

Lasermethoden in der Strömungsmeßtechnik

6. Fachtagung



Herausgeber:

W. Merzkirch

F. Peters

B. Ruck

D. Dopheide

A. Leder

veranstaltet von der Deutschen Gesellschaft für Laser-Anemometrie
GALA e.V.

Shaker Verlag

DIE IN SITU ANALYSE VON FEINSTAUB-PARTIKELN IN DER ELEKTRODYNAMISCHEN WAAGE.

B. Xu, R. Vehring und G. Schweiger

Lehrstuhl für Laseranwendungstechnik und Meßsysteme, Fakultät Maschinenbau, Ruhr-
Universität-Bochum, Universitätsstraße 150, 44780 Bochum

EINLEITUNG

Lungengängige Aerosolpartikel sind in der Umwelttechnik von großer Bedeutung. So können z.B. Rußpartikel, Asbestfasern, Hartholzstaub oder Bakterien negative Auswirkungen auf die Gesundheit haben. Daher sind Meßverfahren zur Charakterisierung von lungengängigen Aerosolen dringend erforderlich.

Während die physikalische Analyse von Nano- und Mikropartikeln weit fortgeschritten ist, fehlen bisher leistungsfähige in-situ Meßverfahren zur chemischen Charakterisierung. Klassische chemische Verfahren, die eine Probennahme erfordern, sind für viele Aerosoltypen schlecht geeignet, da durch die Probennahme die Eigenschaften des untersuchten Systems verändert werden können.

Derzeit gibt es verschiedene Levitationstechniken (Davis, 1997), die es ermöglichen einzelne Partikel in ihrer natürlichen Umgebung zu untersuchen. Neben der optischen Levitation hat sich -besonders für unregelmäßig geformte, teils absorbierende Partikel - die elektrodynamische Levitation als leistungsfähige Technik durchgesetzt.

Die elektrodynamische Levitation wurde zuerst an einzelnen Ionen eingesetzt (Paul und Raether, 1955) und danach später für die Levitation von Mikropartikeln modifiziert (Wuerker *et al.*, 1959). Kürzlich wurde gezeigt, daß eine elektrodynamische Waage (EDW) dazu verwendet werden kann, lungengängige Aerosolpartikel aus einer Strömung einzufangen und bei Normalbedingungen stabil zu levitieren (Vehring *et al.*, 1997).

Dieser Beitrag beschreibt die Anwendung der linearen Raman-Spektroskopie zur molekularen Analyse von Aerosolpartikeln, die in einer EWD levitiert sind. Raman-Spektroskopie ist mehrfach zur chemischen Analyse von Mikropartikel mit Erfolg eingesetzt worden. Allerdings wurden nur wenige Studien an Partikeln mit einem Durchmesser kleiner

von Glycerintröpfchen mit Durchmessern von 5 und 8.7 μm vor. Vehring *et al.* (1997) zeigten, daß Natriumnitratpartikel mit einem Durchmesser von 3.5 μm ramanpektroskopisch identifiziert werden können.

Dieser Beitrag stellt Raman-Messungen an verschiedenen lungengängigen Partikeln vor. Zudem werden die Nachweisgrenzen des Verfahrens bestimmt und die Identifizierung des Kristalltyps von Salzpartikeln demonstriert.

EXPERIMENTELLER AUFBAU

Ein Teil des experimentellen Aufbaus ist im Bild 1 gezeigt. Eine elektrodynamische Waage mit hyperbolischer Elektrodengeometrie wurde mit verschiedenen optischen Zugängen für die Aerosolzuführung, die optische Anregung und die Streulichtanalyse versehen

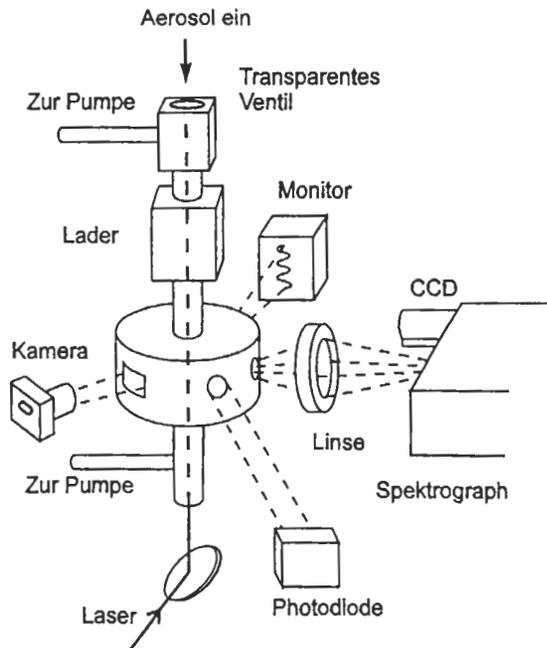


Bild. 1: Der experimentelle Aufbau.

Ein Argon-Ionen Laser (Coherent Innova 400) mit einer Maximalleistung von 14 W bei 514,5 nm dient als Anregungsquelle. Die Partikel in der EDW können mit einer Videokamera beobachtet werden. Das elastisch gestreute Licht wird mit einer Avalanche-Photodiode aufgezeichnet. Die Winkelverteilung der elastischen Streuung kann auf einem Monitor überwacht werden. Die Raman-Streuung wird unter einem Winkel von 90° mit einer hoch geöffneten Linse ($f = 65 \text{ mm}$, $1/F=0.65$) gesammelt und einem Spektrographen zur spektralen Trennung zugeführt. Der Spektrograph besteht aus einer Filterstufe mit holographischen Raman-Filtern (Kaiser HNPf-514.5-2.5) und einer dispersiven Stufe. Ein Spektralbereich von 1500 cm^{-1} kann gleichzeitig mit einem mit flüssigem Stickstoff CCD Detektor aufgezeichnet werden, der am Spektrographen angebracht ist.

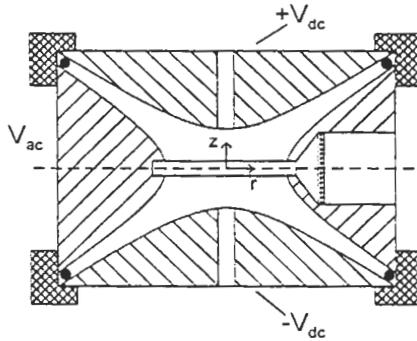


Bild 2: Schnitt durch die elektrodynamische Waage.

Die Schnittzeichnung in Bild 2 zeigt die Elektrodengeometrie der EDW. Die Ringelektrode der EDW wird mit variabler Frequenz (typisch: 200 Hz) und Spannungen zwischen 8 und 12 kV angesteuert. Die vertikale Partikelposition wird von einer Photodiodenzeile bestimmt und mit einer Gleichspannung an den Endkappenelektroden geregelt.

Die zu untersuchenden Partikel wurden entweder aus der Außenluft durch einen Plastikschlauch in die EDW geführt oder stammten von einem modifizierten (Vehring *et al.*, 1997).

Verschiedene Ladeeinrichtungen (Koronalader, Excimerlampe) wurden verwendet, um die Partikel für die Levitation genügend aufzuladen (Aardahl *et al.*, 1997).

NACHWEISGRENZEN

Die Nachweisgrenzen der Methode wurde an künstlich erzeugten Natriumsulfatpartikel ermittelt. Die Salzpartikel wurden von dem Schwingblendengenerator aus einer wäßrigen Lösung hergestellt. Damit ist es möglich, Masse und Ladung der Partikel aus den Betriebsbedingungen des Aerosolgenerators zu bestimmen.

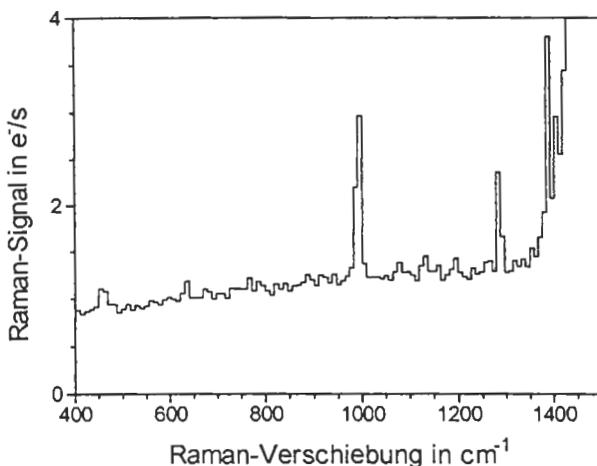


Bild 3: Raman-Spektrum eines Natriumsulfatpartikels mit einem Durchmesser von $1.89 \mu\text{m}$. (Laserleistung 1.1 W ; Belichtungszeit 500 s)

Bild 3 zeigt das Raman-Spektrum eines Partikels mit einer Masse von 9.2 pg ($d_t = 1.87 \mu\text{m}$). Die Ladung auf dem Partikel betrug 5600 Elementarladungen. Das Spektrum wurde mit einer Belichtungszeit von 500 s bei einer Laserleistung von 1.1 W aufgezeichnet. Die Linie mit einer Raman-Verschiebung von 992 cm^{-1} wird durch die symmetrische S-O Streckschwingung des Sulfats verursacht (Hapanovicz und Condrate, 1996). Die Raman-Signale bei größeren Raman-Verschiebungen werden durch den Rotationsflügel der Sauerstofflinie bzw. durch die Linien des CO_2 in der Gasphase hervorgerufen.

Die Nachweisgrenzen wurden aus dem über die Linienbreite integrierten Signal der Sulfatlinie bestimmt. Die gemessene Linie hat ein Signal-Rausch-Verhältnis von 49 . Bei einem Signal-Rausch-Verhältnis von eins ist die Nachweisgrenze erreicht. Sie ergibt sich unter

Berücksichtigung des geringeren Streuquerschnitts für noch kleinere Partikel zu 0.27 pg, was einem Partikeldurchmesser von 580 nm entspricht.

IDENTIFIKATION DER KRISTALLFORM

In Bild 3 sind fünf zusätzliche Linien gerade noch erkennbar, die allerdings nur schlecht vom Rauschen getrennt sind. Bei einem etwas größeren Partikel ($m = 89.5 \text{ pg}$, $d_r = 4.0 \text{ }\mu\text{m}$) sind sie jedoch deutlich sichtbar und können zur Identifikation des Kristalltyps genutzt werden. Bild 4 zeigt das entsprechende Spektrum.

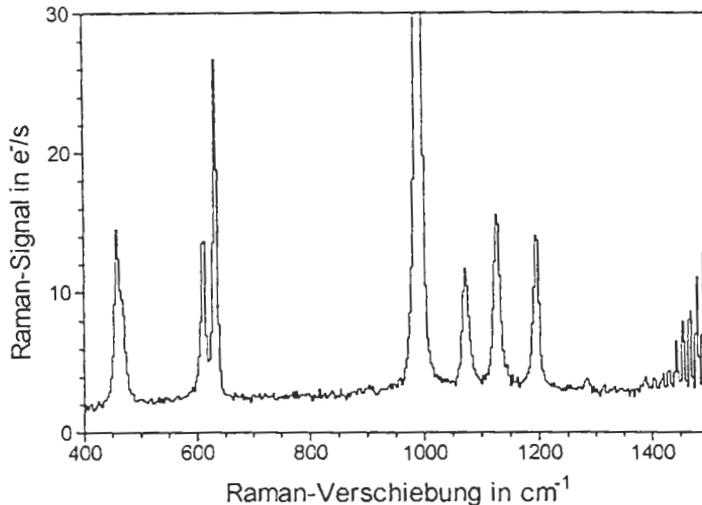


Bild 4: Identifizierung der Kristallstruktur eines Natriumsulfatpartikels mit einem Durchmesser von $4 \mu\text{m}$.

Die gemessenen Linienpositionen wurden mit Referenzspektren aus der Literatur (Hapanovicz und Condrate, 1996) verglichen. Die Kristallform des Partikels war orthorhombisch (Typ III, Anhydrit).

Es ist bekannt, daß das Kristallisationsverhalten von Mikropartikeln sich von dem in makroskopischen Systemen unterscheidet (Tang *et al.*, 1995). Dort entsteht bei der

Kristallisation von Natriumsulfatlösung des Dekahydrat ($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$). Bei hier untersuchten Mikropartikeln war die Kristallform stets das Anhydrit in Typ III oder Typ V.

ZUSAMMENFASSUNG

Eine neue Methode zur chemischen Untersuchung lungengängiger Aerosole wird vorgestellt. Derzeit liegen die Nachweisgrenzen für die Raman-Analyse bei ca. 0.1 pg, je nach untersuchter Substanz. Sind mehr als ≈ 10 pg einer Substanz im Partikel vorhanden, läßt sich auch der Kristalltyp bestimmen.

LITERATUR

- Aardahl, C. L., Vehring, R., Weber, R., Schweiger, G., Davis, E. J. und Wiedensohler A. (1997) *J. Colloid Interface Sci.* **192**: 228.
- Davis, E. J. (1997) *Aerosol Sci. Tech.* **26**, 212.
- Hapanovicz, R. P. und Condrate, R. A. (1996) *J. Solid State Chem.* **123**, 183.
- Paul, W. und Raether, M. (1955) Das elektrische Massenfiter. *Z. Physik* **140**, 262.
- Popp, J., Trunk, M., Hartmann, I., Lankers, M. und Kiefer, W. (1995) *J. Mol. Struct.* **348**, 281.
- Schaschek, K., Popp, J. und Kiefer, W. (1993) *J. Raman Spectrosc.* **24**, 69.
- Vehring, R., Aardahl, C. L., Davis, E. J., Schweiger, G. und Covert, D. S. (1997) *Rev. Sci. Instrum.* **68**, 70.
- Wuerker, R. F., Shelton, H. und Langmuir, R. V. (1959) *J. Appl. Phys.* **30**, 342.

Der Tagungsband enthält die von den Autoren verfaßten Vortragsmanuskripte, die anlässlich der 6. Fachtagung der Deutschen Gesellschaft für Laser-Anemometrie GALA e.V. eingereicht und im September 1998 an der Universität Essen vorgetragen und diskutiert wurden.

61 Einzelbeiträge verdeutlichen das vielfältige Entwicklungs- und Anwendungspotential der laserbezogenen Strömungsmeßtechniken. Das Buch gibt einen Überblick über den aktuellen Entwicklungsstand sowie über Tendenzen der Weiterentwicklung von laseroptischen Strömungsmeßtechniken und über laufende technische und wissenschaftliche Projekte, die mit diesen Methoden in Deutschland bearbeitet werden.

ISBN 3-8265-4287-8