

Bestimmung der Reinigungswirkung von Ultraschallbädern mit einer Quarzkristall-Mikrowaage

Matthias Jüschke, Christian Koch

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Braunschweig,
E-Mail: Matthias.Jueschke@ptb.de, Christian.Koch@ptb.de

Einleitung

Ultraschall-Reinigungsbäder sind in der Industrie und im Gewerbe seit langem weit verbreitet. Trotzdem gibt es bisher kein einheitliches Verfahren, mit dem die erzielte Reinigung von Gütern durch verschiedene Geräte, oder auch die Reinigungswirkung eines Gerätes in verschiedenen Betriebszuständen verglichen werden kann.

Funktionsweise der Quarzkristall-Mikrowaage

Hier wird ein Sensor vorgestellt, der die Abreinigung einer aufgetragenen Testschicht von einer Oberfläche direkt misst. Die zu reinigende Oberfläche ist die Elektrode einer Quarzkristall-Mikrowaage (QCM). Durch eine Änderung der Masse auf der Quarzelektrode ändert sich die Resonanzfrequenz des Quarzes. Damit kann der Abtrag einer äußerst geringen Masse bestimmt werden, s. Abb. 1.

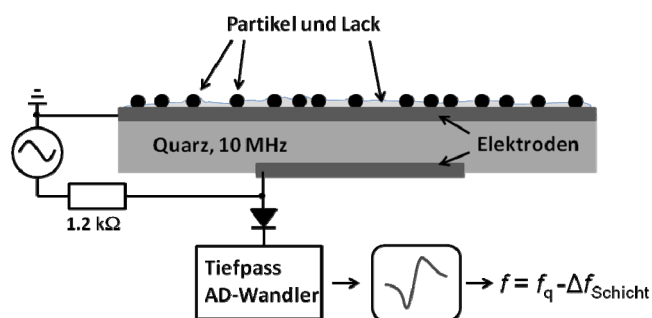


Abbildung 1: Prinzipskizze der QCM. Die Frequenz des beschichteten Sensors ist gleich der Frequenz des unbeschichteten Quarzes minus der Frequenzänderung durch die Testschicht.

Der Quarz wird extern mit einem Frequenzgenerator angeregt. Die Spannung des Generators fällt über einen konstanten Widerstand und frequenzabhängig am Quarzoszillator ab. Die Teilspannung über dem Oszillator wird gleichgerichtet und tiefpassgefiltert vom Computer gelesen. Durch Variation der Frequenz des Signals vom Funktionsgenerator kann die Amplitude der Resonanzkurve vom Quarz gemessen und die Resonanzfrequenz bestimmt werden [1]. Ein Anstieg der Frequenz ist proportional zu einem Abtrag von Masse.

Eigenschaften der Testschicht

Die Testschicht soll möglichst eine für den Reinigungsprozess typische Verschmutzung nachbilden. Sie muss reproduzierbar herzustellen und auf den Quarz aufzubringen sein. Da die Testschicht die Quarzschwingung dämpft, muss sie hinreichend dünn sein ($< 1 \mu\text{m}$). Zudem

darf sie sich nicht im Reinigungsbad ohne Beschallung ablösen, sie muss also ggf. vorhandenen Tensiden und den verwendeten Temperaturen standhalten. Wenn die Schicht soweit abgetragen ist, dass sie nicht mehr zur Beurteilung der Reinigungswirkung ausreicht, sollten Reste der Schicht von dem Quarz vollständig ablösbar sein (etwa mit einem Lösungsmittel), um eine neue Testschicht aufbringen und den Quarz mehrfach verwenden zu können.

In den dargestellten Versuchen wurden monodisperse Silikat-Mikropartikel mit einem Durchmesser von $1 \mu\text{m}$ verwendet. Sie lagen als Suspension in mit Aceton verdünntem, lichthärtendem PMMA-Klebstoff als Bindemittel vor und wurde mittels Spin-coating auf die Elektrode gebracht. Über die Größe der Partikel und das Bindemittel kann die Schicht an die Bedingungen der zu untersuchenden Reinigungswanne angepasst werden.

Referenzmessung

Vor Beginn der Messung wurde der Sensor in einem Reinigungszyklus vorbeschallt, um eventuell vorhandene, verklumpte Partikelhaufen von der Elektrodenoberfläche zu entfernen und den Sensor vollständig zu benetzen. Für die gezeigten Daten dauerte ein Reinigungszyklus $t_Z = 6 \text{ s}$. Zur weiteren Auswertung wird eine normierte Frequenz f_n verwendet. Die Sensorfrequenz im Wasser ist mit f_{aq} bezeichnet, von dieser wird der Wert nach dem 1. Zyklus $f_{\text{aq},6\text{s}}$ abgezogen. Das Ergebnis wird mit der Frequenzverschiebung ($f_{\text{Luft,leer}} - f_{\text{Luft,Schicht}}$) normiert, die durch Aufbringen der Testschicht in Luft auftritt:

$$f_n = \frac{f_{\text{aq}} - f_{\text{aq},6\text{s}}}{f_{\text{Luft,leer}} - f_{\text{Luft,Schicht}}} \quad (1)$$

Bei einer neuen Testschicht sind viele Partikel auf der Oberfläche, die Frequenzverschiebung ist in den ersten Reinigungszyklen groß und wird zunehmend kleiner. Das Verhalten lässt sich gut mit der Differentialgleichung

$$df_n / dt = -C \cdot f_n^q \quad (2)$$

beschreiben, mit den Parametern C und q sowie einer Integrationskonstante, die aus Referenzmessungen angepasst werden.

Abb. 2 zeigt die normierte Frequenz von einem Sensorquarz, die sich im Verlauf der Reinigung ändert. Das Ultraschallbad wurde mit einer Frequenz von $f_0 = 44,9 \text{ kHz}$ betrieben, die Messungen wurde bei einer Leistung von ca. 100 W durchgeführt, das Bad enthält $3,6 \text{ L}$ deionisiertes, luftgesättigtes Wasser mit einer Temperatur von ca. 22°C .

Zehn Abtragskurven mit dem gleichen, jeweils neu beschichteten Quarz wurden aufgenommen und mit grauen

Linien in Abb. 2 dargestellt. Die schwarze Linie zeigt den Mittelwert der Messungen, die grüne Kurve ist die an die Lösung der Differentialgleichung (2) angepasste Kurve. Diese Beziehung wird als Referenz für die folgenden Messungen mit dem Sensorquarz verwendet.

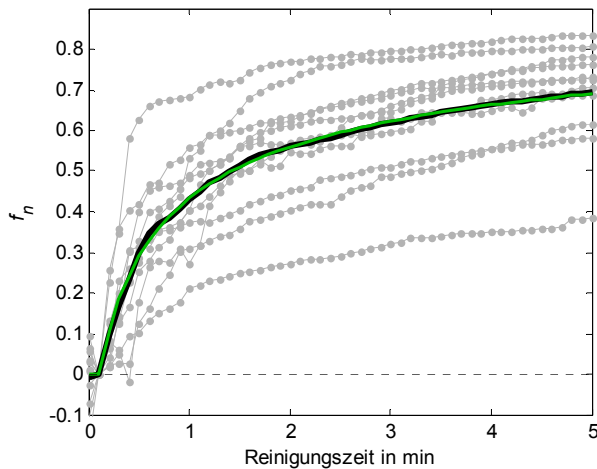


Abbildung 2: Zehn Messungen der normierten Frequenz im Verlauf der Reinigung f_n (grau), deren Mittelwert (schwarz) und eine Ausgleichskurve (grün).

Um einen Reinigungszyklus zu beurteilen, wurden die normierten Frequenzen vor und nach der Reinigung $f_{n,k}$ und $f_{n,k+1}$ gemessen. Diesen beiden Frequenzen kann anhand der Referenzmessung je eine Reinigungszeit t_k zugeordnet werden. Die Differenz dieser beiden Zeiten ist die effektive Reinigungszeit $t_{\text{eff}} = t_{k+1}(f_{n,k+1}) - t_k(f_{n,k})$. Das Verhältnis zu der Zeitdauer des Vergleichszyklus wird als Reinigungswirkung R bezeichnet,

$$R = t_{\text{eff}} / t_z. \quad (3)$$

Wenn $R \approx 1$ ist, war die Reinigung so effektiv wie bei der Referenzmessung.

Messung und Auswertung

Um Messungen unter anderen Bedingungen mit der Referenz zu vergleichen, wurde der Quarz ein weiteres Mal beschichtet und die Reinigungszyklen wurden durchlaufen. Diesmal wurde dabei die Leistung in 27 Schritten auf bis zu ca. 135 W geändert, wobei die 24ste Einstellung den ca. 100 W der Referenzmessung entsprach (die Amplitude wurde in konstanten Schritten variiert). Diese Stufen wurden viermal durchlaufen.

Abbildung 3 zeigt die Reinigungswirkung R für die vier Durchläufe, wobei der Quarz nur einmal zu Anfang beschichtet wurde. Kreise kennzeichnen die Messwerte, bei denen die elektrische Leistung mindestens so groß wie bei der Referenzmessung war. Im Idealfall sollte hier $R \geq 1$ gelten.

Für Leistungseinstellungen ab ca. 100 W ist ein Anstieg von R zu sehen, für große Leistungen weisen die Werte eine große Streubreite auf. Zudem nimmt mit zunehmender Reinigungszeit bzw. mit abnehmender verbleibender Schichtdicke das Signal-zu-Rausch-Verhältnis weiter ab. Bei dem letzten der vier Durchläufe ist eine Beurteilung der

Reinigung aus einem einzelnen Zyklus nicht mehr möglich. Zum Vergleich mit akustischen Messungen ist die Rauschleistung L_R gezeigt; L_R wurde bestimmt als die Leistung des Rauschens im Frequenzbereich von $2,15f_0$ bis $2,35f_0$.

Die gezeigten Messungen der Reinigungswirkung streuen stärker als die akustischen Messungen des Kavitationsrauschens. Im Rahmen der Messgenauigkeit tritt der Anstieg der Reinigungswirkung und ein steiler Anstieg des Kavitationsrauschens bei der gleichen Leistungseinstellung auf. Die Reinigungswirkung erhöht sich bei weiterer Erhöhung der elektrischen Leistung nicht signifikant, während das Kavitationsrauschen weiter stark zunimmt.

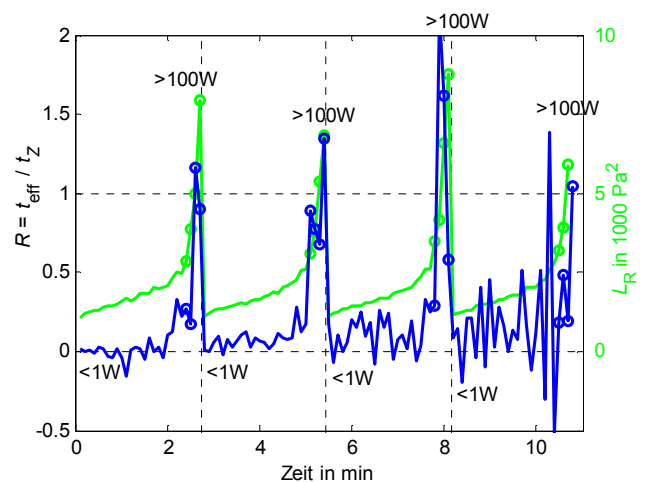


Abbildung 3: Reinigungswirkung R und Rauschleistung L_R für viermal bis ca. 135 W ansteigende Leistungseinstellungen am Reinigungsbad. Die mit einem Kreis gekennzeichneten Messpunkte haben eine Leistung ab 100 W (Einstellung bei der Referenzmessung).

Zusammenfassung

Mit dem Sensor kann der Abtrag einer Testschicht quantitativ bestimmt werden. Nach einer Referenzmessung lässt sich die Reinigungswirkung eines Ultraschallbades quantitativ bestimmen und mit anderen Bädern vergleichen.

Literatur

- [1] Jüschke, Koch, Dreyer: An erosion sensor based on a quartz crystal microbalance for quantitative determination of the cleaning efficiency in an ultrasonic vessel, *Ultrasonics Sonochemistry*, (submitted).