der Versuchsaufbau im Wesentlichen aus einer Düse (Hohlkörper mit Mikrometer-Loch in der Bodenplatte), einem Piezoelement (Transducer), einer Pumpe und einem Frequenzgenerator mit einem nachgeschalteten Verstärker. Als Pumpe dient eine Spritzenpumpe der Marke Textronic, bei welcher der Durchfluss eingestellt und der daraus resultierende Druck, an einem nachgeschalteten Drucksensor, abgelesen werden kann. Die Düse stammt von MedSpray und besteht im wesentlichen aus einem Hohlkörper, in welchem ein Filter für Partikel eingebettet ist, um einem Verstopfen der Öffnung, aus welcher der Flüssigkeitsstrahl austritt, vorzubeugen und der Öffnung selbst. Jene Öffnung ist in diesem Fall zwischen  $10 \mu m$  und  $30 \mu m$  groß und die angelegten Drücke reichen bis etwa 40 bar. Oberhalb dieses Druckes kann es zu Beschädigungen der Siliziumplatte kommen, in welche die Öffnung integriert ist. Das Piezoelement, welches für die periodische Störung des Flüssigkeitsstrahles eingesetzt wird stammt von PI und wird mittels eines Frequenzgenerators, durch das Anlegen einer sinusförmigen Spannung, in mechanische Schwingung versetzt. Um die Breite des Frequenzbandes zu erhöhen und eine höhere Gleichmäßigkeit bei den Tropfen zu erzielen wird das Spannungssignal vom Frequenzgenerator zusätzlich verstärkt. Die resultierende Spannungsamplitude liegt bei  $\pm 10V$ .

Die monodispersen Tropfen werden, wie zuvor im Theorieteil beschrieben, über Plateau-Rayleigh-Instabilitäten erzeugt, wobei die Störungen mittels der piezoelektrischen Ke-

ramik induziert werden. Dies erfolgt wie in Abbildung 2 dargestellt. Der Piezo wird dafür an der Außenseite der Düse, oberhalb des Hohlkörpers mit Epoxidharz angeklebt und an dessen Ober- und Unterseite kontaktiert. Durch anlegen einer periodischen Spannung kommt es zu kleinen Druckänderungen im Hohlkörper mit der selben Periode. Da eine Variation des Druckes auch eine Änderung der Geschwindigkeit entlang des Flüssigkeitsstrahles bedeutet, kommt es in weiterer Folge automatisch zur Bildung von monodispersen Tropfen, sofern die Störungen zu einer Verringerung der Oberflächenspannung führen (siehe Kapitel 2.3.1) und deren Amplitude alle anderen Störungen dominiert. In nachfolgender Abbildung 2 ist die Düse und deren Halterung dargestellt.

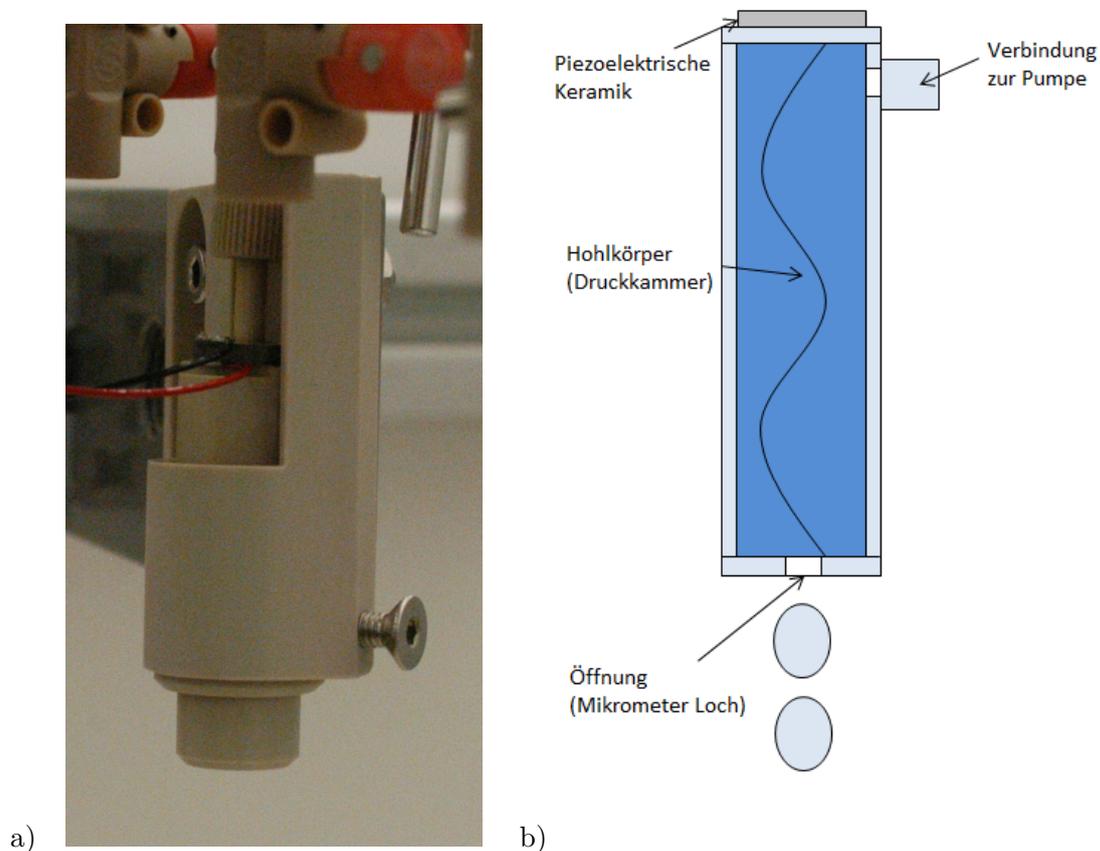


Abbildung 2:  
 a) Bild der Düse und deren Halterung  
 b) Schematischer Aufbau der Düse

## 3 Messmethoden

### 3.1 Teleskopische Photographie

Um sicherzustellen, dass die Bildung der monodispersen Tropfen auch funktioniert wird ein bildgebendes Verfahren zur Betrachtung eingesetzt. Das Prinzip stellt dabei die teleskopische Photographie dar. Der Aufbau (Abbildung 4) besteht dabei aus einer speziellen LED als Lichtquelle [16], einem Teleskopobjektiv als Linse und einer Kamera von Manta, welche mittels PC angesteuert und ausgelesen wird. Die minimale Belichtungszeit der Kamera beträgt dabei  $13.7 \mu s$ . Da die Tropfen etwa  $20 - 150 \mu m$  groß sind und sich mit Geschwindigkeiten zwischen etwa  $2 m s^{-1}$  und  $100 m s^{-1}$  fortbewegen, könnten mit der angegebenen minimalen Belichtungszeit keine scharfen Bilder erstellt werden. Daher wurde eine LED mit einer speziellen Schaltung entwickelt, welche über einen Frequenzgenerator angesteuert wird und Lichtblitze einer Dauer von  $\sim 20 ns$  mit sehr hoher Intensität abgibt. Der Hauptteil der Intensität innerhalb der Belichtungszeit auf der Kamera stammen daher aus diesen  $\sim 20 ns$ , welches eine scharfe Aufnahme der Tropfen ermöglicht.

Im nachfolgenden sind einige Bilder (Abbildung 3) für unterschiedliche Frequenzen, Drücke und Öffnungsdurchmesser dargestellt. Wie eindeutig zu erkennen ist befinden sich die Frequenzen der Bilder 4-6 außerhalb des Bereiches, welcher zur Bildung von monodispersen Tropfen führt.

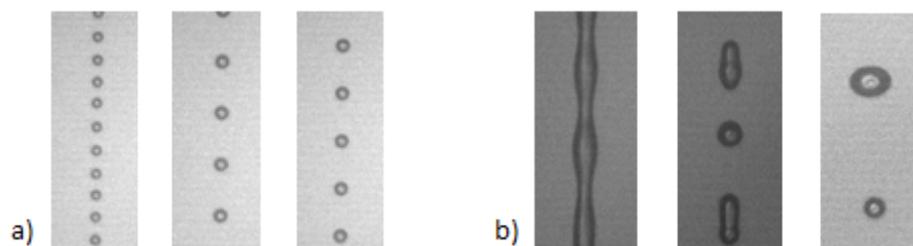


Abbildung 3: Beispielfotografien von monodispersen Tropfen (links, a)) und anderen Flüssigkeitsstrahlen/Tropfen (rechts, b))

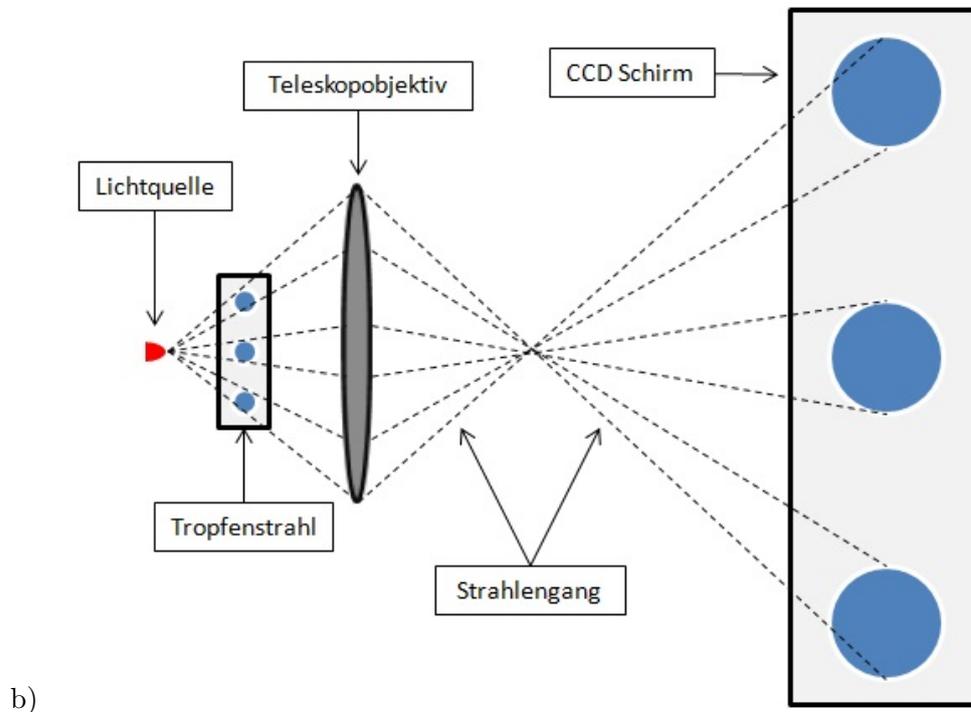
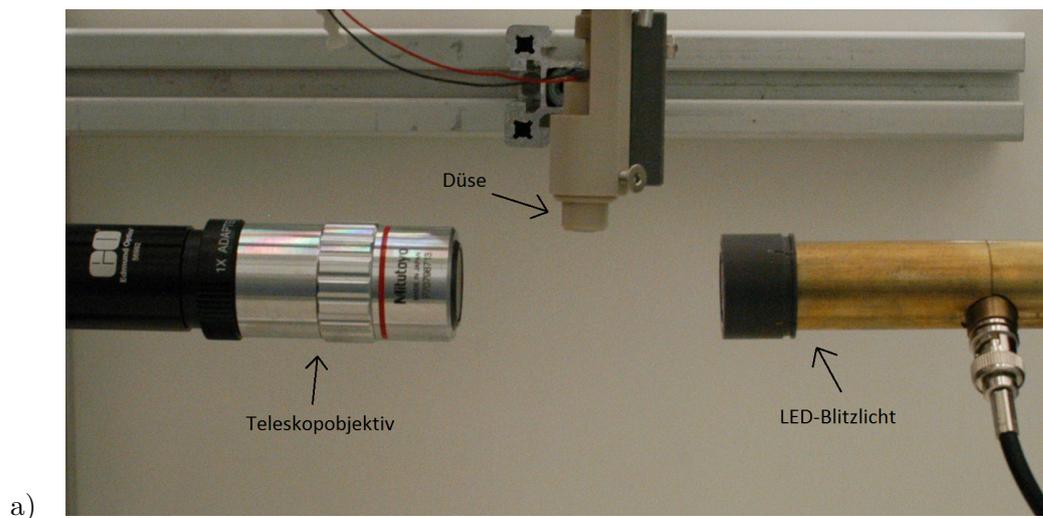


Abbildung 4: Teleskopische Photographie

a) Bild

b) Schematischer Aufbau

Da die Funktionsweise der Düse mit diesen Bildern eindeutig überprüft werden kann dient jene Methode in weiterer Folge zur Charakterisierung der Tropfen (Düsenfunktion) und wird zu den anderen beiden Methoden parallel zur Überwachung eingesetzt.

## 3.2 Mechanisch: über differentielle Druckmessung

### 3.2.1 Grundidee

Wie bereits kurz bei den Grundlagen erwähnt, soll hier die Messung der Tropfen über deren Energie/Impuls, also mechanisch, erfolgen. Dabei werden die Tropfen direkt auf eine piezoelektrische Keramik geleitet. Die Messung nützt dabei den direkten longitudinalen piezoelektrischen Effekt aus, welcher sehr hohe Empfindlichkeit und sehr schnelle Messungen ermöglicht. Die hohe Empfindlichkeit ist erforderlich da die Tropfen auf Grund ihrer Abmessungen nur einen sehr kleinen Impuls besitzen. Die Impulsänderung, welche die Tropfen an der Oberfläche der Keramik erfahren, sollte die Keramik dabei verformen/in mechanische Schwingungen versetzen. Wie in den Grundlagen beschrieben führt die mechanische Verformung einer piezoelektrischen Keramik zu einer Polarisierung, als Folge einer Verschiebung der positiven und negativen Ladungszentren vom gemeinsamem Zentrum im ungestörten Fall. Die Messung des Druckes kann dann über Messung einer Spannung an der Ober- und Unterseite des Piezoelementes erfolgen. Jene Potentialdifferenz ist eine Folge der Polarisierung des Materials und somit vom Druck abhängig. Um eine hohe Empfindlichkeit zu erhalten wird eine "weiche" piezoelektrische Keramik eingesetzt, da jene im Vergleich zu "harten" piezoelektrischen Keramiken unter geringeren Kräften stärker polarisiert werden können.

Zu beachten ist hierbei das Resonanzverhalten der Keramik, welches aus dem Impedanzspektrum abgelesen werden kann. In der Regel werden jene Keramiken nicht in der Nähe der Resonanzfrequenzen betrieben, da dort die abgegriffene Spannung nicht linear mit dem Druck ansteigt und andererseits ungewolltes Nachschwingen auftreten kann. Auf Grund der sehr kleinen wirkenden Kräfte müssen in diesem Fall jedoch die anregenden Frequenzen in der Nähe der Resonanzfrequenzen sein um ein auswertbares Spannungssignal zu erhalten. Zusätzlich ist zu beachten, dass die Druckänderungen zwar periodisch erfolgen, die zeitliche Dauer der Druckpulse aber von der Kontaktzeit der Tropfen mit der Oberfläche und daher im wesentlichen neben der Anzahl der Tropfen pro Zeit auch von deren Größe und Abstand zueinander abhängt. Auf Grund des Nachschwingens könnten daher auch Frequenzen ersichtlich sein welche ein vielfaches der eigentlichen Tropfenzahl pro Zeit darstellt. Speziell im Fourierspektrum, mit welchem das Messsignal im Bezug auf auftretende Frequenzen untersucht wird, sollten diese Oberschwingungen ersichtlich sein.

Im Idealfall erhält man über die Fläche unter dem Signal Informationen über den Impuls der Tropfen und über das Fourierspektrum des Signals die Anzahl der Tropfen pro Zeit.

### 3.2.2 Versuchsaufbau

Wie in Abbildung 5 ersichtlich besteht der Aufbau im wesentlichen aus der Düse, welche zur Erzeugung der Tropfen dient, der piezoelektrischen Keramik, welche mit einem Stativ unter der Düse fixiert wird, einem Oszilloskop zum Aufzeichnen des Spannungssignales, sowie einem Verstärker und Frequenzfilter zur Glättung und Verstärkung des Signales. Die Keramik ist dabei eine vom Hersteller PI geliefertes kreisrundes Plättchen, welches an der Ober- und Unterseite über einen dünnen metallischen Film kontaktierbar ist (siehe Abbildung 6).

Im Zuge der Messungen wird mit zwei unterschiedlichen "Plättchen" gearbeitet, deren wesentlicher Unterschied in ihren Abmessungen liegt (Abbildung 6). Zur Charakterisierung/Bestimmung der Impedanzspektren der piezoelektrischen Keramik wird der "Impedance Analyzer 16777k" von Sine-Phase verwendet.

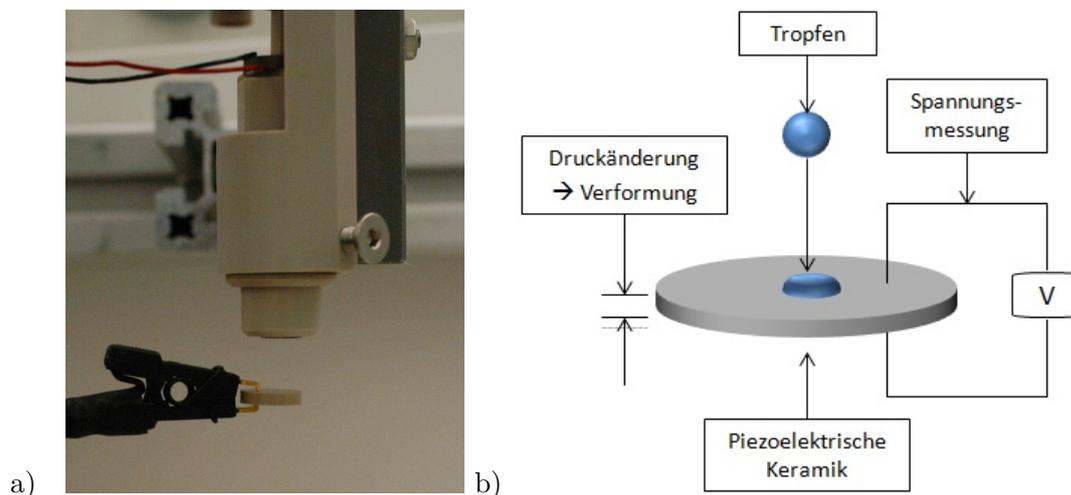


Abbildung 5: Mechanische Messung

a) Bild

b) Schematischer Aufbau

Die Messungen werden mit einer Düsenöffnung von nominellen  $20\ \mu\text{m}$  durchgeführt und der Druck der einzelnen Messungen der jeweiligen anregenden Frequenz angepasst. Wie bereits erwähnt wird parallel zur Messung ein Bild mittels teleskopischer Fotografie erstellt.

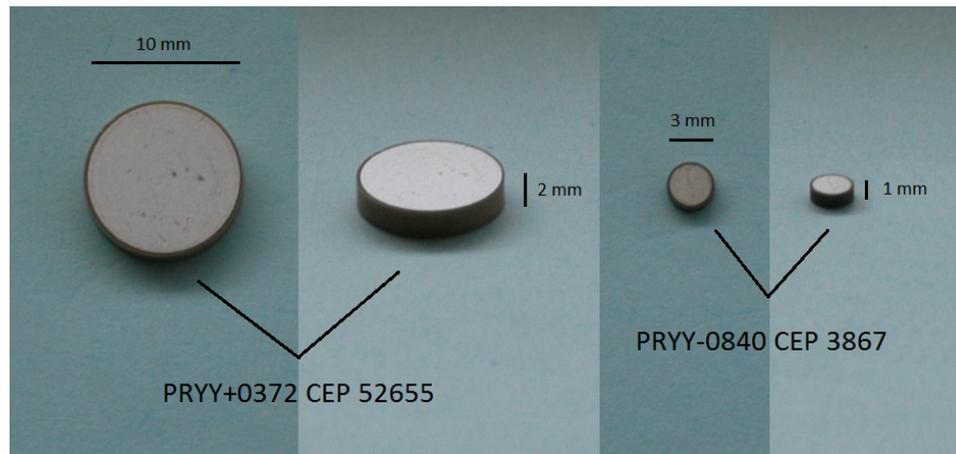


Abbildung 6: Die beiden piezoelektrischen Keramiken PRYY+0372 CEP 52655 (links) und PRYY-0840 CEP 3867 (rechts)

### 3.3 Optisch: über Intensitätsschwächung

#### 3.3.1 Grundidee

Wie in den Grundlagen beschrieben werden hier die deutlich unterschiedlichen optischen Eigenschaften von Wasser und Luft ausgenutzt. Die Tropfen werden dabei durch den Strahlengang einer nicht-divergenten Lichtquelle geführt, bevor jener auf einen Detektor trifft. Als Folge der Unterschiedlichen Brechungsindizes kommt es an der Grenzschicht zwischen Luft und dem Tropfen zu Reflexion und Brechung und im Tropfen selbst zu Absorption. Während die Absorption direkt zur Verringerung der Lichtintensität beitragen, ändert sich bei der Brechung und Reflexion nur die Verteilung der Lichtintensität hinter bzw. vor dem Tropfen. Die nicht-divergente Lichtquelle hat dabei den Vorteil, dass die Intensitätsänderung des Strahles durch die Tropfen nicht von deren Abstand zur Lichtquelle abhängig ist. Um den maximalen hell-dunkel Kontrast zu erreichen kann daher einerseits der Detektor, welcher sich im Strahlengang hinter den Tropfen befindet, im Bezug auf dessen Größe und Position, sowie die optischen Eigenschaften des Tropfens, über die Wellenlänge der Lichtquelle, angepasst werden.

Da die Tropfen in einem Größenbereich von  $\sim 20 - 150 \mu\text{m}$  auftreten sollte auch der beobachtete Bereich nicht wesentlich größer sein. Der Grund liegt einerseits in der, mit dem Detektorbereich, quadratisch abnehmenden Intensitätsschwächung, wenn der Detektor größer als die Tropfen ist, und andererseits wird das Signal mit steigender Anzahl von Tropfen im Detektionsbereich schwieriger zu interpretieren. Die Untergrenze des beobachteten Bereiches ist einerseits durch die Lichtintensität der Quelle und andererseits

durch die Realisierung der Selektion des Bereiches begrenzt. Da mit diesen Abmessungen nicht-divergente Lichtquellen nur schwer zu realisieren sind, wird der gewollte Teil des Strahls erst hinter den Tropfen, mit Hilfe einer Blende, selektiert. Die Blende ist dabei hinter dem Tropfenstrahl positioniert, da sonst die Beugung an der Öffnung für einen divergenten Strahl sorgen würde, dessen Öffnungswinkel mit kleiner werdenden Abmessungen zunimmt. Diese Aufweitung des Strahles muss auch bei der Wahl des Detektors berücksichtigt werden, denn einerseits muss der Detektor groß genug sein um beinahe die gesamte Intensität einzufangen und andererseits sollte er so klein als möglich sein um das Rauschen zu minimieren und möglichst schnell auf Änderungen reagieren zu können. Die nicht-divergente Lichtquelle sollte einerseits eine möglichst große Intensität besitzen und andererseits im Bezug auf ihren Spektralbereich möglichst stark mit dem Tropfen wechselwirken um das Signal maximal zu schwächen.

Im Idealfall erhält man über die Abschwächung des Signales Informationen über die Geschwindigkeit und Größe der Tropfen und über das Fourierspektrum des Signals die Anzahl der Tropfen pro Zeit.

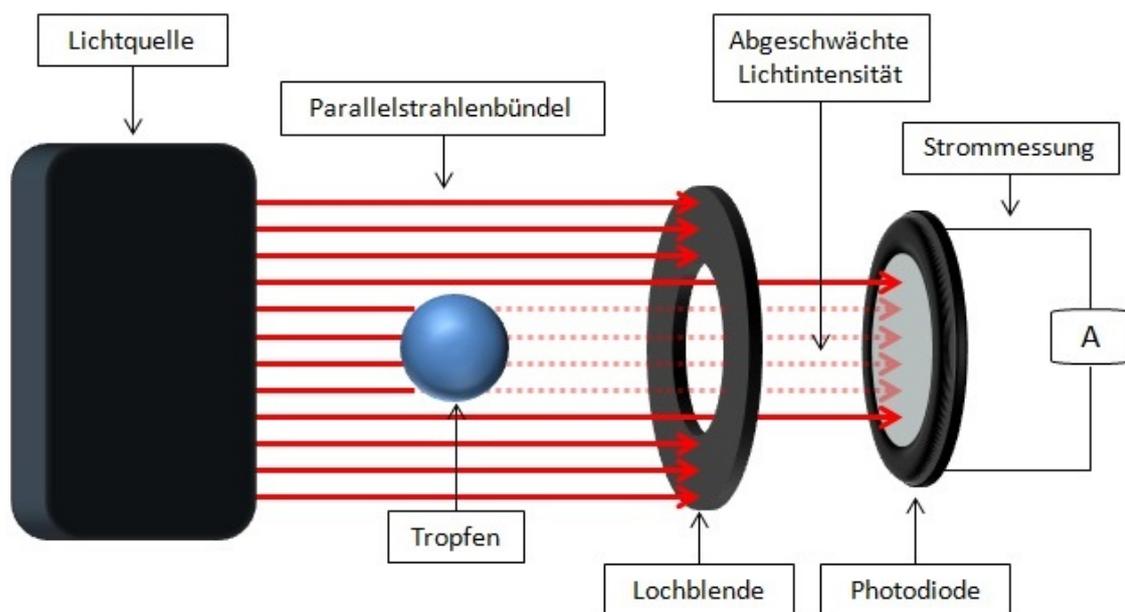


Abbildung 7: Schematischer Aufbau für die optische Messung

### 3.3.2 Simulation

Bei der Simulation handelt es sich im wesentlichen um ein selbst geschriebenes Ray-Tracing-Programm. Dabei wird der Strahl in ein Strahlenbündel aufgespalten und dann

jeder einzelne dieser Strahlenschnitte verfolgt bis er entweder den Rand des Systems trifft oder aber die Intensität des Strahlenschnittes unter einen bestimmten Wert abgesunken ist. Für alle Bereiche des Strahles, welche den Tropfen treffen oder sich im Tropfen befinden, wird in jedem Schritt aufs neue der Schnittpunkt mit der Grenzschicht berechnet. Anschließend über den im Tropfen zurückgelegten Weg die Absorption (Gleichung 14) und über die beiden Brechungsindizes und den Einfallswinkel die Reflexion (Gleichungen 12, 11 und 13) und der Ausfallswinkel (Gleichung 15) berechnet. Nicht inkludiert ist die Beugung des Strahles am Tropfen, welche auf Grund des Größenunterschiedes vom Tropfendurchmesser und der Wellenlänge des Lichtes vernachlässigt wird.

Dieses Programm dient zwei Zwecken. Einerseits wird hiermit der Versuchsaufbau optimiert und andererseits kann, für den Idealfall eines perfekten Systems ohne Beugung, das Signal am Detektor simuliert werden. Im Bezug auf den Versuchsaufbau wird zum Ersten der Einfluss der Größe und des Abstandes des Detektors, beziehungsweise der Blende, vom Tropfen und der Größe des Strahlquerschnittes, für unterschiedliche Tropfengrößen, auf die Abschwächung der Intensität und zum Zweiten der Einfluss der Wellenlänge des Lichtes auf die Höhe des Signals untersucht. Die Simulationen zum zeitlichen Verlauf der Intensität am Detektor dienen später zum Vergleich mit aufgenommenen Messdaten.

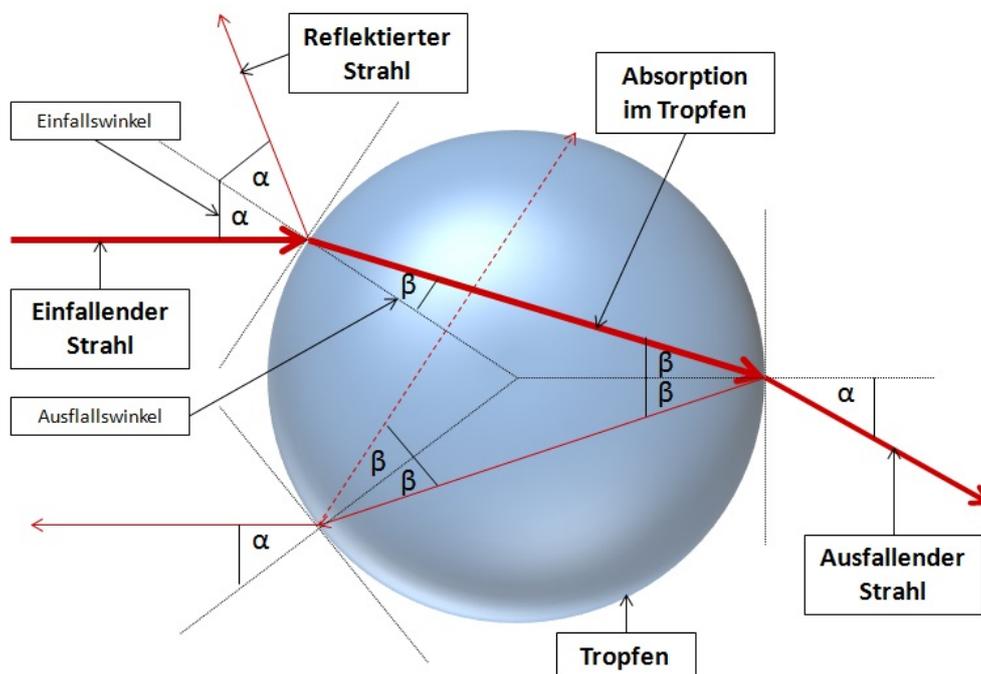


Abbildung 8: Schematischer Strahlengang im Tropfen

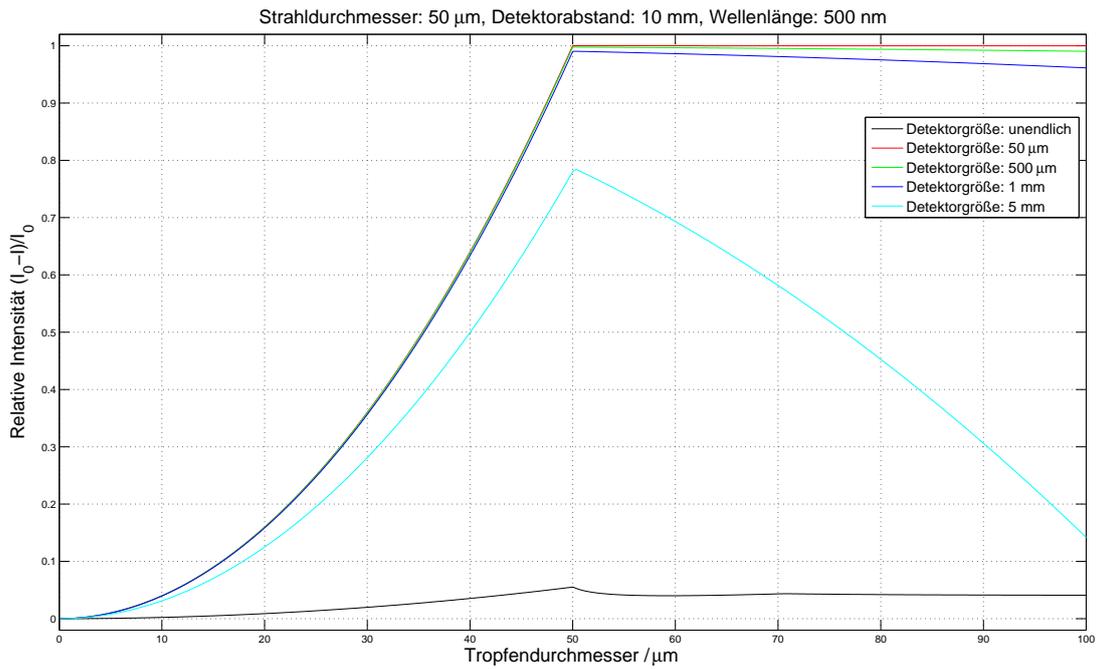


Abbildung 9: Intensität am Detektor als Funktion der Tropfengröße für einige Detektorgrößen

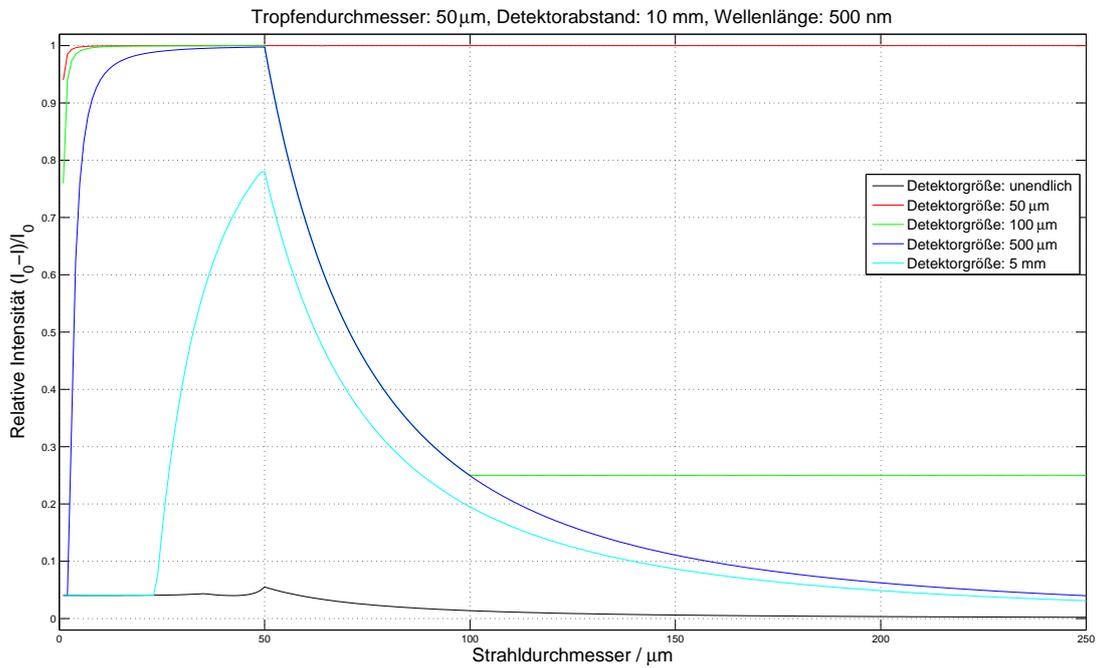


Abbildung 10: Intensität am Detektor als Funktion des Strahldurchmessers für einige Detektorgrößen

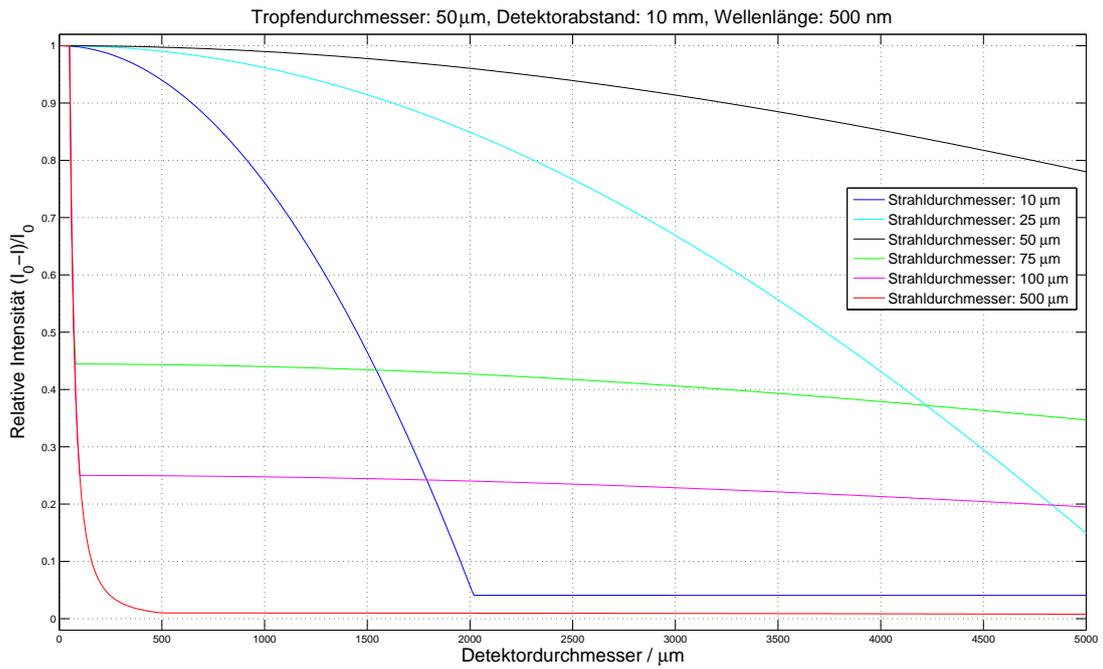


Abbildung 11: Intensität am Detektor als Funktion des Detektordurchmessers für einige Strahldurchmesser

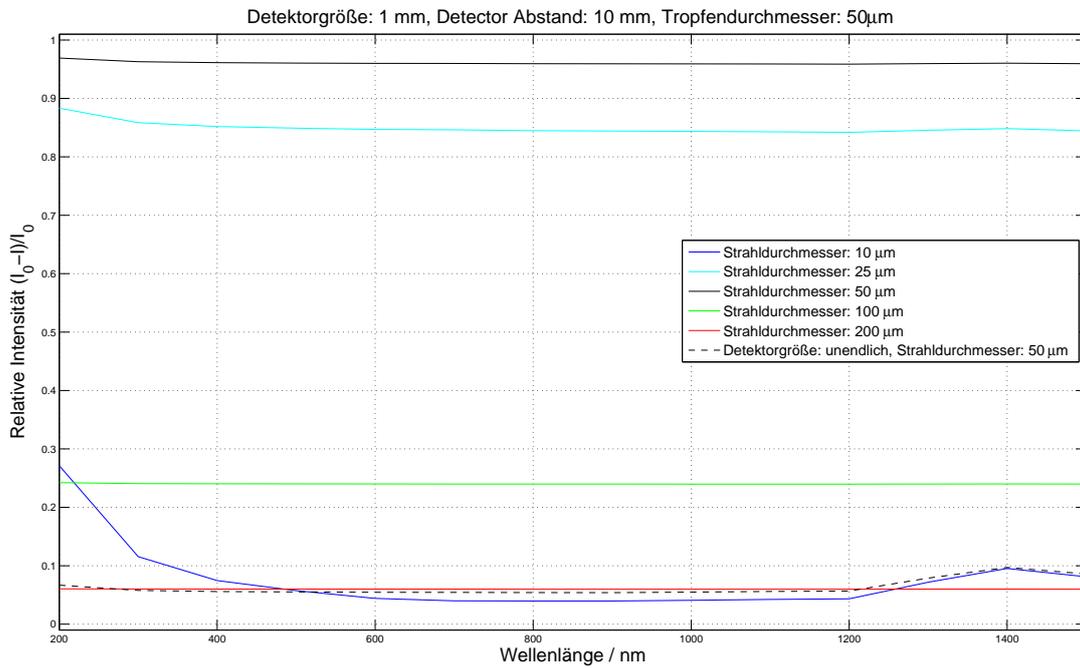


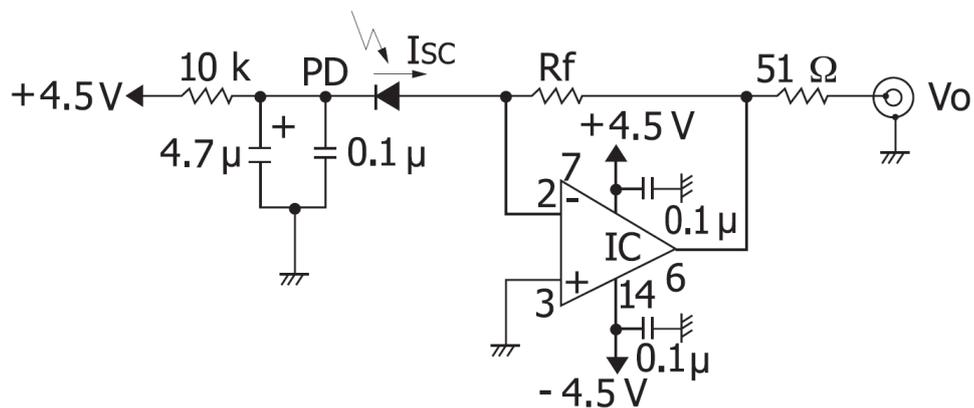
Abbildung 12: Intensität am Detektor als Funktion der Wellenlänge für einige Strahldurchmesser

### 3.3.3 Versuchsaufbau

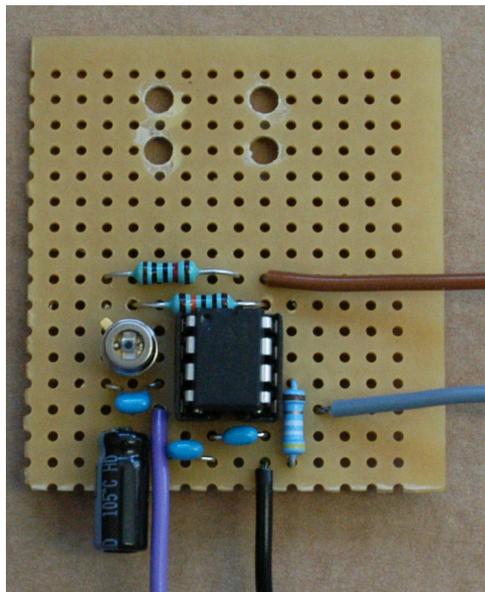
Der Versuchsaufbau besteht neben der Düse selbst aus einer nicht-divergenten Lichtquelle, einer Blende, dem Detektor und einem Oszilloskop. Zur Selektion der Elemente im Bezug auf ihre Eigenschaften dient die zuvor beschriebene Simulation. Dabei wurden Simulationen für die maximale Intensitätsänderung eines einzelnen Tropfens für unterschiedliche Tropfengrößen, Detektorgrößen, Strahldurchmesser und Wellenlängen durchgeführt. In den nachfolgenden vier Abbildungen 9, 10, 11 und 12 sind die Ergebnisse der Simulationen zusammengefasst. Dabei ist in Abbildung 12 deutlich zu erkennen, dass die Wellenlänge im Bereich von 200 nm bis 1500 nm nur wenig Einfluss auf das Signal nimmt. Dies ist auf die geringe Absorption in diesem Spektralbereich und auf die kurzen Wege im Tropfen zurückzuführen. Wie aus den anderen Abbildungen ersichtlich ist verschwindet jedoch dennoch fast die gesamte Intensität, welche mit dem Tropfen wechselwirkt, von einem genügend kleinen Detektor. Ein kleiner Teil dieser Änderung ist auf die Reflexion zurückzuführen, den größten Anteil am Kontrast hat jedoch die Brechung, da selbst leicht abgelenkte Strahlen, bei diesem Aufbau, außerhalb des empfindlichen Bereichs des Detektors eintreffen. Da eine nicht-divergente Lichtquelle benötigt wird, wird ein Laser gewählt dessen Wellenlänge von der spektralen Empfindlichkeit des Detektors abhängt. Wie aus den anderen Abbildung 9, 10 und 11 hervorgeht sollte der Strahldurchmesser und die Detektorgröße, im eigentlichen die Größe der Blende, mit der Größe des Tropfens übereinstimmen. Da der Tropfen annähernd rund ist wird auch die Blende und der Detektor rund gewählt. Die gewählte Lochblende hat Durchmesser von  $200 \mu$  und ist auf  $\pm 5 \mu\text{m}$  genau gefertigt. Als Detektor dienen schnelle Silizium-Photodioden von Hamamatsu. Jene haben einen aktiven Bereich von  $800 \mu\text{m}$ , auf Grund der Beugung an der Lochblende (Gleichung 16), und sind im roten Spektralbereich am empfindlichsten. Aus diesem Grund wird ein roter Laser als Lichtquelle gewählt, dessen Leistung bei  $1 \text{ mW pro } \text{mm}^2$  liegt.

Da für die Photodiode, in diesem Frequenzbereich bei dem geforderten Verstärkungsfaktor, keine Verstärkerschaltung erhältlich ist, wird jene nach einem von Hamamatsu vorgeschlagenen Schaltplan [17] (Abbildung 13) selbst gefertigt. Die Widerstände haben dabei Genauigkeit von 1 %, die Kondensatoren sind Vielschicht-Keramikkondensatoren ( $0.1 \mu\text{F}$ ) und Aluminium-Elektrolyt-Kondensatoren ( $4.7 \mu\text{F}$ ) und als Spannungsquelle dienen sechs in Serie geschaltete  $1.5 \text{ V}$  (AA) Batterien. Der Widerstand  $R_f$  ( $100 \text{ k}\Omega$ ) wird dabei an den Strom  $I_{sc}$  angepasst, um ein Aussteuern des OPVs zu vermeiden, da sonst die Spannungswerte nicht-linear mit der Intensität zusammenhängen würden und

damit eine Bestimmung der Geschwindigkeit und Größe der Tropfen nicht möglich wäre. Als Operationsverstärker (IC) wird der AD8001ANZ eingesetzt. Besonders zu achten ist auf kurze Verbindungen zwischen den einzelnen Elementen um ein schnelles Auslesen und eine schnelle Verarbeitung des Signales zu erreichen. Die resultierende Schaltung ist in Abbildung 13 dargestellt.



a)



b)

Abbildung 13: Auslesen der Photodiode

a) Schaltplan

b) Praktische Umsetzung

Zur Ausrichtung der Optik relativ zu den Tropfen wird eine einachsige Bühne mit Kreuzrollenlager gewählt. Auf jene wird ein Ringhalter für den Laser, eine Spiegelhalterung für die Photodiode und eine Lochblendenhalterung geschraubt. Auf die Spiegelhalterung wird eine in der Ebene verstellbare Mikropositionierungsbühne angeschraubt auf welcher die Photodiode inklusive Schaltung angebracht wird. Diese ermöglicht die Ausrichtung zum Laser und die Spiegelhalterung dient zur Kompensation von Verkippungen zwischen dem Laser, der Lochblende und der Photodiode. Die Lochblendenhalterung dient zum Fixieren und zur Ausrichtung der Lochblende im Strahlengang. Alle dabei verwendeten Elemente stammen von Edmont optics.

Der optische Versuchsaufbau ist in Abbildung 14 dargestellt.

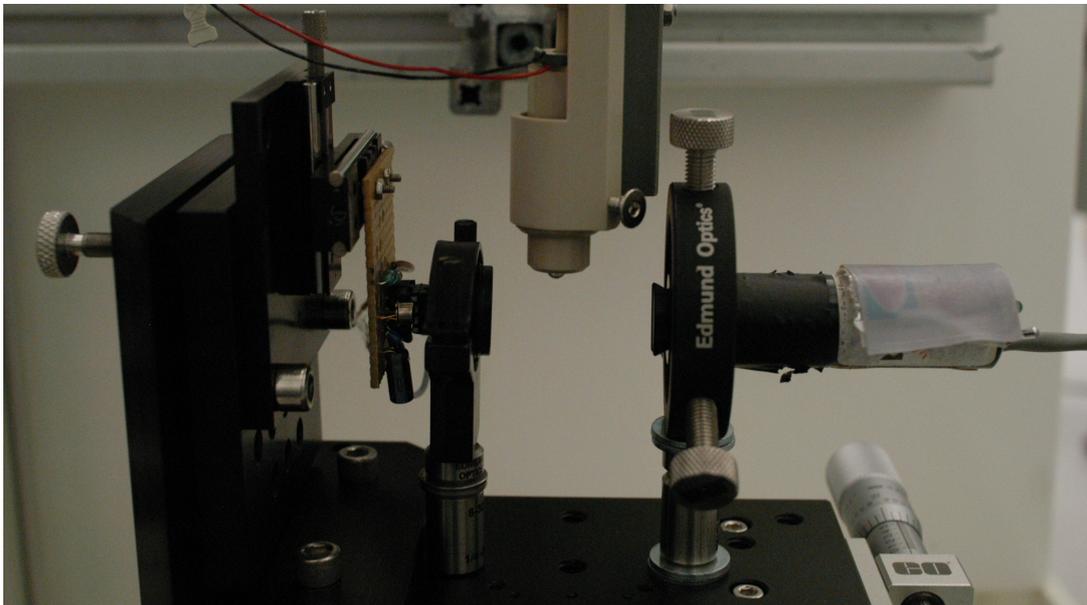


Abbildung 14: Optischer Versuchsaufbau

Um mögliche Einfluss des LED-Blitzes, welcher für die Aufnahme der Bilder eingesetzt wird und ebenfalls im roten Spektralbereich Licht emittiert, zu minimieren wird der optische Aufbau im rechten Winkel zur Kameraachse positioniert. Die Höhe in der das Bild und das Signal aufgenommen werden sollten dabei bestmöglich übereinstimmen. Der Abstand zwischen der Lochblende und dem Tropfenstrahl beträgt etwa 10 mm.

## 4 Messergebnisse und Interpretation

Die im nachfolgenden präsentierten Daten wurden in Matlab ausgewertet. Die zur Darstellung des Frequenzspektrums der Messsignale verwendete Fouriertransformation ist eine Fast-Fourier-Transformation (FFT), welche eine Matlabroutine darstellt. Während immer nur ein kleiner Teil des aufgenommenen Signales dargestellt wird erfolgt die FFT mit dem gesamten aufgenommenen Signal.

### 4.1 Mechanische Messungen

#### 4.1.1 Messergebnisse

Bei der differentiellen Druckmessung werden stets drei Messsignale miteinander verglichen. Das erste Signal ist eine Messung bei der das anregende Piezoelement (Transducer) als auch die Pumpe eingeschaltet sind, jedoch die Tropfen nicht am Piezoelement des Messsystems auftreffen. Dies dient zur Sicherstellung, dass nicht bereits ohne Tropfen eine Einkopplung eines Signales stattfindet. Die Zweite Messung erfolgt bei eingeschalteter Pumpe jedoch ohne aktivem Transducer. Dieses Signal dient als Referenz und repräsentiert unregelmäßige Tropfen. Das Dritte Messsignal entspricht jenem bei eingeschalteter Pumpe und Transducer und somit der Messung von monodispersen Tropfen. Im Idealfall sollte das erste Signal klein im Vergleich zu den anderen beiden sein und ohne bestimmte Frequenz schwanken. Im Vergleich der Signale zwei und drei sollte bei letzterem ein oder mehrere scharfe Peaks im Fourier-Spektrum bei der anregenden Frequenz und Vielfachen davon vorhanden sein, welcher bei Signal Nummer zwei deutlich breiter, nicht so ausgeprägt und in der Nähe der am schnellsten wachsenden Mode oder der Eigenfrequenz der Keramik liegen sollte.

Bei der Messung selbst ist zu beachten, dass die piezoelektrische Keramik relativ nahe an der Düsenöffnung platziert werden sollte und die Tropfen senkrecht auf die Keramik einschlagen. Die Platzierung nahe an der Öffnung hat den Grund, dass die Tropfen nur eine gewisse Wegstrecke stabil sind, danach können sich die einzelnen Tropfen zu größeren zusammenschließen. Ist die Keramik verkippt verringert sich der übertragene Impuls und somit ebenfalls das Signal. Des Weiteren ist zu beachten, dass Flüssigkeitsansammlung am Piezoelement das Signal deutlich dämpfen. Jene müssen daher kontinuierlich entfernt werden. In diesem Fall erfolgte die Ableitung über Papiertücher. Zusätzlich wird

der Transducer mehrfach mit Alufolie umwickelt um eine Einkoppelung der elektromagnetischen Wellen in die piezoelektrische Keramik des Messsystems zu unterbinden. Wie bereits erwähnt werden alle Signale mit 32 dB verstärkt, zu jedem Signal zusätzlich ein Bild mittels teleskopischer Photographie erstellt und das Fourier-Spektrum dargestellt.

In den nachfolgenden zwei Abbildungen 16 und 17 sind zwei beispielhafte Messsignale, deren Fourier-Spektren und davor deren Bilder der Tropfen (Abbildung 15) dargestellt. Aufgenommen werden diese Signale mit dem Piezoelement mit der Bezeichnung PRYY-0840 CEP 3867 für eine 20  $\mu\text{m}$  Düsenöffnung, einen Druck von 25 bar und bei Tropfenraten von 670 kHz und 1000 kHz.

Es ist klar zu erkennen, dass das Messsignal bei 670 kHz eine deutlich höhere Amplitude besitzt und wesentlich gleichmäßiger ist als alle anderen Referenzsignale. Dies geht auch klar aus dem schmaleren und viel höheren Peak im Fourierspektrum hervor. Daher stellt dieses Signal genau den zuvor beschriebenen Idealfall dar, welcher eine eindeutige Interpretation des Messergebnisses zulässt. Da die Keramik aber in der Nähe der Eigenfrequenz periodisch angeregt wird kommt es zu einer Schwingung jener und nicht zu den erwarteten gepulsten Verformungen durch die einzelnen Tropfen. Dies macht eine Bestimmung des Impulses und damit der Kombination aus Tropfengröße und -geschwindigkeit im Zuge dieser Arbeit unmöglich.

Bei der zweiten Messung bei 1000 kHz ist weder die Amplitude noch die Periode des Spannungssignals zeitlich konstant und daher ist auch im Fourierspektrum lediglich ein kleiner Peak bei 1000 kHz zu erkennen, welcher aber deutlich vom breiteren Peak in der Nähe der Längenresonanz überlagert wird. Hier ist kaum eine Aussage über die Tropfen möglich.

Um eine Abschätzung für den nutzbaren Frequenzbereichs des Piezoelementes zu bekommen ist in der nachfolgende Abbildung 18 der Mittelwert des Betrages der Spannung und der Fourierkoeffizient der jeweiligen anregenden Frequenz für den Bereich von 400-1000 kHz aufgetragen. Dargestellt in der Abbildung ist neben dem Peak der jeweiligen Frequenz auch der höchste Peak im gesamten Fourierraum und der höchste Peak im Fourierspektrum und der zugehörige Mittelwert des Betrages der Spannung, wenn die Tropfen nicht zur periodischen Bildung angeregt werden. Es wird das selbe Piezoelement, die selbe Düse und der selbe Druck für die Messungen verwendet. Es ist in beiden Graphen deutlich zu erkennen, dass eine Anregung der piezoelektrischen Keramik nur mit Tropfenraten unmittelbar in der Nähe der Eigenfrequenz der Keramik, dies

zeigt der Vergleich mit dem Impedanzspektrum (Abbildung 21), gut funktioniert. Dies erkennt man auch daran, dass der Peak bei 670 kHz auch bei Tropfen ausgeprägt ist welche sich ohne Transducer, und daher ohne regelmäßige Abstände und Größe, bilden (siehe Abbildung 17).

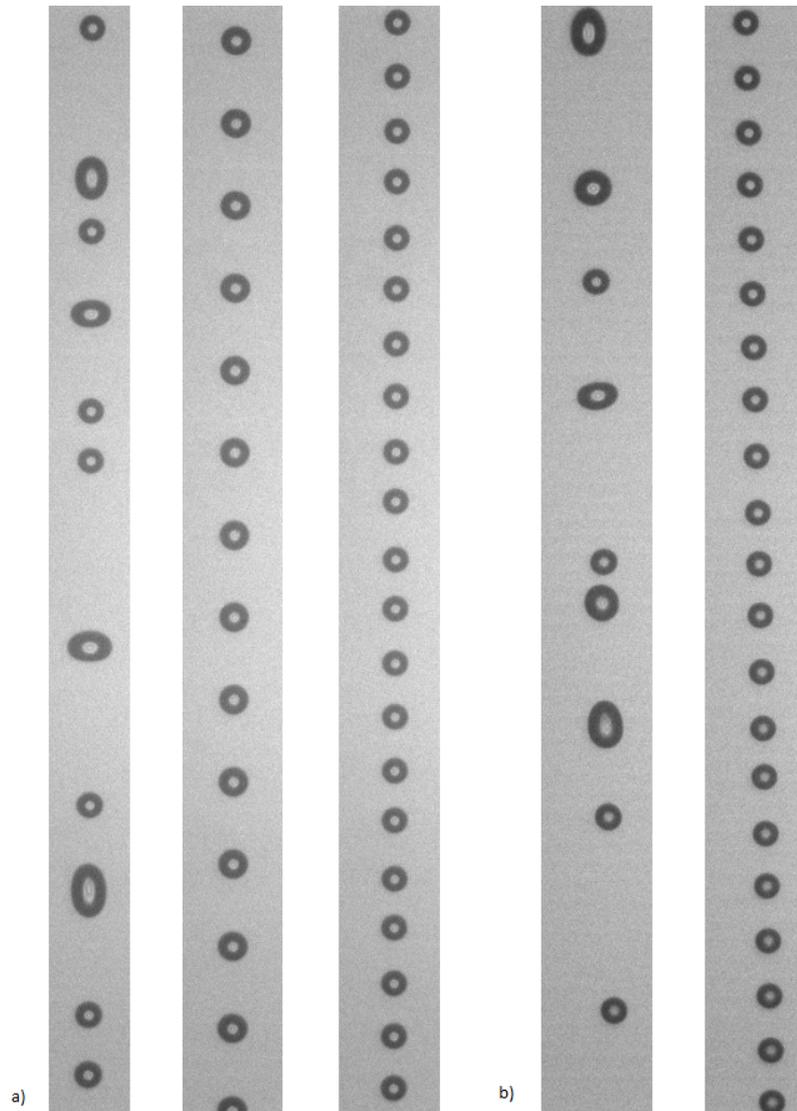


Abbildung 15: Bilder der Tropfen:

20  $\mu\text{m}$  Düse, 25 bar und 0 kHz / 670 kHz / 1000 kHz (a) von links)

20  $\mu\text{m}$  Düse, 30 bar und 0 kHz / 1100 kHz (b) von links)

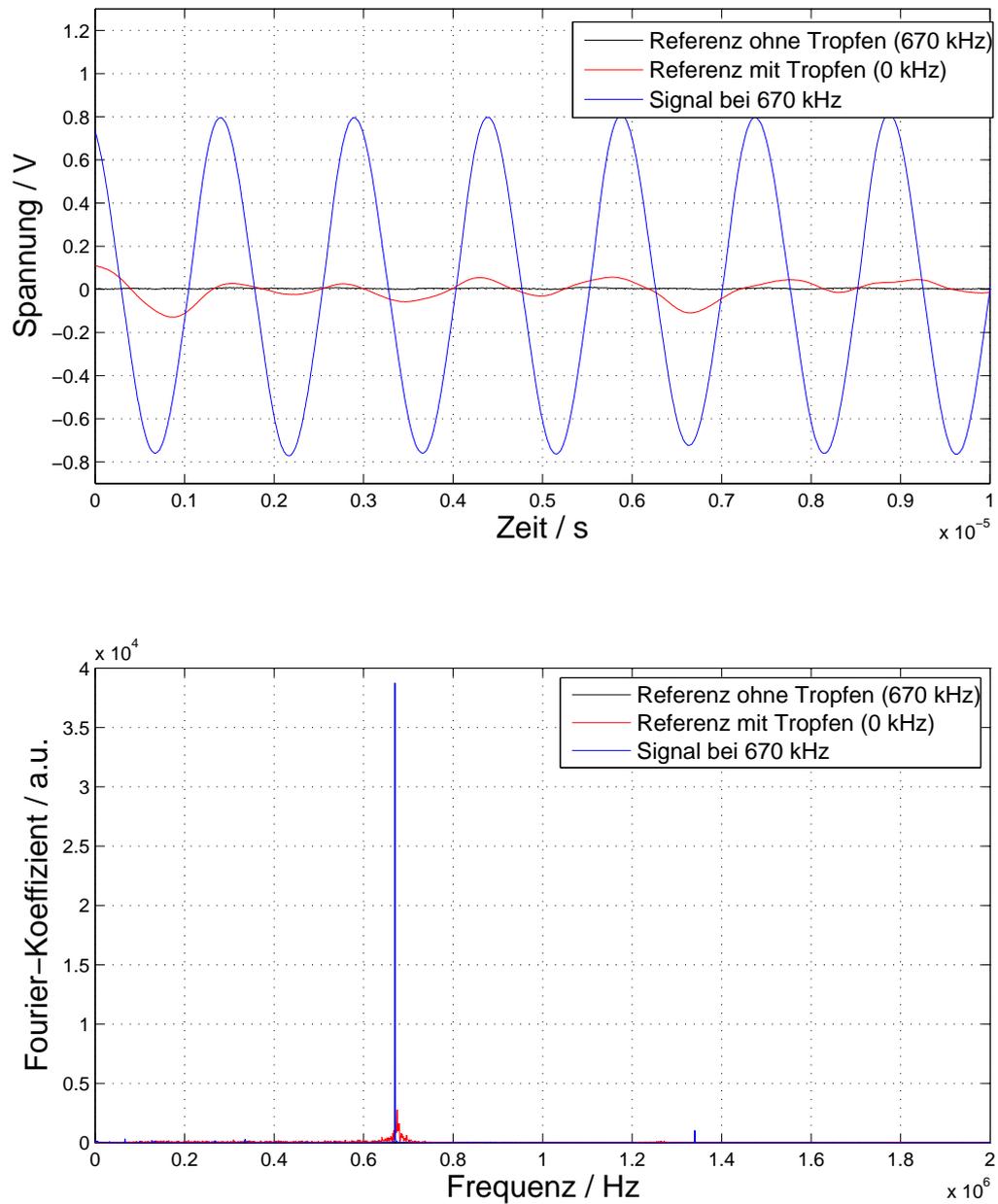


Abbildung 16: Erhaltenes Spannungssignal und Fourierspektrum für das Piezoelement PRYY-0840 CEP 3867 bei einer Tropfenrate von 670 kHz (20  $\mu\text{m}$  Düse, 25 bar)

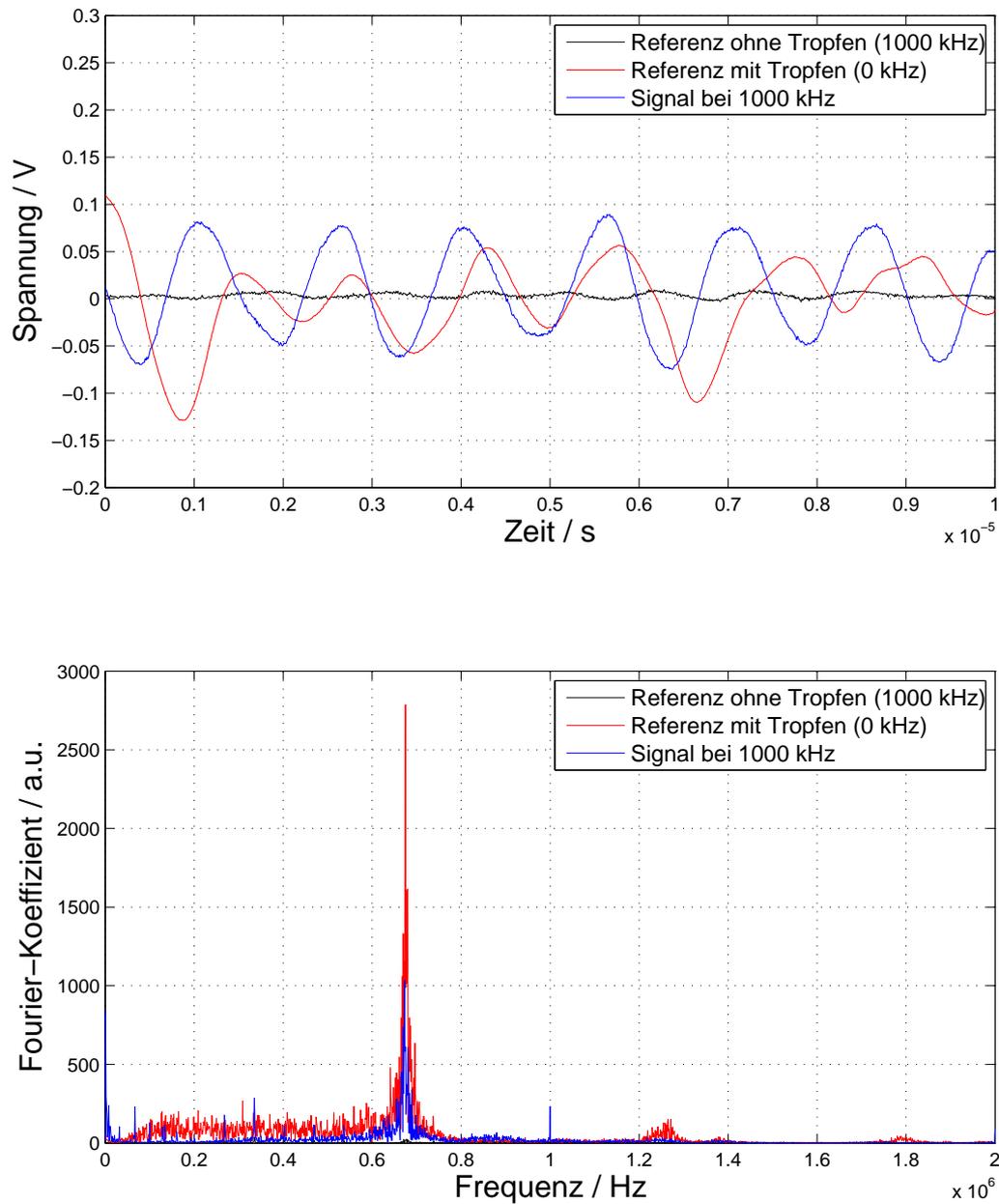


Abbildung 17: Erhaltenes Spannungssignal und Fourierspektrum für das Piezoelement PRYY-0840 CEP 3867 bei einer Tropfenrate von 1000 kHz (20  $\mu\text{m}$  Düse, 25 bar)

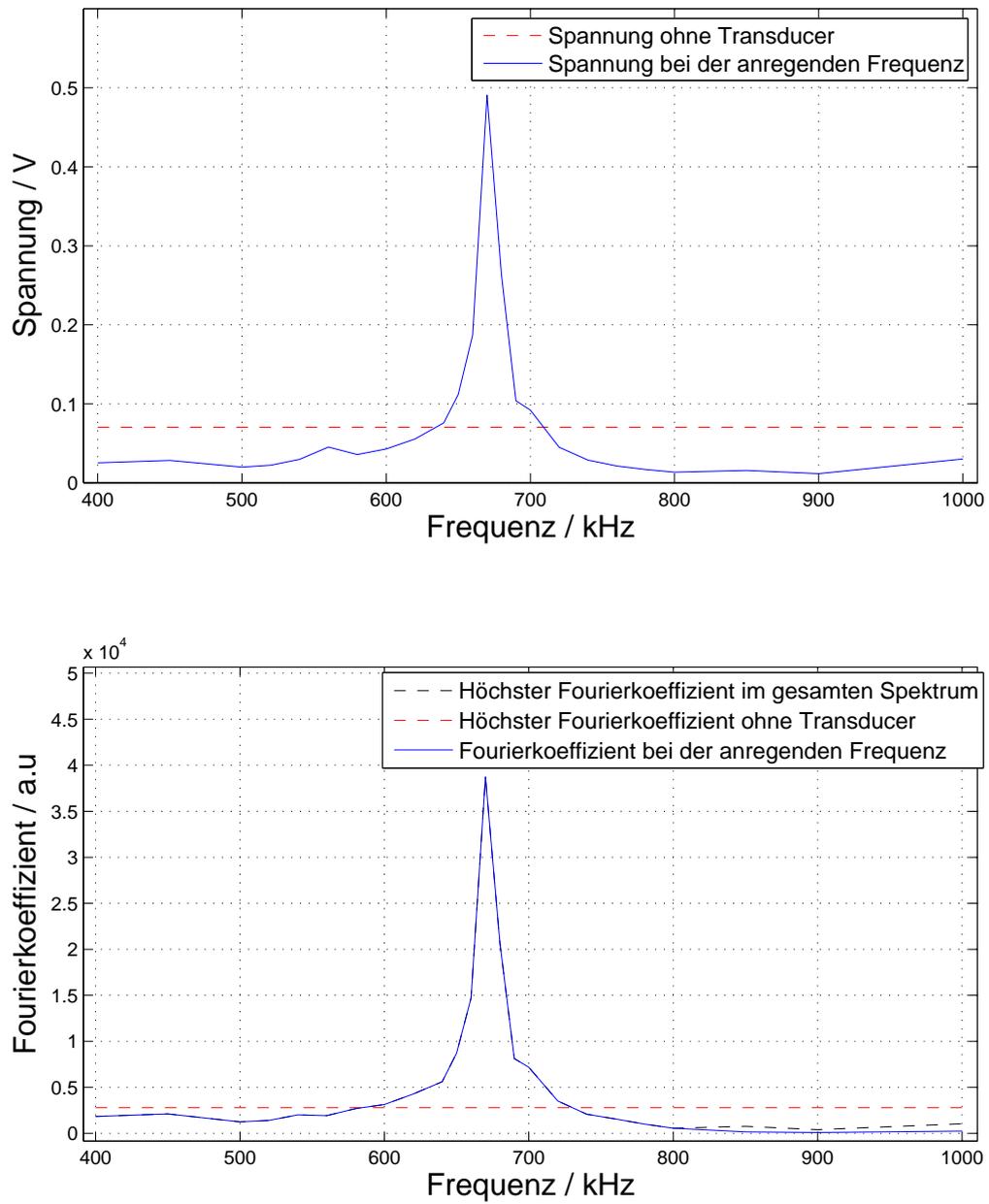


Abbildung 18: Erhaltene Spannungsamplitude und Fourierkoeffizienten der anregenden Frequenz für das Piezoelement PRYY-0840 CEP 3867 bei Tropfenraten im Bereich von 400 kHz bis 1000 kHz (20  $\mu\text{m}$  Düse, 25 bar)

In der Abbildungen 19 ist ein beispielhaftes Messsignal und dessen Fourier-Spektren für die Anregung der Dickenresonanz, dies folgt aus dem Impedanzspektrum (Abbildung 22), der piezoelektrischen Keramik dargestellt. Das Bild der Tropfen ist in Abbildung 15 zu sehen. Aufgenommen wird dieses Signal mit dem Piezoelement mit der Bezeichnung PRYY+0372 CEP 52655 für eine 20  $\mu\text{m}$  Düsenöffnung, einen Druck von 30 bar und bei einer Tropfenrate von 1100 kHz.

Hier nimmt zwar der Betrag der Spannung nicht zu, jedoch wird das Signal gleichmäßiger und folgt sichtlich einer anderen Periode. Letzteres wird vor allem im Fourierspektrum deutlich. Auffällig ist dabei auch, dass im Vergleich zu Abbildung 16, bei Anregung der Dickenresonanz, die Fourierkoeffizienten für die Eigenfrequenzen in der Ebene der Keramik fast gänzlich verschwinden. Dies ist wohl eine Folge daraus, dass die am schnellsten wachsende Mode ohne anregende Frequenz in der Nähe der Resonanzfrequenzen in der Ebene liegt. Wie in Abbildung 15 zu sehen ist sind die Tropfen ohne anregende Frequenz deutlich größer und haben damit einen höheren Impuls und Abstand zueinander der zu einer höheren Spannungsamplitude führen sollte. Da jene aber unregelmäßig auf die Keramik auftreffen, während das Signal bei 1100 kHz resonant angeregt wird, haben beide Spannungssignale eine ähnliche Amplitude. Auch hier ist eine Bestimmung des Impulses im Zuge dieser Arbeit nicht möglich.

Um auch hier eine Abschätzung für den nutzbaren Frequenzbereichs des Piezoelementes zu bekommen ist in der nachfolgende Abbildung 20 analog zu vorher der Mittelwert des Betrages der Spannung und der Fourierkoeffizient der jeweiligen anregenden Frequenz für den Bereich von 900-1300 kHz aufgetragen. Dargestellt in der Abbildung ist neben dem Peak der jeweiligen Frequenz auch der höchste Peak im gesamten Fourierraum und der höchste Peak im Fourierspektrum und der zugehörige Mittelwert des Betrages der Spannung, wenn die Tropfen nicht zur periodischen Bildung angeregt werden. Es wird das selbe Piezoelement, die selbe Düse und der selbe Druck für die Messungen verwendet. Auch hier ist in beiden Graphen deutlich zu erkennen, dass eine Anregung der piezoelektrischen Keramik nur mit Tropfenraten unmittelbar in der Nähe der Eigenfrequenz der Keramik, dies zeigt der Vergleich mit dem Impedanzspektrum (Abbildung 22), gut funktioniert. Klar zu erkennen, im Vergleich mit Abbildung 18, ist, dass die Amplitude der monodispersen Tropfen um die Resonanzfrequenz zwar im Vergleich zu zufälligen Tropfen nicht zunimmt, aber durch die Verschiebung des größten Peaks im Fourierraum (siehe Abbildung 19) dennoch eine eindeutige Aussage über die Tropfenbildung erfolgen kann.

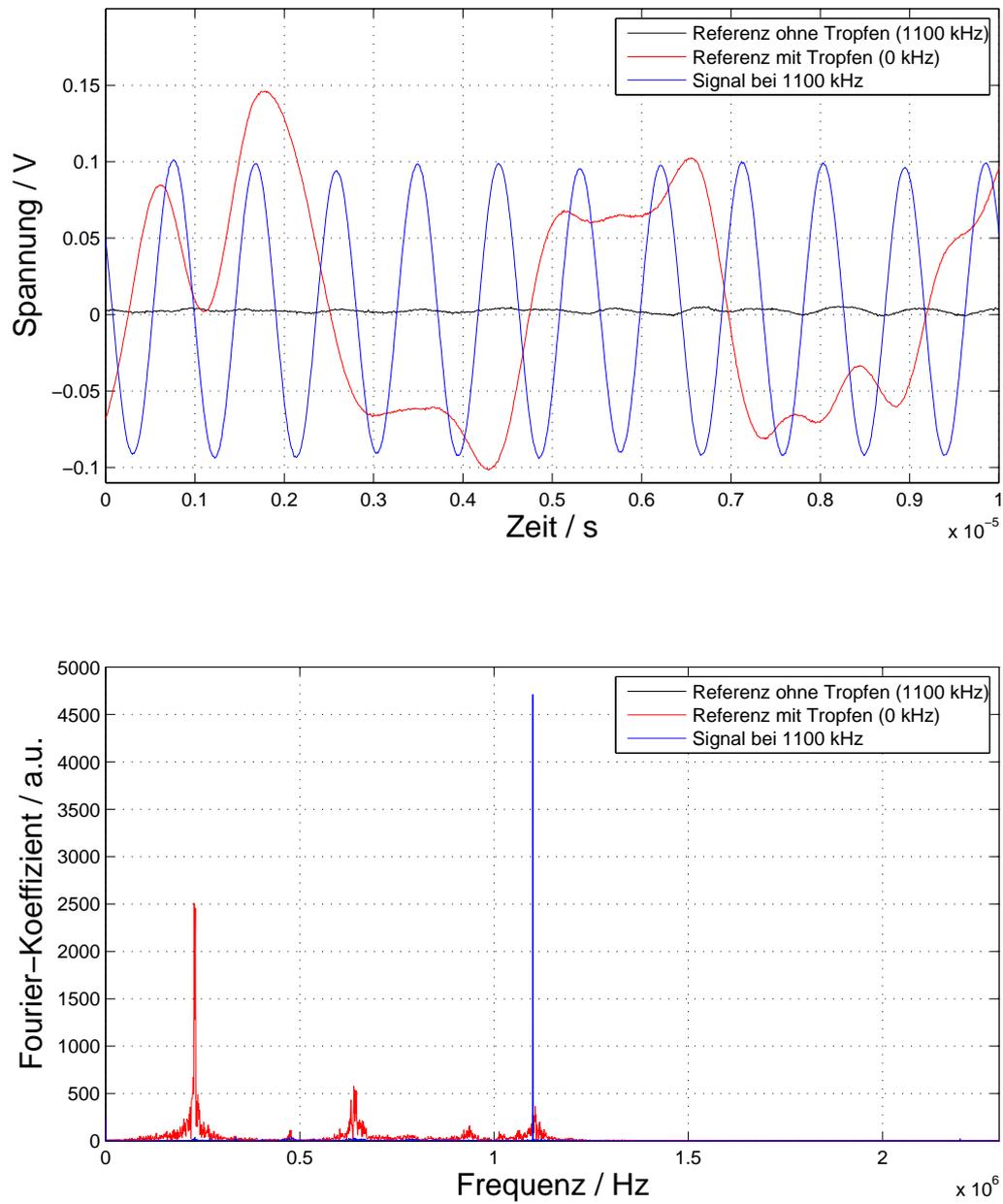


Abbildung 19: Erhaltenes Spannungssignal und Fourierspektrum für das Piezoelement PRYY+0372 CEP 52655 bei einer Tropfenrate von 1100 kHz (20  $\mu\text{m}$  Düse, 30 bar)

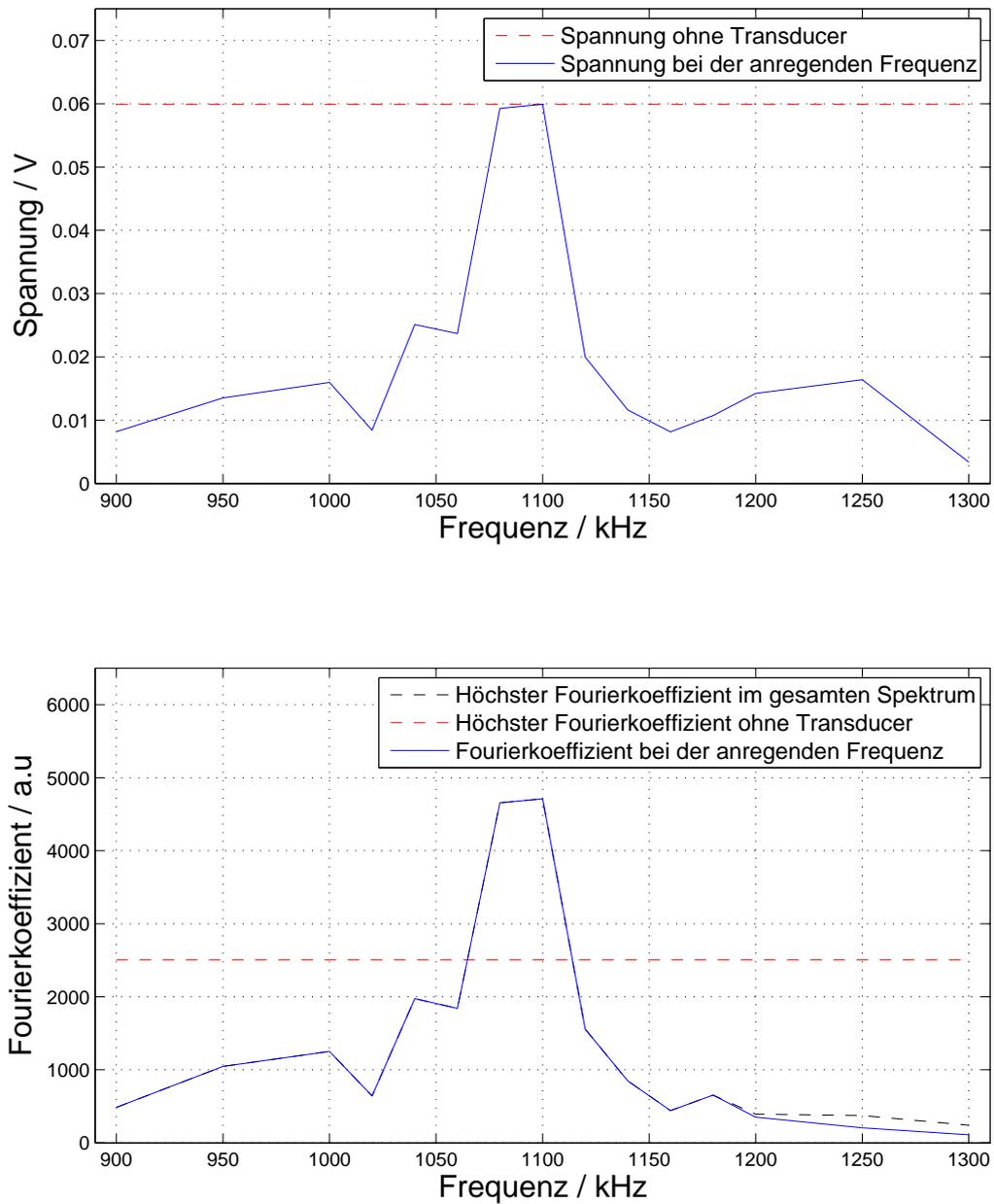


Abbildung 20: Erhaltene Spannungsamplitude und Fourierkoeffizienten der anregenden Frequenz für das Piezoelement PRYY+0372 CEP 52655 bei Tropfenraten im Bereich von 900 kHz bis 1300 kHz (20  $\mu\text{m}$  Düse, 30 bar)

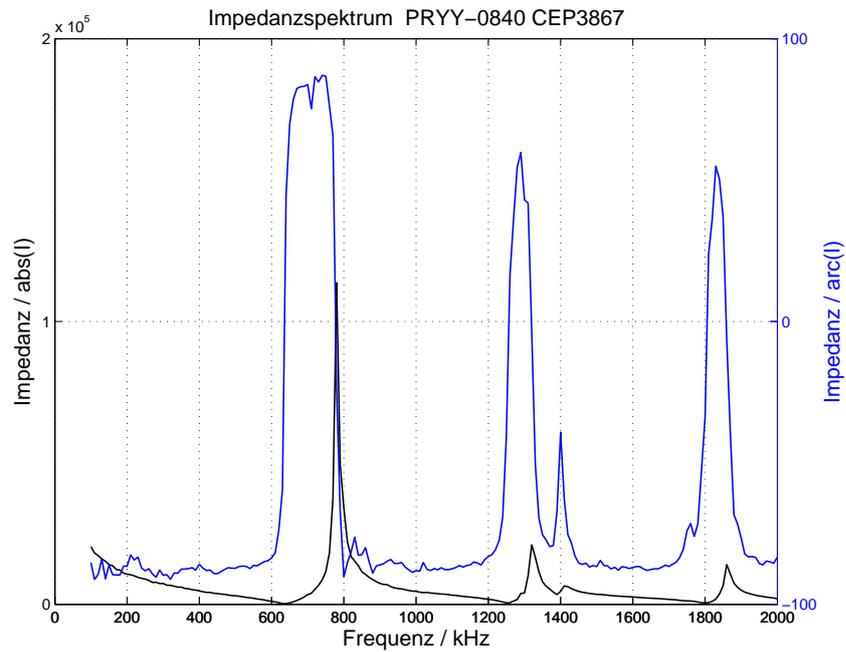


Abbildung 21: Impedanzspektrum der piezoelektrischen Keramik PRYY-0840 CEP 3867

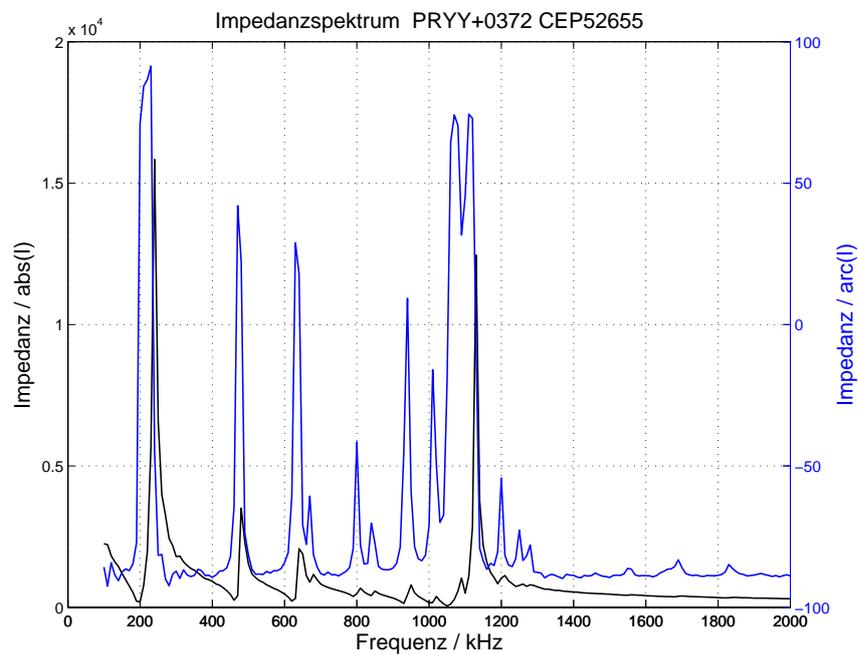


Abbildung 22: Impedanzspektrum der piezoelektrischen Keramik PRYY+0372 CEP 52655

### 4.1.2 Interpretation

Aus all den gezeigten Abbildungen geht deutlich hervor, dass der Einschlag der Tropfen auf der piezoelektrischen Keramik, über deren Polarisierung, eine messbare Potentialdifferenz erzeugt. Die Tropfen regen jene jedoch durch die kurzen periodischen Impulsüberträge zum Ausführen einer Schwingung an, wenn die Tropfenrate in der Nähe einer Eigenfrequenz der piezoelektrischen Keramik ist. Durch die Schwingung sind jedoch keine einzelnen Druckpulse zu erkennen, weshalb im Zuge dieser Arbeit lediglich die Tropfenrate von monodispersen Tropfen in bestimmten Bereichen ermittelt werden kann, jedoch keine Aussage über den Impuls der Tropfen möglich ist. Jene Bereiche sind unmittelbar um die Eigenfrequenzen der piezoelektrischen Keramik angesiedelt (Abbildung 18 und 20) und dadurch zu erkennen, dass die Amplitude der Spannung teilweise zunimmt, die Schwingung deutlich gleichmäßiger erfolgt und im Fourierspektrum ein scharfer Peak bei der Tropfenrate zu erkennen ist und nicht ein deutlich breiterer um die Eigenfrequenz der piezoelektrischen Keramik.

Die Funktionsweise der Düse kann daher eindeutig bestimmt werden, wenn die Tropfenrate in der Nähe einer Eigenfrequenz der piezoelektrischen Keramik, wie dies beispielsweise in Abbildung 19 zu sehen ist, ist. Hier kann die Eigenfrequenz der piezoelektrischen Keramik durch Änderung der Abmessungen auch relativ einfach an die Tropfenrate angepasst werden. Der Nachteil dieser mechanischen Methode, zumindest mit diesem Aufbau und Elementen, ist jedoch, dass keine Information über den Impuls der Tropfen und damit über deren Größe und Geschwindigkeit jener gewonnen werden kann. Um diese Größe zu bestimmen müsste die Tropfenrate weit von den Eigenfrequenzen der piezoelektrischen Keramik entfernt sein um störende Oszillationen zu vermeiden. Dies war hier jedoch nicht möglich, da die Sensitivität in diesen Bereich zu gering ist um ein auswertbares Messsignal zu erhalten.

## 4.2 Optische Messungen

Die optisch gemessene Intensität wird immer relativ dargestellt. Der Wert 1 entspricht dabei der gemessenen Spannung bei eingeschaltetem Laser und ohne Tropfen und der Wert 0 entspricht der gemessenen Spannung bei ausgeschaltetem Laser und ohne Tropfen.

### Vormessungen

Es werden zwei Vormessungen durchgeführt. Bei der ersten wird die optische Schaltung auf deren Reaktionsgeschwindigkeit mit Hilfe eines optischen Coppers untersucht und bei der zweiten wird ein Tropfen im Millimeterbereich vermessen um das Messprinzip und die Simulation zu prüfen.

Da die Änderungsrate der Spannung das maximal auflösbare Signal bestimmt, wird ein optischer Copper eingesetzt um jene abzuschätzen. Die maximale Frequenz des Coppers liegt bei 10 kHz. Im gemessenen Abstand vom Zentrum entspricht dies etwa einer Geschwindigkeit des Coppers von  $30 \text{ ms}^{-1}$ . Das gemessene und theoretische Signal sind in Abbildung 23 dargestellt.

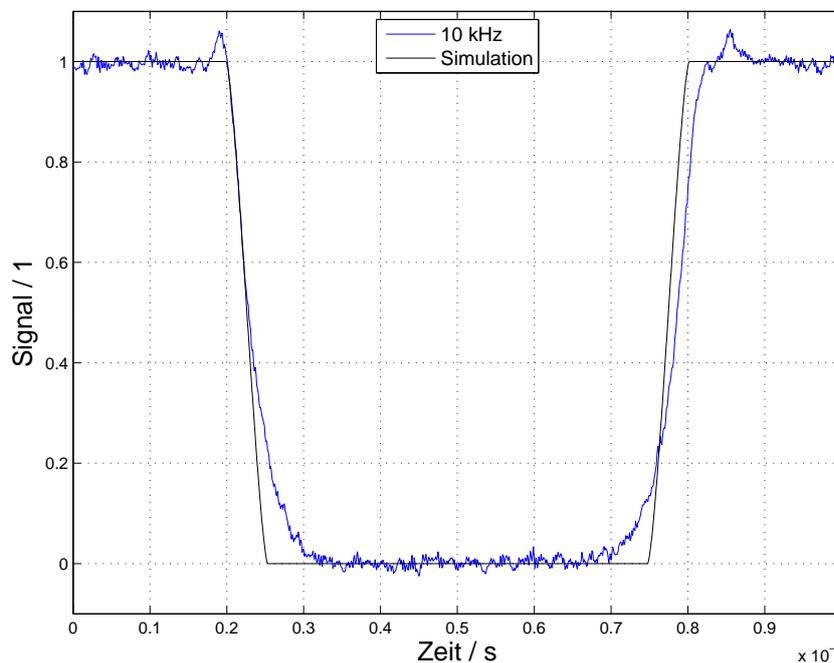


Abbildung 23: Intensitätsverlauf bei Unterbrechungen mittels eines optischen Coppers bei 10 kHz ( $\sim 30 \text{ ms}^{-1}$ )

Auffällig sind vor allem, dass die Änderungen des gemessenen Signales im Vergleich zu einem idealen System geringfügig abgeflacht sind und das Signal daher auch leicht verbreitert ist und dass je geringer die Lichtintensität auf der Photodiode ist umso kleiner ist auch die Änderungsrate der Spannung. Diese nichtlineare Änderung würde sich bei großen und schnellen Signaländerungen negativ auf die zeitliche Auflösung und die Amplitude des Signales, falls der abfallende Signalteil direkt oder nach kurzer Zeit in den ansteigenden Signalanteil übergeht, auswirken. Zusätzlich ist eine leichte Asymmetrie zu erkennen, da der Signalanstieg ein geringfügig längere Zeitspanne benötigt als der Abfall.

Zur Erzeugung des Tropfens im Millimeterbereich wird die Flussrate der Spritzenpumpe so gering gewählt, dass sich an der Öffnung der Düse langsam ein Tropfen ausbildet, welcher dort wächst bis die Gravitation die Adhäsion überwiegt und dadurch der Tropfen fällt. Abbildung 24 zeigt das Messsignal für den vermessenen Tropfen. Dessen Geschwindigkeit kann aus der Zeit des abfallenden Signales und dessen Durchmesser aus der Geschwindigkeit und der Zeit zwischen ansteigenden und abfallenden Signal abgeschätzt werden. Da das Signal in  $600 \pm 100 \mu s$  abfällt und der dabei zurückgelegte Weg dem Durchmesser der Lochblende ( $200 \pm 5 \mu m$ ) entspricht ergibt sich eine Geschwindigkeit von  $0.33 \pm 0.06 \text{ ms}^{-1}$  (entspricht etwa dem freien Fall aus  $5 \text{ mm}$  Höhe). Die Zeitspanne zwischen abfallenden und ansteigenden Signal beträgt  $13.5 \pm 0.1 \text{ ms}$  und daher ergibt sich in Kombination mit der ermittelten Geschwindigkeit ein Durchmesser von  $4.5 \pm 0.8 \text{ mm}$  für den Tropfen. Diese beiden Größen sind auch die Parameter, welche für die Simulation verwendet werden.

In der Abbildung ist deutlich zu erkennen, dass nur im Bereich des Zentrums des Tropfens eine gewisse Intensität den Detektor erreicht und in den anderen Tropfenbereichen die Intensität praktisch auf 0 abfällt. Dies kann über die Krümmung der Oberfläche des Tropfen und die geringe Absorption erklärt werden. Der Tropfen hat dabei auf das Parallelstrahlenbündel einen ähnlichen Einfluss, wie eine Sammellinse. Da die Photodiode weit hinter dem Brennpunkt angebracht ist, ist kaum noch Intensität, welche quadratisch mit zunehmenden Abstand abnimmt, in diesem Bereich vorhanden. Daher gelangen nur Strahlen in der Nähe des Tropfenzentrums auf den Detektor. Die Abweichungen von Simulation und Messung im Bereich des Zentrums kommen daher, dass der Tropfen auf Grund der Gravitation keine Kugel sondern ein in die Länge gezogenes Ellipsoid darstellt und die leichte Asymmetrie des Messsignales kommt daher, dass der Tropfen sich nicht mit konstanter Geschwindigkeit bewegt sondern von der Gravitation beschleunigt wird.

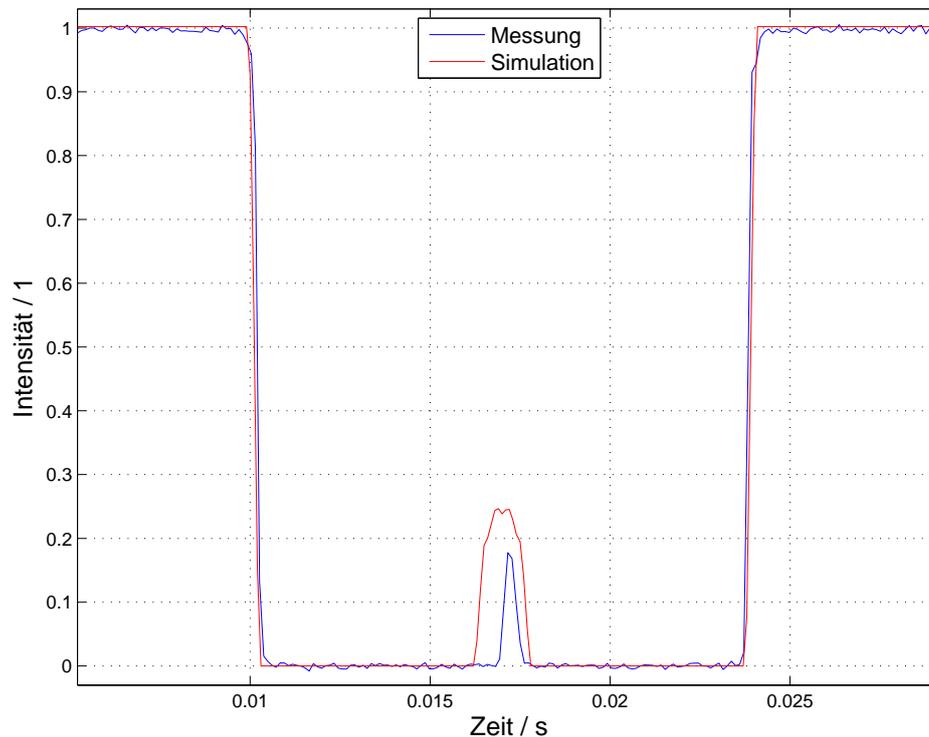


Abbildung 24: Intensität am Detektor für einen Tropfen mit  $4.5 \pm 0.8 \text{ mm}$  Durchmesser und einer Geschwindigkeit von  $0.33 \pm 0.06 \text{ ms}^{-1}$

Da die erzeugten Tropfen mit Durchmessern im Mikrometerbereich kaum eine Abweichung von der Kugelform zeigen und die Beschleunigung durch die Gravitation kaum eine Rolle spielen sollte ist auf Grund der Oberflächenkrümmung eine symmetrische Signaländerung durch die Tropfen zu erwarten, welche das Verhältnis der Querschnittsfläche des Tropfens und der Lochblende widerspiegelt.

#### 4.2.1 Messergebnisse

Da einerseits die Änderungsraten der Schaltung und andererseits die Lichtleistung des Lasers die beiden limitierenden Faktoren darstellen werden die Messungen mit einer  $30 \mu\text{m}$  großen Düsenöffnung durchgeführt. Mit jener können die größten und langsamsten Tropfen erzeugt und daher die genauesten Messungen durchgeführt werden. Als Lochblende dient jene mit  $200 \mu\text{m}$  Durchmesser, da Tropfen zwischen  $40 \mu\text{m}$  und  $150 \mu\text{m}$

realisierbar sind und ein zu großes Aussteuern des Messbereiches, wie zuvor gezeigt, vermieden werden sollte.

Wie zuvor beim großen Wassertropfen ist auch hier im Idealfall eine Bestimmung der Geschwindigkeit und des Durchmessers des Tropfens möglich. Da hier die Tropfen kleiner als die Lochblende sind wird der Durchmesser über die Intensitätsänderung bestimmt. Die Bestimmung der Geschwindigkeit erfolgt dann über den Tropfendurchmesser und die Dauer des Signalabfalles. Hier ist eine Bestimmung dieser beiden Größen jedoch nur dann möglich, wenn sich nie mehr als ein Tropfen im Detektionsbereich befindet, da das Signal sonst eine Überlagerung mehrerer Signale darstellt.

In den nachfolgenden vier Abbildungen 26, 27, 28 und 29 sind vier Messsignale und deren Fouriertransformierte dargestellt. Bei den ersten drei Abbildungen, welche monodisperse Tropfen repräsentieren, sind zusätzlich noch die Ergebnisse der Simulationen eingezeichnet. Das Fourierspektrum der Simulation ist dabei aus Gründen der Anschaulichkeit um  $1/100$  der maximal abgebildeten Frequenz in Richtung jener verschoben. Zur Messung in Abbildung 29 gibt es keine Simulation da bei dieser Messung keine Anregung von außen erfolgt und sich daher keine monodispersen Tropfen ausbilden.

Die erste Messung (Abbildung 26) wird beim minimalen Durchfluss ( $0.275 \text{ mL/min}$ ), welcher zur Ausbildung eines Flüssigkeitszylinders, und bei der minimalen Frequenz ( $3 \text{ kHz}$ ), welche zur Ausbildung monodisperser Tropfen, führt aufgenommen. Die zweite (Abbildung 27) erfolgt bei einem Durchfluss von  $1.4 \text{ mL/min}$  und einer Frequenz von  $60 \text{ kHz}$ . Bei diesen beiden Aufnahmen ist stets nur ein oder kein Tropfen im Detektionsbereich. Bei Messung Nummer drei (Abbildung 28) (Durchfluss:  $2.8 \text{ mL/min}$ , Frequenz:  $500 \text{ kHz}$ ) befinden sich hingegen stets ein oder zwei Tropfen im Detektionsbereich. Die letzte Messung (Referenzmessung, Abbildung 29) stellt das Signal bei einem Durchfluss von  $1.4 \text{ mL/min}$  und ohne anregende Frequenz dar. Die Bilder der resultierenden Tropfen sind in Abbildung 25 ersichtlich.

Wie bereits bei der mechanischen Messung ist auch hier im Fourierspektrum deutlich zu erkennen, dass die Tropfen in den ersten drei Abbildungen einer wohldefinierten Periode folgen. Dies wird vorallem im Vergleich mit Abbildung 29 klar. Da hier jedoch bei den ersten beiden einzelne Spannungspulse zu sehen sind und nicht eine Schwingung sind auch die Vielfachen der Tropfenfrequenz ausgeprägt, wobei klarerweise der Anteil der Vielfachen mit der Breite des Peaks abnimmt. Des Weiteren ist eine gute Übereinstimmung mit den Simulationen zu erkennen. Lediglich ein kleines Vor- und Nachschwingen und ein langsamerer Signalanstieg, welcher zu einer leichten Verbreiterung des Signales führt,

sind als Unterschiede zu beobachten. Die Ursache für den langsameren Anstieg im Vergleich zum Abfall ist auf die Elektronik zurückzuführen (wie mit dem optischen Copper gezeigt wurde), denn es sollte sich um ein symmetrisches Problem und daher um einen symmetrischen Peak handeln. Auf Grund der Abweichung des Anstieges von der Theorie wird in weiterer Folge auch der Abfall des Signales zur Bestimmung der Geschwindigkeit der Tropfen benutzt.

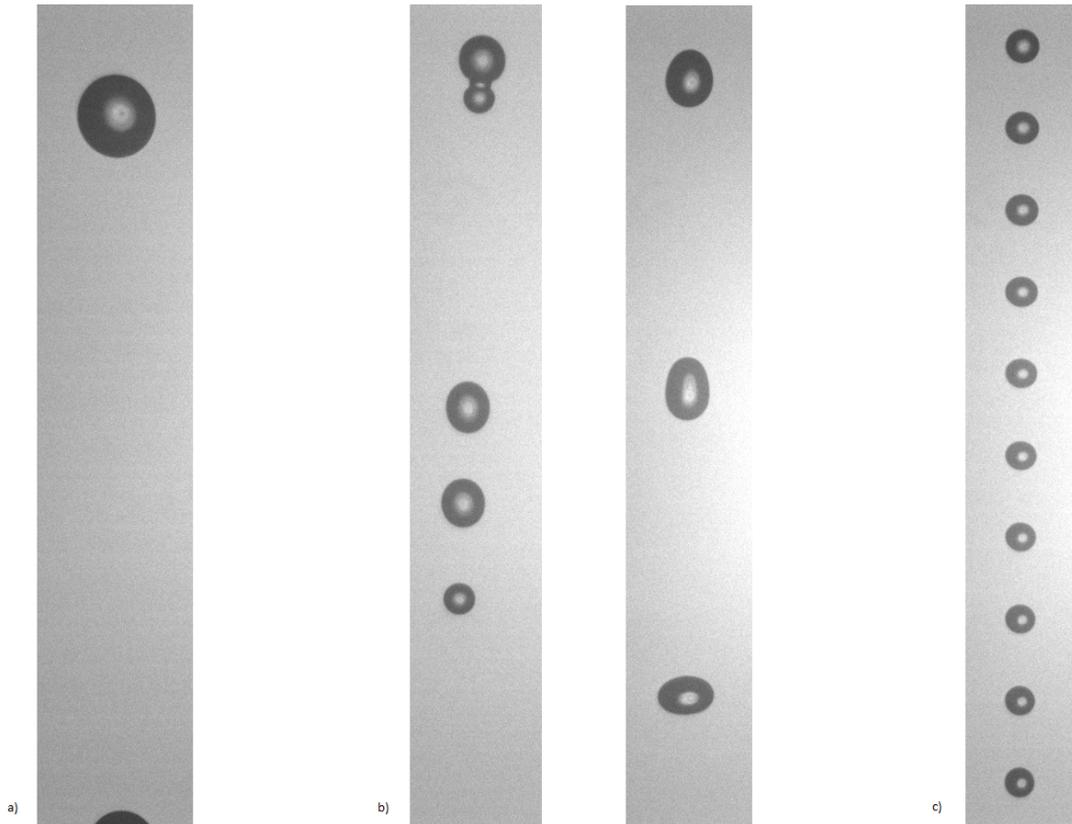


Abbildung 25: Bilder der Tropfen

30  $\mu\text{m}$  Düse, 0.5 bar und 3 kHz (a, links)

30  $\mu\text{m}$  Düse, 7 bar und 0/60 kHz (b, mitte)

30  $\mu\text{m}$  Düse, 25 bar und 500 kHz (c, rechts)

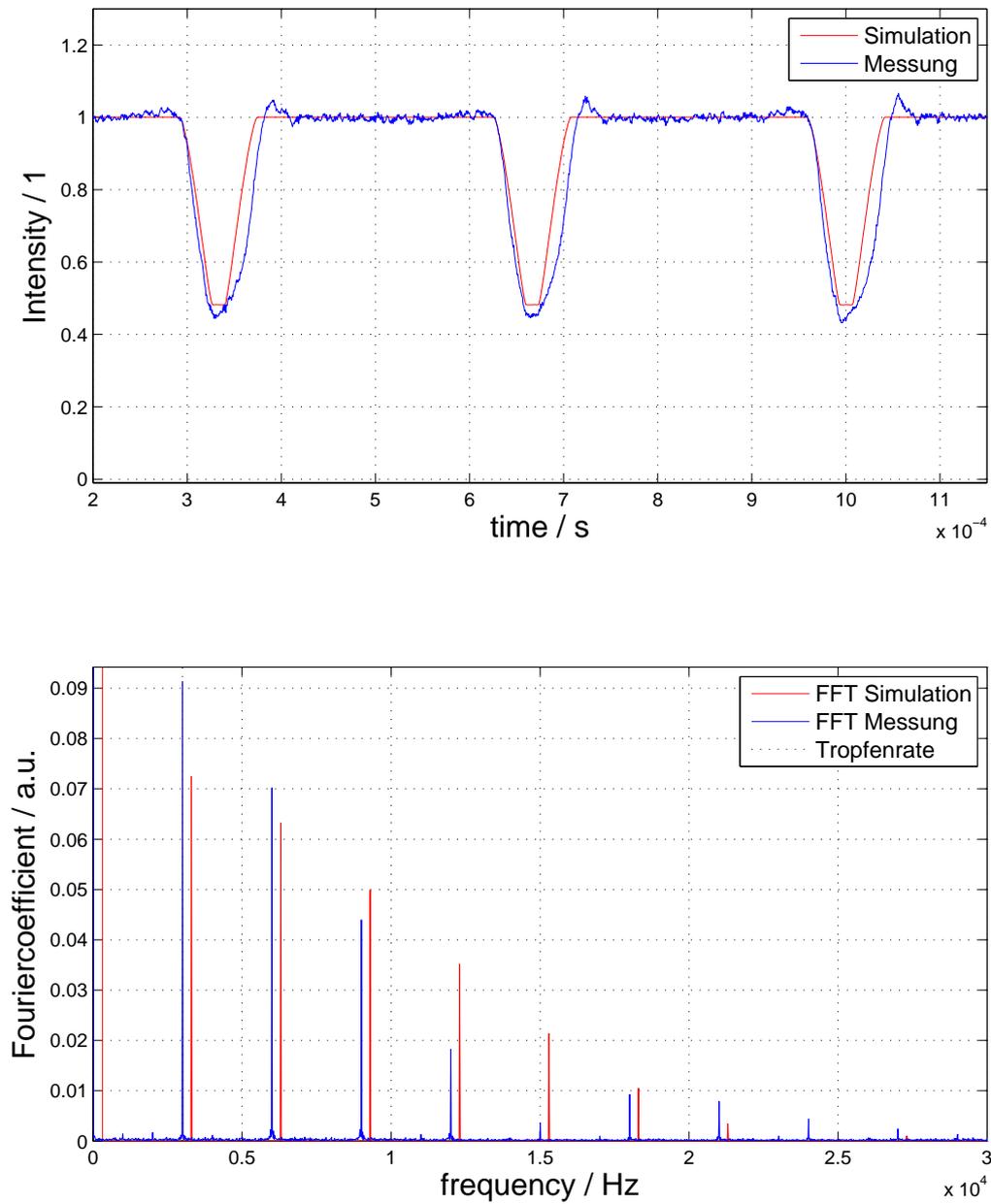


Abbildung 26: Intensitätssignal und Fourierpektrum bei einer Tropfenrate von 3 kHz (30  $\mu\text{m}$  Düse, 0.5 bar)

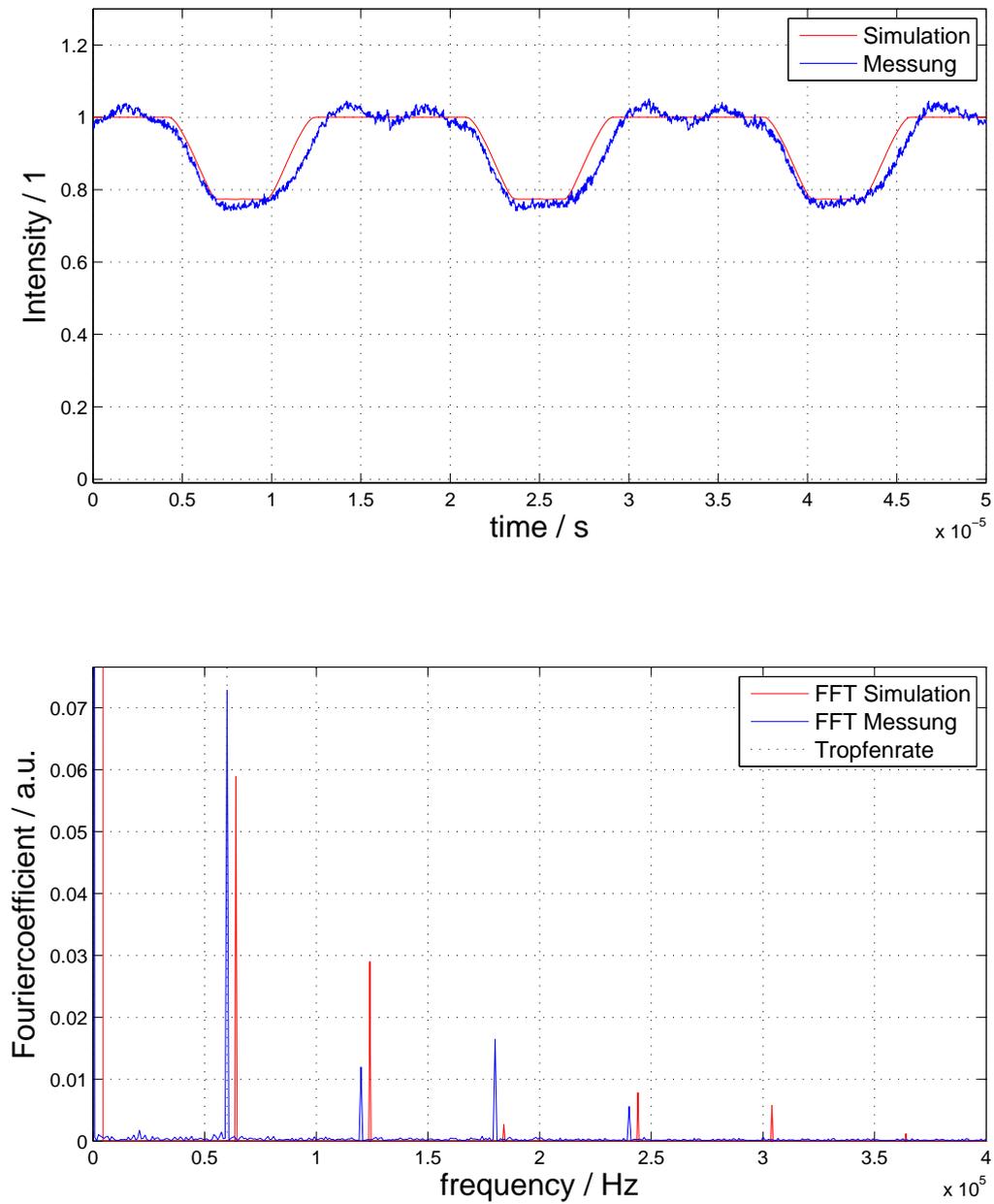


Abbildung 27: Intensitätssignal und Fourierspektrum bei einer Topfenrate von 60 kHz (30  $\mu\text{m}$  Düse, 7 bar)

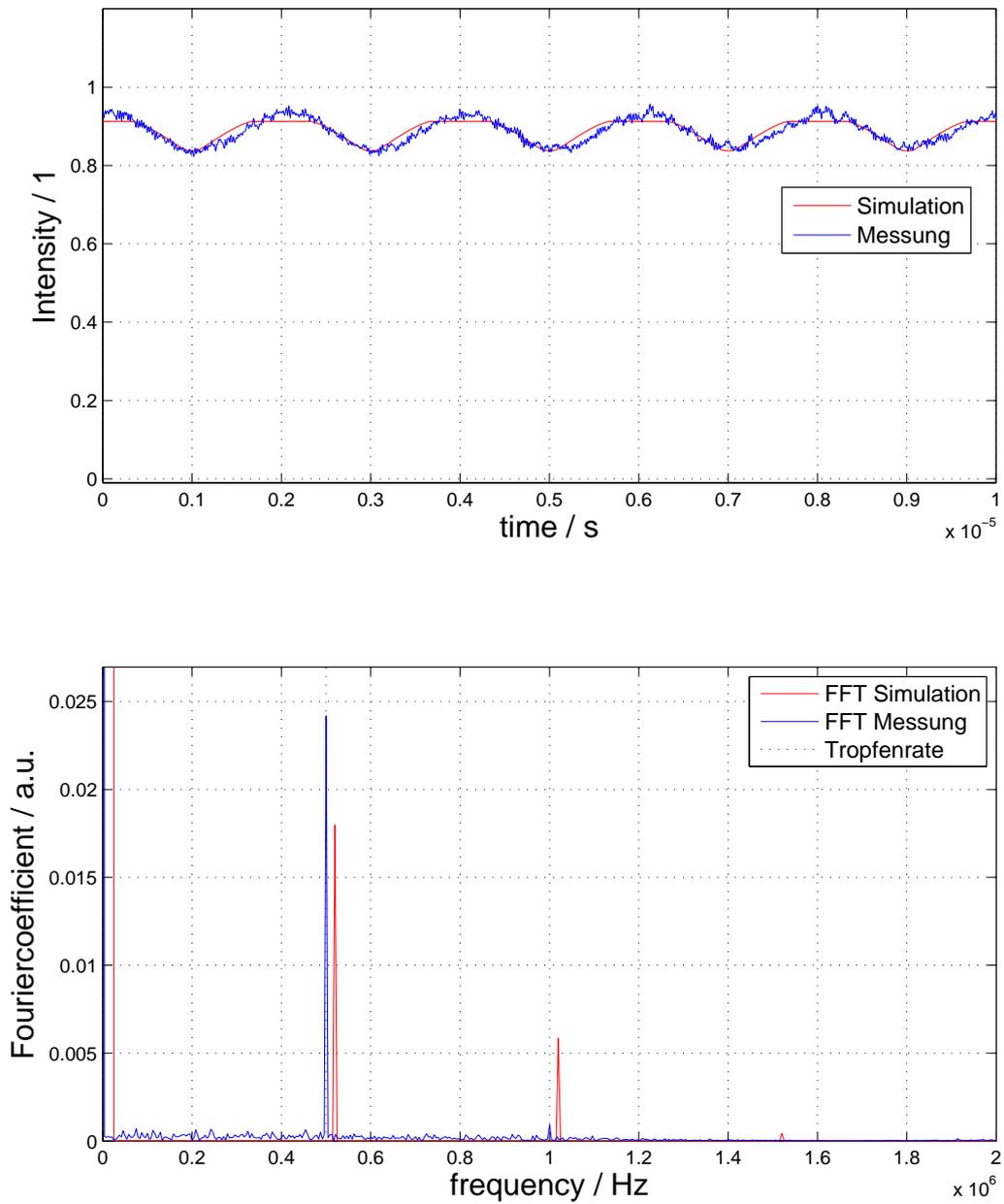


Abbildung 28: Intensitätssignal und Fourierspektrum bei einer Topfenrate von 500 kHz (30  $\mu\text{m}$  Düse, 25 bar)

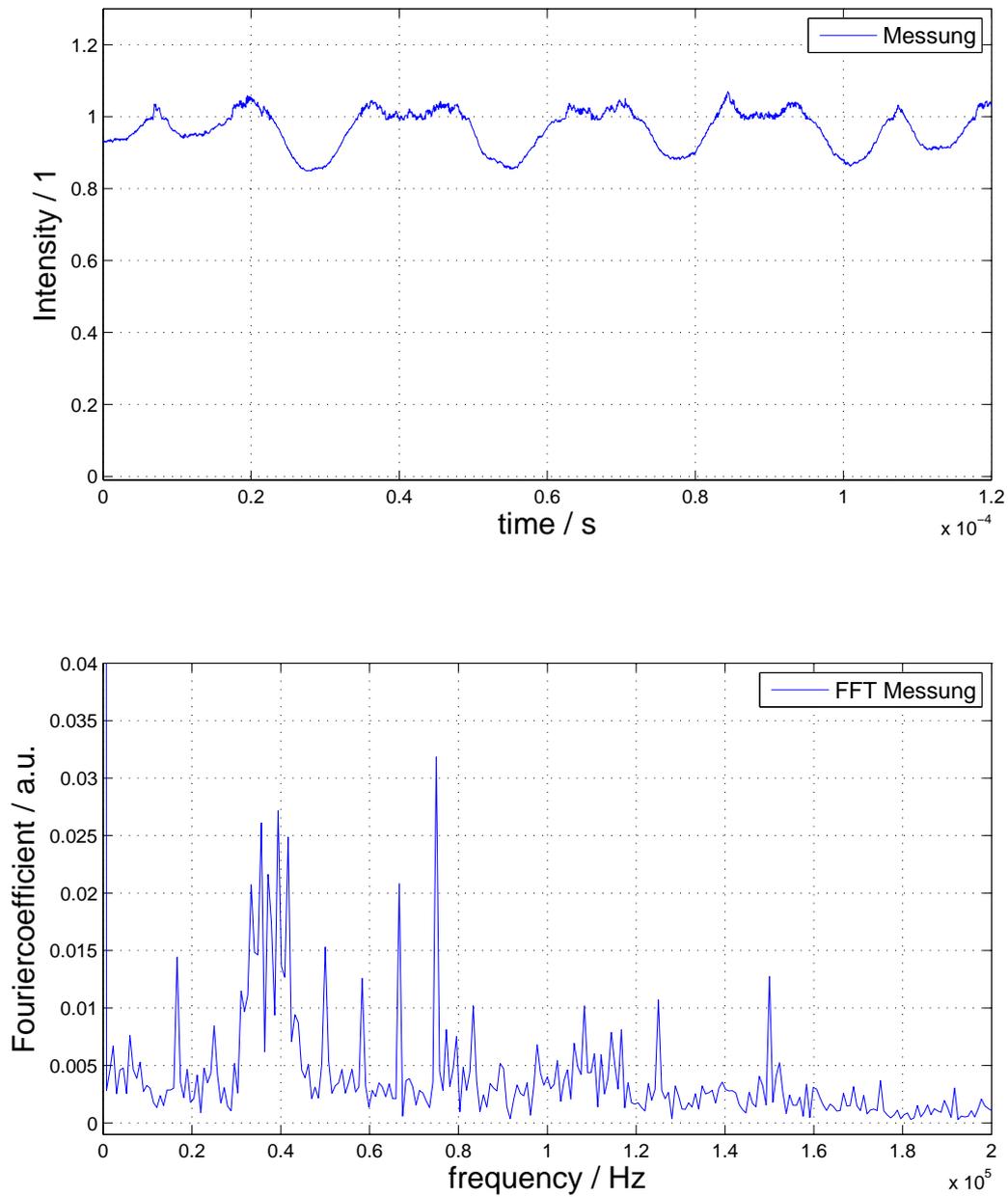


Abbildung 29: Intensitätssignal und Fourierspektrum ohne Anregung ( $30 \mu\text{m}$  Düse, 7 bar)

### 4.2.2 Auswertung und Interpretation

Wie bereits kurz erwähnt kann aus den Messsignalen die Querschnittsfläche (Tropfendurchmesser) und die Geschwindigkeit der Tropfen ermittelt werden. Die Vorgangsweise wird nun an Hand des ersten Signales demonstriert und anschließend analog auch für das zweite Signal durchgeführt. Die resultierenden Geschwindigkeiten und Tropfengrößen können dann mit den theoretischen Werten verglichen werden.

Für die Querschnittsfläche muss das Signalminimum des abgeflachten Peaks und für die Geschwindigkeit die Zeitspanne, welche für den Signalabfall benötigt wird bestimmt werden (siehe Abbildung 30). Das Signalminimum wird aus dem Mittelwert des annähernd konstanten Plateaus des Peaks (in der Abbildung blau eingezeichnet) ermittelt. Die Dauer des Signalabfalles wird aus jenem Bereich bestimmt, der sich zwischen einem Intensitätswert von 1 und dem eben erwähnten Plateaus befindet (in der Abbildung rot eingezeichnet). Dies ergibt in diesem Fall eine Intensitätsdifferenz ( $\Delta I$ ) von  $(54.7 \pm 1.0) \%$  und eine Dauer des Signalabfalles ( $\Delta t$ ) von  $(26.0 \pm 1.0) \mu s$ . Da der detektierte Bereich eine Kreisfläche mit einem Durchmesser von  $200 \pm 5 \mu m$  (100 %) darstellt entsprechen die  $54.7 \pm 0.1 \%$  einem Kreisdurchmesser des Tropfens von  $(148 \pm 5) \mu m$  (nach Gleichung 40). Da der Tropfen für diese Wegstrecke eine Zeit von  $(26.0 \pm 1.0) \mu s$  benötigt errechnet sich die Geschwindigkeit des Tropfens zu  $5.69 \pm 0.41 \text{ ms}^{-1}$  (nach Gleichung 41).

$$d_{Tropfen} = \sqrt{\Delta I} d_{Detektor} \quad (40)$$

$$v_{Tropfen} = \frac{d_{Tropfen}}{\Delta t} \quad (41)$$

Die theoretischen Werte für die Geschwindigkeit ( $v_t$ ) und den Tropfendurchmesser ( $d_t$ ) können mittels den beiden nachfolgenden Gleichungen aus der Flussrate ( $Q$ ), der Düsenöffnung ( $d_D$ ) und der Tropfenrate ( $f$ ) berechnet werden.

$$d_t = \left( \frac{6Q}{\pi f} \right)^{1/3} \quad (42)$$

$$v_t = \frac{4Q}{d_D^2 \pi} \quad (43)$$

In der nachfolgenden Tabelle sind je drei errechnete Werte für die Größe und Geschwindigkeit der Tropfen für die ersten beiden dargestellten Fälle (Abbildung 26 und 27) und zum Vergleich die theoretischen Werte eingetragen.

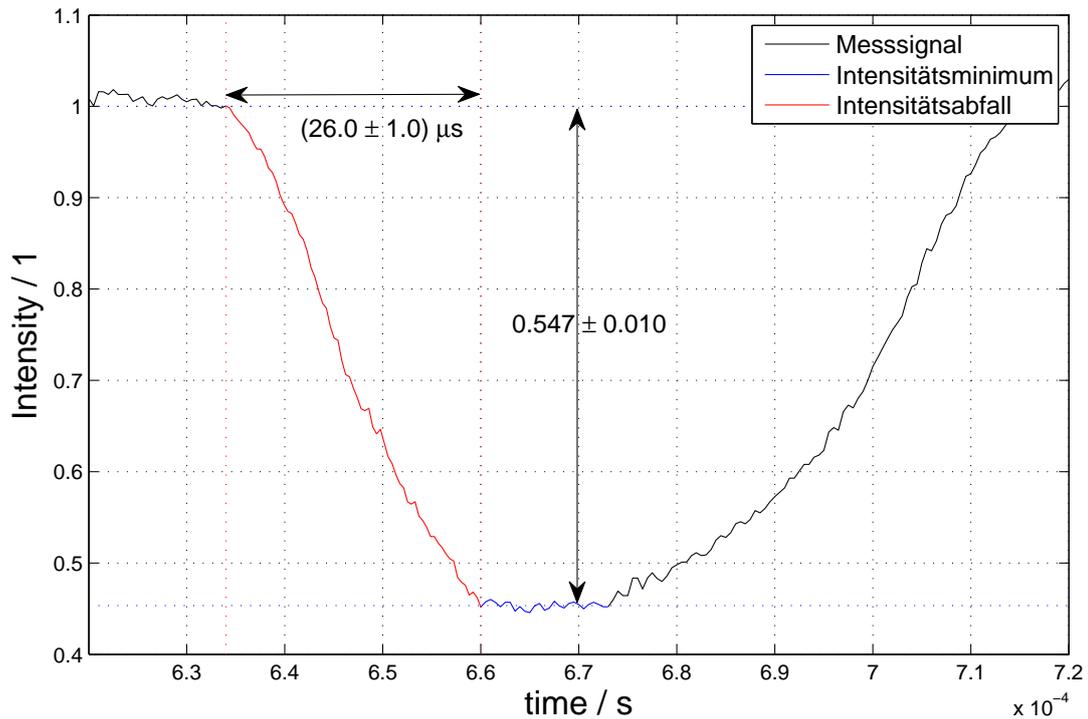


Abbildung 30: Graph zur Bestimmung der Tropfengröße und -geschwindigkeit

Tabelle 1: Bestimmung der Durchmesser und der Geschwindigkeit der Tropfen aus den optischen Signalen

$p/\text{bar}$	$f/\text{kHz}$	$\Delta I/\%$	$\Delta t/\mu\text{s}$	$d/\mu\text{m}$	$d_t/\mu\text{m}$	$v/\text{ms}^{-1}$	$v_t/\text{ms}^{-1}$
0.5	3	$54.7 \pm 1.0$	$26.0 \pm 1.0$	$148 \pm 5$	143	$5.69 \pm 0.41$	6.48
0.5	3	$55.3 \pm 1.0$	$27.0 \pm 1.0$	$149 \pm 5$	143	$5.52 \pm 0.41$	6.48
0.5	3	$55.9 \pm 1.0$	$25.5 \pm 1.0$	$150 \pm 5$	143	$5.88 \pm 0.41$	6.48
7.0	60	$24.4 \pm 1.0$	$3.50 \pm 0.10$	$99 \pm 7$	91	$28.3 \pm 2.8$	33.0
7.0	60	$23.9 \pm 1.0$	$3.45 \pm 0.10$	$98 \pm 7$	91	$28.4 \pm 2.9$	33.0
7.0	60	$23.2 \pm 1.0$	$3.30 \pm 0.10$	$96 \pm 7$	91	$29.1 \pm 3.0$	33.0

Die Unsicherheiten der Intensitäten ( $\Delta(\Delta I)$ ) folgen aus dem Rauschen des Messsignales und die Unsicherheiten der Zeitangaben ( $\Delta(\Delta t)$ ) folgen aus dem zeitlichen Abstand der Messpunkte. Die Unsicherheit von  $5 \mu\text{m}$  für die Lochblende ( $\Delta d_{\text{Detektor}}$ ) folgt aus den Herstellerangaben und jene welche bei den berechneten Tropfengeschwindigkeiten ( $v$ ) und -durchmessern ( $d$ ) angegeben werden folgen aus den beiden zuvor genannten fehlerhaften

Größen und werden nach der Größtfehlermethode mit den nachfolgenden Gleichungen berechnet.

$$\text{Unsicherheit des Tropfendurchmessers:} \quad \Delta d = \sqrt{\Delta I} \Delta d_{\text{Detektor}} + \frac{d_{\text{Detektor}}}{\sqrt{\Delta I}} \Delta(\Delta I)$$

$$\text{Unsicherheit des Tropfengeschwindigkeit:} \quad \Delta v = \frac{1}{\Delta t} \Delta d + \frac{d}{(\Delta t)^2} \Delta(\Delta t)$$

Wie die Abbildungen 26 und 27 und die Tabelle 1 zeigen fällt das Messsignal stets etwas unter den theoretischen Wert ab und daher ist auch der berechnete etwas größer als der theoretische Durchmesser der Tropfen. Der Grund hierfür ist wohl ein leichtes Übersteuern bei den kantigen Übergängen. Die Geschwindigkeit hingegen ist stets kleiner als theoretisch zu erwarten. Dies resultiert wahrscheinlich von den etwas abgeflachten Übergängen am Beginn und Ende des Signalabfalles, da das Signal nicht unmittelbar in einen konstanten Wert übergeht. Trotz dieser Abweichungen ist eine Bestimmung der Frequenz aus dem Fourierspektrum, wie oben beschrieben, eindeutig und zumindest eine Abschätzung der Tropfengröße und -geschwindigkeit aus dem Messsignal möglich. Auf Grund der geringen Intensitätsänderung und der Interaktion zweier Tropfen mit dem Parallelstrahlenbündel im detektierten Bereich wird auf eine Auswertung der Tropfen in Abbildung 28 verzichtet.

Wie aus den Abbildungen 26, 27 und 28, im Vergleich mit Abbildung 29, hervorgeht kann die Funktionsweise der Düse (Erzeugung von monodispersen Tropfen) eindeutig über die Tropfenrate bestimmt werden. Dies folgt aus den Fourierspektren der Messsignale, da nur monodisperse Tropfen regelmäßige Abstände zeigen und daher nur dort schmale Peaks bei jener Frequenz welche der Tropfenrate entspricht und vielfachen davon zu sehen sind, während bei unregelmäßigen Tropfen (Abbildung 29) ein breites Band an Frequenzen einen deutlichen Beitrag zum Signal liefern. Wie zuvor gezeigt ist hier auch eine Bestimmung der Tropfengröße und Geschwindigkeit möglich, wenn die Größe der Lochblende auf die Größe der Tropfen angepasst ist. Dies ermöglicht die Berechnung der Energie der Tropfen, welche für die Reinigungswirkung und auch die Beschädigung von Strukturen die entscheidende Rolle spielt. Des Weiteren zeigt die Messung eine gute Übereinstimmung mit der Simulation und damit der Theorie, was das Messprinzip dieser Messmethode eindeutig bestätigt.

## 5 Zusammenfassung

Sowohl die hier beschriebene mechanische als auch optische Messmethode haben im Bezug auf die Anwendung ihre Vor- und Nachteile. Jene sollen in diesem Teil der Arbeit ausführlich aufgezeigt werden.

Beginnend mit der mechanischen Methode, über differenzielle Druckmessung mit einer piezoelektrischen Keramik, konnte gezeigt werden, dass eine Bestimmung der Tropfenrate eindeutig aus dem Fourierspektrum möglich ist (siehe Abbildung 16 oder 19), jedoch die Information über den Impuls der Tropfen nicht extrahiert werden konnte. Die Messungen führten dabei nur dann zum gewollten Ergebnis, wenn die Tropfenrate einer der Eigenfrequenzen der weichen piezoelektrischen Keramik oder einer Oberschwingung dieser entspricht. Außerhalb eines kleinen Bereiches um die Eigenfrequenzen ist kaum ein auswertbares Signal zu realisieren (siehe Abbildungen 18 und 20). Die Lage der Eigenfrequenzen wird dabei im wesentlichen von den Abmessungen und dem Material der Keramiken bestimmt. Somit kann eine Anpassung der jeweilig erzeugten Tropfenrate über die Größe der Keramik vorgenommen werden. Zu beachten ist dabei, dass ein Anregen der Keramik in der Nähe der Eigenfrequenz zu einem ungewollten Nachschwingen der Piezoelemente führen kann, wenn eine Tropfenrate gewählt wird, bei welcher die Tropfen einen großen Abstand zueinander haben. In diesem Fall wäre (auch) bei Vielfachen der Tropfenrate ein Peak im Fourierraum zu beobachten.

Im Idealfall regen die nicht-angeregten Tropfen die Eigenfrequenz in der Länge und die angeregten Tropfen die Eigenfrequenz in der Dicke der Keramik an. Dabei sollten die beiden Resonanzfrequenzen möglichst weit voneinander entfernt sein, wie dies bei der Messung in Abbildung 19 der Fall ist.

Des Weiterem erfolgte die Messung der Tropfen optisch. Hierfür wird die Intensitätsänderung einer nicht-divergente Lichtquelle auf einer schnellen Si-Photodiode, welcher eine Lochblende vorgeschaltet ist, aufgezeichnet. Zusätzlich zur Auswertung der Signale werden jene mit Simulationsdaten, welche aus einem selbst geschriebenen ray-tracing-programm erhalten werden, verglichen. Wie in den Abbildungen 26, 27 und 28 zu erkennen ist zeigen die Messdaten eine gute Übereinstimmung mit den Simulationen. Die

Tropfenrate kann dabei wie bei der mechanischen Methode eindeutig aus dem Fourierspektrum bestimmt werden. Da es sich bei dieser Messung im Idealfall aber um einzelne Peaks handelt und nicht um eine sinusförmige Schwingung sind im Fourierspektrum nicht nur bei der Tropfenrate sondern auch bei allen Vielfachen jener, mit absteigender Amplitude, Peaks vorhanden. Zusätzlich zur Tropfenrate ist hier auch eine Abschätzung des Tropfendurchmessers, über die Intensitätsänderung, und der Tropfengeschwindigkeit, über die Tropfengröße und die Dauer des Intensitätsabfalles, möglich (siehe Abbildung 30). Für den Informationsgehalt, welcher aus der Messung gewonnen werden kann sind einerseits die Intensität des Lasers und die Größe der Lochblende in Kombination mit der Größe der Tropfen und andererseits die Schaltung zum Auslesen der schnellen Si-Photodiode maßgeblich. So ist das Signal nur dann einfach auswertbar wenn sich stets maximal ein Tropfen im Detektionsbereich befindet (siehe Abbildungen 26 und 27). Sobald zeitweise zwei oder mehr Tropfen gleichzeitig im Detektionsbereich vorhanden sind wird eine genaue Auswertung schwierig (siehe Abbildung 28). Mit diesem Messaufbau sind genaue Messungen auch nur dann möglich, wenn der Tropfen stets deutlich kleiner und der Abstand zwischen den Tropfen stets größer ist als der Durchmesser der Lochblende. Dies folgt aus zuvor beschriebenem Fakt und aus dem Vergleich des theoretischen Signalverlaufes mit dem Signal des optischen Coppers, da sehr große Änderungen der Intensität deutlich verlangsamt erfolgen.

Im Vergleich der beiden Methoden liegen die wesentlichen Vorteile der hier gezeigten optischen Methode einerseits in der möglichen Bestimmung der Tropfengröße und -geschwindigkeit, welche jedoch für eine genaue Bestimmung dieser Größen, speziell im Bezug auf die Schaltung, in welche die Photodiode integriert ist, optimiert werden müsste und andererseits darin, dass eine bestimmte Versuchsanordnung einen viel breiteren Frequenzbereich im Bezug auf die Tropfenraten abdeckt als die mechanische. Dafür ist die mechanische Messung wesentlich einfacher im Bezug auf den Aufbau und Justierung und hier ist nur eine Anpassung der Messapparatur an die Tropfenrate, jedoch nicht an die Tropfengröße, wie dies für die optische Messung der Fall ist, nötig.

## Literatur

- [1] Eric R. Lee: *Microdrop Generation*, Stanford Linear Accelerator Center, Stanford University, CRC Press LLC 2003
- [2] Paul A. Tipler und Gene Mosca: *Physik für Wissenschaftler und Ingenieure*, 2.Auflage, Elseviere GmbH, München 2004
- [3] Constantin Weber: *Zum Zerfall eines Flüssigkeitsstrahles*, Ztschr. f. angew. Math. und Mech. 2 136-154, Dresden 1931
- [4] W. v. Ohnesorge: *Die Bildung von Tropfen an Düsen und die Auflösung flüssiger Strahlen*, Ztschr. f. angew. Math. und Mech. 16 355-358, Dresden 1936
- [5] L. D. Landau und E. M. Lifshitz: *Fluid Mechanics*, Institute of Physical Problems, U.S.S.R. Academy of Sciences, Pergamon Press, Oxford 1987
- [6] P. S. de Laplace: *Mécanique Céleste Supplément au X Livre*, Courier, Paris 1805
- [7] Thomas Young: *An Essay on the Cohesion of Fluids*, Phil. Trans. R. Soc. Lond. 95 65-87, London 1805
- [8] Enrico Arrigoni: *Elektromagnetische Felder und Elektrodynamik*, Vorlesungsskriptum, Institut für Theoretische Physik, Technische Universität Graz 2013
- [9] Jens Eggers: *Nonlinear dynamics and breakup of free-surface flows*, The American Physical Society, Reviews of Modern Physics, Vol. 69, No. 3, Juli 1997
- [10] Jens Eggers und Emmanuel Villermaux: *Physics of liquid jets*, IOP Publishing LTd, Reports on Progress in Physics 71 036601, UK, 2008
- [11] Philipp Erhard Frommhold, Alexander Lippert, Frank Ludwig Holsteyns und Robert Mettin: *High-speed monodisperse droplet generation by ultrasonically controlled micro-jet breakup*, Research Journal, Exp Fluids Vol.55 Nr.4, Springer-Verlag Berlin Heidelberg 2014

- 
- [12] Günter Brenn: *On the controlled production of sprays with discrete polydisperse drop size spectra*, Chemical Engineering Science, 55 (2000) 5437-5444, Universität of Erlangen-Nürnberg, Germany 2000
- [13] M. J. McCarthy und N. A. Molloy: *Review of Stability of Liquid Jets and the Influence of Nozzle Design*, The Chemical Engineering Journal, 7 (1974) 1-20, Elsevier Sequoia S. A., Lausanne 1974
- [14] G. Brenn, T. Helpö und F. Durst: *A new apparatus for the production of monodisperse sprays at high flow rates*, Chemical Engineering Science, Vol. 52 No.2 pp 237-244, Elsevier Science Ltd, Great Britain 1997
- [15] G. Brenn, F. Durst und C. Tropea: *Monodisperse Speays for Various Purposes - Their Production and Characteristics*, Part. Part. Syst. Charat. 13 179-185, Universität Erlangen-Nürnberg, Germany 1996
- [16] M. Schönekeß: *LED Blitz 20ns*, Drittes Physikalisches Institut der Universität Göttingen, internes nicht veröffentlichtes Paper, 2010
- [17] Hamamatsu: *Handbook of Silicon Photodiodes*, [http://www.hamamatsu.com/resources/pdf/ssd/e02\\_handbook\\_si\\_photodiode.pdf](http://www.hamamatsu.com/resources/pdf/ssd/e02_handbook_si_photodiode.pdf), 2014

## Danksagung

Diese Arbeit wurde an der LAM Research AG (Standort Villach) unter der Leitung von Herrn Dr. Alexander Lippert und Herrn Dr. Michael Dalmer durchgeführt. Ich möchte mich bei beiden für die umfangreiche Unterstützung, die zahlreichen Diskussionen zu den Messmethoden und Ergebnissen und zur Hilfe bei der Beschaffung der Apparaturen bedanken.

Bedanken möchte ich mich auch bei Herrn Ao.Univ.-Prof. Dr.techn. Emil List-Kratochvil, der mich seitens der TU Graz betreute und im Zuge dessen einige unterstützende Ideen zu den Messmethoden besteuerte und einen Leitfaden für die Fertigung dieser Diplomarbeit vorgab.

Weiters sei allen Mitarbeiter der LAM Research AG und im speziellen allen Personen des Research Centers für deren nette Aufnahme in deren Team und die freundliche Unterstützung gedankt.

Auch bedanken möchte ich mich beim III physikalischen Institut der Universität Göttingen und deren Mitarbeiter für die Bereitstellung und Hilfe bei der Inbetriebnahme einiger Bausteine für die Messapparaturen.

Besonderer Dank gebührt auch meinen Eltern, welche mir dieses Studium erst ermöglichten.

Klemm Michael