

ZERSTÄUBUNG VON FLÜSSIGKEITEN  
IN EINER  
NICHT ANGEPASSTEN LAVALDÜSE

Dissertation

zur

Erlangung der Doktorwürde (Dr. rer. nat.)

der

Mathematisch- Naturwissenschaftlichen Fakultät

der

Rheinischen Friedrich- Wilhelms- Universität Bonn

vorgelegt von

ROMAN MESSERSCHMID

aus

München

Bonn 2004

Angefertigt mit freundlicher Genehmigung  
der Mathematisch- Naturwissenschaftlichen Fakultät  
der Rheinischen Friedrich- Wilhelms- Universität Bonn

1. Referent: Prof. Dr. Klaus- Jürgen Steffens
2. Referent: PD Dr. habil. Hubert Rein

Tag der mündlichen Prüfung:

Auszüge aus dieser Arbeit wurden an folgenden Stellen vorab veröffentlicht:

Messerschmid R., Wolf M., Steffens K.-J. und List K.:

Ein neues Prinzip zur Erzeugung von Aerosolen in der Inhalationstherapie,  
Teil 1: Zerstäubung von Flüssigkeiten mit einer nicht angepassten Lavaldüse in einer stationären Gasströmung

Pharm. Ind., 65 (8), 799- 805 (2003)

Messerschmid R., Wolf M., Steffens K.-J. und List K.:

Ein neues Prinzip zur Erzeugung von Aerosolen in der Inhalationstherapie,  
Teil 2: Zerstäubung von Flüssigkeiten mit einer nicht angepassten Lavaldüse in einer instationären Gasströmung

Pharm. Ind., 65 (9), 870- 876 (2003)

Die vorliegende Arbeit entstand unter der Leitung von  
Herrn PD Dr. habil. Manfred Wolf  
und  
Herrn Prof. Dr. Klaus- Jürgen Steffens  
am Institut für pharmazeutische Technologie der  
Rheinischen Friedrich- Wilhelms- Universität Bonn.

Meinem Doktorvater, Herrn Prof. Dr. K.-J. Steffens danke ich für die Aufnahme in seinen Arbeitskreis, die Anregung zum Anfertigen dieser Arbeit und das dabei in mich gesetzte Vertrauen.

Herrn PD Dr. habil. M. Wolf danke ich für die vielen fruchtbaren Gespräche, die mir zum Verständnis der physikalischen Grundlagen von Strömungsvorgängen geholfen haben. Zum Ende meiner Promotion verstarb Herr Dr. Wolf. Ich werde ihn stets als einen guten Lehrer und Freund, dessen Rat mir immer wertvoll war in Erinnerung halten.

Herrn PD Dr. habil. Hubert Rein danke ich für die bereitwillige Übernahme des Co-referates und Anfertigung des Zweitgutachtens.

Für die Fertigung der Düsen und des Prüfstandes sei Herrn Dipl.-Ing. Klaus List der Firma IBL GmbH gedankt. Durch seine große Erfahrung gelang stets eine einfache Lösung der vielfältigen, konstruktiv bedingten Probleme.

Besonderer Dank gilt der Firma Bündler Glas GmbH für die Finanzierung der Forschungsarbeiten. Insbesondere Herrn Andreas Geiger sei hier für die vielen anregenden Diskussionen und das Vertrauen in die Realisierbarkeit des Projektes gedankt.

Herrn Gerd Zimmermann vom Fraunhofer Institut für Kurzzeitdynamik danke ich für die Anfertigung der Schlierenaufnahmen.

Ganz herzlich sei meinen Kollegen der Uni Bonn gedankt, durch die ich meine Zeit am Institut immer in guter Erinnerung behalten werde. Insbesondere seien hier Sandra Zimontkowski und Barbara Groß für die Unterstützung bei diversen Messungen am Helos und Rudi Schröder als Ratgeber bei Fragen zu Software und Programmen genannt.

Günther Feldkeller und Jürgen Hohmann haben durch ihre Hilfsbereitschaft bei technischen Problemen meine Arbeit sehr vorangebracht. Ich danke ihnen auch für die Ideen und Anregungen in vielen Gesprächen.

Meiner Mutter und meiner Schwester möchte ich an dieser Stelle ganz besonders lieb danken. Sie unterstützten mich stets in meinen beruflichen Entscheidungen und waren für mich eine Brücke in die bayerische Heimat.

In den letzten sechs Jahren hast Du, Tatjana, mich durch Freud und Leid begleitet, mir Trost und Liebe gegeben und Dich mit mir über Erfolge gefreut. Dafür möchte ich mich bei Dir bedanken.



Für meine große Liebe

Tatjana



---

1. Einleitung .....	1
1.1. Technologien zur Ablösung von FCKW- haltigen Sprays .....	2
1.2. Wichtige Faktoren bei der Entwicklung eines Tascheninhalators .....	3
<b>1.3. Zielsetzung bei der Entwicklung</b> .....	<b>4</b>
2. Grundlagen zur pneumatischen Zerstäubung .....	6
2.1. Definitionen .....	6
2.2. Düse und Diffusor .....	7
2.3. Pneumatische Zerstäubung .....	8
2.4. Auslegung der Lavaldüse .....	10
2.5. Verdichtungsstoß .....	13
2.6. Zweiphasenströmungen .....	14
2.7. Tropfenaufbruch durch Einwirken von Gasen .....	15
2.7.1 Tropfenaufbruch durch aerodynamischen Druck .....	15
2.7.2 Tropfenaufbruch durch Druckgradienten .....	16
<b>2.7.3. Vorgänge hinter dem Verdichtungsstoß</b> .....	<b>17</b>
3. Material und Methoden .....	19
3.1. Materialien .....	19
3.2. Lavaldüse .....	19
3.2.1. Allgemeine Fertigungsdaten .....	19
<b>3.2.2. Druckinstrumentierung der Lavaldüsen</b> .....	<b>20</b>
3.3. Methoden .....	22
3.3.1. Laserbeugungsspektroskopie .....	22
3.3.1.1. Grundlagen .....	22
3.3.1.2. Messanordnung .....	25
3.3.1.3. Signalverarbeitung .....	26
3.3.1.4. Auswertung .....	28
3.3.2. Schlierenfotografie .....	29
3.3.2.1. Schattenverfahren .....	29
3.3.2.2. Schlierenverfahren .....	30
3.3.3. Durchflussmessung .....	32
3.3.3.1. Schwebekörpermessung .....	32
3.3.3.2. Thermische Durchflussmessung .....	33
3.3.4. Druckmessung .....	34
4. Versuchsanordnungen .....	38

4.1. Vorversuche .....	38
4.1.1 Ein- Phasenströmung .....	38
4.1.2. Zwei- Phasenströmung .....	38
4.2. Prüfstand .....	41
4.2.1. Allgemeine Komponenten.....	42
4.2.2. Ein- Phasenströmung.....	45
4.2.3. Zwei- Phasenströmung .....	45
4.2.3.1. Dosierter Flüssigkeitseintrag .....	45
4.2.3.2. Kontinuierlicher Flüssigkeitseintrag .....	46
4.3. Qualifizierung der Analytik.....	47
4.3.1. Laserdiffraktometrie.....	47
4.3.2. Durchflussmessung .....	50
5. Ergebnisse und Diskussion .....	53
5.1. Lavalströmung und Verdichtungsstoß .....	53
5.1.1. Lavalströmung in Simulation und Experiment.....	53
<b>5.1.2. Volumenstromverlauf in der Entspannungsströmung .....</b>	<b>56</b>
5.1.3. Verdichtungsstoß innerhalb der Düse .....	58
5.1.4. Verdichtungsstoß außerhalb der Düse .....	71
5.2. Tropfenaufbruch.....	74
5.2.1. Verdichtungsstoß innerhalb der Düse .....	77
5.2.2. Verdichtungsstoß außerhalb der Düse .....	81
6. Zusammenfassung .....	91
7. Literaturnachweis .....	96
8. Verwendete Symbole und Abkürzungen.....	99
9. Anhang .....	101

## 1. Einleitung

Die inhalative Gabe von Arzneistoffen bietet eine effektive Methode zur Behandlung von lokalen Erkrankungen des Bronchialsystems unter Umgehung des systemischen Kreislaufs. Im Gegensatz zur oralen Applikation wird der metabolische Abbau von Arzneistoffen in der Leber vor Erreichen des Zielorgans - auch als First-pass-Effekt beschrieben - verhindert. Der größte Vorteil der topischen, inhalativen Therapie besteht jedoch darin, dass der Wirkstoff in relativ hoher Konzentration am Zielort bei einer absolut gesehen geringeren Medikamentenmenge zur Verfügung steht. Der Gesamtorganismus wird im Vergleich zu anderen Darreichungsformen weniger belastet, da nur ein Bruchteil der oralen Wirkstoffdosis erforderlich ist.

Die inhalative Gabe von Arzneistoffen ermöglicht eine schnelle Einflussnahme auf die gewünschten Zellen im Respirationstrakt. Durch diese gezielte Applikation wird z.B. im Falle einer Bronchokonstriktion bei einem Asthmapatienten eine direkte und rasche Beseitigung der Atemnot erreicht.

Für Peptidarzneimittel, wie das Insulin oder andere Hormonpräparate ist die parenterale Gabe mittels Injektionen zurzeit noch Standardtherapie. Allerdings wäre aufgrund der schlechten Patientencompliance durch Nadelangst, schwankende Absorption bei Wechsel der Injektionsstelle und der umständlichen Bedienung der marktüblichen Pens eine orale Applikation zu bevorzugen. Für peptidische Wirkstoffe ist jedoch dieser Weg mit großen Schwierigkeiten verbunden. Oral aufgenommene Proteine, ob Nahrungsbestandteile oder Arzneistoffe werden im Gastrointestinaltrakt durch das Enzymsystem in Oligopeptide gespalten und verlieren so ihre ursprüngliche biologische Aktivität.

Hier bietet sich die Lunge als alternativer Weg zur systemischen Applikation an. Sie besitzt eine nur geringe Enzymaktivität und bietet aufgrund ihrer großen Oberfläche, der starken Durchblutung und dünnen Alveolarwand eine schnelle und reproduzierbare Absorption des Wirkstoffes.

Die pulmonale Applikation kann aber auch gentherapeutisch nutzbar gemacht werden. Hier stehen die autosomal-rezessiv vererbte Cystische Fibrose (CF) und das durch  $\alpha_1$ -Antitrypsin-Mangel bedingte Lungenemphysem im Mittelpunkt der Forschung. Verschiedenartige Vektorsysteme der DNA-Reparatursegmente – virale, wie non-virale werden für eine geeignete Therapie in Form eines Inhalationsaerosols untersucht [Hickey, A. (1996)].

### 1.1. Technologien zur Ablösung von FCKW- haltigen Sprays

Die wissenschaftliche Erkenntnis, dass Fluor-Chlor- Kohlenwasserstoffe (*engl.* CFC: chlorofluorocarbons) einen maßgeblichen Einfluss auf den Abbau der Ozonschicht haben, führte 1995 zu einem Verbot ihrer Herstellung und Verwendung in der Europäischen Gemeinschaft. Für Dosieraerosole wurde eine Übergangsfrist vereinbart, um geeignete Alternativsysteme zu entwickeln. Seit Anfang 2003 sind in Deutschland keine FCKW- haltigen Dosieraerosole mehr erhältlich.

Pulverinhalatoren und Dosieraerosole mit teilfluorierten- bzw. perfluorierten Kohlenwasserstoffen (*engl.* HFA: hydrofluoroalkane) ersetzen heute zu einem Teil die FCKW- haltigen Sprays. Aber auch einige Flüssigzerstäubersysteme für Tascheninhalatoren wurden bereits zu Nachfolge der FCKW- Sprays entwickelt.

Einen guten Überblick über treibgasfreie Inhalationssysteme bieten Dolovich (1999) und Ganderton (1999):

Gerät	Hersteller	Zerstäuberprinzip
Halolite <sup>®</sup>	Medic- Aid (UK)	Prallplattenvernebler
AERx <sup>®</sup>	Aradigm (USA)	Einstoff- Mikrodüsen
AeroDose <sup>®</sup>	Aerogen (USA)	Ultraschallzerstäuber
Respimat <sup>®</sup>	Boehringer Ingelheim (D)	Flüssigkeitsstrahl- Kollision
AeroEclipse <sup>®</sup>	Trudell Medical (CAN)	Prallplattenvernebler

Tabelle 1-1: Neuentwicklungen bei Flüssigzerstäubern

## 1.2. Wichtige Faktoren bei der Entwicklung eines Tascheninhalators

Das kleine Format und seine Abhängigkeit von einer Energiequelle machen, neben günstigen Produktions- und Therapiekosten, die Konstruktion eines Tascheninhalators von Flüssigkeiten zu einer Herausforderung. Speziell bei einem pneumatischen Zerstäuber benötigt der Druckspeicher für das Gas einen großen Teil des zur Verfügung stehenden Raumes. Die Applikation aus einem Mehrdosen Behältnis muss aber trotzdem eine exakte und über die Lebensdauer des Inhalators konstante Dosierbarkeit gewährleisten [Monographie Inhalanda (2003)] und der Füllungs- zustand dabei erkennbar sein.

Bei der Formulierungsentwicklung begrenzt die nachzuweisende physiologische Verträglichkeit mit Schleimhäuten und Alveolarmembranen, sowie ihre toxikologische Unbedenklichkeit die Auswahl an Hilfsstoffen. Sie dienen unter anderem zur Verbesserung der Wirkstofflöslichkeit und Konservierung. Natürlich ist ihre Umweltverträglichkeit mit Verweis auf die bereits diskutierte FCKW- Problematik Voraussetzung.

Zur Abschätzung der Bioverfügbarkeit eines Inhalationsaerosols ist die Teilchengröße der wichtigste Parameter. Sie bestimmt das Ausmaß der Wirkstoffdeposition in der Lunge. Die Abscheidung beruht auf Sedimentation, Impaktion und Diffusionsvorgängen. Partikel mit einem Durchmesser in der Größenordnung von 5-10  $\mu\text{m}$  lagern sich vorwiegend im Trachea- Bronchialbereich, solche mit 10- 100  $\mu\text{m}$  im Mund-Rachenraum ab. Teilchen kleiner 0,5  $\mu\text{m}$  werden aufgrund ihrer geringen Masse wieder abgeatmet [Voigt, R. (2000)]. Zur absoluten Lungengängigkeit von Aerosolen findet man teils von einander abweichende Angaben. Gerrity engt den Größenbereich bis auf 2- 4  $\mu\text{m}$  ein [Hickey, A. (1996)]. Bei Köhler et al. (1991) umfasst er hingegen 1 - 5  $\mu\text{m}$ . Dies mag daran liegen, dass neben dem geometrischen Durchmesser auch andere Parameter, wie Dichte oder Morphologie eines Teilchens sein Verhalten im Atemstrom, den aerodynamischen Durchmesser des Teilchens beeinflussen [Byron, P. (1990)].

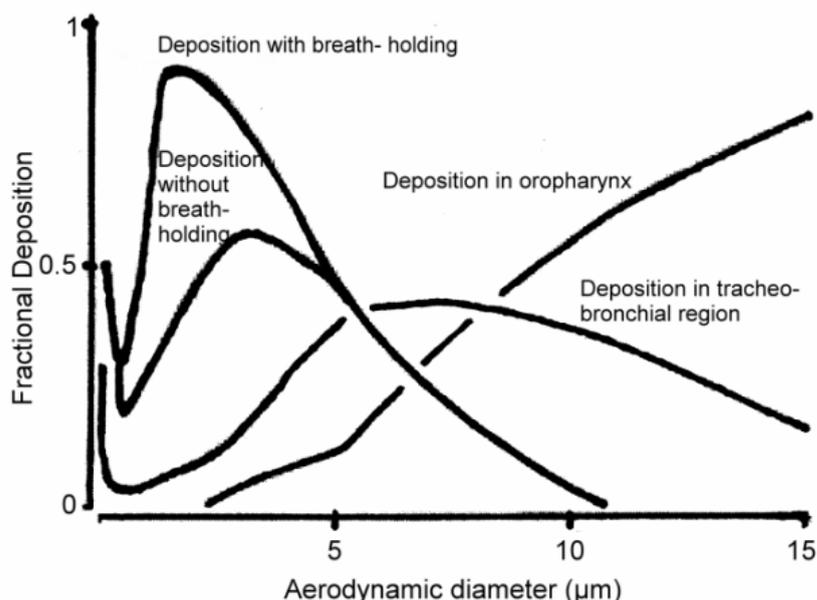


Abbildung 1-1: Lungengängigkeit und aerodynamischer Durchmesser

Die Geschwindigkeit eines erzeugten Aerosols in Verbindung mit einer guten Atemkoordination des Patienten ist für eine hohe Bioverfügbarkeit ebenfalls wichtig. Aus diesem Grund werden häufig Spacer eingesetzt, um die rasche Austrittsgeschwindigkeit von Treibgasaerosolen zu mindern und mit dem inspiratorischen Fluss zu synchronisieren [Sand, J.-M. (1990)].

Eine niedrigere Geschwindigkeit des Aerosols kann seinen aerodynamischen Durchmesser dramatisch herabsetzen [Zierenberg, B. (1999)] und mit der richtigen Atemtechnik die Lungengängigkeit entscheidend verbessern [Newman, S. (1983)].

Eine so genannte atemzug-induzierte Auslösung macht die Inhalatoren der neuen Generation unabhängig von individuellen Faktoren, wie Geschicklichkeit, Alter oder Krankheitszustand des Patienten.

### 1.3. Zielsetzung bei der Entwicklung

Ausgehend von den Anforderungen, die an einen Tascheninhalator zur pulmonalen Applikation gestellt werden, ist die Erzeugung eines lungengängigen Aerosols aus einer Arzneistofflösung zunächst der wichtigste Entwicklungsschritt.

Bei dem in dieser Arbeit zu untersuchenden Tropfenauflösungsmechanismus handelt es sich um eine pneumatische Zerstäubung in einer Überschalldüse, auch Lavaldüse genannt.

Dabei soll ihre konstruktive Auslegung hinsichtlich der Überschallströmung eines reinen Gases und eines Zweiphasen Gas- Flüssigkeitsgemisches untersucht werden. Bei der Entspannungsströmung eines Gases durch die spezielle Geometrie der Lavaldüse treten theoretisch so genannte Verdichtungsstöße auf. Sie ändern auf der Länge weniger Mikrometer schlagartig die Geschwindigkeit, den Druck, die Dichte, Temperatur und Entropie der Strömung. Die Verdichtungsstöße werden in dieser Arbeit für die berechneten Geometrien im Experiment für Ein- und Zweiphasenströmungen nachgewiesen und ihre Lage gezielt beeinflusst.

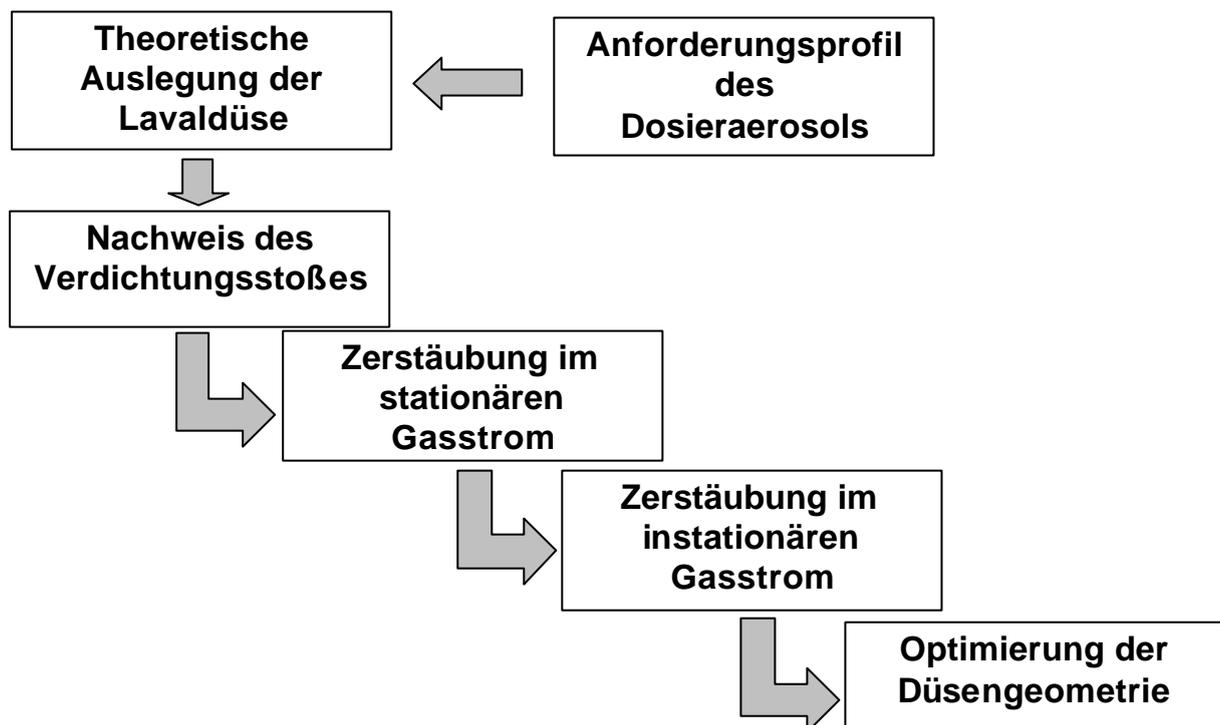


Abbildung 1-2: Verlauf der Entwicklung

Das mit der Düse erzeugte Tropfenspektrum wird bei unterschiedlichen Parametern, wie Zerstäuberdruck, Volumenstrom des Gases, Art und Menge des Flüssigkeitseintrags und Geometrie der Düse charakterisiert und optimiert.

So bilden die Versuche die Grundlage für ein Zerstäubersystem eines neuartigen Tascheninhalators.

## 2. Grundlagen zur pneumatischen Zerstäubung

### 2.1. Definitionen

Ein *Aerosol* stellt ein Zweiphasensystem aus einer kontinuierlichen Gasphase und einer diskontinuierlichen Phase diskreter Partikel dar. Bei strenger Auslegung beschreibt der Begriff *Aerosol* kolloid dispergierte Flüssigkeiten oder Feststoffe in Gas.

In der pharmazeutischen Praxis werden so feine Dispergierungen weder erreicht noch angestrebt. Ein pharmazeutisches *Aerosol* umfasst hier alle Systeme von in Gas dispergierten festen oder flüssigen Partikeln [Byron, P. (1990)].

Wichtig ist die Abgrenzung von *Aerosol* zu Dampf. Bei ihm liegt eine molekulare Dispersion von Partikeln in einer einzigen Phase vor.

Flüssigkeiten und Gase fasst man unter dem Begriff *Fluide* zusammen.

Ein (praktisch) inkompressibles Fluid ist eine Flüssigkeit, ein kompressibles Fluid ist ein Gas.

In Fluiden breiten sich Druckänderungen (Störungen) als Welle mit endlicher Geschwindigkeit aus. Die *Schallgeschwindigkeit* ist die Ausbreitungsgeschwindigkeit von Druckänderungen in Medien mit vernachlässigbarer Dichteänderung. Sie ist in einem idealen Gas nur eine Funktion der Temperatur. Das Verhältnis der örtlichen Geschwindigkeit zur örtlichen Schallgeschwindigkeit wird örtliche Mach-Zahl genannt.

Ist die durch die Störung verursachte Dichteänderung groß, entsteht eine Stoßwelle. Große Druckstörungen pflanzen sich mit Geschwindigkeiten fort, die über der Schallgeschwindigkeit liegen. Ein *Verdichtungsstoß* ändert in einer Störungsfront im Bereich weniger Mikrometer schlagartig, die Geschwindigkeit, den Druck, die Dichte, Temperatur und Entropie einer Strömung. Es ist dabei unerheblich, ob sich die Schallquelle bewegt, oder das Gas an der Schallquelle vorbeiströmt. Es ergeben sich relativ zur Schallquelle dieselben Ausbreitungsmuster.

## 2.2. Düse und Diffusor

In einer Düse wird ein Fluid durch Druckminderung beschleunigt, man spricht von einer Expansion. In einem Diffusor wird der Druck durch die Verringerung der Geschwindigkeit erhöht, man spricht von einer Kompression.

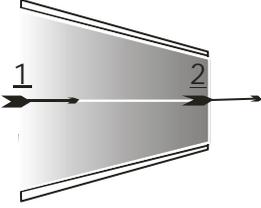
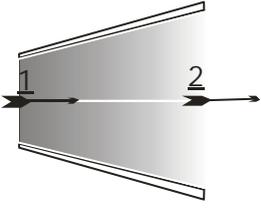
Kanalform	Unterschallbereich	Überschallbereich
	Expansion (Düse) $v_2 > v_1$ $p_{2\text{ st}} > p_{1\text{ st}}$ $T_2 < T_1$ $\rho_2 < \rho_1$	Kompression (Diffusor) $v_2 < v_1$ $p_{2\text{ st}} > p_{1\text{ st}}$ $T_2 > T_1$ $\rho_2 > \rho_1$
	Kompression (Diffusor) $v_2 < v_1$ $p_{2\text{ st}} > p_{1\text{ st}}$ $T_2 > T_1$ $\rho_2 > \rho_1$	Expansion (Düse) $v_2 > v_1$ $p_{2\text{ st}} < p_{1\text{ st}}$ $T_2 < T_1$ $\rho_2 < \rho_1$

Abbildung 2-1: Verhalten von Düse und Diffusor im Unter- und Überschallbereich

Welche Verhältnisse in einer Strömung vorliegen, hängt zum einen von der die Strömung begrenzenden Geometrie, zum anderen von der Strömungsgeschwindigkeit ab.

Im Unterschallbereich erfährt das Fluid bei einer konvergenten Kanalgeometrie eine Beschleunigung. Druck, Dichte und Temperatur nehmen ab (Expansion).

Beim Übergang der Strömung in den Überschallbereich drehen sich die Verhältnisse um. Mit abnehmendem Strömungsquerschnitt  $A$  wird die Strömung verzögert, Druck, Dichte und Temperatur nehmen zu (Kompression).

In einer divergenten Kanalgeometrie erfährt das Fluid hingegen im Unterschallbereich eine Kompression, im Überschallbereich eine Expansion

### 2.3. Pneumatische Zerstäubung

Bei der pneumatischen Zerstäubung strömt Gas aus einem Druckbehälter, auch Kessel genannt, durch eine Düse. In diese Gasströmung wird eine kohärente flüssige Phase eingebracht und aufgrund verschiedener auf sie wirkender Kräfte, wie im Folgenden näher dargelegt, dispergiert [Walzel, P. (1990), Wozniak, G. (2002), Shraiber, A. et al. (1994)].

Da die Flüssigkeit unter Mitwirkung eines gasförmigen Mediums zerstäubt wird, spricht man auch von Zweistoffdüsen. Bei den meisten Ausführungsformen tritt aus einem Ringspalt um ein Flüssigkeitsrohr herum ein Gasstrom aus. Aufgrund der hohen Relativgeschwindigkeit des Gases zur Flüssigkeit wird diese beschleunigt und dabei zerteilt.

Bei Pressluftverneblern oder Dosieraerosolen mit druckverflüssigbaren Gasen bleibt der Druck innerhalb des Kessels über die Ausströmzeit konstant. Man spricht von einer stationären Gasströmung. Ein nicht druckverflüssigbares Gas strömt mit abfallendem Kesseldruck durch die Düse. Die Gasströmung ist instationär während des Zerstäubungsvorganges.

Allgemein kann man Düsen mit innerer und äußerer Mischung unterscheiden [Aigner, M. (1986)]. Bei Mischung von Gas und Flüssigkeit außerhalb der Düse spricht man von einer Außenzerstäuberdüse (Abb. 2-2a). Findet die Zerteilung des Flüssigkeitsfadens schon vor dem Düsenende statt, liegt eine Innenzerstäuberdüse vor (Abb. 2-2b).

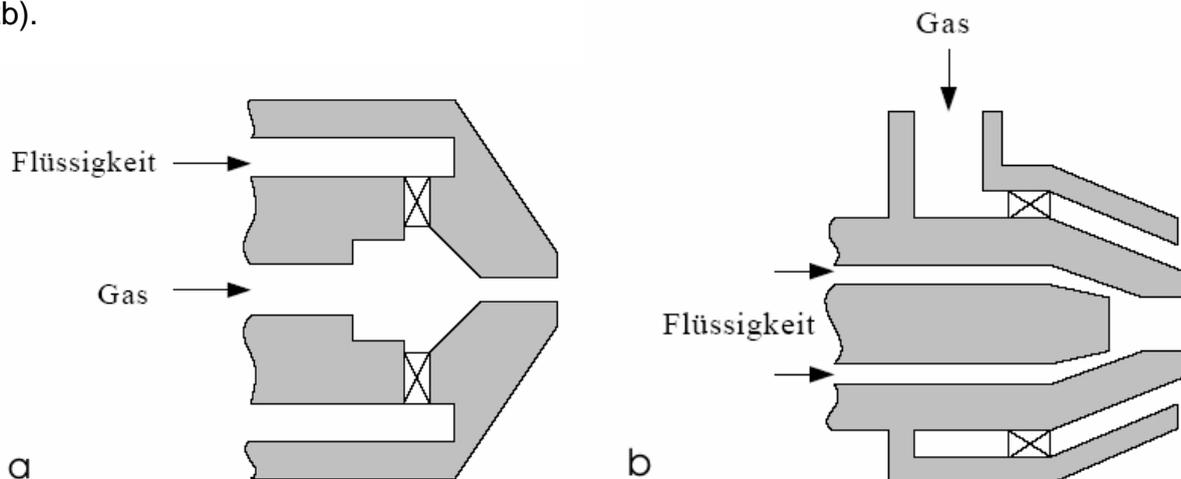


Abbildung 2-2: konventionelle pneumatische Zweistoffdüsen mit  
a: Innenmischung, b: Außenmischung

Bereits in den achtziger Jahren gab es Versuche mit herkömmlichen pneumatischen Zerstäubersystemen im Taschenformat lungengängige Partikel zu erzeugen. Als Beispiel kann die Fa. Ing. E. Pfeiffer (D- Radolfzell) genannt werden, die mit Hilfe einer innenzerstäubenden Zweistoffdüse ein tragbares Inhalatorsystem zu entwickeln versuchte. Eine Mikrodosierpumpe bringt hierbei ein Flüssigkeitsvolumen von 5- 20  $\mu\text{l}$  in einen, bis auf drei bar manuell komprimierten Gasstrom ein. [Schütz, H. (1991)]. Das erzeugte Tropfenspektrum war allerdings für die pulmonale Applikation nicht fein genug (Abb. 2-3) und wies eine zu hohe Streuung hinsichtlich der reproduzierbaren Tröpfchengröße auf [Keller, M. (1991)].

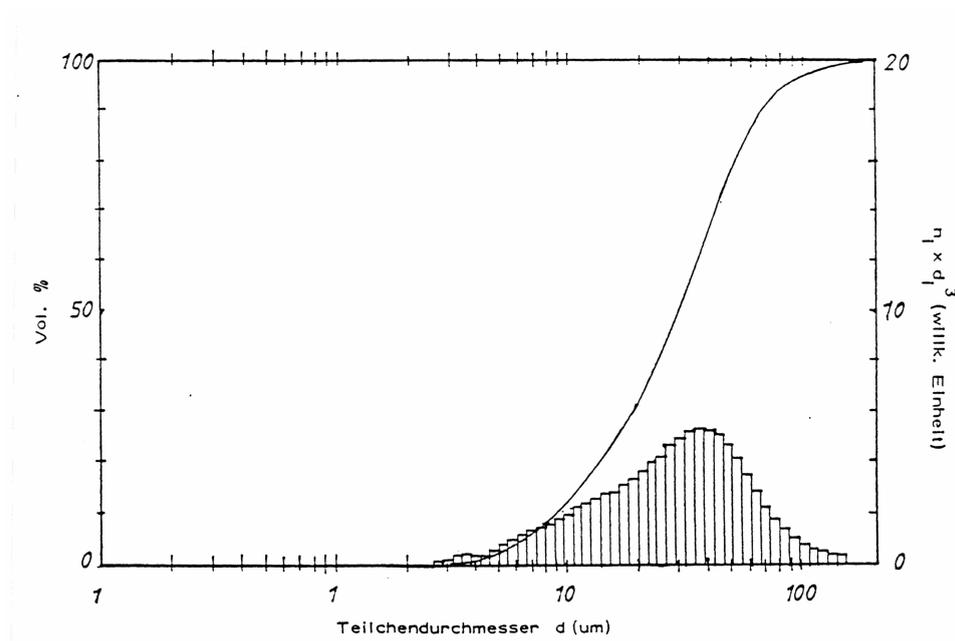


Abbildung 2-3: Tröpfchenspektrum einer Feinzerstäuberpumpe der Fa. Pfeiffer  
(Laserdiffraktometer, Fa. Malvern)

## 2.4. Auslegung der Lavaldüse

In Abbildung 2-4 sieht man den schematischen Aufbau einer Lavaldüse mit seinen drei konstruktive Merkmalen: den Düseneinlauf mit konvergenter Geometrie, dem engsten Querschnitt  $A^*$  und den Düsenauslass mit divergenter Geometrie.

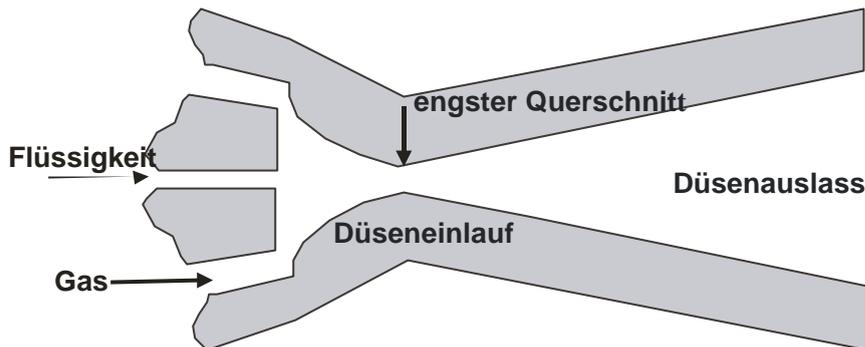


Abbildung 2-4: pneumatische Innenzerstäubung mit einer Lavaldüse

Bei einer stationären Gasströmung fällt der Druck stetig bis zur engsten Stelle ab (Expansionsströmung). Die Gasgeschwindigkeit steigt dafür stetig bis zur örtlichen Schallgeschwindigkeit an. Nach Erreichen von  $Ma=1$  dreht sich die Beziehung zwischen Druckverlauf und Geometrie um. In der nun divergenten Geometrie kann das auf Überschall beschleunigte Gas weiter expandieren, d.h. der Druck fällt weiter ab und die Geschwindigkeit steigt (Abb. 2-5).

Für den Massenstrom  $\dot{m}$  aus einem Kessel mit Druck  $p_0$  und Dichte  $\rho_0$  gilt entlang der Strömungsachse  $x$  durch die Lavaldüse unter der Annahme einer isentropischen, stationären und einphasigen Gasströmung:

$$\left\{ \begin{array}{l} \dot{m} = \varphi \cdot A(x) \cdot \sqrt{\frac{2 \cdot \kappa}{\kappa - 1} \cdot p_0 \cdot \rho_0 \cdot \Psi\left(\frac{p(x)}{p_0}, \kappa\right)} \\ \text{mit } \Psi\left(\frac{p(x)}{p_0}, \kappa\right) = \sqrt{\left(\frac{p(x)}{p_0}\right)^{\frac{2}{\kappa}} - \left(\frac{p(x)}{p_0}\right)^{\frac{\kappa+1}{\kappa}}} \end{array} \right. \quad (\text{Gl.2.1})$$

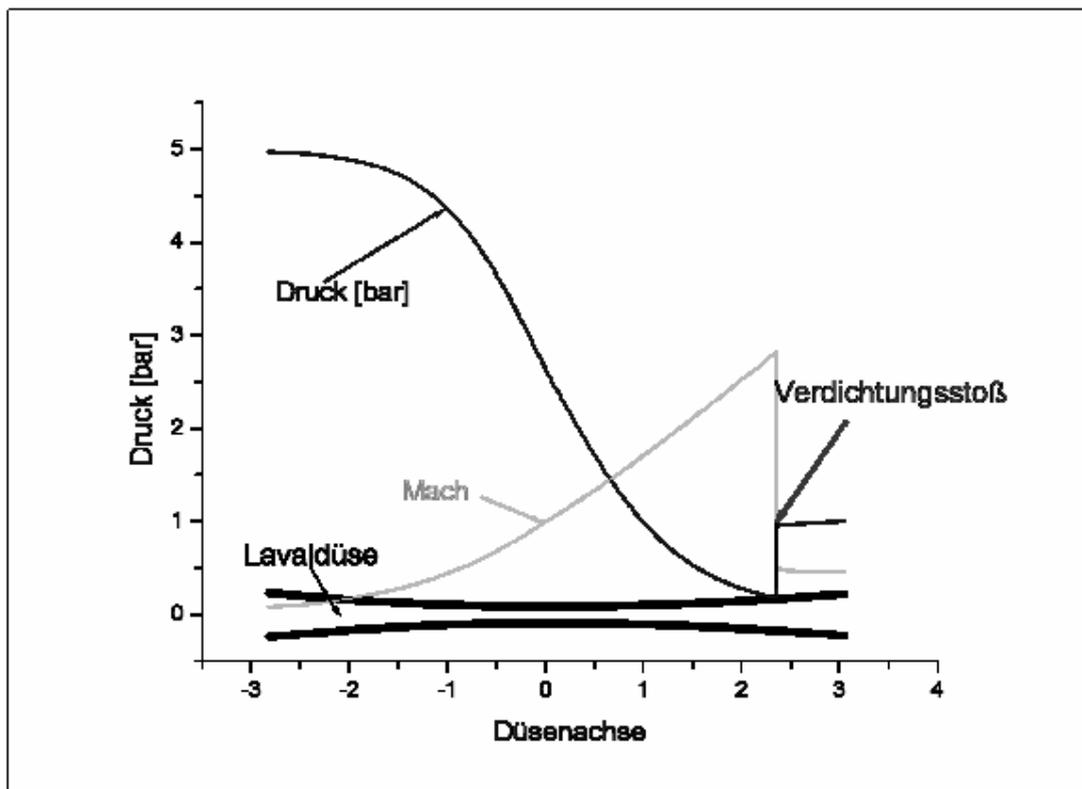


Abbildung 2-5: Druck- und Machverlauf längs der Düsenachse

Für die Auslegung der Düse wird vereinfacht Luft mit einem Isentropenexponenten  $\kappa = 1,4$  angenommen. Die Materialkonstante  $\varphi$  ist ein Reibungsfaktor, der sich aus dem Geschwindigkeitsbeiwert und der Kontraktionszahl zusammensetzt und kann experimentell als Funktion des Druckes bestimmt werden.

$\Psi\left(\frac{p(x)}{p_0}\right)$  ist die Durchflussfunktion, die ihr Maximum

$$\Psi\left(\frac{p^*}{p_0}, \kappa\right) = \Psi^*(\kappa) = \sqrt{\frac{\kappa-1}{\kappa+1}} \left(\frac{2}{\kappa+1}\right)^{\frac{1}{\kappa-1}}$$

für das kritische Druckverhältnis  $\frac{p^*}{p_0} = \left(\frac{2}{\kappa+1}\right)^{\frac{\kappa}{\kappa-1}}$  erreicht. Beim Unterschreiten von  $\left(\frac{p^*}{p_i}\right)_{\text{krit}}$

bleibt der Massenstrom und die Durchflussfunktion  $\Psi\left(\frac{p(x)}{p_0}\right)$  unabhängig vom

Kesseldruck konstant.

## 2. Grundlagen zur pneumatischen Zerstäubung

---

Es gilt also:

$$\dot{m} = \varphi \cdot A^* \cdot \sqrt{\frac{2 \cdot \kappa}{\kappa - 1}} \cdot p_0 \cdot \rho_0 \cdot \Psi^*(\kappa) = \text{const.} \quad (\text{Gl.2.2})$$

Die Masse eines Gases muss bei stationärer Strömung im Zeitintervall  $dt$  über den Eintritts- und Austrittsquerschnitt der Düse gleich sein. Aufgrund dieses Massenerhaltungssatzes, der auch als Kontinuitätsgleichung postuliert ist [Bohl, W. (1994), Schade et al. (1989)], gilt entlang der Düsenachse  $x$ :

$$A(x) \cdot \Psi\left(\frac{p(x)}{p_0}, \kappa\right) = \text{const.} \quad \text{und}$$

$$\frac{A(x)}{A^*} = \frac{\Psi^*(\kappa)}{\Psi\left(\frac{p(x)}{p_0}, \kappa\right)}. \quad (\text{Gl.2.3})$$

Sind der engste Querschnitt  $A^*$ , der Kesseldruck  $p_0$  und der Auslegungsdruck  $p_a$  vorgegeben, so lässt sich für ein bestimmtes  $\kappa$  (Luft) die Austrittsfläche der Lavaldüse unmittelbar aus (2.3) unter Berücksichtigung von (2.1) nach

$$A(x_a) = \frac{\Psi^*(\kappa)}{\Psi\left(\frac{p(x_a)}{p_0}, \kappa\right)} \cdot A^* \quad (\text{Gl.2.4})$$

berechnen. Sind die Kesseldaten  $(p_0, \rho_0)$  und der engste Querschnitt  $A^*$  vorgegeben, so kann der Massenstrom aus (2.1) berechnet werden.

### 2.5. Verdichtungsstoß

Wird der theoretische Austrittsdruck, oder auch Auslegungsdruck  $p_a$  der Lavaldüse so gewählt, dass er kleiner als der Umgebungsdruck  $p_{um}$  ist, so tritt im divergenten Teil der Lavaldüse (theoretisch) ein senkrechter Verdichtungsstoß auf (Abb.2-5). Hierbei wird ideales Gasverhalten vorausgesetzt und vereinfachend angenommen, dass stromaufwärts vom Stoß und stromabwärts vom Stoß isentrope Strömung vorliegt. Im Stoß ändern sich Entropie und Totaldruck sprunghaft. Im Anschluss daran folgt eine isentrope Verdichtung bis zum Umgebungsdruck  $p_{um}$ . Die Berechnungen zum Verdichtungsstoß werden eindimensional durchgeführt. Dabei wird weitestgehend auf die Gleichungen von Shraiber et al. (1996) zurückgegriffen. Tatsächlich treten an Stelle eines senkrechten Verdichtungsstoßes auf Grund der Wandreibung mehrere schräge Verdichtungsstöße auf. Die Reibungsenergie wird unmittelbar in Wärmeenergie umgesetzt. Bereits 1908 konnten diese schrägen Verdichtungsstöße in einer Gasströmung mit Hilfe der Schlierentechnik von Prandtl et al. [Settles, G. S. (2001)] visualisiert werden (Abb. 2-6).

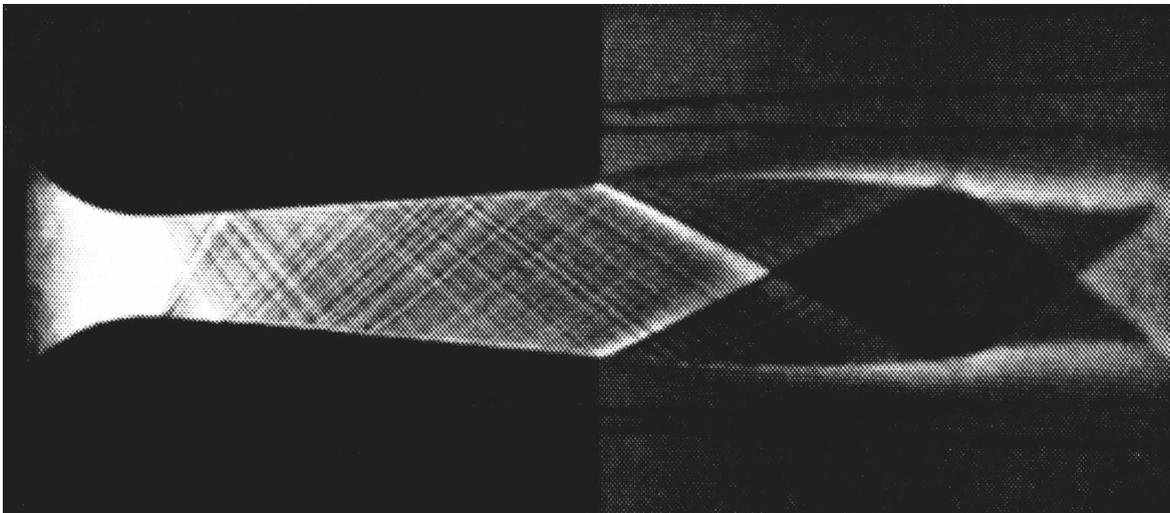


Abbildung 2-6: Schräge Verdichtungsstöße innerhalb einer Lavaldüse

### 2.6. Zweiphasenströmungen

Den unter Kapitel 2.4. zusammengestellten Gleichungen liegt eine Einphasenströmung (nur Gas) zu Grunde. Bei Zweiphasenströmungen, im hier vorliegenden Fall liegt ein Flüssigkeits (Wasser)- Gas (Luft)- Gemisch vor, verringert sich die Schallgeschwindigkeit je nach dem Anteil der Flüssigkeitskomponente der Gemische weit unter den Wert der Schallgeschwindigkeit der Einzelkomponenten. Die Schallgeschwindigkeit errechnet sich dabei aus der Gleichung

$$a = \sqrt{\frac{1}{\chi \cdot \rho_f}} \quad (\text{Gl.2.5})$$

$\chi$  ist dabei die Volumenkompressibilität und  $\rho_f$  die Dichte des Gemisches.

Zweiphasengemische haben durch den Gasanteil im Fluidgemisch eine stark vergrößerte Kompressibilität, im Verhältnis dazu ändert sich die Gemischdichte nur geringfügig. Die Schallgeschwindigkeit wird also stark reduziert. Wie aus den Gleichungen (2.1) – (2.4) ersichtlich, hängt die Auslegung der Lavaldüse vom Isentropenexponenten  $\kappa$  ab. Ist die Schallgeschwindigkeit  $a$  des Gemisches auf Grund der Einzelkomponentenanteile des Gemisches bekannt, so kann  $\kappa$  entsprechend der Beziehung

$$\kappa = \frac{a^2}{R \cdot T} \quad (\text{Gl.2.6})$$

berechnet werden. Hiermit kann unter Anwendung der Gleichungen (2.1) – (2.6) die Lavaldüse für ein Gemisch ausgelegt werden. Es ist offensichtlich, dass die Lavaldüse im Hinblick auf die geforderten Funktionen „Kritischer Zustand und Verdichtungsstoß im divergenten Teil“ für alle unterschiedlichen Einzelkomponentenanteile des Gemisches neu ausgelegt werden muss.

## 2.7. Tropfenaufbruch durch Einwirken von Gasen

Kohärente flüssige Phasen, wie auch Flüssigkeitstropfen können beschleunigt und dabei zerteilt werden, wenn ein Gas mit ausreichender Relativgeschwindigkeit auf ihre Oberfläche trifft. Werden also genuin vorhandene Tropfen weiter zerkleinert, spricht man auch von der Nachzerteilung eines Primärsprays. Beim Zerteilen der Tropfen durch das Zusammenwirken von Luft und Tropfenflüssigkeit kann eine Vielzahl von Interaktionseffekten zwischen Luft und Wasser beteiligt sein. Eine Zusammenstellung der wichtigsten Wirkmechanismen für den Tropfenzerfall durch aerodynamische Kräfte finden sich bei Schade et al. (1989) und Ziegler (1993). Die theoretische Untersuchung der Zerteilungsphänomene stellt ein kompliziertes hydrodynamisches Problem dar, da hierbei simultan die Erhaltungsgleichungen für die kontinuierliche und disperse Phase gelöst werden müssen, und darüber hinaus nicht- triviale Rand- und Anfangsbedingungen herrschen.

Im hier vorliegenden Fall – dem Tropfenaufbruch in der Gasströmung durch eine Lavaldüse – spielen zwei Zerstäubungseffekte eine maßgebliche Rolle. Diese sind die Einwirkung auf den Tropfen durch den aerodynamischen Druck und den Druckgradienten hervorgerufen durch die Ausströmung und den Verdichtungsstoß. Für entsprechende Gleichgewichtsbedingungen lassen sich quantitative Relationen herleiten.

### 2.7.1 Tropfenaufbruch durch aerodynamischen Druck

Für einen Flüssigkeitstropfen ist hinsichtlich der Kräfte pro Anströmfläche (des Tropfens), welche zu einer Fragmentierung führen, der kritische Zustand erreicht, wenn die aerodynamische Widerstandskraft/ Anströmfläche

$$p_w = \frac{1}{2} \cdot c_w \cdot \rho_{\text{Luft}} \cdot v_r^2 \quad (\text{Gl.2.7})$$

gleich der durch die Oberflächenspannung des Tropfens hervorgerufenen Kraft/ Anströmfläche

$$p_s = \frac{4 \cdot \sigma}{d_T} \quad (\text{Gl.2.8})$$

ist, also

$$p_w = p_s \quad \Longrightarrow \quad \frac{\rho_{\text{Luft}} \cdot v_r^2 \cdot d_T}{s} = \frac{8}{c_w}. \quad (\text{Gl.2.9})$$

In diesen Gleichungen bezeichnet  $c_w$  den sog. Widerstandsbeiwert des Tropfens,  $d_T$  den Tropfendurchmesser,  $s$  die Oberflächenspannung und  $v_r$  die Relativgeschwindigkeit zwischen dem Gas (Luft) und dem Tropfen  $v_r = v_{\text{Gas}} - v_T$ . Der linke Term von Gleichung 2.9 ist die bekannte Weber-Zahl  $We$ . Für die gegebene Relativgeschwindigkeit  $v_r$  beträgt die maximale stabile Tropfengröße  $d_{T,\text{max}}$  demnach

$$d_{T,\text{max}} = \frac{8 \cdot s}{c_w \cdot \rho_{\text{Luft}} \cdot v_r^2}. \quad (\text{Gl.2.10})$$

Aus der Beziehung (Gl.2.10) ist zu ersehen, dass mit größer werdender Relativgeschwindigkeit der maximale Tropfendurchmesser kleiner wird.

### 2.7.2 Tropfenaufbruch durch Druckgradienten

Unter Gleichgewichtsbedingungen gilt im Falle des Tropfenaufbruchs infolge eines Druckgradienten, dass der Kapillardruck (Gl.2.8) und damit der relative Innendruck durch den äußeren Gasdruck  $p_G$  kompensiert wird. Hierbei gilt

$$p_G = \text{grad}(p(x)) \cdot d_T \quad (\text{Gl.2.11})$$

und damit wegen  $p_T = p_G$ :

$$\frac{4 \cdot s}{d_T} = \text{grad}(p(x)) \cdot d_T \quad \Longrightarrow \quad d_T = 2 \cdot \sqrt{\frac{s}{\text{grad}(p(x))}}. \quad (\text{Gl.2.12})$$

$d_T$  ist der Tropfendurchmesser,  $s$  die Oberflächenspannung des Tropfens und  $\text{grad}(p(x))$  der Druckverlaufsgradient in der Lavaldüse, der im Bereich eines Verdichtungsstoßes und damit im Bereich eines Druckstoßes relativ große Werte

annehmen kann. Je größer der Druckgradient wird, umso kleiner werden die Tropfengrößen im Gleichgewichtszustand.

Infolge des Druckgradienten des expandierenden Gasstromes werden die größeren aus dem Injektor stammenden Tropfen zerlegt, die wiederum im Bereich des Verdichtungsstoßes bzw. der schrägen Verdichtungsstöße in wesentlich feinere Tröpfchen zerlegt werden (Abb. 2-7).

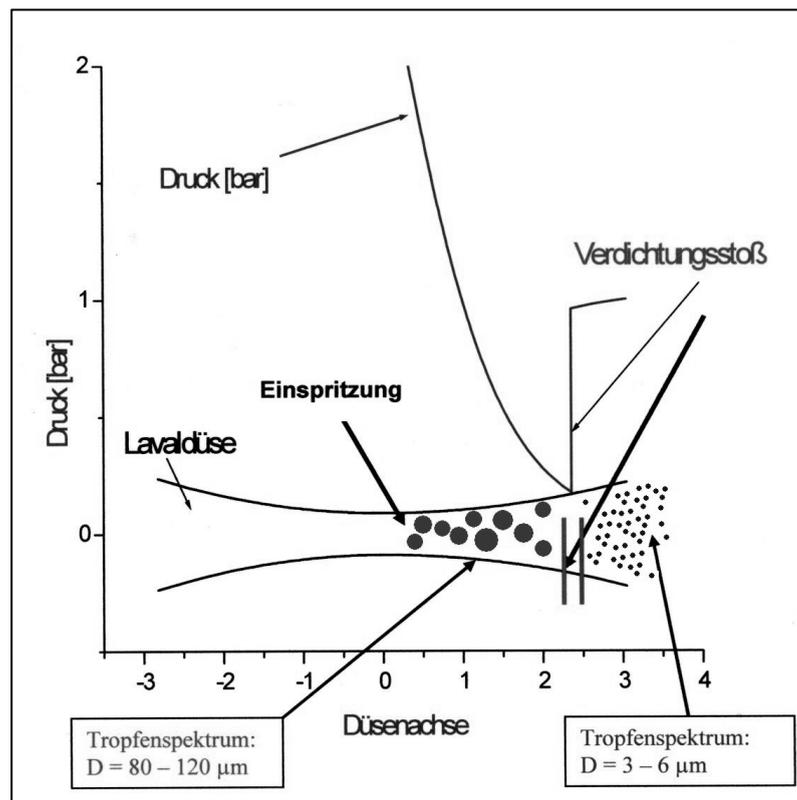


Abbildung 2-7: Tropfenaufbruch durch den Verdichtungsstoß in der Lavaldüse

### 2.7.3. Vorgänge hinter dem Verdichtungsstoß

Wie beschrieben, spielen zwei Zerstäubungseffekte für den Tropfenaufbruch eine maßgebliche Rolle. Zum einen wird aufgrund der hohen Relativgeschwindigkeit zwischen Flüssigkeit und Gas am Kanülenende ein Primärspray erzeugt. Zum anderen wird dieses durch den Druckabfall zum Verdichtungsstoß hin und den sich anschließenden steilen Druckanstieg weiter zerkleinert.

## 2. Grundlagen zur pneumatischen Zerstäubung

---

Nach dem Verdichtungsstoß liegt eine turbulente Unterschallströmung innerhalb und außerhalb der Lavaldüse vor. Sie trägt- abgesehen von Verdunstungseffekten im Freistrah [Porstendörfer, J. et al. (1977)]- nicht weiter zu einer Verfeinerung des Aerosols bei. Man kann sogar annehmen, dass einzelne Tropfen innerhalb des letzten, divergenten Düsenabschnittes aufgrund der starken Turbulenz aufeinander treffen und sich wieder vereinigen. Bei einer Position des Verdichtungsstoßes unmittelbar am Düsenauslass, bzw. direkt im Freistrah wäre dieser Effekt durch die starke Expansion der Strömung geringer.

## 3. Material und Methoden

### 3.1. Materialien

Als Gas dient Flaschen- Pressluft, Typ PR Druckluft B50 (Fa. Air Products, Surrey, England)

Als Flüssigkeit wird durch Destillation gewonnenes gereinigtes Wasser (Ph. Eur.) verwendet.

### 3.2. Lavaldüse

#### 3.2.1. Allgemeine Fertigungsdaten

Alle Lavaldüsen besitzen einen kreisrunden Strömungsquerschnitt.

Der elliptische Einlauf (1) der konvergenten Geometrie endet in einem kurzen zylindrischen Übergangsstück (2). An den Zylinder schließt sich nun der divergente Teil (3) der Düse mit konischer Geometrie an (Abb. 3-1).

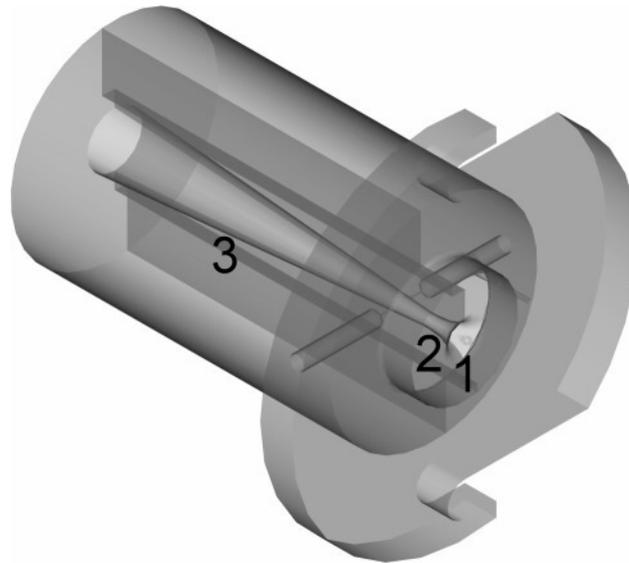


Abbildung 3-1: Dreidimensionale Darstellung von Lavaldüse A ( $d^*=1,82$  mm)

Die Lavaldüsen unterscheiden sich nach der Berechnung für die reine Gasströmung hinsichtlich des Durchmessers der engsten Stelle, der Länge und des Auslegungsdrucks. Daraus ergeben sich unterschiedliche konstruktive Merkmale, die in Anhang 9-1 aufgeführt sind. Als Werkstoffe dient durchsichtiges Polycarbonat, das eine geringe elektrostatische Oberflächenaufladung besitzt. Die Düsen werden in einem abspannenden Verfahren hergestellt. Sie werden je aus zwei Halbteilen gefertigt,

längs der Strömungsachse verklebt und Bohrungen quer zur Strömungsrichtung vorgenommen. Um Grate und Kleberückstände im Strömungskanal zu minimieren, werden diese anschließend an der Klebnaht und den Bohrungen überarbeitet und mit einem Stereomikroskop visuell überprüft.

#### 3.2.2. Druckinstrumentierung der Lavaldüsen

Folgende Düsen sind für eine Messung des statischen Drucks innerhalb des divergenten Düsenteils instrumentiert:

	Modell A	Modell B
Gesamtlänge (l)	55,62 [mm]	18,78 [mm]
Durchmesser an der engsten Stelle ( $d^*$ )	1,82 [mm]	0,4 [mm]
Fläche an der engsten Stelle ( $A^*$ )	2,60 [mm <sup>2</sup> ]	0,126 [mm <sup>2</sup> ]
Auslegungsdruck ( $p_a$ )	0,02 [bar]	0,02 [bar]
Druckmessstellen	9	1

Tabelle 3-1: instrumentierte Düsen mit geometrischen Daten

Modell A besitzt neun Bohrungen im Abstand von etwa 5 mm (Abb. 3-3). Zusätzlich wird eine mit Modell A baugleiche Düse gefertigt, und mit einer Druckmessbohrung am engsten Querschnitt versehen.

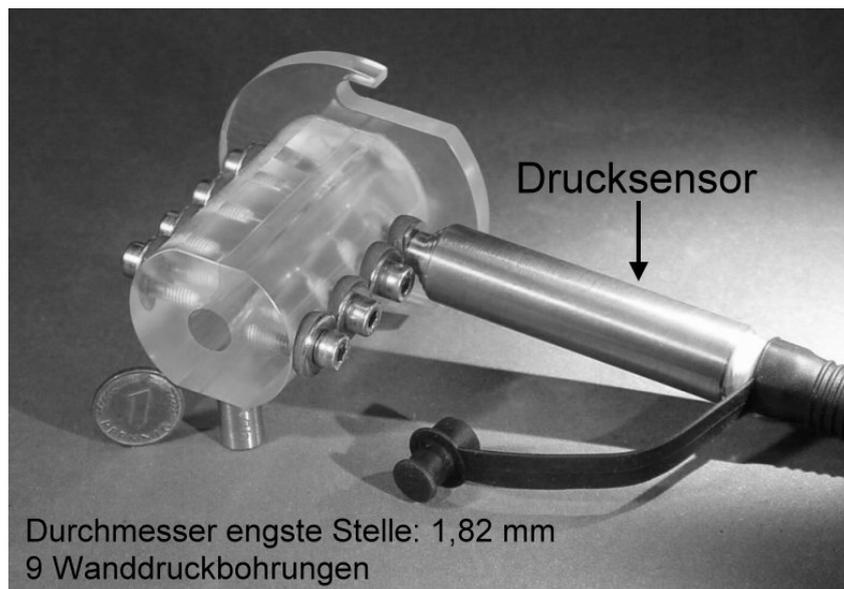


Abbildung 3-3: Foto der druckinstrumentierten Lavaldüse A

Modell B hat aufgrund ihrer geringeren Länge lediglich eine Bohrung im divergenten Düsenteil. Die Bohrungen verlaufen mit einem Durchmesser von je 0,5 mm senkrecht zur Strömungsrichtung und ermöglichen an definierten Strömungsquerschnitten den statischen Druck zu messen.

Es wird dazu ein piezoresistiver Absolutdrucksensor Typ 4073A10, mit elektronischem Ladungsverstärker Typ 4603 verwendet (Fa. Kistler Instrumente AG, Winterthur, CH).

In den oberen Teil der Bohrungen ist ein Gewinde eingeschnitten. Bei Nichtgebrauch werden sie mit Hilfe einer Schraube und eines O- bzw. eines Gummi- Ringes druckdicht verschlossen.

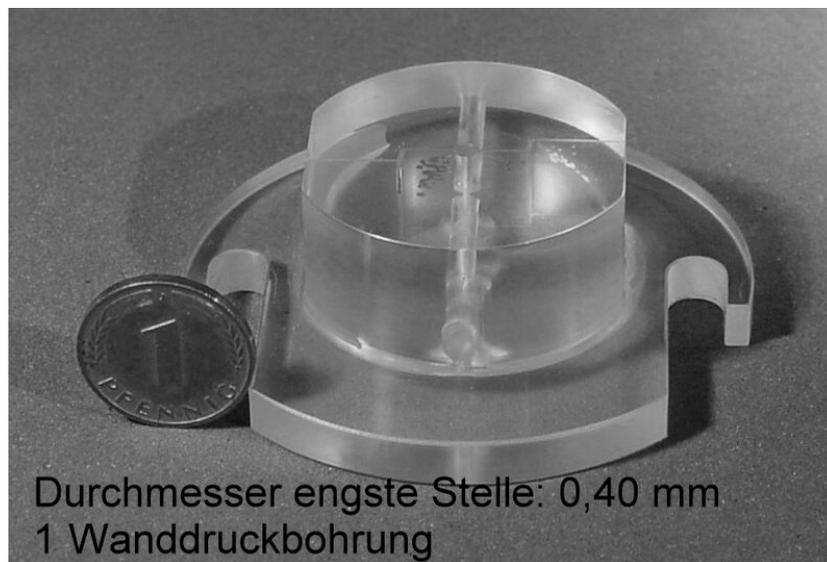


Abbildung 3-4: Foto von Lavaldüse B mit Druckmessbohrung

### 3.3. Methoden

#### 3.3.1. Laserbeugungsspektroskopie

Zur Bestimmung der Tropfengrößenverteilung eines Aerosols sind von den Arzneibüchern [USP (2003), EuAB (2002)] Vorrichtungen zur Messung des aerodynamischen Durchmessers monographiert. Wie bereits in Kapitel 1.2. erläutert, ist nicht allein der geometrische Durchmesser für die Fähigkeit eines Partikels ausschlaggebend, dem Atemstrom in die tiefen Lungenregionen zu folgen.

Allerdings sind die Arzneibuch- Methoden sehr zeitaufwendig und müssen mit Hilfe eines Stoffes durchgeführt werden, der sich im Anschluss an die Aerosolerzeugung quantifizieren lässt. Er darf also z.B. nicht flüchtig sein, wie reines Wasser oder ethanolische Lösungen [Clark et al. (1998)]

Bei wässrigen Inhalationssystemen müsste bereits in diesem Stadium der Entwicklung eine Modellformulierung untersucht werden. Deshalb ist die Bestimmung eines Flüssigaerosols über Lichtstreuung (Diffraktion) in Industrie und Forschung allgemein anerkannte Methode der Wahl für einen ersten Schritt bei der Entwicklung eines derartigen Inhalationssystems [Ranucci, J. (1992), Corcoran et al. (2000)].

##### 3.3.1.1. Grundlagen

Die Ablenkung eines Lichtstrahls kann zur Messung der Größe einzelner Partikel oder der Größenverteilung von Partikelkollektiven herangezogen werden. Ein Partikel stellt für eine Lichtwelle eine Inhomogenität im Raum dar. An ihm wird sie durch Reflexion, Brechung und Beugung gestreut (Abb. 3-5). Erstere unterliegen der geometrischen Optik. Diese vernachlässigt den Wellencharakter des Lichts.

Bei der Lichtbeugung wird die Ausbreitung des Lichtes in Wellenfronten nach dem Huygens- Fresnel'schen Prinzip angenommen. Jeder Punkt einer Wellenfront ist der Ausgangspunkt einer neuen, kugelförmigen Elementarwelle, die durch Interferenz mit Ihresgleichen wieder eine neue Wellenfront bildet [Gerthsen et al. (1974)].

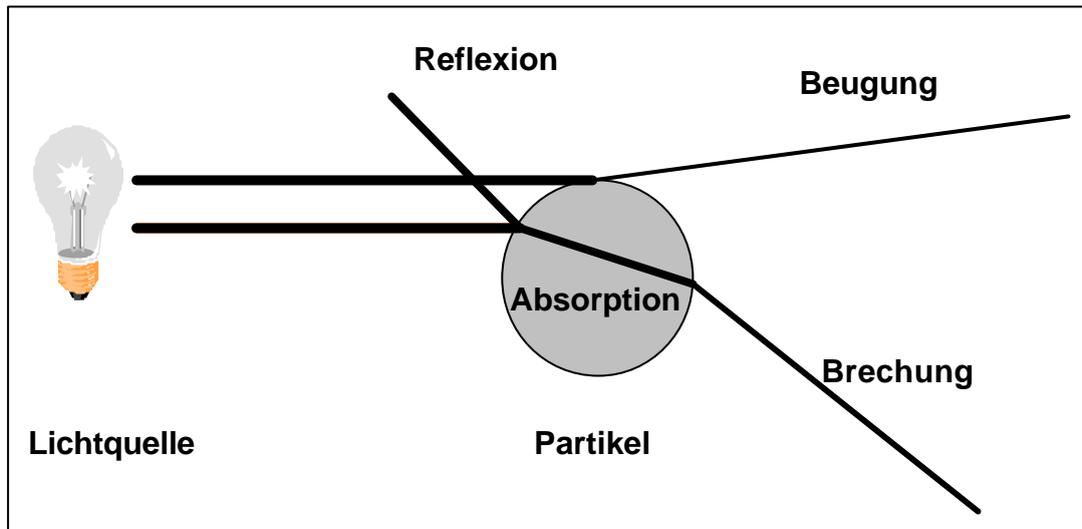


Abbildung 3-6: Lichtstreuung an einem Einzelpartikel

Ein kugelförmiges Partikel zeigt deshalb in Vorwärtsrichtung (lineare Anordnung Lichtquelle- Partikel- Detektor) ein symmetrisches teilchengrößenabhängiges Beugungsbild (Fraunhofer´ sches Beugungsbild) aus konzentrischen Kreisen (Abb. 3-6).

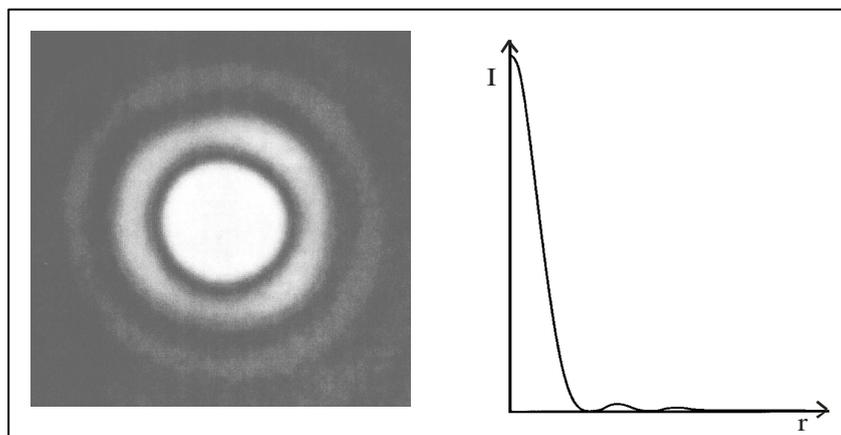


Abbildung 3-6: Fraunhofer´ sches Beugungsbild und Streulicht- Intensitätsverteilung eines kugelförmigen Partikels in Vorwärtsrichtung

Die Intensität der Beugungsmaxima nimmt mit zunehmendem Radius so stark ab, dass nur die ersten beiden Beugungsringe messtechnisch von Bedeutung sind. Es besteht eine umgekehrte Proportionalität zwischen dem Partikeldurchmesser und den Radien der Beugungsringe bzw. den Beugungswinkeln.

Vereinfachend kann man sagen, dass kleine Partikel unter großen Winkeln beugen, Große hingegen unter kleinen Winkeln [Müller et al. (1996)].

Bei einem Partikelkollektiv entsteht durch Überlagerung der verschiedenen Beugungsbilder ein komplexes Interferenzmuster, das mathematisch ausgewertet wird. Die von einem Partikel ausgehende Streulichtstrahlung kann man abhängig von seinem Durchmesser  $d$  und der Lichtwellenlänge  $\lambda$  anhand des Mie- Parameters  $\alpha$  in drei verschiedene Bereiche unterteilen, wobei:

$$a = \frac{d \cdot \rho}{l} \quad (\text{Gl. 3.1})$$

gilt.

$\alpha \ll 1$	Bereich der Rayleigh- Streuung
$0,1 < \alpha < 10$	Bereich der Mie- Streuung
$\alpha \gg 1$	Bereich der Fraunhofer- Streuung (geometrische Optik)

Im Bereich der geometrischen Optik besitzen die Partikel einen wesentlich größeren Durchmesser als die Wellenlänge des gestreuten Lichts. Die Intensität des fast ausschließlich vorwärts gebeugten Lichts ist der zweiten Potenz des Partikeldurchmessers ( $I \sim d^2$ ) proportional. Die Anteile durch Brechung und Reflexion werden vernachlässigt. Die Partikel werden in der mathematischen Näherungslösung nach Fraunhofer als vollständig lichtundurchlässig betrachtet.

Sobald die Partikelgröße etwa der Wellenlänge des Lichtes entspricht, gibt die Fraunhofer- Näherung die realen Größenverteilungen aufgrund von Sekundärstreuungseffekten nur ungenügend wieder. Die Streulichtintensität ist proportional zur vierten Potenz des Partikeldurchmessers ( $I \sim d^4$ ). Bei der Ermittlung der Partikelgröße findet die Mie- Theorie Anwendung, die Lichtbrechung und Absorption der Partikel berücksichtigt.

Im Bereich der Rayleigh- Streuung sind die Partikeldurchmesser wesentlich kleiner als die Wellenlänge. Die Streulichtintensität ist symmetrisch um den Partikel proportional zur sechsten Potenz des Partikeldurchmessers verteilt ( $I \sim d^6$ ).

Aus diesem Grund ist sie der auf Partikelgrößenanalytik durch Laserbeugung nicht zugänglich.

### 3.3.1.2. Messanordnung

Die Tropfengrößenverteilung des erzeugten Aerosols wird mit Hilfe zweier optischer Laserbeugungsspektrometer HELOS (Fa. Sympatec, Clausthal-Zellerfeld) aufgenommen.

Das HELOS-System oder Helium-Neon-Laser optisches Beugungssspektrometer besitzt einen 5 mW Gaslaser, der kohärent monochromatisches Licht mit einer Wellenlänge von 632,8 nm aussendet. Über einen Kollimator wird die punktförmige Lichtquelle zu einer Messzone von bis zu 22 mm Durchmesser aufgeweitet.

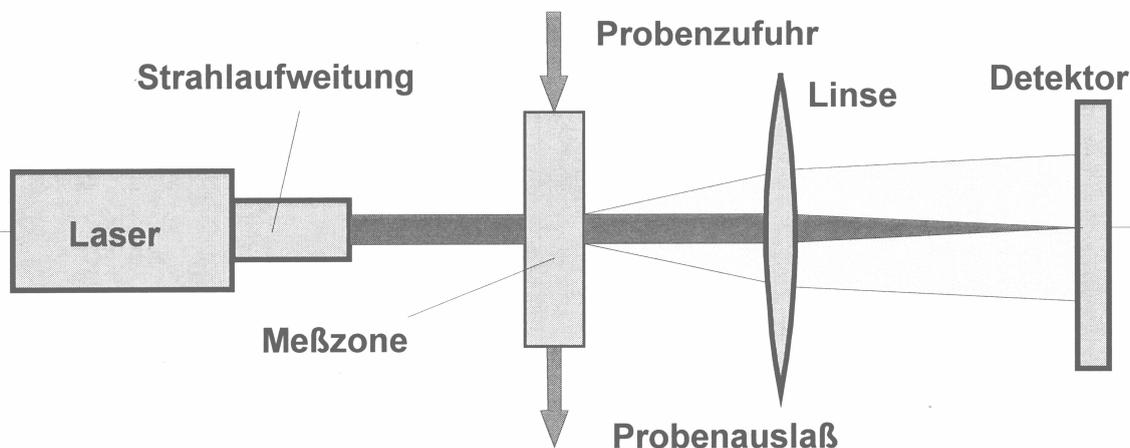


Abbildung 3-7: Aufbau eines HELOS- Laserdiffraktometers

Die hinter der Messzone liegende Fourierlinse bildet das Beugungsbild unabhängig von der Entfernung zwischen ihr und dem Partikel scharf auf dem Detektor ab. Er besteht aus 31 Halbring- Photodioden und drei 60°-Segmenten als Zentralelement. Die ungebeugten Laserstrahlen werden auf den Mittelpunkt des Detektors (Brennpunkt) fokussiert. Unter Verwendung von Fourierlinsen unterschiedlicher Brennweite kann so ein Messbereich zwischen 0,1  $\mu\text{m}$  und 8750  $\mu\text{m}$  abgedeckt werden.

Um Mehrfachmessungen zu vermeiden wird das Aerosol nach Passage des Lasers mit einem Staubsauger (Fa. Nilfisk, Brøndby, Dänemark) direkt aus der Messzone entfernt.

#### 3.3.1.3. Signalverarbeitung

Die Dauer eines Zerstäuberhubes zur Erzeugung von dosierten Flüssigaerosolen liegt im Bereich von zwei Sekunden. Das gebildete Tropfenkollektiv ist in seiner Größenverteilung während dieser Zeit nicht statisch, sondern verändert sich rasch in Abhängigkeit von den Strömungsbedingungen bei der Zerstäubung.

Der grundlegende Unterschied beider HELOS- Systeme besteht in der Signalweiterleitung von den Photodioden des Detektors zur Prozessoreinheit.

Das ältere Gerät, Typ HELOS 12LA/ KA besitzt einen Detektor, der die Signale direkt während der Messung über ein Glasfaserkabel und A/D- Wandlerkarte (PC-SL- Karte) an einen 100 MHz- Rechner mit 64 MB RAM- Speicher übermittelt. Die Messtaktung erreicht nach Programmvorgabe prinzipiell 100 Hz. Um Signalschwankungen zu kompensieren, werden für eine Einzelmessung mehrere Messzyklen verwendet. Am Ende eines jeden Zyklus werden die erfassten Daten über die Zyklusdauer gemittelt. Es können somit (theoretisch) zehn bis 20 Messungen pro Sekunde aufgenommen werden. Allerdings erfolgt zwischen den Messzyklen die Bewertung der Signale. Währenddessen können keine Daten aufgezeichnet werden und gehen für diese Messung verloren [Helos 12LA/ KA- Benutzerhandbuch (1994)]. Zur Darstellung von Partikelkollektiven, ohne konkrete Aussage über deren zeitliche Veränderung, wie bei der Zerstäubung mit kontinuierlichem Flüssigkeitseintrag ist dies vollkommen ausreichend.

Das neuere Gerät HELOS KF besitzt eine Platine mit einem Ringspeicher auf dem Detektor. Der PC sendet lediglich das Kommando zum Start einer Messserie. Nach erfolgter Messung sendet die Detektoreinheit des Prozessors unaufgefordert die aufaddierten Messungen jedes Zyklus als Einzelmessergebnisse zurück an den PC. Dies ermöglicht eine unterbrechungsfreie Erfassung in Echtzeit. Die Übertragung der Daten ist von der Auslastung des Computers unabhängig. Es können so (theoretisch) bis zu 2000 Messungen pro Sekunde durchgeführt werden [Helos KF- Benutzerhandbuch (2001)].

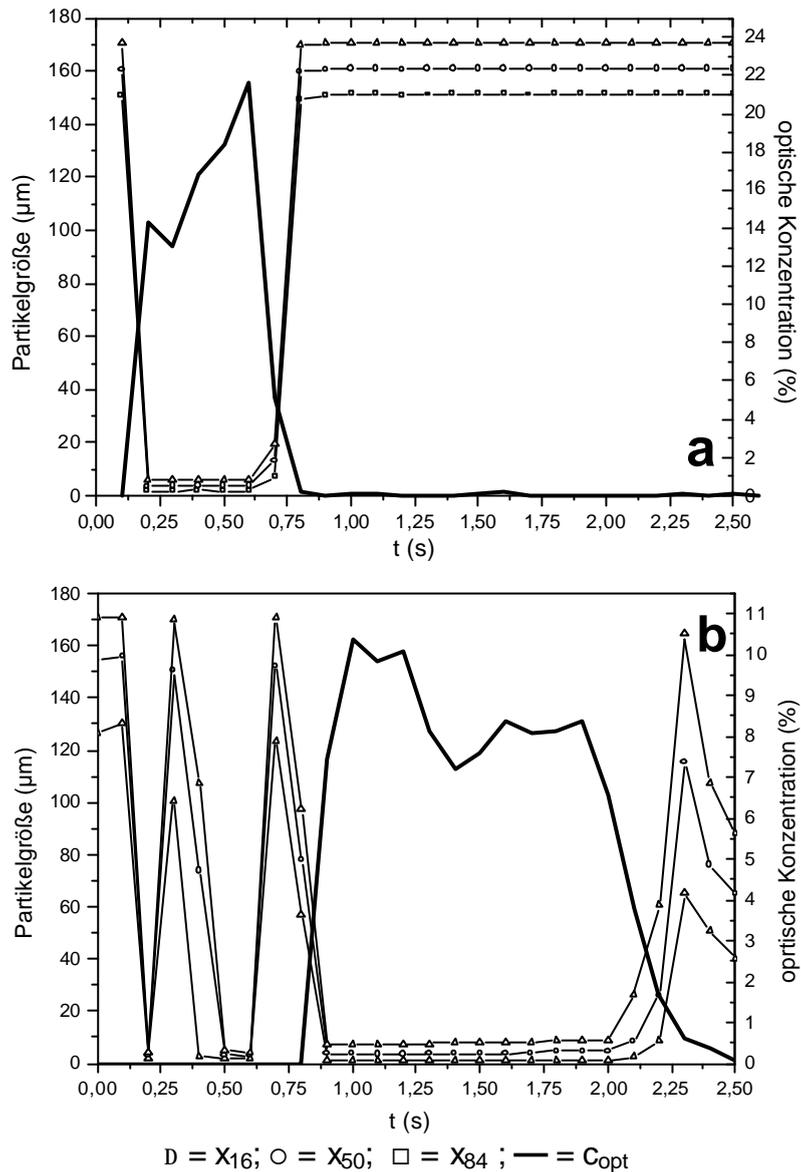


Abbildung 3-8: Zeitverlauf eines Respi-maten®-Aerosols gemessen in 100 ms- Zyklen  
a: HELOS ohne Ringspeicher, b: HELOS mit Ringspeicher

In Abbildung 3-8 sind Messungen an einem Respi-maten® (Fa. Boehringer Ingelheim, Ingelheim) mit HELOS- Systemen ohne Ringspeicher (Abb. 3-8a) bzw. mit Ringspeicher auf dem Detektor (Abb.3-8b) einander gegenübergestellt. Man kann die Dauer des Sprühs anhand des Verlaufs der optischen Konzentration abschätzen. Bei der Messung mit dem System ohne Ringspeicher dauert der Sprühstoß scheinbar 0,8 s. Bei dem System mit Ringspeicher hingegen kann 2,5 s ein Spray gemessen werden. Dies deckt sich mit der realen Zeitspanne. Da der Respi-mat® eine sehr konstante Sprühdauer von deutlich mehr als einer Sekunde besitzt, können die Abweichungen nur von den Messunterbrechungen während der Signalübertragung herrühren.

#### 3.3.1.4. Auswertung

Mit den zum Gerät gehörigen WINDOX 3.4.0 und WINDOX 4.3.1- Softwareversionen wird eine Näherungsberechnung der Tropfengrößenverteilung durchgeführt.

Bezüglich der Validität der Berechnungsalgorithmen zeigt Teipel U. (1996), dass im Feinanteil unterhalb von 2  $\mu\text{m}$  das Volumen bei Näherung nach Fraunhofer überbewertet wird und somit eine Mie- Auswertung vorzuziehen ist.

Die zu den Geräten gehörigen Softwarepakete lassen beide Berechnungsmodelle zu. Die Auswertung erfolgt daher abhängig von Lage der Verteilung nach Fraunhofer, im HRLD- Mode (High resolution laser diffraction) oder nach Mie.

Hierfür ist die Kenntnis des komplexen Brechungsindex notwendig, der in sich den realen Brechungsindex und die Absorptionseigenschaften der dispersen Phase vereint. Der Brechungsindex von Wasser in Luft beträgt  $n = 1,33$ . Die Absorption ist bei der Wellenlänge des verwendeten He- Ne- Lasers von 633 nm zu vernachlässigen [Clark, A.R. (1995)].

Die Darstellung erfolgt in einer Volumendichteverteilung ( $q_3lg$ ), wobei der Mengenanteil einer Größenklasse  $x_i$  des Tropfenkollektivs im Verhältnis zur Klassenbreite steht. Diese Darstellung eignet sich besonders, um einen Überblick über die Tropfengrößenverteilung zu erhalten. Das Diagramm liefert die Modalwerte, d.h. die Korngröße, bei der die Dichteverteilung ein Maximum aufweist.

Der zeitliche Verlauf der Änderung im Sprühstrahl wird anhand so genannter Lageparameter, wie dem  $x_{16}$ ,  $x_{50}$  und  $x_{84}$  bzw. der optischen Konzentration des Aerosols bestimmt [Teipel, U. (1995), (1996) und (2000)]. Der im Index angegebene Volumen- bzw. Massenanteil erreicht die maximale Tropfengröße des jeweiligen Lageparameters. So teilt der  $x_{50}$ - Wert das Aerosol in Hinblick auf Masse und Volumen in zwei gleich große Kollektive.

### 3.3.2. Schlierenfotografie

Unter Schlieren versteht man örtlich begrenzte Inhomogenitäten, die durch Änderungen im Brechungsindex unregelmäßige Ablenkungen des Lichtes zur Folge haben [Settles, G.S. (2001)]. Der Brechungsindex  $n$  gibt die Änderung von Richtung und Geschwindigkeit  $c_1$  einer Lichtwelle bei Wechselwirkung mit Materie im Vergleich zur Lichtgeschwindigkeit in Vakuum  $c_0$  an:

$$n = \frac{c_0}{c_1} \quad (\text{Gl. 3.2})$$

Bei Gasen stehen Brechungsindex  $n$  und Dichte  $\rho$  in einer linearen Beziehung.

$$n - 1 = k \cdot \rho \quad (\text{Gl. 3.3})$$

Der Term  $(n-1)$  wird auch als Refraktivität eines Gases bezeichnet. Sie hängt neben der Dichte auch von Temperatur, Druck (Verknüpfung über ideale Gasgleichung), sowie von der Gasart und -zusammensetzung bzw. der Wellenlänge ab. Letztere finden in der Gladstone- Dale- Konstante  $k$  Eingang. Bei Änderung der Refraktivität des Gases aufgrund von Dichteschwankungen in der Strömung, sind die Winkelabweichungen  $\varepsilon$  der gebrochenen Strahlen zu den nicht gebrochenen, regulären Strahlen nur äußerst gering ( $< 0,1^\circ$ ).

Um sie sichtbar zu machen, kann man sich zweier verschiedener Verfahren bedienen [Czoske, K. (1996)]:

#### 3.3.2.1. Schattenverfahren

Bestechend ist der geringe apparative Aufwand des direkten Schattenverfahrens. In der Natur sind Schlieren in dieser Weise häufig zu beobachten, wie z.B. von aufsteigender erhitzter Luft an einer von der Sonne beschienenen Wand.

Fällt paralleles Licht nach Durchgang durch eine Schliere mit wechselndem Dichtegradienten auf einen Schirm, kann man eine Änderung der Beleuchtungsstärke an den unstetigen Stellen beobachten. Sie gibt die 2. Ableitung des Dichtegradienten nach dem Ort wieder und ist deshalb prinzipiell zur Visualisierung von Verdichtungsstößen als Sprungfunktion der Dichte geeignet. Allerdings handelt es sich um ein

nicht fokussiertes Schattenbild niedriger Empfindlichkeit und Auflösung, das keinerlei Information über die Richtung des Dichtegradienten besitzt (Abb. 3-9).

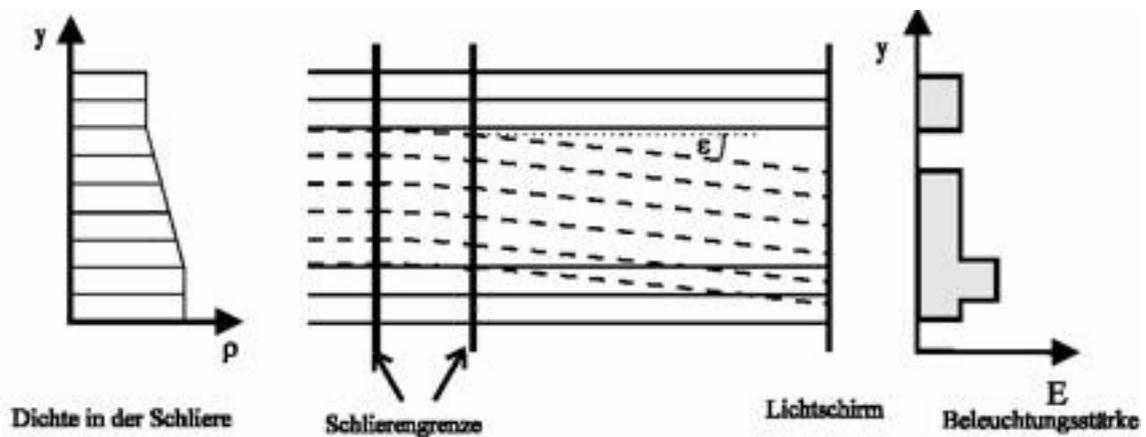


Abbildung 3-9: Direktes Schattenverfahren

#### 3.3.2.2. Schlierenverfahren

Mit Hilfe eines einfachen optischen Systems und einer Schlierenkante können die, an der Schliere gebrochenen Strahlen von den regulären Lichtstrahlen getrennt werden. Dies ermöglicht eine scharfe Darstellung einer Schliere in hoher Auflösung als Funktion der 1. Ableitung des Dichtegradienten nach dem Ort.

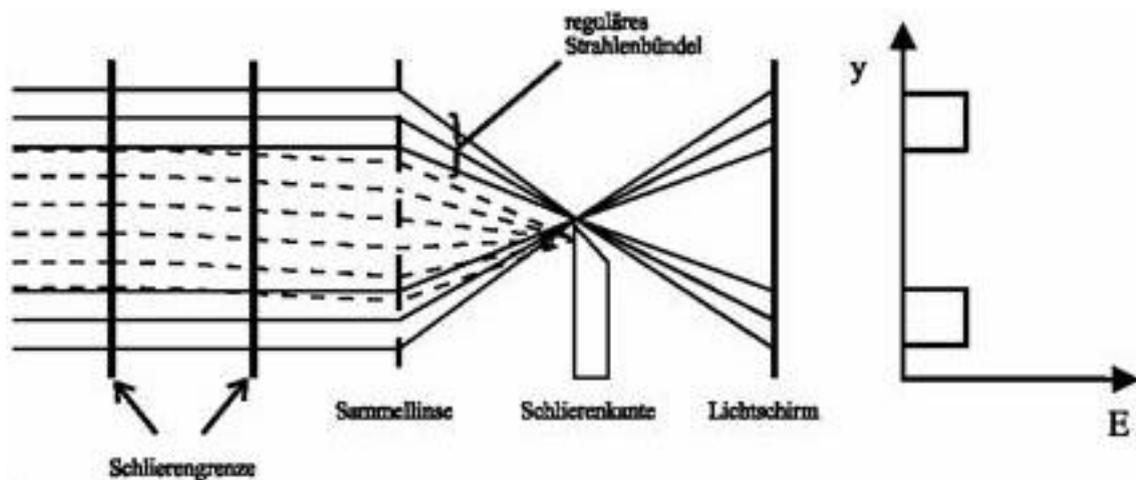


Abbildung 3-10: Schlierenverfahren

In Abbildung 3-10 ist ein Versuchsaufbau schematisch dargestellt. Paralleles Licht wird in einer Schliere in Abhängigkeit zu Refraktivität und Dichte des Gases unterschiedlich stark abgelenkt und anschließend von einer Sammellinse fokussiert.

Im Brennpunkt wird das Strahlenbündel zu einem Teil von der Schlierenkante abgedeckt und so die Intensität der regulären Strahlen auf dem Schirm gemindert. Das zur Schlierenkante hin gebrochene Licht wird von dieser abgefangen, das von ihr weg gebrochene geht über sie hinweg. Die Schlieren erscheinen deshalb je nach der Richtung und Stärke des Dichtegradienten in unterschiedlichen Grautönen mit einer Intensitätsverteilung von:

$$\Delta E \sim \frac{dr}{dy} \quad (\text{Gl. 3.4}).$$

Es gibt unterschiedliche optische Anordnungen, um Schlierenbilder darzustellen. Man kann sowohl Linsen, als auch Hohlspiegel verwenden. Obwohl Linsensysteme einfacher zu justieren sind, haben Hohlspiegel neben deutlich geringeren Kosten keine chromatische Aberration. Dies bedeutet, dass Licht unterschiedlicher Wellenlänge nicht verschieden stark gebrochen wird und dies im Brennpunkt eine fehlerfreie Strahlvereinigung gewährleistet.

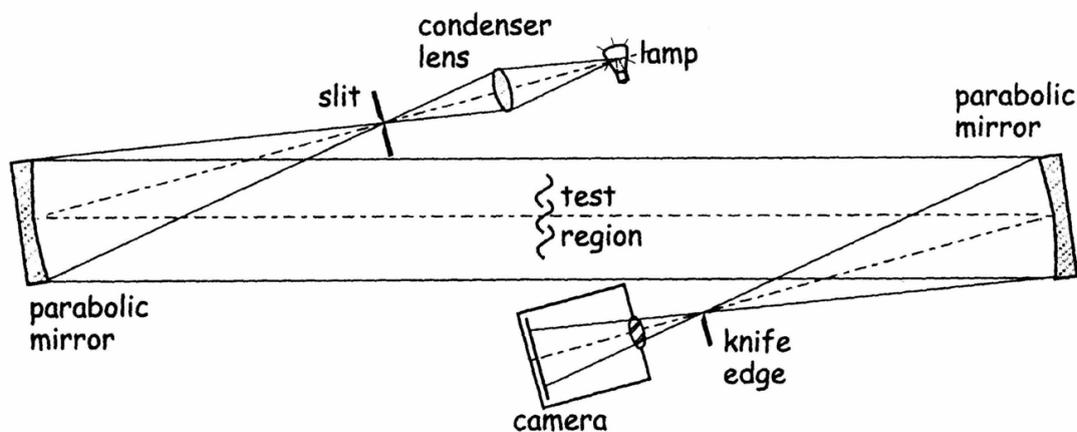


Abb. 3-11: Z- Schlierenarrangement nach Töpler

### 3.3.3. Durchflussmessung

#### 3.3.3.1. Schwebekörpermessung

Ein senkrecht gestelltes Rohr, das sich nach oben erweitert, wird von unten nach oben durchströmt. Das Fluid hebt den im Rohr befindlichen Schwebekörper bis der ringförmige Spalt zwischen Schwebekörper und Rohrwandung so groß ist, dass die auf den Schwebekörper wirkenden Kräfte im Gleichgewicht sind (Abb.3-10).

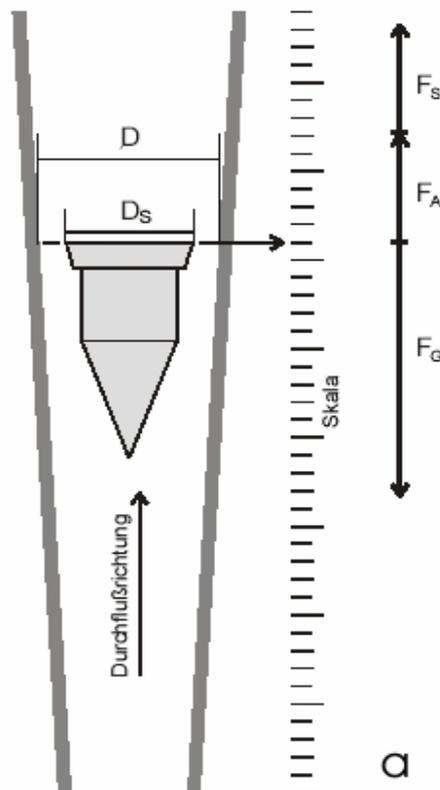


Abbildung 3-10: Prinzip der Schwebekörperdurchflussmessung

Nach unten wirkt die Gewichtskraft  $F_G$  des Schwebekörpers. Ihr entgegen gerichtet sind der Auftrieb  $F_A$  und die Kraft des Strömungswiderstands  $F_S$ .

Für den Gleichgewichts- oder Schwebezustand gilt demnach:

$$F_G = F_A + F_S \quad (\text{Gl. 3.1}).$$

### 3.3.3.2. Thermische Durchflussmessung

Im Gegensatz zu Schwebekörper- Durchflussmessern benötigen thermische Durchflussmesser keine zusätzliche Sensorik für Temperatur und Druck zur korrekten Messung von Gasflüssen. Sie basiert auf der Wärmeaufnahme eines Gases in Abhängigkeit zu seinem Massenstrom:

$$\dot{Q} = \dot{m} * c_p * T \quad (\text{Gl.3.3}).$$

Ein elektrisch beheizter Draht wird durch ein, ihn umströmendes Fluid abgekühlt und ändert die Leitfähigkeit in Abhängigkeit zur Temperatur (Abb.3.11). Sein Widerstand wird mit Hilfe einer Wheatstone Brücke erfasst, wobei der Massenfluss proportional zur vierten Potenz der Stromstärke des gemessenen Brückenstroms ist [Bohl, W. (1994)].

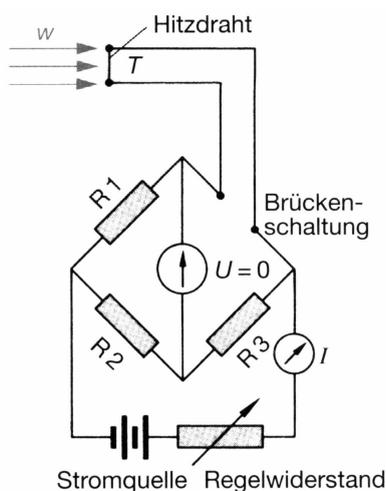


Abbildung 3-11:

Messanordnung eines Hitdrahtanemometers mit konstantem Widerstand

Die angewendete Methode nennt man auch Konstant-Temperatur- Anemometrie (CTA), da die Temperatur des Heizdrahtes ständig 30 °C oberhalb der Umgebungstemperatur gehalten wird. Ungewollter Temperaturverlust durch Strahlungswärme, Kontaktwärme und Konvektion im ruhenden Medium wird mit Hilfe eines Regelwiderstandes kompensiert [Lötters, J.C. (1999)].

Mit Hilfe der indirekten thermischen Strömungsmessung können auch hohe Massenflüsse erfasst werden (Abb. 3.12). Nach Durchgang des Fluids durch einen Strömungsrichter zweigt ein Kapillarrohr zur Sensoreinheit ab. Ein Laminardurchflusselement im Hauptstrom mit Kanälen definierten Durchmessers gewährleistet die

Übertragbarkeit auf den gesamten Gasstrom. Unterschiedliche Elementeneinsätze ermöglichen eine Variation des Messbereichs und der Empfindlichkeit der Methode.

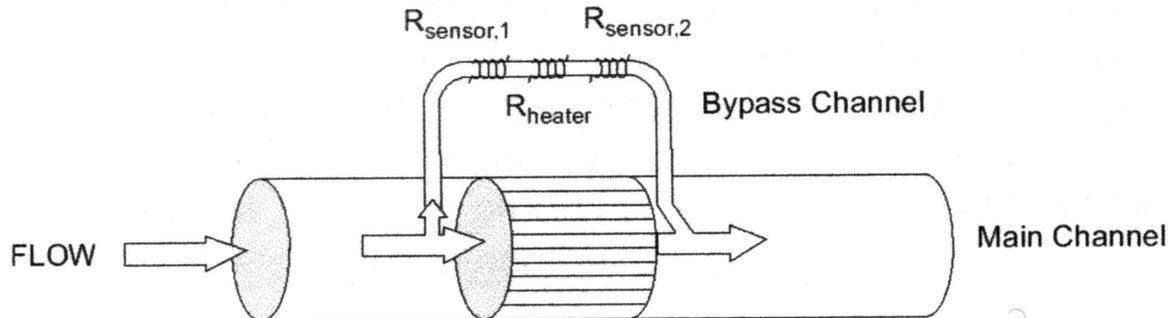


Abbildung 3.12: Prinzip der indirekten thermischen Strömungsmessung

#### 3.3.4. Druckmessung

Der Gesamtdruck einer Gasströmung setzt sich nach der Gleichung von Bernoulli aus dem dynamischen Druck, auch Staudruck genannt und dem statischen Druck, oder Ruhedruck zusammen [Bohl, W. (1994)]:

$$p_{tot} = p_{dyn} + p_{stat} \quad (\text{Gl.3.4}).$$

Der dynamische Druck ist eine Funktion der Strömungsgeschwindigkeit und der Dichte des Fluids:

$$p_{dyn} = \rho \cdot \frac{v^2}{2} \quad (\text{Gl.3.5}).$$

In einer Rohrströmung sinkt aufgrund der Wandreibung die Geschwindigkeit nach außen hin ab. An der Wandung nimmt sie theoretisch den Wert Null an. Der gemessene Gesamtdruck entspricht hier dem statischen Druck. Man kann sich dies anhand des Kartenblattmodells veranschaulichen. Das Fluid besteht aus parallelen Schichten, die aufgrund der inneren Reibung ein Strömungsprofil ausbilden [Voigt (2001)].

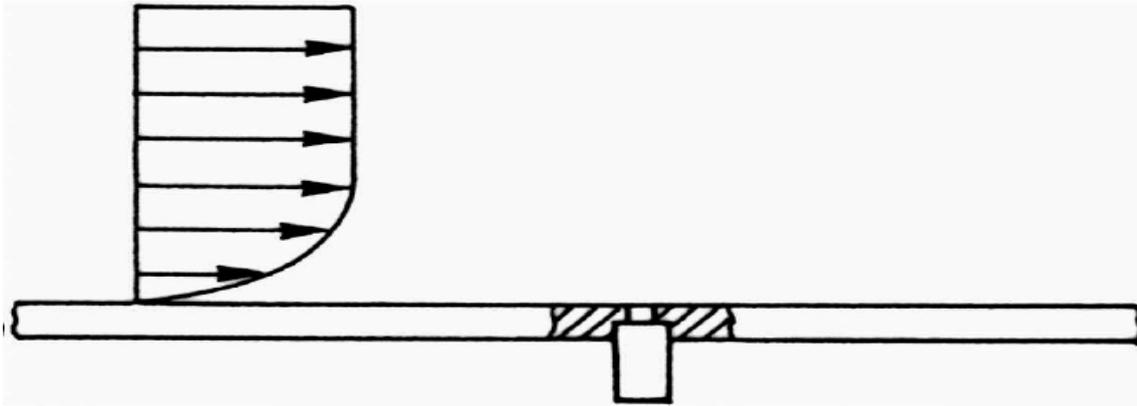


Abbildung 3.13: Statische Druckbohrung

Der statische Druck einer Gasströmung kann prinzipiell mittels einer Bohrung in einer strömungsparallel laufenden Wand erfasst werden (Abb.3.13) [Schöne, A. (1994)]. Realisiert wird dies in verschiedenen Drucksonden, wie dem Pitotrohr oder der Prandtlsonde [Bohl, W. (1994)]. Sie dienen zur Messung von Drücken in Strömungsfeldern. Diese Sonden besitzen allerdings zu große Abmessungen, um innerhalb der zu untersuchenden Lavaldüsen eingesetzt zu werden. Darüber hinaus stellen sie an sich schon eine erhebliche Störung des Strömungsfeldes dar und bewirken aufgrund der Verdrängung gemäß der Kontinuitätsgleichung (siehe Kap.2.4.) eine Veränderung des Geschwindigkeits- und so auch des Druckfeldes:

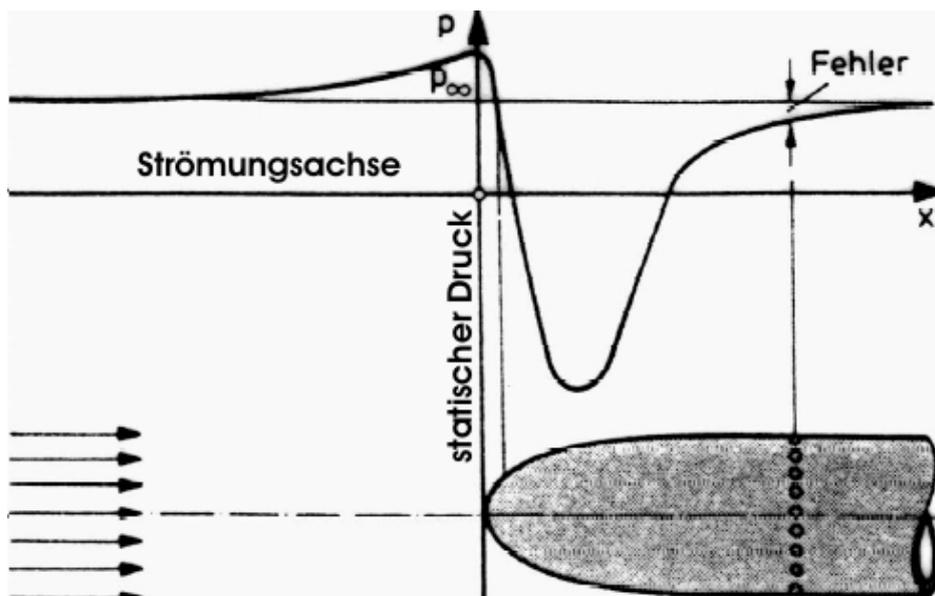


Abbildung 3-14: Veränderung des Druckfeldes durch eine Sonde

Anforderungen, die Wanddruckbohrungen zu erfüllen haben, um zur Messung des statischen Drucks innerhalb der Lavaldüse geeignet zu sein, können von den gebräuchlichen Sonden abgeleitet werden.

#### **Abwesenheit von Graten:**

Bei einem in die Strömung ragenden Objekt liegt vor diesem ein Staudruck an, der zu erhöhten statischen Drücken führt. Hinter dem Objekt entsteht ein Druckminimum. Deshalb muss die Abwesenheit von Graten garantiert werden. Nach dem Versehen der Düsen mit Messbohrungen wird der Bohrgrat mit einer scharfen Kanüle unter dem Stereomikroskop entfernt.

#### **Winkleinfluß:**

Die Prandtlsonde besitzt zwei, sich gegenüberliegende Bohrungen im strömungsparallelen Teil der Sonde. Eine Schiefstellung zur Strömungsrichtung wirkt sich nur wenig aus, da das Mittel des an die Bohrungen anliegenden Drucks gemessen wird. Innerhalb des divergenten Stömungsteils der Lavaldüse hat jede Druckbohrung aufgrund der Fertigung einen Anströmwinkel von 4 Grad. Der auf diese Weise ermittelte statische Druck ist bei jeder Messstelle um den gleichen Betrag zu hoch.

#### **Durchmesser:**

Bei einer Bohrung mit einem Durchmesser zwischen 0,4 mm und 1,1 mm herrscht ein statischer Druck im bewegten Fluid, der um etwa 1% des dynamischen Drucks niedriger ist, als im ruhenden Fluid [Schöne, A. (1994)]. Das heißt, es tritt eine leichte Saugwirkung beim Überströmen der Wanddruckbohrung auf.

Durch ihre räumliche Ausdehnung mitteln die Mikrob Bohrungen den statischen Druck über einen Bereich der Strömungsfläche. Bei kleineren absoluten Flächen nehmen die prozentualen Abweichungen zu. Der Fehler ist zum engsten Querschnitt hin am größten.

Für die Lavaldüse Modell A sind die, zu den Druckbohrungen zugehörigen mittleren Strömungsflächen tabellarisch aufgeführt:

Bohrung	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$x_{d^*}$ (mm)	42,72	37,62	30,92	25,42	19,02	13,22	9,62	7,92	4,15	0
$A_S$ (mm <sup>2</sup> )	47,71	39,38	29,64	22,69	15,76	10,57	7,87	6,73	4,52	2,60
$x_{d^*}$ = Entfernung engste Stelle $d^*$ der Lavaldüse zur Bohrungsmitte (mm)										
$A_S$ = Strömungsfläche Divergenz (mm <sup>2</sup> )										

Abbildung 3-14: Wanddruckbohrungen zugehörige Strömungsflächen, Lavaldüse A

Abbildung 3-15 zeigt die Zunahme der prozentualen Abweichungen vom Mittel der Strömungsflächen bei sinkendem Divergenzquerschnitt. Da Bohrung Nummer 10 direkt im zylindrischen Übergangsstück der engsten Düsenstelle ( $d^*$ ) endet (siehe Kap. 3.2.), bleibt die instrumentierte Strömungsfläche konstant.

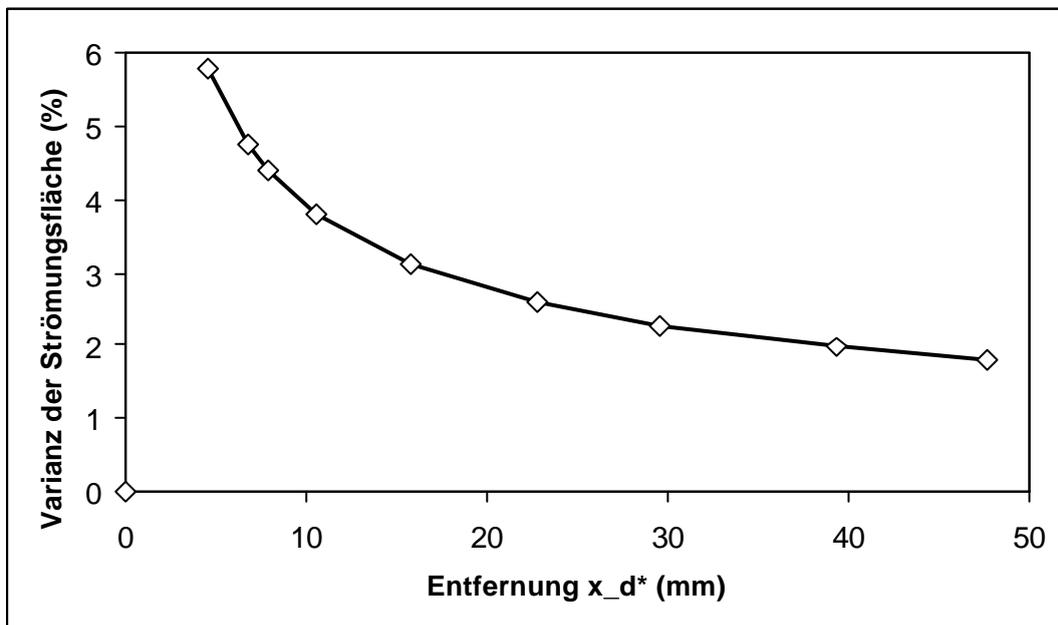


Abbildung 3-15: Varianz der Strömungsflächen bei verschiedenen Wanddruckbohrungen

## 4. Versuchsanordnungen

### 4.1. Vorversuche

#### 4.1.1 Ein- Phasenströmung

Um die überkritische Entspannungsströmung aus einem Druckspeicher näher zu charakterisieren, wird eine Computersimulation (siehe Anhang 9-1), die auf den Gleichungen von Kapitel 4.2 basiert, im Experiment nachgebildet.

Dazu wird ein, mit dem Absolutdrucksensor (3) Typ 4073A10 (Fa. Kistler Instrumente AG, Winterthur, CH) instrumentierter Kessel (1) von 19600 cm<sup>3</sup> Fassungsvermögen mit Pressluft beladen (Abb.4-1). Der Druckabfall über die Zeit wird nach Lösen des Druckstopfens aus Lavaldüsen unterschiedlicher Geometrie (2) aufgezeichnet.

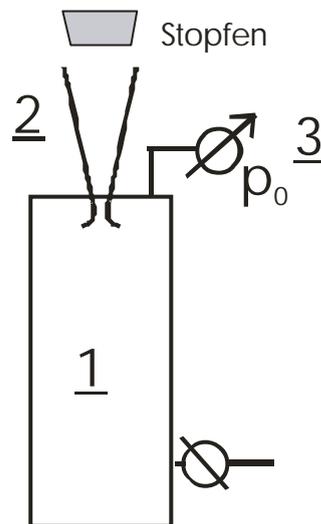


Abbildung 4-1: Ausströmversuche aus einem 19600 cm<sup>3</sup> Kessel

#### 4.1.2. Zwei- Phasenströmung

Eine Pressluftflasche mit einem Füllvolumen von 10l dient als Druckspeicher. Die Luft wird über einen Druckminderer Brut, SRB5100 (Fa. Sherwood, UK) von bis zu 200 bar Flaschendruck auf einen Mitteldruck von etwa 10 bar reduziert. Um den an der Düse anliegenden Druck einzustellen, wird ein Feinregulierventil mit Federmanometer verwendet. Den Gasvolumenstrom misst ein Schwebekörper- Durchflussmesser, Typ SA20R (Fa. Krohne, Duisburg).

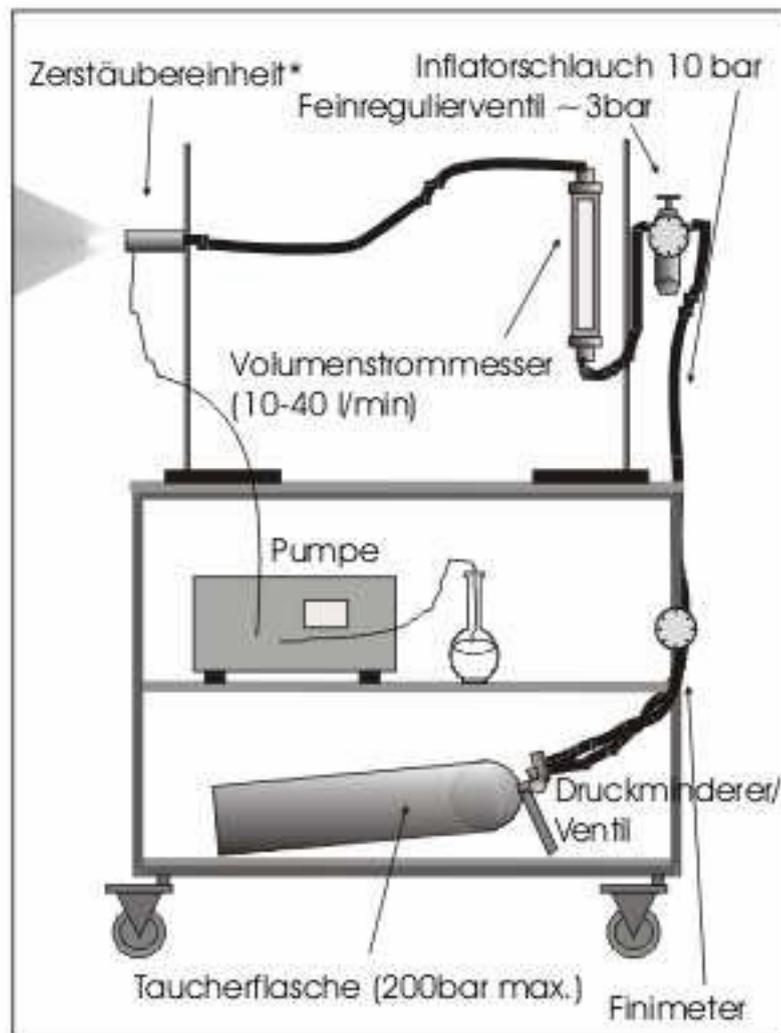


Abbildung 4-2: Laboraufbau für die Vorversuche

Die Außenwandung der Lavaldüsen ist auf der Seite ihres Einlaufs in Form eines Zylinders ausgeführt. Damit werden sie in einen Druckschlauch von 8 mm Innendurchmesser eingesetzt und mit einer Rohrschelle gesichert.

Mit Hilfe einer rechtwinklig gebogenen Kanüle (Sterican 20G1, AD 0,91 mm, ID: 0,65 mm) wird die Flüssigkeit unmittelbar vor der Lavaldüse mittig in den Luftstrom eingebracht (Abb. 4-3). Der Abstand zwischen Düseneinlauf und Kanülenspitze ist aufgrund der schlechten Sicht durch den Druckschlauch nur auf etwa 2 mm genau zu justieren

Eine Einkolben- HPLC- Pumpe, Typ LC- 6A (Shimadzu, Kyoto, Japan) fördert die Flüssigkeit mit einer Geschwindigkeit von bis zu 100  $\mu\text{l/s}$  (6). Um einen möglichst

#### 4. Versuchsanordnungen

---

gleichmäßigen Fluss zu erzielen, arbeitet die Pumpe mit einem nachgeschalteten Pulsationsdämpfer gegen eine HPLC- Vorsäule, die einen Gegendruck von bis zu 50 bar aufbaut.

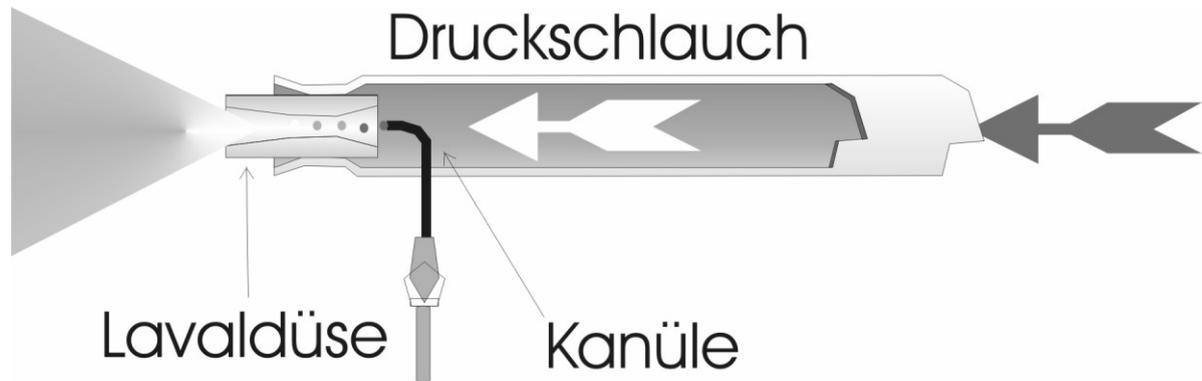


Abbildung 4-3: Positionierung der Kanüle zum Flüssigkeitseintrag

## 4.2. Prüfstand

Um den Tropfenaufbruch unter definierten Bedingungen zu untersuchen wird ein instrumentierter Prüfstand gebaut. Die Spannungssignale der Druck- und Volumenstromsensoren verarbeitet eine Multiplexereinheit Typ SAE16SE und eine A/D- Wandlerkarte EDAS Typ MH -DSP (Fa. Ingenieurbüro Meyer& Heinen, Erfstadt) mit zugehöriger Software Version EDAS 2.2. Die Daten werden anschließend in ein ASCII- Format übersetzt. Die Bearbeitung der Daten erfolgt mit Origin 6.0 (Microcal, Northhampton, USA)

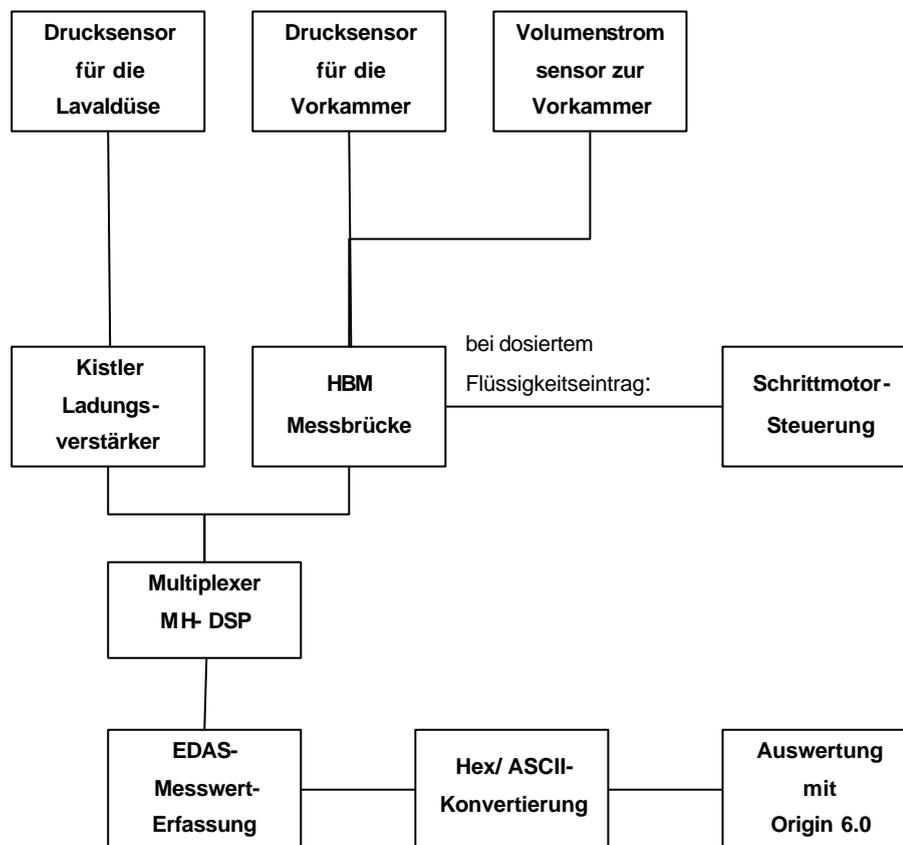


Abbildung 4-4: Akquisition und Verarbeitung der Prüfstanddaten

### 4.2.1. Allgemeine Komponenten

Das wichtigste Element des Prüfstands ist eine zylindrische Kammer, in die sich das Gas aus einem Kessel mit definiertem Volumen entspannt (Abb. 4-5). In ihr wird das Primärspray erzeugt.

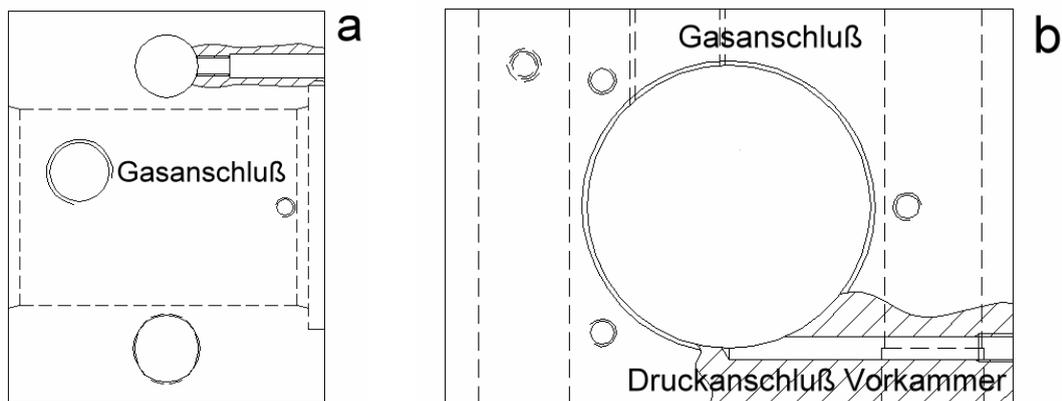


Abbildung 4-5: Vorkammer, **a**: von oben, **b**: von vorn

Die Vorderseite der Kammer verschließt eine Platte mit O-Ringdichtung (Abb. 4-3). Die Frontplatte besitzt mittig eine, sich nach außen verjüngende, konische Öffnung. Die verschiedenen Lavaldüsenmodelle werden mit Hilfe zweier Gewindeschrauben an die Platte angehängt und fixiert. Die Öffnung der Frontplatte mündet direkt in den Düseneinlauf. Die Verbindung ist durch zwei eingetutete O- Ringe unterschiedlichen Durchmessers abgedichtet.

Zwischen den beiden O- Ringen befindet sich eine Bohrung. Sie nimmt den Druck an einem divergenten Strömungsquerschnitt der Lavaldüse ab (Abb.3-1). Der Drucksensor wird dabei von oben in die Frontplatte eingeschraubt (Abb. 4-6b).

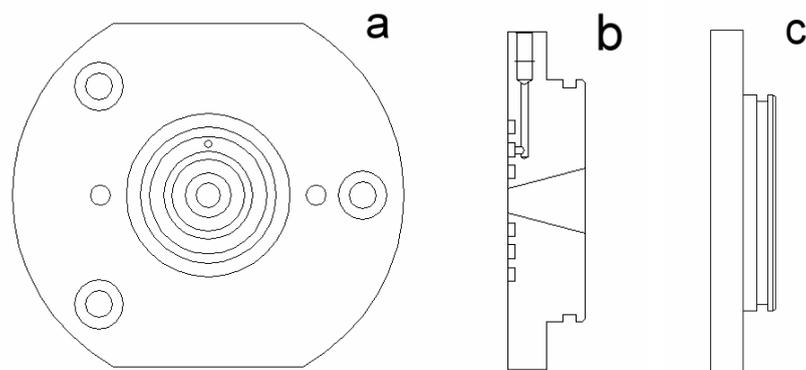


Abbildung 4-6: Frontplatte, **a**: Aufsicht, **b**: Schnitt, **c**: Seitenansicht

Als Rückwand der Kammer dient eine, nach innen zeigende Hülse (Abb. 4-7). Sie wird mit einem Stellring (Abb.4-8) in die Kammer eingeschraubt und kann je nach Position des Ringes auf dem Gewinde unterschiedliche Abstände zur Frontplatte einnehmen. Die Hülse besitzt eine Öffnung mit O-Ringdichtung zum Flüssigkeitseintrag in die Kammer.

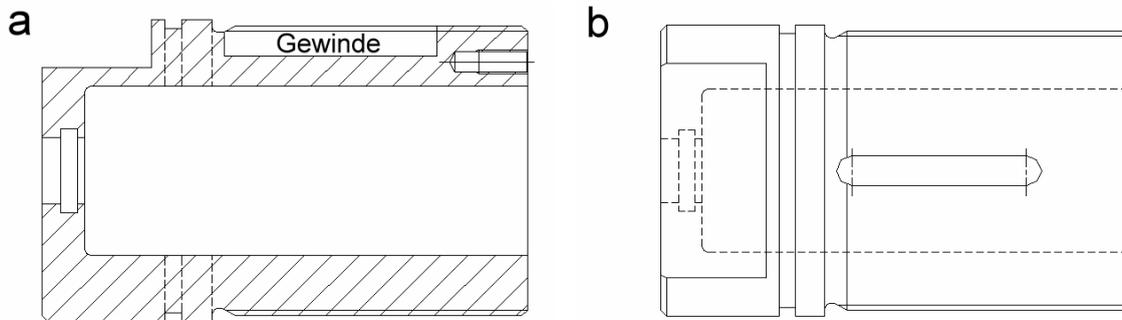


Abbildung 4-7: Hülse, **a**: Schnitt, **b**: Aufsicht

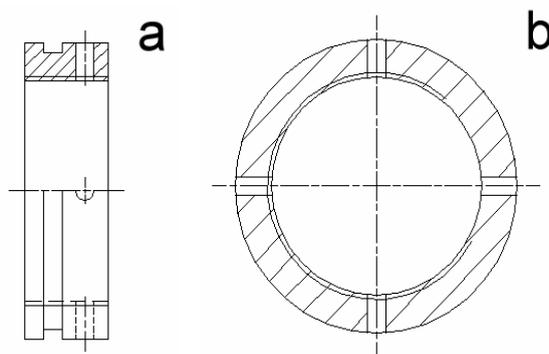


Abbildung 4-8: Stellring, **a**: Seitensicht, **b**: Aufsicht

In diese wird ein Adapter mit eingeklebter Kanüle eingesteckt, durch die je nach Konfiguration des Prüfstandes dosiert, oder kontinuierlich die Flüssigkeit gefördert wird (Abb. 4-9).

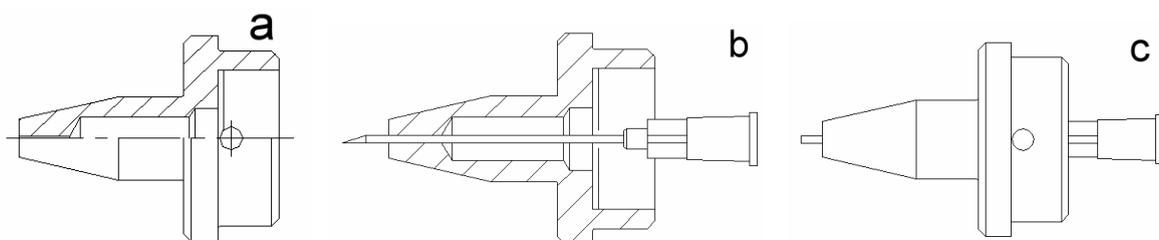


Abbildung 4-9: Adaptern mit Kanülen zur Erzeugung des Primärsprays

**a**: Dreiviertel-Schnitt, **b**: Schnitt, **c**: Aufsicht

#### 4. Versuchsanordnungen

---

Die Übersichtszeichnung (Abb. 4-10) zeigt noch eine 3K- Pumpe<sup>®</sup> (Fa. Aero Pump, Hochheim/ Main) zur Erzeugung des Primärsprays. Sie erwies sich aber bereits in den ersten Versuchen als ungeeignet, da die Befüllung der Dosierkammer nur in senkrechter Position möglich ist. Der Flüssigkeitseintrag erfolgt bei einem Hub von 150  $\mu\text{l}$  mit 750  $\mu\text{l/s}$  zu rasch (siehe Anhang 9-4).

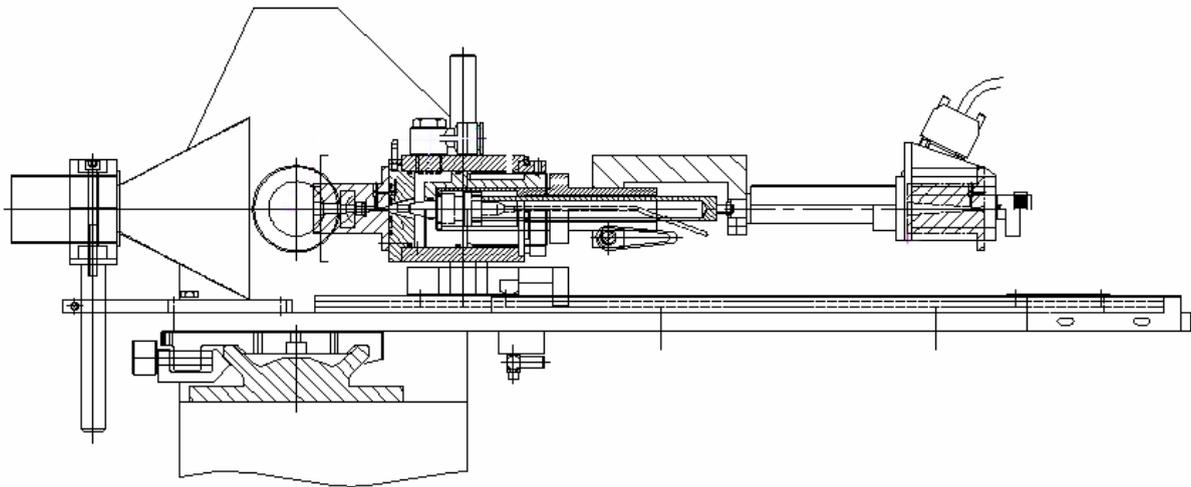


Abbildung 4-10: Übersichtszeichnung des Prüfstands im Laserdiffraktometer

Die Vorkammer befindet sich auf einem Schlitten, der vor und zurück bewegt werden kann. Somit ist die Positionierung der Düse unmittelbar vor der Messzone des Laserdiffraktometers möglich.

### 4.2.2. Ein- Phasenströmung

Abbildung 4-2 zeigt schematisch den instrumentierten Prüfstand mit den funktionellen Bestandteilen. Aus einem Kessel (1) definierten Volumens gelangt die Pressluft über ein Kugelhahnventil in die Vorkammer (2) mit angeflanschter Düse (3). Die Vorkammer ist mit einem DMS- Absolutdrucksensor, Typ P6A und Messbrücke MGC plus mit Messeinschub ML10B (Fa. HBM, Darmstadt) instrumentiert. Zur Messung des Gas- Volumenstroms befindet sich zwischen Kessel und Vorkammer ein thermischer Volumenstrommesser, Typ EL- Flow (Fa. Bronkhorst, Ruurlo, Niederlande) mit elektronischer Verstärkereinheit. Die Öffnung in der Rückwand der Kammer ist durch einen Blindstopfen verschlossen.

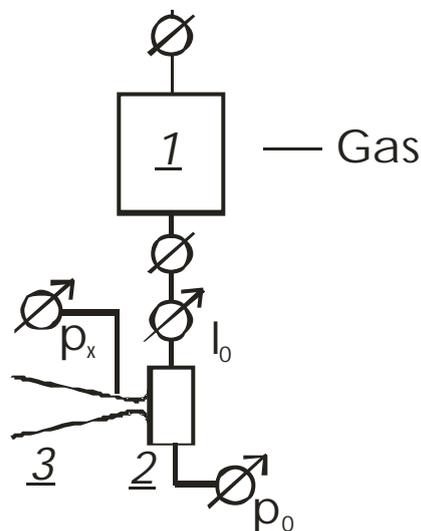


Abbildung 4-2: Schemazeichnung; Prüfstand reine Gasströmung

### 4.2.3. Zwei- Phasenströmung

#### 4.2.3.1. Dosierter Flüssigkeitseintrag

Zentriert vor dem Düseneinlauf ist eine stumpf endende Kanüle (Microlance 3, 21G1, AD: 0,78 mm, ID: 0,565 mm) mit Spritze (Omnifix- F, 1,0 ml) positioniert (5) und dient zur Erzeugung des Primärsprays. Um bei der Beschleunigung während eines Hubs die nötige Steifigkeit zu behalten, ersetzt ein Metallstab den Plastikkolben.

Mit einem Micropusher Typ Micos-1 (Micos GmbH, Eschbach) nebst Schrittmotor Typ ZSS 42.200 1.2-E und programmierbarer Steuerbox SAM-alpha SE (Phytron-Elektronik GmbH, Gröbenzell) wird eine definierte Flüssigkeitsmenge in die Entspannungsströmung eingespritzt. Programmstruktur und -code der Steuerbox

## 4. Versuchsanordnungen

sind im Anhang (Abbildungen 9-2 und 9-3) wiedergegeben. Die Triggerung erfolgt bei abfallendem Druck  $p_0$  in der Vorkammer mit Hubgeschwindigkeiten zwischen 10  $\mu\text{l/s}$  und 6000  $\mu\text{l/s}$  über die Messbrücke MGC (4).

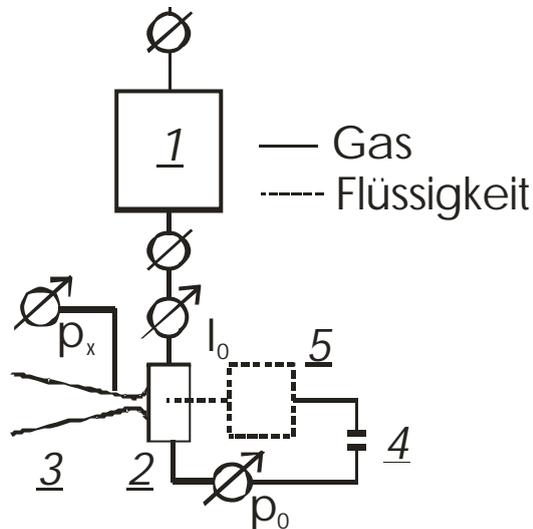


Abbildung 4-3: Schemazeichnung; Prüfstand für dosierten Flüssigkeitseintrag

### 4.2.3.2. Kontinuierlicher Flüssigkeitseintrag

Vor dem Düseneinlauf befindet sich ebenfalls eine stumpf endende Kanüle (Microlance 3, 21G1, AD: 0,78 mm, ID: 0,565 mm).

Die Flüssigkeit fördert, wie bei den Vorversuchen, die Einkolben- HPLC- Pumpe, Typ LC- 6A (6) mit einem Pulsationsdämpfer und HPLC- Vorsäule.

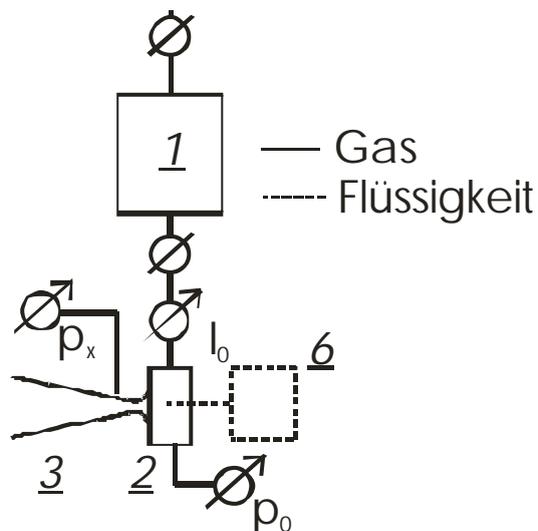


Abbildung 4-4: Schemazeichnung; Prüfstand für kontinuierlichen Flüssigkeitseintrag

### 4.3. Qualifizierung der Analytik

Qualifizierung ist der Nachweis, dass ein Gerät oder System für seine Aufgabe geeignet ist. Die Untersuchung von Kalibrierstandards ist Teil der Qualifizierung.

#### 4.3.1. Laserdiffraktometrie

Bei flüchtigen Aerosolen ist es schwierig, einen Nachweis über die Validität der Methode und der Ergebnisse zu führen. Um die Robustheit der Analytik bezüglich des verwendeten Gerätes, der Optik und der Auswertung nachzuweisen, wird ein Aerosol konstanter Partikelgrößenverteilung untersucht.

Zur Erzeugung dient der Pressluft- Tischvernebler, Typ Pari Turboboy<sup>®</sup> (Fa. Pari, Starnberg). Je 50 Messungen des Sprays werden mit den Optiken R3 und R4 aufgenommen und sowohl nach HRLD- Fraunhofer, als auch nach Mie ausgewertet.

#### Verwendete Brennweiten

Während der Entwicklung werden Sprays mit Tropfengrößen zwischen einem und mehreren hundert Mikrometern untersucht. Der Messbereich und die Auflösung des HELOS- Laserdiffraktometers sind von der Brechkraft der eingesetzten Fourierlinse abhängig. Bei kleinen Partikeln geht ein weiter Messbereich aufgrund der Geometrie des Detektors, zu Lasten der Auflösung. Bei Verwendung von Linsen zu geringer Brennweite können große Tropfen außerhalb des Messbereichs liegen. Die Messung wird von der Software bei der Auswertung als „nicht valide“ gekennzeichnet.

Größere Brennweiten sind allerdings anfälliger gegenüber Fehlmessungen. Die schnelle Gasströmung und der, durch die Verdunstung der dispergierten Tropfen einhergehende Temperaturabfall erzeugen optische Schieren (siehe Kap. 3.3.2.). Dadurch wird der Laserstrahl ungeschwächt so abgelenkt, dass er (innere) Ringelemente der Detektorzone trifft. Dies wird vom Gerät als reale Tropfenfraktion interpretiert [Cocoran et al. (2000)]. Die Auswertung schlägt fehl, oder so genannte Phantompeaks hoher Intensität werden in den Grobgutkanälen angezeigt. Reale Tropfen und Messartefakte unterscheiden sich erheblich in der Signalintensität und können so identifiziert werden. Meist führen dieser Art Fehlmessungen zu nicht interpretierbaren Verteilungskurven.

Deswegen werden bei den Messungen nur Linsen der Brennweiten 100 mm und 200 mm verwendet.

## 4. Versuchsanordnungen

---

Bezeichnung	Brennweite	Messbereich	Mie- Mode	HRLD- Mode
R3	100 mm	0,9- 175 $\mu\text{m}$	(+)	(+)
R4	200 mm	1,8- 350 $\mu\text{m}$	(+)	(+)

Abbildung 4-4: verwendete Brennweiten im Laserdiffraktometer

### Auswertung

Mit Hilfe der Berechnung nach Fraunhofer im HRLD- Mode gleicht die Software Schliereneffekte zu einem gewissen Grad aus. Kleine Tröpfchen werden in feinen Sprays überbewertet [Teipel, U. et al. (1996)]. Die Lageparameter verschieben sich hin zu kleineren Partikelgrößen. Bei einer Berechnung nach Mie ist dies nicht der Fall. Allerdings kann hier keine Schlierenkorrektur durchgeführt werden.

### Gerätetyp

Die Zerstäubung erfolgt zunächst in einem stationären Gasstrom. Im Laufe der Entwicklung wird die Zerstäubung in einem instationären Gasstrom untersucht. Dies bedingt einen Wechsel vom HELOS 12LA/ KA auf das HELOS KF.

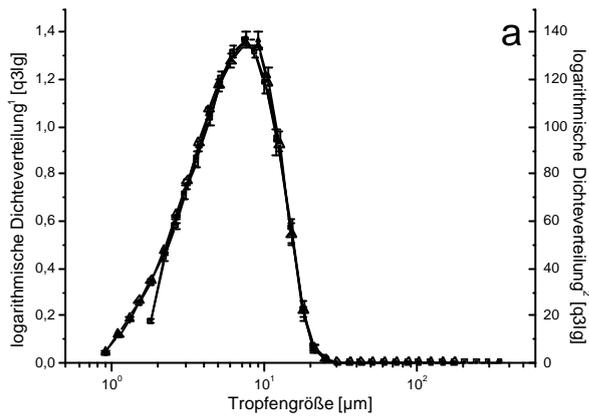
### Ergebnisse

Alle vier Messungen in Abbildung 4-5 zeigen ein monomodales Aerosol. Unabhängig von eingesetzter Brennweite und Auswertemodus liegt der Median der Verteilung stets bei 6  $\mu\text{m}$ - erstaunlich grob für ein lungengängiges Aerosol.

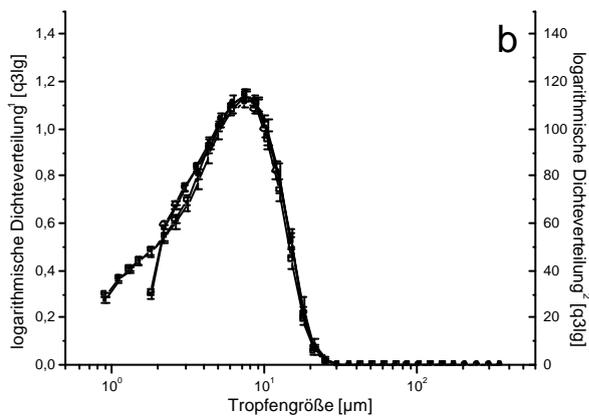
Die Reproduzierbarkeit der Messung ist sehr gut- die Verteilungskurven weisen nur geringe Schwankungen auf.

Die Messung mit einer Linse von 100 mm Brennweite und einer Mie- Auswertung ergibt eine symmetrische Verteilung. Die Feinfraktion wird bei einem Wechsel auf die 200 mm Brennweite nicht mehr vollständig aufgelöst.

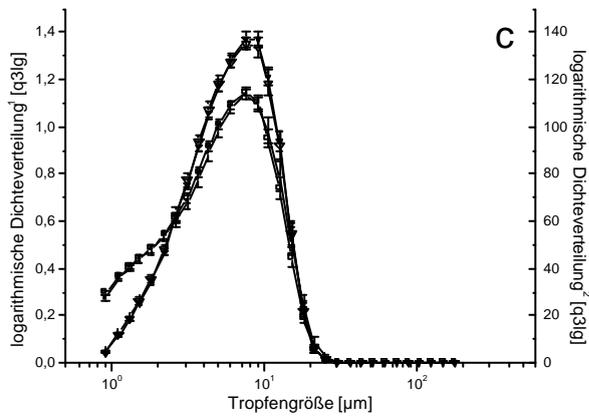
Unterhalb einer Partikelgröße von zwei Mikrometer und der kleineren Brennweite zeigt die HRLD- Verteilung eine Schulter, die fälschlicherweise einen zusätzlichen Feinanteil vermuten ließe. Die Untersuchungen von Teipel et al. sind bestätigt. Bei einer Messung mit Brennweite von 200 mm entsteht die Schulter zwischen zwei und vier Mikrometer. Ein Gerätewechsel vom HELOS 12LA/ KA auf das HELOS KF zeigt praktisch keine Auswirkung auf das Ergebnis. Dies war auch zu erwarten, da Messprinzip und Auswertung identisch sind.



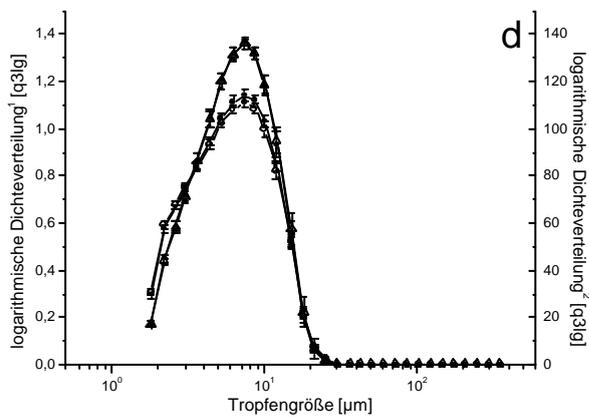
a: Mie- Auswertung:  
 R3:  $\triangle$ FS/  $\blacktriangle$ LA,  
 R4:  $\square$ FS/  $\blacksquare$ LA



b: HRLD- Auswertung:  
 R3:  $\square$ FS/  $\blacksquare$ LA,  
 R4:  $\circ$ FS/  $\bullet$ LA



c: R3- 100mm Brennweite:  
 HRLD:  $\square$ FS/  $\blacksquare$ LA,  
 Mie:  $\nabla$ FS/  $\blacktriangledown$ LA



d: R4- 200 mm Brennweite:  
 HRLD:  $\circ$ FS/  $\bullet$ LA,  
 Mie:  $\triangle$ FS/  $\blacktriangle$ LA

<sup>1</sup> HELOS KF, <sup>2</sup> HELOS 12LA/ KA

Abbildung 4-5: Tropfenverteilungen Pari Turboboy<sup>®</sup>

### 4.3.2. Durchflussmessung

Aufgrund der Kompressibilität von Gasen ist ihre Dichte vom Druck abhängig. So zeigt ein auf Raumdruck  $p_1$  kalibrierter Schwebekörper- Durchflussmesser bei höheren Drücken zu geringe Gasvolumenströme an. Bei Gasen gleicher Art kann der ermittelte Volumenstrom  $\dot{V}$  nach VDI Richtlinie 3513 (1971) auf den jeweiligen Betriebsdruck umgerechnet werden. Für den Volumenfluss bei erhöhtem Druck  $p_2$  gilt vereinfacht unter isothermen Bedingungen:

$$\dot{V}(p_2) = \sqrt{\left(\frac{p_1}{p_2}\right)} * \dot{V}(p_1) \quad (\text{Gl. 3.2}).$$

Im Folgenden wird der Schwebekörper- Durchflussmesser Typ SA 20R (Fa. Krohne, Darmstadt) gegen den thermischen Massendurchflussmesser Typ EL- Flow kalibriert. Dazu strömt Pressluft mit konstantem Druck durch die in Reihe geschalteten Sensoren (1) in einen Kessel (2), der mit einem piezoresistivem Absolutdrucksensor (2), Typ 4073A10 (Kistler Instrumente AG, Winterthur, Schweiz) instrumentiert ist. Aus dem Kessel expandiert die Luft durch eine Lavaldüse Modell A (4) in die Umgebung.

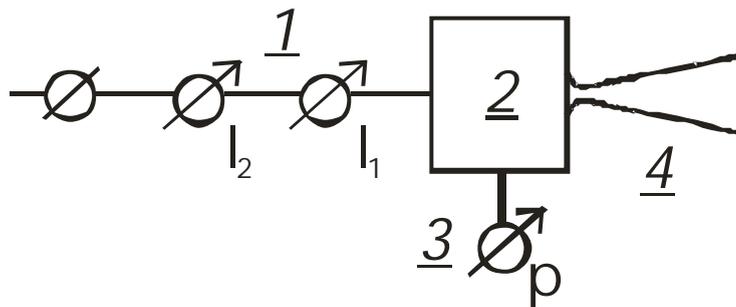


Abbildung 4-6: Anordnung zur Kalibration des Schwebekörper- Durchflussmessers

Eine stationäre Gasströmung wird bei unterschiedlichen Druckniveaus je drei Mal in aufsteigender Folge vermessen. Um einen Effekt durch die Anordnung der Sensoren auszuschließen, wird ihre Reihenfolge nach der Messreihe vertauscht, die Volumenströme neu vermessen und die erhaltenen Werte anschließend gemittelt. Die Korrektur des Volumenflusses erfolgt nach Gleichung (3.2).

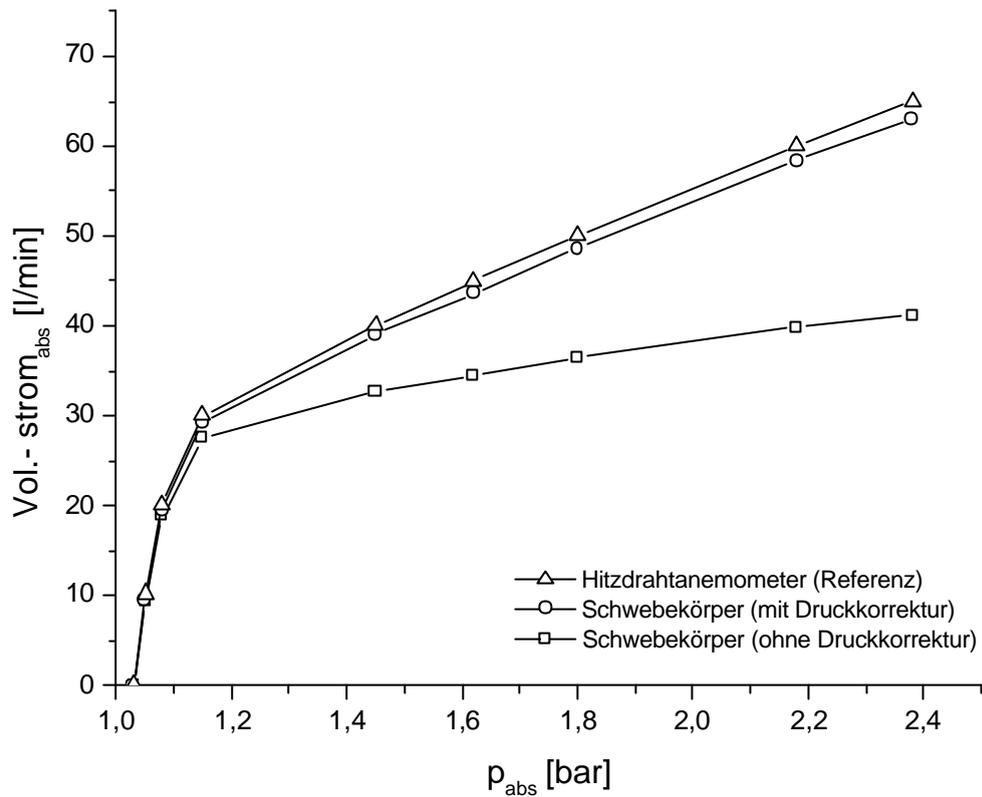


Abbildung 4-7: Druck- Korrektur der Schwebekörpermessung

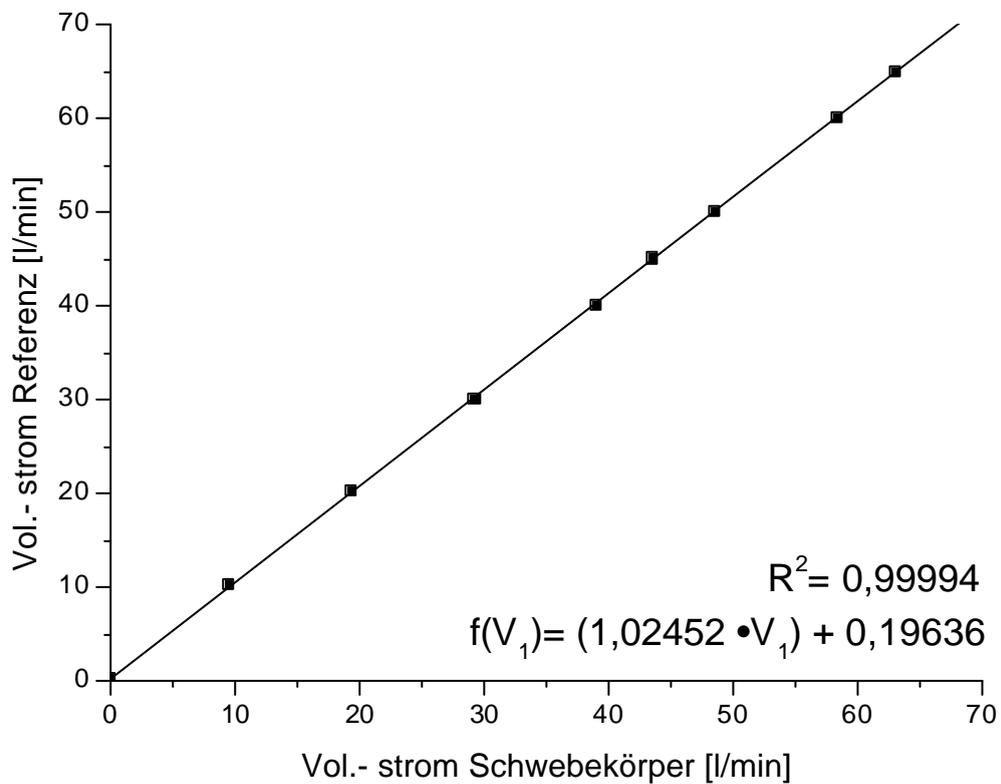


Abbildung 4-8: Kalibration der druck- korrigierten Schwebekörpermessung

In Abbildung 4-7 ist dargestellt, dass mit Hilfe der Druck- Korrektur nach Gleichung 3.2 bereits eine gute Annäherung der Schwebekörpermessungen an die Referenz-Methode gelingt.

Im Druckbereich zwischen 1,03 und 1,16 bar herrschen in der Lavaldüse unterkritische Druckverhältnisse. Beim Übergang in die Lavalströmung wird die Abhängigkeit von Volumenstrom zu Kesseldruck linear.

Eine Kalibration ist über den gesamten Messbereich möglich (Abb. 4-8). Auch für den unterkritischen Betrieb der Lavaldüse kann die Kalibriergerade mit der Steigung von 1,02 und einem Korrelationskoeffizienten von 0,99994 angenähert werden.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

### 5.1. Lavalströmung und Verdichtungsstoß

#### 5.1.1. Lavalströmung in Simulation und Experiment

Wie bereits in Kapitel 2.4. diskutiert, kann für die überkritischen Gasströmung unter Vorgabe der Kesseldaten ( $p_0$ ,  $r_0$ ) und des engsten Querschnitts  $A^*$  der Lavaldüse der Massenstrom berechnet werden. Dies wird anhand des SAS- Programms nach Anhang 9-6 simuliert.

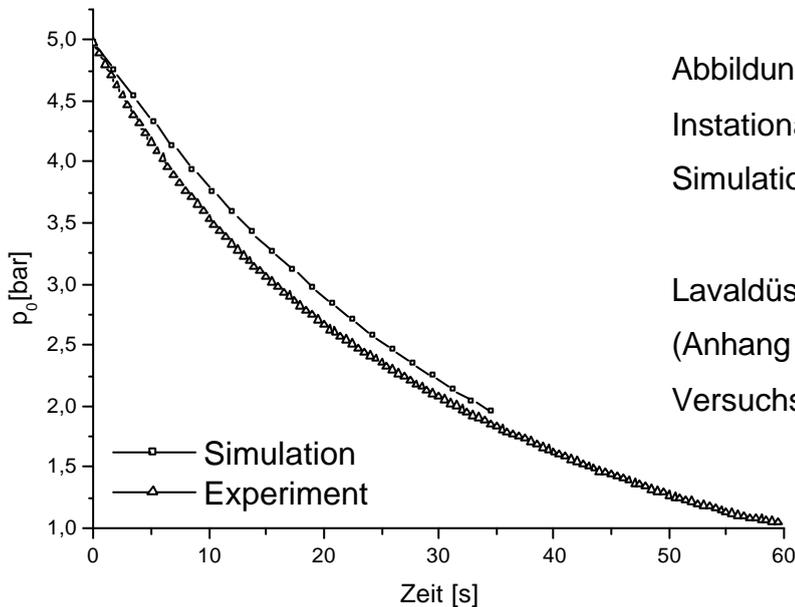


Abbildung 5-1:

Instationäre Einphasenströmung:  
Simulation vs. Experiment

Lavaldüse 0012kli-laval-na-02.dwg  
(Anhang 9-1),  
Versuchsaufbau Abb. 4-1

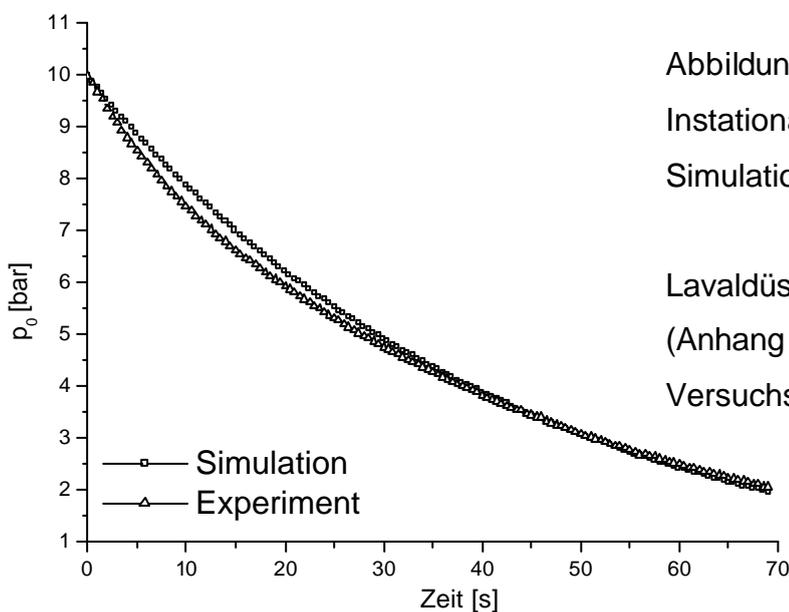


Abbildung 5-2:

Instationäre Einphasenströmung:  
Simulation vs. Experiment

Lavaldüse Modell B  
(Anhang 9-1),  
Versuchsaufbau Abb. 4-2

In den Abbildungen 5-1 und 5-2 sind die simulierten und gemessenen Druckverläufe der Einphasenströmung nach den Randbedingungen in Anhang 9-6a und b abgebildet. Die Computersimulation betrachtet den Druckabfall eines komprimierten, ruhenden Gases in einem Kessel bekannten Volumens durch eine überkritische Gasströmung aus einer Öffnung mit bekanntem Querschnitt. Die zugrunde liegenden Gleichungen gelten allgemein für jede durchströmte Geometrie, wie auch für Lavaldüsen.

Zunächst kann man feststellen, dass die Computersimulation den gemessenen Druckabfall unter Berücksichtigung der vielen Annahmepremissen unabhängig von den gewählten Randdaten gut nachbildet. Das Modell arbeitet robust bei unterschiedlichen Kesseldrücken von 5 bar, bzw. 10 bar und Kesselvolumina von  $19600 \text{ cm}^3$  bzw.  $1060 \text{ cm}^3$ . Auch die Variation des Strömungsquerschnitts von  $2,659 \text{ mm}^2$  auf  $0,126 \text{ mm}^2$  führt zu einer vergleichbar guten Simulation.

Um eine Aussage über den Grad der Übereinstimmung zwischen Simulation und Experiment zu erhalten wird der Quotient aus errechnetem und gemessenem Kesseldruck gebildet. Sein Verlauf über die Ausströmzeit ist in Abbildungen 5-3a und 5-3c, über den gemessenen Kesseldruck in 5-3b und 5-3d wiedergegeben. Zu Beginn ist der Massenfluss durch die Düsen im Experiment höher. Der aus den beiden Drücken gebildete Quotient liegt unter 1 und nimmt linear ab. Nach Durchlaufen eines Minimums steigt der Gasstrom schließlich in der Simulation gegenüber dem Experiment an.

Die Strömung erfolgt durch die Lavaldüse ohne Reibung. Unter diesem Aspekt ist das Ergebnis unerwartet. Bei Vorliegen von Reibung  $\varphi$  und Strahlkontraktion  $\alpha$  müsste ein geringerer Massenfluss im Experiment als in der Simulation auftreten. Diese werden bei Berechnung solcher Strömungen in der Ausflusszahl  $\mu$ , bei Düsen mit dem Wert 0,96 (im vorliegenden Fall natürlich mit dem Kehrwert 1,04) berücksichtigt [Bohl, W. (1994)].

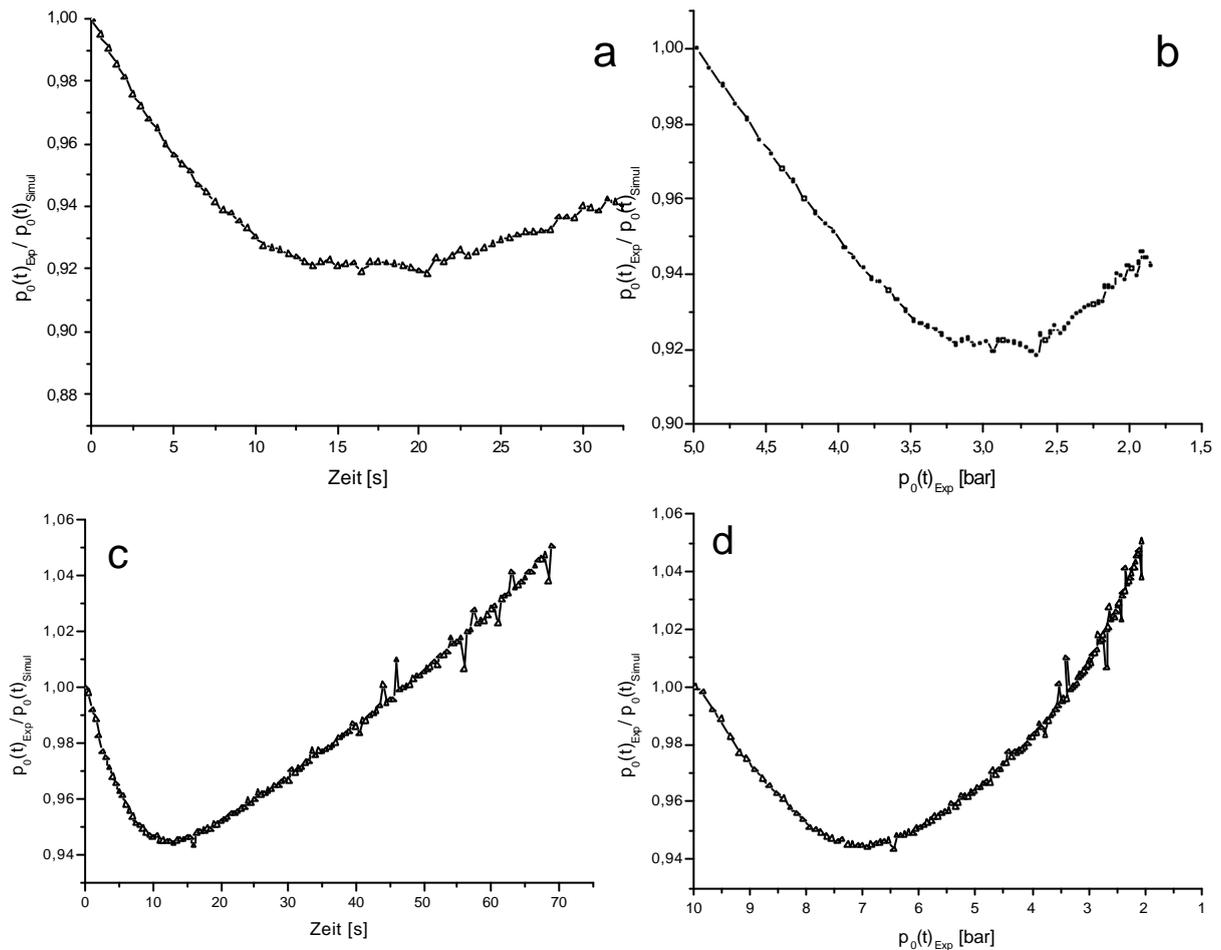


Abbildung 5-3: Instationäre Einphasenströmung: Simulation vs. Experiment  
**a, b:** Lavaldüse 0012kli-laval-na-02.dwg (Anhang 9-1),  
 Versuchsaufbau Abb. 4-1  
**c, d:** Lavaldüse Modell B (Anhang 9-1),  
 Versuchsaufbau Abb. 4-2

Die Simulation für die einphasige instationäre Lavalströmung gilt für einen konstanten Isentropenexponenten von 1,4. Es wäre denkbar, dass die Abweichung durch die mit Temperatur- und Druckänderung im Kessel einhergehende Änderung von  $\kappa$  entsteht.

Geringe Auswirkungen auf die Simulation hat die Vorströmung bei Lavaldüse B im Prüfstand. Die räumliche Trennung zwischen Kessel und Düse mit Vorkammer macht sich allerdings im unteren Druckbereich stark bemerkbar. Der Quotient aus errechnetem und gemessenem Kesseldruck steigt hier über 1.

### 5.1.2. Volumenstromverlauf in der Entspannungsströmung

Der Massenstrom einer Lavaldüse steigt abhängig vom Kesseldruck an, bis das kritische Druckverhältnis erreicht wird. Darüber hinaus bleiben er und

$\Psi\left(\frac{p(x)}{p_0}\right)$  konstant. In der überkritischen Entspannungsströmung bei gegebenem

engstem Querschnitt  $A^*$  ist ein linearer Zusammenhang zwischen Volumenstrom und Kesseldruck  $p_0$  erkennbar. Die Abweichungen des Reibungsfaktors  $\varphi$  von einer Konstanten sind hier ohne quantitative Auswirkungen auf die Messung.

Da der engste Querschnitt von Lavaldüse A das 20-fache dessen der Lavaldüse B beträgt, wird nach Gleichung 2.1 der kritische Massenstrom um diesen Faktor größer. Erst bei hohen Massen- und Volumenströmen werden überkritische Verhältnisse erreicht, und der Anstieg verläuft linear.

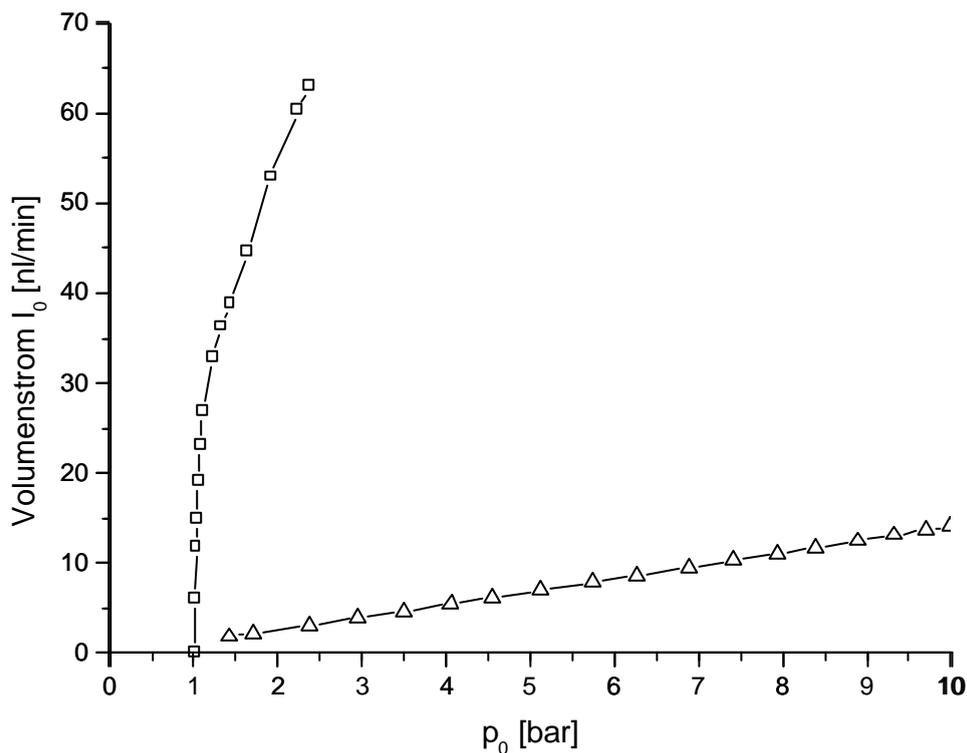


Abbildung 5-4: Druckseitiger Gasvolumenstrom bei variablen Vorkammerdrücken:  
 □ Lavaldüse A; △ Lavaldüse B

Für ein Inhalationsgerät ist der Gasvolumenstrom bei Raumdruck relevant. Die Umrechnung der druckseitigen Messungen erfolgt nach dem Gesetz von Boyle-Mariotte auf einen Druck von 1,03 bar.

Die Geschwindigkeit, mit der die Tröpfchen in die Atemwege eingebracht werden ist neben der Tropfengröße entscheidend für eine hohe Bioverfügbarkeit des Aerosols [Köhler, D. et al. (1991)]. Bei zu hohen Geschwindigkeiten deponiert ein großer Teil bereits im Mund- Rachenraum und den oberen Luftwegen. Daher sollte der vom Dosieraerosol erzeugte Gasstrom dem inspiratorischen Fluß des Patienten angeglichen werden. Er variiert beim Menschen je nach Alter, Konstitution und Erkrankungen zwischen 20 und 40 l/min.

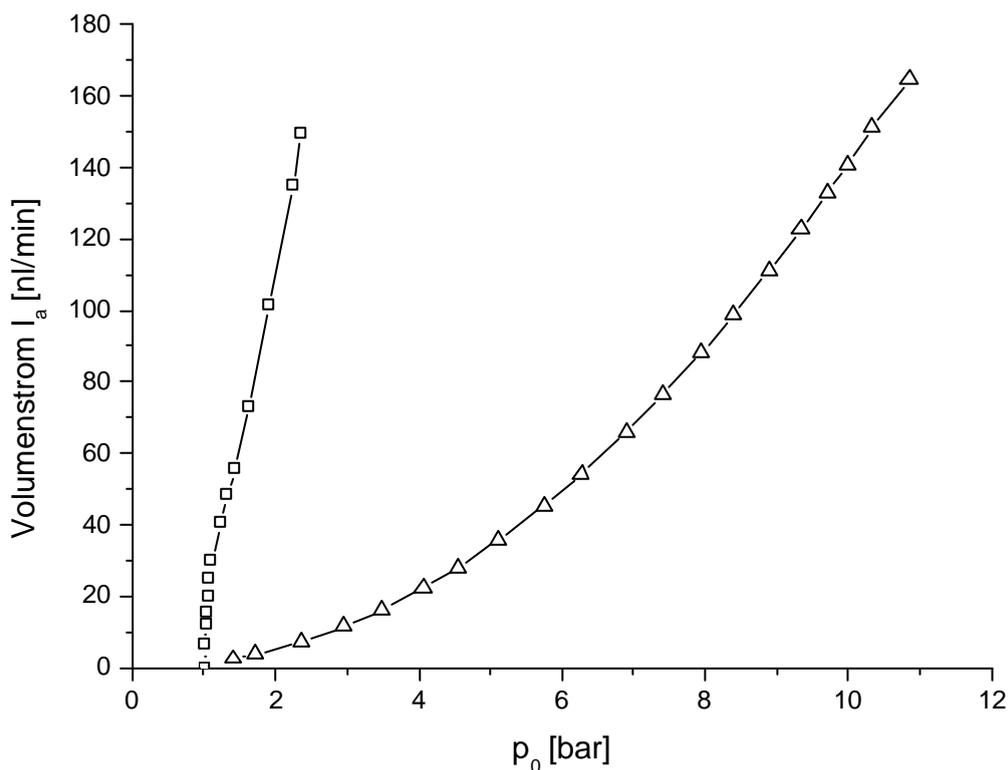


Abbildung 5-5: Raumseitiger Gasvolumenstrom bei variablen Vorkammerdrücken  
□ Lavaldüse A; △ Lavaldüse B

### 5.1.3. Verdichtungsstoß innerhalb der Düse

Um den Verdichtungsstoß zu erfassen wird nacheinander jede der Druckmessstellen von Lavaldüse A instrumentiert und bei zunächst konstantem Vorkammerdruck im stationären Gasstrom vermessen:

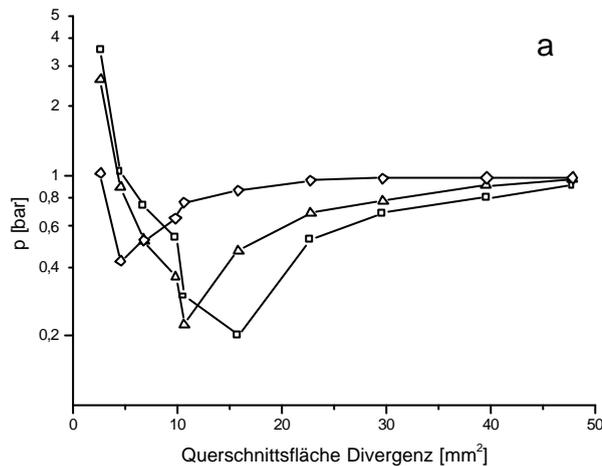


Abbildung 5-4:

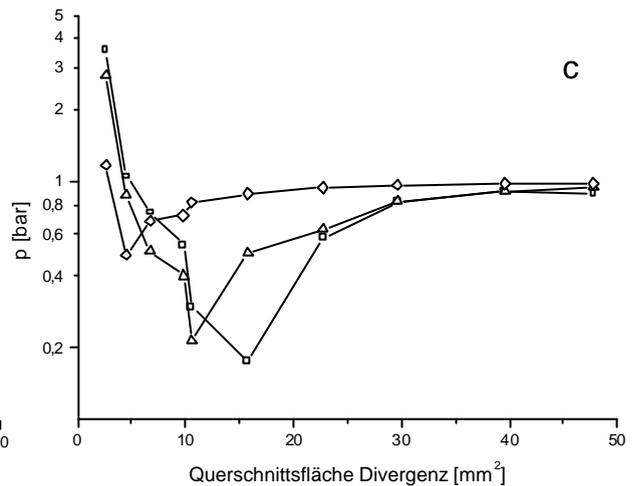
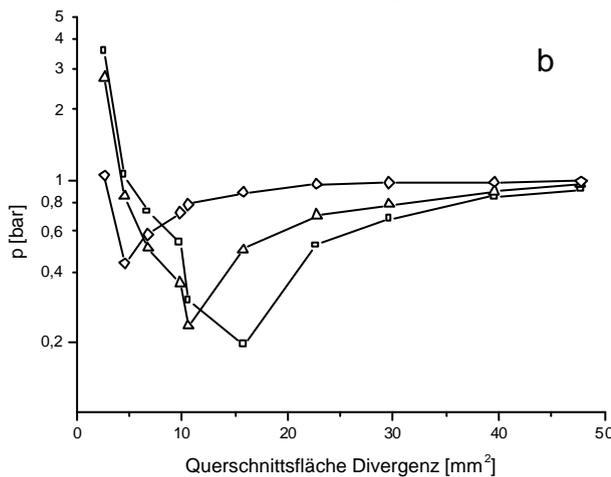
Druckprofile Modelldüse A, stationär:

□  $p_0 = 10\text{bar}$ ;  $\triangle p_0 = 5\text{bar}$ ;  $\diamond p_0 = 2,5\text{bar}$

**a:** reine Gasströmung

**b:** Gasströmung + Aqua dest. 25  $\mu\text{l/s}$

**c:** Gasströmung + Aqua dest. 100  $\mu\text{l/s}$



Die Graphiken zeigen das Profil für die Vorkammerdrücke  $p_0 = 10,0\text{ bar}$ ,  $5,0\text{ bar}$  und  $2,5\text{ bar}$  bei reiner Gasströmung und einem Flüssigkeitseintrag von  $25\text{ }\mu\text{l/s}$  bzw.  $100\text{ }\mu\text{l/s}$ . Zunächst lässt sich feststellen, dass eine Zweiphasenströmung mit geringem Flüssigkeitsanteil ( $< 1\%$ ) keine quantitativen Auswirkungen auf die Schallgeschwindigkeit des Gemisches und auch nicht auf Lage und Tiefe des Verdichtungsstoßes hat.

Der Druck fällt im vorderen Teil der divergenten Geometrie ab, d.h. das Gas expandiert und die Geschwindigkeit steigt. Dies beweist, dass in der engsten Stelle der Lavaldüse Schallgeschwindigkeit erreicht wird. In Unterschallströmungen würde es bei einer Divergenz zur Kompression, d.h. einem Druckanstieg kommen.

Vor dem Verdichtungsstoß durchläuft die Druckkurve ein Minimum. Durch den Verdichtungsstoß erfährt das Gemisch einen starken Druckanstieg. Stromabwärts von diesem erfährt das Gas eine weitere Kompression, d.h. der Druck steigt wieder bis zum Erreichen des Umgebungsdruckes an. Die Kompressionsströmung muss also aufgrund der divergenten Geometrie unterhalb der Schallgeschwindigkeit liegen. Die Lage des Verdichtungsstoßes (bzw. der Verdichtungsstöße) ändert sich mit dem Restdruck in der Vorkammer. Man sieht deutlich, dass mit abnehmendem Vorkammerdruck der Verdichtungsstoß zur engsten Stelle der Düse hin wandert und gleichzeitig abflacht. Bei Unterschreiten des kritischen Druckverhältnisses zwischen Vorkammer und engster Stelle bricht schließlich die Lavalströmung zusammen und fällt über die gesamte Düse hinweg in den Unterschallbereich zurück.

Die Lage und Form der Verdichtungsstöße wird ebenfalls in der instationären Gasströmung untersucht. Dazu wird der Kessel mit Pressluft aus der Druckgasflasche mit einem Druck von 10 bar geladen. Nach Schließen des Kugelventils zwischen Kessel und Flasche wird die komprimierte Luft durch den Laboraufbau geleitet.

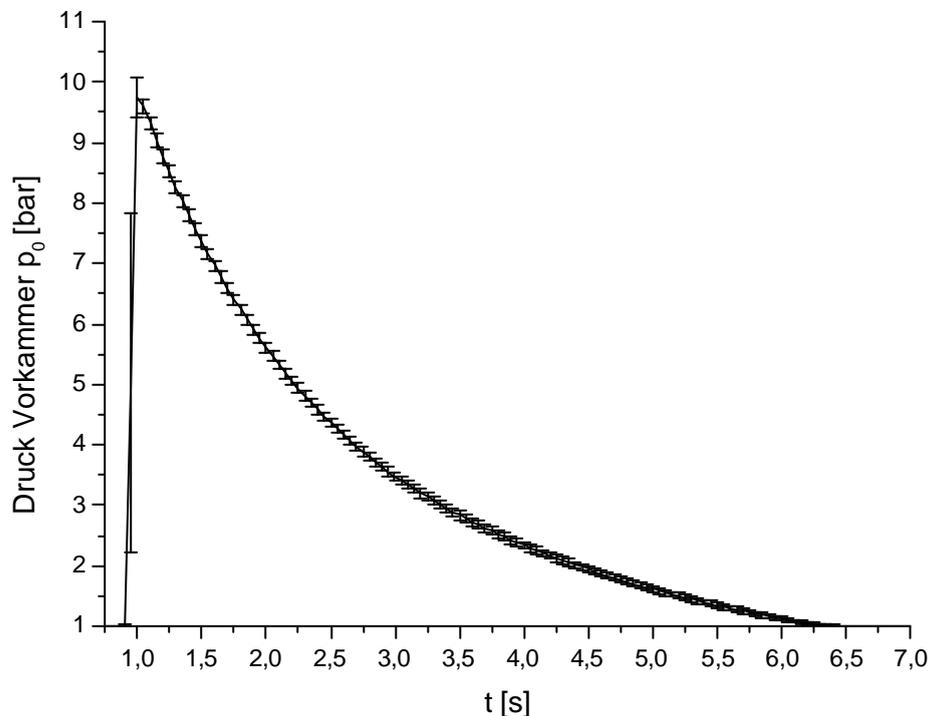


Abbildung 5-5: Vorkammerdruck bei der Entspannung durch Lavaldüse A

## 5. Ergebnisse und Diskussion

Der Kessel entleert sich mit sinkendem Vorkammerdruck durch die Lavaldüse. Bei jeder Wiederholung der Messung ist eine andere Druckbohrung im divergenten Teil der Lavaldüse instrumentiert.

Der Druckverlauf der instationären Strömung ist gut reproduzierbar. Die Standardabweichung der gemittelten Druckkurven schwankt in der Entspannungsphase zwischen 0,11 bar im Druckmaximum bis unter 0,01 bar bei geringen Restdrücken von unter zwei bar (Abb. 5-5).

Dadurch wird es möglich, die gemessenen Drücke an den Strömungsquerschnitten zueinander in Beziehung zu setzen. In Abbildung 5-6 sieht man den zeitlichen Druckverlauf über den gesamten divergenten Teil von Lavaldüse A. Der Druckstoß durchzieht wie ein Canyon die drei-dimensionale Darstellung. Mit sinkendem Vorkammerdruck bewegt er sich - wie bereits in der stationären Gasströmung zu sehen war - stromaufwärts zum engsten Düsenquerschnitt hin und flacht gleichzeitig ab (Abb. 5-6 li.-unten).

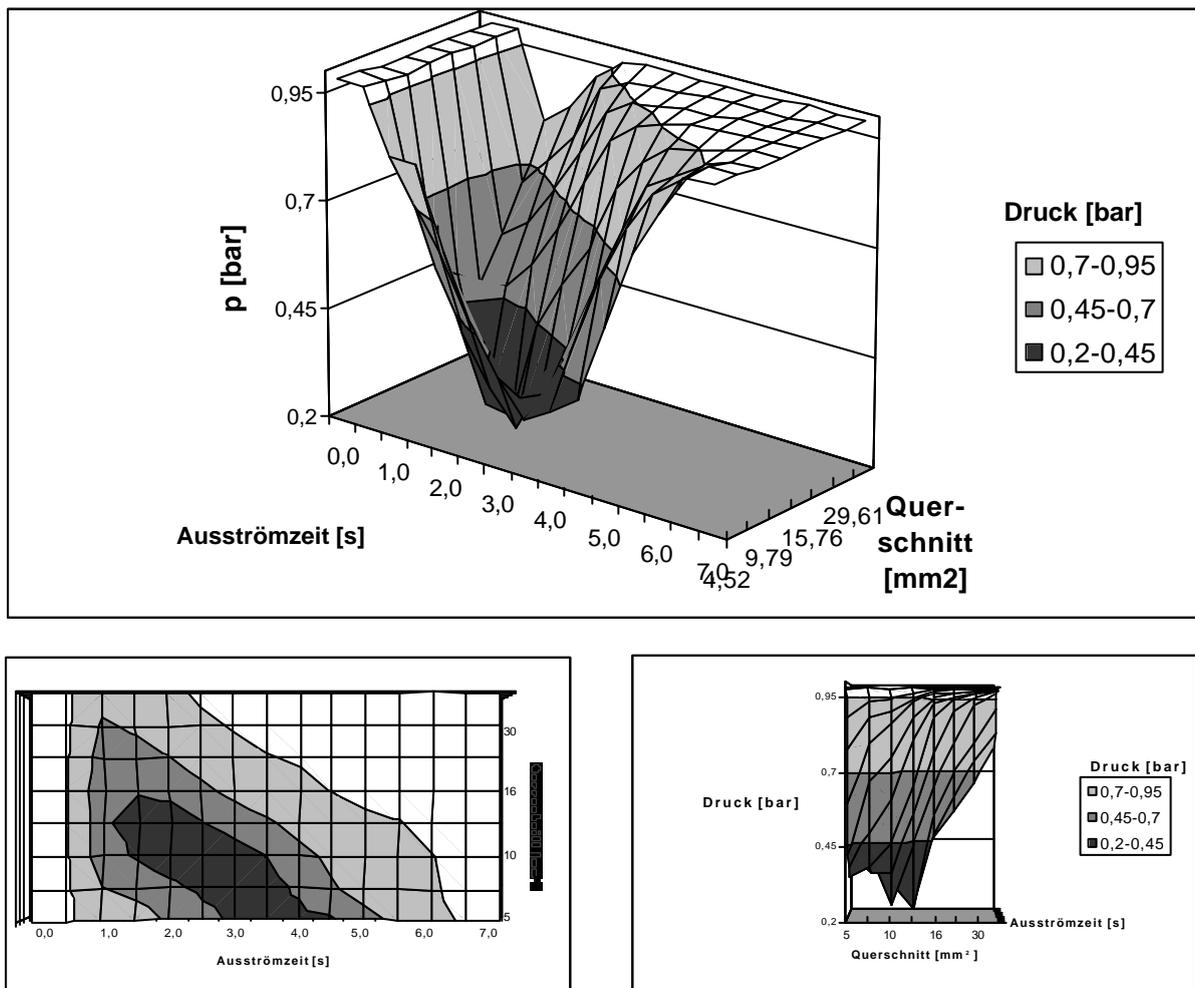


Abbildung 5-6: Druckprofile, instationäre Gasströmung, Modell A

Allerdings kann man hierbei beobachten, dass sich das Druckminimum nicht stetig verändert. Es bilden sich Sprünge heraus (Abb. 5-6 rechts- unten). Dies weist darauf hin, dass die Lavalströmung nicht allein über einen Verdichtungsstoß unter die Schallgeschwindigkeit zurückfällt.

In der Tat kann man während der Entspannung des Gases aus dem Kessel diskrete Verdichtungsstöße bei Betrachtung einzelner Strömungsquerschnitte deutlich erkennen (Abb. 5-7 und Abb. 5-8).

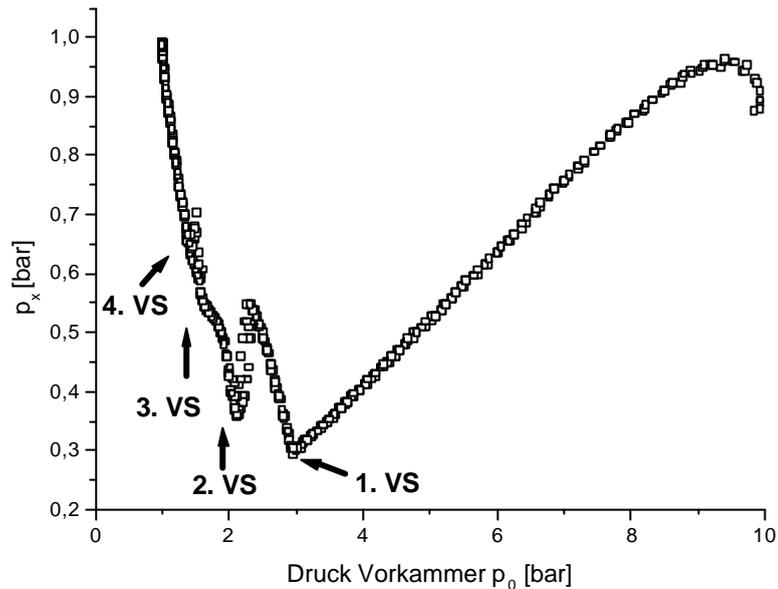


Abbildung 5-7: VS an Strömungsquerschnitt  $p_x = 4,52 \text{ mm}^2$ , instationäre Gasströmung, Modell A

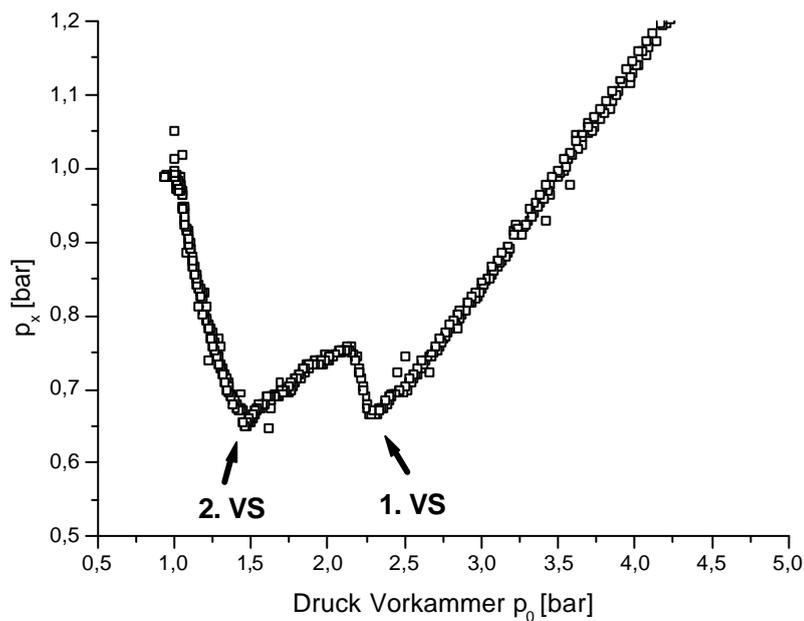


Abbildung 5-8: VS an Strömungsquerschnitt  $p_x = 0,2 \text{ mm}^2$ , instationäre Gasströmung, Modell B

Bei Unterschreiten des kritischen Druckverhältnisses zwischen Vorkammer und engster Stelle bricht schließlich die Lavalströmung zusammen. An der engsten Stelle der Düse erreicht die Strömung nicht mehr die Schallgeschwindigkeit und erfährt in der divergenten Geometrie eine Kompression. Der Druck steigt bei kontinuierlicher Verzögerung des Gases.

Um bei Betrachtung der Zweiphasenströmung eine Übertragbarkeit zwischen den beiden verwendeten Düsentypen zu erhalten, muss der Flüssigkeitsanteil im Gasstrom gleich sein. Um dies zu realisieren, bedingt ein größerer Gasfluss natürlich auch einen höheren Flüssigkeitseintrag in die Düse.

Der engste Strömungsquerschnitt innerhalb der Lavaldüse ist nach Gleichung 2.1 (Kap. 2.4.) bestimmend für den Massenfluss des Gases. Die Flächenzunahme ist proportional zur Volumenstromstärke. Wie aus Tabelle 3-1 zu entnehmen ist, betragen die Flächen an der engsten Düsenstelle  $2,60 \text{ mm}^2$  (Modell A) bzw.  $0,126 \text{ mm}^2$  (Modell B). Das Verhältnis der Querschnittsflächen zwischen Modelldüse A und B beträgt somit 20,7 zu 1.

In Lavaldüse B werden Flüssigkeitsströme zwischen  $12,5 \text{ } \mu\text{l/s}$  und  $250 \text{ } \mu\text{l/s}$  untersucht. Wenn der Massenstrom an eingebrachter Flüssigkeit im Verhältnis zu diesem geometrischen Parameter der Düse verändert werden soll, entspräche dies einer Flussrate von bis zu  $5175 \text{ } \mu\text{l/s}$  bei Modell A.

Ein kontinuierlicher Flüssigkeitseintrag ist mit dem gewählten Laboraufbau (Abb. 4-4) nur bis zu einer Flussrate von  $100 \text{ } \mu\text{l/s}$  zu realisieren. Deswegen wird im Weiteren auf Untersuchungen von stationären Gas- und Flüssigkeitsströmen verzichtet.

Nachdem der engste Strömungsquerschnitt bestimmend für den Massenfluss des Gases innerhalb der Lavaldüse ist, kann man daraus folgern, dass er in einer Zwei-phasenströmung geringer sein muss, als in einer reinen Gasströmung. Die Fläche wird durch die inkompressible, flüssige Phase reduziert. Bei gleicher Kesselbeladung steigt die Dauer, die der Kessel zu seiner Entleerung benötigt. Bei geringen Flüssigkeitsströmen ist dies vernachlässigbar kurz. Jedoch kann man die Zunahme der Entleerungsdauer bei steigendem Flüssigkeitsanteil im Gas gut verfolgen.

Für Lavaldüse A zeigt Abbildung 5-9 den Eintrag von 300  $\mu\text{l}$  Wasser mit einem Fluss von 6000  $\mu\text{l/s}$  in die Gasströmung. Der Flüssigkeitshub wird zu unterschiedlichen Zeitpunkten einmal bei 9 bar, 6 bar und 3 bar ausgeführt. Die sich ergebenden Druckverläufe in der Vorkammer werden mit der reinen Gasströmung verglichen. Zur besseren Darstellung ist die Ordinate logarithmisch skaliert.

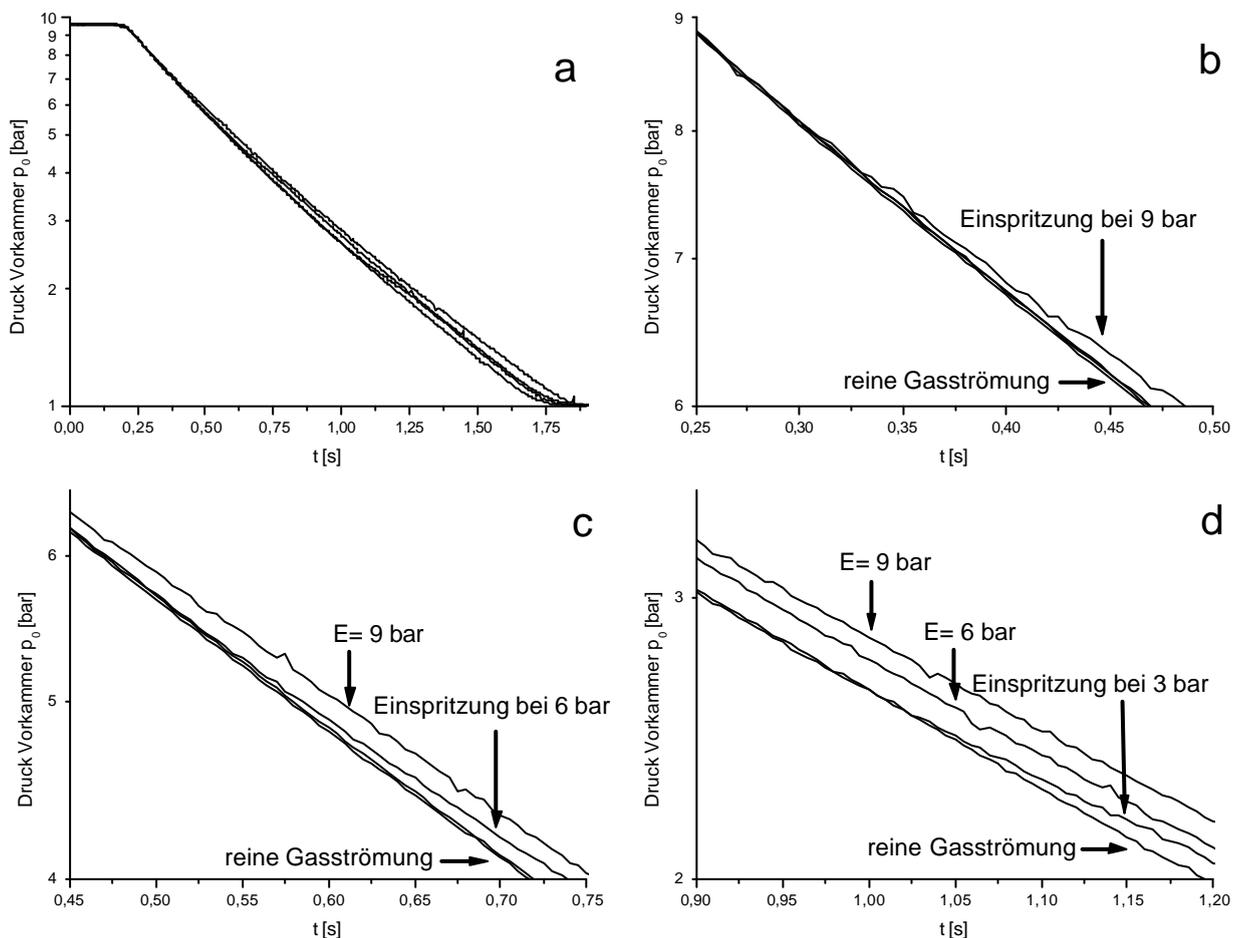


Abbildung 5-9: Zeitverlauf des Vorkammerdrucks in Abhängigkeit vom Einspritzzeitpunkt, Modell A  
**a:** Gesamtansicht, **b:** Hub bei 9 bar,  
**c:** Hub bei 6 bar, **d:** Hub bei 3 bar

## 5. Ergebnisse und Diskussion

---

Wie theoretisch hergeleitet, entleert sich der Kessel bei einer Einphasenströmung am schnellsten. Wird nun ein Hub ausgeführt, verflacht sich der Druckabfall mit einer Verzögerung von etwa einer zehntel Sekunde. Bei hohen Massenflüssen, zu Beginn der Kesselentleerung zeigt eine Querschnittsverengung den größten Effekt. Bei niedrigen Gasflüssen ist die Änderung nur gering.

Nach Beendigung des Hubs erweitert sich der Strömungsquerschnitt wieder auf sein ursprüngliches Maß. Der Druckabfall verläuft wieder parallel zu derjenigen der Gasströmung.

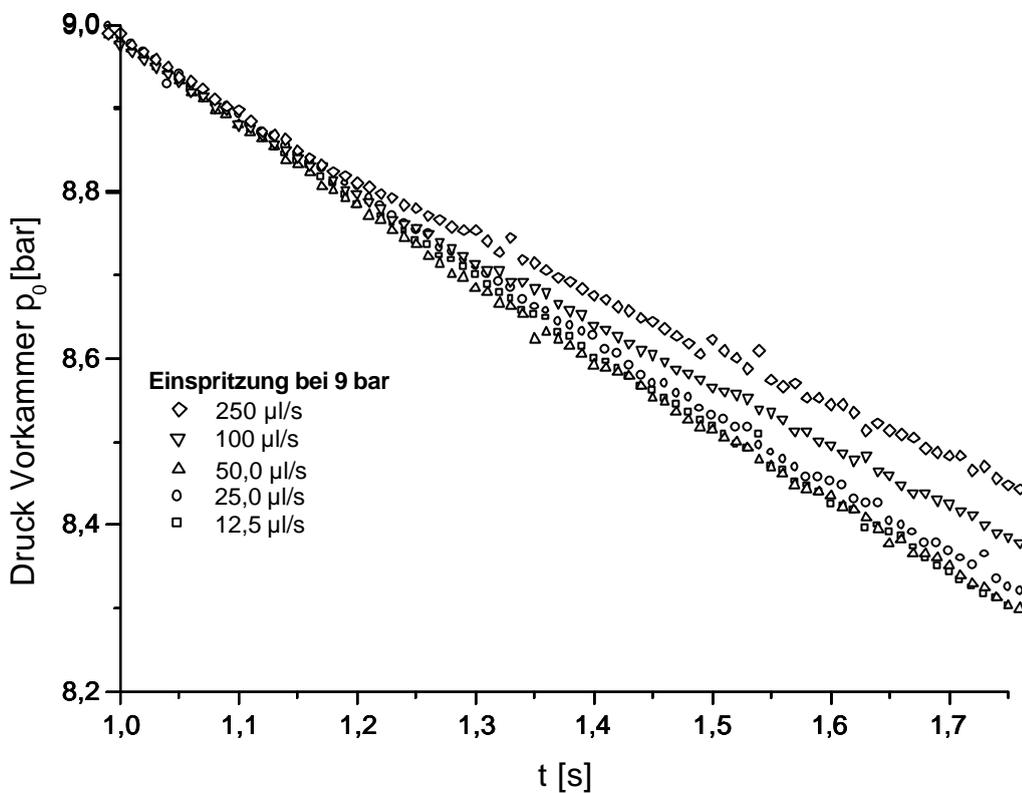


Abbildung 5-10: Zeitverlauf des Vorkammerdrucks in Abhängigkeit vom Volumenstrom Flüssigkeit, Modell B

Auch bei Lavaldüse B kann man die Abhängigkeit zwischen Massenfluss des Gases und Verengung der Geometrie durch die Flüssigkeit beobachten. Ein hoher Anteil an Flüssigkeit im Zweiphasenfluss bedingt auch eine große Flächenabnahme des Strömungsquerschnitts, respektive Verringerung des Gasstroms.

Bei hohem Flüssigkeitsanteil in der Zweiphasenströmung ändert sich auch das Druckprofil innerhalb der Düse. Nach Gleichung 2.5 (Kap. 2.6.) wird die Schallgeschwindigkeit als Funktion der Druckänderung in Abhängigkeit von der Dichteänderung eines Gases oder Gas- Flüssigkeitsgemisches von der Volumenkompessibilität des Systems bestimmt. Eine erhöhte Kompessibilität bedingt eine geringere Schallgeschwindigkeit.

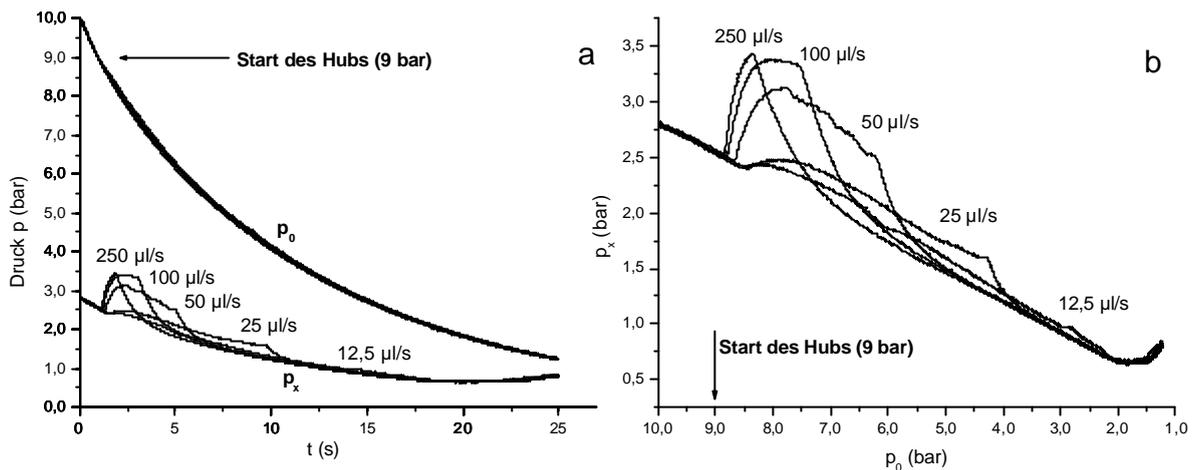


Abbildung 5-11: Druck in Abhängigkeit von der eingebrachten Flüssigkeit, Modell B

In den instationären Gasstrom wird bei einem Vorkammerdruck von 9,0 bar ein Flüssigkeitsvolumen von 200  $\mu\text{l}$  mit unterschiedlichen Hubgeschwindigkeiten in Lavaldüse B eingespritzt. Bei Durchgang des Aerosols kommt es abhängig vom Anteil der dispergierten Flüssigkeit zu unterschiedlich starkem Ansteigen des Düsendrucks am Messpunkt im divergenten Teil (Abb. 5-11a). Auch tritt der Druckanstieg bei niedrigeren Hubgeschwindigkeiten mit einer deutlichen Verzögerung ein. Nach Beendigung des Flüssigkeitseintrages gleicht sich der Druckverlauf wieder dem der einphasigen Entspannungsströmung an. Da die Kompessibilität des Gas- Flüssigkeitsgemisches je nach Mischungsverhältnis im Vergleich zur reinen Gasströmung herabgesetzt ist, ändert sich auch die örtliche Schallgeschwindigkeit im Aerosol. Der Isentropenexponent  $\kappa$  für das Gemisch kann auf diese Weise ermittelt werden.

In Abbildung 5-11b ist der Vorkammerdruck gegen den jeweiligen Druck im divergenten Düsenteil aufgetragen. Zeitliche Variabilitäten zwischen den Messungen sind eliminiert.

Um Aufschluss über die Vorgänge entlang des gesamten divergenten Düsenabschnitts zu bekommen, werden wieder die einzelnen Druckbohrungen von Lavaldüse A nacheinander instrumentiert. Dabei wird in die instationäre Gasströmung je drei Mal ein 300  $\mu\text{l}$ -Hub Flüssigkeit mit 6000  $\mu\text{l/s}$  eingespritzt. Die Auslösung des Hubs erfolgt in Abbildung 5-12 bei einem Vorkammerdruck von 9 bar, in Abbildung 5-13 bei einem Vorkammerdruck von 3 bar.

Nach Eintrag der Tropfen in den Gasstrom steigt der Druck sowohl vor, als auch nach dem Verdichtungsstoß im Vergleich zur einphasigen Strömung mit einer leichten zeitlichen Verzögerung. Bei der gewählten Art der Darstellung entsteht der fälschliche Eindruck, dass die Ansprechzeiten in Abbildung 5-13 erheblich kürzer wären. Dies liegt aber einzig an dem flacheren Druckabfall zu Ende der Kesselentleerung (Abb. 5-5).

Allgemein kann festgestellt werden, dass die Druckänderung für den Zeitraum der Zweiphasenströmung um so dramatischer erfolgt, je steiler der Druckgradient verläuft. Nach Beendigung des Tropfeneintrags fällt der Druck wieder auf die Kurve für eine reine Gasströmung zurück.

Nahe der engsten Stelle (Bohrung Nr. 8 und 9) ist der Druckverlauf demjenigen von Lavaldüse B sehr ähnlich. Diese Druckbohrungen befinden sich zum Zeitpunkt des Hubes bei 9 bar ebenfalls vor dem Verdichtungsstoß.

Besonders interessant ist der Druckverlauf an Bohrung Nr. 7 in Abbildung 5-12. Auf dieser Höhe befindet sich der Verdichtungsstoß genau zum Zeitpunkt der Einspritzung. Der Druckstoß ist innerhalb der Zweiphasenströmung nicht so stark ausgeprägt und liegt von Beginn an sehr viel weiter innerhalb der Düse. Bei Beendigung des Hubs und Übergang in eine Einphasenströmung springt der Verdichtungsstoß stromabwärts vor die Druckbohrung zurück. Er durchläuft diese bei fortschreitender Kesselentleerung ein zweites Mal.

Keine Auswirkungen hat die Zweiphasenströmung auf den Druck nahe dem Düsenauslass. Hier fallen die Druckkurven von einphasiger und zweiphasiger Strömung zusammen.

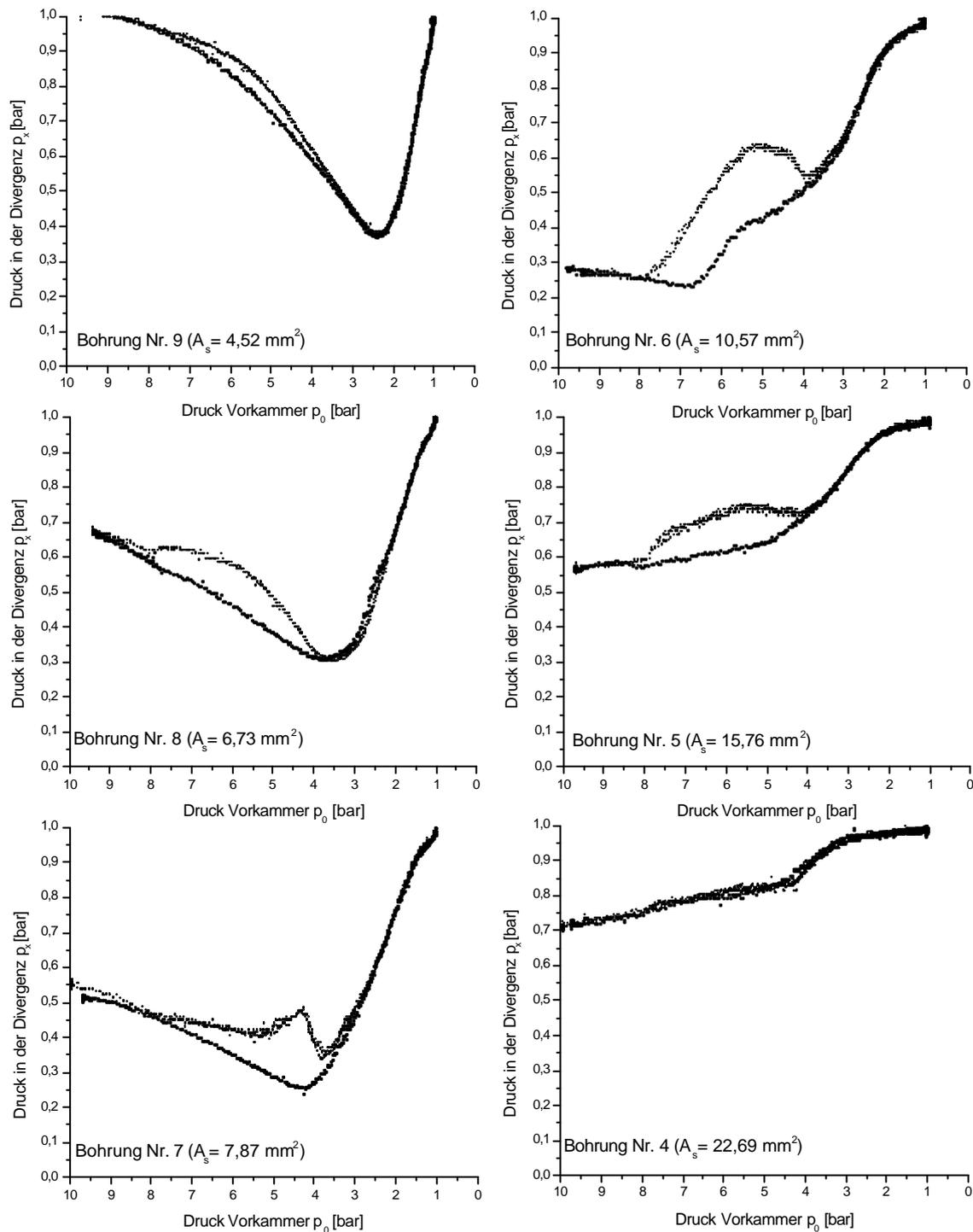


Abbildung 5-12: Druckverläufe an definierten Strömungsquerschnitten in einer  
 □ instationären Einphasenströmung  
 ▪ instationären Zweiphasenströmung  
 (300  $\mu\text{l}$ , 6000  $\mu\text{l/s}$ , Hub bei  $p_0 = 9 \text{ bar}$ ), Modelldüse A

## 5. Ergebnisse und Diskussion

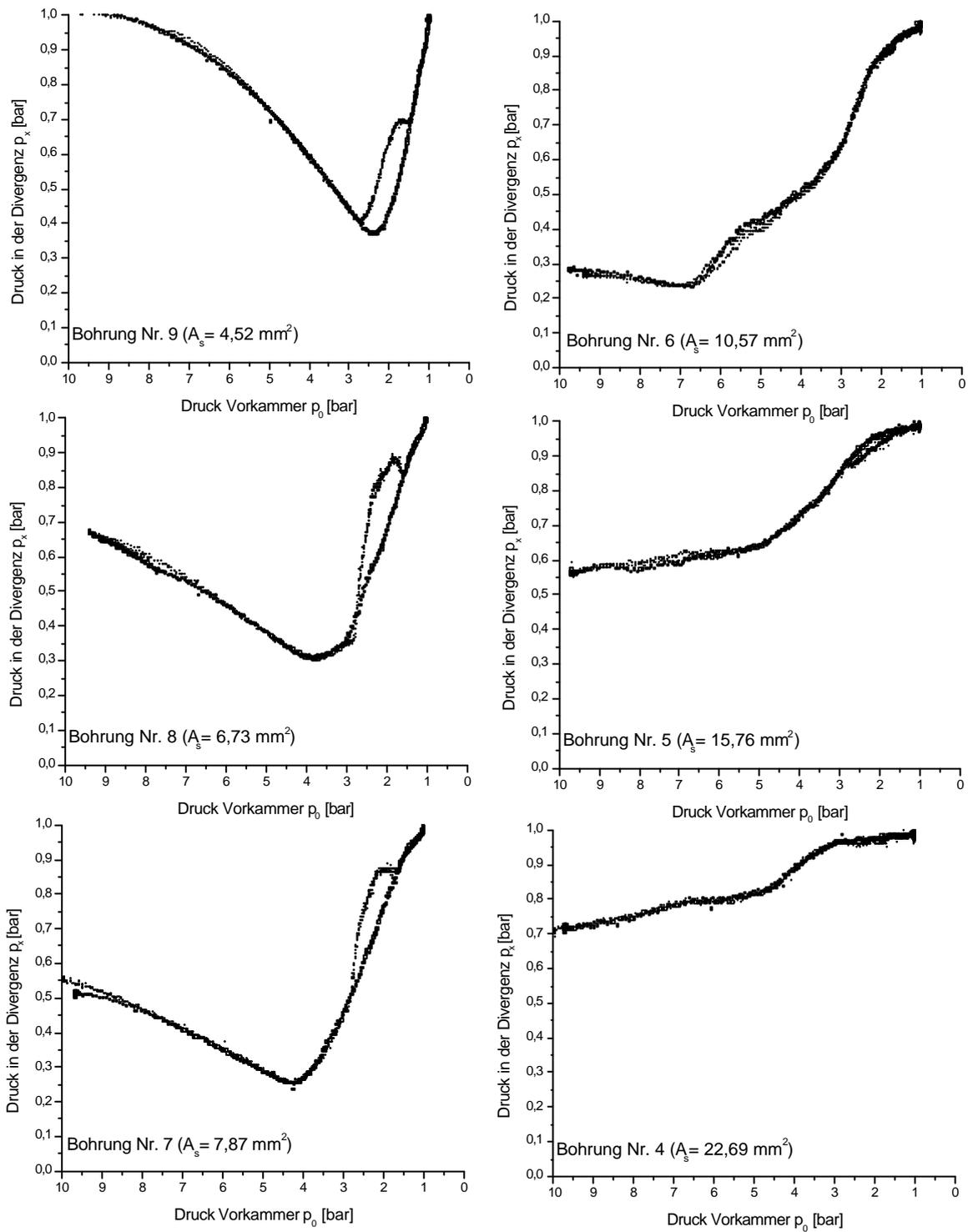


Abbildung 5-13: Druckverläufe an definierten Strömungsquerschnitten in einer  
 instationären Einphasenströmung  
 instationären Zweiphasenströmung  
 (300  $\mu\text{l}$ , 6000  $\mu\text{l/s}$ , Hub bei  $p_0 = 3$  bar), Modelldüse A

In Abbildung 5-14 ist die gesamte Druckverteilung innerhalb der Lavaldüse A während der instationären Zweiphasenströmung in Abhängigkeit vom Einspritzzeitpunkt dargestellt. Besonders gut kann man die Veränderung der Druckverhältnisse von einer reinen Gasströmung (Abb. 5-14a) zu einer Zweiphasenströmung bei unterschiedlichen Vorkammerdrücken (Abb. 5-14b-d) an der Druck-Höhenlinie von 0,7 bar verfolgen.

Sie beschreibt im Zeitverlauf während der Einphasenströmung einen Viertelkreis in die Düse hinein. In Abbildungen 5-14b bis 5-14c ist die Hubauslösung mit einem Pfeil markiert. Die Isolinie verlässt die Kreisbahn und rückt stromaufwärts zur engsten Düsenstelle. Bei seitlicher Ansicht, kann man in dem Druck-Canyon einen starken Vorsprung in der stromabwärts zeigenden Wand erkennen.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

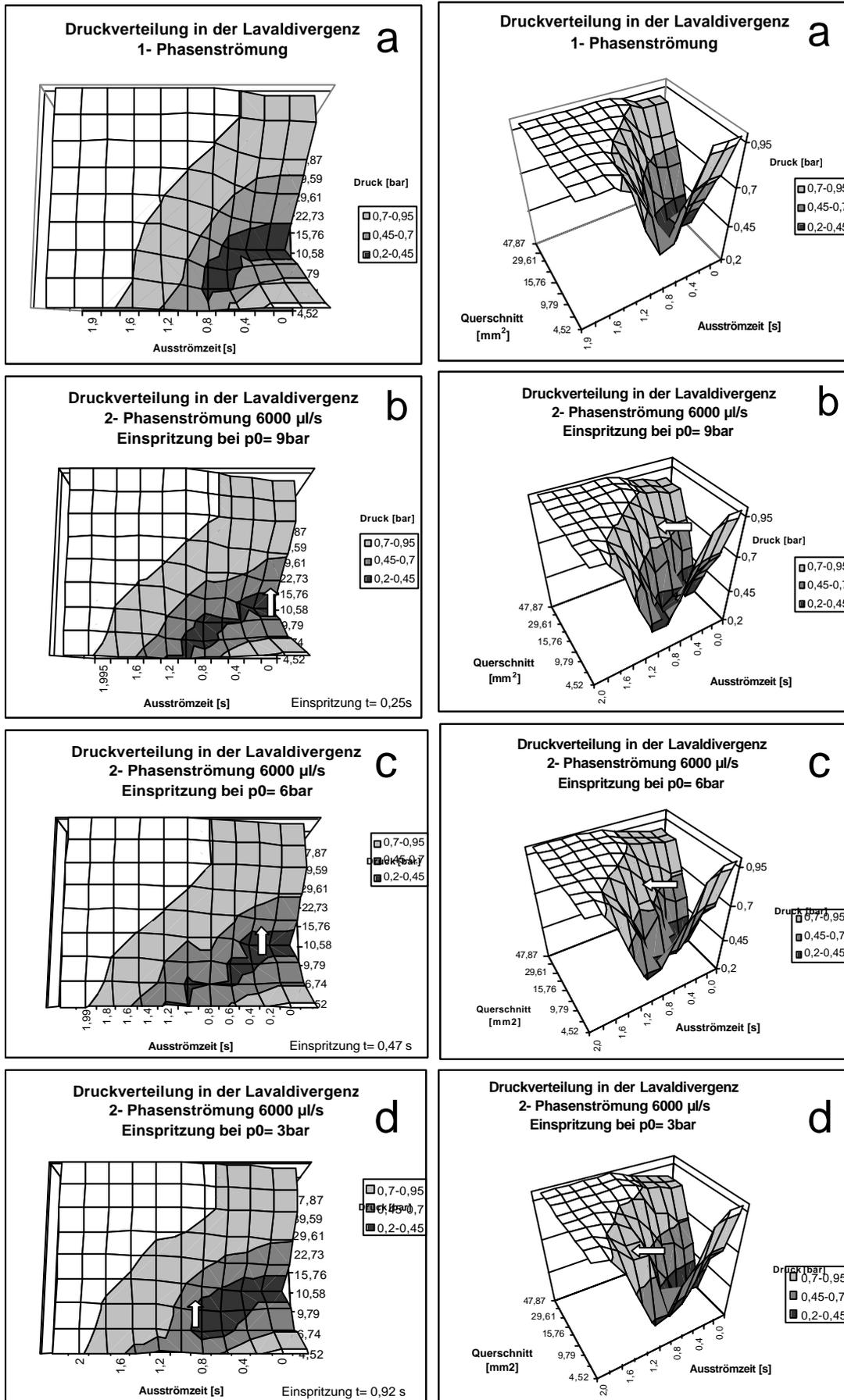


Abbildung 5-14: Druckprofile Modelldüse A, instationäre Zweiphasenströmung

### 5.1.4. Verdichtungsstoß außerhalb der Düse

Nach den Überlegungen aus Kapitel 2.7.3. erhöht sich die Feinheit des Sprays, wenn der Druckstoß weiter stromabwärts in der Divergenz zu liegen kommt, oder sich außerhalb der Düse befindet.

Der divergente Teil der Lavaldüsen wird gekürzt, um den Einfluss auf Strömung und Tropfenaufbruch zu untersuchen. Die Längen des divergenten Teils bzw. Änderung der Strömungsquerschnitte am Düsenauslass unter Berücksichtigung des engsten Strömungsquerschnittes sind in Tabellen 5-1a und 5-1b wiedergegeben.

Kürzungsschritt	Divergenzlänge		$\Delta (A_a - A_e)$	
	0	49,62 (mm)	100,0 (%)	57,67(mm <sup>2</sup> )
1	40,50 (mm)	81,6 (%)	41,40 (mm <sup>2</sup> )	71,8 (%)
2	34,40 (mm)	69,3 (%)	31,95 (mm <sup>2</sup> )	55,4 (%)
3	9,62 (mm)	19,4 (%)	5,27 (mm <sup>2</sup> )	9,1 (%)
A <sub>a</sub> = Austrittsfläche				
A <sub>e</sub> = Fläche der engsten Stelle				

Tabelle 5-1a: Lavaldüse Modell A

Kürzungsschritt	Divergenzlänge		$\Delta (A_a - A_e)$	
	0	13,48 (mm)	100,0 (%)	3,49 (mm <sup>2</sup> )
1	10,70 (mm)	79,4 (%)	2,37 (mm <sup>2</sup> )	67,9 (%)
2	0,20 (mm)	1,5 (%)	0,01 (mm <sup>2</sup> )	0,3 (%)
A <sub>a</sub> = Austrittsfläche				
A <sub>e</sub> = Fläche der engsten Stelle				

Tabelle 5-1b: Lavaldüse Modell B

Zunächst wird wieder das Druckprofil einer stationären Gasströmung innerhalb die Lavaldivergenz bei Modell A aufgenommen. Abbildung 5-15a-c zeigt den Druckverlauf in unterschiedlichen Divergenzlängen zu verschiedenen Vorkammerdrücken.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

Unabhängig von der Länge des divergenten Düsentails befindet sich der Verdichtungsstoß je nach Ausgangsdruck der Düse bei den gleichen Strömungsquerschnitten. Allerdings ist das Druckminimum der ungekürzten Lavaldüse bei einem Vorkammerdruck von 10 bar tiefer und liegt weiter stromabwärts.

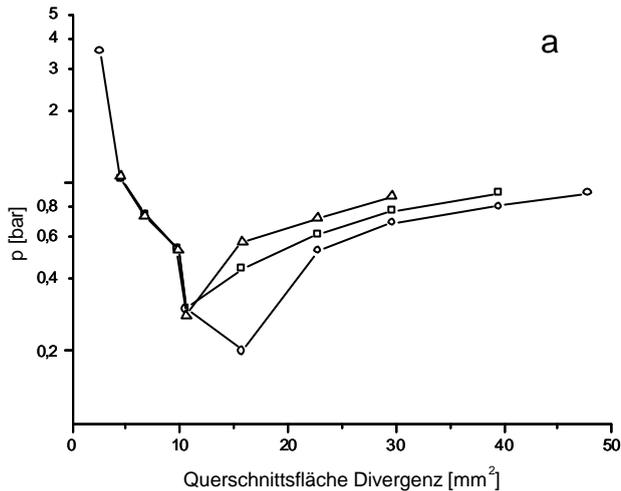


Abbildung 5-15:

Druckprofile Modelldüse A, stationär:

○ ungekürzte Lavaldüse,

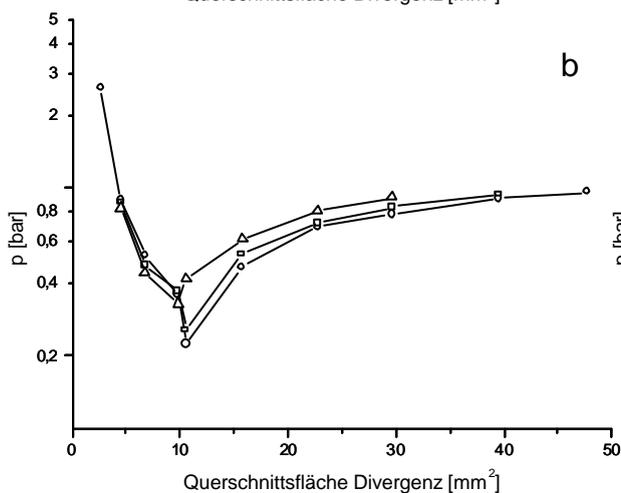
□ Kürzungsschritt 1,

△ Kürzungsschritt 2,

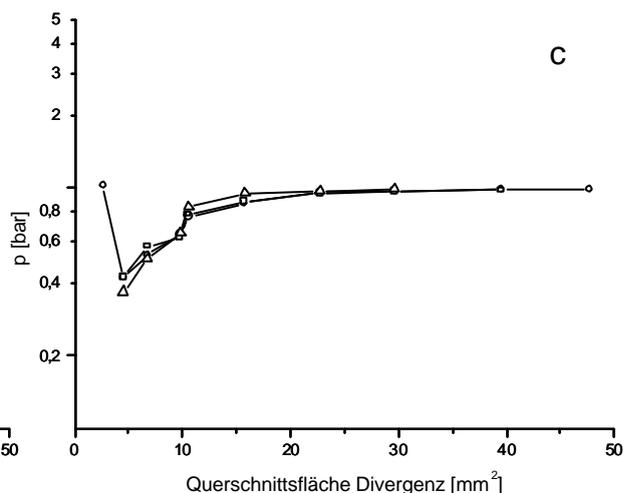
**a:**  $p_0 = 10 \text{ bar}$

**b:**  $p_0 = 6 \text{ bar}$

**c:**  $p_0 = 3 \text{ bar}$



**b**



**c**

Die unterschiedlichen Druckverläufe haben hier wohl zwei Ursachen.

Zum einen erreichen die wenigen Druckbohrungen nur eine geringe Auflösung von hintereinander liegenden Verdichtungsstößen, insbesondere bei kleinen Strömungsflächen im Inneren der Düse.

Zum anderen besitzen die Mikrobohrungen ja immer noch einen recht großen Durchmesser von 0,5 mm (siehe Kap. 3.3.4.) Der Druck wird über diese Strecke gemittelt.

Auszuschließen ist eine gewisse Abhängigkeit der Ausprägung des Druckstoßes von der Divergenzlänge jedoch leider nicht.

Vor dem Verdichtungsstoß kann man einen identischen Druckverlauf beobachten. Da oberhalb der Schallgeschwindigkeit in der Regel kein Informationsfluss stromaufwärts erfolgt, war dies zu erwarten.

Der Verdichtungsstoß verschiebt sich bei kürzeren divergenten Geometrien relativ zur Gesamtlänge in Richtung Düsenauslass. Bei extrem kurzen Divergenzlängen liegt er schließlich außerhalb der Lavaldüse.

Gut kann man in Abbildung 5-16 das charakteristische Muster der so genannten Mach-Scheiben bei einer Kürzung von Lavaldüse A auf 9,62 mm Divergenzrestlänge erkennen. Die Aufnahme wurde mit Hilfe der Schlierentechnik im Ernst-Mach-Institut (EMI), Efringen-Kirchen angefertigt. Sie erfolgte in der Z-Schlierenanordnung nach Töpler (Abb. 3-11). Man sieht bei einem Vorkammerdruck zwischen 3 und 4 bar die schräg hintereinander gestaffelten Verdichtungsstöße einer stationären Gasströmung.

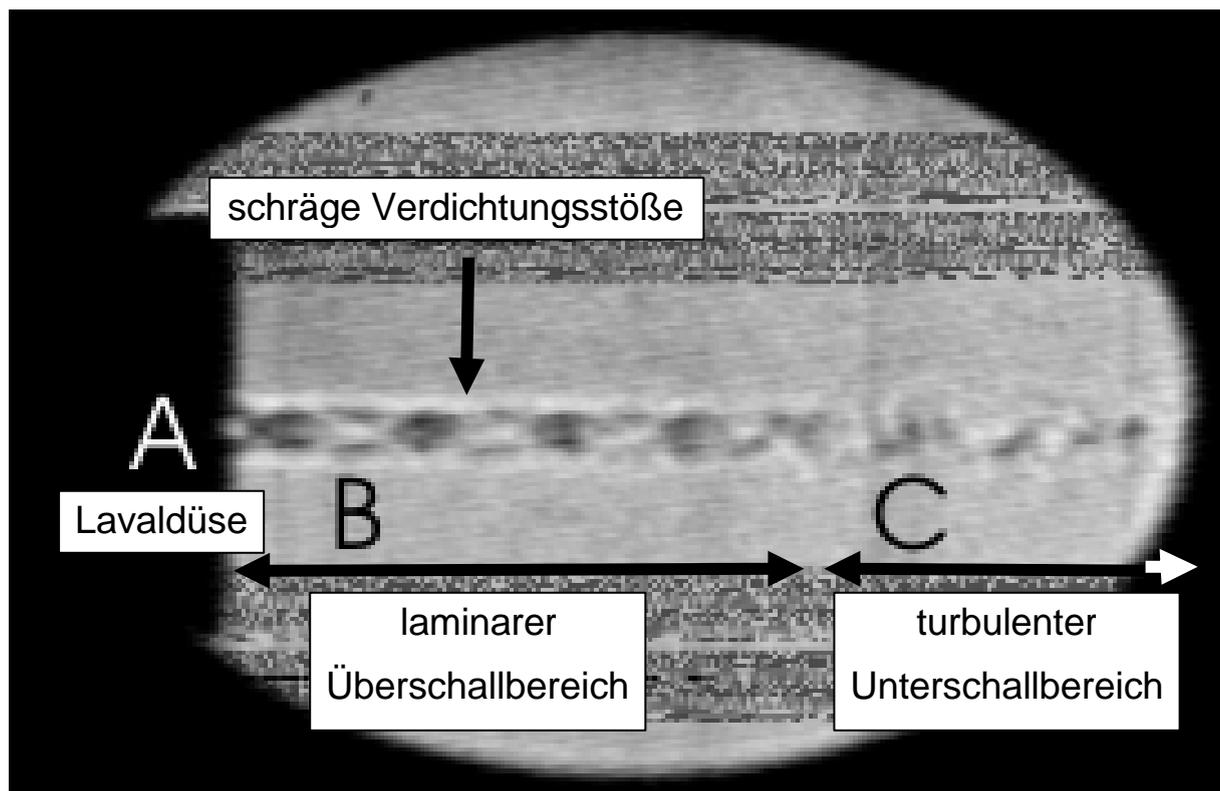


Abbildung 5-16: Schlierenbild Modell A, Kürzungsschritt 3  
stationäre Einphasenströmung,  $p_0 = 3 - 4$  bar

## 5.2. Tropfenaufbruch

Stellvertretend für die ersten Sprühversuche im Laboraufbau nach Abbildung 4-2 wird im Folgenden die mit Lavaldüse 0104kli-laval-na-06-geteilt.dwg erzielte Tropfenverteilung dargestellt:

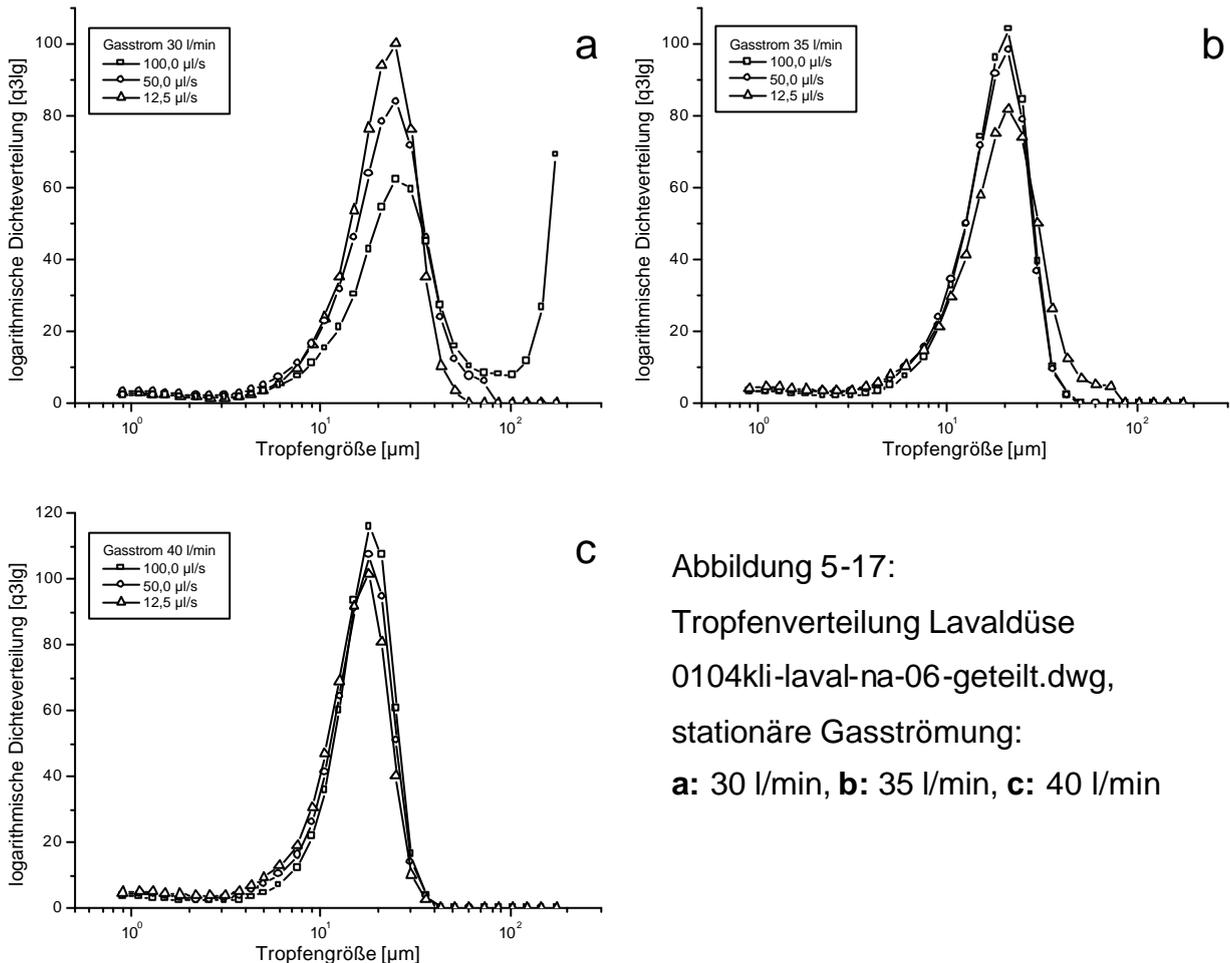


Abbildung 5-17:  
Tropfenverteilung Lavaldüse  
0104kli-laval-na-06-geteilt.dwg,  
stationäre Gasströmung:  
**a:** 30 l/min, **b:** 35 l/min, **c:** 40 l/min

In einen stationären Gasstrom zwischen 30 und 40 l/min wird die Flüssigkeit mit unterschiedlichen Geschwindigkeiten eingebracht. Dabei entsteht ein monomodales Aerosol mit einer Tropfengröße zwischen 10 und 30 µm.

Der Anteil an eingebrachter Flüssigkeit hat keinen Einfluss auf den Tropfenaufbruch. Eine Steigerung des Gasstroms- und somit natürlich auch des Zerstäuberdrucks- führt allerdings zu einer eindeutigen Verfeinerung des Tropfenspektrums.

In Abbildung 5-18a sind die  $x_{50}$ -Werte von Einzelmessungen in Abhängigkeit zum Volumenstrom beider Fluide aufgetragen. Die xz- Projektion bzw. yz- Projektion der Messwerte lässt deutlich erkennen, dass eine klare Abhängigkeit zwischen Zerstäuberdruck und Tropfenaufbruch besteht.

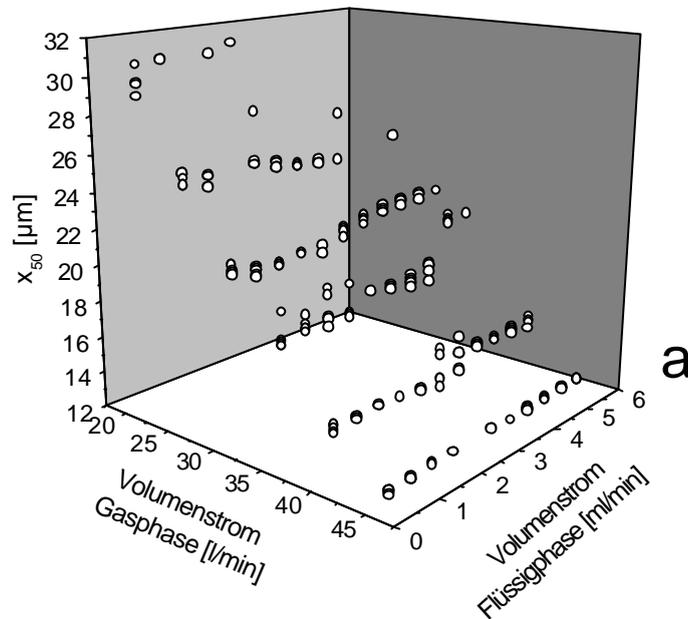


Abbildung 5-18a: Lavaldüse 0104kli-laval-na-06-geteilt.dwg (Anhang 9-1):  
 $x_{50}$ -Werte abhängig von Volumenstrom Gas- und Flüssigphase

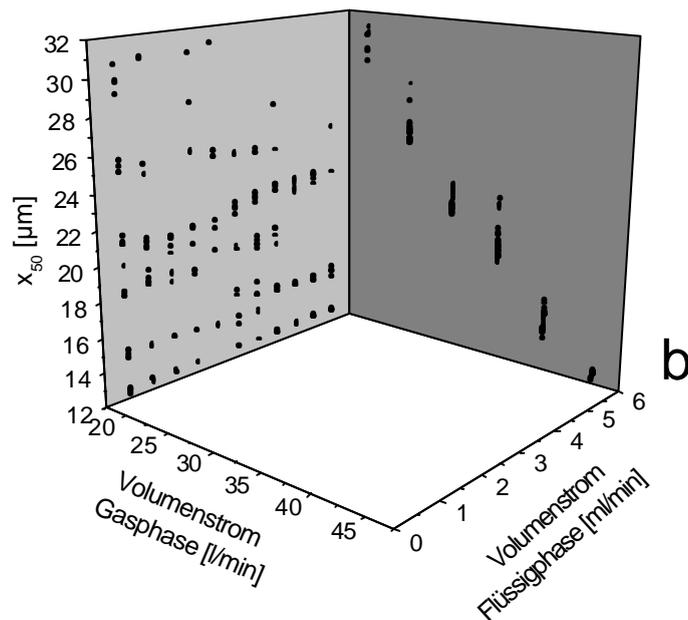


Abbildung 5-18b: Lavaldüse 0104kli-laval-na-06-geteilt.dwg (Anhang 9-1):  
xz- Projektion bzw. yz- Projektion der  $x_{50}$ -Werte

## 5. Ergebnisse und Diskussion

---

Durch die unterschiedliche Position der Kammerrückwand des Prüfstandes kann die Entfernung der Kanülenspitze zum Düseneinlauf eingestellt werden. In Abbildung 5-19 sind die erhaltenen  $x_{50}$ -Werte für die Zerstäubung von einem 100,0  $\mu\text{l/s}$  Flüssigkeitsstrom in Lavaldüse B bei 9 bar dargestellt.

In einem gewissen Bereich vor dem Düseneinlauf bleibt die Zerstäubung gleichmäßig fein. Beim Eintauchen der Kanüle in die Düse vergrößert sich das resultierende Tropfenspektrum stark. Auch ein zu großer Abstand zwischen Kanülenspitze und Düseneinlauf hat einen negativen Effekt auf die Feinheit des erzeugten Aerosols. Die weiteren Versuche werden deshalb im Abstand von 0 mm der Kanülenspitze zum Düseneinlauf durchgeführt.

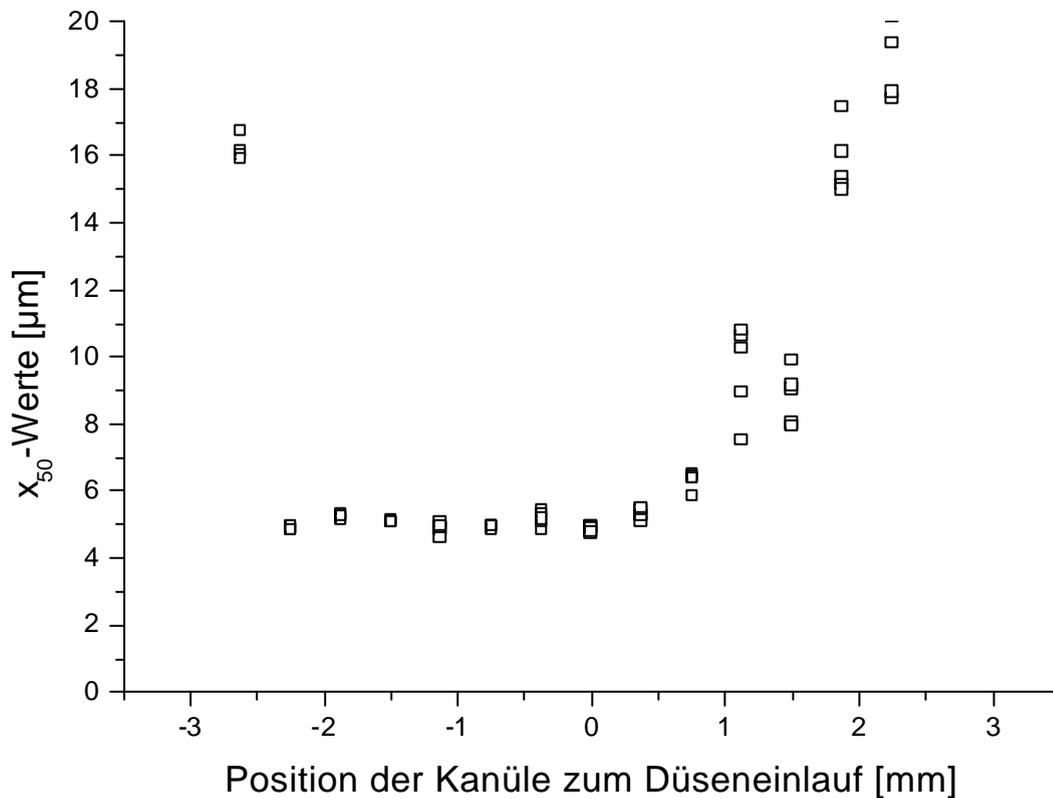


Abbildung 5-19:  $x_{50}$ -Werte von Lavaldüse B in Abhängigkeit zur Injektorposition

### 5.2.1. Verdichtungsstoß innerhalb der Düse

Es werden zunächst die Tropfenverteilungen der Volumenströme 12,5  $\mu\text{l/s}$ , 25,0  $\mu\text{l/s}$  und 100,0  $\mu\text{l/s}$  bei einem Vorkammerdruck von 9 bar untersucht.

Die Verteilungskurven von je fünf Einzelmessungen werden gemittelt (Abb. 5-20).

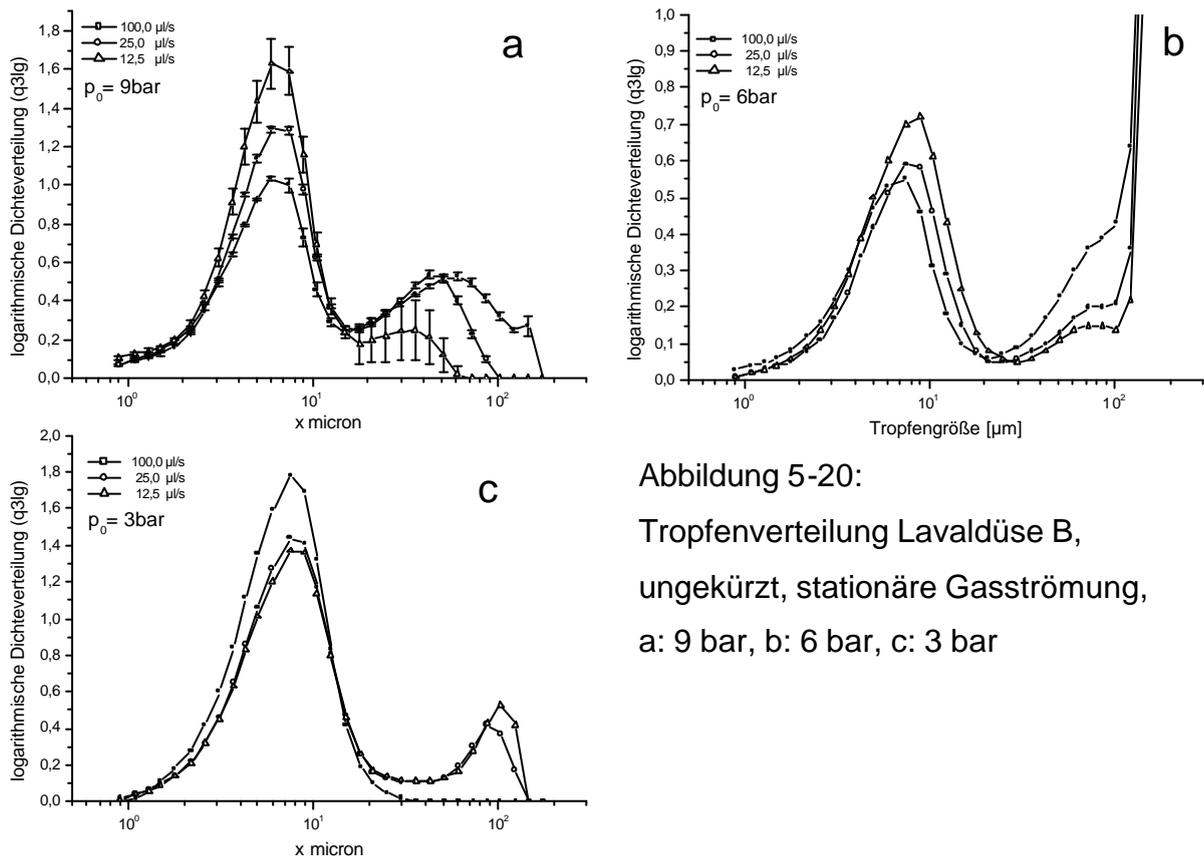


Abbildung 5-20:

Tropfenverteilung Lavaldüse B,  
ungekürzt, stationäre Gasströmung,  
a: 9 bar, b: 6 bar, c: 3 bar

Das erzeugte Aerosol weist unabhängig von der eingebrachten Flüssigkeitsmenge eine bimodale Verteilung auf.

Der Median der Feinfraktion liegt stets bei 6  $\mu\text{m}$ . Der Median der Grobfraktion schwankt je nach Volumenstrom der eingespritzten Flüssigkeit zwischen 40 und 70  $\mu\text{m}$ . Mit Verringerung des Volumenstroms steigt der Anteil an feinen Tropfen.

Bei einem Vorkammerdruck von 6 bar ist der Flüssigkeitsaufbruch nicht mehr vollständig. Grobe Tropfen lösen sich von der Auslasskante der Lavaldüse und führen zu Überschreitungen des Messbereichs. Nach wie vor ist die Verteilung bimodal und hat die gleiche Lage wie beim Aufbruch bei einem Druck von 9 bar.

Bei einem Kesseldruck von 3 bar fließt schließlich ein Teil des Wassers am Auslass der Düse ab, da es vom Gasstrom nicht mehr mitgerissen wird. Das Spray in der

Messzone ist bei 12,5  $\mu\text{l/s}$  und 25,0  $\mu\text{l/s}$  ebenfalls bimodal, aber gröber als bei höheren Zerstäuberdrücken. Bei 100,0  $\mu\text{l/s}$  verschwindet die Grobfraction.

Im instationären Gasstrom zerstäubt Lavaldüse B eine dosierte Flüssigkeitsmenge sehr viel schlechter. Wie in Abbildung 5-11 dargestellt expandiert das Gas aus einem mit Pressluft unter 10 bar geladenen Kessel durch die Düse. Bei dem Vorkammerdruck von 9 bar wird der Hub mit (a) 100  $\mu\text{l/s}$ , (b) 50  $\mu\text{l/s}$  und (c) 12,5  $\mu\text{l/s}$  ausgeführt und das erzeugte Aerosol mit dem Laserdiffraktometer vermessen.

Anhand des Verlaufs der optischen Konzentration kann man sehen, dass sich das Aerosol unabhängig von der Hubgeschwindigkeit schnell aufbaut. Es bleibt bei den Volumenströmen von (a) und (b) während der gesamten Zeit stabil. Die Sprühdauer stimmt mit der Dauer des Flüssigkeitseintrages überein.

Bei Einspritzung von 100  $\mu\text{l/s}$  bzw. 50  $\mu\text{l/s}$  entsteht ein extrem dichtes Aerosol mit optischen Konzentrationen zwischen 18% bzw. 10%. Reduziert man den Flüssigkeitseintrag auf 12,5  $\mu\text{l/s}$ , sinkt auch die Dichte auf etwa 3% optischer Konzentration.

Die Stabilität der Tropfenverteilung über die Zeit steigt proportional zum Flüssigkeitsanteil im Aerosol. Bei einem Volumenstrom von 12,5  $\mu\text{l/s}$  setzt der Sprüh nach drei Sekunden zeitweilig aus (Abb. 5-22). Im Druckverlauf der Düsendifferenz kann man dort zu diesem Zeitpunkt auch eine Unstetigkeit erkennen (Abb. 5-11b). Die Druckkurve hat hier eine leichte Delle, bedingt durch die Kompressibilitätsänderung der Zweiphasenströmung. Die Ursache liegt mit hoher Wahrscheinlichkeit im ungleichmäßigen Flüssigkeitseintrag bei niedrigeren Flüssen.

Das bei der Zerstäubung entstehende Aerosol erfasst das Laserdiffraktometer bei einer Brennweite von  $f = 200$  mm nicht mehr vollständig. Da mit zunehmender Brennweite aber die Meßmethode anfälliger gegenüber optischen Inhomogenitäten der reinen Luftströmung wird, liefert ein Brennweitenwechsel auf  $f = 500$  mm keine besseren Ergebnisse (siehe Kap. 4.3.1.). Immerhin ist auch bei den so erhaltenen Messungen ein Aufbruch in eine Feinfraktion von unter 10  $\mu\text{m}$  zu erkennen.

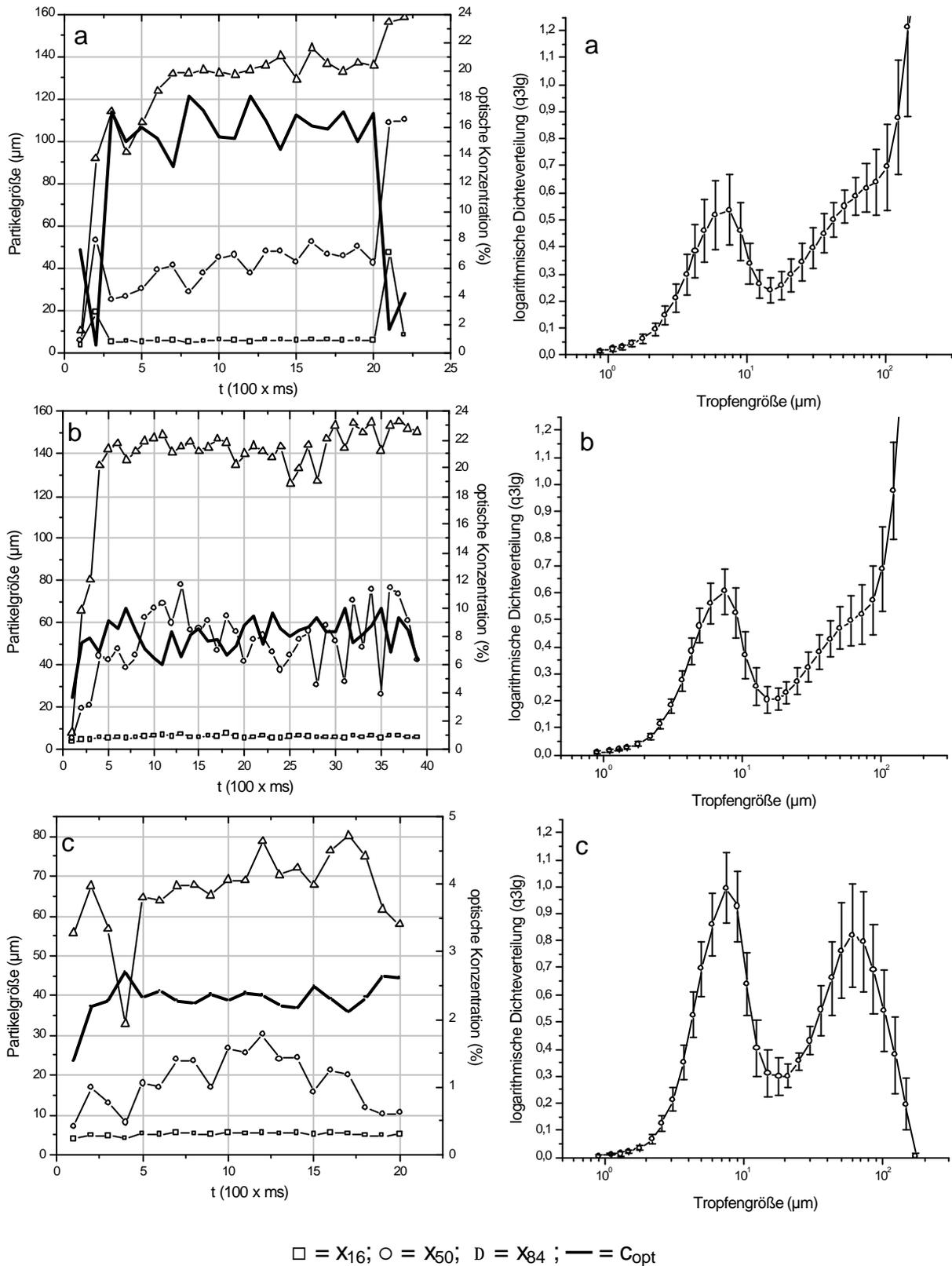


Abbildung 5-21: Tropfenverteilung Lavaldüse B, ungekürzt ,  
 200 µl in instationären Gasstrom bei 9 bar,  
**a:** 100 µl/s, **b:** 50 µl/s, **c:** 12,5 µl/s (2,5 s)

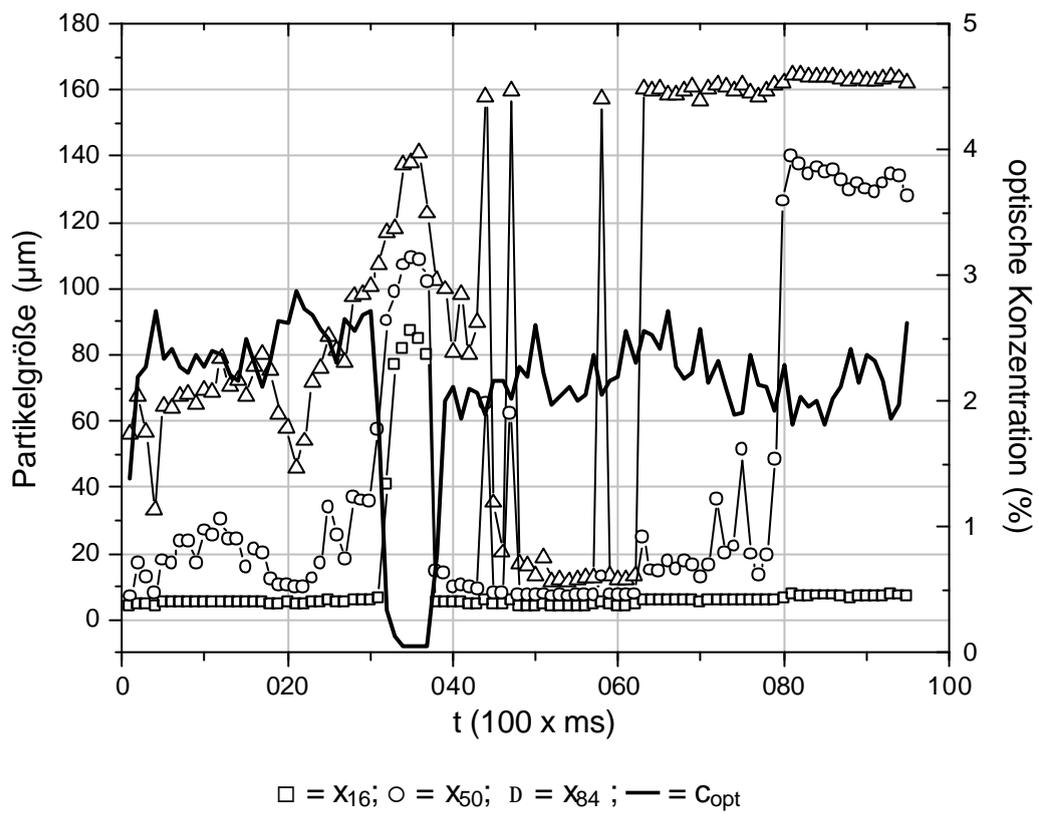


Abbildung 5-22: Tropfenverteilung Lavaldüse B, ungekürzt ,  
200 µl mit 12,5 µl/s in instationären Gasstrom bei 9 bar

### 5.2.2. Verdichtungsstoß außerhalb der Düse

Beim Kürzen von Lavaldüse B kann eine deutliche Reduktion des Tropfenanteils mit einem Durchmesser von größer 10  $\mu\text{m}$  beobachtet werden. Die Grobfraction bildet nur noch eine Schulter der Kurve.

In der stationären Gasströmung ist der Tropfenaufbruch über den gesamten Druckbereich zwischen neun und drei bar vollständig (Abb.5-23). Dabei ist die Verteilung in ihrer Lage und Form bei höheren Zerstäuberdrücken weitgehend unabhängig. Um den Übergang zwischen 3 und 6 bar besser herausarbeiten, werden noch zusätzlich Messungen des Aerosols bei 3,7 bar (c) gemacht. In diesem Bereich wird der Tropfenaufbruch dramatisch schlechter.

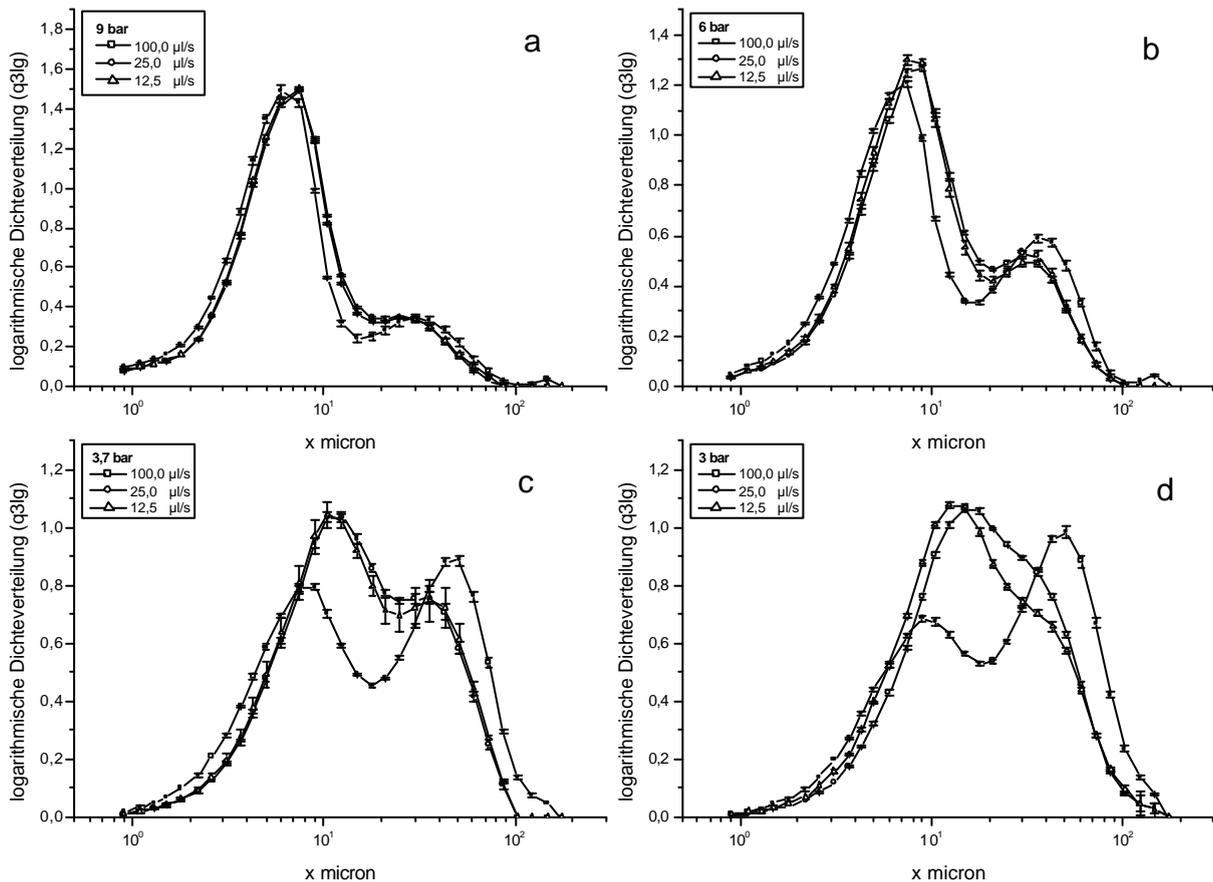


Abbildung 5-23: Tropfenverteilung Lavaldüse B, Divergenzlänge 0,2 mm, stationäre Gasströmung,  
**a:** 9 bar, **b:** 6 bar, **c:** 3,7 bar, **d:** 3 bar

## 5. Ergebnisse und Diskussion

Bei sinkendem Vorkammerdruck kann man, wie auch schon bei den Vorversuchen beobachtet, eine Verschiebung der Mediane der Tropfenverteilungen erkennen. Abbildung 5-24 zeigt deswegen noch einmal die gleichen Ergebnisse, wie zuvor, allerdings haben die Verteilungskurven der vier Graphiken nun immer den gleichen Flüssigkeitsvolumenstrom unter Variation des Drucks.

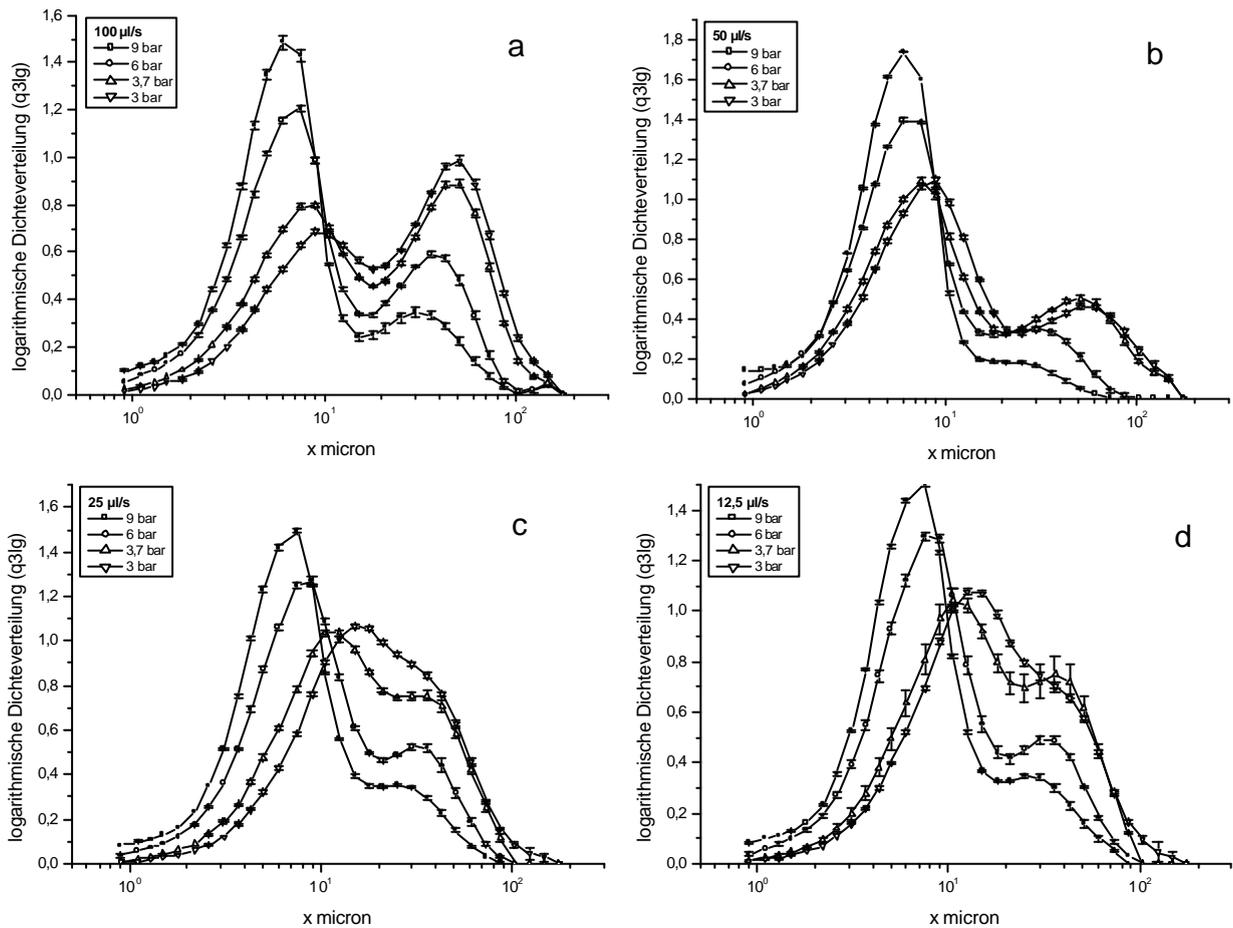


Abbildung 5-24: Tropfenverteilung Lavaldüse B, Divergenzlänge 0,2 mm, stationäre Gasströmung,  
a: 100 µl/s, b: 50 µl/s, c: 25 µl/s, d: 12,5 µl/s

Im vorhergegangenen Abschnitt wurde bereits dargelegt, dass die Zerstäubung einer dosierten Flüssigkeitsmenge im instationären Gasstrom zu einer erheblichen Vergrößerung des Tropfenspektrums im Sprühstrahl führt.

Daraus kann man ableiten, dass sich konstante Bedingungen, wie eine stabile Gasströmung durch die Düse, oder der gleichmäßige Flüssigkeitseintrag, günstig auf den Tropfenaufbruch auswirken. Der Einfluss jeder der beiden Faktoren für sich genommen wurde allerdings bislang nicht untersucht.

Deshalb wird zunächst mit dem Schrittmotor eine dosierte Flüssigkeitsmenge in den stationären Gasstrom, danach in den instationären Gasstrom eingespritzt.

Die Abbildungen 5-25 bis 5-27 zeigen den dosierten Flüssigkeitseintrag von 200  $\mu\text{l}$  mit (b) 100  $\mu\text{l/s}$ , (c) 50  $\mu\text{l/s}$  und (d) 12,5  $\mu\text{l/s}$  in die stationäre Strömung.

Da auch hohe Flüssigkeitsströme in den vorhergehenden Versuchen gute Ergebnisse erzielen, wird dieser mit (a) 250  $\mu\text{l/s}$  noch einmal gesteigert.

Zunächst lässt sich erkennen, dass ein Wechsel vom kontinuierlichem zum dosierten Flüssigkeitseintrag bei hohen Zerstäuberdrücken (Abb. 5-25) keine Änderung der Verteilung bewirkt. Bei 6 bar, wie auch bei 3 bar (Abb. 5-26 und 5-27) ist der Grobanteil bei einem dosierten Hub ein wenig höher, im Verhältnis der Verteilungen zu einander ändert sich aber nichts.

Bei einem Volumenstrom von 250  $\mu\text{l/s}$  ist die Leistungsgrenze der Düse überschritten. Die Flüssigkeit wird nicht mehr ausreichend zerkleinert.

Dauer und Höhe der optischen Konzentration korreliert in allen Messungen mit dem ausgeführten Hub des Schrittmotors. Obgleich die optische Konzentration nicht dem Lambert-Beer'schen Gesetz unterliegt, kann man hier einen guten Zusammenhang feststellen. Bei Volumenströmen von 12,5  $\mu\text{l/s}$  erreicht sie nur mehr einen Wert von 1,5 %.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

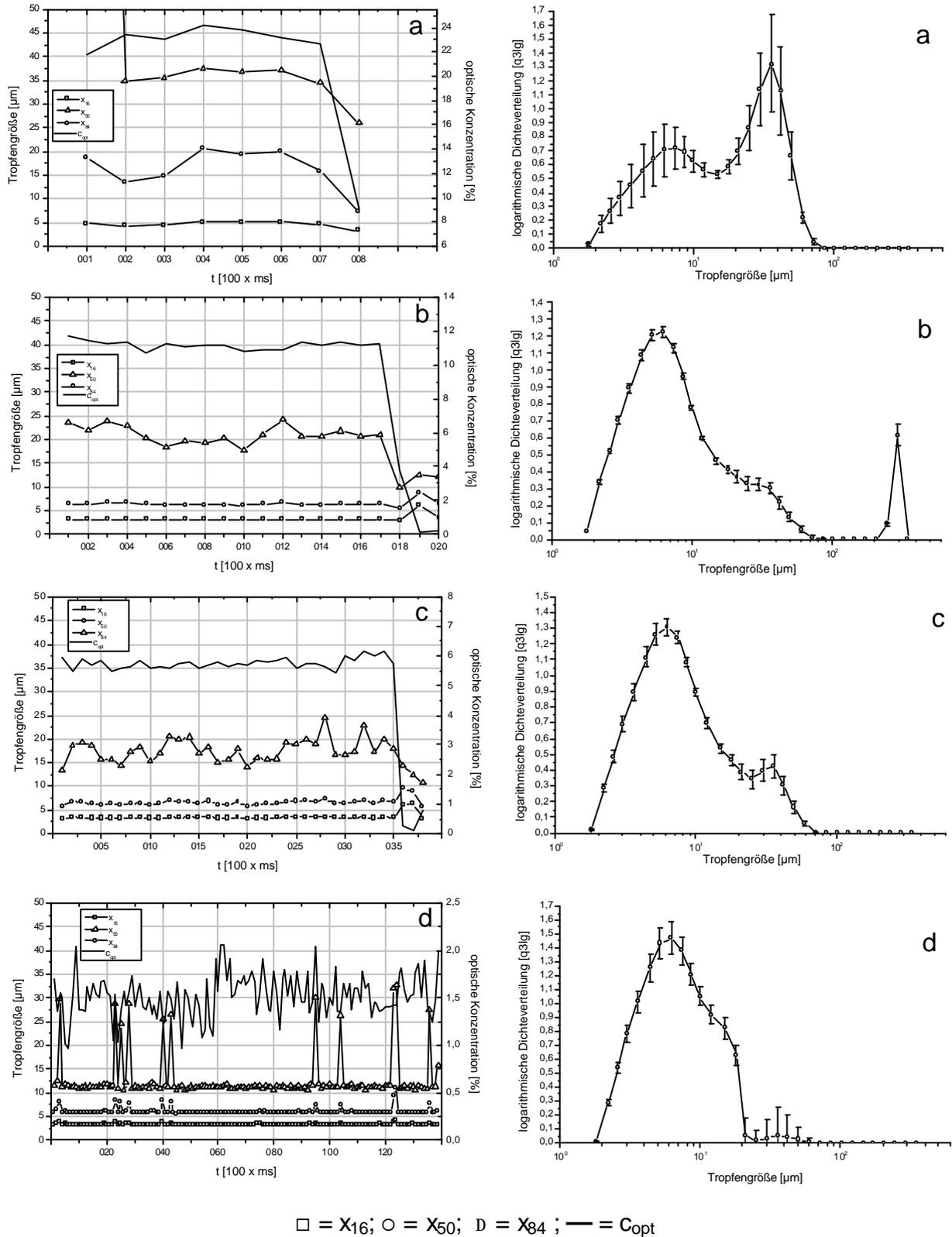


Abbildung 5-25: Dosierte Flüssigkeitseintrag in stationäre Gasströmung  
 $p_0 = 9 \text{ bar}$ , Modell B,  
**a:**  $250 \mu\text{l/s}$ , **b:**  $100 \mu\text{l/s}$ , **c:**  $50 \mu\text{l/s}$ , **d:**  $12,5 \mu\text{l/s}$

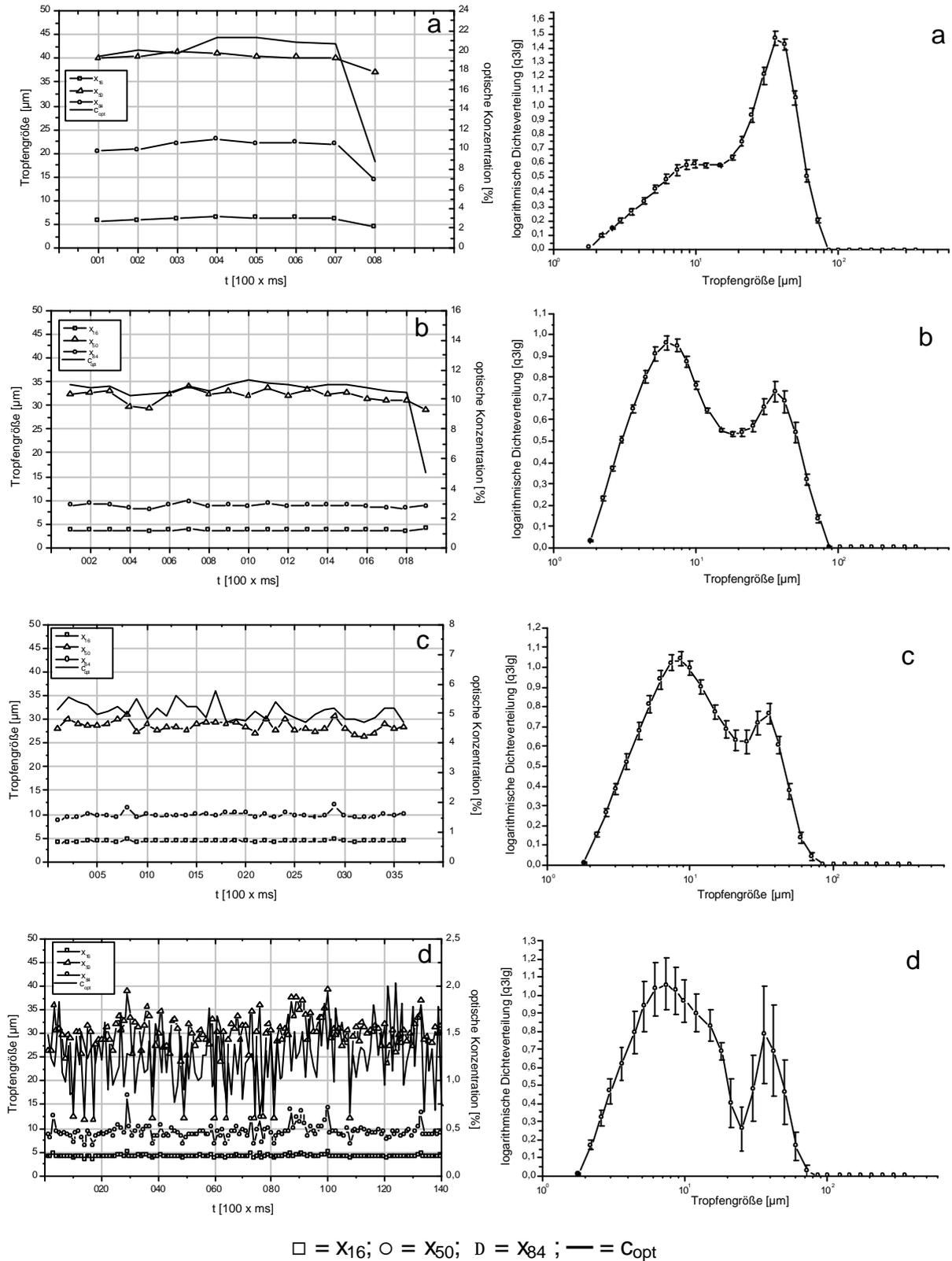


Abbildung 5-26: Dosierter Flüssigkeitseintrag in stationäre Gasströmung  $p_0=6\text{bar}$ , Modell B,  
**a:** 250  $\mu\text{l/s}$ , **b:** 100  $\mu\text{l/s}$ , **c:** 50  $\mu\text{l/s}$ , **d:** 12,5  $\mu\text{l/s}$

## 5. Ergebnisse und Diskussion

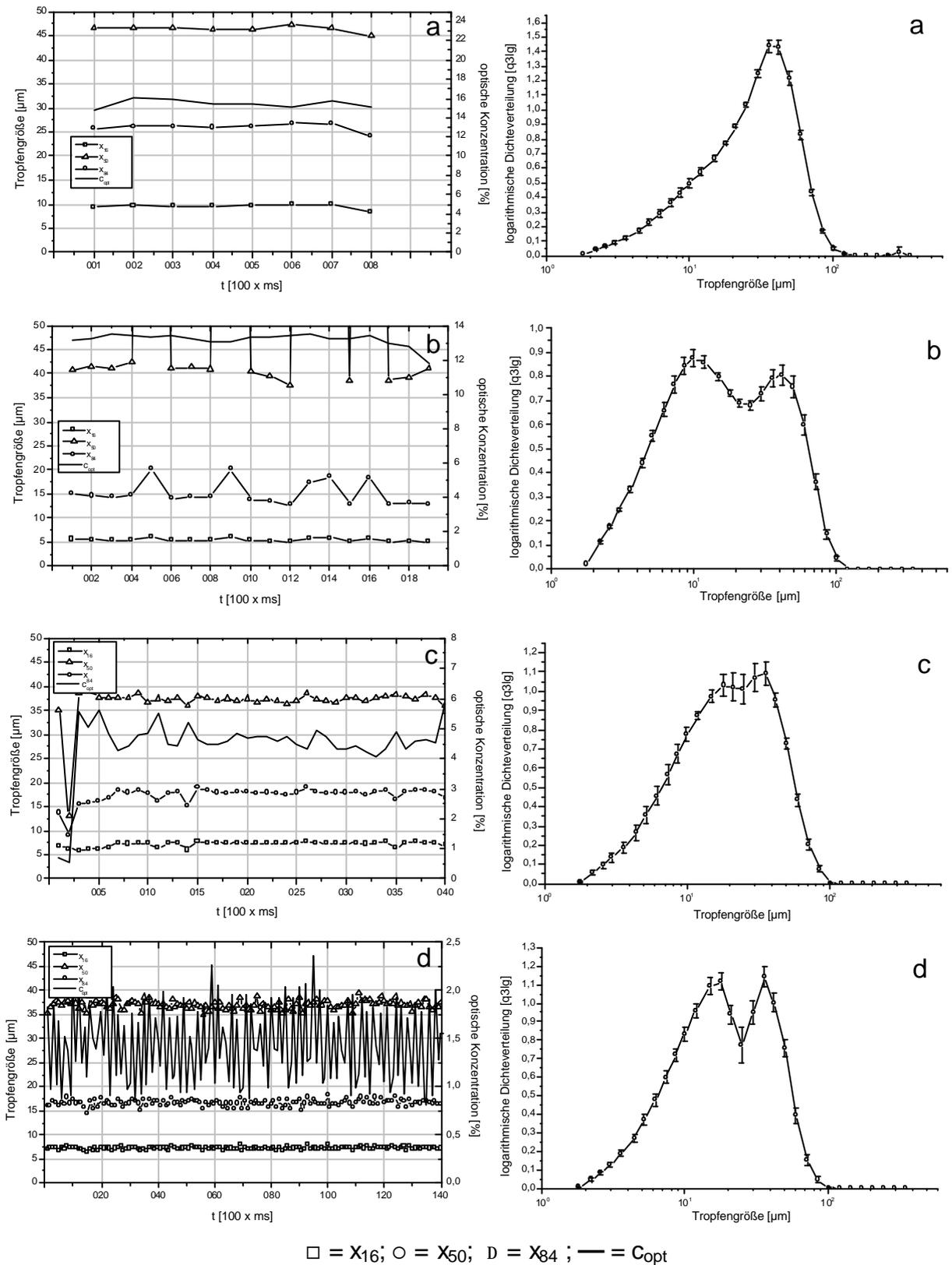


Abbildung 5-27: Dosierte Flüssigkeitseintrag in stationäre Gasströmung  
 $p_0 = 3 \text{ bar}$ , Modell B,  
**a:**  $250 \mu\text{l/s}$ , **b:**  $100 \mu\text{l/s}$ , **c:**  $50 \mu\text{l/s}$ , **d:**  $12,5 \mu\text{l/s}$

Nachdem geklärt ist, dass ein dosierter Flüssigkeitseintrag in den stationären Gasstrom den Tropfenaufbruch nicht grundlegend verändert, gilt es nun die gleichen Versuche bei einer instationären Strömung durchzuführen.

Die Abbildungen 5-28 bis 5-30 zeigen den dosierten Flüssigkeitseintrag von 200  $\mu\text{l}$  mit (a) 250  $\mu\text{l/s}$ , (b) 100  $\mu\text{l/s}$ , (c) 50  $\mu\text{l/s}$  und (d) 12,5  $\mu\text{l/s}$  in die nun instationäre Strömung.

Der Verlauf der optischen Konzentrationen ist mit den vorhergehenden Versuchen identisch- bezüglich Dauer und Dichte des Sprühs ergeben sich keine Veränderungen.

Auch die Tropfenverteilungen sind nach wie vor mit den erzielten Ergebnissen in der stationären Gasströmung zu vergleichen. Da der Zerstäubendruck über Dauer des Hubes kontinuierlich abnimmt, zeigen die Tropfenverteilungen in gewisser Weise den Übergang zwischen zwei diskreten Druckniveaus. Im zeitlichen Verlauf wandern die Lageparameter ( $x_{16}$ ,  $x_{50}$  und  $x_{84}$ ) langsam zu höheren Werten.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

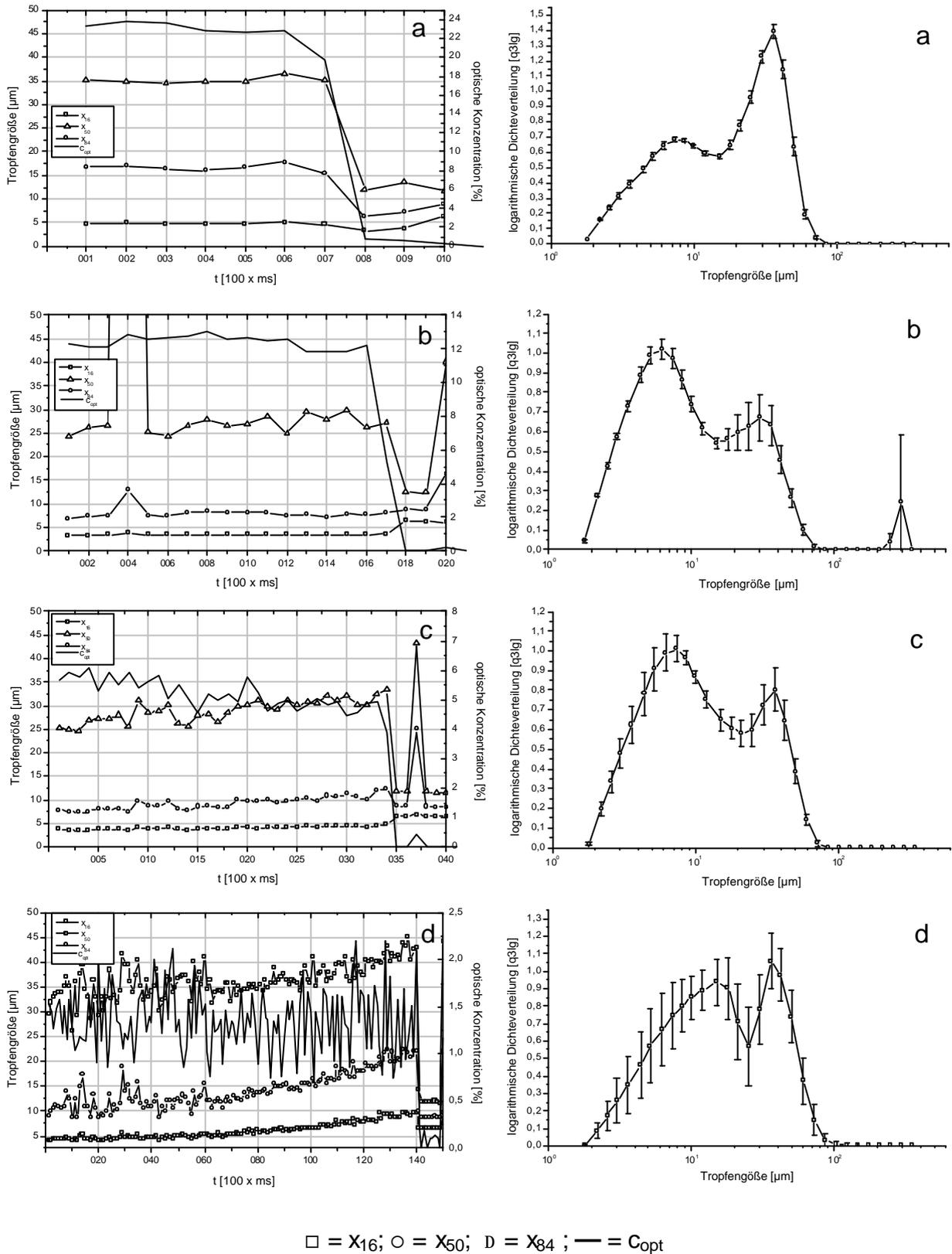


Abbildung 5-28: Dosierte Flüssigkeitseintrag in instationäre Gasströmung  
 $p_0 = 9$  bar, Modell B,  
**a:** 250  $\mu\text{l/s}$ , **b:** 100  $\mu\text{l/s}$ , **c:** 50  $\mu\text{l/s}$ , **d:** 12,5  $\mu\text{l/s}$

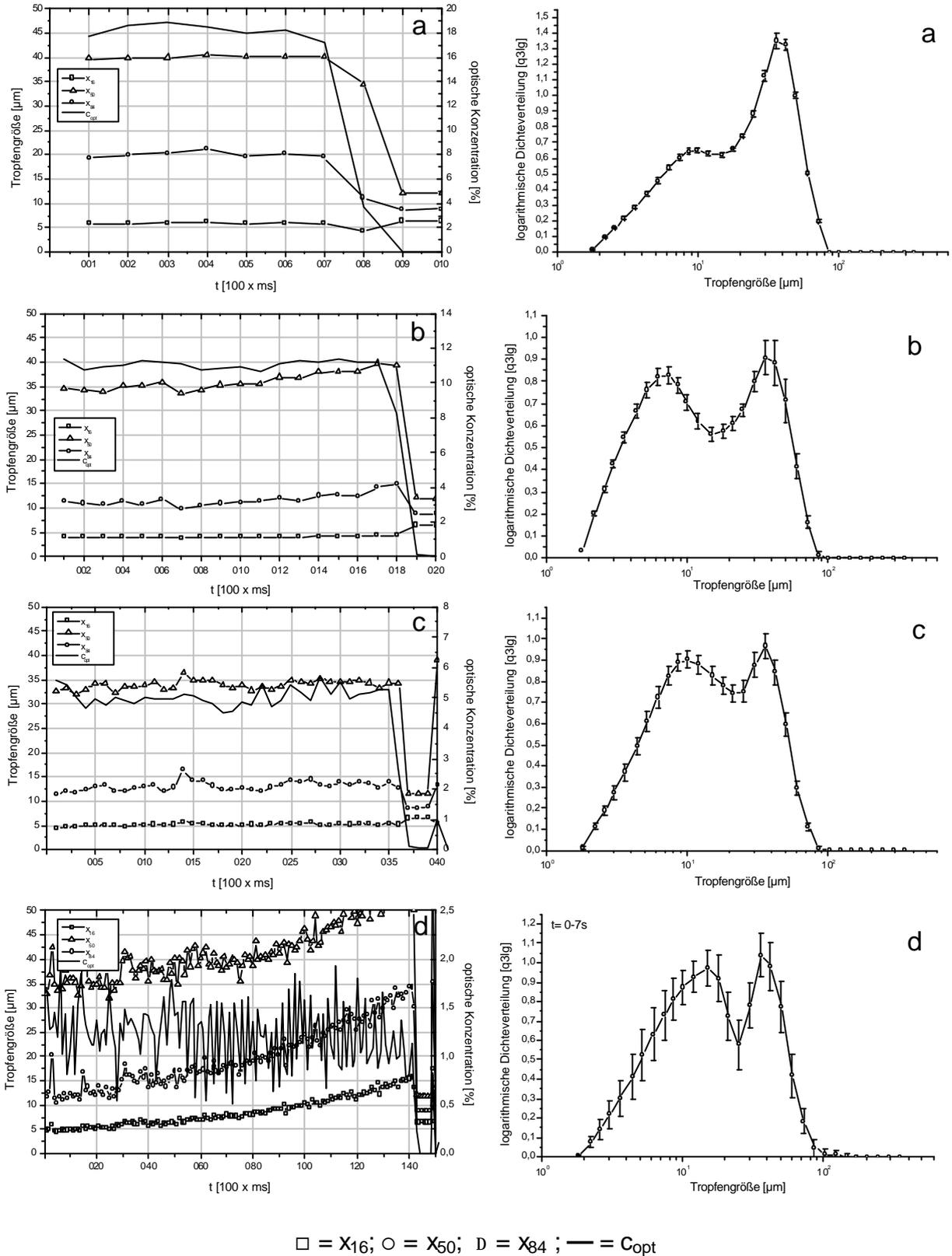


Abbildung 5-29: Dosierte Flüssigkeitseintrag in instationäre Gasströmung  
 $p_0=6$  bar, Modell B,  
**a:** 250  $\mu\text{l/s}$ , **b:** 100  $\mu\text{l/s}$ , **c:** 50  $\mu\text{l/s}$ , **d:** 12,5  $\mu\text{l/s}$

## 5. Ergebnisse und Diskussion

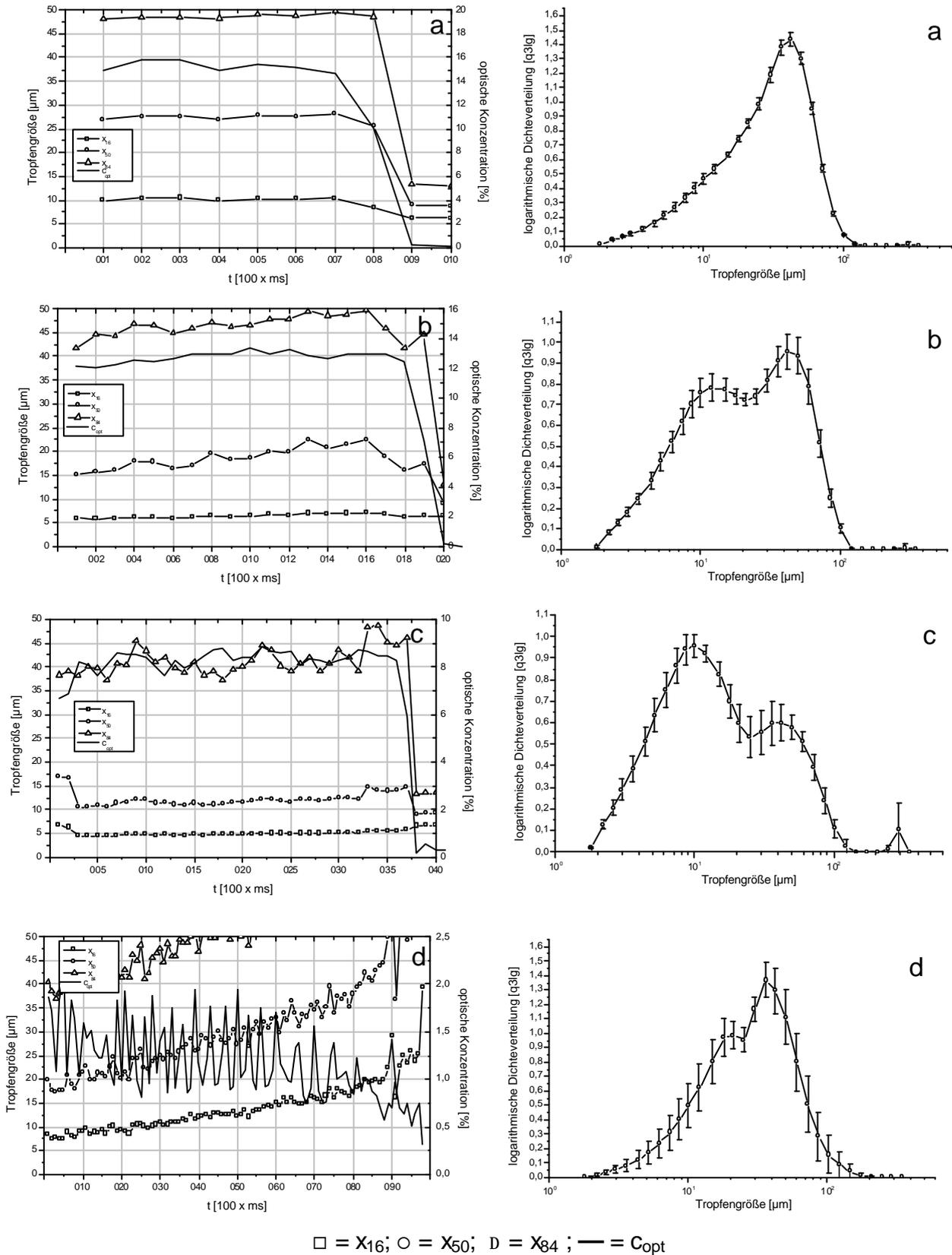


Abbildung 5-30: Dosierte Flüssigkeitseintrag in instationäre Gasströmung  
 $p_0 = 3$  bar, Modell B,  
**a:** 250  $\mu\text{l/s}$ , **b:** 100  $\mu\text{l/s}$ , **c:** 50  $\mu\text{l/s}$ , **d:** 12,5  $\mu\text{l/s}$

## 6. Zusammenfassung

Die pulmonale Applikation eröffnet interessante Therapiemöglichkeiten für schlecht bioverfügbare Arzneistoffe. Allerdings stellt die Überwindung physiologischer Barrieren bei der Verabreichung hohe Anforderungen an die Entwicklung von geeigneten Inhalatoren. Der häufige Richtungswechsel des Atemstroms in den Luftwegen erlaubt nur Teilchen mit geringer Massenträgheit ein Vordringen in tiefere Regionen und damit auch eine systemische Wirkung. Klinische Studien zeigen, dass therapeutisch nutzbare Partikel kleiner als 10  $\mu\text{m}$  sein müssen. Größere Tropfen sind zu träge, um den wechselnden Richtungen des Luftstroms in die Lunge zu folgen und deponieren bereits im Rachenraum bzw. in den Bronchien. Kleinere Tropfen hingegen deponieren gar nicht und werden wieder ausgeatmet.

Durch die veränderte Marktsituation nach dem Verbot der bislang gebräuchlichen FCKW-haltigen Sprays, müssen neue Inhalationshilfen diese ersetzen. Neben Pulverinhalatoren und alternativen Treibgasen, werden Flüssigkeitsvernebler auf Wasserbasis entwickelt. Aufgrund der hohen Anforderungen an einen Inhalator, muss das Zerstäubungsprinzip möglichst einfach geartet sein, um Medikamente in eine lungengängige Form zu überführen.

Mit einem vergleichsweise einfachen Laboraufbau können durch eine nicht angepasste Lavaldüse Aerosole unterhalb von 10  $\mu\text{m}$  Tropfengröße erzeugt werden. Zwei Mechanismen sind für den Tropfenaufbruch maßgeblich verantwortlich. Zum einen führt das Überwiegen der aerodynamischen Widerstandskraft, abhängig von der Dichte und der Relativgeschwindigkeit des Gases über die, in den Tropfen hinein gerichtete Oberflächenspannung zu dessen Zerfall.

Bei der Entspannungsströmung eines Gases durch diese Lavaldüse entsprechender Auslegung, treten aber auch so genannte Verdichtungsstöße auf. Sie ändern im Bereich weniger Mikrometer schlagartig die Geschwindigkeit, den Druck, die Dichte, Temperatur und Entropie der Strömung. Der starke Druckgradient, den ein Tropfen beim Passieren eines Verdichtungsstoßes erfährt, bewirkt dessen Aufbruch in kleinere Tröpfchen.

Bei einer pneumatischen Zerstäubung durch ein komprimiertes, nicht druckverflüssigbares Gas, sinkt der Zerstäuberdruck über die Sprühdauer kontinuierlich ab. In

vorliegender Arbeit wird zunächst die Lavalströmung eines reinen Gases (Luft) durch eine gegebene Geometrie untersucht. Experimente zeigen, dass durch die Vorgabe weniger Randdaten, wie des kritischen Düsendurchmessers und des Isentropenexponenten, die überkritische Strömung eines bekannten Gasvolumens aus einem Kessel bereits gut angenähert werden kann (Abb. 5-1 und 5-2). Sowohl Kesselvolumen als auch Strömungsquerschnitt des kritischen Düsendurchmessers können um mehr als den Faktor 10 verändert werden. Trotzdem weichen die berechneten Druckverläufe wenig von den gemessenen Werten ab. Die Simulation geht allerdings von einigen Grundannahmen aus, die für die Experimente im Versuchsaufbau nicht gelten. Es werden in der Berechnung weder die dissipierte Energie durch Reibung an den Wänden, noch der Druckverlust durch die konstruktiv bedingte Vorströmung nach Versuchsaufbau 4-2 berücksichtigt.

Der Verdichtungsstoß wird über den Druckverlauf innerhalb der Lavaldüse ermittelt. Dazu werden senkrecht zur Strömung an einer Modelldüse zehn Mikrobohrungen angebracht, über die der statische Druck erfasst werden kann. Sowohl in Einphasen-, wie auch Zweiphasenströmungen, bei stationären und instationären Strömungsbedingungen kann der Verdichtungsstoß nachgewiesen werden. Er ist dabei in seiner Tiefe und Position in der durchströmten Düse abhängig vom Vorkammerdruck. Sinkt dieser, bewegt sich der Verdichtungsstoß innerhalb der Düsendifferenzstromaufwärts zum engsten Düsenquerschnitt hin und flacht ab. Bei der Beobachtung einzelner Strömungsquerschnitte kann man diskrete Druckstöße erkennen, die dicht hintereinander gestaffelt, die Überschallströmung verzögern. Eindimensionale Berechnungen, die einen einzelnen Verdichtungsstoß senkrecht zur Strömungsachse (Abb. 2-5) zeigen, vereinfachen die realen Bedingungen zu stark, um dies wiederzugeben.

Anhand der Schlierenbilder kann auch nachgewiesen werden, dass die Verdichtungsstöße aufgrund der Wandreibung schräg verlaufen (Abb. 2-6) und anschließend auch schräg aus der Divergenz austreten (Abb. 5-16).

Im Experiment hat ein geringer Flüssigkeitsanteil (<1%) keinen erkennbaren Einfluss auf die Strömung. Eine höhere Beladung des Gasstromes mit inkompressiblen Komponenten verringert den Strömungsquerschnitt der engsten Düsenstelle für

kompressible Fluide. Als Folge verlängert sich die Entspannungszeit eines Gases mit gleichem Ausgangsdruck aus einem definierten Kessel (Abb. 5-9 und 5-10).

Auch der an einem Strömungsquerschnitt der Lavaldüse anliegende statische Druck ist abhängig von dem Mischungsverhältnis zwischen Gas und Flüssigkeit. Bei gleichen Volumenströmen steigt er im divergenten Düsenteil, vor und nach dem Verdichtungsstoß, proportional zum Flüssigkeitsanteil der Zweiphasenströmung an (Abb. 5-11). Im Vergleich zur reinen Gasströmung ist hier die Kompressibilität des Gas- Flüssigkeitsgemisches mit steigendem Flüssigkeitsanteil herabgesetzt (Gl. 2.5).

Flüssigkeit (Wasser) wird mit einer stumpfen Kanüle (ID 0,565 mm) in die stationäre Entspannungsströmung eines Gases (Luft) am Einlauf einer Lavaldüse eingebracht. Aufgrund der aerodynamischen Kräfte, die auf den Flüssigkeitsfaden wirken, zerwellt dieser und bildet ein grobes Primärspray. Da dieses unmittelbar beim Durchlaufen der Lavaldüse weiter zerkleinert wird, ist eine Messung seiner Tropfengröße nicht möglich. Bei geringer Beladung des Gasstroms mit Flüssigkeit, hat nur der Kessel- druck einen Einfluss auf die Feinheit des erzeugten Aerosols (Abb. 5-18a und 5-18b). Es lassen sich so schon in Versuchen mit vergleichsweise großen Düsengeometrien ( $d^* = 2 \text{ mm}$ ) monomodale Aerosole mit enger Verteilung erzeugen. Die Durchmesser der Tropfen liegen zwischen 10 und 30  $\mu\text{m}$ .

Die Position der Kanüle zum Düseneinlauf hat einen signifikanten Einfluss auf die Feinheit des Aerosols. Über einen gewissen Bereich vor dem Düseneinlauf bleibt die Tropfengrößenverteilung des Sprays konstant (Abb. 5-19). Taucht die Kanüle in die Düse ein, wird die Strömung gestört und die erzeugten Tropfen werden größer.

Bei welchen Kesseldrücken eine überkritische Lavalströmung erreicht wird, ist direkt vom Düsenquerschnitt an der engsten Stelle abhängig. Der Volumenstrom steigt dann linear mit zunehmendem Kesseldruck. Da der engste Querschnitt von Laval- düse A das 20- fache dessen von Lavaldüse B beträgt, wird nach Gleichung 2.1 der kritische Massenstrom um diesen Faktor größer. Für ein Inhalationsgerät ist der Gasvolumenstrom bei Raumdruck relevant. Die Umrechnung der druckseitigen Messungen erfolgt nach dem Gesetz von Boyle - Mariotte. Nach Abb. 5-5 wird offensichtlich, dass auch der engste Querschnitt bei Lavaldüse B für den Einbau in einen Inhalator noch zu groß ausgelegt ist.

Der inspiratorische Fluss variiert beim Menschen je nach Alter, Konstitution und Erkrankungen zwischen 20 und 40 l/min. Dies muss bei der Konstruktion der Düse berücksichtigt werden. Die Geschwindigkeit, mit der die Tröpfchen in die Atemwege eingebracht werden ist neben der Tropfengröße entscheidend für eine hohe Bioverfügbarkeit des Aerosols. Bei zu hohen Geschwindigkeiten deponiert ein großer Teil bereits im Mund- Rachenraum und den oberen Luftwegen. Daher muss der vom Dosieraerosol erzeugte Gasstrom dem inspiratorischen Fluss des Patienten angeglichen sein.

Mit kleineren Düsengeometrien ( $d^* = 0,4$  mm) können im stationären Gasstrom feinere Aerosole erzeugt werden. Die Tropfengrößenverteilung ist allerdings bimodal und das Aerosol besitzt neben einer Feinfraktion mit Median um 6  $\mu\text{m}$  auch noch grobe Tropfen von bis zu 70  $\mu\text{m}$  Durchmesser. Im instationären Gasstrom zerstäubt die Düse sehr viel schlechter. Der Anteil an Tropfen oberhalb 10  $\mu\text{m}$  Durchmesser nimmt deutlich zu. Trotzdem kann auch unter diesen Bedingungen das Entstehen von feinen Tropfen mit einem Verteilungsmedian von 6  $\mu\text{m}$  beobachtet werden.

Die Existenz der groben Tropfen kann zum einen daher rühren, dass ein Teil der eingebrachten Flüssigkeit als „Wandfilm“ die Düse durchläuft und vom Verdichtungsstoß nicht erfasst wird. Dieser Effekt geht bei niedrigen Kesseldrücken so weit, dass ein Teil des Wassers am Auslass der Düse abfließt, ohne vom Gasstrom mitgerissen zu werden (Abb. 5-20c). Auch führt eine Erhöhung des Flüssigkeitsanteils zu einer Zunahme von großen Tropfen (Abb. 5-20a). Somit gibt es für jede Düse eine maximale Beladung des Gasstroms mit Flüssigkeit, um einen optimalen Tropfen-aufbruch zu erzielen.

Einen weiteren Einfluss können auch die Vorgänge hinter dem Verdichtungsstoß auf das entstehende Aerosol haben. Die turbulente Unterschallströmung vor dem Düsen-auslass begünstigt eine Koaleszenz der bereits aufgebrochenen Tropfen. Daraus folgt, dass der Verdichtungsstoß möglichst weit am Ende der Düse liegen sollte, um ein gutes Ergebnis bei der Zerstäubung zu erzielen.

Abbildung 5-15 zeigt, dass sich unabhängig von der Länge des divergenten Teils der Lavaldüse der Verdichtungsstoß bei den gleichen Strömungsquerschnitten befindet.

Das Kürzen der Lavaldüse verschiebt den Verdichtungsstoß relativ zu ihrer Gesamtlänge stromabwärts. Bei sehr kurzen Divergenzlängen tritt der Verdichtungsstoß schließlich außerhalb der Düse auf (Abb. 5-16).

Bei solch einer Optimierung der Düsenlänge wird das Entstehen von Tropfen oberhalb von 10  $\mu\text{m}$  Durchmesser im stationären Gasstrom fast vollständig verhindert. Im instationären Gasstrom wird ihre Menge stark reduziert. Der Median der fein verteilten Tropfen ändert sich allerdings nicht und liegt nach wie vor bei 6  $\mu\text{m}$ .

Der Tropfenaufbruch mit Hilfe der gekürzten Düse ist sehr viel robuster gegenüber instationären Randbedingungen. Das erzeugte Aerosol verändert sich nicht signifikant beim Vergleich zwischen einer stationären und instationären Gasströmung, sowie zwischen einem kontinuierlichen und dosierten Flüssigkeitseintrag in die Düse. Da der Zerstäuberdruck über die Dauer des Hubes kontinuierlich abnimmt, nehmen die Lageparameter der Tropfengrößenverteilungen über diesen Zeitraum hin zu (Abb. 5-28 bis 5-30). Das erzeugte Aerosol ist zu Beginn eines Hubes feiner, als an dessen Ende.

Mit der vorliegenden Arbeit sind die Grundlagen zur Konstruktion eines Zerstäubungssystems mit Hilfe einer nicht angepassten Lavaldüse geschaffen worden. Eine Verkleinerung der Düsenabmessungen auf einen Durchmesser von 0,2 mm an der engsten Stelle und darauf abgestimmter Einspritzung des Primärsprays wird während des Anfertigungs dieser Arbeit durchgeführt. Der Gasvolumenstrom kann so auf ein physiologisch gut verträgliches Maß reduziert werden. Dies würde die klinische Erprobung dieses neuartigen Zerstäubungssystems ermöglichen.

## 7. Literaturnachweis

AIGNER, M.: Charakterisierung der bestimmenden Einflussgrößen bei der luftgestützten Zerstäubung, Dissertation, Karlsruhe (1986)

BOHL, W.: Technische Strömungslehre, Vogel Fachbuch, Kamprath-Reihe, 10. Auflage (1994)

BYRON R. Respiratory Drug Delivery, CRC Press, Boca Ranton (1990)

CLARK A.R.: The use of laser diffraction for the evaluation of aerosol clouds generated by medical nebulizers, *Int. J. Pharm.* 115, 69-78 (1995)

CLARK A.R. et al.: Towards meaningful laboratory tests for evaluation of pharmaceutical aerosols, *J. Aerosol Med.*, 11(Suppl1), S1-S10, (1998)

CORCORAN T.E. et al.: Optical measurement of nebulizer sprays: a quantitative comparison of diffraction, phase doppler interferometry, and time of flight techniques, *J. Aerosol Sci.* 31(1), 35-50 (2000)

CZOSKE K.: Aufbau und Einsatz verschiedener optischer Messverfahren und Druckmessungen an Überschallströmungen, Studienarbeit, RWTH Aachen (1996)

DOLOVICH M.: Characterization of medical aerosols: Physical and clinical requirements for new inhalers, *Aerosol Sci. Technol.*, 22, 392- 399 (1995)

DOLOVICH M.: New propellant- free Technologies under investigation, *J. Aerosol Med.*, 12(Suppl1), S9- S15 (1999)

EUAB: Europäisches Arzneibuch , 4. Ausgabe, Deutscher Apotheker Verlag Stuttgart (2002)

GANDERTON D.: Targeted delivery of inhaled drugs: Current challenges and future goals, *J. Aerosol Med.*, 12(Suppl1), S3-S8, (1999)

GERTHSEN, KNESER, VOGEL: Physik, Springer- Verlag, Berlin (1974)

HICKEY A.: Inhalation Aerosols, Marcel Dekker, New York (1996)

HELOS 12LA/KA- Benutzerhandbuch, Sympatec GmbH, D- Clausthal- Zellerfeld (1994)

HELOS KF- Benutzerhandbuch, Sympatec GmbH, D-Clausthal- Zellerfeld (2001)

KELLER M.: Pharmazeutische Aerosole: Eigenschaften, Anforderungen, FCKW- Problematik und mögliche Alternativen, DAZ 131(7), 263-269 (1991)

KÖHLER D, FLEISCHER W.: Was ist gesichert in der Inhalationstherapie?, Arcis- Verlag, München (1991)

LÖTTERS J.C. et al.: Economical thermal mass flow sensor based on constant temperature anemometry, Paper d. Fachmesse Sensor 99 (1999)

MONOGRAPHIE INHALANDA (Zubereitungen zur Inhalation) 4. Ausgabe, 4. Nachtrag, 4366-4371, Deutscher Apotheker Verlag Stuttgart (2003)

MÜLLER R.H., SCHUHMANN R.: Teilchengrößenmessung in der Laborpraxis, Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft Stuttgart (1996)

NEWMAN S.: Deposition an effects of inhalation aerosols, AB DRACO (Astra Respiratory), Lund, Sweden (1983)

PORSTENDÖRFER J. et al.: Effect of evaporation on the size distribution of nebulized aerosols, J. Aerosol Sci., 8, 371-380 (1977)

SAND J.-M.: Applikationshilfen für die inhalative Asthmatherapie, APV- Pharmazie in der Praxis, 14(3), 1-5 (1990)

SCHADE, KUNZE: Strömungslehre, de Gruyter Lehrbuch, 2. Auflage (1989)

SCHÖNE A.: Meßtechnik, Springer, Berlin Heidelberg (1994)

SCHÜTZ H.J.: Alternativen zu FCKW- haltigen Dosieraerosolen- Hochdruckdosier- pumpen als mögliche Alternative, APV- Seminar, Köln (1991)

SETTLES G.S.: Schlieren and shadowgraph techniques, Springer- Verlag, Berlin- Heidelberg- New York (2001)

SHRAIBER A. et al.: Deformation and Breakup of Drops by Aerodynamic Forces, Atomization and Sprays, 6(6), 667–692 (1996)

TEIPEL U. et al.: Größenanalyse transparenter Partikel mit Hilfe der Laserbeugungsspektrometrie I, VFI 2/95, 39-41 (1995)

TEIPEL U. et al.: Größenanalyse transparenter Partikel mit Hilfe der Laserbeugungsspektrometrie II, VFI 2/96, 39-40 (1996)

TEIPEL U. et al.: Partikelcharakterisierung mittels Laserbeugungsspektrometrie und dynamischer Lichtstreuung, Schüttgut 6(1), 25-30 (2000)

USP: United States Pharmacopoeia 26, United States Pharmacopoeial Convention, Rockville, MD (2003)

VDE/VDI RICHTLINIEN: VDE/ VDI 3513, Schwebekörper- Durchflussmesser: Berechnungsverfahren, VDI Verlag GmbH, Düsseldorf (1971)

VOIGT R.: Pharmazeutische Technologie, Deutscher Apotheker Verlag Stuttgart (2000)

WALZEL P.: Zerstäuben von Flüssigkeiten, Chem.-Ing.-Tech. 62(12), 983-994 (1990)

WOZNIAK G.: Zerstäubungstechnik, Springer-Verlag (2002)

ZIEGLER G.: Angewandte Gasdynamik, Westarp Wissenschaften (1993)

ZIERENBERG B.: Optimizing the in vitro performance of respimat, J. Aerosol Med., 12(Suppl1), S19- S24 (1999)

## 8. Verwendete Symbole und Abkürzungen

A	Fläche
AD	Außendurchmesser
a	Schallgeschwindigkeit
$\alpha$	Mie- Parameter, Strahlkontraktion
A*	Fläche an der engsten Düsenstelle
A/D-	Analog/ Digital-
ASCII	American standard code of information interchange
$c_0$	Lichtgeschwindigkeit in Vakuum
$c_1$	Lichtgeschwindigkeit in Materie
$c_{opt}$	optische Konzentration
$c_p$	spezifische Wärmekapazität
$c_w$	Widerstandsbeiwert
d	Durchmesser
$d^*$	Durchmesser an der engsten Düsenstelle
$\Delta$	Differenz
DMS	Dehnungs Messstreifen
DNA	Desoxyribonukleinsäure
$\varepsilon$	Strahlableitung
et al.	et alii
EMI	Ernst- Mach- Institut für Hochgeschwindigkeitsdynamik
F	Kraft
f	Brennweite
FCKW	Fluorchlorkohlenwasserstoffe
Gl.	Gleichung
grad	Gradient
HELOS	Helium- Neon- Laser optisches Beugungsspektrometer
HPLC	High performance liquid chromatography
HRLD	High resolution laser diffraction
Hz	Hertz
I	Streulichtintensität
ID	Innendurchmesser
$\varphi$	Reibungsfaktor

## 8. Verwendete Symbole und Abkürzungen

---

$\kappa$	Isentropenexponent
k	Gladstone- Dale- Konstante
Kap.	Kapitel
l	Länge
li.	links
$\mu$	Ausflusszahl
$\dot{m}$	Massenstrom
Ma	Machzahl
MB	Megabyte
n	Brechungsindex
p	Druck
$p^*$	Druck an der engsten Düsenstelle
$p_0$	Kesseldruck (Vorkammerdruck)
$p_a$	Auslegungsdruck der Lavaldüse
PC	Personal Computer
$p_{um}$	Umgebungsdruck
Q(punkt)	Wärmestrom
$\rho$	Dichte
R	Allgemeine Gaskonstante
SAS	Statistik- und Simulationsprogramm
T	Temperatur
v	Geschwindigkeit
VDI	Verband deutscher Industrie
Vol.	Volumen
x	Position längs der Düsenachse
$x_i$	Lageparameter einer Größenverteilung
C	Volumenkompressibilität
$\Psi$	Durchflussfunktion

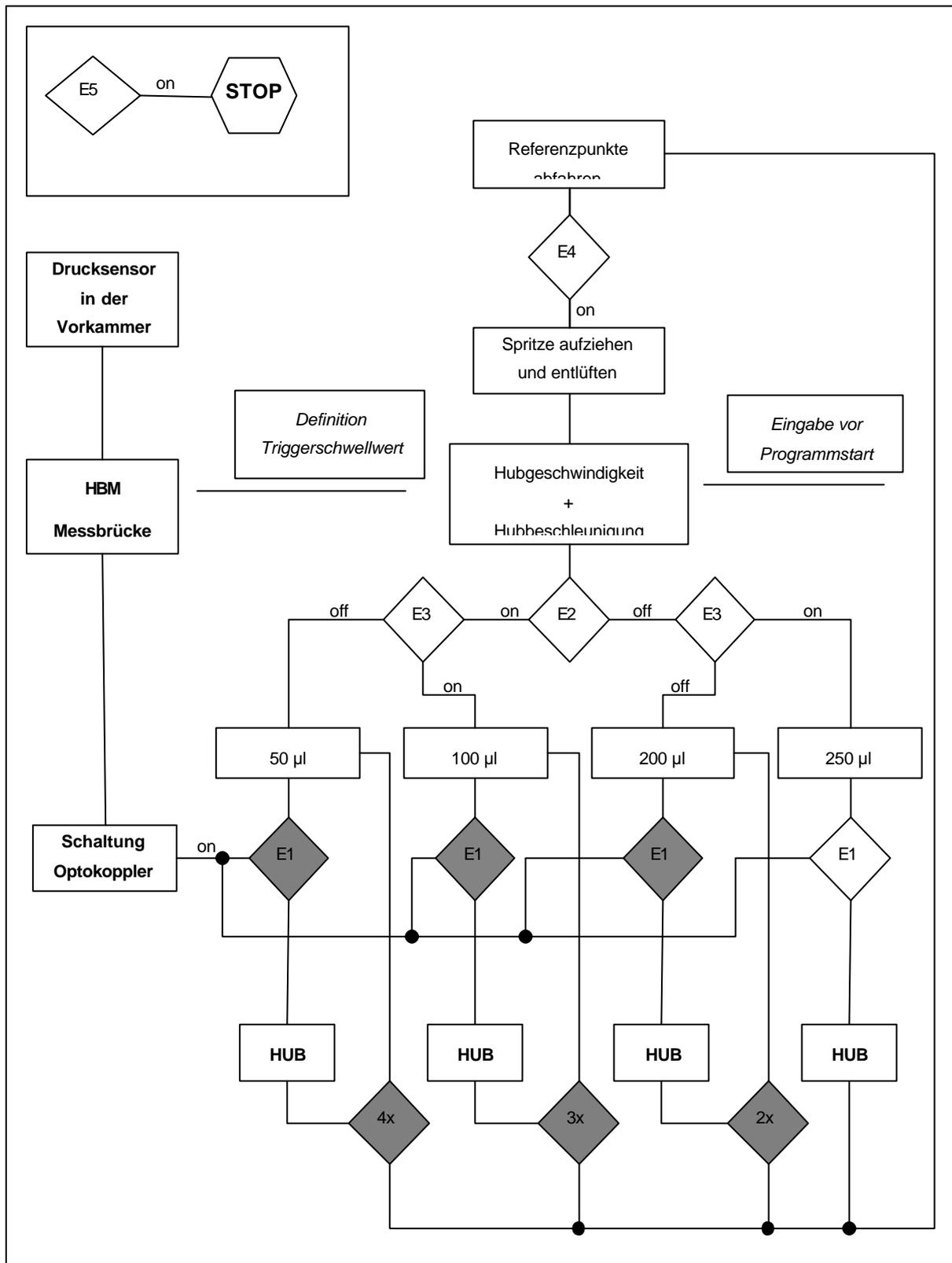
## 9. Anhang

Dateiname	0012kli-laval-na-02.dwg	0104kli-laval-na-06-geteilt.dwg	bgi-lps-KL-00-22-2.dwg <b>(Modell A)</b>	bgi-lps-KL-00-22-4.dwg <b>(Modell B)</b>
d* [mm]	1,84	2	1,82	0,4
d_E [mm]	6	6,16	6,82	5,4
d_A [mm]	4,47	16,34	8,76	2,146
d_p [mm]	-	-	2,4	0,498
A* [mm <sup>2</sup> ]	2,659	3,142	2,602	0,126
A_A [mm <sup>2</sup> ]	15,693	209,698	60,270	3,617
A_p [mm <sup>2</sup> ]	-	-	4,524	0,195
x*_a [mm]	5	5	5	5
x*_e [mm]	5,2	6	6	5,3
x_p [mm]	keine	keine	10,15	6,5
x_ges [mm]	24	65	55,62	18,78
alpha_d [°]	8	13,9	8	8

### Legende:

Kürzel	Bedeutung
d*	kritischer Durchmesser: Durchmesser des engsten Querschnitts
d_E	Einlassdurchmesser
d_A	Auslassdurchmesser (korrespondierend zum Auslegungsdruck)
d_p	Durchmesser an der Stelle der Druckmessung (in Strömungsrichtung hinter d*)
A*	Querschnittsfläche am kritischen Durchmesser
A_A	Querschnittsfläche am Auslass
A_p	Querschnittsfläche an der Stelle der Druckmessung
x*_a	Anfang von d* in Strömungsrichtung (Abstand vom Einlass)
x*_e	Ende von d* in Strömungsrichtung (Abstand vom Einlass)
x_p	Stelle der Druckmessung in Strömungsrichtung (Abstand vom Einlass)
x_ges	Gesamtlänge
alpha_d	Öffnungswinkel des Diffusors

### Anhang 9-1: Konstruktionsdaten der Lavaldüsen



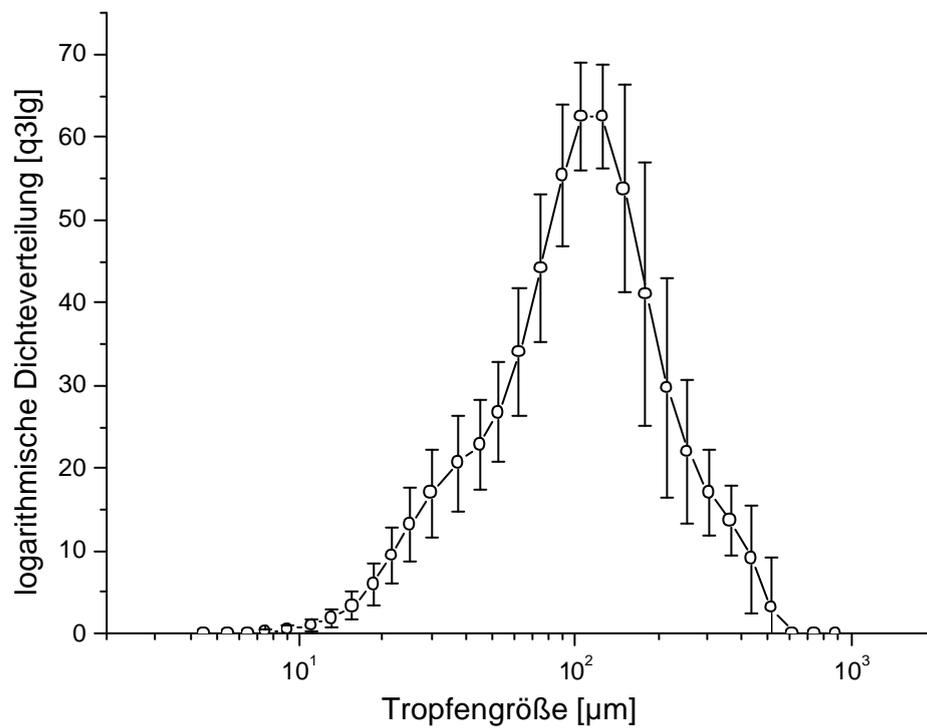
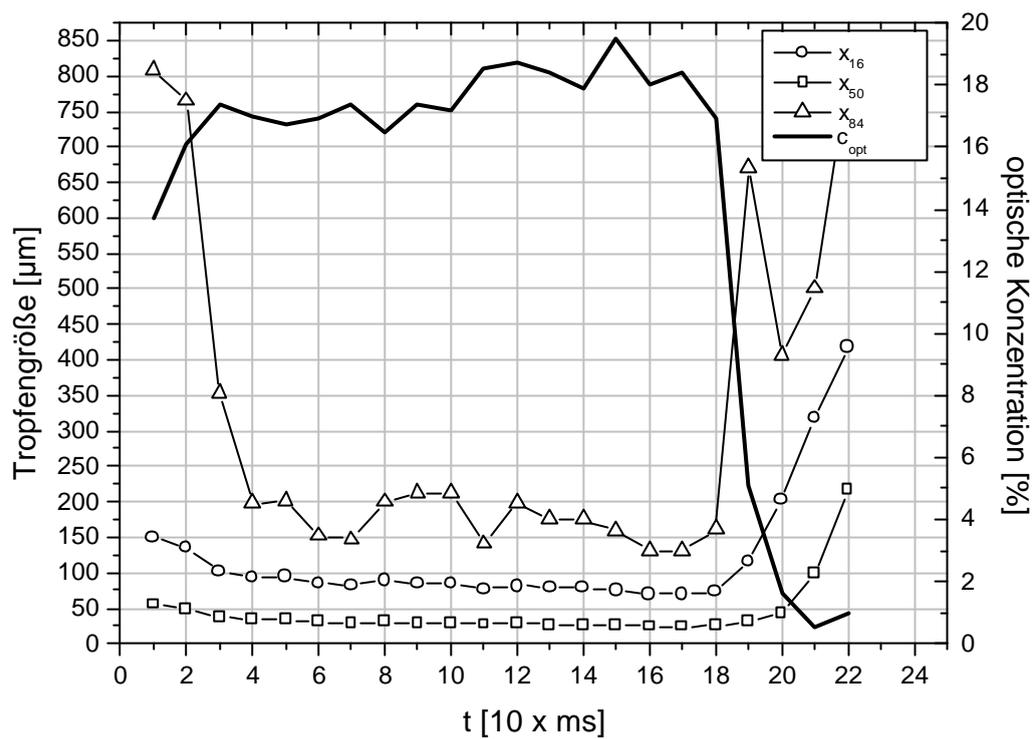
Anhang 9-2: MINILOG- Programmstruktur Mikrokontrollsteuerung SAM-alpha SE

Nr.	Programmcode	Kommentar	Programm- Module
1	XP08S5000 XP09S20000	v= 5000 zum Refpunkt, a= 20000	Referenzpunkte abfahren
2	X0 H T4000	MinusEndschalter, Halt, 4s Warten	
3	XP14S5000 XP15S20000	v= 5000, a= 20000	
4	X+20000vvE051	+20000 Schritte, E05: Nothalt	
5	H E041	Halt, E04: an	Eingangsabfrage
6	XP14S2500 XP15S20000	v= 2500, a= 20000	Spritze aufziehen und entlüften
7	X-20000vvE051	-20000 Schritte, E05: Nothalt	
8	H T2000	Halt, 2s Warten	
9	XP14S5000 XP15S20000	v= 5000, a= 20000	
10	X+2000vvE051	+2000 Schritte, E05: Nothalt	Hubgeschwindigkeit, Hubbeschleunigung
11	XP14S342078 XP15S300000	v= 342078, a= 300000	
12	E^021030 NE*aa*	E02: an, E03: aus U-Prog aa	
13	E^020031 NE*ab*	E02: aus, E03: an U-Prog ab	Eingangsabfrage Fördervolumen mit Sprungbefehl
14	E^020030 NE*ac*	E02: aus, E03: aus U-Prog ac	
15	E^021031 NE*ad*	E02: an, E03: an U-Prog ad	
16	N-4	Gehe -4 Zeilen	
17			
18	*aa*	50 Microliter	Unterroutine 50 µl
19	R01S15	Register 1 wird binär 15 gesetzt (1111)	
20	H E011	Halt, Eingangsabfrage E01	
21	X+2850vvE051	+2850, E05: Nothalt	
22	T4000	4s Warten	
23	R01BR1	Inh. R01 1Stelle re verschoben	
24	R01>0 NE-4	Wenn Inhalt R01=0 Gehe Zeile 20	
25	N1 PE	Gehe Zeile 1, Programmende	
26			

## 9. Anhang

Nr.	Programmcode	Kommentar	Programm- Module
27	*ab*	100 Microliter	Unterroutine 100 µl
28	H E011	Halt, Eingangsabfrage E01	
29	X+5701vvE051	+5701, E05: Nothalt	
30	T4000	4s Warten	
31	H E011	Halt, Eingangsabfrage E01	
32	X+5701vvE051	+5701, E05: Nothalt	
33	T4000	4s Warten	
34	H E011	Halt, Eingangsabfrage E01	
35	X+5701vvE051	+5701, E05: Nothalt	
36	T4000	4s Warten	
37	N1 PE	Gehe Zeile 1, Programmende	
38			
39	*ac*	200 Microliter	Unterroutine 200 µl
40	H E011	Halt, Eingangsabfrage E01	
41	X+8551vvE051	+8551, E05: Nothalt	
42	T4000	4s Warten	
43	H E011	Halt, Eingangsabfrage E01	
44	X+8551vvE051	+8551, E05: Nothalt	
45	T4000	4s Warten	
46	N1 PE	Gehe Zeile 1, Programmende	
47			
48	*ad*	250 Microliter	Unterroutine 250 µl
49	H E011	Halt, Eingangsabfrage E01	
50	X+17104vvE051	+17102, E05: Nothalt	
51	T4000	4s Warten	
52	N1 PE	Gehe Zeile 1, Programmende	

Anhang 9-3: MINILOG- Programmcode Mikrokontrollsteuerung SAM-alpha SE



Anhang 9-4: 150  $\mu\text{l}$ -Zerstäuberhub mit einer 3K- Pumpe<sup>®</sup>  
(Fa. Aeropump, Hochheim/ Main )

## 9. Anhang

---

```
*=====;
* Auslegung/ Berechnung eines Prototypen: Tropfenaufbruch mittels
  Lavaldüse;
*=====;
*=====;
* Programm: c:\lavl_4\Laval_Düsenauslegung_Buch_2_p.430ff;
*=====;
*=====;
* Berechnung einer angepaßten Lavaldüse
  ohne Berücksichtigung von Reibung;
*=====;
* Beginn des Programmes;
data laval1;
*=====;
* Anfang Dateneingabe;
*=====;
tkessel= 23; * tkessel [ °C], Kesseltemperatur;
T0=273.15+tkessel;
* ===== Kommentare =====;
Demm=0.2 ;* Durchmesser des engsten Querschnitts - Eingabe in [mm];
De=Demm*10**(-3);
re=De/2;
Ae=3.1415*re**2;
*V0 variabel;
sV0cm= 2.5 ;
V0cm=(sV0cm)**3;; * Volumen - Eingabe in [cm**3];
V0=V0cm*10**(-6);
kapa= 1.4;
*=====;
* Ende Dateneingabe;
*=====;
*=====;
* Beginn Berechnung instationäre kompressible Strömung und
  Lavaldüsen-Auslegung;
*=====;
Omegamax=((2/(kapa+1))**(1/(kapa-1)))*(sqrt(kapa/(kapa+1)));
  * pfi= 0.96;
  * alpha= 1 ;
  * mue=pfi*alpha;

psimax=((2/(kapa+1))**(1/(kapa-1)))*sqrt(kapa/(kapa+1));
beta=(2/(kapa+1))**(kapa/(kapa-1));
do p0= 4 to 7 by 1;
  p0pas=p0*10**(5);

  Pst=beta*p0;

  pum=1;
  pabar=0.02;
  papas=pabar*10**5;

  beta1=pum/p0;

  RLuft=287.1; * RLuft: [J/(kg*°K)] =[N*m/(kg*°K)]=[m**2/(s**2 °K)] ;

wst=sqrt(2*(kapa/(kapa+1))*RLuft*T0);

m0=p0*(10**5)*V0/(RLuft*T0);
m0mg=m0*(10**6);
p0end=pum/beta;
m0end=p0end*(10**5)*V0/(RLuft*T0);
```

```

m0endmg=m0end*(10**6);
term1=sqrt(2/(Rluft*T0));
term3=Ae*Omegamax*term1;
mpe=Ae*Omegamax*p0*(10**(5))*term1;
mpemg=mpe*(10**6);
Vp0=term3*Rluft*T0;
Vp0limi=Vp0*6*(10**4);
Vp0lisec=Vp0limi*60;
term2=Ae*Omegamax*(sqrt(2*Rluft*T0))/V0;
te=(log(p0/p0end))/term2;
term4=V0/(Rluft*T0);
term5=2*(kapa/(kapa-1))*Rluft*T0;
term6=((kapa-1)/kapa)/(2*Rluft);
nt=20;
deltat=te/nt;
  do t=0 to te by deltat;
    ptpas=p0pas*exp(-term2*t);
    pt=ptpas/(10**5);
    m0t=m0- (p0pas-ptpas)*term4;
    m0tmg=m0t*10**6;
    wa=sqrt(term5*(1-(pabar/pt)**((kapa-1)/kapa)));
    Ta=T0-term6*wa**2;
    rhoa=papas/(Rluft*Ta);
    mp=Ae*psimax*ptpas*sqrt(2/(Rluft*T0));
    Ameter=mp/(wa*rhoa);
    rameter=sqrt(Ameter/3.1415);
    dameter=2*rameter;
    damm=dameter*10**3;
    output;
  end;
end;
run;
* =====;
* Ende Berechnung instationäre kompressible Strömung und
  Lavaldüsen-Auslegung;
* =====;
data laval2(keep=te p0end pt t p0 m0mg m0tmg m0endmg wa Ta damm ameter ae);
set laval1;
run;
proc print data=laval2 noobs ;
  options nodate nonumber;
run;
proc gplot data=laval2;
plot pt *t=p0/haxis=axis1;
* plot2 m0tmg*t;
axis1 order=(0 to 5 by 1);
symbol1 i=join c=blue v=none;
symbol2 i=join c=red v=none;
symbol3 i=join c=green v=none;
symbol4 i=join c=lila v=none;
run;

```

### Randdaten:

Programm: Düsenauslegung\_normal\_3\_2.sas

Düse: 0012kli-laval-na-02.dwg

Luft:  $\kappa = 1,4$

$V_0 = 19600 \text{ cm}^3$

$v_0 = 0 \text{ ms}^{-1}$

$T_0 = 22 \text{ °C}$

$p_0(t=0) = 4,98 \text{ bar}$

$p_{um} = 1,030 \text{ bar}$

$p_a = 0,7 \text{ bar}$

$r_e = 0,92 \text{ mm}$

Anhang 9-6a: Instationäre Einphasenströmung: Simulation vs. Experiment

Randdaten:

Programm: Düsenauslegung\_normal\_3\_2.sas

Düse: bgi-lps-KL-00-22-4.dwg, **(Modell B)**

Luft:  $\kappa = 1,4$

$V_0 = 1060 \text{ cm}^3$

$v_0 \gg 0 \text{ ms}^{-1}$

$T_0 = 22 \text{ °C}$

$p_0(t=0) = 9,97925 \text{ bar}$

$p_{um} = 1,030 \text{ bar}$

$p_a = 0,02 \text{ bar}$

$r_e = 0,2 \text{ mm}$

Anhang 9-6b: Instationäre Einphasenströmung: Simulation vs. Experiment