

BTU Cottbus  
Institut für Physik und Chemie  
Lehrstuhl Angewandte Physik/Sensorik (FS 1)  
-----  
Institut für Luft- und Kältetechnik  
Gemeinnützige Gesellschaft mbH (FS 2)

15008 BR  
-----  
AiF-Vorhaben-Nr. / GAG

01.11.2006 – 31.01.2009  
-----  
Bewilligungszeitraum

\_\_\_\_\_  
Namen der Forschungsstellen

### Schlussbericht für den Zeitraum : 01.11.2006 bis 31.01.2009

zu dem aus Haushaltsmitteln des BMWi über die



geförderten IGF-Forschungsvorhaben

- Normalverfahren  
 Fördervariante ZUTECH

Forschungsthema:

Nachweis von Aerosolen durch Schwingquarze und deren dynamische Verhaltenscharakteristik

Für ein ZUTECH-Vorhaben sind folgende zusätzliche Aufgaben zu machen:

Der fortgeschriebene Plan zum Ergebnistransfer in die Wirtschaft

- ist beigefügt  
 liegt bereits vor  
 wird fristgerecht nachgereicht

Cottbus, den 24.04.2009  
\_\_\_\_\_  
Ort, Datum

  
\_\_\_\_\_  
Unterschrift des Projektleiters (FS 1)

Dresden, den 27.04.2009  
\_\_\_\_\_  
Ort, Datum

  
\_\_\_\_\_  
Unterschrift des Projektleiters (FS 2)

## **Zusammenfassung Abschlussbericht zum Forschungsthema:**

### **„Nachweis von Aerosolen durch Schwingquarze und deren dynamische Verhaltenscharakteristik“**

In diesem Forschungsvorhaben wurden im Rahmen der vorwettbewerblichen Forschung grundlegende physikalische Prozesse bei der Anlagerung kleinster Aerosolbestandteile auf Schwingquarzoberflächen untersucht.

Im Projektzeitraum wurde an der BTU Cottbus ein Sensorprüfstand zur Benutzung des Netzwerkanalysators unter Laborbedingungen und zur Optimierung der Hard- und Software des Netzwerkanalysators aufgebaut.

Nach der Erarbeitung der Grundlagen und des Handlings der Hardware wurden verschiedene Versuche zur Messung des Phasen- und Amplitudenganges an einem Schwingquarz durchgeführt. Hier konnten die Untersuchungen an einem 10MHz-Schwingquarz gezeigt werden. Bei der Grundschiwingung zeigte sich der erwartete Verlauf. Die zweite Harmonische und auch alle anderen geradzahigen Harmonischen treten nicht auf. Bei den höheren Harmonischen treten zunehmend Nebenschwingungen auf. Zur Beschreibung der Schwingungsvorgänge wurden Ersatzschaltbilder mit zusätzlichen LCR-Gliedern erstellt und in eine neu entwickelte Datenerfassungs- und Auswertungs-Software implementiert.

In einem weiteren Schritt erfolgt die Überführung des Messsystems der BTU an die Messeinrichtung des ILK zur Analyse industrieller Aerosole und Stäube. Im vorliegenden Projekt wurden verschiedene Verfahren der Aerosoldosierung und Dispergierung an einem Prüfstand aufgebaut und realisiert, diese Aerosole in eine Prüfkammer einzukoppeln. Dabei zeichnen sich die Aerosole durch ein weitgehend übereinstimmendes Partikelspektrum aus, sind aber von den Stoffeigenschaften und der Zusammensetzung völlig verschieden. Die unterschiedlichen Konzentrationen, welche durch den Aerosolerzeugungs- und Dispergierungs-Prozess realisiert wurden, sind durch die Nachführung des Trägerluft-Volumenstromes aufeinander abgestimmt worden. Dafür wurden Anpassungsfaktoren bestimmt.

Damit wurden die Voraussetzungen geschaffen, in den weiteren Arbeitspaketen das dynamische Schwingverhalten der Quarze bei unterschiedlichen Aerosolen untersuchen zu können. Partikelkonzentration und Partikelgrößenverteilung der zu untersuchenden Aerosole wurden charakterisiert.

Die Messungen haben gezeigt, dass sich mit der Applikation des Netzwerkanalysators an den Versuchsstand unterschiedliche Aerosole detektieren lassen. Es erwies sich als sinnvoll die Aerosolanlagerung nicht nur bei der Resonanzfrequenz wie es Quarzmikrowaagen ermöglichen zu untersuchen, sondern das Impedanz- und Phasenspektrum in Nähe der 1. und 3. Harmonischen zu analysieren. Verschiedene Parameter der Impedanz- und Phasenspektren (Resonanzfrequenz, Intensitätsverhältnis, Halbwertsbreite, Dämpfung) und ihre Änderung bei Aerosoldeposition wurden einzeln untersucht und zusammenfassend in Radarplots dargestellt.

Hierbei ist es möglich sowohl feste als auch flüssige Aerosole zu unterscheiden. Weiterhin können sie in ihrer Konzentration unterschieden werden. In Messungen von Misch aerosolen konnte nachgewiesen werden, dass diese bei entsprechenden Vergleichsmessungen hinsichtlich ihrer Zusammensetzung analysiert werden können. Dabei konnte gezeigt werden, dass sich die Signale beim Misch aerosol nicht aus einer einfachen Summation der Signale der Einzelbestandteile ergeben. Dies kann in einer intelligenten Datenauswertung (neuronale Netze), die nicht Bestandteil dieses Projektes waren, ausgenutzt werden.

**Das Ziel des Vorhabens wurde erreicht.**

## **Inhaltsverzeichnis:**

1. MOTIVATION	5
2. FORSCHUNGSZIEL UND DARSTELLUNG DES LÖSUNGSWEGES	5
2.1. Forschungsziel	5
2.2. Angestrebte Forschungsergebnisse	5
2.3. Innovativer Beitrag der angestrebten Forschungsergebnisse	6
2.4. Lösungsweg zur Erreichung des Forschungsziels	7
3. HARD UND SOFTWARE (DURCHFÜHRUNG FS 1)	8
3.1. Auswahl der Hardware, Netzwerkanalysator Agilent E5100A-300	8
3.2. Inbetriebnahme der Hardware	8
3.3. Weiterführung des Aufbaus der Hardware	11
3.4. Untersuchung der Resonanzeigenschaften von Quarzen	13
3.4.1. Frequenzgang und Ersatzschaltbild des Schwingquarzes	13
3.4.2. Feature des Netzwerkanalysators Agilent E5100A	16
3.4.3. Messungen an einem Schwingquarz bei verschiedenen Harmonischen	16
3.5. Entwicklung der Software zur Datenerfassung	18
3.5.1. Ini-File des Messprogrammes (Ausschnitt)	20
4. KONZEPTION UND AUFBAU DES SENSORPRÜFSTANDES (DURCHFÜHRUNG FS 1)	23
4.1. Konzeption des Strömungskanals	23
4.2. Ausführung des Laborströmungskanals	24
4.3. Testmessungen am Laborströmungskanal mit einer Resonatorschaltung	26
4.4. Aerosolmessungen mit Resonatorschaltung	28
4.5. Erste Testmessungen mit dem Netzwerkanalysator am Strömungskanal	29
5. AEROSOLERZEUGUNG UND CHARAKTERISIERUNG (DURCHFÜHRUNG FS 2)	30
5.1. Aufbau eines Sensorprüfstandes zur Untersuchung der Anlagerung von Aerosolen auf Schwingquarzoberflächen	30
5.1.1. Versuchsstandsaufbau	30
5.1.2. Erzeugung des Luftvolumenstromes	31
5.1.3. Versuchskammer	32
5.2. Einsatz dispergierter und neutraler Teststäube	33
5.2.1. Salz- Aerosol	33
5.2.2. Flammen- Ruß	35
5.2.3. Laser- Aerosol	36
5.3. Erzeugung definierter Tropfen u. Tropfenkollektive aus unterschiedlichen Flüssigkeiten und Schadstoffen	37
5.3.1. Öl- Aerosol	37
5.3.2. Referenz- Aerosol – DEHS	39

5.4. Zusammenfassung	41
6. UNTERSUCHUNGEN MIT NETZWERKANALYSATOR (DURCHFÜHRUNG FS 1 & FS 2)	41
6.1. Testmessungen an der BTU	42
6.2. Messkammer ILK	42
6.3. Applikation des Quarzmesssystems und Messparameter	42
6.4. Messparameter	43
6.5. Aerosolerzeugung	44
6.6. Erzeugung von Mischaerosolen	46
7. ERGEBNISSE DER MESSUNGEN (DURCHFÜHRUNG FS 1 & FS 2)	46
7.1. Partikelgrößenverteilung	46
7.2. LCR-Parameter	47
7.3. Auswertung der Impedanz- und Phasenspektren	49
7.3.1. Frequenzänderung / Halbwertsbreiten	50
7.3.2. Intensitätsverhältnisse der 3. zur 1. Harmonischen	53
7.3.3. Dämpfung	54
7.3.4. Radarplots	56
7.4. Zusammenfassung	60
8. NUTZEN UND WIRTSCHAFTLICHE BEDEUTUNG DES FORSCHUNGSTHEMAS FÜR KLEINE UND MITTLERE UNTERNEHMEN (KMU)	60
8.1. Voraussichtliche Nutzung der angestrebten Forschungsergebnisse	60
8.2. Möglicher Beitrag zur Steigerung der Leistungs- und Wettbewerbs-fähigkeit der KMU	60
8.3. Transfer der angestrebten Forschungsergebnisse	61
8.4. Durchführende Forschungsstellen	61
9. LITERATUR	62

## **1. Motivation**

Neue Erkenntnisse zur gesundheitlichen Wirkung luftgetragener Partikel und die Absenkung von Grenzwerten für Stäube und Aerosole verlangen neue geeignete und preiswerte Messtechnik, insbesondere für Überwachungsaufgaben. Einen Beitrag hierzu kann die Schwingquarztechnik liefern, bei welcher an der Schwingquarzoberfläche angelagerte Aerosole zur Verschiebung der Resonanzfrequenzen (Messsignal) führen. Im Rahmen eines vorwettbewerblichen Forschungsvorhabens zwischen der BTU Cottbus und dem ILK gGmbH sollen Erkenntnisse zu den verschiedenen Einflüssen auf das Messergebnis und zu den physikalischen Phänomenen des Kontaktes von Schadstoffen mit der Schwingquarzoberfläche gewonnen werden. In diesem Forschungsvorhaben sollen grundlegende physikalische Prozesse bei der Anlagerung kleinster Aerosolbestandteile auf Schwingquarzoberflächen untersucht werden. Bei der Anlagerung von Aerosolen auf Schwingquarzoberflächen ist mit verschiedenen Einflüssen, wie Taupunkt, Aerosolgröße, Oberflächenspannung, Temperatur, Feuchte für die konventionell massenbedingte Frequenzverschiebung der Schwingquarze zu rechnen.

Ziel ist auch, durch Nutzung aller elektronischen Informationen Schlüsse auf Art und Eigenschaften der Schadstoffe ziehen zu können. Für die Untersuchungen zu den Anlagerungsphänomenen von Aerosolen auf Schwingquarzoberflächen ist die Bereitstellung entsprechender Teststäube bzw. Testaerosole erforderlich.

Im Projektzeitraum wurde an der BTU Cottbus ein Labortestströmungskanal aufgebaut, die Hardware zur Netzwerkanalyse installiert sowie eine Steuersoftware für den Netzwerkanalysator entwickelt. Dabei wurde auf eine Parallelität der Ausführungsmöglichkeiten entsprechend des Arbeitsplanes und der beantragten und bewilligten Mittelverschiebung geachtet. Das bedeutet einerseits, dass am Testkanal bereits Labormessungen in Cottbus stattfinden konnten, die zu einer Optimierung der Hard- und Software beitrugen. Parallel dazu wurde sowohl die Hard- als auch die Software weiterentwickelt, wobei die Arbeitspakete Hardware und Software zwar aneinander gekoppelt sind, aber aufgrund der wenn auch eingeschränkten Möglichkeit der Datenabspeicherung ohne Software (siehe Bericht Februar 2007) auch teilweise separat erfolgen konnten. Dies erlaubte zum Ende des Berichtszeitraumes 2007 eine Zusammenführung der Einzelpakete und erste Testmessungen mit dem Netzwerkanalysator am Testkanal. Im weiteren Verlauf des Projektes wurden nun 2008 die Testmessungen entsprechend des (verschobenen) Personaleinsatzplanes intensiviert mit dem Ziel, weitere Aussagen über das Grund- und Obertonverhalten von Schwingquarzen bei Aerosolbelegung zu erhalten. Hier fand vor allem ein reger Austausch zwischen den Projektpartnern statt, vor allem mehrere Messzeiten am ILK Dresden. Dabei wurden dann speziell Untersuchungen an verschiedenen Aerosolen unter verschiedenen Umgebungsbedingungen analysiert (siehe Punkt 6 und 7).

## **2. Forschungsziel und Darstellung des Lösungsweges**

### **2.1. Forschungsziel**

In diesem Forschungsvorhaben sollen im Rahmen der vorwettbewerblichen Forschung grundlegende physikalische Prozesse bei der Anlagerung kleinster Aerosolbestandteile auf Schwingquarzoberflächen untersucht werden.

### **2.2. Angestrebte Forschungsergebnisse**

Bei der Anlagerung von Aerosolen auf Schwingquarzoberflächen ist mit verschiedenen Einflüssen für die konventionell massenbedingte Frequenzverschiebung der Schwingquarze zu rechnen. Dazu sind zu zählen:

- Taupunkt
- Tropfengröße

- Tropfenmasse
- Benetzungsfläche (Oberflächenspannung, Kontaktwinkel)
- Massenbelegung (Benetzungsverteilung)
- Zusammensetzung der Aerosole
- Temperatur
- Durchflussvolumen
- Feuchte

Die Frequenzverschiebungen sollen zeitlich so aufgelöst werden, dass statische und dynamische Anlagerungen unterschieden werden können, wofür auch die Oberschwingungen sowie die Dämpfung untersucht werden sollen. Daraus sind für bestimmte Anwendungsfälle Schlüsse auf die Art und die Eigenschaften der Luftverunreinigungen möglich. Unter Verwendung massensensitiver Sensoren ergeben sich sehr preiswerte Messsysteme, die sich in viele Industriezweige übertragen lassen. Die im Thema durchzuführenden Untersuchungen werden den Prozess der Aerosoldetektion mit Schwingquarzen soweit aufklären, dass KMU für unterschiedliche Einsatzfälle Sensoren bzw. Detektoren entwickeln können.

### **2.3. Innovativer Beitrag der angestrebten Forschungsergebnisse**

Mit der Einführung eines kontinuierlich messenden und preiswerten Messsystems zur Aerosoldetektion im Mikrometerbereich sind bislang noch nicht detektierbare Aerosole nachweisbar. Durch diese Senkung der Nachweisgrenze ist es möglich die Emissionen an Aerosolen besser zu kontrollieren und damit Maßnahmen zu ihrer Verringerung einzuleiten. Daraus ergeben sich neue Chancen für den Umweltschutz.

Zur selektiven Erfassung von in technischen Prozessen auftretenden Aerosolen ist die Entwicklung von neuen Apparaturen mit einer genau definierten Prozessführung (Durchfluss/Temperatur) notwendig. Dadurch soll die Selektivität gegenüber den nachzuweisenden Substanzen erhöht werden.

In diesem Zusammenhang ergeben sich weitere Perspektiven hinsichtlich der Verbesserung des Korrosionsschutzes technischer Anlagen, wodurch sich die Wartungs- und Instandhaltungskosten drastisch reduzieren lassen.

In diesem Projekt sollen besonders die Grundlagen der Wechselwirkungen zwischen Schwingquarz und Aerosolen herausgearbeitet werden. Die Forschungsergebnisse, insbesondere das Sensormessgerät, wären für KMU unmittelbar und branchenweit nutzbar. Einsätze in den Fachgebieten Verfahrenstechnik, Umwelttechnik, Medizintechnik, Mess- und Regeltechnik und in der Produktion sind denkbar.

Als künftige Einsatzgebiete in den verschiedenen Wirtschaftszweigen lassen sich erkennen:

- Sonde zum Nachweis geringer Staubkonzentrationen bei
  - Anlagen zur Reinlufrückführung (Holzindustrie, Lederindustrie, Maschinenbau, Textilindustrie)
  - mobilen Staubabscheidern, z. B. Industriestaubsaugern ohne Ablufführung (in allen Industriezweigen mit Stauberzeugung)
- Sonde zum Nachweis von Öl- und Emulsionsnebel bei
  - der Reinlufrückführung (metallverarbeitende Industrie, Fahrzeugbau)

- Sonde zum Nachweis von Einzelpartikeln und Tropfen in der
  - Reinraumtechnik (Chipherstellung, Arzneimittelherstellung, OP-Räume, Raumfahrt)
  - Zuluft von sensiblen Prozessen (Gasturbinenkraftwerke, Lackierereien)
  - Kontroll- und Überwachungsmessungen für kurze Zeiträume – Stichproben – (Messstellen und Forschungseinrichtungen)
  - Ermittlung von Emittenten aus der Zusammensetzung der abgeschiedenen Aerosole (Messstellen)

#### **2.4. Lösungsweg zur Erreichung des Forschungsziels**

Als Lösungsansatz ist der Erkenntnisgewinn in Bezug auf das dynamische Verhalten von Schwingquarzen bei Aerosol- Exposition zu erreichen. Folgende Arbeitsschritte waren für den Projektzeitraum geplant, wobei an den einzelnen Forschungsstellen zunächst die Basis für später gemeinsam durchzuführende Arbeitspunkte gelegt wurde:

##### Institut für Luft- und Kältetechnik gGmbH (FS 2)

- AP 1 Erzeugung kleinster Aerosole und Aufbau eines Sensorprüfstandes zur Validierung
- AP 1.1 Der zu konzipierende und aufzubauende Sensorprüfstand soll realitätsnahe definierte Verhältnisse simulieren
- AP 1.2 Einsatz unterschiedlicher dispergierter und elektrostatisch neutralisierter Teststäube
- AP 1.3 Erzeugung definierter Tropfen und Tropfenkollektive aus unterschiedlichen Flüssigkeiten und Schadstoffen

##### BTU Cottbus (FS1)

- AP 2 Aufbau eines Laborprüfstandes zur Untersuchung dynamischer Effekte
- AP 2.1 Entwicklung der Hardware, insbesondere die Integration eines Netzwerkanalysators
- AP 2.2 Softwareentwicklung zur Datenerfassung
- AP 2.3 Analyse der Resonanzeigenschaften der Schwingquarze

##### gemeinsam bearbeitete Arbeitspunkte

- AP 3 Untersuchung zur Art des Messsignals bei Aerosolexpositionen auf Schwingquarzen mit Hilfe der Impedanzspektroskopie
- AP 3.1 Analyse der Grundfrequenzen, Dämpfung und Obertöne des Quarzes während der Aerosolexposition
- AP 3.2 Untersuchungen zu Grenzen der bekannten Anlagerungsmodelle
- AP 3.3 Entwicklung eines Modells über statische und dynamische Beiträge zum Messsignal während der Aerosolanlagerung
- AP 4 Unterscheidung einzelner Bestandteile von Aerosolen

### **3. Hard und Software (*Durchführung FS 1*)**

#### **3.1. Auswahl der Hardware, Netzwerkanalysator Agilent E5100A-300**

In Rahmen einer beschränkten Ausschreibung wurden die acht folgenden Firmen, die in ihrem Profil Netzwerkanalysatoren anbieten, um ihre Beteiligung gebeten:

- ROHDE & SCHWARZ Vertriebs-GmbH, Berlin
- Advantest (Europe) GmbH, München
- Anritsu GmbH, München
- Gigacomp GMBH, München
- Agilent Technologies Sales & Services GmbH & Co. KG, Berlin
- Pronova GMBH, Ludwigsburg
- SI Scientific Instruments GmbH, Berlin
- AMC - Analytik & Messtechnik GmbH, Chemnitz

Für die angeforderte Leistungsbeschreibung gaben davon nur die Firmen Anritsu und Agilent konkrete Angebote ab.

Das Gerät der Firma Anritsu umfasst einen weiteren Frequenzbereich zu niedrigeren Frequenzen (Anritsu: 10Hz-300MHz, Agilent 10kHz-300MHz). Dies kann für spezielle Anwendungsgebiete sicher interessant sein. In unserem Forschungsvorhaben kommt es uns aber vor allem auf eine hohe Frequenzauflösung an. Bei der Anlagerung von Masse auf Schwingquarzen kommt es zu Frequenzverschiebungen in der Resonanzfrequenz. Die Frequenzverschiebungen sollen zeitlich so aufgelöst werden, dass statische und dynamische Anlagerungen unterschieden werden können, wofür auch die Oberschwingungen sowie die Dämpfung untersucht werden sollen. In diesem Punkt hat das Agilent-Gerät Vorteile da es eine um eine Größenordnung bessere Frequenzauflösung hat (Agilent: 1mHz, Anritsu 10mHz).

Außerdem weist das Zubehör des Gerätes der Firma Agilent für uns die kompatibleren Eigenschaften auf. Zur Erzielung hoher Genauigkeiten bei Resonatormessungen an Schwingquarzen soll ein Pi-Netzwerkadapter benutzt werden. Der nutzbare Frequenzbereich des Pi-Netzwerkes der Firma Anritsu reicht von 1 bis 125MHz, bei Agilent dagegen von 1-300 MHz.

#### **3.2. Inbetriebnahme der Hardware**

Mit Ablauf der notwendigen Ausschreibungs- und Zuschlagsfrist konnte der Bestellvorgang ausgelöst werden. Nach Lieferung des Gerätes wurde dieses in Betrieb genommen und es erfolgten erste Funktionstests.

Es musste geklärt werden, in welchem Setup Messungen mit dem Gerät erfolgen sollen und inwieweit dann Adaptierungen nötig sind.

Die Abbildung 1 zeigt den prinzipiellen Messaufbau unter Zuhilfenahme des Reflektions- und Transmissionsadapters (Agilent 87512A), womit dann Messungen der transmittierten und reflektierten Signale möglich sind.



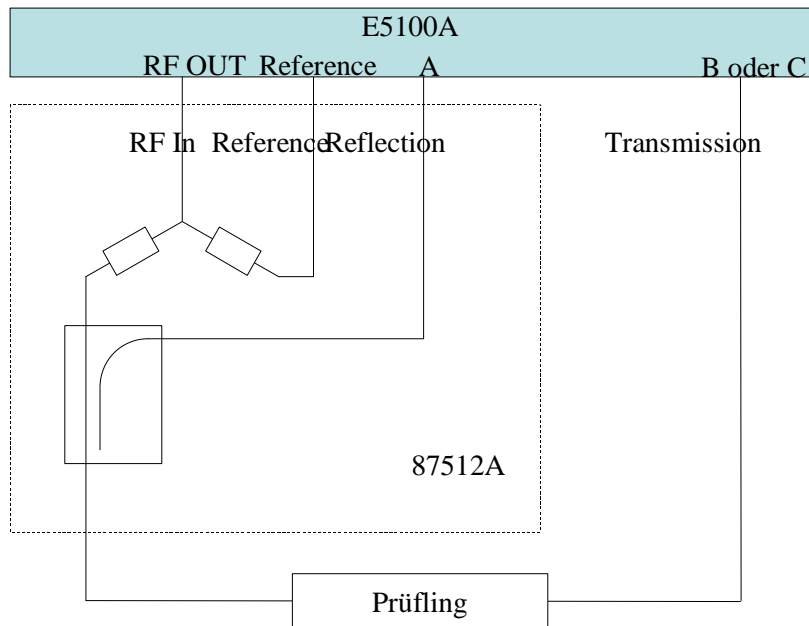


Abbildung 1 Prinzipieller Messaufbau für Transmissions- und Reflektionsmessungen mit dem Netzwerkanalysator Agilent 5100A

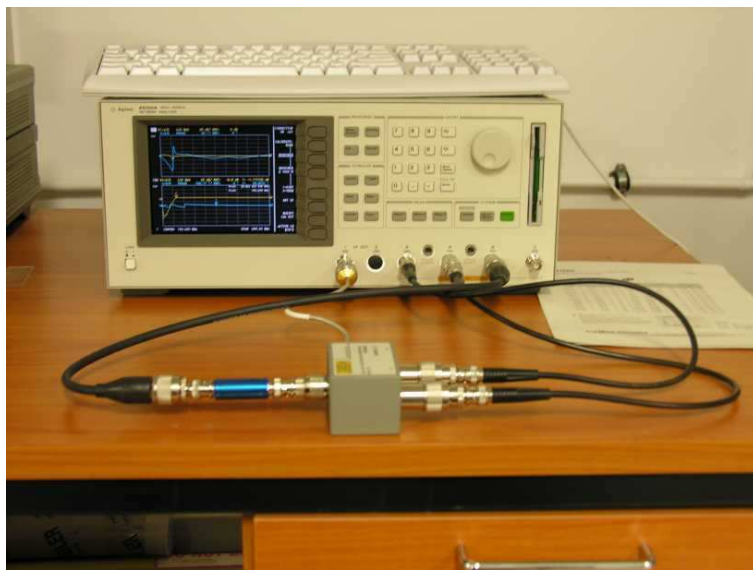


Abbildung 2 Messaufbau für Transmissions- und Reflektionsmessungen mit dem Netzwerkanalysator Agilent 5100A (Prüfling BHP 50)

In Abbildung 2 ist die Umsetzung des prinzipiellen Aufbaus in fotografischer Form dokumentiert. Mit diesem Aufbau wurden dann erste Versuche zum Kennen lernen des Handlings des E5100A durchgeführt. Die Erstellung der Software zur Erfassung der Daten befindet sich noch im Anfangsstadium. Der Netzwerkanalysator bietet aber auch die Möglichkeit, das Display in einer Grafik-Datei abzuspeichern. Des Weiteren können die Daten auf dem Display auch als ASCII-Daten abgespeichert werden. Für diese Zwecke wurde beim Kauf des Gerätes auch bewusst darauf geachtet, dass es die Möglichkeiten bietet, die Daten erst einmal auf einfache Weise abzuspeichern, damit Softwareerstellung und Testmessungen parallel laufen können. Der Netzwerkanalysator verfügt über ein 3.5"-Disketteneinschub, mit dessen Hilfe Daten auch ohne Steuereinheit weiterverarbeitet werden können (siehe Abbildung 2). Hierzu ist zu bemerken, dass damit aber keine zeitlich hintereinander folgenden Messungen möglich sind, da der Speichervorgang auf die Diskette zu langsam ist.

Die hier dargestellten Messungen zeigen ein grafisches Abbild einer Messung an einem Tiefpass (BLP 100) im Multi-Channel-Betrieb (Abbildung 3). Hierbei werden Transmission (unterer Teil) und Reflektion (oberer Teil) gleichzeitig gemessen. Dabei wurde der gesamte verfügbare Frequenzbereich von 10kHz-300MHz benutzt (Center 150MHz, Span 299.99 MHz). Deutlich erkennbar in der Transmission der typische Frequenzgang eines Tiefpasses.

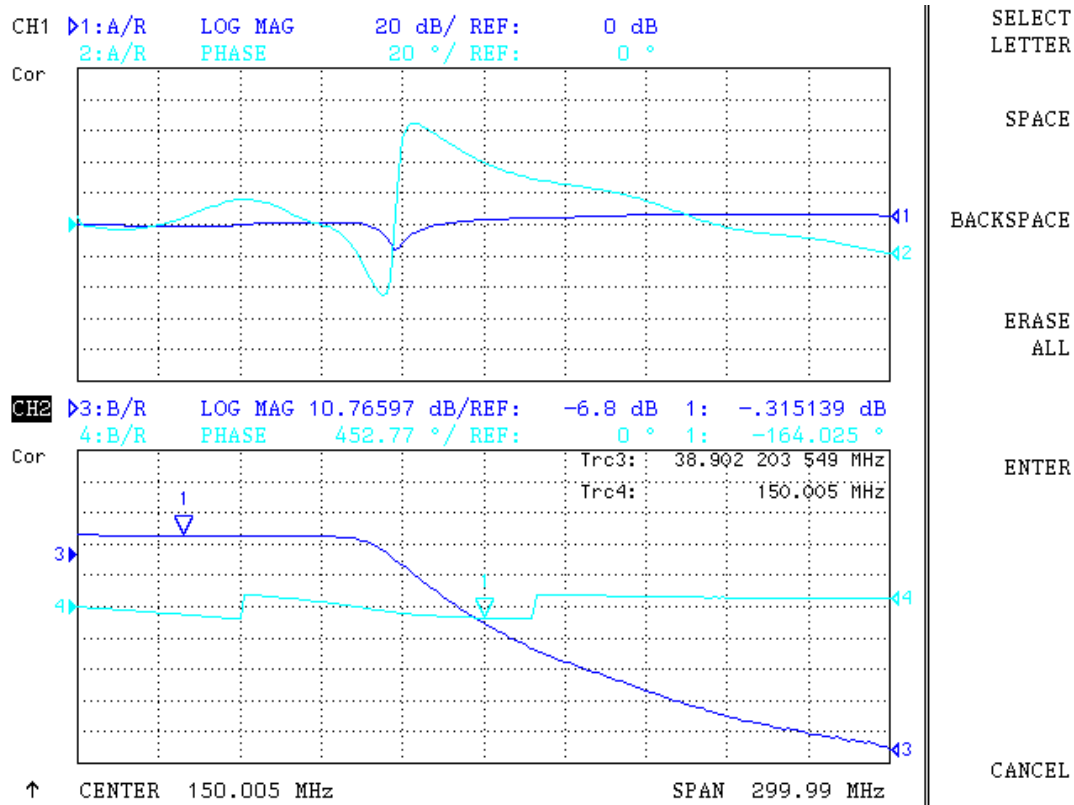


Abbildung 3 Grafisches Abbild des Displays des Agilent 5100A bei einer Messung eines Tiefpasses (BLP 100), oben Reflektion, unten Transmission

Die Abbildung 4 zeigt die Frequenzgänge eines Hochpasses und eines Tiefpasses im gesamten messbaren Frequenzbereich (Übertragung fand im ASCII-Format statt, Transfer über Diskette).

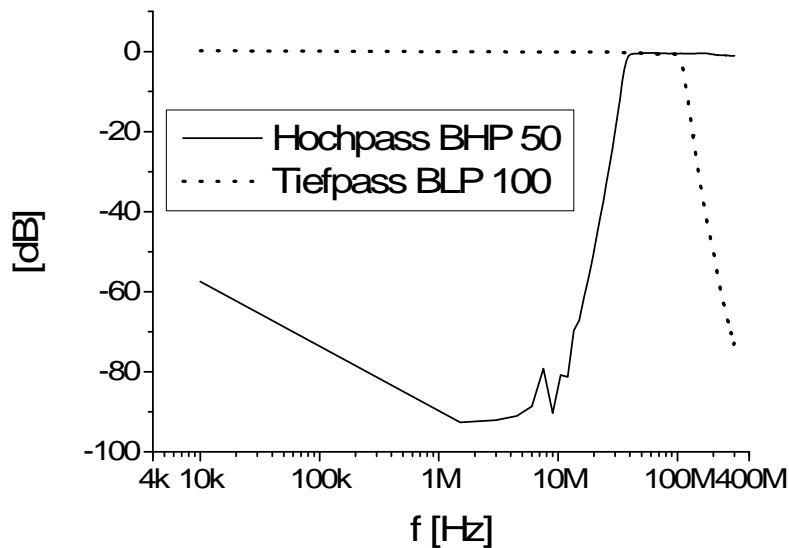


Abbildung 4 Frequenzgänge eines Hochpasses (BHP 50) und eines Tiefpasses BLP 100) gemessen mit dem Netzwerkanalysator Agilent 5100A im Frequenzbereich von 10kHz bis 300 MHz

### 3.3. Weiterführung des Aufbaus der Hardware

Im weiteren Verlauf wurde nun der Pi-Netzwerkadapter (Agilent 41901A) in den Messaufbau einbezogen. Dieser ist notwendig, um gute Anpassungseigenschaften des zu untersuchenden Resonatorbausteines an die 50Ω Aus- bzw. Eingänge zu gewährleisten.



Abbildung 5 Pi-Netzwerkadapter (Agilent 91901A)

Zur Benutzung des Pi-Netzwerkadapters ist eine Anschlussplatine notwendig, auf der der Quarz aufgelötet wird, und die einen möglichst verlustfreien Kontakt zum Adapter gewährleistet. Hierbei wurden zwei Entwürfe getestet, letztlich wird derzeit aber eine umfunktionierte Platine von Agilent (ursprünglich ist der Adapter für SMD-Bauteile ausgelegt) genutzt. Die getesteten Platinen sind in Abbildung 6 dargestellt.

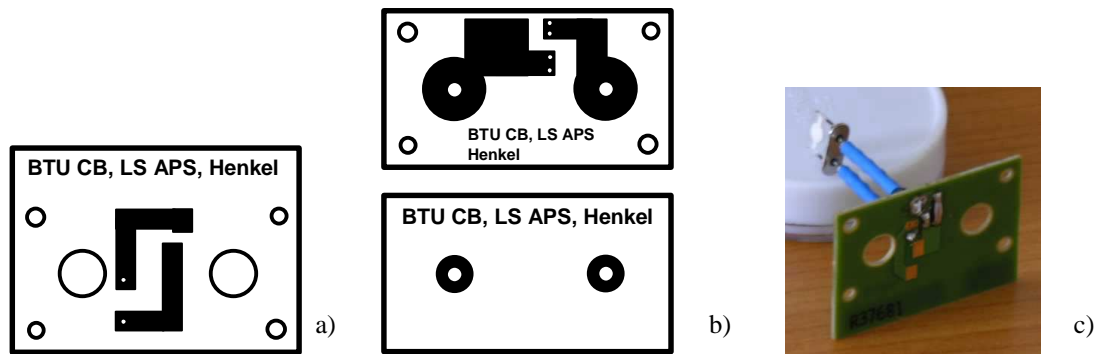


Abbildung 6 Ausführungen der Anschlussplatine für den Pi-Netzwerkadapter  
 a) einseitig, b) zweiseitig, c) umfunktionierte Agilent-Anschlussplatine

Damit wurden Untersuchungen möglich, die vor allem der Nutzbarkeit des Netzwerkanalysators und seiner Einstellungsmöglichkeiten dienen (siehe 3.4.2, 3.5). In Abbildung 7 ist die Installation der Platine an den Pi-Netzwerkadapter gezeigt.

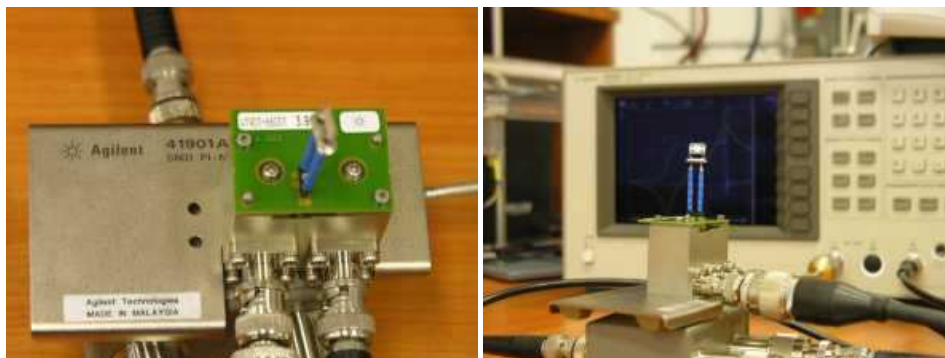


Abbildung 7 Adaption der Anschlussplatine an den Pi-Netzwerkadapter (links) und des Pi-Netzwerkadapters (inklusive Quarz) an den Netzwerkanalysator (rechts)

Zusätzlich wurde ein USB-GPIB Adapter (Fa. AMC Chemnitz) erworben und installiert, der eine flexible Ansteuerung des Gerätes auch mit neueren Betriebssystemen gewährleistet. Speziell ist bei Messungen außer Haus (ILK Dresden) damit der Einsatz eines Laptops möglich.

Die Abbildung 8 zeigt bereits die Applikation des Systems an den oben beschriebenen Testkanal.

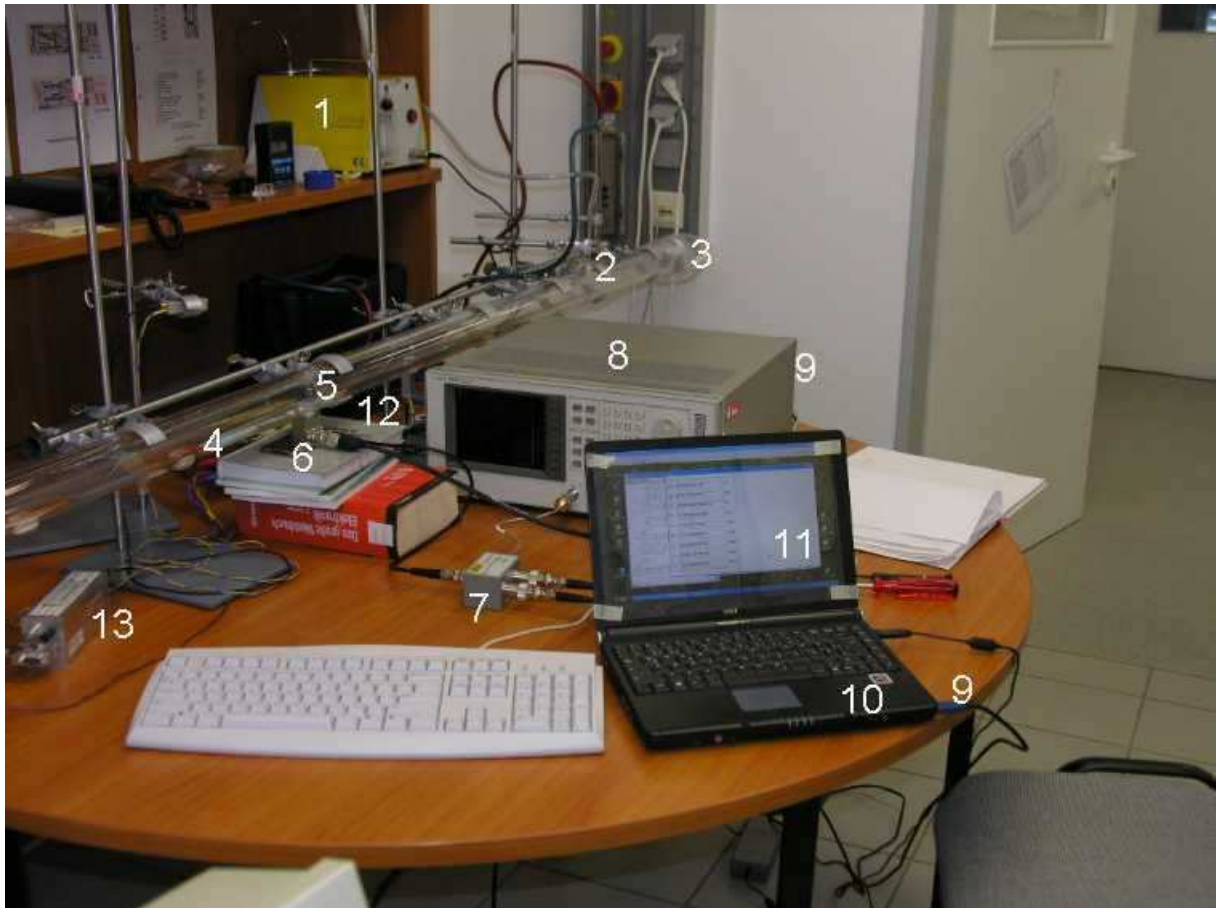


Abbildung 8 Messsystem am Testkanal, 1: Aerosolgenerator, 2: Aerosoleinlass und Strömungsgeschwindigkeitsmessung, 3: Luftzufuhr, 4: Strömungskanal, 5: Schwingquarz, 6: Pi-Netzwerk-Adapter, 7: Reflexion/Transmission Test Set, 8: Netzwerkanalysator, 9: USB-GPIB Adapter, 10: Steuerrechner, 11: Messprogramm, 12: Resonator mit Schwingquarz, 13: Zählerbaustein für Resonatormessungen

### 3.4. Untersuchung der Resonanzeigenschaften von Quarzen

#### 3.4.1. Frequenzgang und Ersatzschaltbild des Schwingquarzes

Beim Dickenschwinger bildet sich eine stehende Welle bei der Grundschiwingung unter der Bedingung

$$f_0 = \frac{v}{2d} = \frac{1}{2d} \sqrt{\frac{c_{66}}{\rho}}$$

(1)

aus, wobei  $f_0$  die Frequenz des Grundtones,  $d$  die Resonatordicke,  $\rho$  die Dichte,  $v$  die akustische Phasengeschwindigkeit und  $c_{66}$  das wirksame Schermodul darstellen [1], [2], [3].

Der Schwingquarz lässt sich elektrisch mit einem 4-Element-Ersatzschaltbild beschreiben (siehe Abbildung 9). Dabei stellen  $C_0$  die statische Kapazität zwischen den Elektroden,  $C_1$  die mechanische Nachgiebigkeit bzw. Elastizität,  $L_1$  die schwingende Masse und  $R_1$  die Energieverluste (Dämpfung) dar.

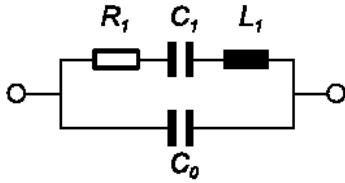


Abbildung 9 Ersatzschaltbild eines Schwingquarzes

Dafür ergibt sich die folgende Impedanz

$$Z = R + jX$$

$$R = \frac{R_1}{A^2 + B^2} \quad X = \frac{Z_1 A - B R_1}{A^2 + B^2}$$

$$A = 1 + \frac{C_0}{C_1} - \omega^2 C_0 L_1 \quad B = \omega C_0 R_1 \quad Z_1 = \omega L_1 - \frac{1}{\omega C_1}$$

(2)

und die Phase

$$\varphi = \arctan \frac{X}{R}$$

(3)

Daraus kann der in Abbildung 10 dargestellte Impedanz- und Phasengang abgeleitet werden.

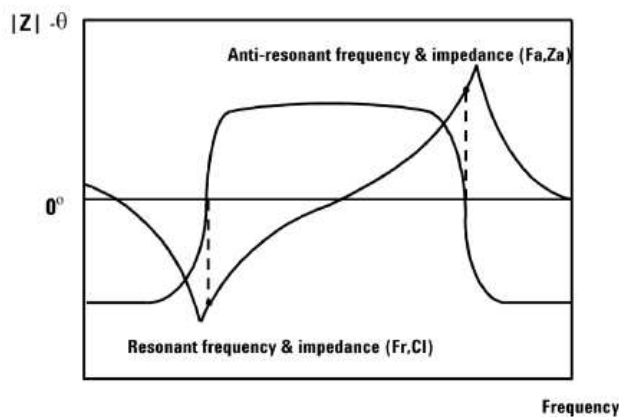


Abbildung 10 Impedanz- und Phasengang eines Schwingquarzes (aus [4])

Wird der Schwingquarz belegt, führt dies zu Änderungen seines Impedanz- und Phasenganges. Das akustischen Lastkonzept [1] führt den Einfluss der akustischen Last auf messbare Größen ( $\Delta f$  und  $\Delta R$ ) zurück und liefert u.a. Lösungen für die Spezialfälle der Belegung des Schwingquarzes für starre Schichten [3] und Newtonsche Flüssigkeiten [5], [6]. Bei der starren Schicht ändert sich idealerweise nur die Frequenz. Ändern sich jedoch die viskoelastischen Eigenschaften des Umgebungsmediums, sind auch Änderungen im Dämpfungssignal ( $\Delta R$ ) des Quarzes zu erwarten. In der Abbildung 10 ist ein solcher Effekt zu sehen, da hier am Punkt der Resonanz (Phase = 0) nicht der Maximal bzw. - Minimalwert der Impedanz liegt.

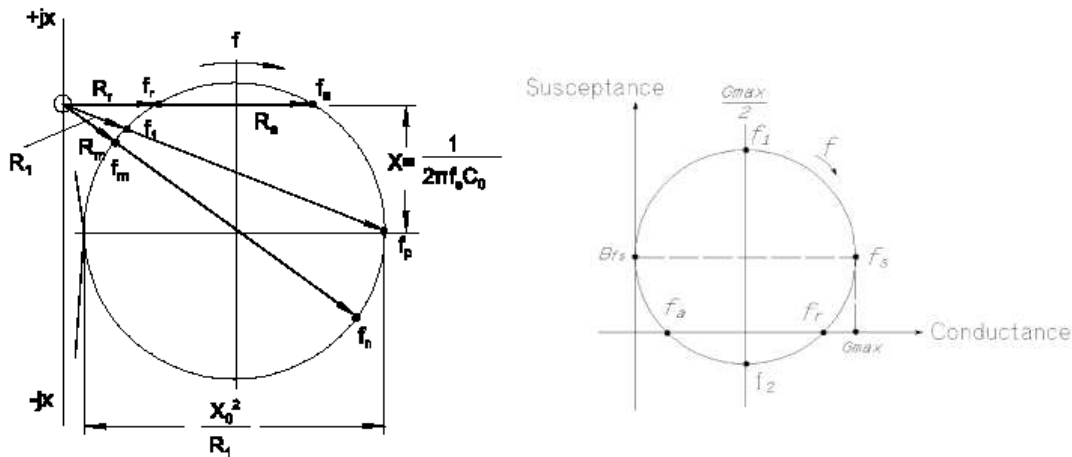


Abbildung 11 Impedanz- (links, aus [2]) und Admittanzspektrum (rechts, aus [7]) des Schwingquarzes

Das wird auch ersichtlich, wenn Ortskurven (Nyquist-Plot, Abtragung Imaginärteil gegen Realteil für verschiedene Frequenzen) für die Ersatzschaltung konstruiert werden. Die Reihenschaltung von  $L_1$  und  $C_1$  ergibt zunächst einen Kreis um den Nullpunkt, der zusätzliche Widerstand  $R_1$  führt zu einem Kreis am Nullpunkt (Verschiebung entlang der reellen Achse). Die Berücksichtigung der Parallelkapazität  $C_0$  liefert schließlich einen zusätzlich entlang der imaginären Achse verschobenen Kreis. In der Abbildung 11 sind sowohl Impedanz- als auch Admittanzortskurve für den Schwingquarz gezeigt. Aus ihnen wird ersichtlich, dass aufgrund der beschriebenen Verschiebung in den Ortskurven neue Schnittpunkte mit der reellen Achse (Phase=0) entstehen. Diese werden mit Resonanzpunkt ( $f_r$ ) und Antiresonanzpunkt ( $f_a$ ) bezeichnet. In der Umgebung von Gasen kann die Dämpfung und somit  $R_1$  in erster Näherung vernachlässigt werden, hier ergeben sich dann bei der Resonanzbedingung die Serienresonanz ( $f_s$ ) und Parallelresonanz ( $f_p$ ). Im Realfall ist bei  $f_s$  der Leitwert  $G$  maximal, jedoch liegt jetzt hier nicht mehr die Resonanzbedingung vor (siehe Abbildung 11 rechts). [2], [7], [8], [9]

Aus der Resonanzbedingung lassen sich die charakteristischen Frequenzen berechnen. Dazu muss der Imaginärteil in Gleichung (2) null gesetzt werden. Daraus folgt:

$$Z_1 A - B R_1 = 0.$$

(4)

Für den Idealfall ( $R_1=0$ ) ergeben sich dann

$$f_s = \frac{1}{2\pi\sqrt{L_1 C_1}}$$

(5)

und

$$f_p = \frac{1}{2\pi\sqrt{L_1 \frac{C_1 C_0}{C_1 + C_0}}}.$$

(6)

Wird  $R_1$  berücksichtigt, lassen sich die Frequenzen  $f_r$  und  $f_a$  herleiten [9].

$$f_r = f_s \left(1 + \frac{r}{2Q^2}\right)$$

$$f_a = f_s \left(1 + \frac{1}{2r} - \frac{r}{2Q^2}\right)$$

$$r = \frac{C_0}{C_1} \quad Q = \frac{2\pi f_s L_1}{R_1} = \frac{1}{2\pi f_s C_1 R_1} = \frac{1}{R_1} \sqrt{\frac{L_1}{C_1}}$$

(7)

Wie oben schon beschrieben, ändert sich bei der Beladung des Schwingquarzes das Impedanzspektrum, bei starren Belegungen verschiebt sich dabei die Resonanzfrequenz, bei viskosen Belegungen verbreitert sich zusätzlich auch der Impedanzpeak. Daher sind auch Änderungen in den Ersatzschaltbildparametern zu erwarten (speziell  $f_a$ ,  $f_s$ ,  $f_r$ ,  $L_1$   $R_1$ ). [1], [8], [9], [10]

### 3.4.2. Feature des Netzwerkanalysators Agilent E5100A

Der von uns benutzte Netzwerkanalysator wurde für die Messung von Schwingquarzen optimiert und bietet die Möglichkeit, aus dem gemessenen Spektrum sofort die Parameter des Ersatzschaltbildes zu berechnen. Dabei werden die Frequenzen  $f_s$ ,  $f_p$ ,  $f_a$ ,  $f_1$  und  $f_2$  aus dem Admittanzspektrum bestimmt, wobei  $f_s$ ,  $f_r$ , und  $f_s$  aus den oben beschriebenen Bedingungen (Leitwert maximal bzw. Phase=0) abgeleitet werden,  $f_1$  und  $f_2$  ergeben sich aus den Punkten des halben maximalen Leitwerts (entsprechend Abbildung 11, rechts).  $C_0$ ,  $C_1$ ,  $R_1$  und  $L_1$  werden dann mit den folgenden Formeln berechnet [7] (siehe auch Gleichungssatz (7)):

$$R_1 = \frac{1}{G_{\max}} \quad Q = \left| \frac{f_s}{f_2 - f_1} \right|$$

$$L_1 = \frac{QR_1}{2\pi f_s} \quad C_1 = \frac{1}{2\pi f_s QR_1} \quad C_0 = C_1 \frac{f_r^2}{f_a^2 - f_r^2}$$

(8)

Vom Netzwerkanalysator werden dann die fünf genannten Frequenzen sowie die Ersatzschaltbildparameter übertragen. Hier ergibt sich die Möglichkeit, nicht immer das gesamte Spektrum zu übertragen, sondern nur die 9 Werte, was eine deutliche Datentransferreduktion speziell für zeitabhängige Messungen mit sich bringt.

Außerdem ergibt sich aus diesem Parametersatz eine deutlich größere Information als bei der reinen Messung der Resonanzfrequenz mit einem Resonatorbaustein. Zusätzlich kann der Quarz auch bei höheren Frequenzen untersucht werden, wodurch sich der Parameterraum noch einmal erweitern kann. Hiervon versprechen wir uns die Möglichkeit der Unterscheidung von verschiedenen Aerosolen.

Der Netzwerkanalysator bietet die Möglichkeit, bei zwei verschiedenen Frequenzbereichen gleichzeitig zu messen.

### 3.4.3. Messungen an einem Schwingquarz bei verschiedenen Harmonischen

Nach der Erarbeitung der oben beschriebenen Grundlagen und des Handlings der Hardware wurden verschiedene Versuche zur Messung des Phasen- und Amplitudenganges an einem Schwingquarz durchgeführt. Hier werden exemplarisch die Messungen an einem 10MHz-



Schwingquarz bei verschiedenen Harmonischen (1., 2., 3., 7.) gezeigt (siehe Abbildung 12). Bei der Grundschwingung (1. Harmonische) zeigt sich der erwartete Verlauf, vergleichbar zu dem in Abbildung 10. Die zweite Harmonische und auch alle anderen geradzahli- gen Obertöne treten nicht auf, da sich elektrisch nur die ungeraden Obertöne anregen lassen, weil bei den geradzahli- gen Obertönen die Elektroden gleichpolig wären [2]. Bei den höheren Harmonischen treten zu- nehmend Nebenschwingungen auf. Diese werden durch die antimetrische Dickenscherung und die Dickentwistschwingung verschiedener Ordnungen, die der Hauptresonanz des Grundtones oder des Obertones folgen, verursacht [2]. Die Eigenresonanzgleichung (Gleichung (1)) erweitert sich dann um zwei Terme dieser beiden Schwingungsarten, im Ersatzschaltbild werden die Ne- benresonanzen durch zusätzliche LCR-Glieder beschrieben [2]. Inwieweit wir diese Nebenreso- nanzen auch zur Messung heranziehen können, wurde im Projektzeitraum 2008 untersucht.

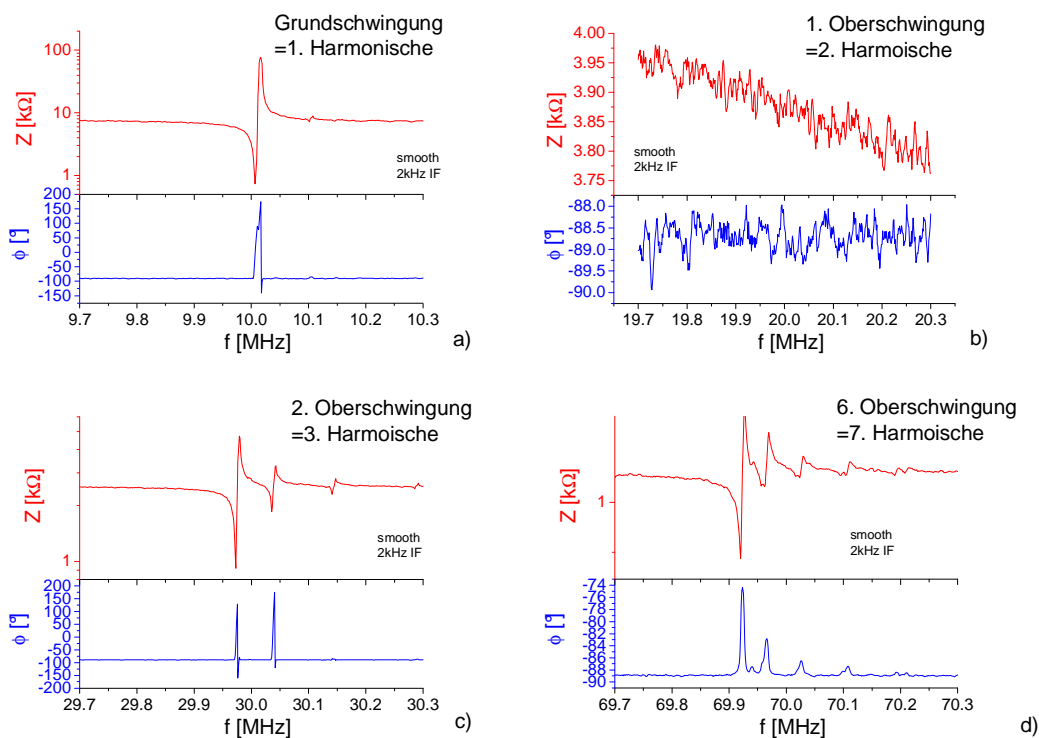


Abbildung 12 Impedanz- und Phasenspektrum eines 10MHz-Quarzes bei der 1. (a), 2. (b), 3. (c) und 7. (d) Harmonischen

Insgesamt konnten wir hier ähnliche Signale bis zur 13. Harmonische detektieren, darüber ist das Spektrum dann extrem stark verrauscht da die Impedanz immer kleiner wird (Abbildung 13).

Als ein wichtiger Parameter für die Spektren wurde vor allem die IF-Bandbreite gefunden, hier lieferten Werte zwischen 200-500Hz deutlich bessere Kurven als beim maximal möglichen Wert von 30kHz. Allerdings geht das natürlich auf Kosten der Messzeit und ist im jeweiligen Anwendungsfall abzuwägen. Zusätzlich können mit der Anzahl der Messpunkte (bis zu 1601) höhere Auflösungen erreicht werden, was aber auch zu Geschwindigkeitseinflüssen führt. Außerdem können die Kurven geglättet werden. In den Messungen der Abbildung 12 und Abbildung 13 wurden eine IF-Bandweite von 2kHz und 500 Messpunkte benutzt.

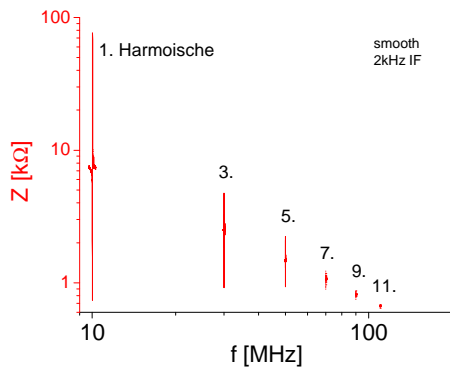


Abbildung 13 Amplitudenspektrum eines 10MHz-Schwingquarzes

In der Abbildung 14 ist eine gleichzeitige Messung bei der 1. und 3. Harmonischen dargestellt. Hier kamen eine IF-Bandweite von 200Hz und 201 Punkte als Parameter zur Anwendung (Bildteil, a und b). Es zeigen sich sehr saubere Spektren. Die Scanzeit für ein solches Spektrum liegt dann allerdings bei 860ms. Bei einer IF-Bandweite von 30kHz beträgt sie dagegen nur 64ms, jedoch ist das Spektrum wesentlich verrauschter (Bildteil c). Ob hiermit in der Erstellung der Parameter für das Ersatzschaltbild noch verlässliche Werte erreichbar sind, soll im nächsten Projektzeitraum noch eingehend untersucht werden.

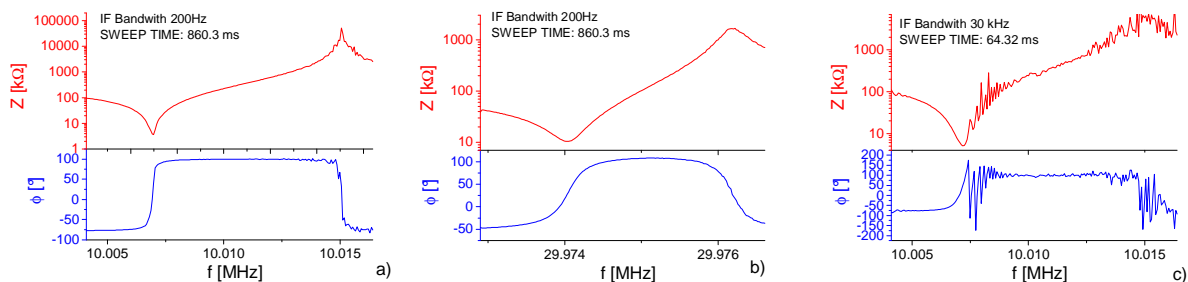


Abbildung 14 Gleichzeitige Messung des Frequenzganges eines 10MHz Quarzes bei der ersten (a) und dritten (b) Harmonischen mit einer IF-Bandweite von 200Hz. Messung bei der ersten Harmonischen mit einer IF-Bandweite von 30kHz (c).

Die hier gezeigten Messungen erfolgten noch parallel zur Softwareentwicklung, wobei die Möglichkeit der internen Datenabspeicherung des Netzwerkanalysators genutzt wurde (siehe oben).

### 3.5. Entwicklung der Software zur Datenerfassung

Parallel zu den oben beschriebenen Hardwareinstallationen und Testmessungen wurde die Software zur Datenerfassung programmiert. Sie erfolgte in der 32bit - Visual Basic Umgebung 4.0. Aufgrund des oben beschriebenen Einsatzes des USB-GPIB Adapters musste eine neue Bibliothek impliziert werden, in der sich verschiedene Befehle modifiziert haben, so dass einige Standardprozeduren, die schon aus anderen Messprogrammen vorhanden waren, nicht mehr verwendet werden konnten.

Das Programm besteht in seiner derzeitigen Version im Wesentlichen aus 4 Fenstern, wobei zwei der Einstellung des Netzwerkanalysators und des Messablaufes, eins der Datenanzeige und eins als Hauptfenster dienen.

Aus dem Hauptfenster (siehe Abbildung 15) werden die Messung sowie das Setup gestartet. Die Aktivität der möglichen Messung wird durch die Einstellungen festgelegt. Dabei können entweder die Spektren oder die Parameter des Ersatzschaltbildes oder beides gleichzeitig gemessen werden. Die Messung wird dann jeweils über einen Stop-Schalter gestoppt.



Abbildung 15 Hauptfenster der Software

Im Setup-Fenster für den Netzwerkanalysator (Abbildung 16) können dessen Parameter gesetzt werden. Beim Aufruf dieser Funktion werden zunächst die Daten vom Gerät eingelesen und an das Einstellungsfenster übergeben.

Es sind die Parameter für die Kanalanzahl, die Messfunktion, die zu analysierenden Eingänge, das Messformat, die Skalierung für die Haupt- und Nebenspur (falls verfügbar) des jeweiligen Kanals, die Sweepfunktionen (channels coupled, Start, Stop, Center, Span, Points, Type, IF-Bandwidth), Pi-Netzwerknutzung und das Display einstellbar. Abhängig von der benutzten Kanalanzahl und Messfunktion ändern sich einige Ansichten des Fensters bzw. Einstellmöglichkeiten am Netzwerkanalysator. Die dabei entstehende Vielfalt der Möglichkeiten wurde hinsichtlich einer flexiblen Nutzung des Programms berücksichtigt.

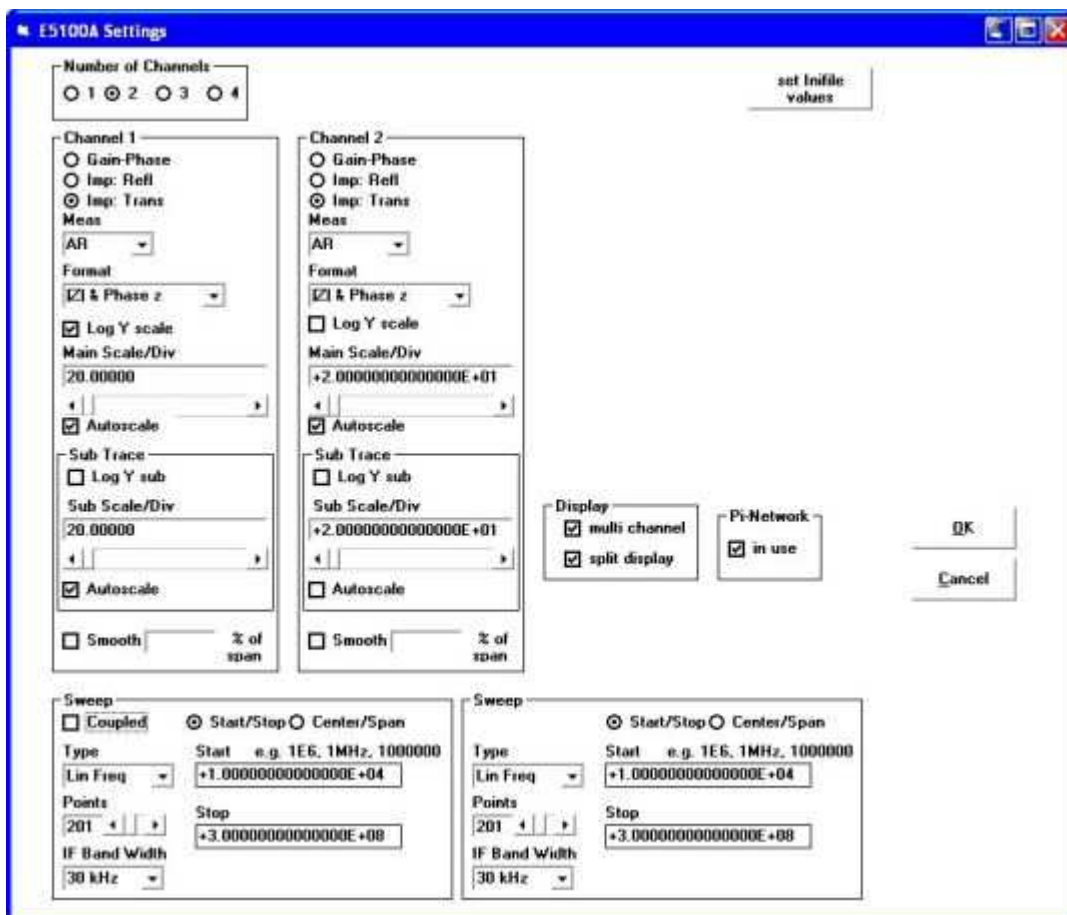


Abbildung 16 Einstellungsfenster für den Netzwerkanalysator

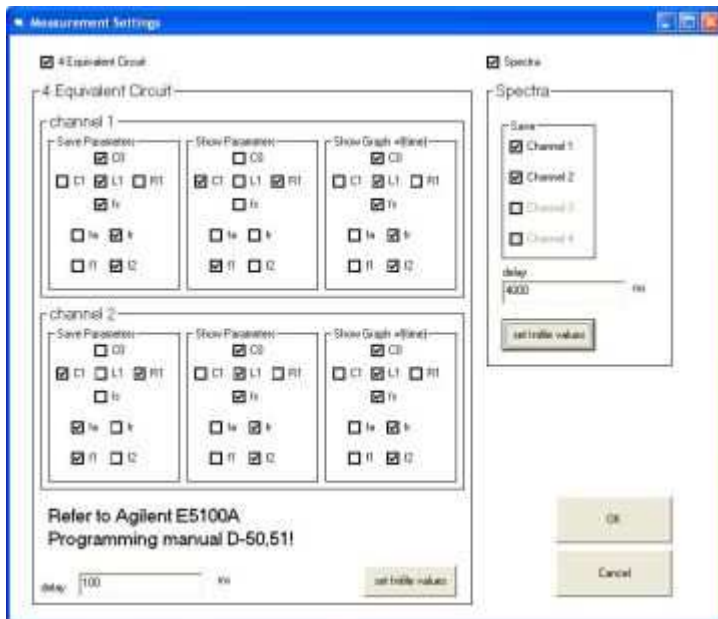


Abbildung 17 Einstellungsfenster für die Messung

Im Einstellungsfenster für die Messung (Abbildung 17) kann ausgewählt werden, von welchem verfügbaren Kanal das Spektrum gespeichert werden soll. Der Betriebsmodus der Messung der Ersatzschaltkreisparameter ist nur bei Nutzung maximal zweier Kanäle möglich und dort auch nur bei bestimmten Messfunktionen. Die Verfügbarkeit wird vom Programm jeweils ermittelt. Ist die Messung durchführbar, kann gewählt werden, welche der 9 Ersatzschaltkreisparameter abgespeichert, als Wert oder auch als Grafik angezeigt werden sollen. Dabei bedingt die Anzeige nicht zwangsläufig die Abspeicherung und umgekehrt.

Zusätzlich kann eine Verzögerung gesetzt werden, die definiert, in welchem Zeitabstand die nächste Messung zu starten ist. Im Fall der Ersatzschaltungsmessung werden die Parameter in diesem Zeitabstand gemessen, im Fall der Spektrenmessung wird jeweils ein komplettes Spektrum mit diesem Zeitabstand gemessen. Hierbei wird für jede Messung eine neue indizierte Datei abgespeichert. Im Fall, dass der Wert auf Null gesetzt ist, misst das Programm so schnell wie möglich, d.h. auch, bei zu klein eingegebenen Verzögerungswerten arbeitet das Programm dann auch mit dieser Messwiederholgeschwindigkeit.

Zusätzlich ist in beiden Einstellungsfenstern die Möglichkeit gegeben, Werte aus einer Initialisierungsdatei einzulesen. Das ermöglicht die Nutzung verschiedener nutzerbedingter Einstellungen bzw. die Nutzung von Parametern vergangener Messungen. Im folgenden sind Teile des Ini-Files gezeigt. (Die Kommentare für den Nutzer sind dabei nur angedeutet und die sich wiederholenden Funktionen für die anderen Kanäle wurden weggelassen.) Im Wesentlichen sind hier alle Funktionen, die auch in den Einstellungsfenstern setzbar sind, voreinstellbar und werden dann im Messprogramm durch Mausklick abgerufen.

### 3.5.1. Ini-File des Messprogrammes (Ausschnitt)

```
[Agilent_E5100A]
```

```
adress=17
```

```
[Channels]
```

```

number=2
[Channel1]
function=2    comment 0: Gain/Phase, 1: Imp:Refl, 2: Imp:Trans

meas=1      comment 0: "AR".....
.....
format=0    comment If Function Gain/Phase, If number of channels 1 or 2 Then
0: "Log Mag & Phase".....
.....
scale_y_main=1  comment: only available in reflexion or transmission mode,: 0: linear,:
1: log

autoscale_main=1  comment 0 OFF, 1 ON

scale_main=10    comment /div

scale_y_sub=0    comment: only available in reflexion or transmission mode,: 0: linear,:
1: log

autoscale_sub=1  comment 0 OFF, 1 ON

scale_sub=10    comment /div

smooth=1        comment 0 OFF, 1 ON

smooth_aperture=1  comment % of span
[Channel2], [Channel3],[Channel4]
.....

[Sweep]
coupled=0      comment 0 OFF, 1 ON

type1=0        comment 0 Lin Frequ, 1 Power, 2 List

selection1=0   comment 0 Start/Stop, 1 Center/Span

start_center1=+1.00004E+07
stop_span1=+1.0016E+07

points1=201

if_bandwidth1=9  comment 0 10 Hz.....

```

type2=0

.....

[Display]

multit\_channel=1      comment 0 OFF, 1 ON

split\_display=1

comment 0 OFF, 1 ON

[Pi\_Net]

pi\_net=1              comment 0 OFF, 1 ON

[measure\_4equivalent]      comment 0 No, 1 Yes

C0\_save=1              comment Channel1

C1\_save=0

....

C0\_show=0

C1\_show=1

....

C0\_graph=1

C1\_graph=0

....

C0\_save\_2=1 comment Channel2

.....

delay=100      comment in ms

[measure\_spectra]      comment 0 No, 1 Yes

channel1\_spectra=1      comment      channel2\_spectra=1,      channel3\_spectra=1,      chan-  
nel4\_spectra=1

delay=4000      comment in ms

[Data]

path= c:\daten

Im Datenanzeigefenster (Abbildung 18) werden die jeweiligen Ersatzschaltbild-Parameter angezeigt. Im Beispiel wurde nur die Nutzung vom Kanal 1 ausgewählt, deshalb wird der zweite Kanal nicht angezeigt.

Data1	
C0	4.19581980526324 pF
C1	6.33484702451407 fF
L1	39.9959181008501 mH
R1	466.609558105469 Ω
fs	9.99871594203366 MHz
fa	10.0063735623474 MHz
fr	9.99882829579926 MHz
f1	9.99778760017395 MHz
f2	9.9996443700943 MHz

Abbildung 18 Datenanzeige für das Ersatzschaltbild bei Nutzung eines Kanals

#### 4. Konzeption und Aufbau des Sensorprüfstandes (*Durchführung FS 1*)

##### 4.1. Konzeption des Strömungskanals

Ziel des Aufbaus eines Sensorprüfstandes ist es, den Netzwerkanalysator unter Laborbedingungen testen zu können und somit die Möglichkeit zu schaffen die Hard- und Software des Netzwerkanalysators zu optimieren. In einem weiteren Schritt erfolgt die Überführung des Messsystems der BTU an die Messeinrichtung des ILK zur Analyse industrieller Aerosole und Stäube.

Zu diesem Zweck sollen realitätsnahe definierte Verhältnisse simuliert werden. Hierbei ist insbesondere die exakte Einstellung von Anströmgeschwindigkeiten sowie die Vorgabe von definierten Feuchten und Temperaturen Teil der Konzeption.

Grundlage der Größenauslegung des Kanals bildet die strömungsmechanische Regel, dass die Kanallänge vor jedem Messpunkt mindestens das 5-fache des Kanaldurchmessers und nach dem letzten Messpunkt mindestens das 3-fache des Kanaldurchmessers betragen muss, um laminare Strömungsverhältnisse einhalten zu können. Die Abbildung 19 zeigt den prinzipiellen Aufbau der Anlage.

Zur Erzeugung des Gasstromes dienen handelsübliche Gebläse von PHYWE und ELWE. Beide Gebläse lassen sich in ihrer Geschwindigkeit regeln, wobei das Gebläse von ELWE sowohl blas- als auch saugseitig verwendet werden kann. Die Reinigung des Gasstromes erfolgt über einen vor- bzw. einen nachgeschalteten Filter. Die Geschwindigkeit des Gasstromes wird über ein Prandtlrohr oder ein Rotameter gemessen. Beides wurde vom ILK Dresden zur Verfügung gestellt. Die Fa. Topas GmbH stellt für die Messungen einen modifizierten Aerosolgenerator vom Typ ATM225 zur Erzeugung geringer Stoffmengen im Korngrößenbereich 0,2 bis 1,0µm und einen Kondensationsaerosolgenerator (SLG) zur Aerosolgenerierung monodisperser Aerosole bis 8µm bereit. Optional können in den Kanal noch ein Sieb zur besseren Homogenisierung von Feststoffaerosolen und ein Gitter zur elektrostatischen Aufladung des Aerosolstromes eingebracht werden.

Der Aufbau erlaubt die gleichzeitige Messung mit 4 Quarzen an Resonatorbausteinen (Frequenzzählung, Hardware aus Vorprojekt KF 0342201KFK1 vorhanden) sowie eines zusätzlichen Quarzes mit dem Netzwerkanalysator.

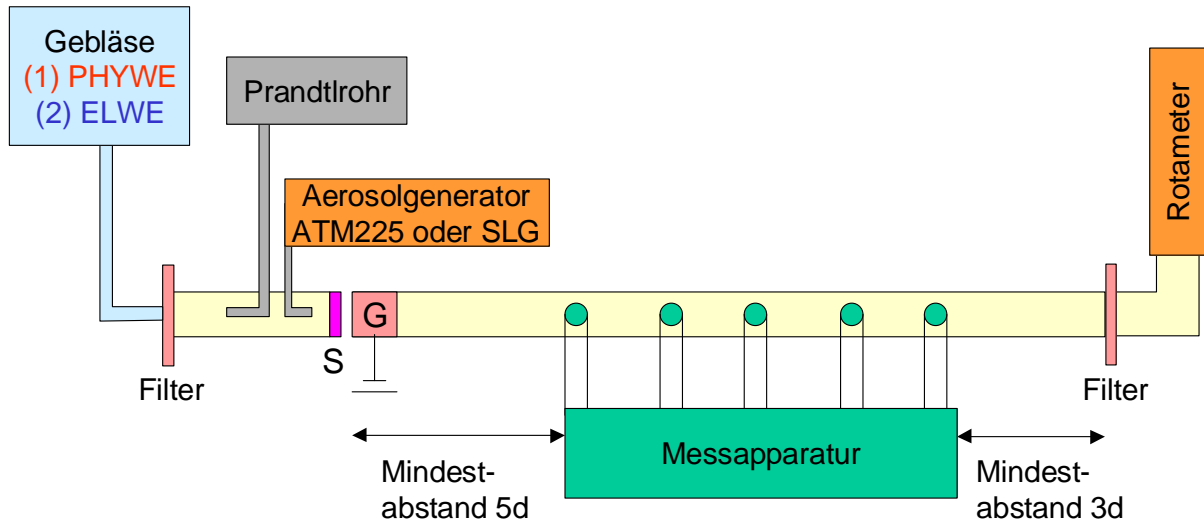


Abbildung 19 Prinzipskizze des Sensorprüfstandes,  $d$ -Kanaldurchmesser

#### 4.2. Ausführung des Laborströmungskanals

Wie bereits ausgeführt müssen aus strömungsmechanischen Gründen Mindestabstände vor, zwischen und nach den einzelnen Quarzmesspunkten eingehalten werden, wodurch die Gesamtlänge des Kanals durchmesserabhängig vorgegeben ist. Aus platztechnischen Gründen sowie zum besseren Transport haben wir uns für den Kanaldurchmesser 40mm entschieden. Die Gesamtlänge des Kanals beträgt 2m. Die Detailausführung des Kanals ist in Abbildung 20 gezeigt.

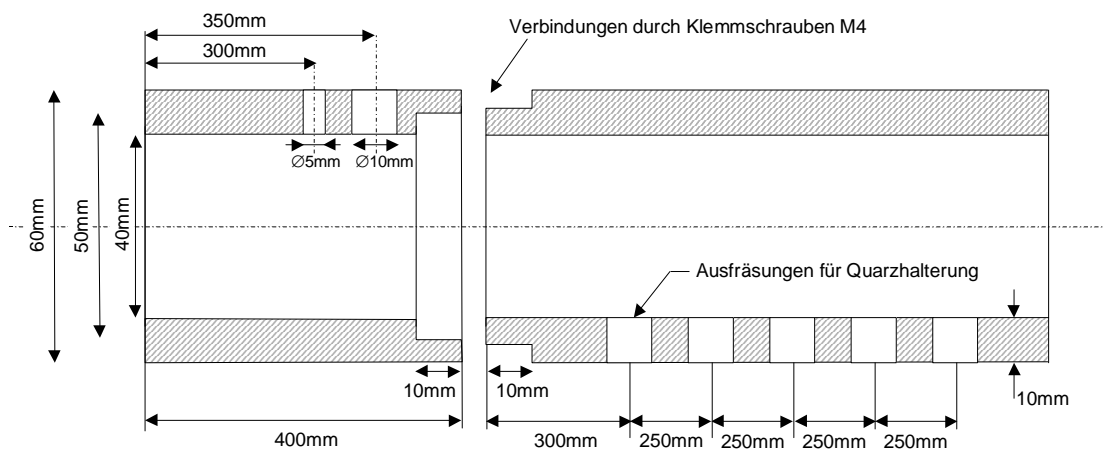


Abbildung 20 Kanal des Sensorprüfstandes - Zeichnung nicht maßstäblich!

Der Prüfstand besteht aus einem zweiteiligen Acrylrohr - einem 400mm langen Teil, in der Zeichnung links dargestellt, in welchem Öffnungen für das Prandtlrohr und den Aerosoleinlass eingebuchtet sind, und einem 1600mm langen rechten Teil. Im rechten Teil sind im Abstand von je 250mm fünf Durchlässe für Quarzhalterungen ausgefräst. Die Verbindung beider Teile ist gesteckt und mit Klemmschrauben M4 gesichert.



In die Enden des Kanals sind Flansche eingelassen und ebenfalls mit Klemmschrauben gesichert, an welchen mit einem entsprechenden Gegenstück die Gebläse bzw. das Rotameter angeschlossen werden können. Die Flansche am Kanal sind universell ausgeführt, so dass durch Wechsel des Gebläseanschlusses der Kanal saug- oder blasseitig betrieben werden kann. Darüber hinaus lässt sich der Kanal so relativ unproblematisch in andere Apparaturen integrieren. Das ist vor allem hinsichtlich der Analyse anderer Aerosole interessant, welche am ILK in Dresden erzeugt werden können. Die Geometrie der einzelnen Zwischenstücke zeigt die Abbildung 21. Zudem werden zwischen die Flansche noch die Filter geschaltet.

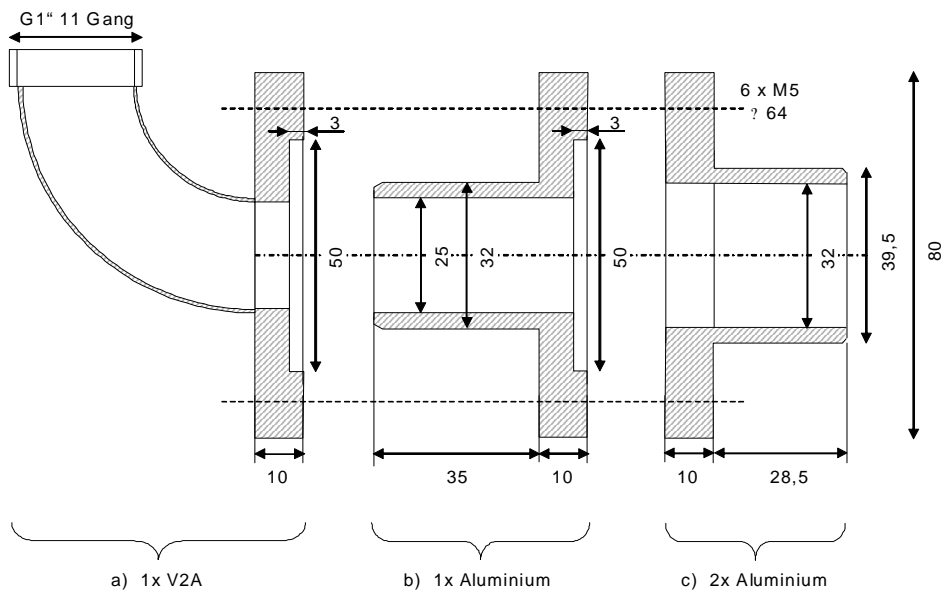


Abbildung 21 Flansche für Rotameter (a), für Gebläse (b) und am Kanal (c)

Die Realisierung des Sensorprüfstandes zeigen die Aufnahmen in Abbildung 22 und Abbildung 23.

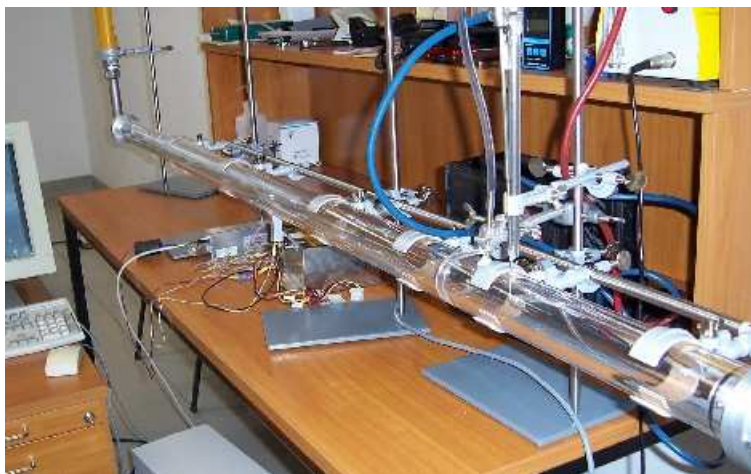


Abbildung 22 Sensorprüfstand

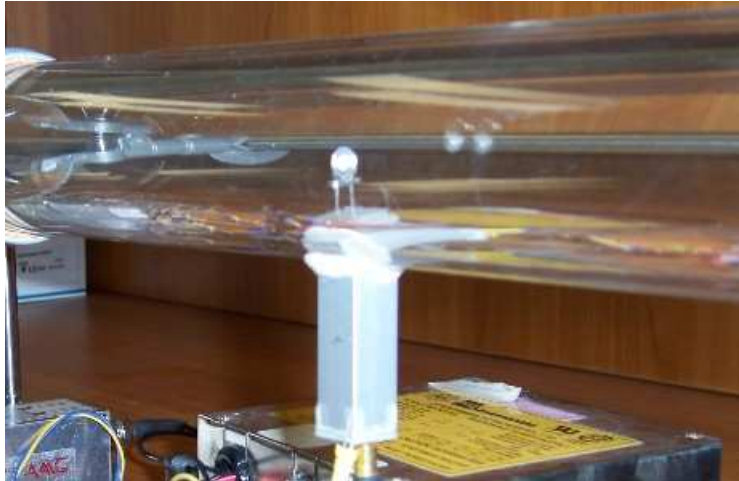


Abbildung 23 Sensorprüfstand - Quarzeinbau mit Resonatorbaustein im Kanal

### 4.3. Testmessungen am Laborströmungskanal mit einer Resonatorschaltung

Nach dem Aufbau des Sensorprüfstandes wurden erste Testmessungen mit der Resonatorschaltung durchgeführt. Ziel dieser Messungen war es, den Betrieb der Anlage hinsichtlich der Strömungsverhältnisse sowie der Reinheit zu testen.

Als erstes wurde mittels des Prandtlrohres die Strömungsgeschwindigkeit in Abhängigkeit der Gebläsestufen gemessen und somit eine Kalibrierung für die Strömungsgeschwindigkeit durchgeführt. Die Ergebnisse sind für beide Gebläse in der Abbildung 24 dargestellt.

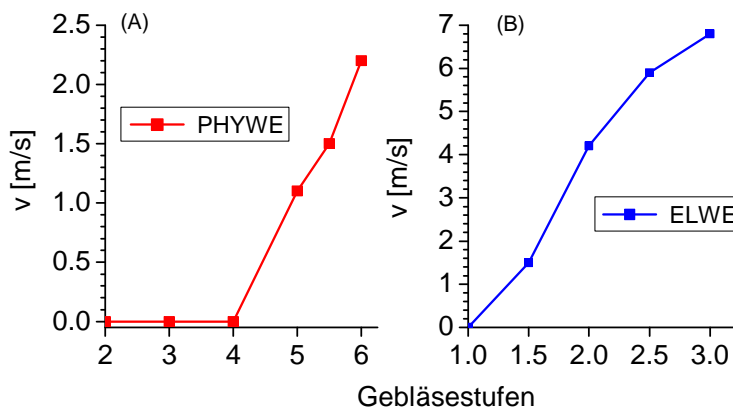


Abbildung 24 Strömungsgeschwindigkeit in Abhängigkeit der Gebläsestufen  
(A) Gebläse PHYWE (B) Gebläse ELWE

Für einen homogenen Aerosolstrom sind Strömungsgeschwindigkeiten von mindestens 1m/s erforderlich, da erst ab dieser Geschwindigkeit das Aerosol getragen wird. Die maximal gemessene Geschwindigkeit betrug  $\approx 7\text{m/s}$ . Höhere Geschwindigkeiten wurden nicht untersucht, da diese nicht von technischer Relevanz sind.

Im Weiteren wurde die Frequenzverschiebung der Schwingquarze bezüglich der Strömungsgeschwindigkeit analysiert. Wie der Abbildung 25 zu entnehmen ist, kommt es in Abhängigkeit der Gebläsestufen zu einer Grundverstimmung der Quarze. Diese beruht zum einen auf den Strömungseinfluss und zum anderen auf Verschmutzungen der Raumluft, welche nicht durch die Filtrierung eliminiert werden konnten.

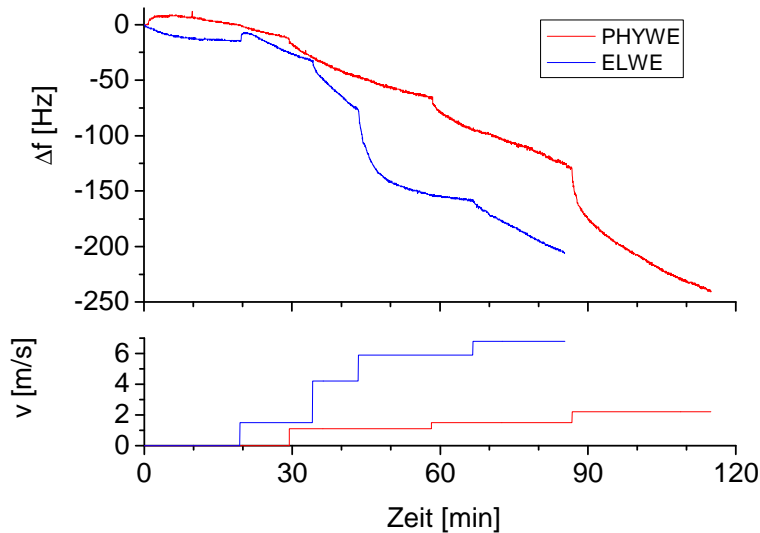


Abbildung 25 Frequenzverschiebung in Abhängigkeit der Strömungsgeschwindigkeit

Die Abbildung 26 zeigt links den Filter am Kanaleingang und rechts den Filter am Kanalausgang nach ca. 5-stündigem Betrieb bei verschiedenen Strömungsgeschwindigkeiten.



Abbildung 26 Filter nach ca. 5-stündigem Betrieb am Kanaleingang (links) und am Kanalausgang (rechts)

Betrachtet man nun die Frequenzverschiebung unter dem Aspekt, dass noch Luftverunreinigungen in Form von Partikeln im Kanal vorhanden sind, ist ein strömungsbedingtes Sättigungsverhalten der Quarze zu verzeichnen. Das heißt, es bildet sich ein Gleichgewicht zwischen angelagerten und abgeblasenen Partikel auf dem Quarz. Ausgehend von dieser Überlegung sind weitere Messungen zum Sättigungsverhalten durchgeführt worden. Die Abbildung 27 zeigt am Beispiel des ELWE-Geblasses, dass sich diese Partikelschicht strömungsbedingt reversibel ausbildet. Das heißt, je nach Strömungsgeschwindigkeit schwingt sich der Quarz auf ein anderes Niveau der Grundverstimmung ein. Die Analyse der Aerosole wird durch dieses Verhalten nicht beeinträchtigt, wie die weiteren Betrachtungen zeigen.

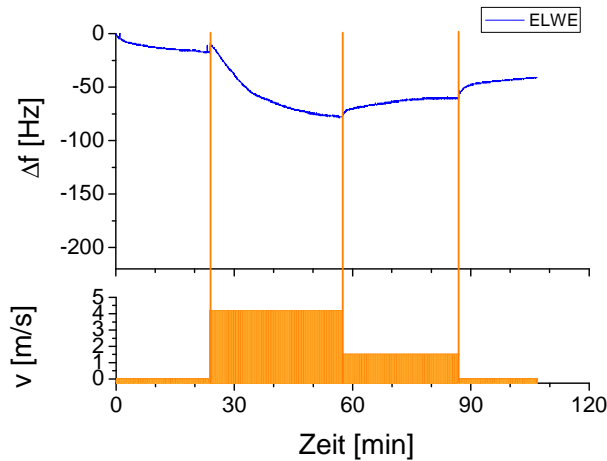


Abbildung 27 Sättigungsverhalten der Quarze bei verschiedenen Strömungsgeschwindigkeiten

#### 4.4. Aerosolmessungen mit Resonatorschaltung

Erste Aerosolmessungen wurden mit Flüssigaerosolen durchgeführt. Zur Aerosolerzeugung wurde der Generator ATM225 mit dem Testöl DEHS genutzt. Die Strömungsgeschwindigkeit betrug 2,7m/s (Gebläse PHYWE).

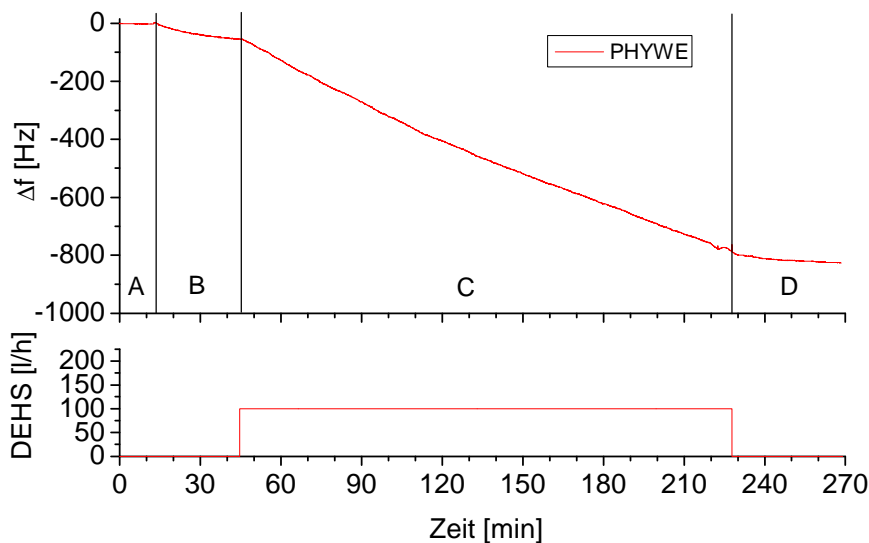


Abbildung 28 Aerosolmessungen

- (A) Einschwingen des Quarzes, (B) Luftstrom ohne Aerosol  
(C) Luftstrom plus Aerosol, (D) Luftstrom ohne Aerosol

Die Abbildung 28 zeigt die Ergebnisse. Der erste Bereich (A) bis ca. 15min zeigt das Einschwingverhalten des Quarzes ohne Luftstrom. Im Bereich (B) von 15-45min erfolgt die Grundverstimmung des Quarzes im Luftstrom ohne Aerosol. Ab 45min (Bereich C) wird dem Luftstrom über den Generator der DEHS-Aerosolstrom zugegeben. Der Aerosolstrom beträgt 100l/h. Es wird hierbei eine kontinuierliche Frequenzabnahme der Quarzschwingungen aufgezeichnet. Das heißt, die Aerosoltröpfchen lagern sich irreversibel auf der Quarzoberfläche an, was die nahezu konstant bleibende Frequenzverschiebung nach Abschaltung des Aerosolstromes (Bereich D) erklärt.

#### 4.5. Erste Testmessungen mit dem Netzwerkanalysator am Strömungskanal

Mit der beschriebenen Hard- und Software wurden erste Testmessungen am Strömungskanal im Labor durchgeführt (siehe Abbildung 8). Bei diesen Messungen wurde auf die generelle Funktionsweise fokussiert, aber es fanden auch erste Tests mit zugeschaltetem Luftstrom im Kanal statt. Hierbei wurde das Gebläse der Fa. ELWE saugseitig (siehe oben) verwendet. In Abbildung 29 sind die ersten (Bildteile a, b) und dritten (Bildteile c, d) Harmonischen für unterschiedliche Zeiten dargestellt. Bei diesem Experiment wurde der Quarz im Kanal zunächst 5 Minuten ohne Luftzufuhr vermessen (Bildteile a, c). Wie man den zugehörigen Spektren, die jede Minute aufgezeichnet wurden, entnimmt, sind diese recht stabil. Nach 5 Minuten wurde das Gebläse in Stellung 3 angeschaltet, was einer recht hohen Strömungsgeschwindigkeit von 7m/s entspricht (siehe Abbildung 24). Die entsprechenden Spektren zeigen, dass hier bei der dritten Harmonischen keine Messung mehr möglich war. Jedoch zeigte sich in der Grundschiwingung beim Beobachten des Displays des Netzwerkanalysators eine stetige Verschiebung des Spektrums in den ersten beiden Minuten nach Anschalten der Luftzufuhr. Dies wird auch in den gespeicherten Spektren nach der 6. und der 7. Minute deutlich. Man erkennt sowohl eine Verschiebung des Impedanz- und Phasenspektrums zu kleineren Frequenzen als auch eine Verbreiterung des Impedanzminimumpeaks und ein Konvergieren der Resonanzfrequenzen, d.h. der Abstand der Punkte, an denen die Phase=0 ist, wird kleiner. Danach blieben die Spektren wieder konstant. Das zeigt, dass hier eine deutliche Veränderung des den Quarz umgebenden Mediums stattgefunden hat. Möglicherweise ist das Spektrum der dritten Harmonischen aus dem Scanbereich herausgeschoben, aber auch Applikationsprobleme können Ursache dafür gewesen sein.

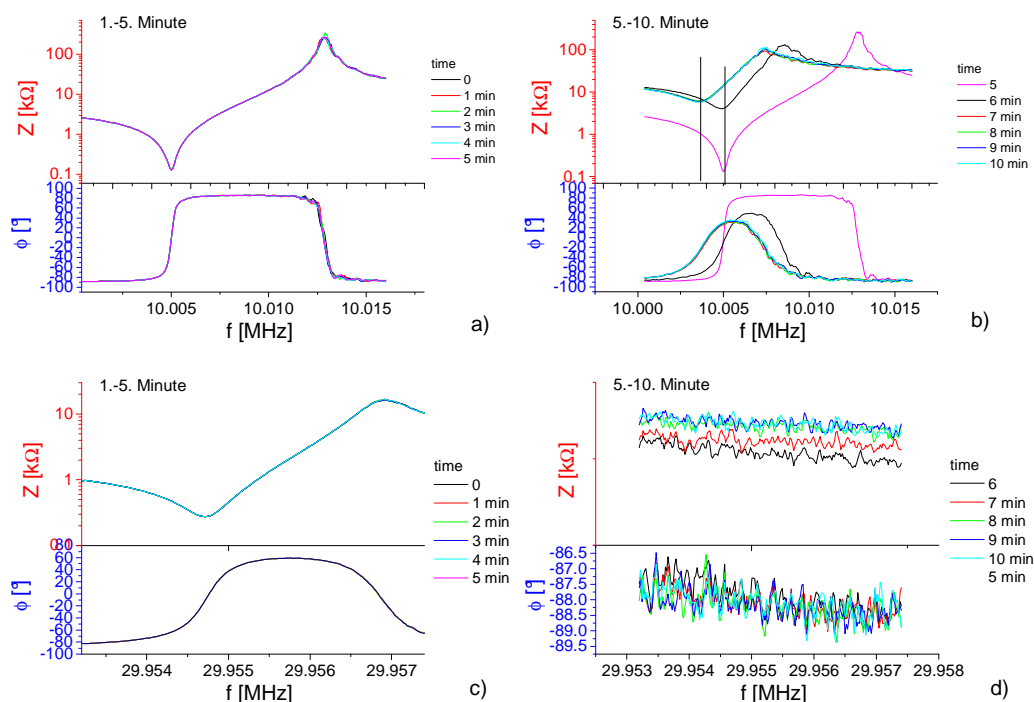


Abbildung 29 Impedanz- und Phasenspektrum eines 10MHz-Schwingquarzes bei der ersten (a, b) und dritten (c, d) Harmonischen im Testkanal ohne Luftstrom (a, c) und nach eingeschaltetem Luftstrom von 7m/s

Während dieser Messung wurden starke Undichtigkeiten im Kanal festgestellt, was Ursache für die Signalveränderung sein kann (turbulente Strömungseinflüsse). In einer Wiederholung der Messung mit dann dichtem Kanal blieben die Spektren konstant.

Bei einer weiteren Messung mit konstantem Luftstrom (7m/s) zeigten sich nach einer bestimmten Zeit Änderungen der Signale sowohl in der ersten als auch in der dritten Harmonischen (Abbildung 30).

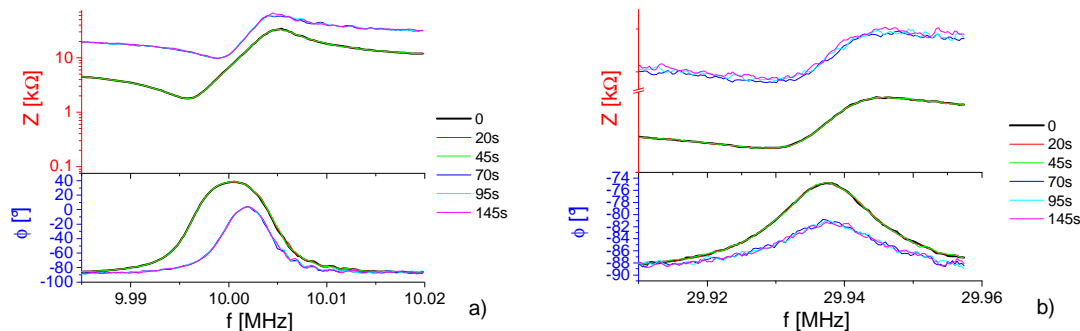


Abbildung 30 Impedanz- und Phasenspektrum eines 10MHz-Schwingquarzes bei der ersten (a) und dritten (b) Harmonischen im Testkanal bei einem konstanten Luftstrom von 7m/s

Auch wenn hier nicht klar ist, warum sich die Spektren zu größeren Frequenzen hin verschieben, soll die Abbildung zeigen, dass in beiden Frequenzbereichen gleichzeitig Änderungen detektiert werden können.

In den weiteren Messungen mit optimierten Kanalbedingungen lag der Schwerpunkt des Projektzeitraumes 2008. Hierbei wurden sowohl Messungen im Labor als auch am Strömungskanal des ILK durchgeführt.

## 5. Aerosolerzeugung und Charakterisierung (Durchführung FS 2)

### 5.1. Aufbau eines Sensorprüfstandes zur Untersuchung der Anlagerung von Aerosolen auf Schwingquarzoberflächen

#### 5.1.1. Versuchsaufbau

Der Laborversuchsstand soll realitätsnahe, definierte Verhältnisse simulieren. Für den Aufbau des Laborprüfstandes (Abbildung 31) zur Untersuchung des dynamischen Verhaltens von Schwingquarzen wurden die Anforderungen erstellt und die Konzeption ausgearbeitet. Der Aufbau des Prüfstandes wird weitgehend durch vorhandene Anlagenteile im Versuchsfeld des ILK realisiert.

Der Prüfstand besteht aus:

- Drucklufteinheit mit Filtereinheit und Volumenstromregelung zur Erzeugung partikelfreier Luft
- Entspannungskammer mit Aerosoldosierung am Eintritt
- Rohrleitung (Größeneinheit Durchmesser 100) zur Messkammer mit eingebauter Haken-sonde zur Messung und Überprüfung der Konstanz der dosierten Test-Aerosolkonzentration
- Rohrleitung mit eingebauten Hakensonden zum Anschluss von Messgeräten, wie Kondensationskernzähler (SMPS- System) zur Vergleichsmessung.

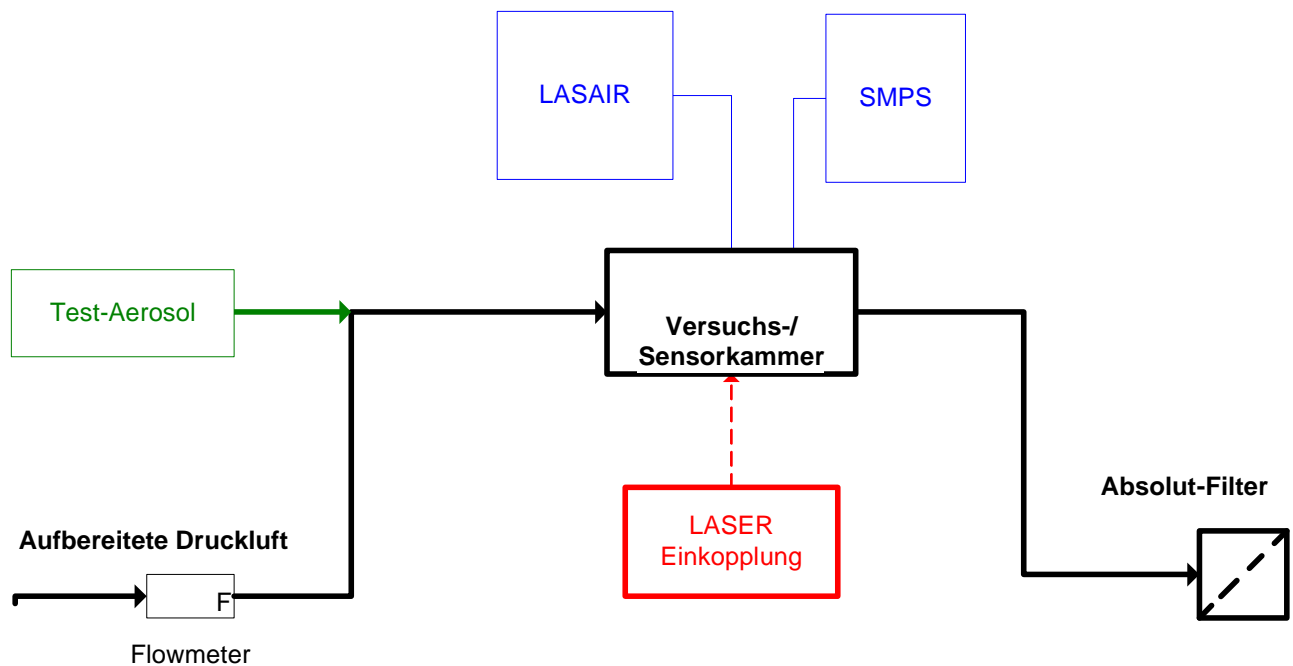


Abbildung 31 Schematischer des Versuchsaufbaus zur Aerosolerzeugung

Entsprechend der Festlegungen des ersten Zwischenberichtes wurden Untersuchungen mit verschiedenartigen Aerosolen wie folgt durchgeführt:

- Salz- Aerosol ( KCl )
- Ruß (Flammenruß)
- Öl ( Kompressoren- Öl)
- Modellaerosol (DEHS).

Darüber hinaus wurde festgelegt, dass ein spezieller Anwendungsfall in der Industrie - Laser-Rauch - mit aufgenommen werden soll. Hier wird Sensorik sowohl unter dem Aspekt des Produktschutzes, als auch der Sicherung der Luftqualität am Arbeitsplatz (Vorsorge- Prinzip) benötigt. Für diese Aerosole waren Möglichkeiten der Darstellung unter Prüfstandsbedingungen zu schaffen.

### 5.1.2. Erzeugung des Luftvolumenstromes

Die Versorgung des Versuchsaufbaus mit partikelfreier Luft erfolgt über das Druckluftnetz des ILK. Zur Erzeugung der Druckluft stehen zwei Schraubenkompressoren (Typ SM 11 und Typ SX 4) der Firma Kaeser Kompressoren GmbH, Coburg zur Verfügung. Die Druckluft passiert nach dem Eintritt in das Rohrsystem des Prüfstandes eine Filtereinheit (Abbildung 32) und Volumenstromregelung, bestehend aus den Komponenten:

- Druckregelventil; Typ LFR-M3-G1/2-C10RG; Nenndurchsatz: 4400 l/min,
- Feinfilter; Typ LFM-M3-G1/2-BR; Nenndurchsatz: 1000 l/min,
- Feinstfilter; Typ: LFM-M3-G1/2-AR; Nenndurchsatz: 580 l/min,
- Aktivkohlefilter; Typ: LFM-M3-G3/8-XRAC; Nenndurchsatz: 1200 l/min
- Drucksensoren zur Überwachung des Druckes
- Volumenstrommessung über Geschwindigkeitsmessgerät der Firma Höntzsch GmbH, Typ TA Di 25 GE 60 m/s
- Regelventil zur Regelung der Luftmenge

In Abbildung 33 ist der Teil des Prüfstandes zu sehen, der zur Aufbereitung der Luft und der Regelung des Volumenstromes verwendet wird.



Abbildung 32 Filtereinheit zur Entfernung vorhandener Partikel in der Druckluft



Abbildung 33: Teil des Prüfstandes zur Aufbereitung der Luft und Regelung des Volumenstromes

### 5.1.3. Versuchskammer

Auf der Anströmseite wird das Zuluftrohr ( $\varnothing$  100 mm) angeflanscht. Zur Sicherung eines gleichmäßigen Anströmprofils ist in der Kammer ein Lochblech (Flächenverhältnis 50:50) angebracht. An der gegenüberliegenden Wand befinden sich zwei Rohrstützen. Einer dient der Absaugung des Laseraerosols, der andere zur Erzeugung einer Querströmung, um die Effizienz der Absaugung zu überprüfen. Vor dieser Gehäusewand ist ebenfalls ein Lochblech angebracht.

In der Mitte befindet sich ein Drehteller auf dem der Sensor positioniert werden kann. Der Antrieb erfolgt über einen Spezialmotor mit einer Drehzahl von 2 min<sup>-1</sup>.



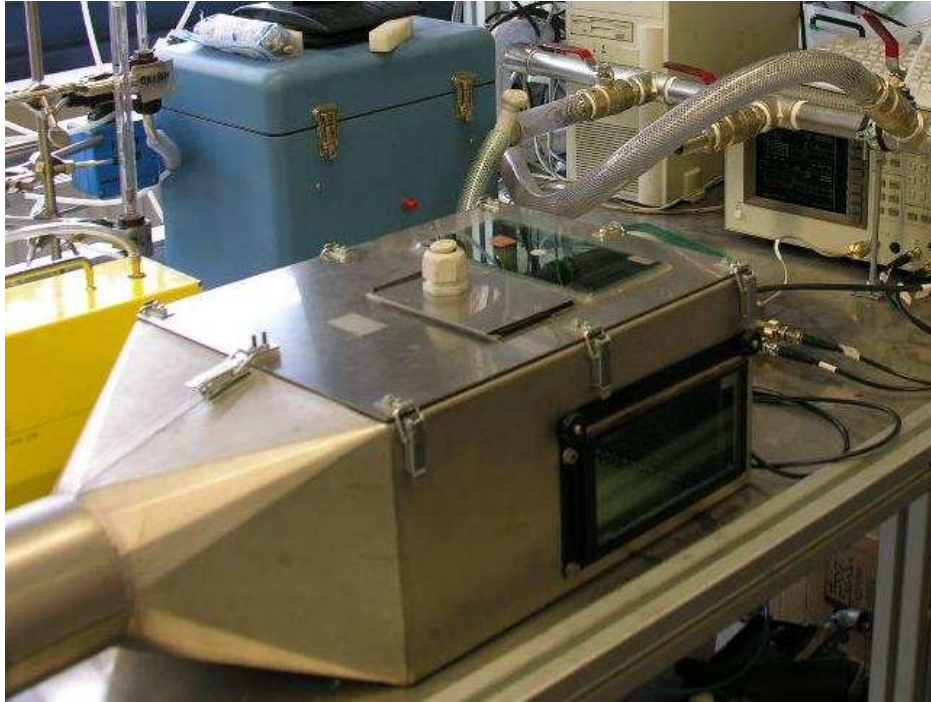


Abbildung 34: Versuchsstands Aufbau mit Versuchskammer

## 5.2. Einsatz dispergierter und neutraler Teststäube

### 5.2.1. Salz- Aerosol

Für die Darstellung eines Salz- Aerosols wurde Untersuchungen mit einem Aerosolgenerator vom Fabrikat TOPAS durchgeführt. Dabei zeigte sich, dass insbesondere ein extrem trockener Trägerluftstrom erforderlich ist. Dies konnte durch den Einsatz eines Diffusionstrockners ermöglicht werden, mit welchem der Taupunkt auf  $-50\text{ °C}$  abgesenkt werden konnte. Die Partikelgrößenverteilung des Salzaerosols in Abbildung 35 exemplarisch dargestellt.



Abbildung 35 Versuchsanordnung Testaerosolmessung mit Aerosolgenerator ATM 210

Für die reproduzierbare Einstellung der Partikelkonzentration wurden der Vordruck am Dosierer und die Feuchte des Luftstromes variiert. Schlussendlich konnte eine Einstellung für eine stabile Partikelkonzentration ermittelt werden.

Es wird eingeschätzt, dass vor allem das Salzaerosol für die Untersuchung der Schwingquarz-Charakteristik von Bedeutung ist. Daher war zu erreichen, dass feine Salzpartikel im Partikelgrößenbereich der übrigen Aerosole hergestellt werden konnten. Wie Abbildung 36 zeigt, ist ein Anzahl-Maximum der Partikelzahl bei rund 200 nm festzustellen. Dies steht in sehr guter Übereinstimmung mit den anderen zu dosierenden Aerosolen.

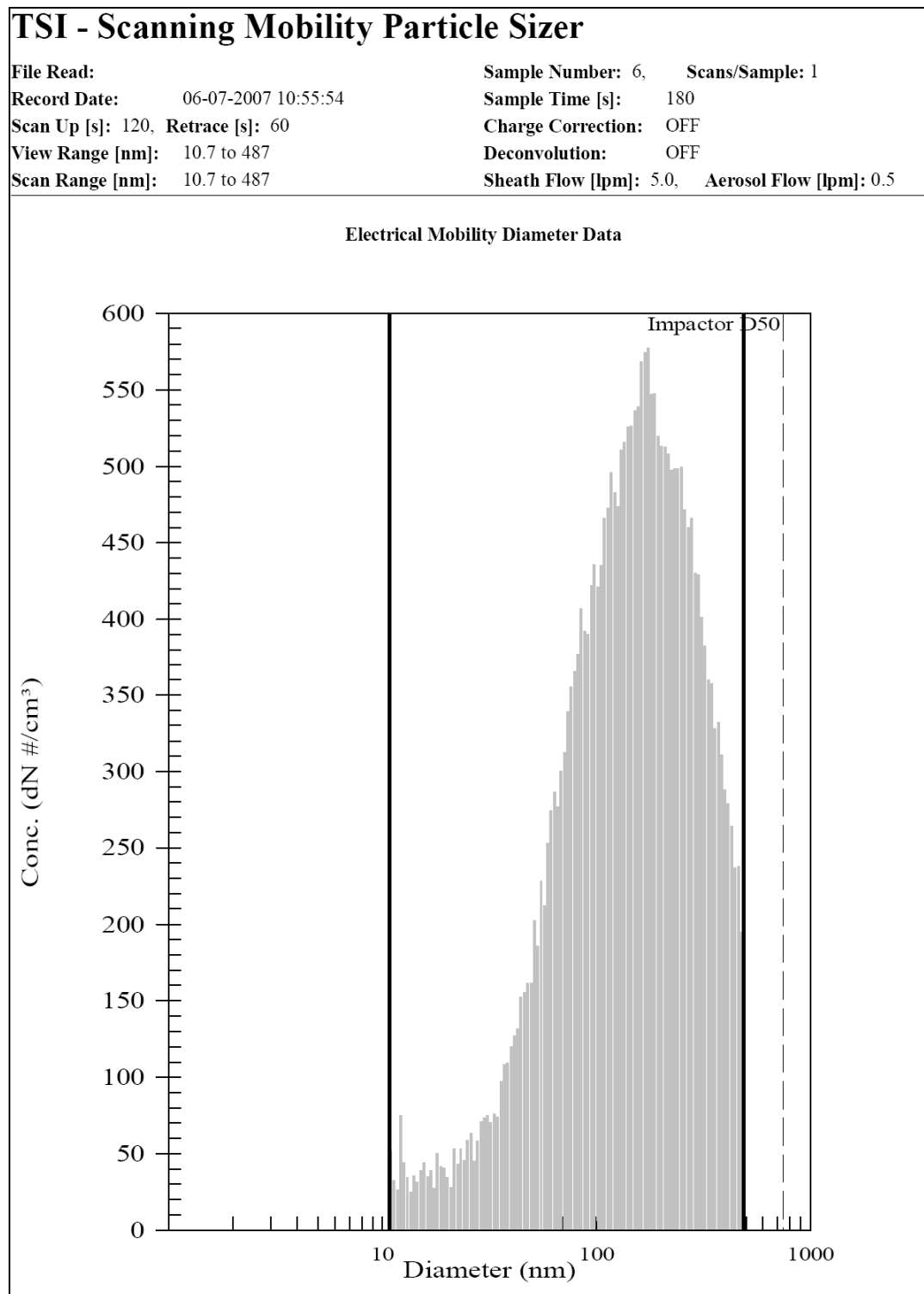


Abbildung 36 Messergebnis Partikelgrößenverteilung für KCl- Aerosol

### 5.2.2. Flammen- Ruß

Für die Untersuchungen mit Ruß wurden zunächst Voruntersuchungen zur Redispergierung von handelsüblichen Ruß- Partikeln (Printex, Fa. Degussa) durchgeführt. Dabei wurden Staubdispergierer der Fa. TOPAS eingesetzt. Es zeigte sich, dass die Scherkräfte in der Dispergierdüse nicht ausreichen, um eine Redispergierung zu realisieren. Der mittlere erreichbare Partikeldurchmesser lag bei 1 Mikrometer. Daher wurde mit Projektmitteln eine Verbrennungskammer angeschafft, mit welcher die Verbrennung von Propangas und die Erzeugung von Russpartikeln realisiert werden kann. Dabei kann die Partikelgröße eingestellt werden; allerdings ändert sich dabei die Massenkonzentration, welche aber durch die Nachregelung Trägerluftstrommenge annähernd konstant gehalten werden kann.

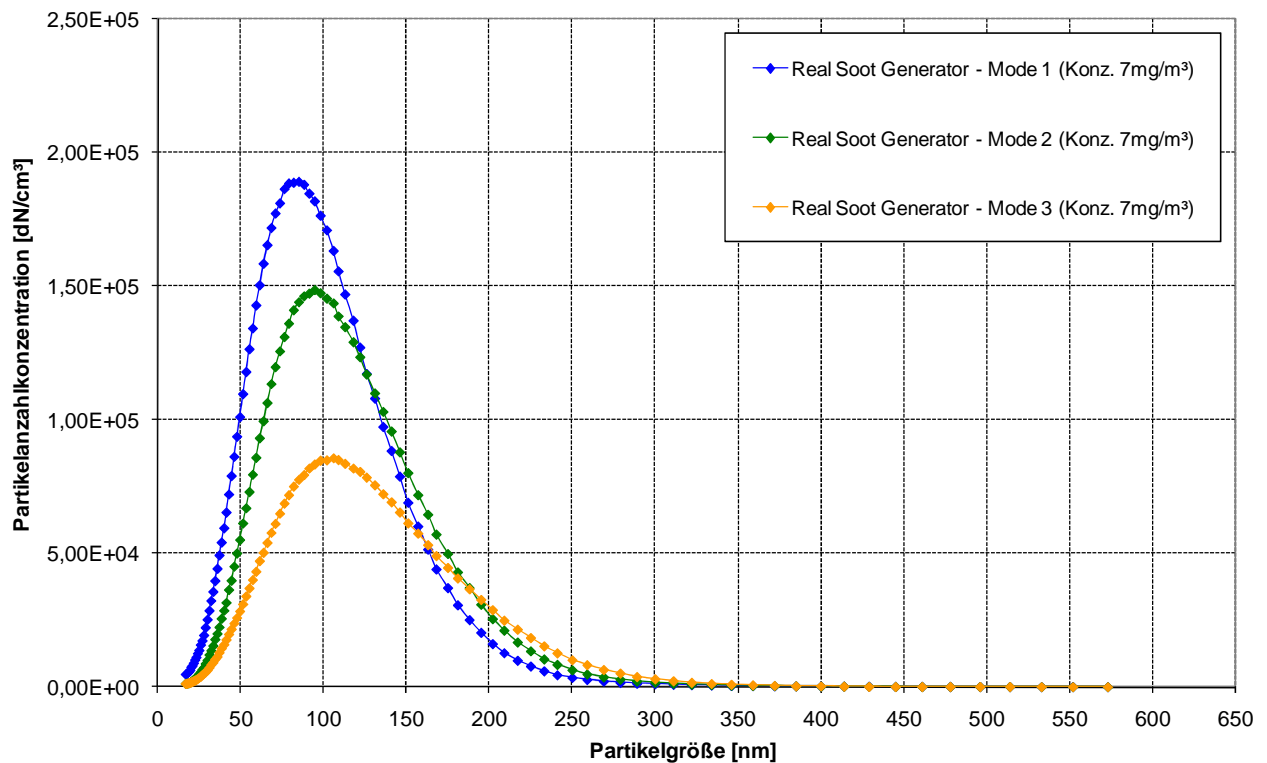


Abbildung 37 Messergebnis Partikelgrößenverteilung für Ruß



Abbildung 38 Brennkammer/Aerosolgenerator für Flammenruß, Diffusionstrockner

### 5.2.3. Laser- Aerosol

Für die Erzeugung des Laser- Aerosols wurde ein Material ausgewählt, aus dem Elektronik- Bau- gruppen gefertigt werden. Aus der Praxis ist bekannt, dass insbesondere bei der Bearbeitung von Plast- und Duroplast- Materialien Emissionen entstehen. In ersten Versuchen wurde im Continuous-Wave-Modus mit 5 Watt, 10 Watt und 15 Watt Laserleistung geschnitten.

Die Bestrahlung erfolgt im Fokus des Lasers. Der Durchmesser des kreisrunden Schnittes beträgt 40 mm. Die Umlaufzeit des Tellers beträgt 25,4 s. Damit ergibt sich eine Schnittgeschwindigkeit von 5 mms<sup>-1</sup>. Abbildung 39 zeigt eine Schnappschuss-Aufnahme von den bei der Versuchsdurchführung aufgenommenen Video- Sequenzen. Die Partikelgrößenanalytik erfolgte sowohl durch Mobilitätsuntersuchung als auch im Streulichtverfahren. Die Versuchsbedingungen wurden für beide Messverfahren gleich gewählt.

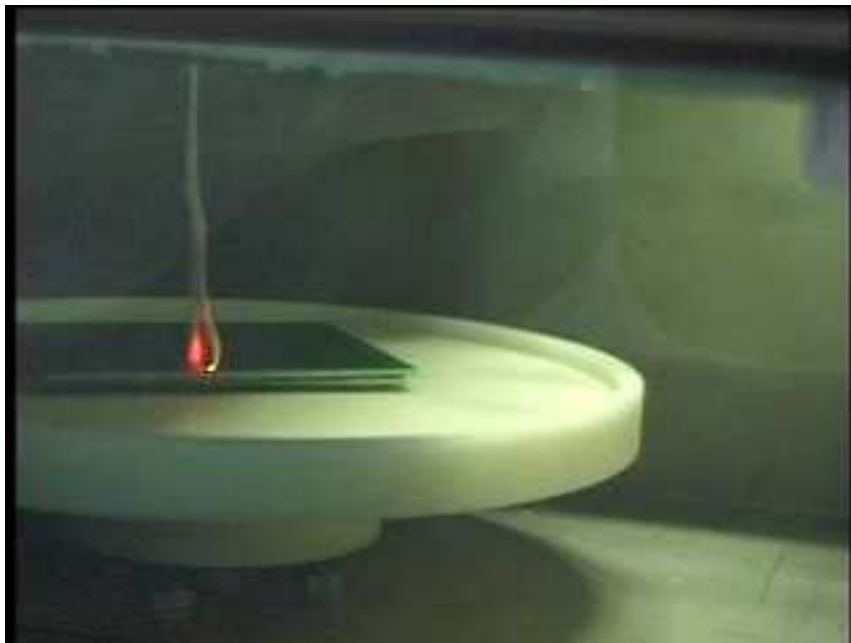


Abbildung 39 Rauchsäule bei einer Lasereinwirkung von 30 W Dauerstrich

Erste Untersuchungen zur Charakterisierung des Laserrauches mit dem SMPS-System zeigt Abbildung 40. In Abhängigkeit der Laserleistung ist für hohe Leistungen eine deutlich erhöhte Partikelanzahlkonzentration im Bereich kleiner 1  $\mu\text{m}$  in der Versuchskammer zu erkennen. Die Partikelkonzentration ist für 20 bzw. 30 W Laserleistung gegenüber der Hintergrundbelastung nahezu verdreifacht. Eine Laserleistung von 10 W zeigt keine erhöhte Partikelkonzentration. Dieses Messergebnis lässt sich mit Beobachtungen durch die Sichtfenster der Versuchskammer erklären, die keine Laserrauchbildung erkennen ließen. Untersuchungen des Laserrauches mit dem LA-SAIR-Partikelzähler bestätigen die SMPS-Ergebnisse (vgl. Abbildung 41). Auch hier sind für hohe Laserleistungen in den betrachteten Partikelgrößenbereichen deutlich erhöhte Anzahlkonzentrationen messbar.

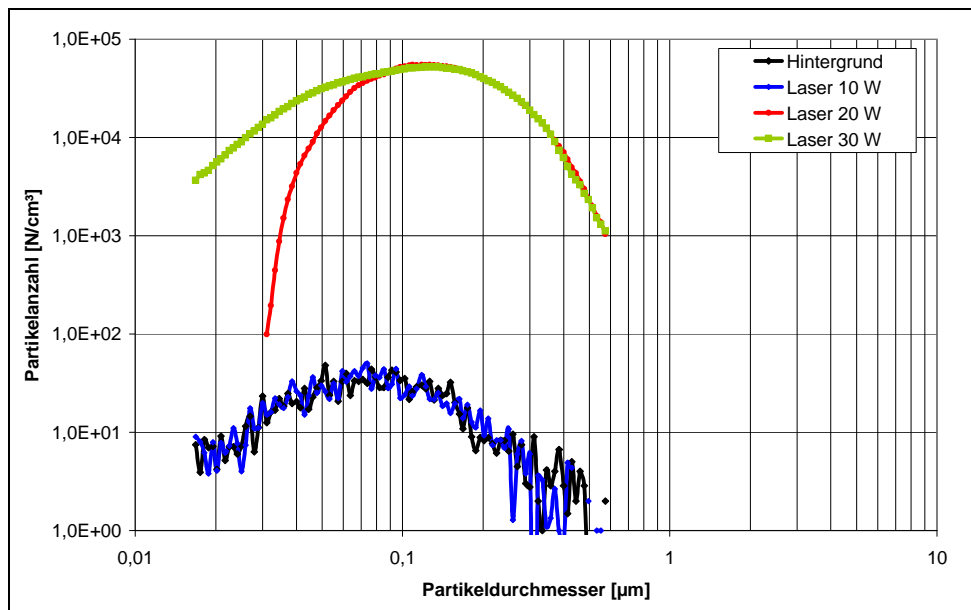


Abbildung 40 Laserrauchcharakterisierung in Abhängigkeit der Laserleistung, SMPS-Messung in Versuchskammer

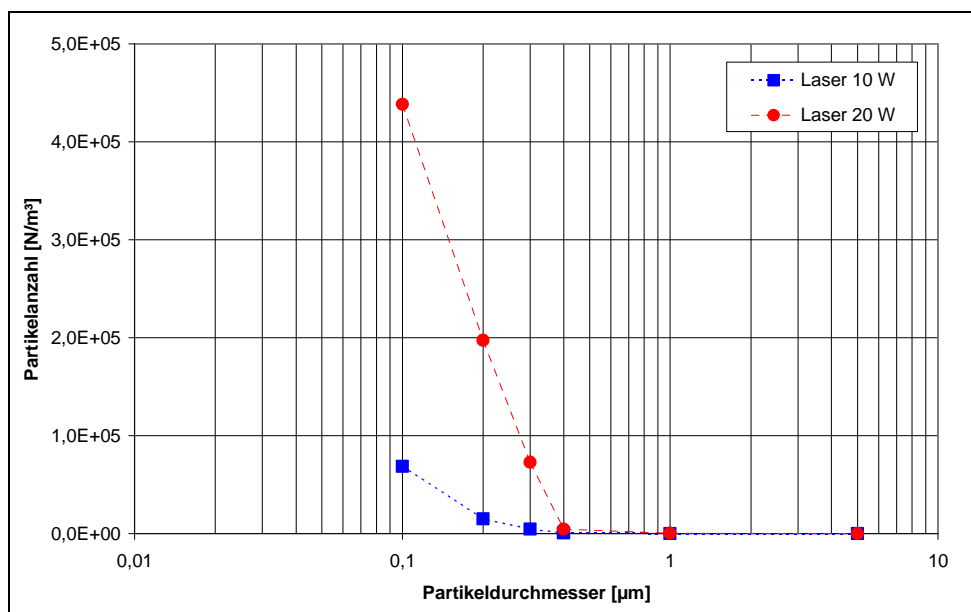


Abbildung 41 Laserrauchcharakterisierung in Abhängigkeit der Laserleistung, LASAIR-Messung in Versuchskammer

### 5.3. Erzeugung definierter Tropfen u. Tropfenkollektive aus unterschiedlichen Flüssigkeiten und Schadstoffen

#### 5.3.1. Öl- Aerosol

Für die Erzeugung des Öl- Aerosol wurde auch der druckfeste Dosierer vom Typ ATM 210 (TOPAS GmbH) eingesetzt. Es wurde allerdings eine modifizierte Düse für die Aerosolzerstäubung eingesetzt. Dabei konnte eine Partikelgrößenverteilung (vgl. Abbildung 42) mit dem Anzahl- Maximum bei rund 100 nm festgestellt werden.

# TSI - Scanning Mobility Particle Sizer

<b>File Read:</b>		<b>Sample Number:</b> 4,	<b>Scans/Sample:</b> 1
<b>Record Date:</b>	04-06-2007 15:47:31	<b>Sample Time [s]:</b>	210
<b>Scan Up [s]:</b> 180,	<b>Retrace [s]:</b> 30	<b>Charge Correction:</b>	OFF
<b>View Range [nm]:</b>	10.4 to 505	<b>Deconvolution:</b>	OFF
<b>Scan Range [nm]:</b>	10.4 to 505	<b>Sheath Flow [lpm]:</b> 5.0,	<b>Aerosol Flow [lpm]:</b> 0.5

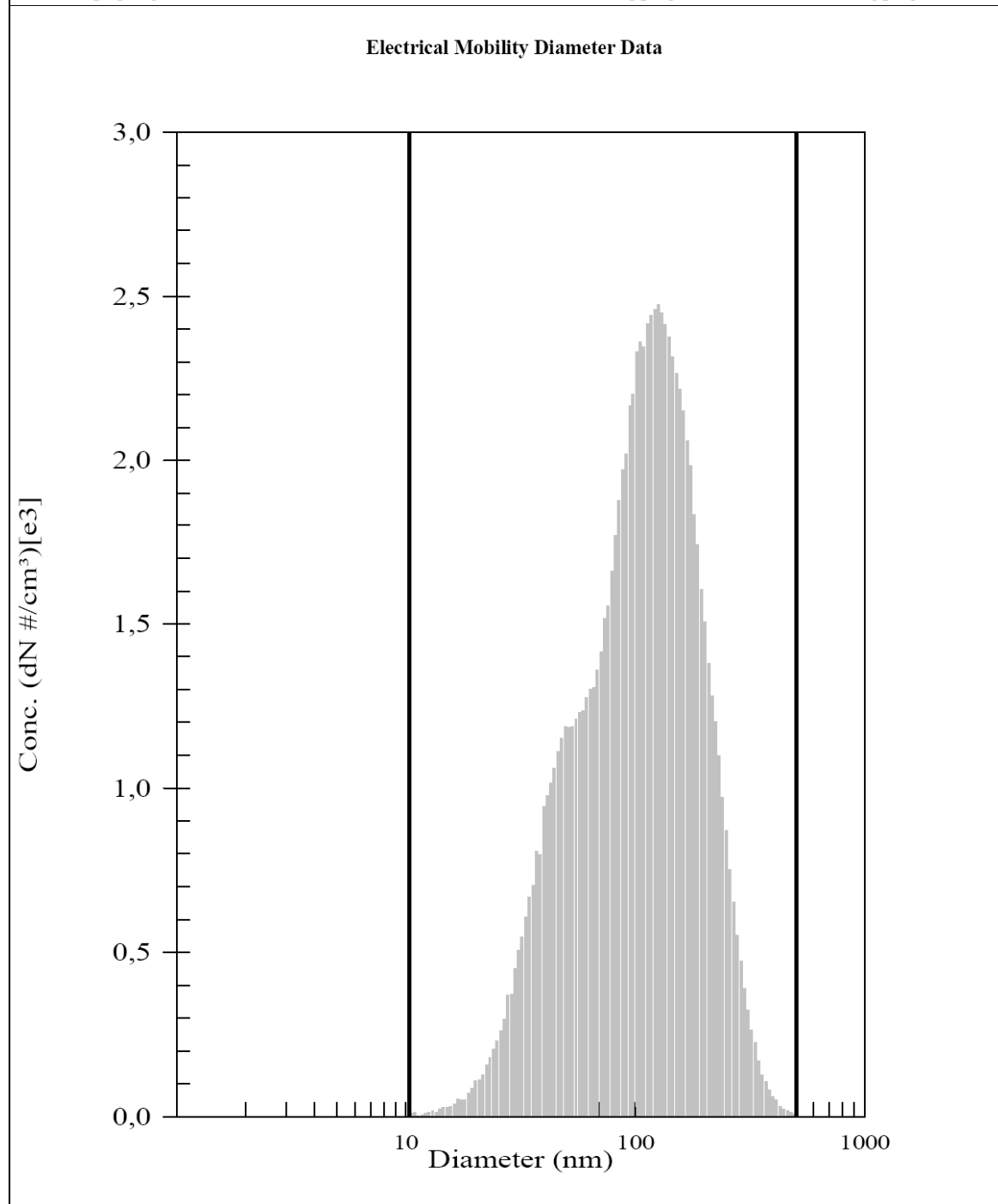


Abbildung 42 Testaerosolmessung mit Aerosolgenerator ATM 210

### 5.3.2. Referenz- Aerosol – DEHS

DEHS- Aerosol ist ein Standard- Aerosol, welches in der Prüfung von Lüftfiltern eingesetzt wird. Insbesondere in der Reinraumtechnik wird beim anschnellen von Filtern ausgenutzt, dass das Aerosol nach einiger Zeit abdampft und nicht auf dem Filtermaterial verbleibt. Im Rahmen der Untersuchungen wird angestrebt, diese Effekte auch zu nutzen und Versuche zur Mehrfachbeladung von Filtern durchzuführen.

Folgende Parameter waren zu ermitteln:

- Messung der entstehenden Tröpfchengröße des Testaerosols
- Überprüfung der Reproduzierbarkeit des Testaerosols.

Mit Hilfe des Aerosolgenerators ATM 225 wurde ein Aerosol mit einem Partikelgrößenspektrum von 0,05 bis 0,6  $\mu\text{m}$  mit einem ausgeprägten Modalwert von ca. 230 nm generiert. Die Versuchsanordnung zur Testaerosolmessung mit Partikelzähler LASAIR II / 110 zeigt Abbildung 43. Nach der Parametrierung des Aerosolgenerators wurde die Reproduzierbarkeit des Tröpfchenspektrums überprüft. Dazu wurden alle Volumenströme zurückgesetzt und die festgelegten Parameter neu justiert und das Tröpfchenaerosol erneut charakterisiert. Dieser Vorgang wurde mehrfach wiederholt.



Abbildung 43 Versuchsanordnung Testaerosolmessung mit Aerosolgenerator ATM 225

Abbildung 44 zeigt eine sehr gute Reproduzierbarkeit für die Generierung des Testaerosols DEHS in der Versuchskammer.

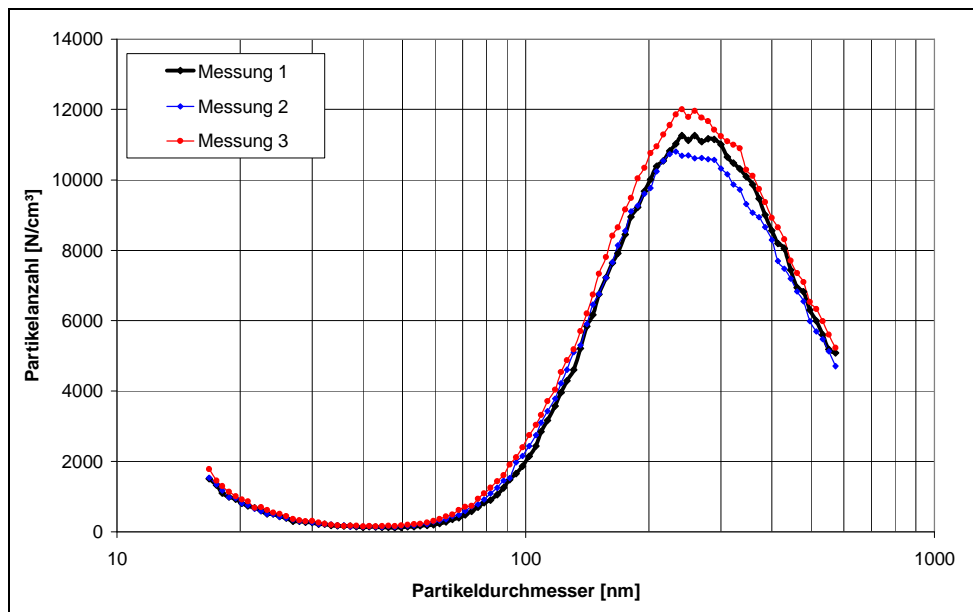


Abbildung 44 Reproduzierbarkeit Testaerosol DEHS in Versuchskammer, SMPS-Messung

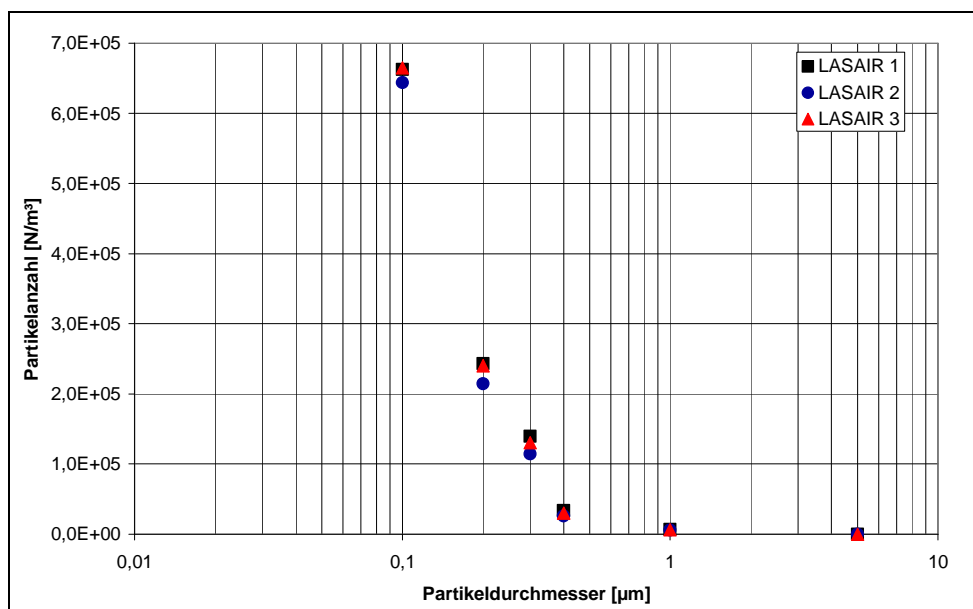


Abbildung 45 Reproduzierbarkeit Testaerosol DEHS in Versuchskammer, LASAIR-Messung

Die Charakterisierung des Testaerosols DEHS mit dem Partikelzähler LASAIR zeigt Abbildung 45. Abweichend vom Ergebnis der Partikelgrößenverteilung mit dem SMPS ist ein erhöhter Anteil an feinen Partikeln der Größe 0,1 µm zu erkennen. Da beide Messverfahren die Partikel nach unterschiedlichen Prinzipien klassieren (SMPS: elektrische Mobilität des Partikels, LASAIR: optischer Durchmesser des Partikels durch Streulichtdetektion), sind die Ergebnisse kein Widerspruch. Unterschiede ergeben sich weiterhin in der gemessenen Partikelanzahl der verschiedenen Messsysteme. Ein erhöhter Partikelanteil im Bereich 0,1 bis 1 µm ist bei beiden Messverfahren zu verzeichnen. Somit bieten beide Messsysteme die Möglichkeit das Laseraerosol hinreichend genau zu charakterisieren.



#### 5.4. Zusammenfassung

Im Rahmen der Bearbeitung des Arbeitspaketes AP1 gemäß der aufgeführten Punkte in Abschnitt 2.4 wurden am ILK verschiedene Verfahren der Aerosoldosierung und Dispergierung an einem Prüfstand aufgebaut und realisiert, diese Aerosole in eine Prüfkammer einzukoppeln. Dabei zeichnen sich die Aerosole durch ein weitgehend übereinstimmendes Partikelspektrum aus, sind aber von den Stoffeigenschaften und der Zusammensetzung völlig verschieden.

Die unterschiedlichen Konzentrationen, welche durch den Aerosolerzeugungs- und Dispergierungs-Prozess realisiert werden, sind durch die Nachführung des Trägerluft- Volumenstromes aufeinander abzustimmen. Dafür wurden Anpassungsfaktoren bestimmt.

Damit kann in den weiteren Arbeitspaketen das dynamische Schwingverhalten der Quarze bei unterschiedlichen Aerosolen untersucht werden. Die Voraussetzungen konnten geschaffen werden; Partikelkonzentrationen und Partikelgrößenverteilung der Aerosole wurden charakterisiert.

Eine zusammenfassende Darstellung der Partikelgrößenverteilung der unterschiedlichen Stoffgruppen ist in Abbildung 46 dargestellt.

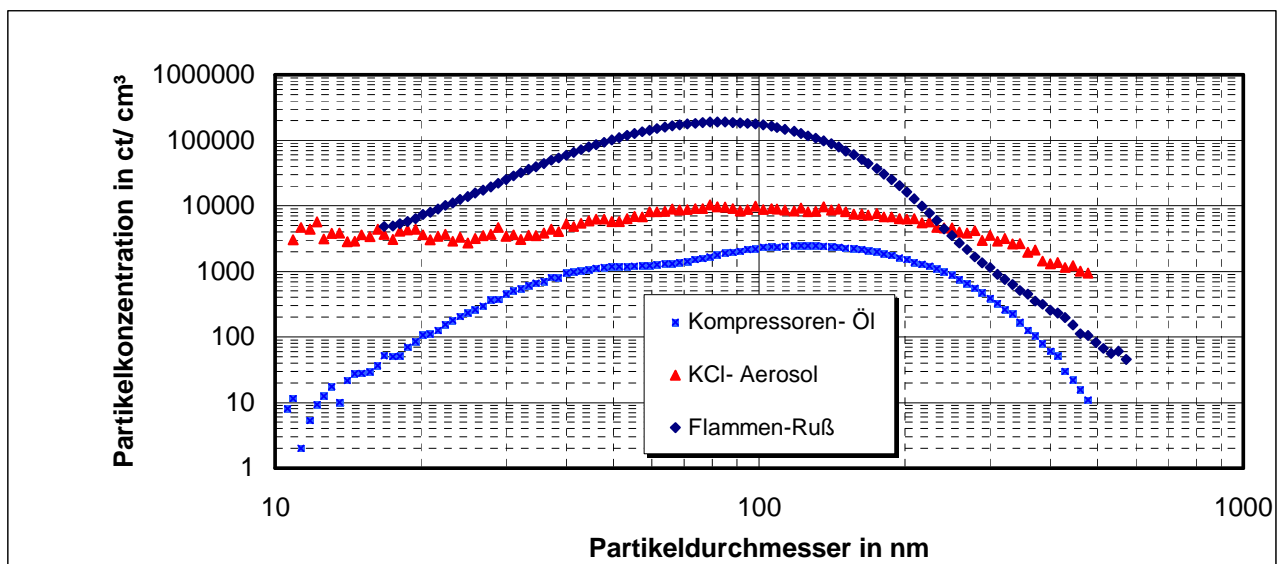


Abbildung 46 Vergleich der Testaerosole in Versuchskammer, SMPS- Messung

#### 6. Untersuchungen mit Netzwerkanalysator (Durchführung FS 1 & FS 2)

Nach erfolgter Zusammenführung der Einzelpakete AP1 und AP2 und ersten Testmessungen mit dem Netzwerkanalysator am Testkanal wurden die Testmessungen entsprechend des (verschobenen) Personaleinsatzplanes intensiviert mit dem Ziel, weitere Aussagen über das Grund- und Obertonverhalten von Schwingquarzen bei Aerosolbelegung zu erhalten. Hier fand ein reger Austausch zwischen den Projektpartnern statt, vor allem Messzeiten am ILK Dresden. Dabei wurden dann speziell Untersuchungen an verschiedenen Aerosolen unter verschiedenen Umgebungsbedingungen analysiert.

### **6.1. Testmessungen an der BTU**

In den Testmessungen an der BTU sind Quarze mit verschiedener Grundfrequenz (4MHz, 20MHz, 20MHz, 100MHz) hinsichtlich ihrer Eignung für die Aerosolmessungen untersucht worden. Hierbei haben sich die 10MHz-Quarze in der Signallage als am besten geeignet erwiesen. Um das Signalrauschen zu vermindern wurde die Ausgangsleistung des Netzwerkanalysators Agilent E5100A auf 20dBm erhöht. Die Dämpfungseigenschaften der Kabel wurden durch im Rahmen des Projektes neu beschaffte Kabel (Agilent 11500A, Agilent 11500B, Frequenzbereich: DC bis 6GHz) optimiert, wodurch deutlich bessere Impedanzspektren aufgenommen werden konnten.

### **6.2. Messkammer ILK**

Bei der Konstruktion der Versuchskammer waren folgende Gesichtspunkte zu berücksichtigen:

- Einfache Reinigung
- Sicherung von Beobachtungsmöglichkeiten
- Gleichmäßige Strömungsführung
- Weitgehend inertes Materialverhalten.

Als Material für die Versuchskammer wurde daher Edelstahl 1.4301, 2 mm dick, verwendet. Um den Prozess der Bestromung mit Aerosol verfolgen zu können, wurden 2 Sichtfenster vorgesehen.

### **6.3. Applikation des Quarzmesssystems und Messparameter**

Zur Applikation des Quarzmesssystems an die Messkammer ist eine Verlängerung der Kabelverbindungen notwendig. Im Ergebnis dieser notwendigen Verlängerung und der damit einhergehenden Dämpfung verschiebt sich die Lage des Signals, wodurch die 3. Harmonische keinen Nullliniendurchgang im Phasenspektrum (Resonanzbedingung) mehr aufweist. Das führt dazu, dass für die 3. Harmonische die vom Netzwerkanalysator E5100A bereitgestellte Routine der Erzeugung der Quarz-Ersatzschaltbildparameter (LCR) nicht mehr greift.

Es ist hervorzuheben, dass im Vergleich zu den ersten Messungen aufgrund der nun eingesetzten HF-Kabel (siehe oben) deutlich weniger verrauschte Signale generiert werden konnten. Die Messanordnung ist in Abbildung 47 gezeigt.



*Abbildung 47 Messanordnung: Quarzmesssystem und Messkammer*

## 6.4. Messparameter

Die Messparameter für die Aerosolmessungen gestalten sich wie folgt:

Grundfrequenz (Quarz):	10MHz (Conrad Elektronik)
Strömungsgeschwindigkeit:	1,4m/s
Impedanz-/Phasenspektren:	Messzyklus 5min
LCR-Parameter:	Messzyklus 500ms
Auflösungsvermögen:	1mHz (Agilent E5100A)
Aerosolbelastungsdauer:	120min

Für die Versuche zum Verhalten der Aerosole auf Schwingquarzen kamen drei verschiedene Arten, Flammenruß, Salzkerne, Öl-Tröpfchen, die sich nach Form und chemischer Zusammensetzung unterscheiden sowie ein Misch aerosol, zum Einsatz. Alle sind Hauptbestandteile von PM10 bzw. PM2,5 (s. Abbildung 48). Die genannten Aerosole können durch die vorhandenen Aerosolgeneratoren in ähnlicher Partikelgrößenverteilung und Konzentration generiert werden und bieten somit die Möglichkeit zum direkten Vergleich.

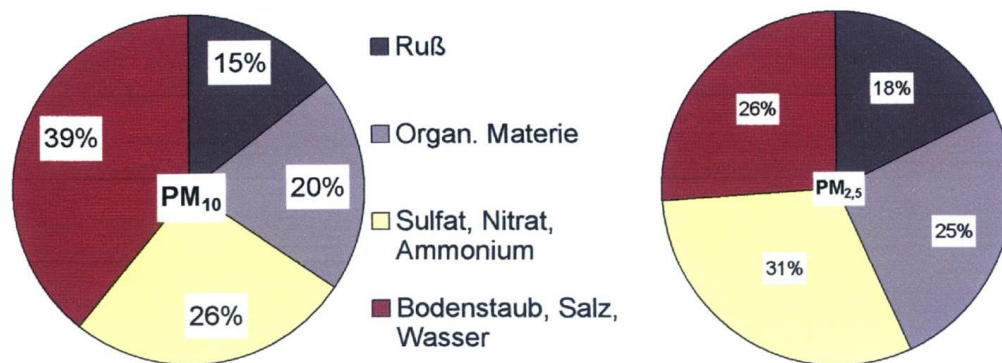


Abbildung 48 Hauptbestandteile im Feinstaub

### Salzaerosol (Aerosolgenerator ATM 210)

Salz bilden einen beträchtlichen Anteil (Sulfate, Nitrate, Salz) am Feinstaub und fließen deshalb in die Betrachtung mit ein.

### Flammenruß (Real Soot Generator RSG MiniCast (Jing AG))

Des Weiteren sind die Detektion und das Verhalten von Rußteilchen auf den Schwingquarzflächen wichtig. Ruß ist ein kanzerogener Bestandteil von Feinstaub aus Verbrennungsaerosolen (stationäre Verbrennungsanlagen, mobiler Verkehr).

### DEHS-Öl (Aerosolgenerator ATM 225)

Nach wie vor sind viele Produktionsstätten, in denen Schmieröle unterschiedlicher Art eingesetzt werden, mit Öltröpfchen belastet. Um ein realitätsnahes Aerosol für die Messungen mit dem Schwingquarz einzusetzen, wurden Untersuchungen mit dem Aerosolgenerator zur Erzeugung von Öltröpfchen mit DEHS durchgeführt.

## Mischaerosol

Um realitätsnahe Messbedingungen zu simulieren wurden im abschließenden Projektteil ein Mischaerosol bestehend aus 50Masse-% Flammenruß und 50Masse-% NaCl untersucht.

Die Tabelle in Abbildung 49 gibt einen Überblick der untersuchten Aerosole und ihre verwendeten Konzentrationen.

Aerosole	DEHS	NaCl	Flammenruß	Mischaerosol Ruß+NaCl
Konzentrationen	1mg/m <sup>3</sup> 5mg/m <sup>3</sup> 160mg/m <sup>3</sup>	1mg/m <sup>3</sup> 5mg/m <sup>3</sup> 50mg/m <sup>3</sup>	1mg/m <sup>3</sup> 5mg/m <sup>3</sup>	5mg/m <sup>3</sup>  NaCl 2,5mg/m <sup>3</sup> Ruß 2,5mg/m <sup>3</sup>

Abbildung 49 Übersicht gemessene Aerosole/Konzentrationen

## **6.5. Aerosolerzeugung**

### Real Soot Generator RSG MiniCast (by Jing AG)

Der RSG miniCAST erzeugt Rußpartikel aus einer Verbrennung mittels Diffusions- oder pre-mixed Flamme. Die Partikelgrößenverteilung ist justierbar zwischen 10 und 200 nm. Der Massenfluß ist abhängig von der Partikelgröße und den zugeführten Betriebsgasmengen und beträgt zwischen 10 und 500 mg/m<sup>3</sup>. Der ausgegebene Massenstrom ist wählbar im Bereich von 7 to 25 l/min. Der ausgegebene Massenstrom wird nachfolgend im Rohgas-Aerosolstrom zugemischt.



Abbildung 50 Real Soot Generator RSG MiniCast (Jing AG)

### Aerosolgenerator ATM 210

Der Aerosolgenerator ATM210 ist ein Generator der eine Flüssigkeit mittels einer Zweistoffdüse in einem Atomiziergefäß in kleine Tröpfchen zerstäubt. Ein Prallabscheider scheidet Tröpfchen größer  $1\mu\text{m}$  ab. Die notwendige Druckluftversorgung wird über ein Kupplungssystem an das Gerätes angeschlossen. Mit einem Manometer wird der Düsenvordruck gemessen und mit dem Druckminderer eingestellt. Damit ist die Partikelproduktionsrate des Generators veränderbar. Die Vorteile sind ein polydisperses Aerosol, hauptsächlich unter  $1\mu\text{m}$  und eine sehr gute Konstanz der generierten Partikelgrößenverteilung und –konzentration.



Abbildung 51 Aerosolgenerator ATM 210 zur Erzeugung von NaCl Aerosol (Quelle: Topas GmbH)

### Aerosolgenerator ATM 225

Der Aerosolgenerator ATM 225 (Abbildung 52) ist ein nach dem Injektorprinzip arbeitendes System mit einer Zweistoffdüse, die mit einem Prallabscheider kombiniert ist. Dieser sorgt auch für eine Rückführung der bei der Verdüsung entstehenden großen Tropfen und definiert im wesentlichen die generierte Partikelgrößenverteilung. Es entsteht ein polydisperses Aerosol, hauptsächlich unter  $1\mu\text{m}$  mit einer sehr guten Konstanz der generierten Partikelgrößenverteilung sowie einer definierten und hohen Partikelanzahlkonzentration.



Abbildung 52 Aerosolgenerator ATM 225 zur Erzeugung von DEHS Aerosol (Quelle: Topas GmbH)

## 6.6. Erzeugung von Mischaerosolen

### Mischstrecke zur Erzeugung von Aerosolgemischen

Zur Erzeugung von Mischaerosolen wurde ein Mischkanal (s. Abbildung 53) entwickelt in den die Einzelaerosole kontinuierlich eingebracht werden und mit Hilfe des Rohgasstromes kontinuierlich zum Mischaerosol vermischt werden. Am Ausgang des Mischkanals steht dann ein nahezu homogenes Gemisch aus den zugeführten Aerosolen der gewünschten Konzentration zur Verfügung.

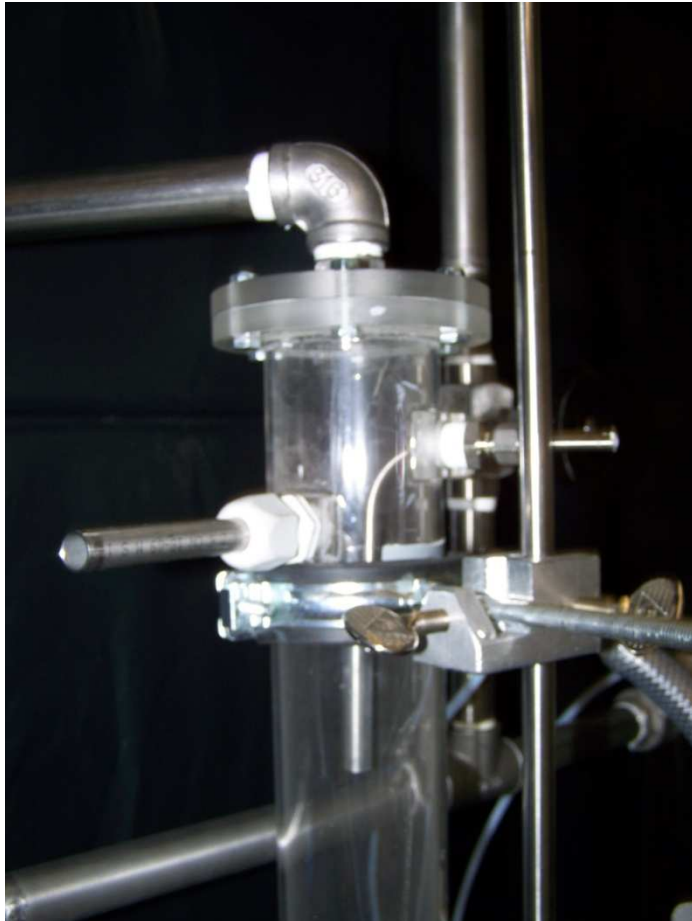


Abbildung 53 Mischstrecke zur Erzeugung von Aerosolgemischen

## 7. Ergebnisse der Messungen (Durchführung FS 1 & FS 2)

### 7.1. Partikelgrößenverteilung

Parallel zu den Quarzmessungen wurde mit einem Mobilitätsspektrometer, Model 3936 SMPS (Scanning Mobility Particle Sizer) der Fa. TSI Inc. die Partikelanzahlkonzentration und die Partikelgrößenverteilung über die gesamte Messung aufgezeichnet.

Die Partikelanzahlkonzentration und die Partikelgrößenverteilung sind in Abbildung 54 dargestellt. Für die einzelnen Aerosole ergeben sich hierbei folgende Modalwerte:

DEHS:	200nm
NaCl:	220nm

Flammenruß: 60nm (bei 1mg/m<sup>3</sup>)  
 100nm (bei 5mg/m<sup>3</sup>)

Die Partikelgröße der untersuchten Aerosole liegt deutlich unter 1µm also auch deutlich unter PM<sub>2,5</sub> und zeigt das Potential, was in der Quarzmessung liegt. Der Unterschied der Modalwerte für Flammenruß ist bedingt durch die Rußerzeugung. Dennoch sind die verwendeten Aerosole hinsichtlich ihrer Partikelgrößenverteilung und Anzahlkonzentration vergleichbar und somit eine gute Voraussetzung für die Quarzmessungen.

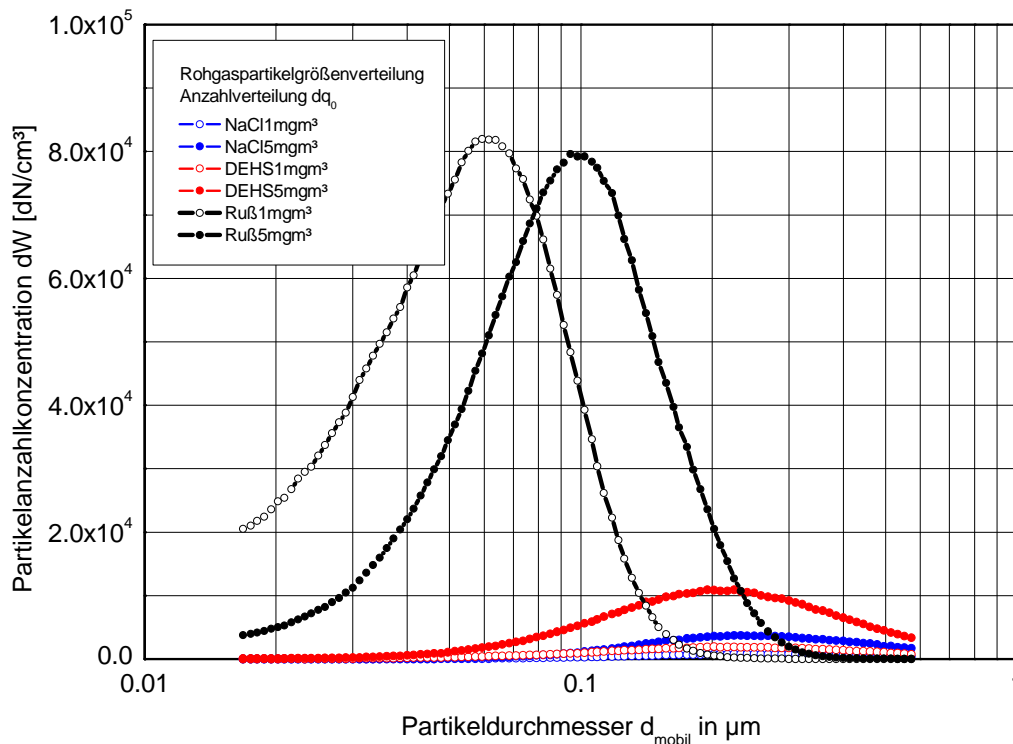


Abbildung 54 Partikelanzahlkonzentration der Aerosole bei Konzentrationen von 1 und 5mg/m<sup>3</sup>

## 7.2. LCR-Parameter

Mit dem Netzwerkanalysator Agilent E5100A lassen sich die Parameter des LCR-Ersatzschaltbildes aufnehmen (siehe Kapitel 3.4.2).

Die Messung der LCR-Parameter konnte für die hier dargestellte Auswertungen nicht herangezogen werden, da sie starken Schwankungen unterlagen. Diese Schwankungen wurden bei den Messungen im Labor nicht beobachtet. Das Gleichungssystem der Fitprozedur des E5100A benutzt eine Reihe von Näherungen, die für diesen Einsatzfall offensichtlich nicht mehr erfüllt sind (siehe Kapitel 3.4.1 und 3.4.2).

Die Abbildung 55 zeigt beispielhaft Verläufe der LCR-Parameter für 2 Messungen mit verschiedenen Aerosolen (NaCl, DEHS) bei einer Aerosolbelastungsdauer von 90 bzw. 120 Minuten. Jeder Messung geht eine Vorlaufzeit von 30 Minuten ohne Aerosolbelastung voran. Beendet wird die Messung mit mindestens 10 Minuten Nachlaufzeit nach Abschaltung der Aerosolzufuhr. Es han-

delt sich bei diesen beiden Beispielen um Messungen welche zumindest einen Trend im Verlauf zeigen. Besonders in den Parametern der Frequenzverschiebung  $\Delta f$  und der Dämpfungsänderung  $\Delta R$  sind Verschiebungen bei DEHS deutlich zu erkennen. Zusätzlich wird ersichtlich, dass sich die dargestellten Parameter aerosolabhängig ändern. Bei anderen Messungen waren auf Grund zu starker Schwankungen auch keine tendenziellen Aussagen mehr möglich.

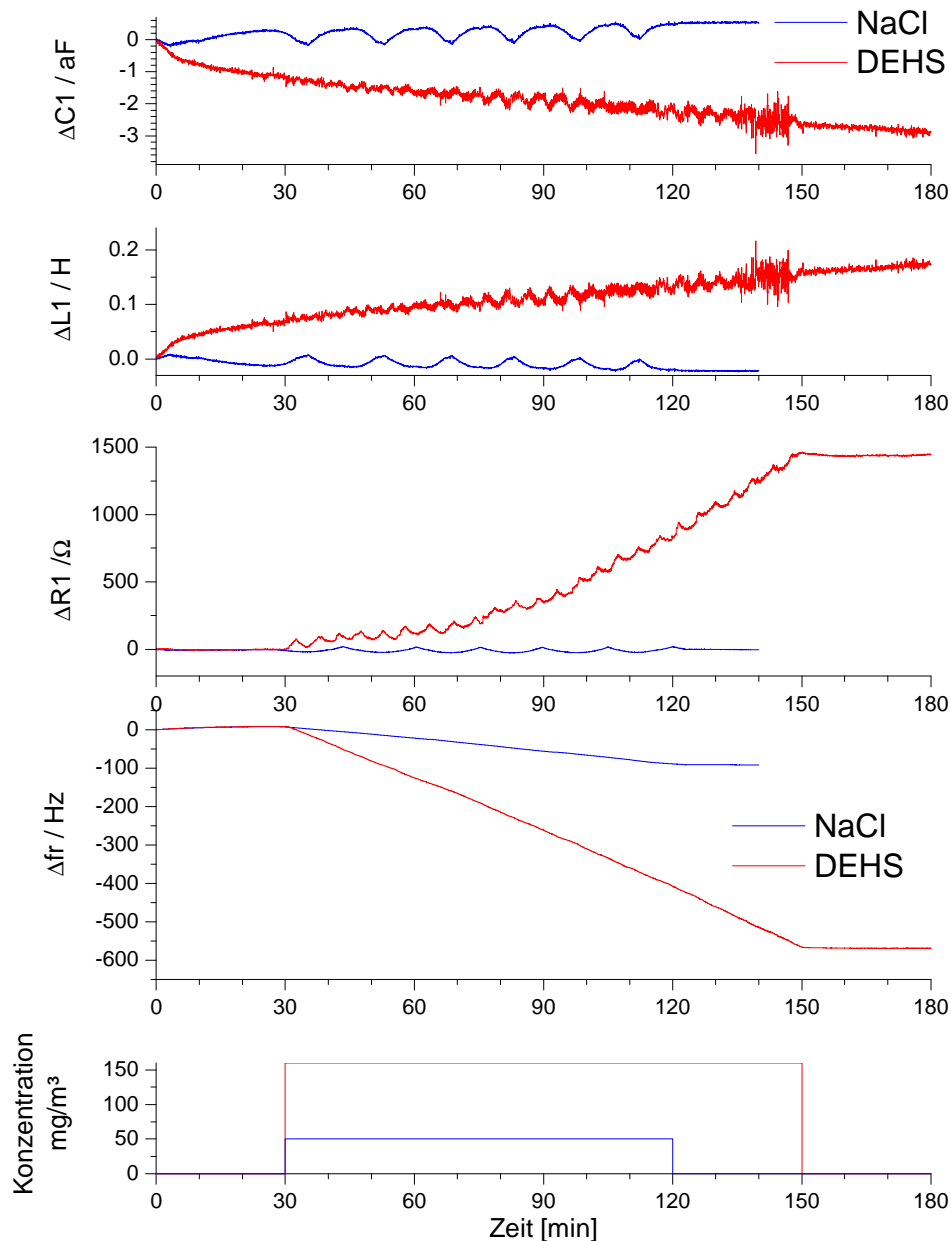


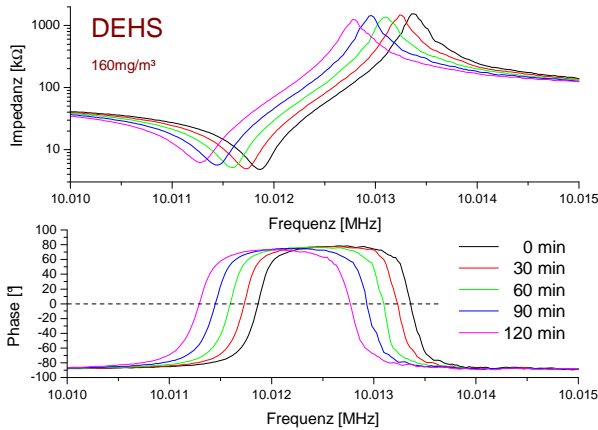
Abbildung 55: LCR-Parameter für DEHS ( $160\text{mg/m}^3$ ) und NaCl ( $50\text{mg/cm}^3$ ) über eine Messzeit von 120 bzw. 90 Minuten

0-30 min	Vorlaufzeit (Quarz schwingt ein, Strömung $1,4\text{m/s}$ )
30-120/150 min	Belastung mit Aerosol
ab 120/150 min	Nachlaufzeit (Aerosol stopp, Strömung $1,4\text{m/s}$ )

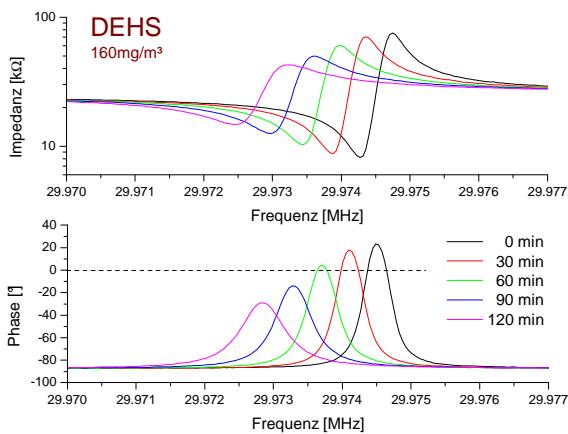


### 7.3. Auswertung der Impedanz- und Phasenspektren

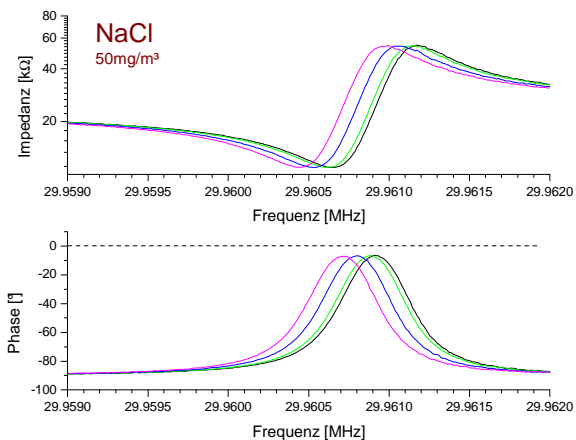
Für die Auswertung der Aerosolmessungen werden die Impedanz- und Phasenspektren analysiert. Es wurden mit zunehmendem Aerosolaufrag prinzipiell 2 Signaländerungen detektiert. Zum einen eine Frequenzverschiebung und Signaldämpfung in den Spektren, in Abbildung 56 a) und b) am Beispiel von DEHS ( $160\text{mg/m}^3$ ) gezeigt. Wobei die Verschiebung und Dämpfung in der 1. Harmonischen deutlich schwächer gegenüber der 3. Harmonischen ist. Die Einwirkung von Salzaerosol (Abbildung 56 c) führt dagegen zu einer Frequenzverschiebung ohne Signaldämpfung.



a) Öl (DEHS) 1. Harmonische



b) Öl (DEHS) 3. Harmonische



c) Salz (NaCl) 3. Harmonische

Abbildung 56 Impedanz- und Phasenspektren

### 7.3.1. Frequenzänderung / Halbwertsbreiten

In Auswertung der Phasenspektren wurden die Frequenzverschiebung und die Halbwertsbreite ermittelt, wobei die Frequenzverschiebung in halber Peakhöhe (3. Harmonische) bzw. bei Null-durchgang der Phase (1. Harmonische) abgelesen wurde.

#### Öl (DEHS)

Ölaerosole zeigen eine konzentrations- und zeitabhängige Frequenzverschiebung in den Impedanz- und Phasenspektren (siehe Abbildung 56 a) und b)). Darüber hinaus kommt es für hohe Aerosolkonzentrationen zu einer Zunahme der Halbwertsbreite. Dieser Effekt ist im Rahmen der Messdauer nur in der 3. Harmonischen zu verzeichnen (siehe Abbildung 56 b)). Inwieweit die 1. Harmonische diesen Effekt bei längerer Messdauer ebenfalls zeigt wäre Bestandteil fortfolgender Untersuchungen. Die Werte dieser Frequenzverschiebung und Halbwertsbreiten in Abhängigkeit von der Zeit sind zusammenfassend in Abbildung 57 dargestellt.

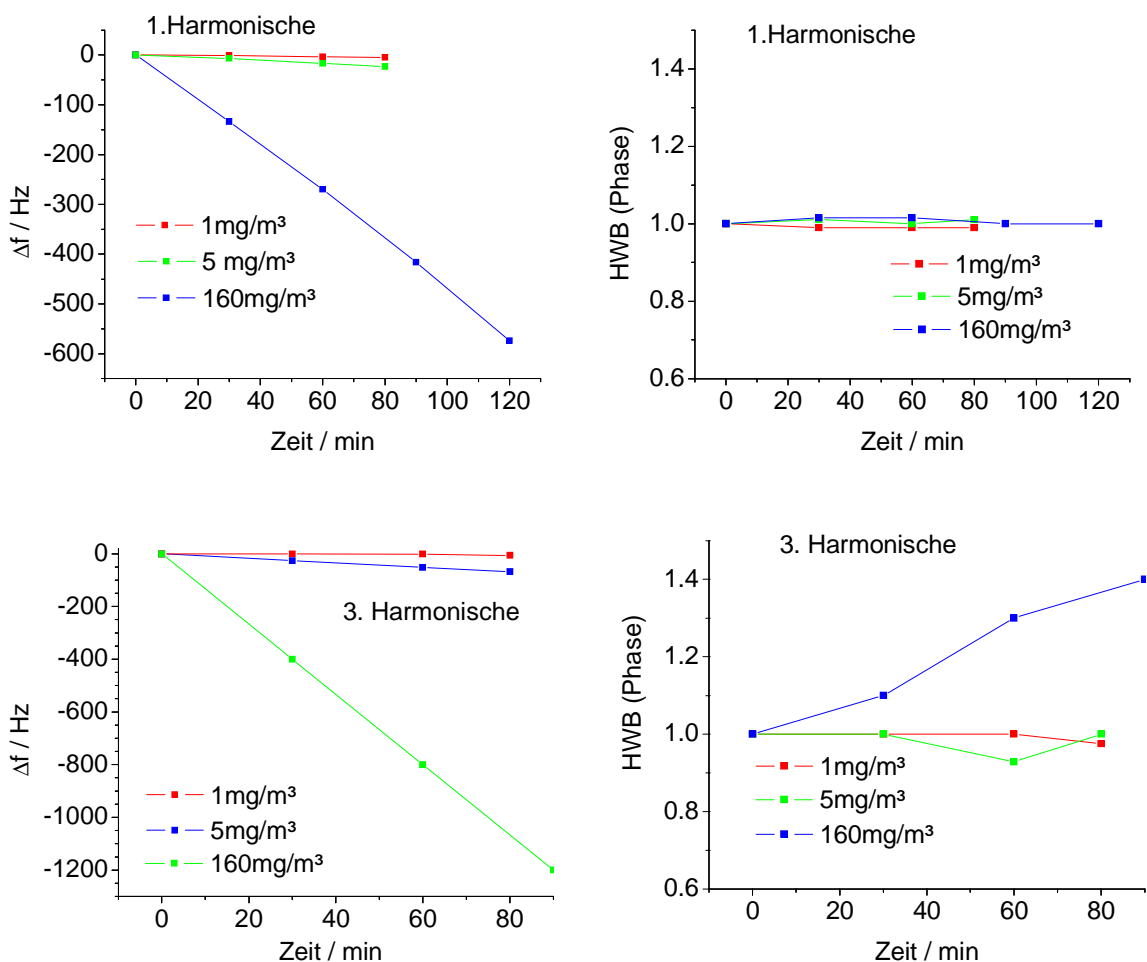


Abbildung 57 Öl (DEHS): Darstellung der Frequenzverschiebung und der Halbwertsbreiten in Abhängigkeit der Aerosoleinwirkzeit für verschiedene Aerosolkonzentrationen

## Salz (NaCl)

Die ausgewerteten Frequenzverschiebungen und Halbwertsbreiten für Salzaerosolmessungen (siehe Abbildung 56 c)) sind in Abbildung 58 dargestellt. Sie zeigen eine konzentrations- und zeitabhängige Frequenzverschiebung. Die Halbwertsbreite bleibt auch für hohe Aerosolkonzentrationen im Rahmen der Messschwankungen konstant.

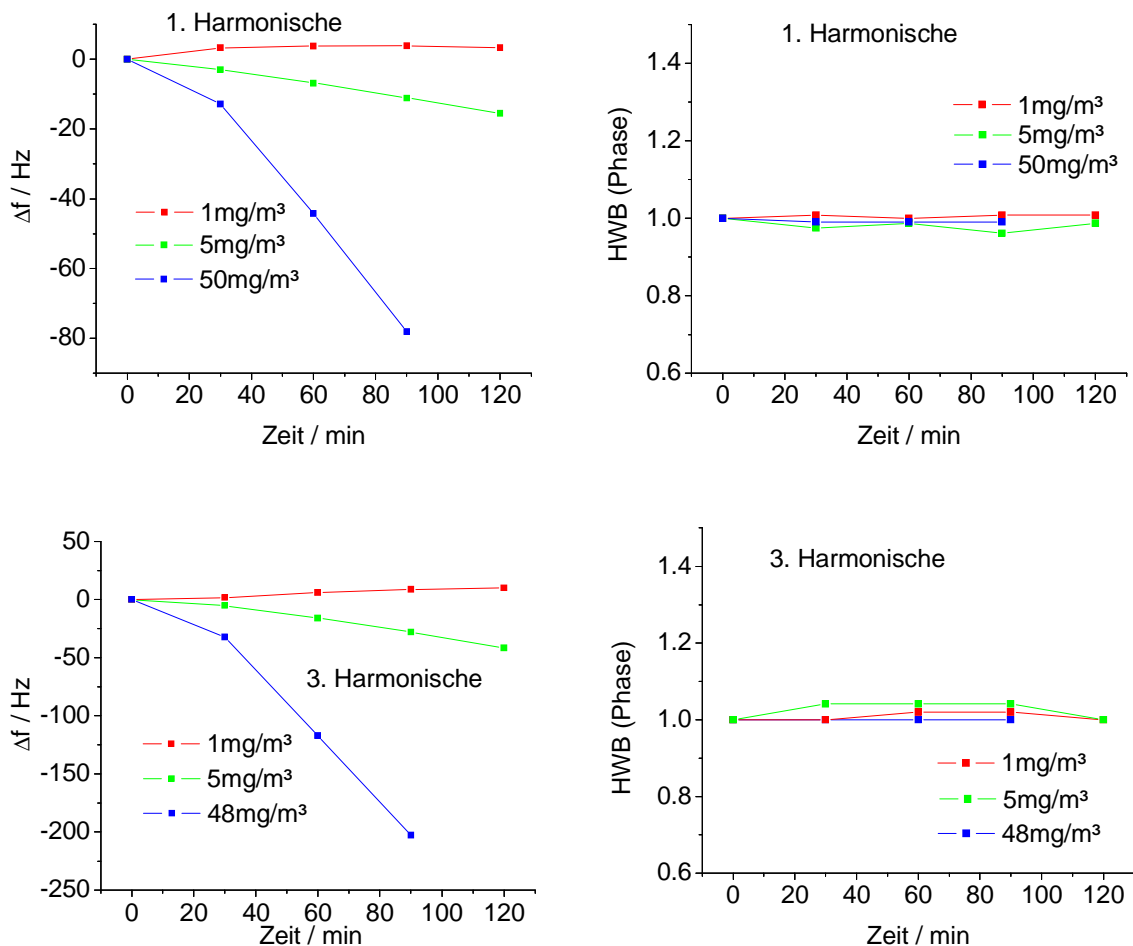


Abbildung 58 Salz (NaCl): Darstellung der Frequenzverschiebung und der Halbwertsbreiten in Abhängigkeit der Aerosoleinwirkzeit für verschiedene Aerosolkonzentrationen

## Flammenruß

Die ausgewerteten Frequenzverschiebungen und Halbwertsbreiten für Flammenruß sind in Abbildung 59 dargestellt. Es zeigt sich eine ebenfalls konzentrations- und zeitabhängige Frequenzverschiebung (siehe Abbildung 59), wobei die Frequenzverschiebungen vergleichsweise kleiner sind als bei den anderen untersuchten Substanzen. Zum Beispiel beträgt die Frequenzverschiebung der 3. Harmonischen bei einer Konzentration von 5mg/m<sup>3</sup> nach einer Einwirkzeit von 60 Minuten bei Flammenruß 3Hz, bei Salz 16Hz und bei DEHS bereits 51Hz. Zusätzlich registrieren wir entgegen den Erwartungen eine Abnahme der Frequenzverschiebung mit zunehmender Konzentration. Dies bestärkt unseren Ansatz, dass sich das Anlagerungsverhalten der Aerosolarten unterscheidet. Die Halbwertsbreite bleibt im Rahmen der Messschwankungen konstant. Ob das auch für hohe Aerosolkonzentrationen zutrifft ist noch zu überprüfen.

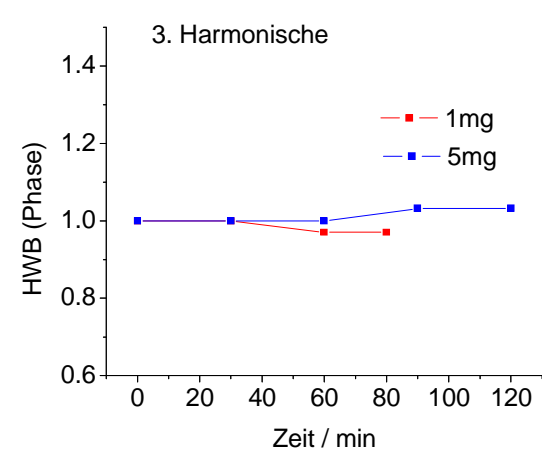
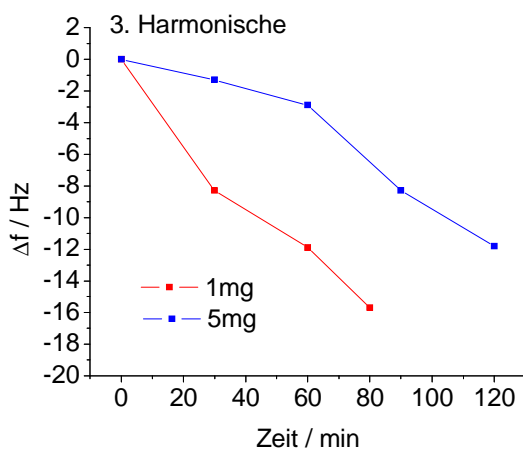
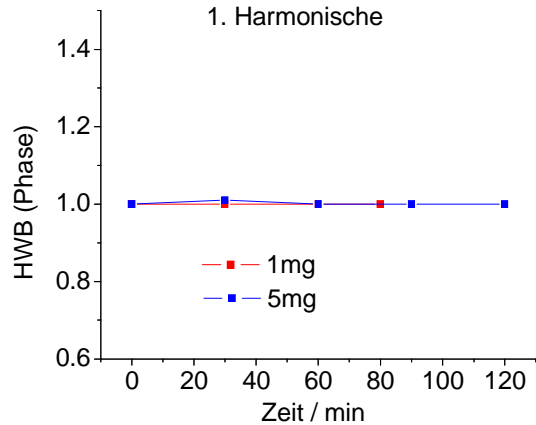
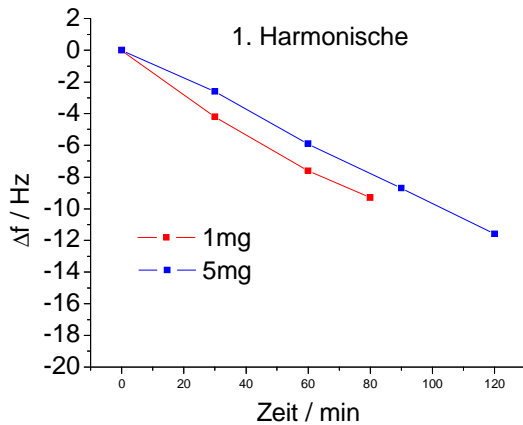


Abbildung 59 *Flammenruß: Darstellung der Frequenzverschiebung und der Halbwertsbreiten in Abhängigkeit der Aerosoleinwirkzeit für verschiedene Aerosolkonzentrationen*

### Mischaerosol

Das Mischaerosol bestehend aus 50% Flammenruß und 50% NaCl zeigt eine konzentrations- und zeitabhängige Frequenzverschiebung. Die Abhängigkeit der Frequenzverschiebung von der Zeit zeigt einen deutlich höheren Anstieg als die beiden Einzelaerosole. Bei 5mg/m<sup>3</sup>m finden wir nach 60 Minuten Einwirkzeit eine Frequenzverschiebung von 28Hz verglichen zu denen der Einzelbestandteile 3Hz und 16Hz (siehe oben). Die Summe der gewichteten Frequenzverschiebungen (Wichtungsfaktor 0,5) der Einzelbestandteile würde etwa 10Hz betragen, jedoch ist der gemessene Wert mit 28Hz ca. 3-fach höher. Auch hier zeigt sich, dass das Anlagerungsverhalten dynamisch erfolgt und sich nicht einfach aus einer statischen Summation der Einzelmassen ergibt. Die Halbwertsbreite bleibt im Rahmen der Messschwankungen konstant, was die Ergebnisse aus den Messungen der einzelnen Aerosolbestandteile widerspiegelt

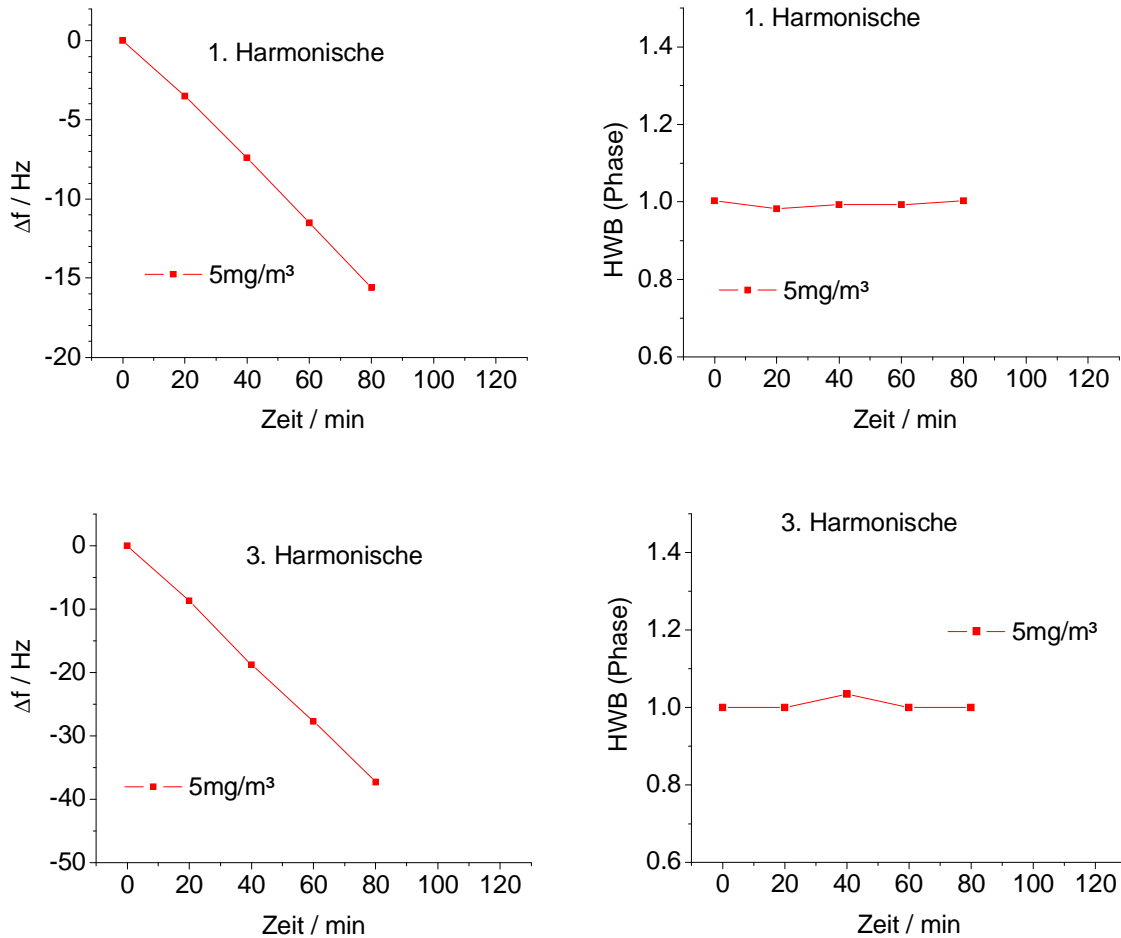


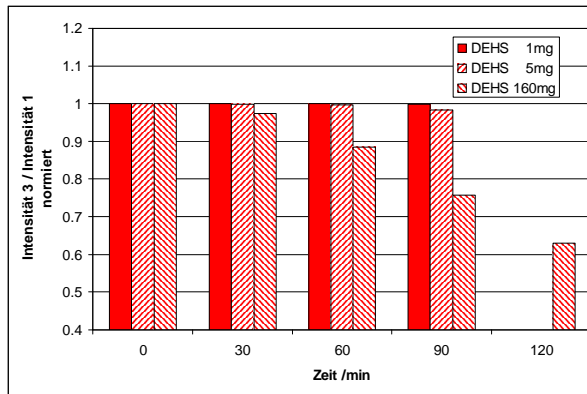
Abbildung 60 Misch-aerosol: Darstellung der Frequenzverschiebung und der Halbwertsbreiten in Abhängigkeit der Aerosoleinwirkzeit

### 7.3.2. Intensitätsverhältnisse der 3. zur 1. Harmonischen

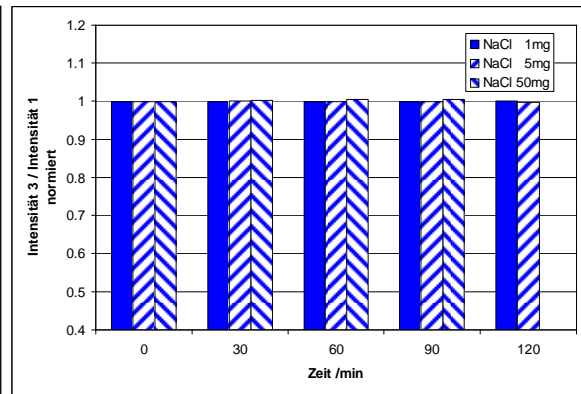
Bei der Analyse der Impedanzspektren (siehe Abbildung 56) wurde nur der Resonanzpeak ausgewertet. Der Antiresonanzpeak konnte nicht in die Auswertung einbezogen werden, da hier trotz des Einsatzes von Kabeln mit optimierten Dämpfungseigenschaften die Messschwankungen nicht genügend reduziert werden konnten. Typischerweise arbeiten Resonatorschaltkreise von Quarzmikrowaagen bei der Resonanz und nicht bei der Antiresonanz.

Das Intensitätsverhältnis der 3. zur 1. Harmonischen ergibt sich aus dem Verhältnis der Resonanzhöhen der Impedanzspektren beider Harmonischen normiert auf ihren Ausgangswert. Hierbei zeigen Öl und Flammenruß (Abbildung 61 a) und c)) zeitabhängig eine Verringerung dieses Intensitätsverhältnisses insbesondere bei hohen Aerosolkonzentrationen. Bei Salz (Abbildung 61 b)) hingegen bleibt auch bei hohen Konzentrationen dieses Verhältnis konstant.

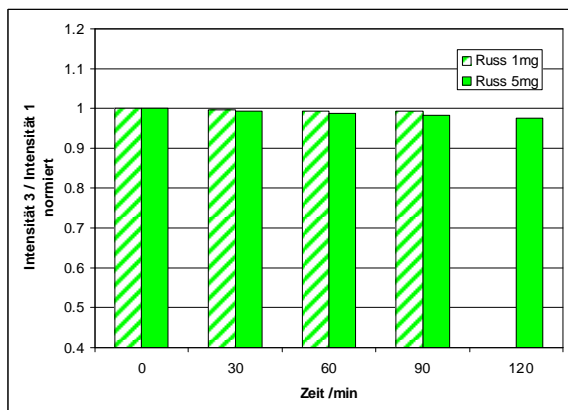
Beim Misch-aerosol (Abbildung 61 d)) verringert sich das Intensitätsverhältnis mit zunehmender Aerosolbelastung ebenfalls, was auf die Wirkung des Rußanteils zurückgeführt werden kann.



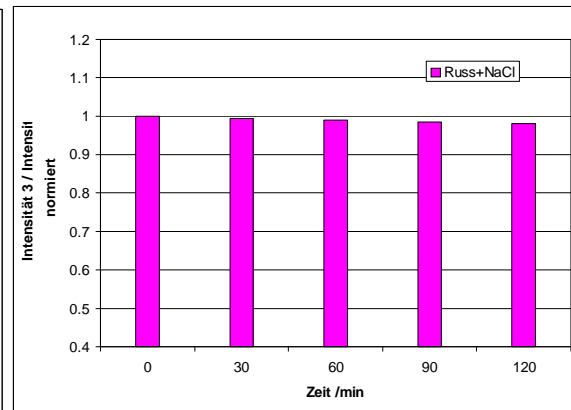
a) Öl (DEHS)



b) Salz (NaCl)



c) Flammenruß



d) Mischerosol

Abbildung 61 Intensitätsverhältnisse der 1. zur 3. Harmonischen in Abhängigkeit der Zeit für verschiedene Aerosolkonzentrationen

### 7.3.3. Dämpfung

Die Abschwächung der Signalhöhe ist ein Maß für die Dämpfung  $D$ , welche durch Schwingungsverluste infolge der Anlagerung von Tropfen verursacht werden kann. Die Dämpfung berechnet sich nach:

$$D = (f_0 - f_1) / f_0$$

wobei  $f_0$  das Ausgangssignal und  $f_1$  das geschwächte Signal darstellen.

Öl und Flammenruß (Abbildung 62 und 63) zeigen eine konzentrations- und zeitabhängige Zunahme der Dämpfung, insbesondere bei der 3. Harmonischen, wo diese deutlich höher ist.

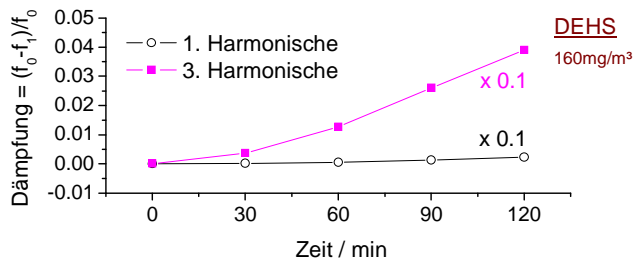
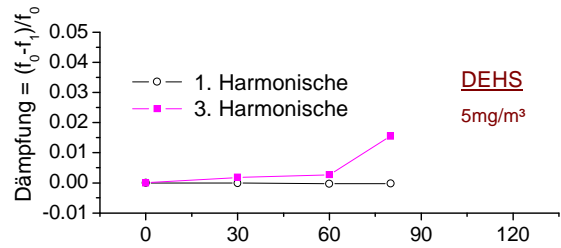
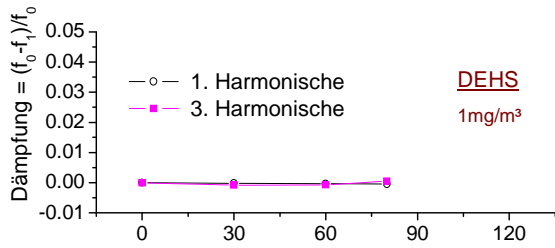


Abbildung 62 DEHS: Dämpfung D bei verschiedenen Konzentrationen

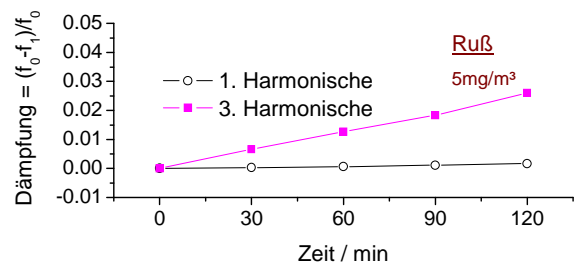
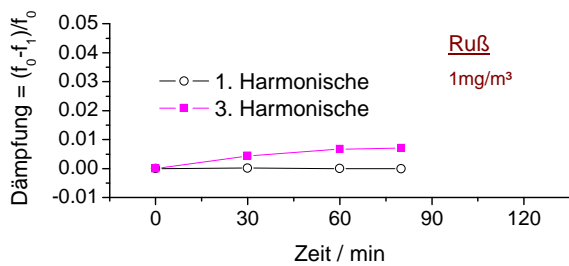


Abbildung 63 Ruß: Dämpfung D bei verschiedenen Konzentrationen

Bei Salz (Abbildung 64) hingegen wurde auch bei hohen Konzentrationen keine Dämpfung detektiert.

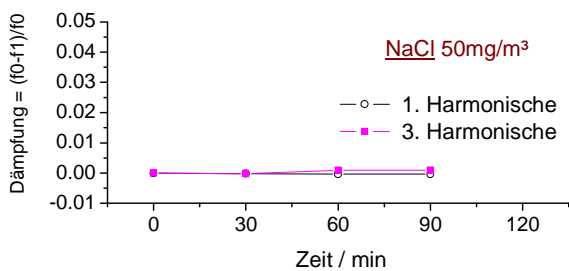
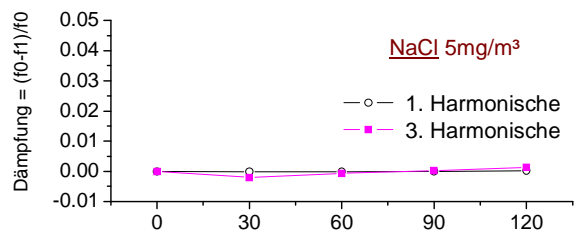
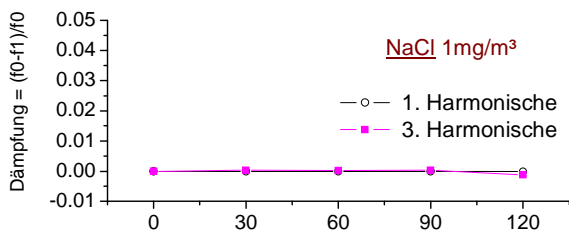


Abbildung 64 NaCl: Dämpfung D bei verschiedenen Konzentrationen

Beim Mischaerosol erhöht sich die Dämpfung mit zunehmender Aerosolbelastung ebenfalls, was auf die Wirkung des Rußanteils zurückgeführt werden kann (Abbildung 65).

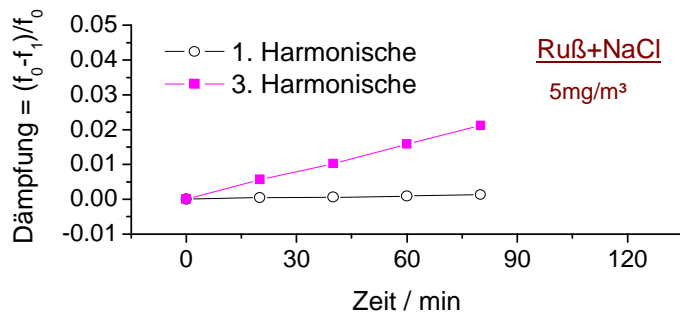


Abbildung 65 Mischaerosol: Dämpfung  $D$  bei verschiedenen Konzentrationen

### 7.3.4. Radarplots

Wie die Ausführungen gezeigt haben, weisen die Messungen eine Vielzahl von Einflussparametern auf. Zum Beispiel wurden im Kapitel 7.3.1 die Frequenzverschiebungen vom Mischaerosol mit denen der Einzelbestandteile verglichen und es wurde festgestellt, dass sich die Summe der gewichteten Frequenzverschiebungen der Einzelbestandteile deutlich vom gemessenen Wert des Mischaerosols unterscheidet. Daher ist eine zusammenfassende Darstellung der Parameter sinnvoll, um das Verhalten der Einzelaerosole und des Mischaerosols quantitativ darzustellen und qualitativ zu diskutieren. Um diese einzelnen Abhängigkeiten besser zu veranschaulichen, wurde die Darstellung so genannter Radarplots gewählt. Für die Radarplots wurden die Messdaten nach 60min Aerosoleinwirkung betrachtet. In den Radarplots sind die Einflussparameter:

- Dämpfung
- Halbwertsbreite
- Frequenzverschiebung
- Intensitätsverhältnis 3.zu 1. Harmonischer

für die 1. und 3. Harmonische der Impedanzspektren dargestellt. Die einzelnen Größen wurden für die optimale Darstellung entsprechend normiert.

Die Abbildung 66 zeigt NaCl bei Konzentrationen von 1, 5 und 50mg/m<sup>3</sup>. Es ist für beide Harmonische eine konzentrationsabhängige Frequenzverschiebung zu verzeichnen, wobei die übrigen Einflussparameter weitgehend konstant bleiben.



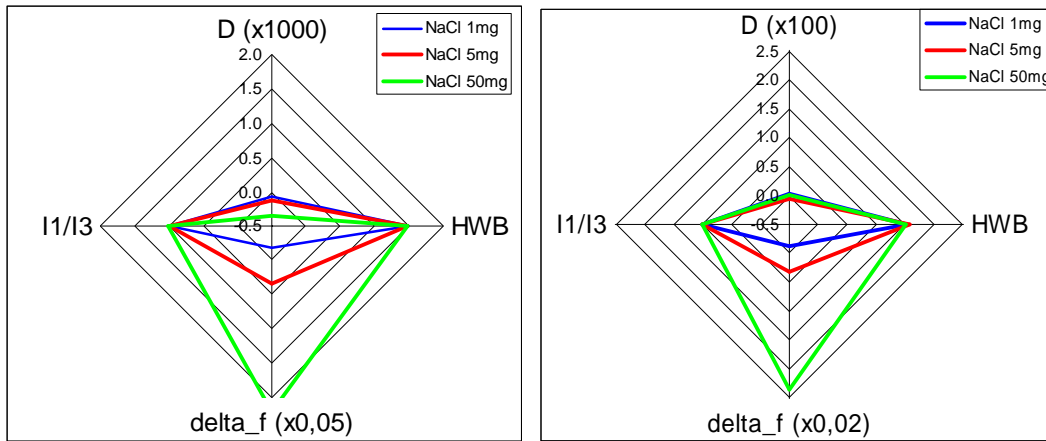


Abbildung 66 Radarplots von NaCl in verschiedenen Konzentrationen  
links bei 1. Harmonischer rechts bei 3. Harmonischer

Ruß hingegen zeigt eine deutliche Konzentrationsabhängigkeit in der Dämpfung (Abbildung 67) und im Vergleich zu NaCl lediglich eine minimale Frequenzverschiebung.

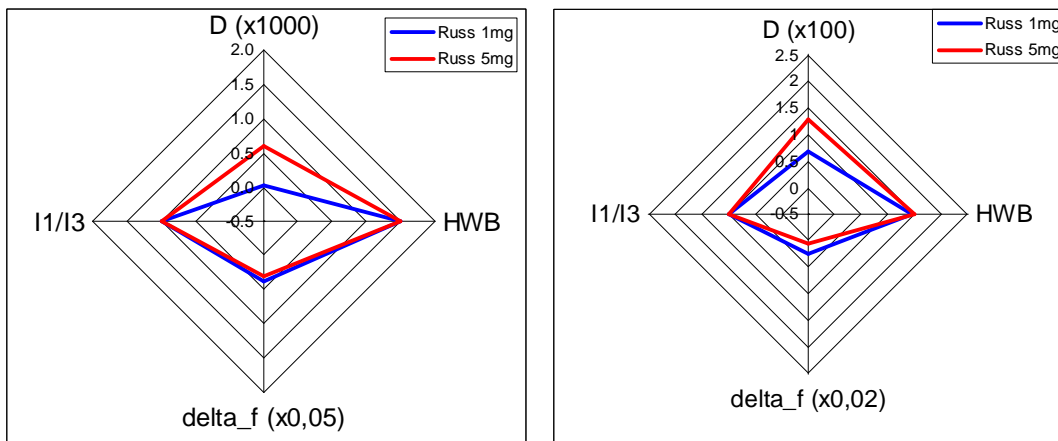


Abbildung 67 Radarplots von Flammenruß in verschiedenen Konzentrationen  
links bei 1. Harmonischer rechts bei 3. Harmonischer

In Zusammenfassung der Parameter der 1. und 3. Harmonischen zu einem Plot zeigt sich, dass die verschiedenen Aerosole spezifische Verläufe aufweisen, an Hand derer sie sich auch unterscheiden lassen (Abbildung 68).

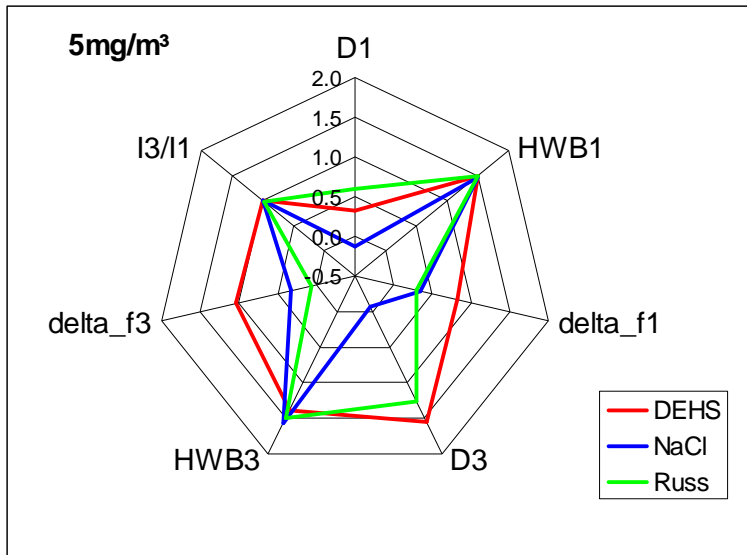


Abbildung 68 Radarplot für Öl, Salz und Flammenruß (Konzentration 5mg/m<sup>3</sup>)

Betrachtet man nun den Verlauf des Radarplots für ein Misch aerosol im Vergleich zu seinen Einzelbestandteilen zeigen sich für die Dämpfung und Frequenzverschiebung (siehe Kapitel 7.3.1) folgende Abhängigkeiten (Abbildung 69, 70):

Dämpfung D:

$$D_{\text{Misch}} > D_{\text{Russ}} + D_{\text{NaCl}}$$

Frequenzverschiebung  $\Delta f$ :  $\square f_{\text{Misch}} > \Delta f_{\text{Russ}}$

$$\Delta f_{\text{Misch}} > \Delta f_{\text{NaCl}}$$

$$\square f_{\text{Misch}} > \square f_{\text{Russ}} + \square f_{\text{NaCl}}$$

Im Intensitätsverhältnis und der Halbwertsbreite sind keine gravierenden Einflüsse sichtbar.

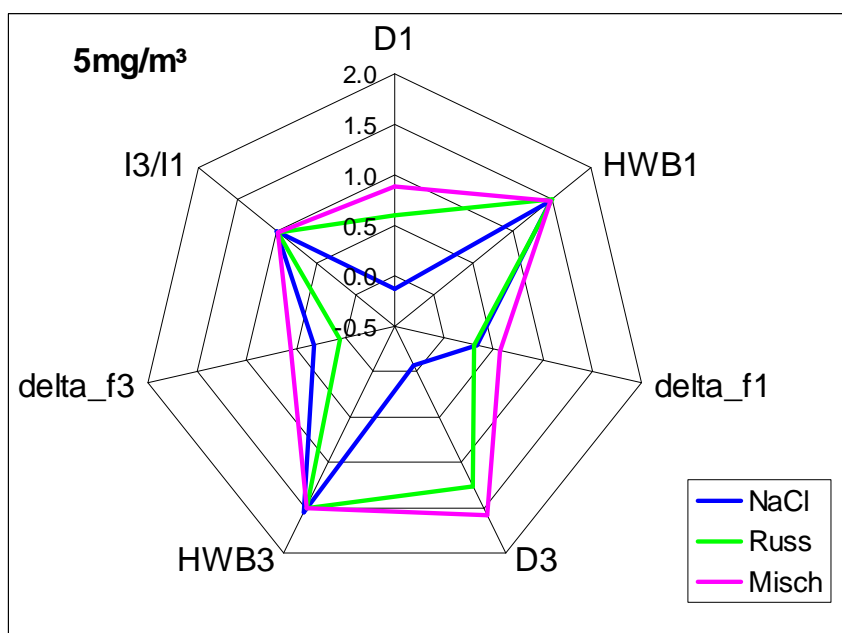


Abbildung 69 Radarplot für Misch aerosol, Salz und Flammenruß (Konzentration 5mg/m<sup>3</sup>)

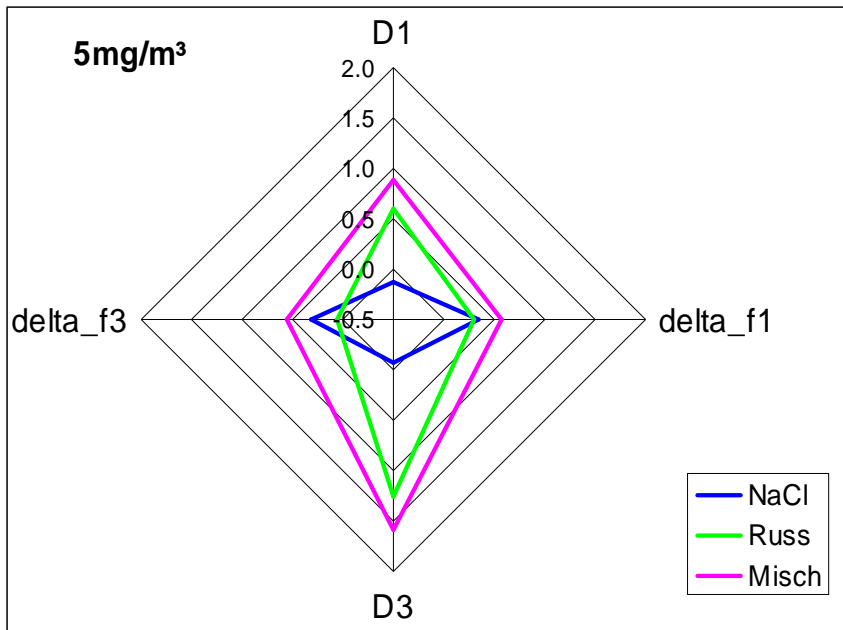


Abbildung 70 Radarplot aus  $D$  und  $\Delta f$  für Mischaerosol, Salz und Flammenruß (Konzentration  $5\text{mg/m}^3$ )  
(Darstellung ohne konstante Parameter)

Den Vergleich des Mischaerosols mit DEHS, was kein Bestandteil der Mischung ist, zeigt Abbildung 71., Beide Verläufe unterscheiden sich erwartungsgemäß grundlegend, wodurch bei einer möglichen Bestandteilenanalyse DEHS ausgeschlossen werden könnte.

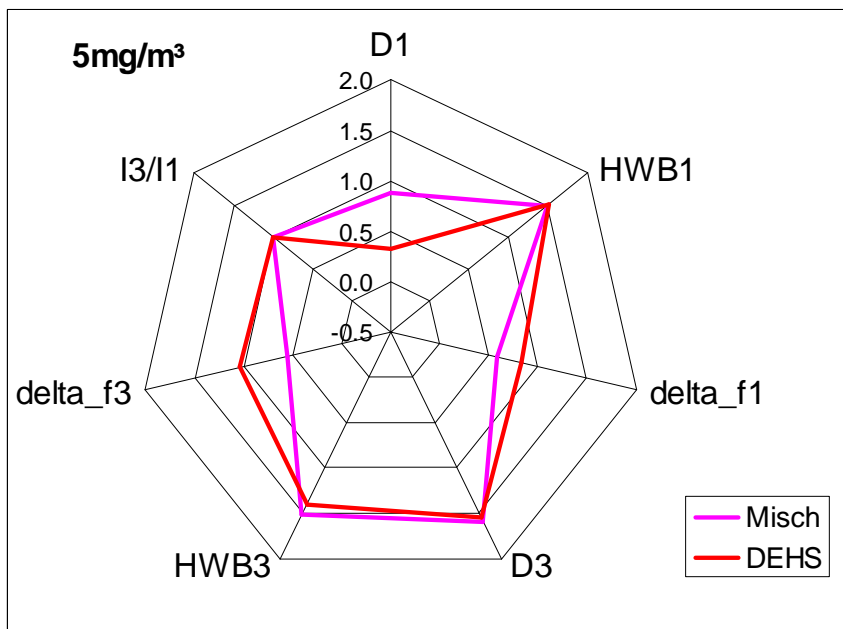


Abbildung 71 Radarplot für Öl und Mischaerosol (Konzentration  $5\text{mg/m}^3$ )

#### **7.4. Zusammenfassung**

Die Messungen haben gezeigt, dass sich mit der Applikation des Netzwerkanalysators an den Versuchsstand des ILK Dresden unterschiedliche Aerosole detektieren lassen. Es erwies sich als sinnvoll die Aerosolanlagerung nicht nur bei der Resonanzfrequenz wie es Quarzmikrowaagen ermöglichen zu untersuchen, sondern das Impedanz- und Phasenspektrum in Nähe der 1. und 3. Harmonischen zu analysieren. Verschiedene Parameter der Impedanz- und Phasenspektren (Resonanzfrequenz, Intensitätsverhältnis, Halbwertsbreite, Dämpfung) und ihre Änderung bei Aerosoldeposition wurden einzeln untersucht und zusammenfassend in Radarplot dargestellt.

Hierbei ist es möglich sowohl feste als auch flüssige Aerosole zu unterscheiden. Weiterhin können sie in ihrer Konzentration unterschieden werden. In Messungen von Mischerosolen konnten wir nachweisen, dass diese bei entsprechenden Vergleichsmessungen hinsichtlich ihrer Zusammensetzung analysiert werden können, wobei gezeigt wurde, dass sich die Signale beim Mischerosol nicht aus einer einfachen Summation der Signale der Einzelbestandteile ergeben. Dies kann in einer intelligenten Datenauswertung (neuronale Netze), die nicht Bestandteil dieses Projektes waren, ausgenutzt werden.

### **8. Nutzen und wirtschaftliche Bedeutung des Forschungsthemas für kleine und mittlere Unternehmen (KMU)**

#### **8.1. Voraussichtliche Nutzung der angestrebten Forschungsergebnisse**

Unter Verwendung massensensitiver Sensoren ergeben sich sehr preiswerte Messsysteme, die sich in viele Industriezweige übertragen lassen.

Die im Thema durchzuführenden Untersuchungen werden den Prozess der Aerosoldetektion mit Schwingquarzen soweit aufklären, dass KMU für unterschiedliche Einsatzfälle Sensoren bzw. Detektoren entwickeln können. Mit der Einführung eines kontinuierlich messenden und preiswerten Messsystems zur Aerosoldetektion im Mikrometerbereich sind bislang noch nicht detektierbare Aerosole nachweisbar. Durch diese Senkung der Nachweisgrenze ist es möglich die Emissionen an Aerosolen besser zu kontrollieren und damit Maßnahmen zu ihrer Verringerung einzuleiten. Daraus ergeben sich neue Chancen für den Umweltschutz. Zur selektiven Erfassung von in technischen Prozessen auftretenden Aerosolen ist die Entwicklung von neuen Apparaturen mit einer genau definierten Prozessführung (Durchfluss/Temperatur) notwendig. Dadurch soll die Selektivität gegenüber den nachzuweisenden Substanzen erhöht werden. In diesem Zusammenhang ergeben sich weitere Perspektiven hinsichtlich der Verbesserung des Korrosionsschutzes technischer Anlagen, wodurch sich die Wartungs- und Instandhaltungskosten drastisch reduzieren lassen.

#### **8.2. Möglicher Beitrag zur Steigerung der Leistungs- und Wettbewerbsfähigkeit der KMU**

Durch die Umsetzung der Forschungsergebnisse im Anschluss an das durchgeführte Vorhaben, sind Beiträge in zwei Richtungen beabsichtigt und zu erwarten: □ Umsetzung in eine Gerätetechnische Applikation, Produktverkauf

□ Nutzung der Sensortechnik, mittelbarer Nutzen, verbesserte Prozesssicherheit, verbesserte Produkte.

Insbesondere im Bezug auf die Produktüberwachung sind hier große Effekte und hohe Stückzahlen zu erwarten. Da sich ein Entwicklungsziel auf die Darstellung eines möglichst niedrigen Sensorpreis erstreckt ist dies der richtige Weg, um hier zu signifikanten Erlösen in Bezug auf die Refinanzierung des Forschungsaufwandes zu gelangen. Bei einem geschätzten Sensorpreis von 400,- EUR je Stück als Serienprodukt ist mit einem Umsatz von 400 TEUR pro Jahr bei einer Produktionsmenge von 1000 Sensoren pro Jahr zu rechnen.

### **8.3. Transfer der angestrebten Forschungsergebnisse**

Im Punkt 2 wurden bereits mögliche Einsatzgebiete von Messgeräten beschrieben, die sich aus der Umsetzung der beabsichtigten Ergebnisse, eröffnen. Insofern ist ein Transfer der Ergebnisse dieses Projektes, das jedoch im Rahmen der vorwettbewerblichen Forschung durchgeführt werden soll, in die Industrie denkbar. Zwischen den Projektpartnern fand ein reger Austausch statt. Mehrere gemeinsame Treffen in größeren Runden fanden statt, so am 23.05.2007, 29.10.2007 und am 13.12.2007 am ILK in Dresden sowie im September 2008 in Cottbus, an denen mehrere Projektbearbeiter beider Partner teilnahmen (Herr Dr. Heidenreich, Frau Dr. Wagner, Herr Herrmann, Herr Blei vom ILK sowie Herr Prof. Schmeißer, Herr Dr. Müller, Frau Schwiertz und Herr Henkel von der BTU). Am zweiten und dritten Treffen in 2007 nahm Herr Dr. Rudolph von der Topas GmbH als Mitglied des projektbegleitenden Ausschusses (PA) teil, beim Termin im Dezember 2007 und im September 2008 war der gesamte PA anwesend (Fr. Schengber von der Födisch AG, Herr Dr. Rudolph von der Topas GmbH und Herr Ortloff von der Ortloff GmbH).

### **8.4. Durchführende Forschungsstellen**

#### Forschungsstelle 1:

#### **Brandenburgische Technische Universität Cottbus**

Institut für Physik und Chemie

#### **Lehrstuhl Angewandte Physik-Sensorik**

Konrad-Wachsmann-Allee 1

03046 Cottbus

Telefon: 03 55 / 69- 3072

Telefax: 03 55 / 69- 3073

e-mail: dsch@tu-cottbus.de

Leiter der Forschungsstelle: Prof. Dr. rer. nat. habil. Dieter Schmeißer

Projektleiter: Prof. Dr. rer. nat. habil. Dieter Schmeißer

#### Forschungsstelle 2:

#### **Institut für Luft- und Kältetechnik gGmbH**

Bertolt- Brecht- Allee 20

01309 Dresden

Telefon: 0351/4081-520

Telefax: 0351/4081-525

e-mail: gf@ilkdresden.de

Leiter der Forschungsstelle: Dr. rer. nat. habil. Ralf Herzog

Projektleiter: Dipl.- Ing. Ralf Heidenreich

## 9. Literatur

- [1] R. Borngräber: Quarzresonanzsensoren für flüssige Medien – Systemdesign und Anwendung. Dissertation. Shaker-Verlag, Aachen, 2001, ISBN 3-8265-9364-2
- [2] Bernd Neubig & Wolfgang Briese: Das große Quarzkochbuch. Franzis-Verlag, Feldkirchen, 1997, ISBN 3-7723-5853-5
- [3] G. Sauerbrey: Verwendung von Schwingquarzen zur Wägung dünner Schichten und zur Mikrowägung. Zeitschrift für Physik 155 (1959) 206-222
- [4] Agilent, Application notes 5965-4972E
- [5] K.K. Kanazawa, J.G. Gordon: The oscillation frequency of a quartz resonator in contact with a liquid. Analytica Chimica Acta 175 (1985) 99-105
- [6] S.J. Martin et al.: Characterization of a quartz crystal microbalance with simultaneous mass and liquid loading. Analytical Chemistry 63 (1991): 2272-2281
- [7] Agilent E5100A Network Analyzer Programming Manual
- [8] D.M. Sores, W. Kautek, C. Fruböse, K. Doblhofer: The electrochemical quartz-microbalance in media of changing viscoelastic properties, and the design and characterization of a suitable driver electronics. Berichte der Bunsen-Gesellschaft-Physical Chemistry Chemical Physics 98 (1994) 219-228
- [9] M. Yang, M. Thompson: Multiple chemical information from the thickness shear mode acoustic wave in the liquid phase. Analytical Chemistry 65 (1993) 1158-1168
- [10] A. Bund, G. Schwitzgebel: Investigations on metal depositions and dissolutions with an improved EQCMB based on quartz microbalance crystal impedance measurements. Electrochimica Acta 45 (2000) 3703-3710