

Schriftenreihe Mechanische Verfahrenstechnik

Band 11

**Sascha Groom**

**Entwicklung und Optimierung  
pneumatischer Mikrozerstäuber für den  
verbesserten Probeneintrag in der  
Plasmaemissionsspektrometrie AES**

D 290 (Diss. Universität Dortmund)

Shaker Verlag  
Aachen 2007

**Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek**

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

Zugl.: Dortmund, Univ., Diss., 2006

Copyright Shaker Verlag 2007

Alle Rechte, auch das des auszugsweisen Nachdruckes, der auszugsweisen oder vollständigen Wiedergabe, der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen und der Übersetzung, vorbehalten.

Printed in Germany.

ISBN 978-3-8322-6594-6

ISSN 1618-2855

Shaker Verlag GmbH • Postfach 101818 • 52018 Aachen

Telefon: 02407 / 95 96 - 0 • Telefax: 02407 / 95 96 - 9

Internet: [www.shaker.de](http://www.shaker.de) • E-Mail: [info@shaker.de](mailto:info@shaker.de)

Für einen wirkungsvolleren Probeneintrag bei der Plasmaemissionsspektrometrie wurden zwei pneumatische Mikrozerstäuber entwickelt, welche für diesen Anwendungsbereich neuartig sind. Hierbei handelt es sich um die Prefilming-Dralldüse (PFDD) und die Pneumatische Ziehdüse (PEN). Erste Prototypen mit Düsendurchmessern  $D = 200 \mu\text{m}$  wurden angefertigt und mit handelsüblichen Mikrozerstäubern der AES/OES verglichen. In dem gesamten hier untersuchten Betriebsbereich erzeugt zumindest die PEN ein deutlich feineres Aerosol als der Standardzerstäuber (concentric pneumatic nebulizer CPN) der AES/OES. Der Anteil der eintragsfähigen Tropfen im Aerosol konnte im Vergleich zum CPN bei bestimmten Betriebsbedingungen durch die PEN nahezu verdoppelt werden. Gleichfalls bewirkt dies eine Steigerung des nutzbaren Massenstroms, so dass die PEN teilweise eine dreifach höhere Masse eintragsfähiger Tropfen mit  $D < 10 \mu\text{m}$  erzeugt als der CPN. Die höchsten Wirkungsgrade wurden bei den hier untersuchten Betriebsbedingungen der Mikrozerstäuber ebenfalls durch die PEN erzielt. Bei der Fertigung der vergleichsweise stark miniaturisierten Zerstäubergeometrien ist eine möglichst hohe Präzision die Voraussetzung für einen optimalen Zerstäubungsprozess. Am Beispiel der PFDD konnte beobachtet werden, dass bereits vergleichsweise kleine Grate und Kerben an der Austrittsöffnung die Tropfenbildung merklich beeinflussen können. Die hierdurch verursachte Strahlenbildung führte zu einem unerwünschten Anstieg der mittleren Tropfengröße. Dies wird bei der PFDD zudem durch die Bildung eines Flüssigkeitswulstes an der Unterseite der Düse verstärkt.

Die Optimierung der Zerstäubergeometrie wurde anhand von Untersuchungen an vergrößerten und teilweise transparenten Modellzerstäubern durchgeführt. Die zur Tropfenbildung führenden Strömungs- und Zerfallsmechanismen können an diesen Modellen untersucht werden. Modellversuche müssen generell unter vergleichbaren Betriebsbedingungen durchgeführt werden. Dies setzt das Einhalten der für das Zerstäuben relevanten Kennzahlen voraussetzt. Teilweise erfordert dies die Verwendung von Modellflüssigkeiten. Der Strömungszustand in der Drallkammer der PFDD wurde mit einem transparenten Modellzerstäuber untersucht. Generell ergeben sich bei der PFDD drei unterschiedliche Strömungszustände, die im Wesentlichen von der Beladung bzw. dem Flüssigkeitsdurchsatz abhängen. Bei Beladungen  $\mu < 1,0$  ist der Flüssigkeitsfilm vergleichsweise dünn bzw. nicht vollständig ausgebildet. Im Bereich der tangential in die Drallkammer mündenden Gaseinlässe reißt der Film durch das einströmende Gas lokal auf und es entstehen Lücken. Eine intensive Mischung zwischen dem Gas und der Flüssigkeit ist daher nicht möglich. Für den unteren Beladungsbereich  $\mu < 0,5$  überwiegt der Lückenanteil im Film, und die verbleibenden Flüssigkeitsfragmente vereinigen sich zu Strahlen. Diese führen an der Abrisskante zur Bildung unregelmäßiger, jedoch relativ kleiner, Tropfen. Mit weiter steigender Beladung bildet sich im unteren Bereich der Drallkammer wieder ein vollständig geschlossener Film aus. Oberhalb einer Beladung  $\mu \approx 1$  kann der Flüssigkeitsfilm nicht mehr von dem Gas durchdrungen werden und es kommt zu einer

intensiveren Interaktion beider Phasen. Die für pneumatische Zerstäuber mit steigender Belastung für  $\mu \geq 1$  untypische Abnahme der Tropfengröße ist vermutlich hierauf zurückzuführen.

Die unterschiedlichen Zerfallsmechanismen an der PEN werden nicht nur durch die Betriebsbedingungen des Zerstäubers bestimmt, sondern auch maßgeblich durch die Zerstäuber-geometrie. Die verschiedenen Zerfallsmechanismen bei der Tropfenbildung an der PEN wurden in Abhängigkeit der Gas-Laplacezahl und des dimensionslosen Flüssigkeitsdurchsatzes in einem dimensionslosen Diagramm klassifiziert. Es konnte gezeigt werden, dass der Abstand  $a$  zwischen der Blende und der Kapillare hierbei einen deutlichen Einfluss auf den Zerfallsmechanismus besitzt. Durch das Verschieben der Kapillare ist bei konstanten Betriebsbedingungen der Übergang zwischen den Zerfallsmechanismen Zerwellen und Zerstäuben möglich. Das Zerstäuben ist durch das Ausbilden einer Vielzahl feiner Flüssigkeitsstrahlen gekennzeichnet, die bereits vor dem Passieren der Blende zu Ligamente zerfallen. Allgemein werden beim Zerstäuben deutlich kleiner Tropfengrößen erreicht als beim Zerwellen. Eine höhere Flüssigkeitsviskosität führt zu einer Verschiebung der Grenzen der Zerfallsregime hin zu höheren Gas-Laplacezahlen. Weitere Modellversuche ergaben die für das Feinstzerstäuben optimale Geometrie der PEN. Hierbei sollte der Abstand  $a$  angenähert ein Viertel des Blendendurchmessers  $D_B$  betragen,  $a/D_B = 0,25$ .

Ein theoretischer Ansatz zur Dehnung eines Flüssigkeitsstrahls im Druckfeld einer Gas-Blendenströmung wurde mittels einer Leistungsbilanzierung hergeleitet. Durch den Gasdruck vor der Blende, sowie durch die vom Gas übertragene Schubspannung wird der Flüssigkeitsstrahl beschleunigt. Dies resultiert folglich in der Reduzierung des Strahldurchmessers. Der Vergleich zu experimentell ermittelten Strahlkonturen an der PEN zeigte eine hinreichend genaue Übereinstimmung mit dem hier vorgestellten theoretischen Modellansatz.

Der spektroskopische Nachweis eines durch die PEN mit optimierter Zerstäuber-geometrie verbesserten Probeneintrags wurde anhand vergleichender Untersuchung an einem Atomemissionsspektrometer durchgeführt. Als Referenzerstäuber wurde hierfür der konzentrische Standardzerstäuber CPN verwendet. Beide Zerstäuber wurden mit einer identischen Abscheidekammer betrieben. Die Nachweisgrenzen unterschiedlicher Elemente wurden unter den für das Analyseninstrument gegebenen Standardbetriebsbedingungen für beide Zerstäuber ermittelt. Die Nachweisgrenze (LOD) gibt an, welche minimale Elementkonzentration mit dem verwendeten Eintragungssystem aus Zerstäuber und Abscheidekammer noch messbar ist. Durch die Nutzung der PEN konnte für die hier untersuchten Elemente im Vergleich zu dem Standardzerstäuber der AES/OES deutliche niedrigere Nachweisgrenzen erreicht werden. Für bestimmte Elemente wurden zum Teil bis zu dreifach geringere Nachweisgrenzen mit der PEN erzielt. Das Nachweisvermögen der Analysenmethode konnte somit durch einen wirkungsvolleren Zerstäubungsprozess deutlich verbessert werden.