

Metropolia Ammattikorkeakoulu
Materiaali- ja pintakäsittelytekniikka

Juho Repo

Alle 1 μm :n kokoisten nestepisaroiden mittaaminen

Insinööriyö 11.6.2009

Ohjaaja: dipl.ins. Erkki Seppäläinen

Ohjaava opettaja: yliopettaja Kai Laitinen

Alkusanat

Tämä työ on tehty Beneq Oy:n aerosolilaboratoriossa Vantaalla. Työlle oli erityistä tarvetta yrityksen pirskotin- ja poltinkehityksen näkökulmasta.

Haluan kiittää työni ohjaavaa opettajaa yliopettaja Kai Laitista ja työni ohjaajaa dipl.ins. Erkki Seppäläistä. Erityiskiitos Erkki Seppäläiselle kannustuksesta sekä hyvistä neuvoista ja ideoista. Suuri kiitos Dos. Jyrki Mäkelälle ja tutkija Mikko Aromaalle suunnan antamisesta ja hyvistä vinkeistä. Keksijä Markku Rajalalle ja senior scientist Joe Pimenoffille kiitos mukavasta työilmapiiristä. Beneq Oy:lle, ja yrityksen työntekijöille kiitos kaikesta tuesta ja avusta työn suunnittelussa ja toteutuksessa, erityisesti prosessiasiantuntija Kai Asikkalalle, ins. Joonas Ilmariselle ja prosessiasentaja Kai Toivaselle. Kiitos dipl.ins. Lauri Rauniolle CAD-kuvista ja senior scientist Mircea Hotoleanulle simuloinneista. Suurin kiitos vanhemmilleni ja ystäville kaikesta tuesta ja kannustuksesta koko opiskelun aikana.

Vantaalla 11.6.2009

Juho Repo

Tekijä Otsikko	Juho Repo Alle 1 µm:n kokoisten nestepisaroiden mittaaminen
Sivumäärä Aika	55 sivua 11.6.2009
Koulutusohjelma	materiaali- ja pintakäsittelytekniikka
Tutkinto	insinööri (AMK)
Ohjaaja Ohjaava opettaja	dipl.ins. Erkki Seppäläinen yliopettaja Kai Laitinen
<p>Insinööriyön aiheena oli mitata alle 1 µm:n nestepisaroiden kokoa. Tavoitteena oli kehittää pisarakokomittauksiin soveltuva mittausjärjestely. Mittausjärjestelyllä pyrittiin määrittämään spray-prosessilla tuotettavien nestepisaroiden kokojakaamaa eri pirskotusolosuhteissa.</p> <p>Spray-prosessilla tuotettuja nestepisaroita ei voida mitata suoraan pirskottimen päästä lähtevästä nestesumusta, koska pisarat ovat liian pieniä. Tästä johtuen pisarakoko määritettiin välillisesti mittaamalla kuivahiukkasia. Nestepisaroiden irrotessa pirskotimesta niistä alkaa haihtua liuotinaine pois. Liuotinaineen haihduttua jäljelle jäänyt kuivahiukkanen mitattiin. Kuivahiukkasten mittaustietojen perusteella nestepisaraille määritettiin kokojakaama. Kuivahiukkasten koko mitattiin ELPI™ -mittalaitteella (Dekati, impaktori nro 2285).</p> <p>Nestepisarot pirskotettiin metallisesta ilmastointikanavaputkesta valmistettuun sumutuskammioon, joka oli yhteydessä aerosolilaboratorion palokaasujen poistokanavaan. Aerosolihiukkasnäyte kerättiin ELPI:lle 1,2 metrin etäisyydeltä pirskotimesta. Näytteenkeräysputkena käytettiin noin metrin pituista kupariputkea, jonka sisähalkaisija oli 2 cm. Pirskotettavana nesteenä käytettiin isopropanolia, johon oli liuotettu 1,2 ja 6 tilavuus-% dioktyyli sebakaattia. Pirskotuskaasuina käytettiin typpeä ja heliumia.</p> <p>Kokeissa mitattiin kahden erilaisen pirskottimen tuottamia pisarakokojakaamia. Mittaustuloksista ilmeni nesteen tilavuusvirtauksen ja konsentraation sekä pirskotuskaasun tilavuusvirtauksen ja käytetyn pirskotuskaasun vaikutus pisarakokojakaamaan. Pirskotettavan nesteen konsentraation lisäys kasvatti kuivahiukkaskokoa, mutta sillä ei ollut vaikutusta nestepisaroiden kokoon. Nesteen tilavuusvirtauksen lisäys 5:stä 10 ml:aan/min ei muuttanut pisarakokojakaamaa. Hiukkasten pinta-alan mukainen kokojakaama oli suurempi tyypellä pirskotettaessa verrattuna heliumpirskotukseen.</p> <p>Mittausjärjestelyn avulla voidaan jatkossa määrittää pirskottimien tuottamia pisarakokojakaamia, ja mittausjärjestelystä on hyötyä pirskottimien kehitystyössä.</p>	
Hakusanat	pisarakoko, hiukkaskoko, pirskotus, ELPI™

Author Title	Juho Repo Measuring droplets smaller than 1 μ m
Number of Pages Date	55 pages 11 June, 2009
Degree Programme	Materials Technology and Surface Engineering
Degree	Bachelor of Engineering
Instructor Supervisor	Erkki Seppäläinen, Master Engineer Kai Laitinen, Principal Lecturer
<p>The subject of this thesis was the measurement of aerosol droplets smaller than 1μm. The aim was to develop a droplet size measurement system. The measurement system was aimed to determine the aerosol droplet size distribution of different atomizers and atomization conditions.</p> <p>Droplets produced by the spray process cannot be measured directly from atomization output nozzle because the droplets are too small. As a result, droplet size was determined indirectly by measuring dry particles. When the droplets come out from the sprayer nozzle, the solvent in the droplet starts to evaporate. After the solvent had evaporated, the residual particle was measured. Droplet size distribution was determined using the dry particle measurement information. Dry particle size was measured using the ELPI™-measuring device (Dekati, impactor no. 2285)</p> <p>Droplets were sprayed into a ventilation pipe channel, which was linked to the gas exhaust duct of the aerosol laboratory. The aerosol particle sample was collected into the ELPI 1.2 meters from the sprayer. The sampling tube was an approximately one meter-long copper tube with an inside diameter of 2 cm. The liquid precursor was isopropyl alcohol, in which 1.2 and 6 volume-% DOS (dioctyl sebacate) was dissolved. Atomization gases were nitrogen and helium.</p> <p>In the experiment, two different sprayers were tested, and their droplet size distributions were measured. The measurement results indicated that several parameters influence the droplet size distribution: the liquid volume flow, atomization gas volume flow and used atomization gas. An increase in the precursor fluid concentration increased the dry particle size, but it had no effect on the droplet size. Increasing the fluid flow volume from 5 to 10 ml per minute did not change the droplet size distribution. The average particle surface area from the whole distribution was greater for nitrogen gas atomization than for helium gas atomization.</p> <p>The measurement arrangement can be used to further define droplet size distributions for droplets produced by the spray process and it will be useful in sprayer development.</p>	
Keywords	droplet size, dry particle size, atomization, ELPI™

Sisällys

Tiivistelmä

Abstract

Merkinnät ja lyhenteet

1	Johdanto	9
2	Pisaroiden tuottaminen	10
2.1	Pirskottimet	11
2.1.1	Hajotusilmapiirskotin	11
2.1.2	Rengasrakopiirskotin	12
2.1.3	Suurpainepiirskotin	13
2.1.4	Muut piirskottimet	14
2.2	Pirskotettavat nesteet	14
2.3	Pirskotuskaasut	15
3	Pisarakoon teoreettinen määrittäminen	16
3.1	Pisarakokomääritelmät	16
3.2	Pisarakokotkimuksia	18
4	Pisarakoon mittaaminen	22
4.1	Sähköinen matalapaine impaktori ELPI™	23
4.2	Hiukkaskoon luokittelija DMA	26
4.3	DMPS- ja SMPS-mittausjärjestelmä	27
4.4	Kondensaatioydinlaskuri CNC ja CPC	28
4.5	Sähköiset liikkuvuusanalysointilaitteet	29
4.6	Sähköinen aerosolianalysointilaitteisto EEA	30
4.7	Optiset välineet	31
5	Näytteen kerääminen	31
5.1	Nesteen haihtuminen pisaroista	32

5.2 Isokineettinen keräys	33
5.3 Hiukkashäviöt näytteen keräyksessä	34
6 Mittausjärjestelyt	36
6.1 Näytteen kerääminen	38
6.2 Pirskotettavan nesteen syöttö	40
6.3 Pirskotuskaasujen syöttö	40
7 Mittaukset ja niiden tulokset	41
8 Tulosten tarkastelu	45
9 Sovellusmahdollisuudet	49
Lähteet	50
Liitteet	52
Liite 1: Mittausjärjestelyn PI-kaavio	52
Liite 2: Kuva mittausjärjestelystä	53
Liite 3: Simulaatiokuva sumutuskammioista	54
Liite 4: Virtausnopeus sumutuskammiossa	55

Merkinnät ja lyhenteet

d_m	massahalkaisija
d_{mm} tai MMD	massakeskihalkaisija (mass mean diameter)
MMD	massamediaanihalkaisija (Mass Median Diameter)
d_s	Sauter-halkaisija
SMD	Sauter-halkaisija
U_R	pirskotuskaasun ja nesteen suhteellinen nopeus
σ_L	nesteen pintajännitys
ρ_L	nesteen tiheys
μ_L	nesteen viskositeetti
Q_L	nesteen tilavuusvirtaus
Q_A	kaasun tilavuusvirtaus
v	pirskotuskaasun ja nestevirtauksen nopeusero
γ	pintajännitys
η	nesteen viskositeetti
ρ	nesteen tiheys
Q_g	kaasun tilavuusvirtaus
ρ_A	pirskotuskaasun tiheys
A	pirskotuskaasukanavan poikkipinta-ala
W_A	pirskotuskaasun massavirta
W_L	nesteen massavirta
m	vakio yht. Kim & Marshall
d_d	pisaran halkaisija
F_v	haihtumattoman aineen tilavuusosuus
ELPI™	sähköinen matalapaineimpaktori (Electrical Low Pressure Impactor)
DMA	differentiaalinen liikkuvuuskokoanalysointilaitteisto (Differential Mobility Analyser)

DMPS	differentiaalinen liikkuvuuskokoluokittelija (Differential Mobility Particle Sizer)
SMPS	pyyhkäisyliikkuvuuskokoluokittelija (Scanning Mobility Particle Sizer)
FCE	faradaykuppielektrometri (Faraday Cup Electrometer)
CNC	kondensatioydinlaskuri (Condensation Nucleus Counter)
CPC	kondensatiohiukkaslaskuri (Condensation Particle Counter)
v	hiukkasen ajautumisnopeus
E	sähkökenttä
Z	hiukkasen sähköinen liikkuvuus
n	alkeisvarausten lukumäärä
e	alkeisvaraus
$C_c(C_p)$	Cunninghamin liukukorjauskerroin
D_p	hiukkasen halkaisija
EEA	sähköinen aerosolianalysaattori (Electrical Aerosol Analysator)
v	virtausnopeus näytteenottoputkessa
W	kaasuvirtauksen nopeus
Q_s	virtausnopeus näytteenottoputkessa
Q_0	virtausnopeus näytteenkeräyskanavassa
D_s	näytteenottoputken halkaisija
D_0	keräyskanavan halkaisija
DOS	dioktyyli sebakaatti (dioctyl sebacate)

1 Johdanto

Nesteliikkiruiskutusprosesseissa käsiteltävälle alustalle tuotettava pintakerros syntyy muodostuvien hiukkasten impaktoituessa ja diffundoituessa alustaan. Tekniikkaa käytetään hyväksi esimerkiksi toiminnallisten pinnoitteiden valmistuksessa lasipinnoille.

Pintakerros tuotetaan muuttamalla esimerkiksi metallinitraattiliuos hapettavan vety-happiliekkin avulla metallioksidihiuksiksi. Metallinitraattiliuos pirskotetaan pieniksi pisaroiksi vety-happiliekkiin. Tuotetut pienet pisarat haihtuvat kuumassa liekissä, ja niiden sisältämä metallinitraatti hapettuu oksidimuotoon. Oksidihiuksaset impaktoituvat ja diffundoituvat alustaan ja muodostavat pintakerroksen.

On myös prosesseja, joissa pinnoitteen muodostava neste pirskotetaan alustalle ilman liekkiä. Tämän kaltaisissa prosesseissa on tärkeää, että materiaali levittyy tasaisesti pinnoitettavalle alustalle. Tehokkaalla nesteen pirsrottamisella materiaali levittyy tasaisesti alustalle ja muodostaa tasalaatuisen pinnoitteen.

Mitä tehokkaammin neste saadaan pirskotettua, sitä pienempiä pisaroita syntyy. Tehokkaalla pirskotuksella myös pyritään saamaan syntyvien pisaroiden kokojakauma mahdollisimman kapeaksi. Kun pisarat ovat mahdollisimman yhdenkokoisia jakaumaltaan, niiden haihtuminen ja liekissä tapahtuva nitraatin hapettuminen oksidimuotoon on paremmin hallittavissa.

Työ tehtiin Beneq Oy:lle yrityksen aerosolilaboratoriossa Vantaalla. Yritys kehittää nanoteknologiaa soveltavia pinnoitusprosesseja lasinvalmistus- ja aurinkokennoteollisuudelle.

Työn aiheena oli mitata alle 1 μm :n nestepisaroiden kokoa ja kokojakaamaa. Nestepisaroita ei voida mitata suoraan pirskotimesta lähtevästä aerosoliumusta, vaan mittaus perustuu

kuivahiukkasten mittaamiseen. Kuivahiukkasten tietojen perusteella voidaan määrittää alkuperäisen nestepisaran koko. Kuivahiukkasmittauksissa käytettiin ELPI™ -mittalaitetta.

Tavoitteena oli kehittää Beneq Oy:n poltinkehitystoimintaa tukeva mittausjärjestely, jolla voidaan mitata alle 1 µm:n kokoisten nestepisaroiden kokojakaumaa ja kartoittaa erilaisten pirskonttimien tuottamia pisarakokojakaumia. Pisarakoko ja pisaroiden tuoton ekonomisuus ovat keskeisiä asioita poltinkehityksessä, ja tästä syystä työlle oli tarvetta.

2 Pisaroiden tuottaminen

Pisaroita tuotetaan yleensä spray-prosesseilla. Spray-prosessi koostuu systeemistä, jossa nestettä syötetään pirskonttimen keskellä olevasta neulasta tai suuttimesta.

Nesteensyöttökanavan välittömässä läheisyydessä ovat pirskonttimesta riippuen kaasunsyöttökanavat, joista tulevalla kaasulla neste ”revitään” pisaroiksi. Törmätessään kaasuvirtaukseen tai kaasun törmätessä nestevirtaukseen pirskonttuu neste pieniksi pisaroiksi. Tärkein tekijä pirskontumiselle on korkea suhteellinen nopeus pirskotettavan nesteen ja ympäröivän kaasun virtauksen välillä. [1, s. 176-177.] Pisarointitekniikoita on muitakin ja niistä lisää kohdassa pirskonttimet.

Pisarointitekniikoita käytetään useissa teollisuuden sovelluksissa, kun tarvitaan materiaalin tasaista levittämistä tiettyyn prosessiin. Pienillä pisaroilla on suuri pinta-ala suhteessa niiden massaan, ja näin ollen niillä saadaan tasainen materiaalivirta haluttuun prosessiin. Näitä sovelluksia on mm. maalausteollisuudessa ruiskumaalaus sekä polttotekniikkaan liittyvät prosessit, kuten kaasuturbiinit, dieselmootorit sekä rakettimootorit. [1, s. 176.] Esimerkiksi kaasuturbiineissa polttokammioon syötettävä polttoaine tulisi pirskontaa hienojakoisena sumuna ja kokojakaumaltaan tasaisena, jotta saavutettaisiin korkea palamistehokkuus, mahdollisimman vähän pakokaasupäästöjä sekä tasainen lämpötilajakauma palokaasuille. [1, s. 182.]

Muita teollisuuden aloja, joissa käytetään pisarointitekniikoita, ovat mm. prosessiteollisuus, maanviljely, ympäristönsuojelu sekä lääketeknologia [1, s. 176].

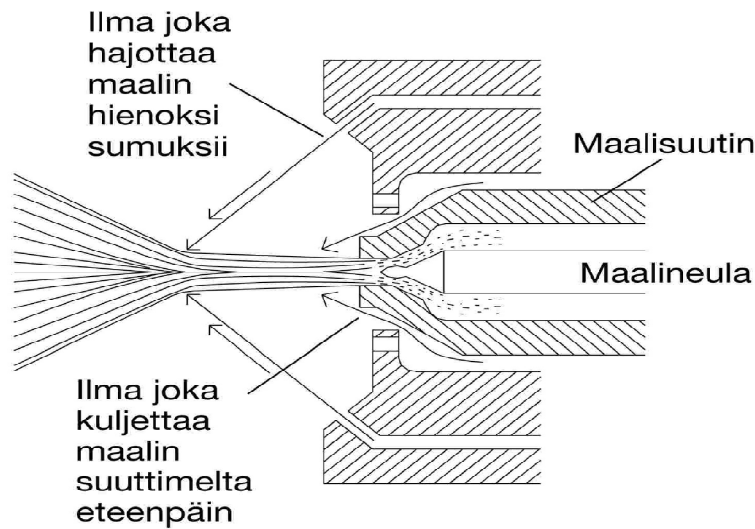
2.1 Pirsrottimet

Pirsrottimilla tarkoitetaan laitteita, joilla spray-prosessiin tuotetaan nestepisaroita.

Yleisimpien pirsrottimien toiminta perustuu siihen, että laitteelle syötetty nestevirtaus johdetaan suuttimen tai nesteensyöttöneulan kautta ulos, jossa se hajotetaan suurten painerojen tai suurten virtausnopeuserojen avulla pieniksi pisaroiksi. Pirsrottimen, ts. atomisointipään sisäisellä geometrialla, käytetyn hajotuskaasun ominaisuuksilla sekä itse pirsrottettavan nesteen ominaisuuksilla on vaikutusta syntyvien pisaroiden kokoon sekä muodostuvan pisaraviuhkan muotoon. [1, s. 176-177.]

2.1.1 Hajotusilmapirsrottin

Yleisin käytetyistä pirsrottimista lienee maalauspuolellakin paljon käytetty hajotusilmaan perustuva pirsrottin (kuva 1). Nestevirtaus syötetään suhteellisen alhaisella paineella tasaisena materiaalivirtana suuttimesta ulos. Kun nestevirtaus purkautuu suuttimesta tai neulasta ulos, ulostuloaukon välittömässä läheisyydessä on kaasunsyöttökanavat, joista johdetaan suurella nopeudella hajotuskaasua ulos. Kun nestevirtaus törmää tähän kaasuvirtaukseen, hajoaa se pieniksi pisaroiksi. [1, s. 176.]



Kuva 1. Poikkileikkauskuva maaliruiskun päästä [2].

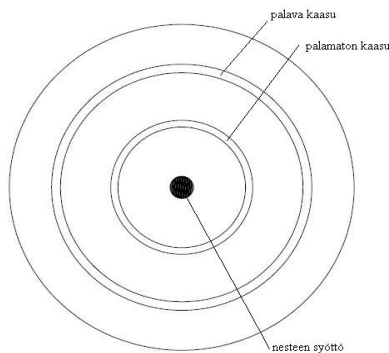
2.1.2 Rengasrakopirskotin

Rengasrakopirskottimessa (kuva 2) neste syötetään alhaisella syöttöpaineella pirskotinpään keskellä olevasta pienestä reiästä tai suuttimesta ulos. Nesteensyöttökanavaa ympäröivät rengasmaiset raot, joista pirskotuskaasu ja palamiseen tarvittavat kaasut johdetaan ulos. Nesteen ulostulokohdan ja rengasmaisen hajotuskaasuvirtauksen välille syntyy suuri paineero, joka ikään kuin repii nestevirtauksen pisaroiksi.

Kaupallisessa DND-polttimessa nesteensyöttöaukon ympärillä on kolme rengasmaista kehää. Sisimmältä kehältä syötetään vetyä, joka toimii pirskotuskaasuna. Liekin stabiloimiseksi ja pirskottimen ylikuumentumisen estämiseksi seuraavalta kehältä syötetään inerttiä kaasua, tässä tapauksessa typpeä. Uloimmalta kehältä syötetään vedyn palamiseen tarvittava happi.

Muissa rengasrakopirskottimissa kaasujen valinnassa on enemmän vapausasteita. Pirskotettavan nesteen ja kaasujen suhteista riippuen pirskotin käyttäytyy eri tavalla. Jos pirskotettavana nesteenä käytetään eksotermistä nestettä ja pirskotuskaasuna on happi, kuumenee pirskotin tällöin eniten. Endotermistä nestettä pirskottaessa tilanne on hapen

osalta päinvastainen, eli suhteista riippuen happi saattaa pitää pirskottimen hyvinkin kylmänä. Pirskottimen ylikuumentuminen voidaan myös estää käyttämällä suutingeometriaa, joka johtaa kaasun purkautumisnopeuteen, joka on suurempi kuin palamisnopeus. Tällöin liekki pysyy pirskottimesta ja sen suuttimesta irti samalla tavoin kuin kaasuhitsauspillissä. [3.]



Kuva 2. Rengasrakopirskottimen pää.

2.1.3 Suurpainepirskotin

Suurpainepirskottimen rakenne on kutakuinkin samanlainen kuin kuvan 1 hajotusilmapiirskottimen. Erona tässä kuitenkin se, että neste syötetään suurella paineella pienestä suuttimesta tai reiästä ulos eikä nestevirtausta ”hajoteta” sivuilta tulevalle hajotuskaasulla. Nesteellä on erittäin suuri nopeus, kun se tulee ulos suuttimesta. Kun neste kohtaa ympärillään olevan ilman, pirskottuu se hyvin pieniksi pisaroiksi. Pirskottuminen toteutetaan siis pirskotettavan nesteen ja ympäröivän kaasun välisen suuren nopeuseron avulla. [1, s. 176.]

Lisäksi myös suutingeetrialla on suuri merkitys nesteen pirskottumiseen. Nesteen inertian suuntauksella on siis oleellinen vaikutus pirskotustapahtumaan [3].

2.1.4 Muut pirsrottimet

Muita pirsrottimia ovat mm. rotaatiopirsrottimet ja ultraäänipirsrottimet.

Rotaatiopirsrottimissa neste tuodaan suurella nopeudella pyörivälle levyille, jonka reunoilta se irtoaa ja pirsrottuu. [1, s. 176.]

Ultraäänipirsrottimissa neste muutetaan ultraäänien avulla nestesumuksi. Tekniikkaa soveltaa mm. suomalainen yritys, joka myy tuotettaan nestesumuvalkokankaiden (Fogscreen®) muodossa. [4.]

2.2 Pirsrottettavat nesteet

Pirsrottettava neste koostuu yleensä kahdesta tai useammasta pääkomponentista: liuottimesta, joka on yleensä alkoholi tai vesi, sekä lähtöainemateriaalista, josta tuote muodostuu. Liuottimen osuus pirsrottettavassa nesteessä on yleensä huomattavasti suurempi kuin lähtöainemateriaalin, joten liuottimen ominaisuudet määräävät pääasiallisesti pirsrottettavan nesteen ominaisuudet. [5, s. 13; 27.]

Liuottimena käytetään nesteitä, joihin halutut lähtöainemateriaalit saadaan liukenemaan. Nesteliiekkiruiskutuksessa pirsrottettavan nesteen lämpöarvillisilla ominaisuuksilla voidaan myös säädellä liekin kokoa ja lämpötilaa. [5, s. 13; s. 40-41.]

Pirsrottettavan nesteen fysikaalisilla ominaisuuksilla kuten viskositeetillä ja pintajännityksellä on vaikutusta syntyvien pisaroiden kokoon. Viskositeetin kasvaessa pisarakoko kasvaa. Pintajännityksen pienentyessä pisarakoko pienenee. [1, s. 180.]

Kun pirsrottusnesteen lähtöainemateriaalin konsentraatiota muutetaan, nesteen viskositeetti ja pintajännitys myös muuttuvat. Usein pirsrottettavien nesteiden liuosvahvuudet ovat kuitenkin niin pieniä, että pienillä konsentraation muutoksilla ei ole vaikutusta pisarakokoon. [6, s. 20-21.]

Yleisesti on todettu, että nesteen tiheydellä ja pirsrottamiseen syötettävän nesteen massavirtauksella ei ole suurta vaikutusta syntyvien pisaroiden kokoon [1, s. 180; 5, s. 25-26; s. 45]. Myöhempien tutkimusten perusteella on kuitenkin todettu, että pirskotettavan nesteen massavirtauksen muutoksella on vaikutusta syntyvien pisaroiden kokoon. Massavirtauksen lisäys kasvattaa pisarakokoa. [7, s. 15; 3.]

Pirskotusnesteessä liuenneena olevan lähtöainemateriaalin massakonsentraatiolla ei ole suurta merkitystä pisarakokoon, ellei se vaikuta oleellisesti nesteen muihin ominaisuuksiin. Pirskotettavassa nesteessä liuenneena olevan lähtöainemateriaalin massakonsentraation lisäys kasvattaa kuivahiukkaskokoa, mutta sillä ei oletettavasti ole vaikutusta syntyvien pisaroiden kokoon. [5, s. 41; 6, s. 21.]

2.3 Pirskotuskaasut

Pirskotuskaasuina käytetään yleisesti vetyä, happea tai typpeä riippuen pirskotusprosessista. Heliumia voidaan käyttää pirskotuskaasuna, kun halutaan mukailta vedyn fysikaalisia ominaisuuksia prosesseissa, joissa pirskotetaan nestettä ilman liekkiä. Heliumilla pirskotettaessa pisarointi on tehokkaampaa kuin typellä pirskotettaessa, koska sillä saadaan syötettyä suurempi tilavuusvirtaus kaasua pirskottimelle. [3.] Heliumin tiheys (0,1785 kg/m³) ja moolimassa (4 g/mol) vastaavat kohtalaisen hyvin vedyn vastaavia ominaisuuksia (0,0899 kg/m³ ja 1,008 g/mol) [8].

3 Pesarakoon teoreettinen määritys

Pirskottimilla tuotettujen nestepisaroiden kokoon vaikuttavat monet asiat pirskotusprosessissa. Näitä ovat esimerkiksi pirskotettavan nesteen ja pirskotuskaasun ominaisuudet, pirskottimen sisäinen geometria sekä pirskotuksessa käytetyt muut parametrit kuten pirskotusnesteen massavirta eli prosessiin syötettävän nesteen määrä sekä pirskotuskaasun ja pirskotusnesteen suhteellinen nopeus. Pirskotuskaasun suunta suhteessa purkautuvaan nestepatsaaseen vaikuttaa myös syntyvien pisaroiden kokoon. [1, s. 176; 3.]

3.1 Pesarakokomääritelmät

Pisaran koko voidaan määrittää optisesti, jos pisarat ovat suurempia kuin $1 \mu\text{m}$ eli noin kaksi kertaa valon aallonpituus. Jos tuotettujen pisaroiden halkaisija on tätä pienempi, joudutaan turvautumaan välilliseen pesarakoon mittaukseen, joka perustuu liuottimen haihtumisen jälkeen jäljelle jääneen kuivahiukkasan kokoon. Pienten kuivahiukkasten kokomäärityksessä voidaan käyttää Suomessa kehitettyä ELPI™ -mittalaitetta, josta tarkemmin kohdassa 4.2. [3; 5, s. 55.]

Ekvivalenttikoko

Ekvivalenttikoko esiintyy usein hiukkaskokomäärittelyjen yhteydessä. Eri menetelmien perusteella määritettyjen kokojen vertailussa on otettu käyttöön käsite ekvivalenttikoko. Tällöin hiukkasan käyttäytymistä mittalaitteessa verrataan palloon, jonka tiheys on vakio. Eri menetelmin määritettyjä kokoja ovat mm. hiukkasan aerodynaaminen koko ja sähköinen liikkuvuuskoko. [9, s. 19.]

Aerodynaaminen koko

Usein puhutaan hiukkasan tai pisaran aerodynaamisesta koosta. Hiukkasan aerodynaaminen koko on sama kuin geometrinen koko yksikkötiheyksisellä (1g/cm^3) hiukkasella, jolla on

sama asettumisnopeus kuin tutkittavalla hiukkasella. Aerodynaaminen kokoluokittelu ottaa huomioon hiukkasen tiheyden, joten kahdella geometrisesti samankokoisella hiukkasella on erilainen aerodynaaminen koko, jos ne eroavat tiheydeltään. [10, s. 53; 5, s. 50.]

Sähköinen liikkuvuuskoko

Sähköinen liikkuvuuskoko on sellaisen hiukkasen koko, jonka dynaaminen liikkuvuus on sama kuin tutkittavalla hiukkasella. Sähköinen liikkuvuuskoko ei ota huomioon hiukkasen tiheyttä, joten geometrisesti saman kokoisilla hiukkasilla on sama sähköinen liikkuvuuskoko, vaikka ne eroavaisivat tiheydeltään toisistaan. [6, s. 41.]

Massahalkaisija ja MMD

Massahalkaisija d_m kuvaa hiukkasjakauman keskimääräisen massan mukaisen halkaisijan. Toisin sanoen se on massapainotettu halkaisijakeskiarvo.

MMD:llä (Mass Median Diameter) tarkoitetaan massajakauman keskimmäisen hiukkasen (mediaanin) halkaisijaa.

Massahalkaisija voidaan ilmoittaa joskus myös MMD:nä (mass mean diameter) ja sillä tarkoitetaan samaa kuin d_m . [10, s. 84-86.]

Sauter-halkaisija

Sauter-halkaisija d_s tai SMD (Sauter Mean Diameter) kuvaa hiukkasjakauman keskimääräisen pinta-alan mukaisen halkaisijan. Toisin sanoen se on pinta-alapainotettu halkaisijakeskiarvo. [10, s. 86.]

Optinen koko

Kokomittauksilla voidaan määrittää myös hiukkasen optinen koko. Optinen koko saadaan valon sirontaa mittaamalla, ja se riippuu hiukkasen taitekertoimesta, muodosta ja koosta. Optisella koolla ei tarkoiteta samaa kuin mikroskooppikuvasta mitattavalla projektiopinta-alan koolla. [9, s. 19.]

3.2 Pesarakokotutkimuksia

Ensimmäiset pisarakokotutkimukset tekivät jo 1940-luvulla Nukiyama ja Tanasawa. Tutkimuksissa pirskotettiin bensiiniä, vettä, öljyä sekä alkoholin ja glyseriinin seoksia öljytyille lasilevyille. Lasilevyjä tarkasteltiin mikroskoopilla ja mikroskooppikuvien perusteella pisaroille määritettiin koko. Nukiyama ja Tanasawa määrittivät tutkimustensa perusteella sauter-halkaisijalle yhtälön 1:

$$SMD = \frac{0.585}{U_R} \left(\frac{\sigma_L}{\rho_L} \right)^{0.5} + 53 \left(\frac{\mu_L^2}{\sigma_L \rho_L} \right)^{0.225} \left(\frac{Q_L}{Q_A} \right)^{1.5}, \quad (1)$$

jossa U_R on pirskotuskaasun ja nesteen suhteellinen nopeus (m/s), σ_L nesteen pintajännitys (N/m), ρ_L nesteen tiheys (kg/m^3), μ_L nesteen viskositeetti ($\text{kg/m}^*\text{s}$), Q_L ja Q_A nesteen ja kaasun tilavuusvirtaukset (l/s). [11, s. 236.]

Lefebvren myöhempien tutkimusten perusteella on todettu, että yhtälö ei anna geometrisilta mitoiltaan oikeaa pisarakokoa. Yhtälöstä kuitenkin nähdään, että pisarakoko on suoraan verrannollinen nesteen pintajännitykseen ja viskositeettiin. Yhtälöstä nähdään myös pisarakoon olevan kääntäen verrannollinen pirskotuskaasun tilavuusvirtaukseen nähden. [11, s. 236.]

Willard et al. ovat määrittäneet tutkimuksissaan pisarakoon uudestaan, ja Nukiyaman ja Tanasawan yhtälö on esitetty muodossa:

$$d_s = \frac{585}{v} \left(\frac{\gamma}{\rho}\right)^{0,5} + 597 \left[\frac{\eta}{(\gamma\rho)^{0,5}}\right]^{0,45} \cdot 1000 \left(\frac{Q_l}{Q_g}\right)^{1,5} \quad (2)$$

Yhtälössä v on pirskotuskaasun ja nestevirtauksen nopeusero (m/s), γ nesteen pintajännitys (dyne/cm), η nesteen viskositeetti (poise), ρ nesteen tiheys (g/ml), Q_l ja Q_g nesteen ja kaasun tilavuusvirtaukset (ml/s).

Yhtälöstä 2 nähdään, että se noudattaa samoja piirteitä nesteen viskositeetin ja pintajännityksen suhteen sekä pirskotuskaasun tilavuusvirtauksen ja nopeuden suhteen kuin Nukiyaman ja Tanasawan alkuperäinen yhtälö. [12, s. 229.]

Kimin ja Marshallin yhtälössä 3 hiukkaselle on määritetty massahalkaisija d_m .

$$d_m = 5,36 \cdot 10^{-3} \left[\frac{\sigma_L^{0,41} \mu_L^{0,32}}{(\rho_A U_R^2)^{0,57} A^{0,36} \rho_L^{0,16}} \right] + 3,44 \cdot 10^{-3} \left(\frac{\mu_L^2}{\sigma_L \rho_L} \right)^{0,17} \left(\frac{W_A}{W_L} \right)^m \frac{1}{U_R^{0,54}} \quad (3)$$

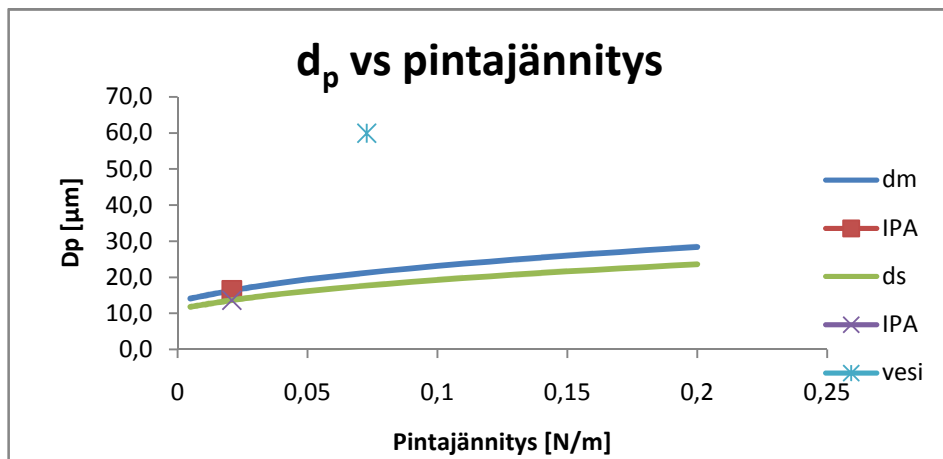
Yhtälössä d_m on massahalkaisija, σ_L nesteen pintajännitys, μ_L nesteen dynaaminen viskositeetti, ρ_A pirskotuskaasun tiheys, U_R pirskotuskaasun ja nesteen suhteellinen nopeus, A pirskotuskanavan poikkipinta-ala, ρ_L nesteen tiheys, W_A pirskotuskaasun massavirta, W_L nesteen massavirta ja m vakio, joka määritellään yhtälössä 4. [11, s. 238.]

$$m = -1, \text{ kun } \frac{W_A}{W_L} < 3 \text{ ja } m = -0,5, \text{ kun } \frac{W_A}{W_L} > 3 \quad (4)$$

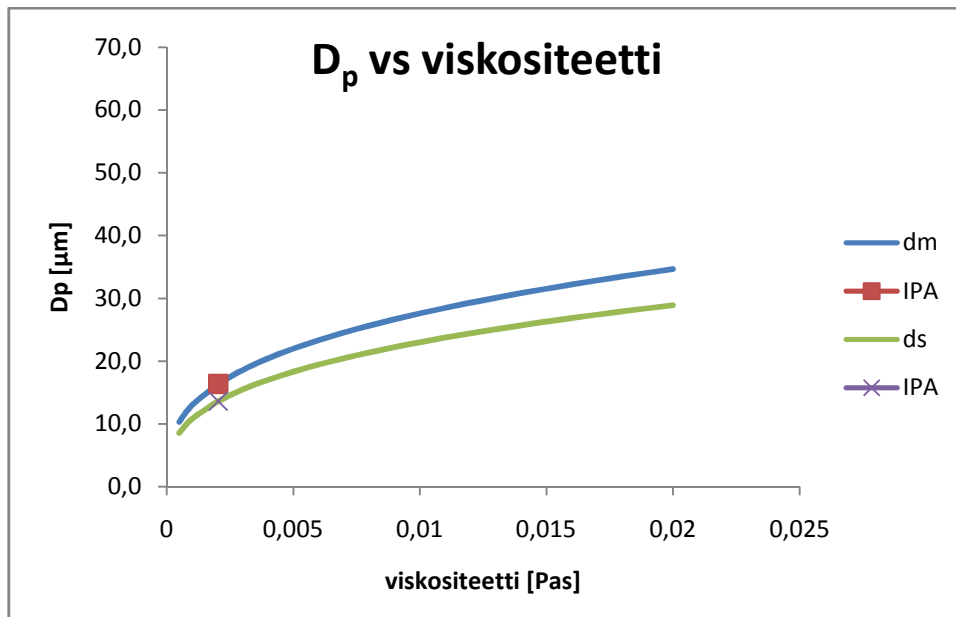
Myös Kimin ja Marshallin yhtälöstä 3 voidaan laskea, että pisarakoko on suoraan verrannollinen nesteen pintajännityksen ja viskositeetin suhteen. Yhtälössä on määritetty hiukkasen massahalkaisija ja sen voi muuttaa sauter-halkaisijaksi kaavalla 5. [11, s. 234.]

$$SMD = \frac{MMD}{1,2} \quad (5)$$

Kuvissa 3, 4 ja 5 on esitetty pirskotettavan nesteen pintajännityksen ja viskositeetin sekä pirskotuskaasun tilavuusvirtauksen teoreettinen vaikutus pisarakokoon Kimin ja Marshallin yhtälön mukaan. Kuvaajien määrittämiseen käytetyt arvot on laskettu Kimin ja Marshallin yhtälöllä 3. Muuttujina yhtälöissä on käytetty nesteen pintajännitystä ja viskositeettiä sekä pirskotuskaasun tilavuusvirtausta. Muina tekijöinä yhtälössä on käytetty Beneq Oy:n kehittämän pirskottimen mukaan määräytyviä arvoja, kun nesteen (isopropanoli) tilavuusvirta on 10 ml/min ja kaasun (typpi) 30 l/min.

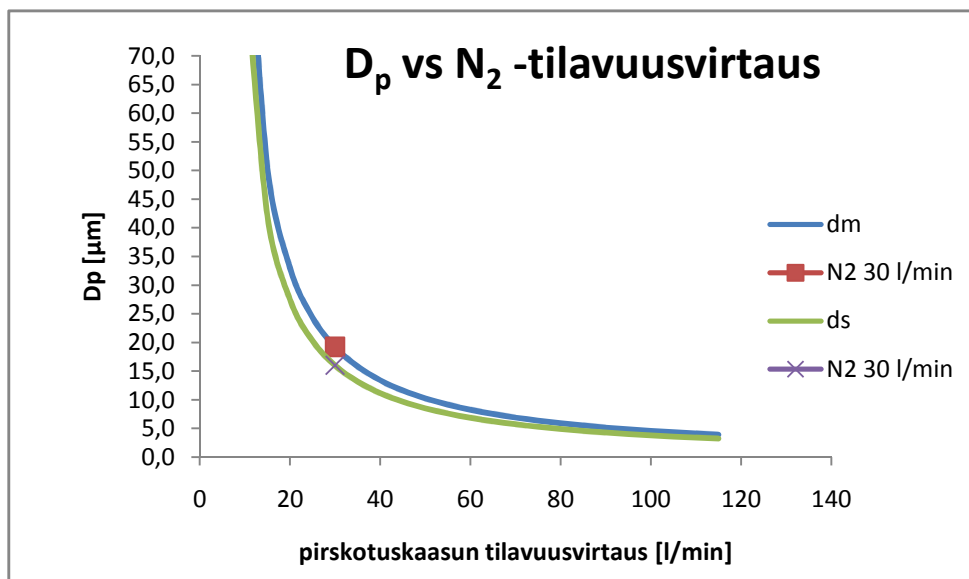


Kuva 3. Pirskotettavan nesteen pintajännityksen teoreettinen vaikutus pisarakokoon.



Kuva 4. Pirskotettavan nesteen viskositeetin teoreettinen vaikutus pisarakokoon.

Pirskotuskaasun tilavuusvirtauksen muutoksella on suurin teoreettinen vaikutus pirskotustapahtumaan, ja se ilmenee kuvasta 5.



Kuva 5. Pirskotuskaasun tilavuusvirtauksen teoreettinen vaikutus pisarakokoon.

4 Pesarakoon mittaaminen

Tämän hetkisillä mittalaitteilla on mahdotonta mitata pienten, alle 1 µm:n nestepisaroiden kokoa suoraan pirsrottimen päästä lähtevästä nestesumusta. Nestesumusta voidaan mitata lasertekniikalla ja optisilla mittalaitteilla yli 1µm:n nestepisaroiden kokoa, mutta ei sen pienempiä. [7, s. 9.] Tämän takia pienten nestepisaroiden kokomittaus perustuu siihen, että pisarasta haihdutetaan neste pois ja jäljelle jäänyt kuivahiukkanen mitataan.

Kuivahiukkasen koon perusteella voidaan laskea alkuperäisen nestepisaran koko, kun tiedetään tiettyjä suureita. [5, s. 55-56.]

Pisarakoko voidaan laskea kuivahiukkasen koon ja pirskotusnesteen haihtumattoman lähtöaineen konsentraation avulla kaavalla

$$d_d = \frac{d_s}{(F_v)^{1/3}}, \quad (6)$$

jossa d_d on pisaran läpimitta, d_s kuivahiukkaskoko ja F_v haihtumattoman aineen tilavuusosuus. [6, s. 19; 7, s. 9.]

Mittalaitteet

Erilaiset mittalaitteet määrittävät aerosolihukkasten koon hieman eri tavalla. Mittalaitteissa sovelletut tekniikat voidaan jakaa kolmeen ryhmään: massaan perustuviin menetelmiin, optisiin menetelmiin ja sähköisiin menetelmiin. Erikokoiset hiukkaset käyttäytyvät eri tavalla, ja tästä syystä onkin hyvä käyttää useampia mittaustekniikoita rinnatusten koko aerosolikokojakauman määrittämiseksi. [9, s. 19.]

Esimerkiksi aerodynaaminen koko, joka saadaan impaktorimittauksista, riippuu hiukkasen muodosta, tiheydestä ja koosta, kun taas sähköinen liikkuvuus koko riippuu hiukkasen

muodosta ja koosta, mutta ei tiheydestä. Optinen koko, joka saadaan valon sirontaa mittaamalla, riippuu hiukkasen taitekertoimesta, muodosta ja koosta.

Mittalaitteiden toiminta perustuu siis aerosolihiukkasten sähköisen liikkuvuuden tai hiukkasen inertiaan perustuvan liikkeen havainnointiin. Havainnointi voidaan tehdä joko mittaamalla aerosolihiukkasen tuomaa varausta elektrometrille tai kasvattamalla hiukkanen hallituissa olosuhteissa kondensaation avulla sen kokoiseksi, että se voidaan havaita optisesti. [9, s. 19; s. 47-49.]

4.1 Sähköinen matalapaine impaktori ELPI™

ELPI™ -laitteella (Electrical Low Pressure Impactor) voidaan mitata ilmassa olevia hiukkasia kokoalueella 7 nm – 10 µm. Laite mittaa hiukkasten aerodynaamista kokojakaumaa sekä konsentraatiota reaaliaikaisesti. Laitteen toiminta perustuu hiukkasten sähköisen varauksen havainnointiin.

ELPI™ koostuu kolmesta pääkomponentista: unipolaarisesta koronavaraajasta, matalapaine-kaskadi-impaktorista sekä herkistä monikanavadetektoreista keräysalustoilla.

Mitattavia hiukkasia sisältävä aerosolivirtaus johdetaan ELPI:n keräysputkea pitkin laitteelle. Ensimmäisenä näytevirtaus kulkeutuu koronavaraajalle, joka varaa hiukkaset unipolaarisesti vain yhdenmerkkisesti (+ tai -) tietyille varausasteelle. Tämän jälkeen varatut hiukkaset kulkeutuvat matalapaine-kaskadi-impaktorille, jossa ne kulkeutuvat niiden aerodynaamisen koon mukaan tietyille sähköisesti toisistaan eristetyille keräysalustoille. Keräysalustat toimivat samalla herkinä detektoreina, jotka mittaavat varattujen hiukkasten aiheuttamaa sähkövirtaa. Mitattu sähkövirta on suoraan verrannollinen partikkelien lukumäärään sekä kokoon. [13.]

Hiukkasten luokittelu

Hiukkasten kokoluokittelu tapahtuu kaskadi-impaktorilla niiden inertiaan perustuen. Hiukkasilla on toisistaan poikkeava inertia johtuen niiden massaeroista. Kaskadi-impaktori koostuu useista (12) keräyslevyistä, joissa on erikokoisia reikiä. Pieniä reikiä sisältävän levyn alapuolella on itse keräysalusta, jolle tietyn kokoiset hiukkaset impaktoituvat. Isoimmat hiukkaset impaktoituvat ylimmälle keräysalustalle ja pienimmät alimmalle alustalle. Hiukkasen impaktoituessa alustaan, detektori ilmaisee hiukkasen aiheuttaman sähkövirran määrän.

Hiukkasten inertiaan perustuvassa kokoluokittelussa hiukkasvirtauksen suuntaa muutetaan kaasuvirtauksen avulla, jolloin inertialtaan suuret hiukkaset kulkeutuvat ylimmille keräysalustoille. Inertialtaan pienemmät hiukkaset jatkavat poikkeutetussa kaasuvirtauksessa seuraaville keräysalustoille ja näin ollen tulevat kerätyiksi ja havaituiksi tietyssä kokoluokassa niiden inertian perusteella. [13.]

ELPI-laimennin

Usein aerosolinäytteet otetaan kuumasta kaasuvirtauksesta, jolloin näytevirtaus tulee laimentaa ja jäädyttää ennen ELPI-mittausta, sillä ELPI:n lämpötilatoiminta-alue on 0-45 °C. Laimentimien käyttö lisää myös laitteen operointiaikaa, koska keräyslevyille impaktoituu vähemmän hiukkasia, jolloin niiden puhdistusväli pitenee. Laimennussuhde tulee ottaa kuitenkin huomioon dataa käsiteltäessä.

Laimentimella tarkoitetaan laitetta, jonka läpi aerosolihiiikkasvirtaus johdetaan ja johon lisätään puhdasta ilmaa, jolloin hiukkaskonsentraatio pienenee. Kun hiukkasmittauksia tehdään kuumasta kaasuvirtauksesta, mittausjärjestelyssä tulisi käyttää kahta laimenninta ennen varsinaista ELPI-mittausta. Ensimmäinen laimennin ja siihen johdettava laimennuskaasu kuumennetaan samaan lämpötilaan kuin kaasuvirtaus, josta hiukkasmittauksia otetaan. Tämä toimenpide laskee näytteessä olevien haihtuvien

komponenttien höyrynpainetta, jolloin mitattavien hiukkasten mahdolliset kondensaatiot ja nukleaatiot estetään. Toiseen laimentimeen johdettavaa laimennuskaasua ei tarvitse lämmittää, ja ELPI:lle tullessaan näytekaasu on oikeassa lämpötilassa. [13.]

ELPI-mittauksissa esiintyvät virhetekijät

Impaktorimittauksiin liittyy useasti erilaisia ongelmakohtia ja mittavirheen aiheuttajia, jotka tulee ottaa huomioon mittaustuloksia arvioitaessa. Kun hiukkaset varataan unipolaarisesti, kaikki hiukkaset eivät välttämättä varaudu, ja tämä voi aiheuttaa virhettä tuloksiin. Hiukkaset voivat myös irtoilla keräysalustoilta tai ne eivät lainkaan tartu alustoille ja kulkeutuvat seuraavalle asteelle, mikä aiheuttaa vääristymää kokojakaumassa. Tätä ongelmaa voidaan kuitenkin pienentää esimerkiksi voitelemalla keräysalusta siihen tarkoitettulla rasvalla.

Impaktoriasteiden ylikuormittuminen sekä hiukkasten kulkeutuminen muille pinnoille kuin impaktoriasteille voivat aiheuttaa vääristymää kokojakaumassa. Myös suurimpien hiukkasten keräysasteen ja pienimpien hiukkasten suodatinkeräysasteen osalta hiukkaskoon määrittämiseen liittyy epätarkkuutta. [9, s. 86.]

Lisäksi ELPI:ssä kuten muissakin impaktoreissa hiukkasten kokoluokittelu perustuu niiden inertiaan. ELPI ei kuitenkaan mittaa ensisijaisesti hiukkasmassaa, vaan hiukkasten tuomaa varausta. Tämä on verrannollinen hiukkasen pinta-alaan. ELPI:llä voidaan määrittää tästä syystä parhaiten sauter-halkaisija. Massahalkaisijan mukaista kokojakaumaa määritettäessä se kannattaa tehdä punnitusmenetelmällä impaktoriasteilta.

Näin ollen aerodynaamisen kokojakauman tarkka määrittäminen vaatii sekä varaajan toiminnan tuntemista hiukkaskoon funktiona että impaktorin ja aerosolin yleisten ominaisuuksien tuntemista tai arvioimista. ELPI on luotettavimmillaan, kun hiukkasten lukumäärä sekä varaus ovat suuria. [9, s. 89.]

4.2 Hiukkaskoon luokittelija DMA

Differential Mobility Analyzer (DMA) perustuu sähköisen liikkuvuuden mittaamiseen, ja se on yksi keskeisimmistä laitteista nykypäivän hiukkasmittauksissa. Mitattavien hiukkasten kokoalue on käytännössä 1-1000 nm. Kun hiukkasten koko lähenee 1 μm :ä, hiukkasten mahdollinen monivarautuminen hankaloittaa tulosten käsittelyä. [9, s. 60-62.]

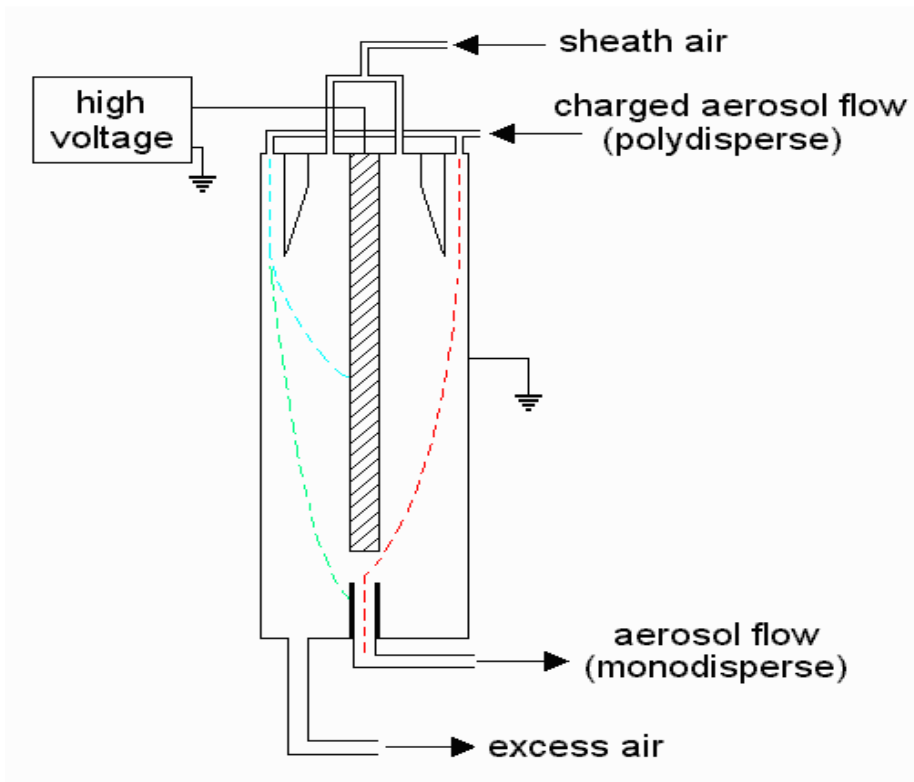
Laitteella voidaan luokitella leveästä kokojakaumasta lähes yhden kokoiset hiukkaset erilliseksi näytevirtaukseksi. Toiminta perustuu siihen, että varatun hiukkasen liikettä muutetaan sähkökentän vaikutuksella tietyn geometrian omaavassa sylinterissä.

DMA:n toimintaa käsiteltäessä tulisi myös huomioida asiaan liittyvät keskeiset seikat kuten hiukkasten sähköinen liikkuvuus, hiukkasten varautumistodennäköisyys sekä DMA:n siirtofunktio. Siirtofunktioon vaikuttavat esimerkiksi laitteen geometria, virtausjärjestelyt sekä sähkökentän voimakkuus. Laitteen käyttö perustuu oletukselle, että hiukkaset ovat pallomaisia, mikä ei aina pidä paikkaansa esimerkiksi suolakiteillä. Myös sylinterin virtausjärjestelyissä tulisi käyttää samaa kaasua, josta hiukkasnäyte otetaan, jotta välttyttäisiin mahdollisilta höyryjen tiivistymisiltä tai hiukkasten haihtumisilta. [9, s. 56.]

Hiukkasen liikkuminen sylinterissä

DMA-laitteessa on tietyn geometrian omaava sylinteri (kuva 6), johon hiukkaset johdetaan. Varaajan läpi kulkeutunut aerosolivirtaus johdetaan kuvan 3 mukaisesti DMA-sylinterin ulkoreunoilta sylinteriin. Kun virtaukset on oikein säädetty eikä sähkökenttää ole vielä kytketty, hiukkaset kulkevat laminaarissa virtauksessa sylinterin ulkoreunojen läheisyydessä kohti poistoilmavirtausta. Kun keskellä olevaan elektrodiin kytketään korkeajännite, syntyy sylinterin sisälle säteittäinen sähkökenttä. Sähkökentän vaikutuksesta hiukkaset kulkeutuvat kohti keskuselektrodia tai sylinterin seinämiä riippuen hiukkasen varauksesta (+/-). Pienet hiukkaset, joilla on suuri sähköinen liikkuvuus, kulkeutuvat nopeasti kohti elektrodia ja jäävät siihen kiinni. Isot hiukkaset puolestaan liikkuvat hitaasti

kohti keskustaa ja ajautuvat poistoilmavirtaukseen. Näin ollen ainoastaan halutun kokoiset hiukkaset saadaan ohjattua kapeaan aukkoon, josta näytevirtaus johdetaan detektorille. [9, s. 56.]



Kuva 6. Tyypillisen DMA-sylinterin rakenne [14].

4.3 DMPS- ja SMPS-mittausjärjestelmä

DMPS (Differential Mobility Particle Sizer) -laitteella tarkoitetaan yleensä mittausjärjestelyä, joka koostuu kahdesta erillisestä laitteesta, hiukkasten koon luokittelijasta (DMA tai FCE) sekä laskurista (CNC tai CPC), joka laskee hiukkasten lukumääräpitoisuutta. [9, s. 63.]

Peruseriaatteeltaan mittaukset suoritetaan niin, että aerosolivirtaus neutralisoidaan, ts. varataan bipolaarisella varaajalla tiettyyn varausjakaumaan ennen luokittelijalle pääsyä. DMA luokittelee hiukkaset niiden sähköisen liikkuvuuden perusteella, minkä jälkeen laskuri laskee niiden lukumääräpitoisuutta optiseen sirontaan perustuvalla havainnoinnilla

määritetyillä kokoalueilla. Laitteet on kytketty tietokoneeseen, jonka ohjelma muuttaa saadun datan haluttuun muotoon. [9, s. 63-65.]

SMPS (Scanning Mobility Particle Sizer) on pääkomponenteiltaan samanlainen kuin DMPS. Erona näissä laitteissa on vain toiminta-ajatus. DMPS-järjestelmässä luokittelijan keskuselektrodin vakiojännitettä muutetaan manuaalisesti eri jännitteille ja sen annetaan stabiloitua, kun taas SMPS-järjestelmässä jännitettä liu'utetaan jatkuvasti yli jännitealueen kerran molempiin suuntiin. Tämä nopeuttaa mittausta, sillä nyt ei tarvitse odottaa jännitteen stabiloitumista eri kanavien välillä. [9, s. 69-70.]

4.4 Kondensaatioydinlaskuri CNC ja CPC

Kondensaatioydinlaskurin (CNC = Condensation Nuclei Counter) tai (CPC = Condensation Particle Counter) toiminta perustuu valon optisen sironnan havainnointiin. Laskurilla mitataan hiukkasten lukumääräpitoisuutta määritetyllä kokoalueella ja tuloksena saadaan hiukkasta/cm³.

Tekniikka soveltuu hyvin alle 200 nm:n hiukkasten mittaamiseen, ja laskurilla voidaan laskea hiukkasia, joiden halkaisija on ainoastaan 2-3 nm. Näin pienten hiukkasten havainnointi on kuitenkin mahdotonta optisilla välineillä, joten niiden kokoa täytyy kasvattaa hallituissa olosuhteissa alueelle, missä ne voidaan havaita.

Hiukkasten kasvatus tapahtuu kondensaatiolla. CNC:ssä tiettyä höyryä sisältävä aerosoli viilennetään, jolloin se muuttuu ylikylläiseksi ja höyryä alkaa tiivistyä hiukkasten ympärille. Viilennys, ts. kyllestys, voidaan toteuttaa esimerkiksi adiabaattisella laajennuksella, kahden virtauksen sekoittamisella tai konvektiivisella viilentämisellä.

CNC:ssä hiukkaset kasvavat lähes vakiokokoisiksi, sillä hiukkasten alkuperäinen koko on hyvin pieni. Tyypillisesti niiden saavuttama koko on n. 5-15 µm, jolloin niiden havainnointi on mahdollista optisesti.

Laskurin tarkkuus riippuu mittausjärjestelystä. Yksittäishiukkaslaskureissa epävarmuustekijöitä ovat mm. systeemiin järjestettyjen virtausten epätarkkuudet, Poissonin laskentastatiikka sekä pienimmän mitattavan koon epätarkkuus. Epäsuoraan havainnointiin perustuvissa laskureissa epätarkkuudet voivat johtua laitteen kalibroinnista, stabiilisuudesta, signaali-kohinasuhteesta tai hiukcashäviöistä näytelinjoissa. Normaalissa ilmakehämittauksessa mittaepätarkkuus on 10 %:n luokkaa ja huomattavasti suurempi tilanteissa, jossa suuri osa hiukkasista on pienempiä kuin 20 nm.

Jotta kondensaatioydinlaskureilla voidaan laskea tiettyä kokoaluetta, hiukkaset täytyy luokitella näille alueille. CNC-laskureiden rinnalla käytetään yleensä DMA:ta (Differential Mobility Analyser) tai jotain muuta eri kokoisten hiukkasten sähköisen liikkuvuuden havaitsevaa laitetta, jolla määritetään laskurille menevien hiukkasten koko. [9, s. 47-54.]

4.5 Sähköiset liikkuvuusanalysointilaitteet

Sähköisten liikkuvuusanalysointilaitteiden toiminta perustuu siihen, että hiukkaset varataan sähköisesti tietylle varausasteelle ja kullekin hiukkasen läpimitalle määritetään ajautumisnopeus v sähkökentässä E kaavan 7 mukaan.

$$v = ZE, \tag{7}$$

jossa hiukkasen sähköinen liikkuvuus on

$$Z = \frac{neC_c(D_p)}{3\pi\eta D_p} \tag{8}$$

n = hiukkasen sisältämä alkeisvarausten lukumäärä

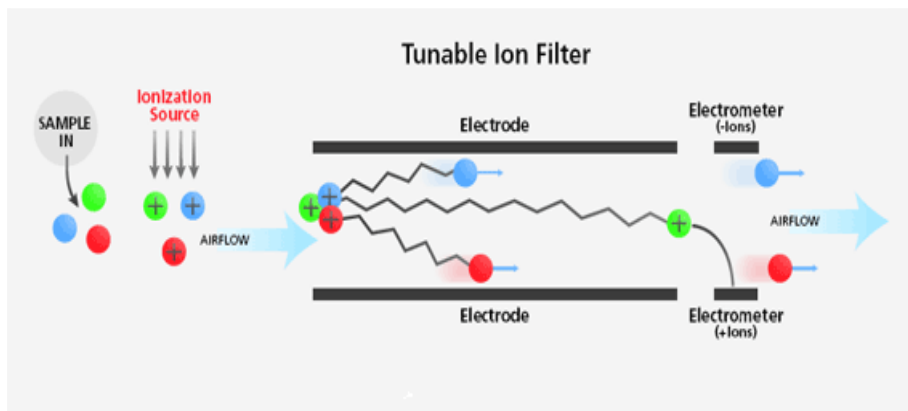
e = alkeisvaraus (oletuksena 1)

C_c (C_p) = Cunninghamin liukukorjauskerroin

D_p = hiukkasen halkaisija

η = ilman dynaaminen viskositeetti

Yksinkertainen liikkuvuusanalysointilaite (kuva 7) toimii periaatteella, jossa hiukkaset johdetaan kahden eri potentiaaliin kytketyn levyn välistä. Jos hiukkasten sähköinen liikkuvuus on tiettyä rajaliikkuvuutta suurempi, jäävät hiukkaset levyjen väliin ja muu kokoluokka hiukkasista ohittaa systeemin. Keräyslevyltä mitataan hiukkasen aiheuttama sähkövirta ja näin havaitaan tietyt kokoiset hiukkaset. [15, luku 7, s. 1-2.]



Kuva 7. Yksinkertainen liikkuvuusanalysointilaite [16].

4.6 Sähköinen aerosolianalysointilaite EEA

Myös sähköisellä aerosolianalysointilaiteella (Electrostatic Aerosol Analyzer) voidaan mitata hiukkaskokoa. Tässä mittalaitteessa on samantyyppinen hiukkaset varaava unipolaarinen koronavaraaja kuin ELPI:ssä. Hiukkasten varautumisen jälkeen ne kulkeutuvat kahden sisäkkäisen sylinterin välissä, joista ulommainen on maadoitettu ja sisempi korkeajännitteessä. Jännitettä säädetään portaitaisesti, jolloin tietyllä jännitteellä pääsee eri liikkuvuusosuus sylinterien läpi elektrometrille, joka mittaa tietyn kokoluokan pitoisuuden. Aerosolianalysointilaiteella voidaan mitata hiukkasia kokoluokassa 32 nm – 1 µm. [15, luku 7, s. 6.]

4.7 Optiset välineet

Optisilla välineillä hiukkasten luotettava koonmittausalue on 1 μm :stä ylöspäin. Optisten laitteiden toiminta perustuu hiukkasten aiheuttaman valonsironnan mittaamiseen. Malvernin mittalaitteessa laservalonlähde kohdistetaan hiukkasiin, ja laite mittaa hiukkasten aiheuttamaa valon taittumista, jonka avulla se määrittää hiukkaskoon.

Myös Oseir Oy:n optinen mittaustapa perustuu laseriin. Diodilaser-valonlähde lähettää fs-ns:n valopulsseja kameran valokennolle. Kamera ottaa 3 still-kuvaa partikkelien liikeradoista. Tekniikalla voidaan määrittää partikkelien liikenopeus, suunta sekä lämpötila. Pienin mitattava partikkelikoko on 6-10 μm :n luokkaa. [17; 18.]

Yksittäisten isompien hiukkasten mittaamiseen voidaan käyttää optisia mittalaitteita, mutta aerosolijakaumien mittaamiseen ne eivät kovin hyvin sovellu. Aerosolijakauman pienimmät hiukkaset voivat muodostaa mittausdataan ”pilvimoodin”, joka vääristää tuloksia. Lisäksi mittauspiste, johon laser kohdistetaan, on hyvin pieni, jolloin siitä ei saada edustavaa otosta pirsokottimen tuottamasta pisarakokojakaumasta. [3.]

5 Näytteen kerääminen

Aerosolihiukkasnäytteen luotettava kerääminen aerosoliprosessista on erittäin haastava toimenpide. Kun nestepisarat irtoavat pirsokottimen päästä, ne alkavat samantien haihtua ja niiden nopeus laskee nopeasti. Nesteen haihtumisnopeuteen pisaroista vaikuttavat pisarakoko, nesteen pintajännitys, ympäröivän ilman lämpötila sekä ympäröivän ilman suhteellinen kosteus. Myös muut tekijät kuten Fuchsin korjaustekijä, lämpötilatekijä ja Kelvinin vaikutustekijä tulee ottaa huomioon, kun määritetään pienten alle 1 μm :n pisaroiden kuivumisaikaa. [10, s. 278-292.]

5.1 Nesteen haihtuminen pisaroista

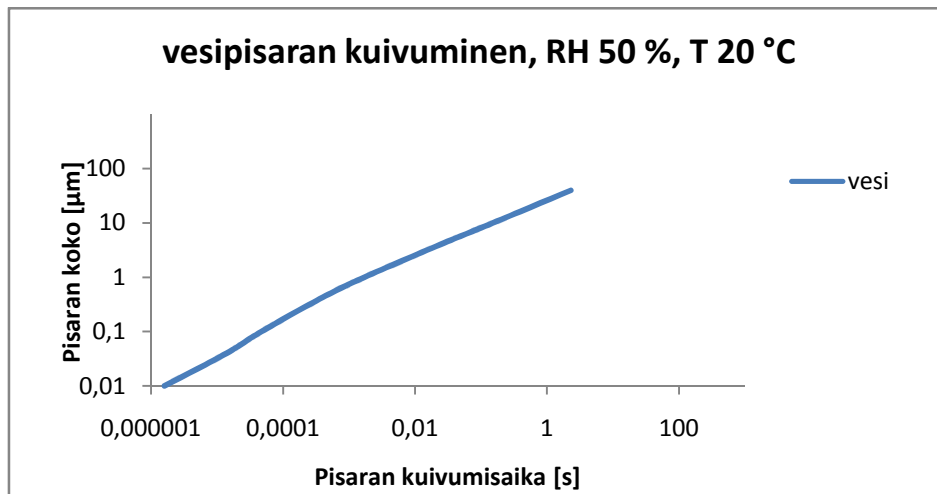
Irrotessaan atomisointipäästä alkavat nestepisarat välittömästi haihtua. Hindsin teoksessa [10, s. 300] on esitetty eri kokoisten vesipisaroiden kuivumisaikoja, jotka ilmenevät taulukosta 1. Taulukon arvot on laskettu kaavalla 9, käyttäen tarvittavia korjaustekijöitä. Laskelmien virhearvio on vähintään luokkaa 20 %.

$$\frac{d(d_p)}{dt} = \frac{4D_v M}{R\rho_p d_p} \left(\frac{p_\infty}{T_\infty} - \frac{p_d}{T_d} \right) \phi \quad \text{for } d_p > \lambda \quad (9)$$

Taulukko 1. Pisanan kuivumisaikoja, kun T on 20 °C ja RH 50 % [10, s. 300].

Pisanan kuivumisaika (s)					
pisaran halkaisija (µm)	huomioitu kaikki korjaustekijät	ei sisällä Fuchs:n tekijää	ei sisällä kelvin tekijää	ei sisällä lämpötilatekijää	ei mitään korjauksia
0,01	$1,6 \times 10^{-6}$	$6,0 \times 10^{-8}$	$5,0 \times 10^{-6}$	$9,1 \times 10^{-7}$	$6,0 \times 10^{-8}$
0,04	$1,4 \times 10^{-5}$	$1,7 \times 10^{-6}$	$2,1 \times 10^{-5}$	$6,6 \times 10^{-6}$	$9,6 \times 10^{-7}$
0,1	$4,7 \times 10^{-5}$	$1,3 \times 10^{-5}$	$5,8 \times 10^{-5}$	$2,1 \times 10^{-5}$	$6,0 \times 10^{-6}$
0,4	$3,6 \times 10^{-4}$	$2,2 \times 10^{-4}$	$3,8 \times 10^{-4}$	$1,5 \times 10^{-4}$	$9,6 \times 10^{-5}$
1	$1,7 \times 10^{-3}$	$1,4 \times 10^{-3}$	$1,8 \times 10^{-3}$	$7,4 \times 10^{-4}$	$6,0 \times 10^{-4}$
4	0,024	0,023	0,024	0,01	$9,6 \times 10^{-3}$
10	0,15	0,14	0,15	0,062	0,06
40	2,3	2,3	2,3	0,92	0,96

Nesteen haihtumisen jälkeen jäljelle jää kuivahiukkanen, jonka koko pyritään mittaamaan mahdollisimman luotettavasti siihen tarkoitetuilla laitteilla. Kuivahiukkanen pyritään saamaan mittalaitteelle mahdollisimman nopeasti nesteen haihduttua, sillä kuivahiukkanen voi alkaa muuttaa kokoaan mahdollisen kondensaation, aglomeraation tai muiden kasvumekanismien johdosta. Kuvan 8 kuvaaja on piirretty taulukon 1 arvoilla. [10, s. 278-292.]

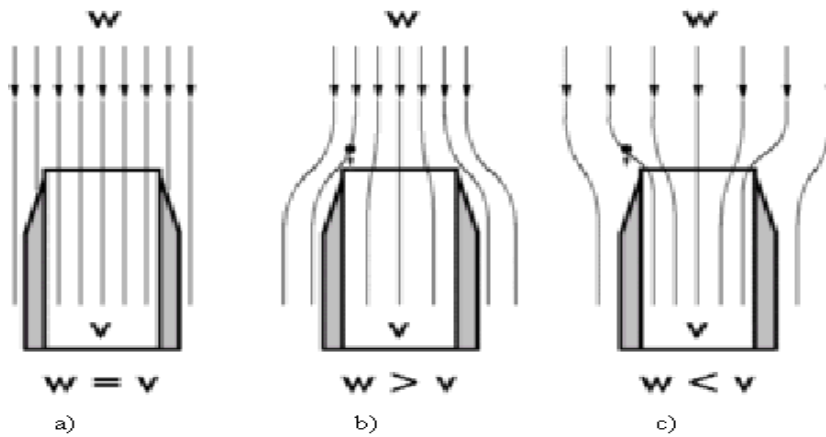


Kuva 8. Vesipisaran kuivumisaika riippuen pisarakoosta.

5.2 Isokineettinen keräys

Jotta aerosolinäytteestä saataisiin mahdollisimman luotettava ja hiukkasjakauma olisi vääristymätön, näytteen keräys tulisi tehdä isokineettisesti. Isokineettisellä keräyksellä (kuva 9a) tarkoitetaan keräystä, jossa näytteenottoputki asetetaan näytevirtauksen suuntaisesti keräyskanavaan. Keräyskanavan sekä näytteenottoputken virtausnopeudet säädetään saman suuruisiksi.

Jos näytteenottoputkessa oleva virtausnopeus v on suurempi kuin keräyskanavassa kulkevan kaasuvirtauksen nopeus W (kuva 9c), tulos vääristyy, sillä putki imee liian paljon pieniä hiukkasia eivätkä suuret hiukkaset pysty seuraamaan kääntyvää kaasuvirtausta näytteenottoputkeen. Vastaavasti kuvan 9b tilanteessa näytteenottoputkeen tulee keräytyksi liikaa suuria partikkeleita. Jos näytteenottoputki ei ole kanavassa kulkevan kaasuvirtauksen suuntainen, tästäkin tulee vääristymää kokojakaumaan. Suuremmat partikkelit eivät kulkeudu virtausten mutkakohdassa näytteenottoputkeen, vaan menevät ohi suuremman inertian johdosta. [10, s. 206-208.]



Kuva 9. Virtaunopeuden vaikutus hiukkasnäytteen keräyksessä [19].

Jotta isokineettinen keräys voidaan suorittaa käytettävissä olevilla kaasuvirtauksilla keräyskanavassa, näytteenottoputken sisäänmenoaukon ja keräyskanavan halkaisijaa voidaan muuttaa.

Kaavalla 10 voidaan mitoittaa virtausnopeudet ja halkaisijat oikean suuruisiksi.

$$\frac{Q_s}{Q_0} = \left(\frac{D_s}{D_0}\right)^2 \quad (10)$$

Q_s on virtausnopeus näytteenottoputkessa, Q_0 virtausnopeus keräyskanavassa, D_s näytteenottoputken halkaisija ja D_0 keräyskanavan halkaisija. [10, s. 207.]

5.3 Hiukkashäviöt näytteen keräyksessä

Aerosolihukkasten keräystoimenpide on monimutkainen prosessi, ja siinä syntyy helposti hiukkashäviöitä, ennen kuin hiukkaset saadaan kuljetettua mittalaitteen havainnointidetektorille. Myös hiukkasten keräyspisteen etäisyys pirsrottimen päästä vaikuttaa, koska nesteen tulee haihtua pisaroista ennen mittalaitetta.

Hiukkahäviöt aiheutuvat usein erilaisista depositionsmechanismeista. Kuumia aerosolinäytteitä kerätettäessä myös termoforeesi voi olla ongelma. [10, s. 216-217.]

Mittalaitteelle menevän näytteenottoputken pituudella on vaikutusta hiukkahäviöihin, ja putken pituus ja mutkakohdat pyritään minimoimaan. Raskaimmat hiukkaset voivat ”pudota” kaasuvirtauksesta putken sisäpinnalle tai impaktoitua putken mutkakohdassa seinämään suuren inertiansa johdosta. Mittalaitteiden sisällä hiukkaset voivat impaktoitua väärin kohtiin sylinterin seinämille ennen varsinaista impaktorialustaa, joka havainnoi hiukkasen tuoman sähkövarauksen. [9, s. 86; 10, s. 216-217]

6 Mittausjärjestelyt

Työ toteutettiin Beneq Oy:n tiloissa Vantaalla. Työ aloitettiin hahmottelemalla, millaisia pirskonttimia ja millaisia pirskotusolosuhteita haluttiin tutkia. Tämän jälkeen etsittiin parasta mittausjärjestelyä, jolla pisaroita ja erityisesti niiden kokojakaumaa voitaisiin määrittää. Esisuunnittelutyössä etsittiin mittausjärjestelylle ratkaisu, joka oli mahdollista toteuttaa käytettävissä olevilla kaasu- ja nestesyötöillä Beneq Oy:n aerosolilaboratoriossa.

Kun nämä perusasiat olivat selvillä, aloitettiin mittausjärjestelyn tekninen suunnittelu. Suunnittelussa tuli ottaa huomioon mm. virtausteknillisiä asioita, laitteiston rakentamiseen tarvittavien komponenttien tarvetta sekä muiden tarvittavien osien mekaanista suunnittelua.

Mittausjärjestelyä testattiin kahdella erilaisella pirskonttimella muuttamalla niiden toimintaolosuhteita. Ensimmäinen testattava pirskotin oli Beneq Oy:n kehittämä pirskotin, jonka tarkemmat yksityiskohdat ovat liikesalaisuuden piirissä. Toinen pirskotin oli kaupallinen, perinteinen ilmahajotteinen pirskotin. Muutettavia parametreja olivat pirskotusnesteen tilavuusvirtaus ja konsentraatio, pirskotuskaasun tilavuusvirtaus sekä pirskotuskaasu.

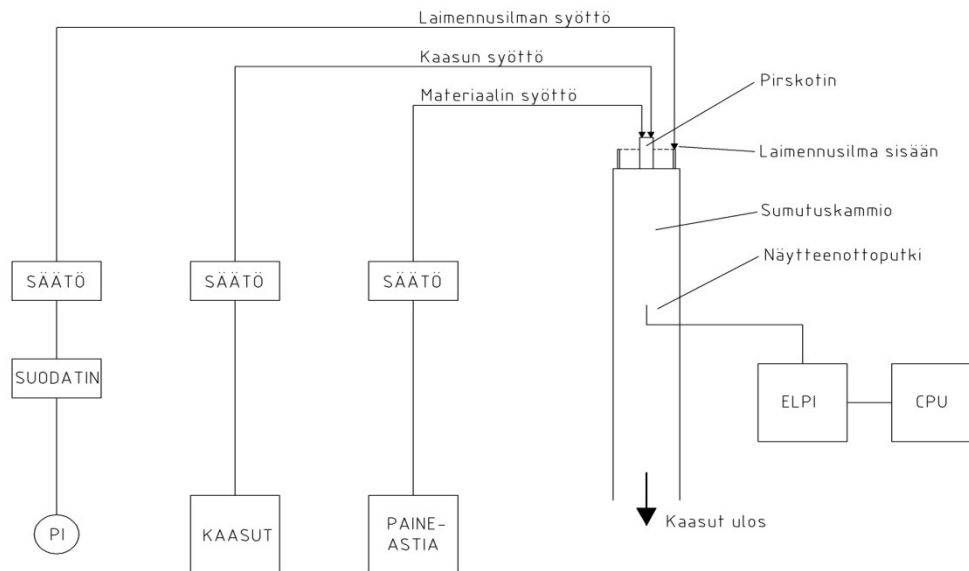
Kaupallisella pirskonttimella testattaessa käytettiin nestevirtausta, joka oli 10 ml/min. Tällä haluttiin varmistaa, että pisarat ehtivät kuivua ja etteivät ELPI:n mittausasteet ylikuormittuisi. Kyseiselle kaupalliselle pirskonttimelle suositellaan selvästi suurempia nestevirtauksia.

Mittalaitteena käytettiin ELPI:ä (Dekati, impaktori nro. 2285), jonka tilavuusvirtaus on 10 l/min.

Koejärjestelyssä käytettiin pirskotusnesteenä isopropanolia, johon oli liuotettu DOSia (Diocetyl sebacate tai Bis (2-ethylhexyl) sebacate).

Pirskotuskaasuina käytettiin teollista typpeä (N_2) ja heliumia (He).

Mittausjärjestelyssä neste pirskotettiin metallisesta ilmastointikanavaputkesta valmistettuun sumutuskammioon kuvan 10 mukaisesti ylhäältä alaspäin. Kanavaputken sisähalkaisija oli 315 mm ja pituus 1500 mm.



Kuva 10. Mittausjärjestelyn prosessikaavio.

Ilmastointikanavaputken yläpäähän oli teetetty erikoisvalmisteinen kansilaippa, johon pirskotin voitiin kiinnittää ja jonka avulla kammioista saatiin tiivis. Kansilaippaan oli tehty kotelorakenne, jonka kautta laimennusilma johdettiin tasaisesti pirskotuskammioon pirskottimen ympäriltä. Laimennusilma otettiin paineilmaverkosta, ja se suodatettiin Feston MSB6-huoltoyksiköllä, jonka pienin suodatustaso on $0,01 \mu\text{m}$. Näytteenottoputken ohittanut kaasuvirtaus siirtyi ilmastointikanavaa pitkin poistokanavaan. Mittausjärjestelyn tarkemmat yksityiskohdat näkyvät liitteistä 1 ja 2.

6.1 Näytteen kerääminen

Näyte tulee ottaa riittävän kaukaa pirskestimesta, jotta aerosolisumu olisi kuivaa. Ensin tarkasteltiin vesipisaroiden teoreettisia kuivumisaikoja taulukon 1 arvojen mukaan. Tämän jälkeen pirskestimellä pirskotettiin vettä vapaasti ilmaan ja tarkasteltiin syntyvää sumua silmämääräisesti sekä tunnusteltiin kädellä, miltä etäisyydeltä se tuntui vielä kostealta. Näiden tarkasteluiden jälkeen määritettiin pirskotuskaasun ja laimennusilman aiheuttaman kaasuvirtausnopeuden tasaantumiseen kuluva matka sumutuskammiossa.

Kaasuvirtauksen tasaantumiseen riittävä etäisyys, ts. näytteenottopisteen etäisyys pirskestimesta määritettiin mittaamalla virtausnopeuksia sumutuskammiossa eri etäisyyksillä pirskestimesta. Laimennusilman ja pirskestimen kaasuvirtauksen tuottamia virtausnopeuksia sumutuskammiossa mitattiin Testo 425 -kuumalanka-anemometrillä. Kuumalanka-anemometrillä ei voida mitata kostean aerosolisumun virtausnopeuksia. Tästä johtuen virtausnopeudet määritettiin mittaamalla ainoastaan pirskotuskaasun ja laimennusilman tuottamaa virtausnopeutta kammiossa.

Sumutuskammioon porattiin reikiä eri etäisyyksille pirskestimesta kymmenen sentin välein. Tämän jälkeen oikea pirskotustilanne ilman nestettä asetettiin käyntiin ja mitattiin keskimääräiset virtausnopeudet kammion aksiaalisen keskipisteen kohdalta, eri etäisyyksiltä pirskestimistä.

Virtauksen kehittymistä kammiossa myös mallinnettiin Comsol Multiphysics -ohjelmistolla, katso liitteet 3 ja 4.

Tarkasteluiden perusteella virtausnopeus tasaantui noin 1 metrin etäisyydellä pirskestimesta, jolloin keskimääräinen virtausnopeus oli 0,5 m/s. Näin ollen näytteenottoputken suuaukon etäisyydeksi pirskestimesta valittiin noin 1,2 metriä. Näytteenottoputken pituus ELPIlta mittauspisteelle oli metrin luokkaa. Näytteen

keräämisessä ei käytetty ELPI:n laimentimia ja näytteenkeräysaika oli noin kolme minuuttia kutakin mittausasetusta kohden.

Sumutuskammio oli yhteydessä aerosolilaboratorion yleiseen palokaasujen poistokanavaan. Poistokanavan tilavuusvirtaus säädettiin säätöpellillä hieman suuremmaksi kuin pirkotuskaasun ja laimennusilman tuottama virtaus sumutuskammioon, jotta varmistuttiin kemikaalihöyryjen siirtymisestä poistokanavaan.

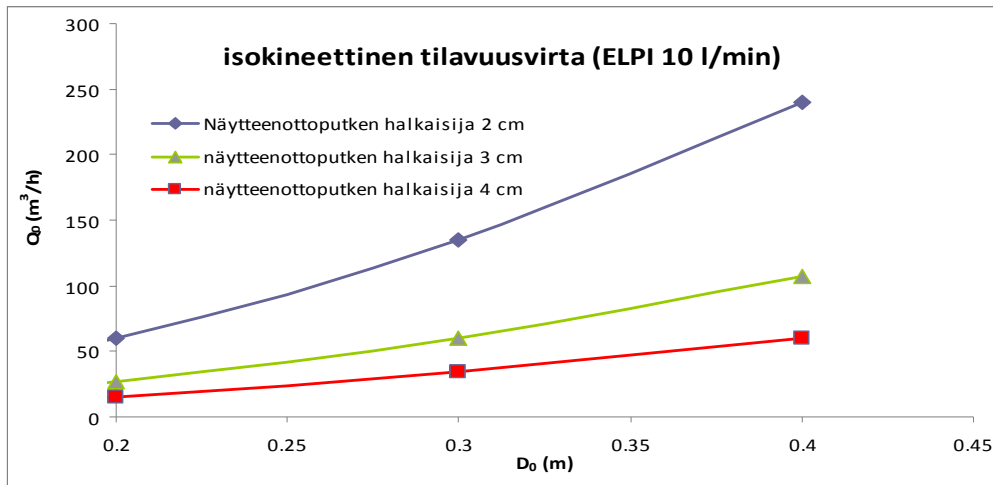
Isokineettisyys

Näytteenottoputken sisähalkaisija mitoitettiin sumutuskammion virtausten mukaisesti niin, että keräys tapahtui isokineettisesti. Isokineettinen keräys toteutettiin laskemalla näytteenkeräysputkelle sopiva sisähalkaisija, kun ELPI:lle menevän näytteenottoputken imun tilavuusvirtaus oli 10 l/min. Näillä tiedoilla virtausnopeudet säädettiin samansuuruisiksi sumutuskammiossa ja näytteenkeräysputkessa näytteenkeräysputken sisähalkaisijaa muuttamalla. Virtausnopeustarkasteluiden jälkeen näytteenottoputken sisähalkaisijaksi valittiin 2 cm.

Kuvassa 13 on esitetty käytössä olleen ELPI:n ominaisuuksien mukaan laskettuja näytteenottoputken sisähalkaisijan mittoja suhteessa sumutuskammion tilavuusvirtauksiin, jotta näytteenkeräys tapahtuisi isokineettisesti. Tiedot on laskettu kaavalla 11.

$$\frac{Q_s}{Q_0} = \left(\frac{D_s}{D_0}\right)^2, \quad (11)$$

Q_s on virtausnopeus näytteenottoputkessa, Q_0 virtausnopeus keräyskanavassa, D_s näytteenottoputken sisähalkaisija ja D_0 keräyskanavan sisähalkaisija. [10, s. 207.]



Kuva 13. ELPI:n ominaisuuksien perusteella määritettyjä mitoituksia keräyssysteemille.

6.2 Pirskotettavan nesteen syöttö

Pirskotettava neste johdettiin sisähalkaisijaltaan 4-millimetrisestä PTFE-letkusta valmistettuun materiaalilinjaan paineen avulla. Pirskotettavaa nestettä sisältävä lasinen pullo laitettiin paineastiaan ja astia paineistettiin 8 baarin paineeseen tyypellä. Painesyötön avulla pirskottimelle saatiin tasainen materiaalivuo, toisin kuin jos olisi käytetty pumppuja, jotka tyypillisesti aiheuttavat painesykyksiä nesteensyöttöprosessiin.

Nesteen syötön tilavuusvirtaa muuteltiin säätöventtiiliin avulla, ja virtausmittarina käytettiin ultraäänimittaria (Malema, USC-731 Ultrasonic flowmeter).

6.3 Pirskotuskaasujen syöttö

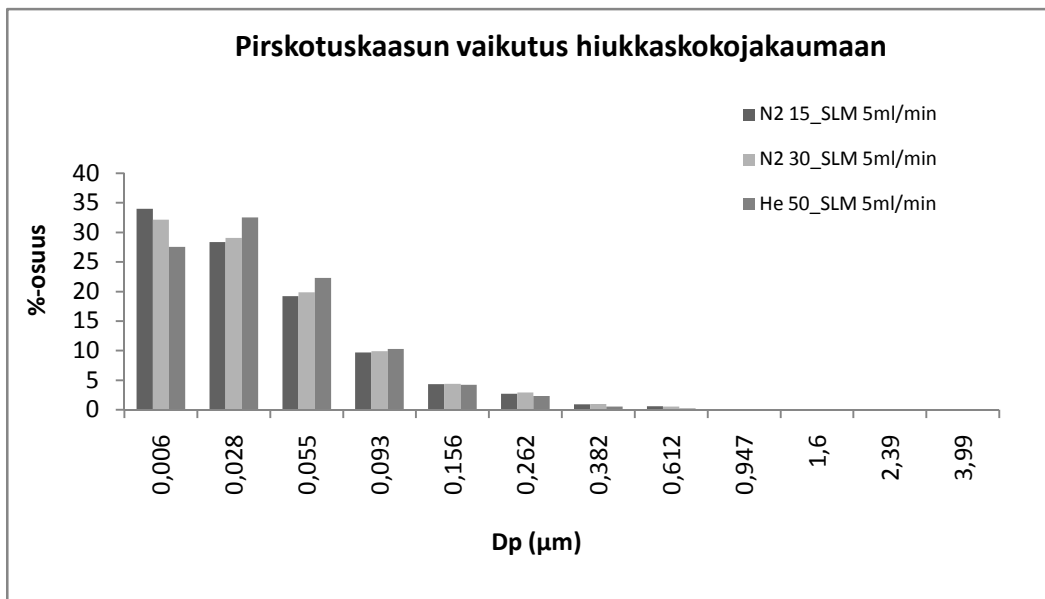
Pirskotuskaasut syötettiin pirskottimelle 50 l:n kaasupulloista. Kaasujen tilavuusvirtauksia säädettiin Kytölan rotametreilla. Rotametrit oli mitoitettu toimimaan 10 baarin paineessa ja kaasupulloilta lähtenyt linjapaine alennettiin tähän paineeseen regulaattorin avulla. Rotametreissa säätöventtiili on lähtöpuolella, jolloin mahdollinen pirskottimen aiheuttama vastapaine ei vaikuta rotametrin toimintaan.

7 Mittaukset ja niiden tulokset

Pirskotuskaasun vaikutus

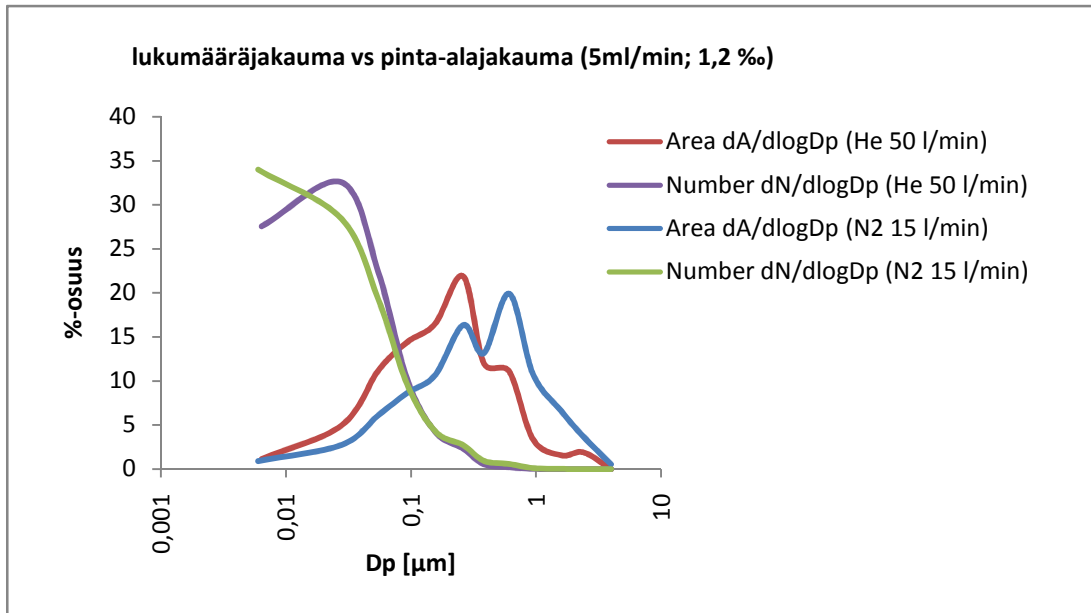
Ensimmäisellä mittauksella tutkittiin pirskotuskaasun vaikutusta Beneq Oy:n kehittämään pirskottimeen. Pirskotuskaasuina käytettiin typpeä ja heliumia. Pirskotuskaasun tilavuusvirtaukset olivat tyypellä 15 ja 30 l/min ja heliumilla 50 l/min. Pirskotettavan nesteen DOS-konsentraatio oli 1,2 tilavuus-%_o ja tilavuusvirtaus 5 ml/min.

Kuvasta 14 nähdään, miten pirskotuskaasun tilavuusvirtaus vaikuttaa tuotettujen pisaroiden kokojakaumaan. Vaaka-akselilla on ELPI:n mittausasteen eli kuivahiukkasen kokoluokka. Pystyakselilla on tietyn kokoluokan prosenttiosuus hiukkasten kokonaislukumäärästä. Tyypellä pirskotettaessa tilavuusvirtauksen kaksinkertaistaminen ei juuri muuttanut kokojakaumaa. Kokojakauman lukumäärähuippu on molemmilla tilavuusvirtauksilla mittausalueen pienimmällä alueella. Heliumilla tehdyissä kokeissa hiukkasten lukumäärähuippu siirtyi isompaan kokoluokkaan tyypipirskotukseen verrattuna.



Kuva 14. Pirskotuskaasun vaikutus hiukkaskokojakaumaan. Liuosvahvuus 1,2 tilavuus-%_o.

ELPIn antamien mittaustulosten perusteella määritetyistä käyristä nähdään (kuva 15), että vaikka lukumäärähuippu on tyypellä pienemmässä kokoluokassa kuin heliumilla, hiukkasten sauter-halkaisijaa kuvaava pinta-alan mukainen kokojakauman huippu on tyypellä isommassa kokoluokassa kuin heliumilla.



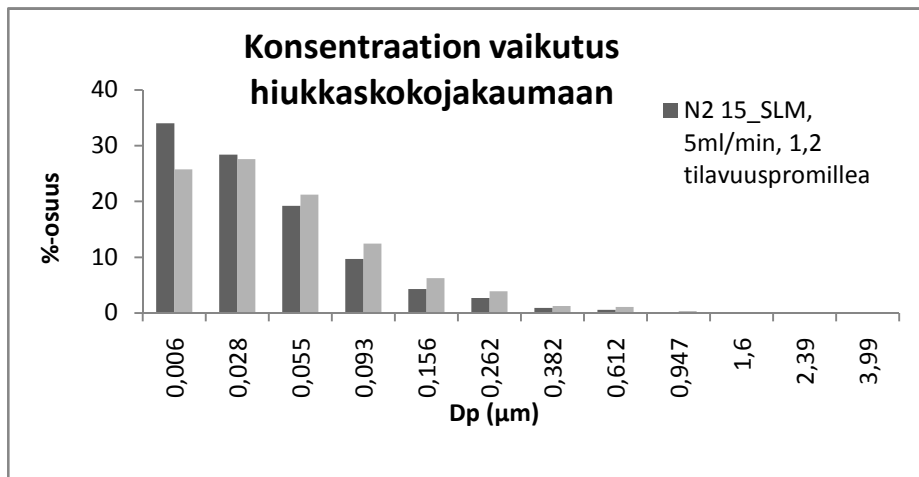
Kuva 15. Hiukkasten lukumäärä- ja pinta-alajakaumat typpi- ja heliumpirskotuksessa.

Vertailun vuoksi teoreettisen kokojakauman sauter-halkaisija laskettiin yhtälön 3 avulla. Pirskotettaessa tyypellä tilavuusvirtauksella 15 l/min yhtälön 3 mukaan pisaran sauter-halkaisijaksi saadaan 13,6 µm. Pirskotettaessa heliumilla 50 l/min sauter-halkaisijaksi saadaan 10,4 µm.

Nesteen konsentraation vaikutus

Mittauksella tutkittiin pirskotettavan nesteen konsentraation vaikutusta pisarakokojakaumaan. Konsentraatiot olivat 1,2 ja 6 tilavuus-%. Nesteen tilavuusvirtaus 5 ml/min ja typpikaasun tilavuusvirtaus 15 l/min.

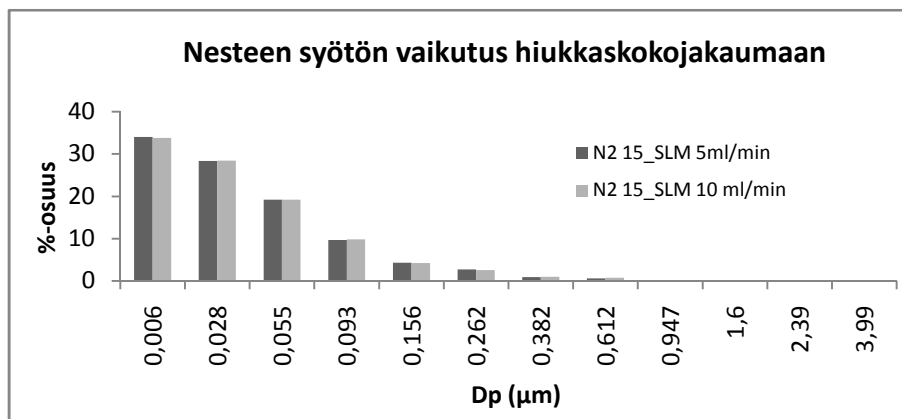
Konsentraation muutoksen vaikutus kuivahiukkaskokojakaumaan näkyy kuvassa 16. Kun pirskotettavan nesteen konsentraatiota lisättiin, siirtyi kuivahiukkasten lukumäärähuippu suuremmalle kokoalueelle.



Kuva 16. Konsentraation vaikutus hiukkaskokojakaumaan.

Tilavuusvirtauksen vaikutus

Mittauksella pyrittiin määrittämään nesteen syötön tilavuusvirtauksen vaikutus pisarakokojakaumaan. Pirskotuskaasuna käytettiin typpeä ja sen tilavuusvirtaus oli 15 l/min. Nesteen DOS-konsentraatio oli 1,2 tilavuus-%o. Nesteen tilavuusvirtaukset olivat 5 ja 10 ml/min.



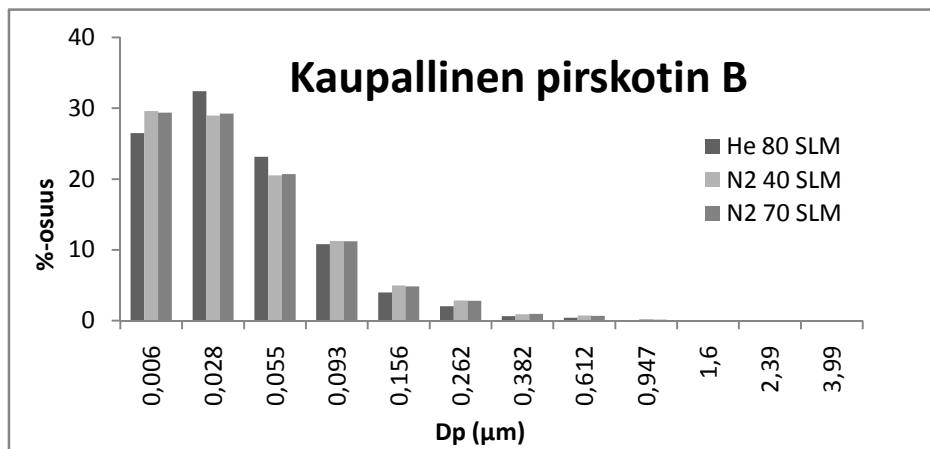
Kuva 17. Nesteen tilavuusvirtauksen vaikutus pisarakokojakaumaan.

Kaupallisen pirsrottimen toiminta

Tässä koemittauksessa tutkittiin kaupallisen pirsrottimen pisarakokojakauman muodostumista pirskotuskaasua ja sen tilavuusvirtausta muuttamalla. Kaasuina olivat typpi ja helium.

Nesteen tilavuusvirtaus oli 10 ml/min ja liuoksen konsentraatio 1,2 tilavuus-%.

Pirskotuskaasun tilavuusvirtaukset olivat tyypellä pirskotettaessa 40 ja 70 l/min, heliumilla pirskotettaessa 80 l/min.



Kuva 18. Pirskotuskaasun vaikutus hiukkaskokojakaumaan.

Kuvassa 18 on esitetty kaupallisen pirsrottimen pisarakokojakaumat, kun pirskotuskaasua ja tilavuusvirtausta on vaihdeltu. Kuvaajasta nähdään, että tyypellä pirskotettaessa kaasun tilavuusvirtauksen nostaminen 40:stä 70 ml:aan/min ei vaikuta merkittävästi pisarakokojakaumaan. Heliumin osalta lukumäärähuippu siirtyy suurempaan kokoluokkaan, kuten toisella pirskotimellakin.

8 Tulosten tarkastelu

Kaasun vaikutus

Tuloksista ilmenee, että tyypellä pirskotettaessa kaasun tilavuusvirtauksen ollessa 15 l/min syntyy prosentuaalisesti enemmän pienimpiä hiukkasia kuin tilavuusvirtauksen ollessa 30 l/min. Tilanteen kuuluisi olla teorian mukaan päinvastainen. Heliumilla pirskotettaessa tilavuusvirtausta lisättiin. Tässäkin tapauksessa pirskottimen tuottamien pisaroiden kuuluisi olla teorian ja aikaisempien tutkimusten perusteella pienempiä kuin tyypellä pirskotaessa, koska kaasun tilavuusvirtausta nostettiin huomattavasti.

Erikoiset tulokset heliumin osalta voivat johtua esimerkiksi siitä, että aerosolisumu ei ehdi kunnolla sekoittua laimennusilmaan suuremmilla pirskotuskaasun virtauksilla, ELPI:n data on vääristynyt liian suuresta hiukkaskonsentraatiosta ELPI-laimentimen puuttuessa tai sumutuskammiossa voi olla mittauspisteen kohdalla hyvinkin erilaiset virtausolosuhteet eri pirskotuskaasun tilavuusvirtauksilla. Tilanteen on voinut aiheuttaa myös jokin muu asia, kuten ELPI:n impaktoriasteiden ylikuormittuminen. Tästä oli havaintoa mittauksen aikana, sillä impaktorilevyt näyttivät kuormittuvan suhteellisen nopeasti. Tämä ilmeni mm. koronavaraajan jännitteen nousuna sekä siinä, että impaktoriastelevyt täytyi puhdistaa tasaisin väliajoin.

Toisaalta mittauksissa saatu hiukkasten pinta-alan mukainen kokojakauma on teorian mukainen, vaikka lukumääräjakauma näyttääkin erikoiselta. Teoreettisissa yhtälöissä pisarakoolle on määritetty sauter-halkaisija ja massahalkaisija. Mikään teoreettinen yhtälö ei määrittele lukumääräjakauman perusteella pisarakokoa, joten tulokset heliumin osalta eivät välttämättä ole pielessä. Teoriakaavoissa määritellään pirskotuskaasun ja nesteen massavirtauksen suhde. Tämä voi selittää saadut tulokset heliumin osalta, koska helium on tiheydeltään huomattavasti kevyempää kuin typpi. Tätä asiaa täytyy selvittää jatkotutkimuksissa lisää.

Konsentraation vaikutus

Pienellä konsentraation muutoksella ei tiettävästi ole vaikutusta syntyvien nestepisaroiden kokoon, vaikka kuivahiukkaskoko kasvaakin, kun oletetaan, etteivät pirskotettavan nesteen ominaisuudet muutu. Jos nesteen pintajännitys tai viskositeetti muuttuvat oleellisesti konsentraation lisäyksen johdosta, muuttuu myös pisarakoko, kuten yhtälöstä 3 ilmenee.

Konsentraation muutoksen teoreettinen vaikutus hiukkaskoon ja nestepisaran koon välillä voidaan esittää yhtälöllä 12.

$$d_d = \frac{d_s}{(F_v)^{1/3}}, \quad (12)$$

jossa d_d on pisaran läpimitta, d_s kuivahiukkaskoko ja F_v haihtumattoman aineen tilavuusosuus [%].

Esimerkiksi jos kuivahiukkaskooksi mitattaisiin 100 nm ja pirskotettavan nesteen liuosvahvuus olisi 0,1 tilavuus-%, kaavalla 12 laskettaessa pisaran kooksi saataisiin 1 μm .

$$d_d = 0,100 \mu\text{m} / (0,001)^{1/3} = 1,0 \mu\text{m}$$

Jos liuosvahvuus nostettaisiin 0,6 tilavuus-%:iin, pallomaisen kuivahiukkasen halkaisija kasvaisi noin 1,8-kertaiseksi eli 180 nm:iin. Jos pirskotettavan nesteen pintajännitys ja viskositeetti eivät muuttuisi, saataisiin kaavalla pisarakooksi myös noin 1 μm .

$$d_d = 0,180 \mu\text{m} / (0,006)^{1/3} \approx 1,0 \mu\text{m}.$$

Nesteen tilavuusvirtauksen vaikutus

Nesteen tilavuusvirtauksen muutoksella ei ole merkittävää vaikutusta pisarakokojakaumaan, kun tilavuusvirtaukset ovat kokeissa käytettyä suuruusluokkaa.

Kaupallinen pirskotin

Typen tilavuusvirtauksen muutos 40:stä 70 l:aan/min ei vaikuta juuri lainkaan muodostuvaan pisarakokojakaumaan. Lukumääräjakaumaltaan tyyppi tuottaa lähes yhtä paljon kahden pienimmän asteen kokoluokkaa. Heliumilla pirskotettaessa on havaittavissa sama ilmiö kuin itse kehitetyllä pirskottimella kuvassa 14. Heliumpirskotus siirtää lukumääräjakauman huippua toiseksi pienimmälle asteelle ja kaventaa sitä tuottaen tasakokoisempaa pisarointia.

Pirskottimen koemittaukset tehtiin tarkoituksella vertailun vuoksi liian pienellä nesteen tilavuusvirtauksella. Todellisuudessa pirskottimella käytetään jopa kymmenkertaista nesteen tilavuusvirtaa koemittauksiin nähden. Näin suuria nesteen syöttömääriä ei kuitenkaan pystytty käyttämään vielä tässä vaiheessa koejärjestelyn toimivuutta testattaessa, joten tästä syystä pirskottimen toiminnasta ei kannata tehdä sen suurempia johtopäätöksiä koemittausten perusteella.

Kehityskohteet

Jatkossa mittausjärjestelyyn lisätään ELPI-laimentimia, joilla aerosolinäyte laimennetaan ja joiden avulla operointiaika mittalaitteella pitenee, jolloin mahdolliset mittauksen aikaiset impaktoriasteiden ylikuormittumiset eivät vaikuttaisi mittaustuloksiin. Lisäksi pirskotettavan liuoksen konsentraatiota tulee kasvattaa, jotta kuivahiukkasten lukumääräjakauman huippu saadaan suurempaan kokoluokkaan. Tällä voidaan välttää mahdolliset pienimmällä mittauskokoalueella esiintyvät mittausdatan käsittelystä johtuvat

virheet ja saadaan koko lukumääräjakauma ELPI:n mitta-alueelle. Jatkossa on myös syytä selvittää, minkä kokojakauman tarkastelu on parasta pirsokottimien vertailuun.

Mittalaitteen virheen arviointi

Sveitsissä tehtyjen pisarakokotutkimusten yhteydessä on käytetty ELPI:n rinnalla SMPS-järjestelyä, ja niiden tutkimustulosten perusteella ELPI:n ja SMPS:n mittaustulokset vastaavat melko hyvin toisiaan [7, s. 10]. SMPS-mittaukset ovat antaneet hieman pienemmän koon hiukkasille kuin ELPI.

Mittalaitteen aiheuttamaa virhettä on vaikea vielä tässä vaiheessa arvioida. ELPI:n mittaamien hiukkasten lukumäärien absoluuttisia arvoja määritettäessä tulisi tietää aerosolinäytteen tarkka laimennussuhde.

Mittalaitteen aiheuttamaa satunnaisvirhettä voidaan arvioida tekemällä mittauksista toistokokeita ja määrittämällä tulosten hajonta ja keskivirhe.

Impaktoriasteiden kuormittuminen pitkällä mittausajalla ja liian pienellä aerosolinäytteen laimennuksella voivat aiheuttaa vääristymää tuloksiin. Jos mittauksista tehdään toistokokeita, pirsokotustilanne tulisi olla toistettavissa täysin samoilla parametreilla, ja lisäksi tulisi varmistua, etteivät impaktoriastelevyt kuormitu liikaa mittausten aikana.

9 Sovellusmahdollisuudet

Mittausjärjestelyä voidaan hyödyntää jatkossa, kun määritellään erilaisten pirskonttimien toiminnallisia rajoja. Eri pirskonttimien toimintarajojen määrittäminen vaatii järjestelyltä kapasiteettia, jotta pirskontusolosuhteita voidaan muuttaa riittävästi etenkin nesteen tilavuusvirtauksien osalta.

Mittausjärjestelyä ja sen yksityiskohtia tulee vielä jatkokehittää ehdotetuilla tavoilla. Muiden mittausmenetelmien käyttöä rinnalla kannattaa harkita, jotta mahdollisten virheiden suuruusluokasta saadaan käsitys.

Kun mittausjärjestelystä saadaan toimiva ja siitä saatavat mittaustulokset todetaan luotettaviksi, voidaan järjestelyllä saavuttaa suurtakin hyötyä pirskonttimien kehitystyössä. Mittausjärjestelyn taloudellista merkitystä on vaikea vielä tässä vaiheessa arvioida. Kyseessä on kuitenkin mittausjärjestely, jolla pyritään tukemaan yrityksen omaa tuotekehitystä.

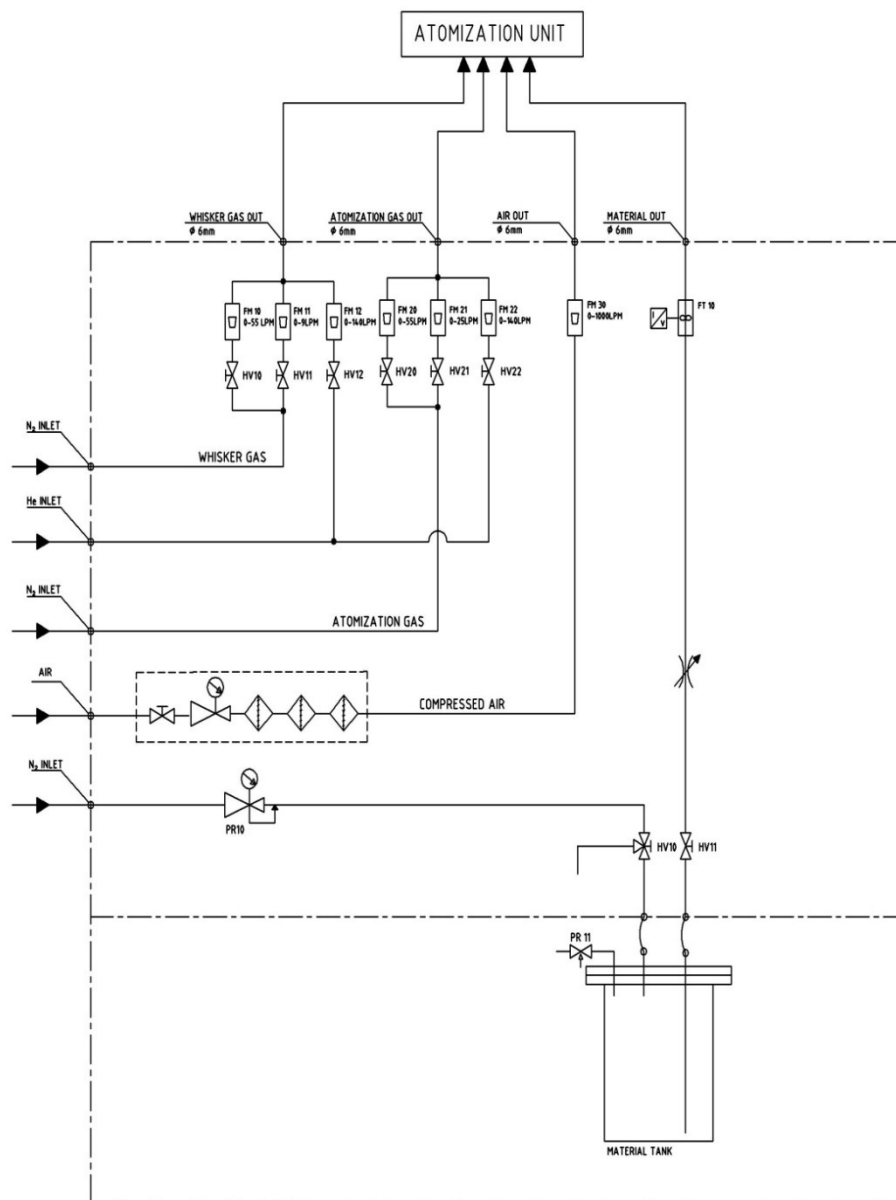
Lähteet

- 1 Lefebvre, A. H., Properties of sprays. 1989. Charact. 6, s. 176-186.
- 2 Hajotusilmaruisku. (www-dokumentti.)
<<http://www.edu.fi/oppimateriaalit/metallituotemaalaus/osa4.pdf>>. Luettu 19.2.2009.
- 3 Asikkala, Kai. Prosessiasiantuntija, Beneq Oy, Vantaa. Keskustelu 27.4.2009
- 4 Ultraäänipirskotus. (www-dokumentti.) FogScreen, Inc. <www.fogscreen.com>. Luettu 19.2.2009.
- 5 Aromaa, Mikko. Nanokokoisten titaanidioksidihiukkasten tuottaminen nesteliikkiruiskutuksella. Diplomityö. Tampereen teknillinen yliopisto, 2006.
- 6 Keskinen, Helmi. Nesteliikkiruiskutuksella tuotettujen nanohiukkasten muodostuminen ja ominaisuudet. Diplomityö. Tampereen teknillinen korkeakoulu, 2001.
- 7 Keskinen, H., Aromaa, M., Heine, M.C., Mäkelä, J. Size and velocity measurements in sprays and particle-producing flame sprays. *Atomization and sprays*, 2008. Vol. 18, s. 1-26.
- 8 AGA gas handbook. Edited by Kersti Alhberg. AGA AB, Lidingö, Sweden
- 9 Hämeri, K., Mäkelä, J. Aerosolien mittaustekniikka. 2004.
- 10 Hinds, W.C. Properties, behavior and measurement of airborne particles. Aerosol Technology. John Wiley & Sons, New York. 1999.
- 11 Lefebvre, A. H., Airblast Atomization, *Progress in Energy Combustion Science*, 1980. Vol. 6, pp. 233-261.
- 12 Willard, H.H., Merritt, L.L. Jr., Dean, J.A., Settle, F.A., Jr. *Instrumental Methods of Analysis*, Wadsworth Publishing Company, Belmont, 1988.
- 13 ELPI manual
- 14 DMA-cylinder. (www-dokumentti.) York University.
<http://www.cac.yorku.ca/mozurke/MM_figure_5.gif>. Luettu 20.2.2009.
- 15 Mäkelä, J. Aerosolien mittaus. Luentomateriaali. 2007.
- 16 Tunable ion filter. (www-dokumentti.) Varian, Inc.
<http://www.varianinc.com/image/vimage/docs/products/chrom/gc/microgc/shared/dmd_f1570.gif>. Luettu 20.2.2009.

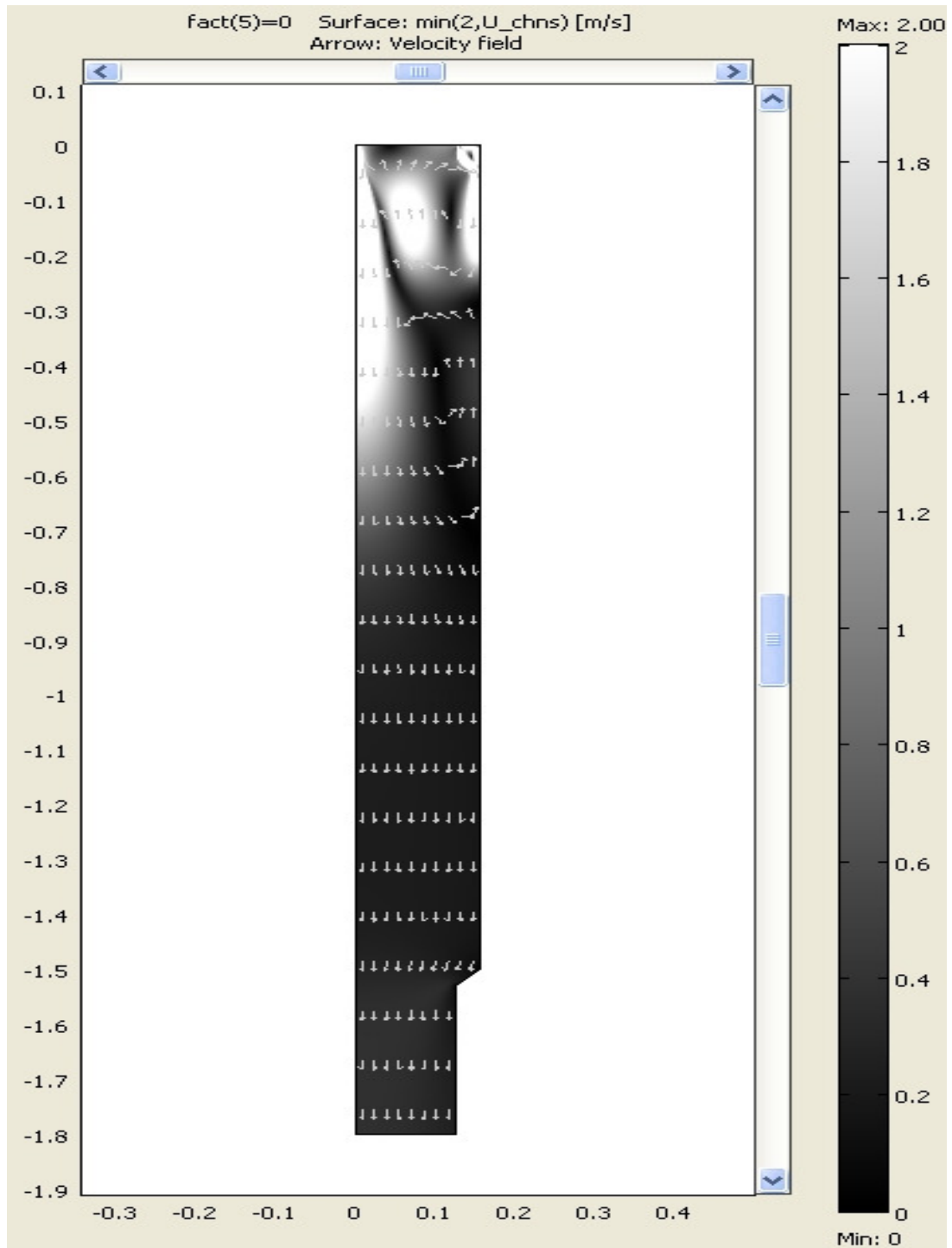
- 17 Malvern measuring device. (www-dokumentti.) Malvern Instrument, Corp.
<www.malvern.co.uk>. Luettu 25.3.2009.
- 18 Larjo, Jussi. Mittausasiantuntija, OSEIR Oy, Tampere. Keskustelu 26.3.2009.
- 19 Isokinetic sampling. (www-dokumentti.) SIGRIST, Inc.
<http://www.photometer.com/library/public/images/abc/abc_i24.gif>. Luettu 12.3.2009.

Litteet

Liite 1: Mittausjärjestelyn PI-kaavio



Liite 2: Kuva mittausjärjestelystä

Liite 3: Simulaatiokuva sumutuskammiosta

Liite 4: Virtausnopeus sumutuskammiossa