Technische Universität Berlin
Institut für Prozess- und Verfahrenstechnik
Fachgebiet Verfahrenstechnik

Prof. Dr. Ing. M. Kraume

Diplomarbeit

Zum Thema

Bestimmung experimenteller Bruchraten von Toluoltropfen in Wasser anhand von Einzeltropfenuntersuchungen

Bearbeiter:
cand. Ing. Melanie Zillmer
Matr. Nr. 187903

Betreuer:
Dipl. Ing. S. Maaß
Dipl. Ing. S. Hermann

Berlin, September 2010

Fachgebiet Verfahrenstechnik

FAKULTÄT III

Prozesswissenschaften

Institut für Prozess- und Verfahrenstechnik

FG Verfahrenstechnik

Professor Dr.-Ing. M. Kraume

Diplomarbeit

Aufgabenstellung
für
Frau Melanie Zillmer, Matr.-Nr. 187903

Aufgabe: Bestimmung experimenteller Bruchraten von Toluoltropfen in Wasser anhand von Einzeltropfenuntersuchungen.

Erläuterung: Die exakte Vorhersage von Tropfengrößen und Tropfengrößenverteilungen bei der Auslegung von Flüssig/flüssig – Systemen ist von großer Bedeutung für die chemische Industrie.
In dieser Arbeit wird daher die Genauigkeit von Bruchmodellen der Tropfen-Populationsbilanz, welche zur Vorhersage von Tropfengrößen verwendet werden, analysiert. Dafür ist es notwendig bestehende Modellansätze aus der Literatur mit experimentellen Daten unter Variation von Stoff- und Systemparametern zu vergleichen. Diese Untersuchungen sollen in einer neu zu konstruierenden Anlage mit Hilfe einer neu zu entwickelnden automatischen Bildanalyse durchgeführt werden. Der Schwerpunkt der Arbeit ist somit Neu- und Weiterentwicklung der Methoden zur Einzeltropfenbruchanalyse. Die anschließenden experimentellen Untersuchungen beschränken sich auf ausgewählte Tropfendurchmesser und die Variation des pH-Wertes (7 und 13).
Die Arbeit wird nach einer sicherheitstechnischen Einweisung in das Arbeiten im Labor und unter Beachtung der sicherheitsrelevanten Vorschriften und Betriebsanweisungen am Fachgebiet Verfahrenstechnik durchgeführt.

An der Arbeit sind weiterhin beteiligt:
Prof. Dr.-Ing. M. Kraume,
Dipl.-Ing. Sebastian Maaß,
Dipl.-Ing. Stephanie Herrmann.

Tag der Ausgabe: 03.05.2010

Tag der Abgabe: 02.09.2010

Prof. Dr.-Ing. M. Kraume

Die selbständige und eigenhändige Anfertigung versichert an Eides statt

Berlin, den

……

Melanie Zillmer

Inhaltsverzeichnis

Symbolverzeichnis 1
1 Einleitung 3
1.1 Motivation 3
1.2 Gliederung 4
2 Stand des Wissens 5
2.1 Tropfenbruch und Koaleszenz in turbulenter Strömung 5
2.1.1 Strömung im Rührbehälter 5
2.2 Populationsbilanz 6
2.3 Modelle für den Tropfenzerfall 7
2.3.1 Modell nach Coulaloglou und Tavlarides (1977) 8
2.3.2 Modell nach Alopaeus et Al. (1999,2002) 10
2.3.3 Modell nach Martinez-Bazan et Al. (1999) 11
3 Experimenteller Aufbau und Versuchsablauf 12
3.1 Allgemeiner Aufbau der Versuchsanlage 12
3.1.1 Aufbau des PLEXIGLAS®-Kanals 13
3.2 Versuchsvorbereitung 15
3.2.1 Muttertropfenanalyse 15
3.2.2 Analyse der Zerfallsereignisse 16
3.3 Versuchsdurchführung 16
3.4 Definition von Bruchzeit und Bruchort 17
4 Bildverarbeitung mit MATLAB® 19
4.1 Analyse der Muttertropfen 19
4.2 Analyse der Zerfallsereignisse 27
4.2.1 Sort-Routine 28
4.2.2 DropBreakage-Routine 36
4.2.3 Fehlerbetrachtung der DropBreakage-Routine 47
5 Ergebnisse und Diskussion 49
5.1 Experimentelle Ergebnisse 49
5.1.1 Muttertropfenstatistik 49
5.1.2 Zerfallsereignisse 51
5.1.2.1 Bruchwahrscheinlichkeit $P(d_P)$ 51
5.1.2.2 Bruchzeit $t_B(d_P)$ 52
5.1.2.3 Experimentelle Bruchrate $g(d_P)$ 53

5.1.2.4 Tochtertropfen 54
5.1.2.5 Bruchort 57
5.2 Vergleich der experimentellen Bruchrate mit Modellansätze 59
6 Zusammenfassung und Ausblick 62
6.1 Zusammenfassung 62
6.2 Ausblick 62
Literaturverzeichnis 63
Abbildungsverzeichnis 64
Tabellenverzeichnis 66

Symbolverzeichnis

Lateinische Buchstaben

c	Konzentration	g/L
c_i	Konstanten	-
D	Senkterm	-
d	Rührerdurchmesser	m
d_{cr}	kritischer Tropfendurchmesser	m
d_P	Tropfendurchmesser	m
E	Energie	J
f	Anzahldichtefunktion	$\#/(m^3 \prod_i [e_i])$
$g(d_P)$	Bruch-, Dispergierrate	1/s
h	Höhe des Rührerblattes	m
N	Stichprobenumfang	-
n	Drehfrequenz	1/min
P	Bruchwahrscheinlichkeit	-
S	Quellterm	-
t_B	Bruchzeit	s
$\dot{V}$	Volumenstrom	m^3/s
V_P	Volumen Muttertropfen	m^3
V_P'	Volumen Tochtertropfen	m^3
v	Geschwindigkeit	m/s
$\overline{v}_i$	mittlere Geschwindigkeit	m/s

Griechische Buchstaben

$\beta(d_P,d'_P)$	Tochtertropfenverteilung	1/m
γ	Grenzflächenspannung	N/m
ε	Energieeintrag	m^2/s^3
η	dynamische Viskosität	kg/(m·s)
λ_K	Kolmogoroff-Länge	m
Λ	Makromaßstab der Turbulenz	m
ν	kinematische Viskosität	m^2/s
ν	Anzahl der Tochtertropfen	Anzahl
ρ	Dichte	kg/m^3
τ_c	Scherrate aufgebracht durch kont. Phase	N/m^2
τ_γ	Scherrate der Oberflächenspannung	N/m^2
φ_d	Volumenanteil der dispersen Phase	-

Indizes

B,b	Bruch
β	bezogen auf die Beta-Verteilung
m	bezogen auf den arithm. Mittelwert

Dimensionslose Kennzahlen

We	Weberzahl

Abkürzungen

GUI	Graphical User Interface
ROI	Region of Interest

1 Einleitung

1.1 Motivation

Einer der wichtigsten verfahrenstechnischen Prozesse, welcher in der Industrie eine breite Anwendung findet, ist das Mischen von zwei nicht mischbaren Flüssigkeiten in einem Rührbehälter. Solche Flüssig/flüssig-Systeme treten zum Beispiel in der pharmazeutischen Industrie oder in Extraktionsprozessen auf, bei denen zur Verbesserung der Stoff- und Wärmeübertragung eine Phase dispergiert wird. Die dabei entstehenden Tropfengrößenverteilungen sind für den Stofftransport, aber auch für die Trennung der beiden Phasen nach dem Stoffübergang, von großer Bedeutung.

Ein Ziel der verfahrenstechnischen Grundlagenforschung besteht darin, den hochkomplexen Vorgang der Tropfenbildung in gerührten Systemen einer Vorausberechnung zugänglich zu machen. Dafür sind das Verständnis und die Beschreibung der physikalischen Vorgänge, also des Zerfalls und der Koaleszenz von Tropfen notwendig. Anhand von Einzeltropfenexperimenten werden speziell für das Verständnis und die mathematische Beschreibung der Entstehung von Tropfengrößenverteilungen Informationen gewonnen und in Bruchmodelle eingearbeitet. Die Einflussfaktoren auf die Bruchzeit und die Bruchwahrscheinlichkeit, welche essentielle Bestandteile der Bruchmodelle darstellen, können mit Hilfe der Einzeltropfenzerfälle genau quantifiziert werden und führen zu einer exakteren Modellierung.

Ziel dieser Arbeit ist es durch weiterführende Einzelzerfall – Experimente mit variierenden System- und Stoffeigenschaften das Bruchverhalten in einer turbulenten Strömung zu analysieren. Die ermittelten Bruchraten werden auf Abhängigkeit bezüglich der Stoff- und Systemparamter untersucht und mit einigen der bestehenden Bruchmodelle verglichen.

Die Einzeltropfenversuche werden an einem von Gäbler et Al. (2004) konzipierten Kanal durchgeführt, der zur Realisierung der zu variierenden Systemeigenschaften im Rahmen dieser Arbeit weiterentwickelt wurde. Die Auswertung der experimentellen Ergebnisse wurde mit einer automatischen Bildanalyse durchgeführt, deren Realisierung ebenfalls Bestandteil dieser Arbeit war.

1.2 Gliederung

Im folgenden zweiten Kapitel werden die bei der Herstellung von Dispersionen typischen Phänomene des Tropfenbruchs und der Koaleszenz erläutert. Desweiteren wird kurz auf die Populationsbilanz eingegangen, die zur Beschreibung der in einer Dispersion vorliegenden Tropfengrößenverteilung herangezogen werden kann. Es wird einen Überblick über die verschiedenen Modellansätze zur Bestimmung der Bruchrate gegeben, welche wesentlicher Bestandteil der Populationsbilanz ist. Abschließend werden einige ausgewählte Modelle näher beschrieben, welche später zum Vergleich der experimentell ermittelten Daten herangezogen werden.

Das dritte Kapitel enthält alles Wissenswerte zu den Experimenten. Es wird die Anlage im Allgemeinen sowie einige Anlagenteile detailierter beschrieben. Außerdem werden grundlegende Vorbereitungs- und Durchführungsschritte dargelegt. Neben der Angabe der wichtigsten Stoff- und Systemparameter der durchgeführten Experimente werden in diesem Kapitel auch die Bruchzeit und der Bruchort definiert.

Die Auswertung der experimentellen Daten erfolgt über eine automatisierte Bildanalyse, welche im Rahmen dieser Arbeit unter Matlab® neu entwickelt wurde. Deren Funktionsweise wird ausführlich im vierten Kapitel erläutert.

Eine Präsentation der experimentellen Ergebnisse erfolgt in Kapitel fünf. Die erzielten Resultate sind dort graphisch aufbereitet und erläuternd beschrieben. Zusätzlich findet ein Vergleich der experimentellen Dispergierrate mit den vorgestellten Modellen aus Kapitel zwei statt.

Abschließend erfolgt in Kapitel sechs eine allgemeine Zusammenfassung der Arbeit. Auch werden hier Möglichkeiten für weiterführende Forschungen aufgezeigt.

2 Stand des Wissens

2.1 Tropfenbruch und Koaleszenz in turbulenter Strömung

Die Tropfendurchmesser in turbulenten Dispersionen sind bestimmt durch Tropfenbruch und Koaleszenz. Im Rührbehälter zerbrechen und koaleszieren Tropfen permanent. Nach einer gewissen Zeit stellt sich ein Gleichgewicht zwischen Tropfenbruch und Koaleszenz ein, in dem sich die statistische Verteilung der Tropfengrößen nicht mehr ändert. In Abbildung 2-1 findet man die prinzipielle Darstellung des Zerfalls und der Koaleszenz von Tropfen.

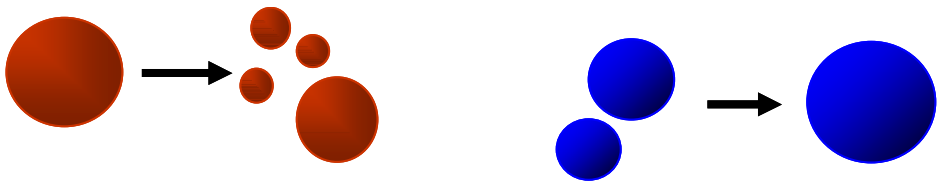


Abbildung 2-1: Linke Seite: Zerfall, rechte Seite: Koaleszenz

Tropfenbruch tritt in gerührten Dispersionen immer auf. Ob die Tropfen auch koaleszieren hängt vom Stoffsystem, dem Phasenverhältnis und der Anwesenheit von Zusatzstoffen ab.

Für die Vorgänge Zerteilung und Koaleszenz, welche die Ausbildung einer Tropfengrößenverteilung bestimmen, ist neben den stofflichen Eigenschaften die Strömung im Rührbehälter verantwortlich.

2.1.1 Strömung im Rührbehälter

Ist die Reynoldszahl in einem Rührbehälter größer 10^4, so ist die Strömung turbulent [Kraume und Zehner 2001]. Das bedeutet, im Rührbehälter herrschen instationäre, dreidimensionale Wirbelströmungen. Die größten Wirbel befinden sich in der Größenordnung der Rührerblatthöhe und werden mit dem Makrolängenmaßstab Λ charakterisiert. Die großen Wirbel zerfallen kaskadenartig in immer kleinere Wirbel (siehe Abbildung 2-2).

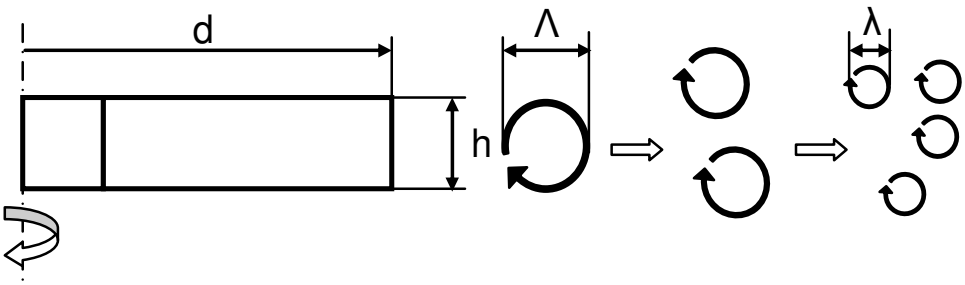


Abbildung 2-2: Wirbelzerfall für turbulente Strömung [Pahl 2005, S.11]

Die kleinsten Wirbel eines Systems zeichnen sich dadurch aus, dass sie wegen der Zähigkeitskräfte ihre mechanische Energie nur noch in Form von Wärme abgeben können [Pahl 2005, S 9 ff]. Sie werden durch den Mikromaßstab λ (Kolmogoroff-Länge) charakterisiert, der von der kinematischen Zähigkeit ν und der Dissipationsenergie ε abhängt [Kolmogoroff 1941].

$$\Lambda \approx h \tag{2-1}$$

$$\lambda = \left(\frac{\nu^3}{\varepsilon_m} \right)^{1/4} \tag{2-2}$$

Der Mikromaßstab λ ist besonders wichtig für die Berechnung der Tropfengrößen in Dispersionen mit turbulenter Strömung.

2.2 Populationsbilanz

Zur mathematischen Beschreibung der Tropfengrößenverteilung in gerührten Flüssig/flüssig-Systemen dient die von [Gerstlauer 1999] hergeleitete Populationsbilanz. Diese Modellgleichung wird aus einer integralen Bilanz um ein definiertes Volumenelement entwickelt. Die allgemeine Gleichung lautet dabei:

$$\dot{S} = \dot{Z} - \dot{A} \pm \dot{W} \tag{2-3}$$

Da es sich bei dem bilanzierten Behälter um einen geschlossenen Batch-Reaktor handelt, entfallen alle Terme, die über die Bilanzgrenze zu- bzw. abgeführt werden. Eine weitere Annahme ist, dass der Behälter ideal durchmischt ist. Damit reduziert sich die allgemeine Bilanzgleichung zu

$$\dot{S} = \pm \dot{W} \tag{2-4}$$

Der Speicherterm wird in der Populationsbilanz als die Anzahldichtefunktion $\partial f / \partial t$ beschrieben. Die Entstehung und das Verschwinden eines Tropfens wird durch den Quell- und den Senkterm wiedergegeben. Tropfenbruch und Koaleszenz sind dabei die zwei Phänomene, welche die Tropfen entstehen und verschwinden lassen. Die obige Bilanzgleichung lautet dann:

$$\frac{\partial f}{\partial t} = S_{Break} - D_{Break} + S_{Coal} - D_{Coal} \tag{2-5}$$

Der Senk- und Quellterm des Tropfenbruches ist in Abbildung 2-3 graphisch dargestellt.

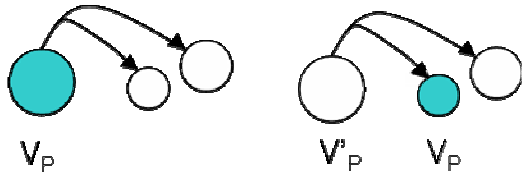


Abbildung 2-3: Tropfenbruch mit Senk- (links) und Quellterm (rechts)

Der Senkterm beschreibt den Vorgang des Bruches eines Tropfens mit dem Volumen V_P in kleinere Tropfen, der Quellterm die Enstehung eines Tropfens mit dem Volumen V_P aus dem Bruch eines größeren Tropfens mit dem Volumen V_P'.

Die mathematischen Gleichungen des Senk- und Quellterms des Tropfenbruches lauten:

$$S_{Break} = \int_{V_P}^{V_{P,\max}} \nu(V_P') \cdot \beta(V_P, V_P') \cdot g(V_P') \cdot f(V_P', t) \cdot dV_P' \tag{2-6}$$

$$D_{Break} = -g(V_P) \cdot f(V_P, t) \tag{2-7}$$

Der Quellterm S_{Break} wird beschrieben durch die Bruchrate $g(V_P')$, sowie durch die Anzahl $\nu(V_P')$ und Größenverteilung $\beta(V_P, V_P')$ der durch den Bruch enstandenen Tochtertropfen. Der Senkterm D_{Break} wird durch die Bruchrate $g(V_P)$, also die Anzahl der pro Zeitschritt zerfallenen Tropfen des Volumens V_P bestimmt.

Auf die Angabe der mathematischen Beschreibung der Terme für die Koaleszenz wird verzichtet, da diese Arbeit sich ausschließlich mit dem Tropfenbruch befasst.

Zur Lösung der Populationsbilanz müssen also zuerst die Gleichungen für die Quell- und Senkterme gelöst werden. Um diese lösen zu können, müssen die physikalischen und mechanische Vorgänge des Tropfenbruchs (und der Koaleszenz) erkannt und verstanden werden. Dieser Aufgabe widmet sich die verfahrenstechnische Fachgemeinschaft schon seit Jahrzehnten, so dass eine Vielzahl von Modellen existiert, die den Bruchvorgang und damit die Bruchrate durch verschiedene Herangehensweisen unterschiedlich beschreiben.

2.3 Modelle für den Tropfenzerfall

In einer Arbeit von [Liao und Lucas 2009] wurde eine Vielzahl von in der Literatur existierenden Modelle für den Tropfenbruch in turbulenten Dispersionen kategorisiert und übersichtlich zusammengefasst. Abbildung 2-4 zeigt die Klassifizierung der Modelle zur Bruchrate. So teilen Sie die Mechanismen, die zum Tropfenbruch führen, in vier Kategorien auf: 1. Tropfenbruch aufgrund von turbulenten Geschwindigkeitsschwankungen und Wirbel-Tropfen-Kollision, 2. Tropfenbruch hervorgerufen durch viskose Scherkräfte; 3. Tropfenbruch aufgrund von Abscherungsprozessen und 4. Tropfenbruch aufgrund von Oberflächen-instabilitäten.

Die überwiegende Zahl der in der Literatur existierenden Modelle basiert auf der Annahme eines Tropfensbruchs durch Wirbel-Tropfen-Kollisionen oder turbulenter Geschwindigkeits-schwankungen, also der ersten Kategorie, so dass [Liao und Lucas 2009] eine weitere Präzisierung dieser Kategorie vornahmen, um die Modelle weiter voneinander abzugrenzen:

(a) Turbulente kinetische Energie der Partikel E_d ist größer als ein kritischer Wert E_c

(b) Geschwindigkeitsschwankungen an der Partikeloberfläche Δu ist größer als ein kritischer Wert N_c

(c) Turbulente kinetische Energie des kollidierenden Wirbel E_e ist größer als ein kritischer Wert E_c

(d) Trägheitskraft des kollidierenden turbulenten Wirbel F_e ist größer als die Trägheitskraft des kleinsten Tochterpartikels F_a

(e) Kombination von (c) und (d)

Aus der Vielzahl der existierenden Modelle wurden drei erfolgversprechende ausgesucht, um diese auf ihre Tauglichkeit die Bruchrate in Abhängigkeit vom Tropfendurchmesser vorhersagen zu können, zu überprüfen. Dazu gehören das Modell von [Coulaloglou&Tavlarides 1977] aus der Sektion a der Kategorie 1, das Modell von [Alopaeus et. Al 2002] aus Sektion b und das Model von [Martinez-Bazan et. Al 1999] aus Sektion c.

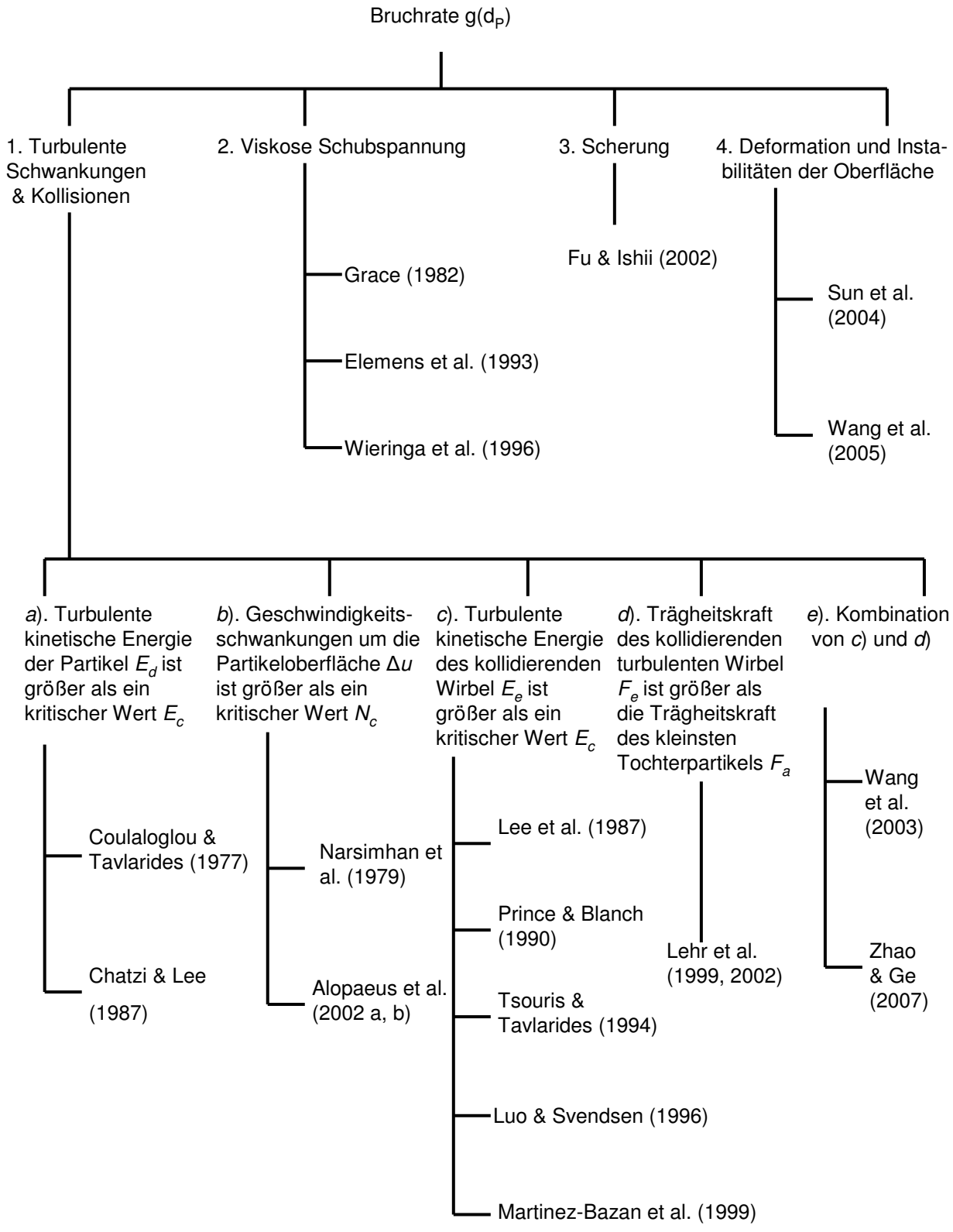


Abbildung 2-4: Klassifizierung von Bruchmechanismen und Bruchraten nach [Liao und Lucas 2009].

2.3.1 Modell nach Coulaloglou und Tavlarides (1977)

Das wohl populärste Modell für den Tropfenzerfall in turbulenten Systemen stammt von [Coulaloglou und Tavlarides 1977], welche wie [Kolmogoroff 1941] von einem lokal isotropen, homogenen Strömungsfeld ausgehen. Turbulente Wirbel transportieren kinetische Energie, die die Tropfen bei einer Wirbel-Tropfen-Kollision deformieren. Überschreitet diese Energie die

stabilisierende Oberflächenenergie des Tropfens, kommt es zum Bruch. Die Bruchrate wird angegeben als:

$$g(d_P) = \left(\frac{1}{Bruchzeit}\right) \cdot Anteil\ brechender\ Tropfen = \frac{1}{t_B} \cdot \frac{N_{Bruch}(d_P)}{N_{Gesamt}(d_P)} \tag{2-8}$$

Die Bruchzeit wird abgeschätzt, indem nach [Batchelor 1952] der Zusammenhang:

$$t_B \sim d_P^{2/3} \cdot \varepsilon^{-1/3} \tag{2-9}$$

angenommen wird. Für den Anteil der brechenden Tropfen wird eine Energiebetrachtung von oberflächenerhaltenden und oberflächenbeanspruchenden Energien durchgeführt. Die turbulenten Wirbel, welche die Oberflächenenergie E_γ des Tropfens überschreiten, werden durch folgende Beziehung abgeschätzt:

$$\frac{N_{Bruch}(d_P)}{N_{Gesamt}(d_P)} = \exp\left(-\frac{E_\gamma}{\overline{E}}\right) \tag{2-10}$$

mit der Oberflächenenergie

$$E_\gamma = c_1 \cdot \gamma \cdot d_P^2 \tag{2-11}$$

und der mittleren turbulenten kinetischen Energie

$$\overline{E} = c_2 \cdot \rho \cdot d_P^3 \cdot \overline{\Delta v^2}(d_P). \tag{2-12}$$

Unter der Annahme homogener isotroper Turbulenz kann nach [Batchelor 1953] für das zeitlich gemittelte Quadrat der Geschwindigkeitskomponente $\overline{\Delta v^2}$ geschrieben werden:

$$\overline{\Delta v^2}(d_P) = c_3 \cdot \varepsilon^{2/3} \cdot d_P^{2/3}. \tag{2-13}$$

Führt man nun Gln. (2-10), (2-11), (2-12) und (2-13) mit Gl. (2-9) gemäß Gl. (2-8) zusammen, so ergibt sich:

$$g(d_P) = c_{1,b} d_P^{-2/3} \varepsilon^{1/3} \cdot \exp\left(-c_{2,b} \frac{\gamma}{\rho_d \varepsilon^{2/3} d_P^{5/3}}\right) \cdot \tag{2-14}$$

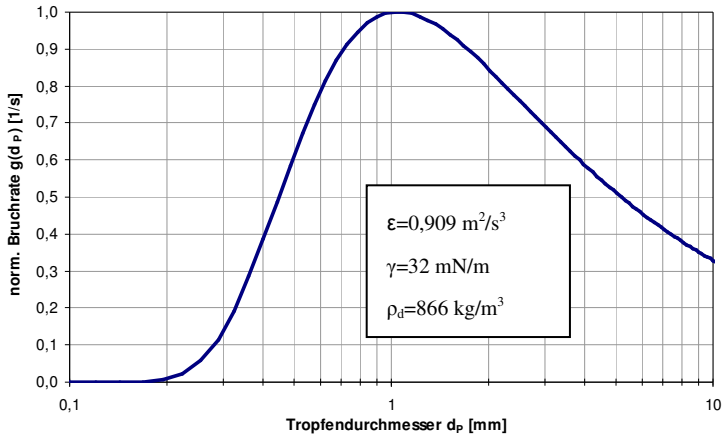


Abbildung 2-5: norm. Bruchrate nach dem Modell von [Coulaloglou&Tavlarides 1977]

Abbildung 2-5 zeigt die auf ihr Maximum normierte Bruchrate in Abhängigkeit vom Tropfendurchmesser nach Gl. (2-14). Die freien Modellparameter $c_{1,b}$ und $c_{2,b}$ wurden an eigene experimentelle Daten angepasst (siehe Kapitel 5.2). Bei diesem Modell steigt die Bruchrate mit zunehmenden Tropfendurchmesser erst an, durchläuft dann ein Maximum und nimmt mit weiter steigendem Tropfendurchmesser wieder ab. Dieser Verlauf wird hervorgerufen durch den Exponentialterm in Gl. (2-14). Dieser dominiert für kleine Tropfendurchmesser und läßt die Bruchrate mit wachsenden Tropfendurchmesser mononton steigen. Ab einem bestimmten Tropfendurchmesser ändert sich aber der Exponentialterm nicht mehr signifikant, so dass mit weiter zunehmenden Tropfendurchmesser die Bruchzeit bestimmend ist und die Bruchrate monoton fallen läßt.

2.3.2 Modell nach Alopaeus et Al. (1999,2002)

[Alopeaus et. Al 1999] entwickeln Ihr Modell der Bruchrate auf Basis des Modells von [Narsimhan et. Al 1979]:

$$g(d_P) = c_{1,b} \cdot erfc\left(\sqrt{\frac{\gamma}{\rho_c}} \cdot \frac{c_{2,b}}{\varepsilon^{1/3} d_P^{5/6}}\right) \cdot \tag{2-15}$$

Die Modellgleichung wurde aus der Annahme her entwickelt, dass sich die Tropfen-Wirbel-Kollision wie ein Poisson-Prozess verhält. Die Wahrscheinlichkeit, dass ein Tropfen bricht, setzt sich dabei aus der Ankunft des Wirbels und dass dieser Wirbel die Energie aufbringt um den Tropfen zu brechen, zusammen. [Alopaeus et. Al 2002] erweitern die in Gl. (2-15) angegebene Bruchrate, die nur Oberflächenkräfte berücksichtigt, um Viskositätskräfte. Unter Verwendung des Modells von [Calabrese et Al. 1986] ergibt sich unter Einbeziehung der viskosen Kräfte:

$$g(d_P) = c_{1,b}\varepsilon^{1/3} \cdot erfc\left(\sqrt{c_{2,b}\frac{\gamma}{\rho_c \varepsilon^{2/3} d_P^{5/3}} + c_{3,b}\frac{\eta_d}{\sqrt{\rho_c \rho_d}\varepsilon^{1/3} d_P^{4/3}}}\right) \cdot \tag{2-16}$$

Abbildung 2-6 zeigt die auf ihr Maximum normierte Bruchrate als Funktion des Tropfendurchmessers nach Gl. (2-16) mit an experimentellen Daten angepassten Modellkonstanten $c_{1,b}$, $c_{2,b}$ und $c_{3,b}$ (siehe Kapitel 5.2). Der Verlauf der Bruchrate ist im Gegensatz zum Modell von [Coulaloglou&Tavlarides 1977] monoton steigend.

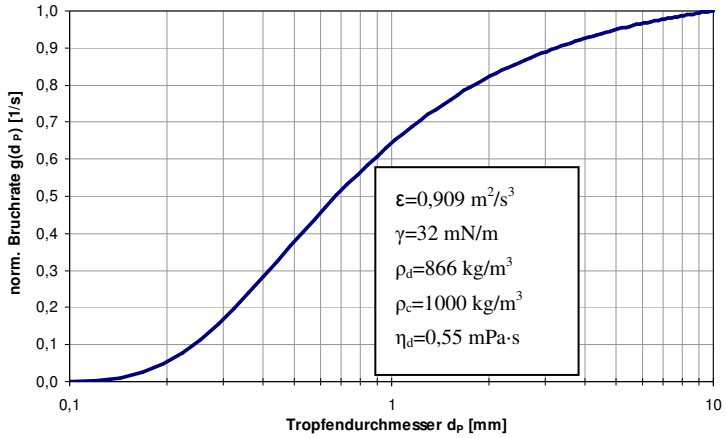


Abbildung 2-6: norm. Bruchrate nach dem Modell von [Alopaeus et Al. 2002]

2.3.3 Modell nach Martinez-Bazan et Al. (1999)

Einen rein mechanistischen Ansatz verfolgt das Modell von [Martinez-Bazan et Al. 1999]. Der Bruch des Tropfens erfolgt, wenn seine Oberfläche hinreichend von der umgebenden kontinuierlichen Phase verformt wird. Wird dabei seine Oberflächenergie $E_\gamma = \pi\gamma d_P^2$ überschritten, erfolgt der Bruch. Die bei diesem Vorgang aufgebrachte Scherrate des Tropfens ist:

$$\tau_\gamma(d_P) = \frac{E_\gamma}{V_{d_P}} = \frac{\pi\gamma d_P^2}{\frac{\pi}{6} d_P^3} = \frac{6\gamma}{d_P}. \tag{2-17}$$

Die auf den Tropfen durch die kontinuierliche Phase aufgebrachten deformierenden Kräfte können dagegen durch die Scherrate

$$\tau_c(d_P) = \frac{1}{2}\rho_c \overline{\Delta v^2}(d_P), \tag{2-18}$$

beschrieben werden. Wieder wird entsprechend Kolmogoroffs Theorie die mittlere Geschwindigkeitsfluktuation zwischen zwei Punkten mit dem Abstand d_P anhand Gl. (2-13) beschrieben. Ist die Differenz zwischen $\tau_\gamma - \tau_c = 0$, so resultiert daraus ein bestimmter kritischer Durchmesser

$$d_{cr} = \left(\frac{12\gamma}{c_2\rho_c}\right)^{3/5} \varepsilon^{-2/5}. \tag{2-19}$$

bei dessen Überschreitung der Bruch stattfindet. Der kritische Durchmesser sinkt mit steigenden Energiedissipationsraten oder sinkender Grenzflächenspannung. Zur Herleitung der Dispergierrate wird eine Kräftebilanz zwischen oberflächenerhaltenden und Scherkräften herangezogen. [Martinez-Bazan et Al. 1999] erhalten folgende Bruchrate:

$$g(d_P) = \frac{1}{t_B} = c_{1,b} \frac{\sqrt{c_{2,b}(\varepsilon \cdot d_P)^{2/3} - \frac{12\gamma}{\rho_c d_P}}}{d_P}. \tag{2-20}$$

Abbildung 2-7 zeigt die auf ihr Maximum normierte Bruchrate nach Gl. (2-20). Oberhalb des d_{cr} ist wie bei der Dispergierrate von [Coulaloglou&Tavlarides 1977] wiederum ein Maximum aufgrund der Formulierung der Bruchzeit vorhanden.

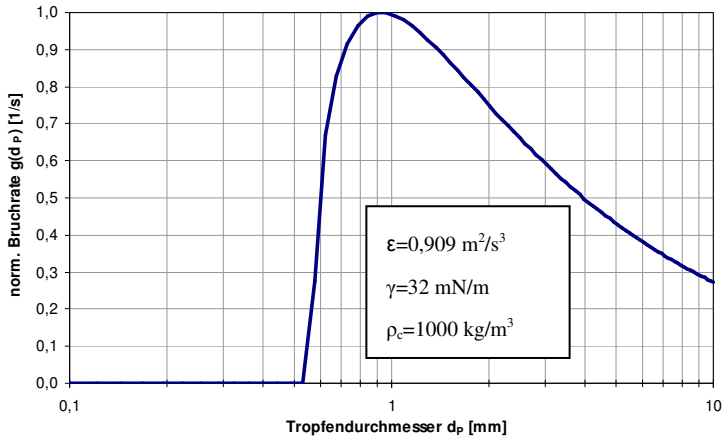


Abbildung 2-7: norm. Bruchrate nach dem Modell von [Martinez-Bazan et Al. 1999]

3 Experimenteller Aufbau und Versuchsablauf

Dieses Kapitel widmet sich der Beschreibung des Versuchsaufbaus und der Durchführung der Experimente. Zunächst wird in Kap. 3.1 die allgemeine Versuchsanlage näher beschrieben.

Zur Erzeugung der Tropfen unterschiedlichen Durchmessers stehen eine begrenzte Auswahl an Nadeln verschiedener Abmaße zur Verfügung. Der vorhandene Zulaufkanal, in welchem die Tropfen dem System zugeführt werden, bestand aus nur einem erweiterten Querschnitt, so dass sich mit den zur Verfügung stehenden Nadeln nur ein begrenzter Bereich an Tropfendurchmessern erzeugen ließ. Dies, zusammen mit der Tatsache, dass der Zulaufkanal durch mehrmaligen Ein- und Ausbau bereits Leckagen aufwies, führte zu der Konstruktion eines neuen Kanals, mit dem die Erzeugung eines größeren Bereichs an Tropfendurchmessern ermöglicht wurde. Der Aufbau des Kanals ist in Abschnitt 3.1.1 beschrieben.

Kapitel 3.2 beschreibt kurz die Versuchsvorbereitung und in Abschnitt 3.3 werden die durchgeführten Versuche mit den zugehörigen Parametern angegeben. Abschließend wird in Abschnitt 3.4 die in der Arbeit verwendete Bruchzeit und der Bruchort definiert.

3.1 Allgemeiner Aufbau der Versuchsanlage

Die zur Durchführung der Einzeltropfenexperimente verwendete Versuchsanlage ist in Abbildung 3-1 prinzipiell dargestellt.

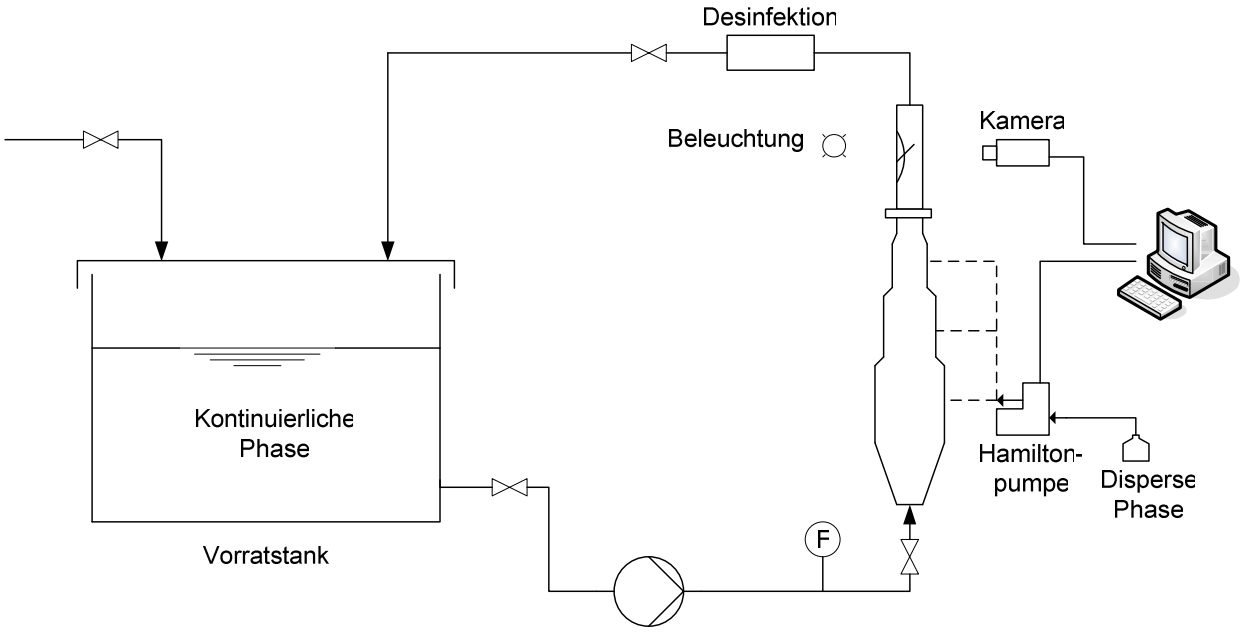


Abbildung 3-1: schematische Darstellung der verwendeten Versuchsanlage

Die Versuche werden in einem geschlossenen Kreislauf gefahren. Die kontinuierliche Phase besteht aus entionisierten Wasser. Dieses befindet sich in einem mit 500 Liter gefüllten Vorratstank und wird mittels Seitenkanalpumpe durch die Anlage befördert. Der Strömungskanal setzt sich aus 2 Einzelkanälen zusammen. Der untere Kanal besteht aus PLEXIGLAS® und dient der Zuführung der dispersen Phase mithilfe einer Hamilton®-Pumpe. Den oberen Kanal bildet ein 30x30mm (Länge x Breite) Glaskanal, in dem das nachempfundene Rührerblatt eines 6-Blatt-Scheibenrührers samt Rührerscheibe montiert ist. Dort werden die Zerfallsereignisse protokolliert. Beide Kanäle sind über Flansche und Gummidichtung

miteinander verschraubt. Hinter dem Ausgang des Strömungskanals ist ein OSRAM HNS®-Entkeimungsstrahler angebracht, der die Möglichkeit zur Desinfektion des Wassers bietet. Anschließend strömt das Wasser wieder in den Vorratstank.

Weiterführende Informationen, insbesondere zu den Strömungsverhältnissen im Messkanal, sind der Diplomarbeit von S. Maaß 2005 zu entnehmen.

Bei der verwendeten Kamera handelt es sich um eine CMOS-Monocrom-Kamera „Photon Focus MV-D75“. Die Kommunikation mit dem PC erfolgt über eine industriell standardisierte Camera-Link-Schnittstelle welche Teil des digitalen FrameGrabbers 'microEnable III' ist. Die Bilddaten werden in den Arbeitsspeicher geladen und können von dort auf die Festplatte geschrieben werden.

Die Tropfen werden mit einer PSD/3-Dosierpumpe der Firma HAMILTON automatisch generiert. Die Steuerung der HAMILTON®-Pumpe erfolgt über eine am Institut mit Hilfe des Programms VisualDesigner® erstellten Software.

3.1.1 Aufbau des PLEXIGLAS®-Kanals

Dieser Kanal dient der Zuführung der zu untersuchenden Tropfen in das System. Der gesamte Kanal besteht aus 30 miteinander verklebten, 15 mm starken Platten aus klarem PLEXIGLAS®. Dieses Material läßt sich gut verarbeiten, besitzt gute optische und mechanische Eigenschaften, ist witterungs- und alterungsstabil und ist beständig gegen Säuren und Laugen in mittlerer Konzentration. All diese Eigenschaften sorgen dafür, dass zum einen die zugeführten Tropfen mittels optischen System beobachtbar sind, Experimente mit verschiedenen Stoffzusammensetzungen durchgeführt werden können und eine lange Lebensdauer garantiert ist.

Die technische Zeichnung des Kanals ist in Abbildung 3-2 dargestellt (alle Angaben in mm). Der Kanal besitzt, über seine Länge verteilt, drei verschiedenen Querschnitte mit einer jeweiligen Höhe von 120 mm. An diesen Stellen sind jeweils mittig in der Höhe Gewindebohrungen in der Stirnseite eingelassen, die der Fixierung der Nadeln dienen mit denen die Tropfen in das System gebracht werden. Diese Konstruktion ermöglicht die Erzeugung unterschiedlich konstanter Strömungsgeschwindigkeiten bei gleichbleibenden Volumenstrom, d.h. bei gleichbleibender Strömungsgeschwindigkeit am Rührerblatt. Dies wiederum erlaubt, Tropfen unterschiedlichen Durchmessers bei gleichem Volumenstrom oder vergleichbare Tropfen des gleichen Durchmessers bei unterschiedlichen Volumenströmen zu beobachten.

Tabelle 3-1: Abmaße und mittlere Strömungsgeschwindigkeit

Querschnitt	**Abmaße in mm** (Länge x Breite)	**Strömungs-geschwindigkeit in m/s**
1	130 x 80	0,09 v_0
2	90 x 60	0,17 v_0
3	50 x 40	0,46 v_0

In Tabelle 3-1 sind die Abmaße der Querschnitte mit den zugehörigen mittleren Strömungsgeschwindigkeiten angegeben. Diese beziehen sich hier auf v_0, der mittleren Strömungsgeschwindigkeit am Eingang des Glaskanals bei gleichem Volumenstrom.

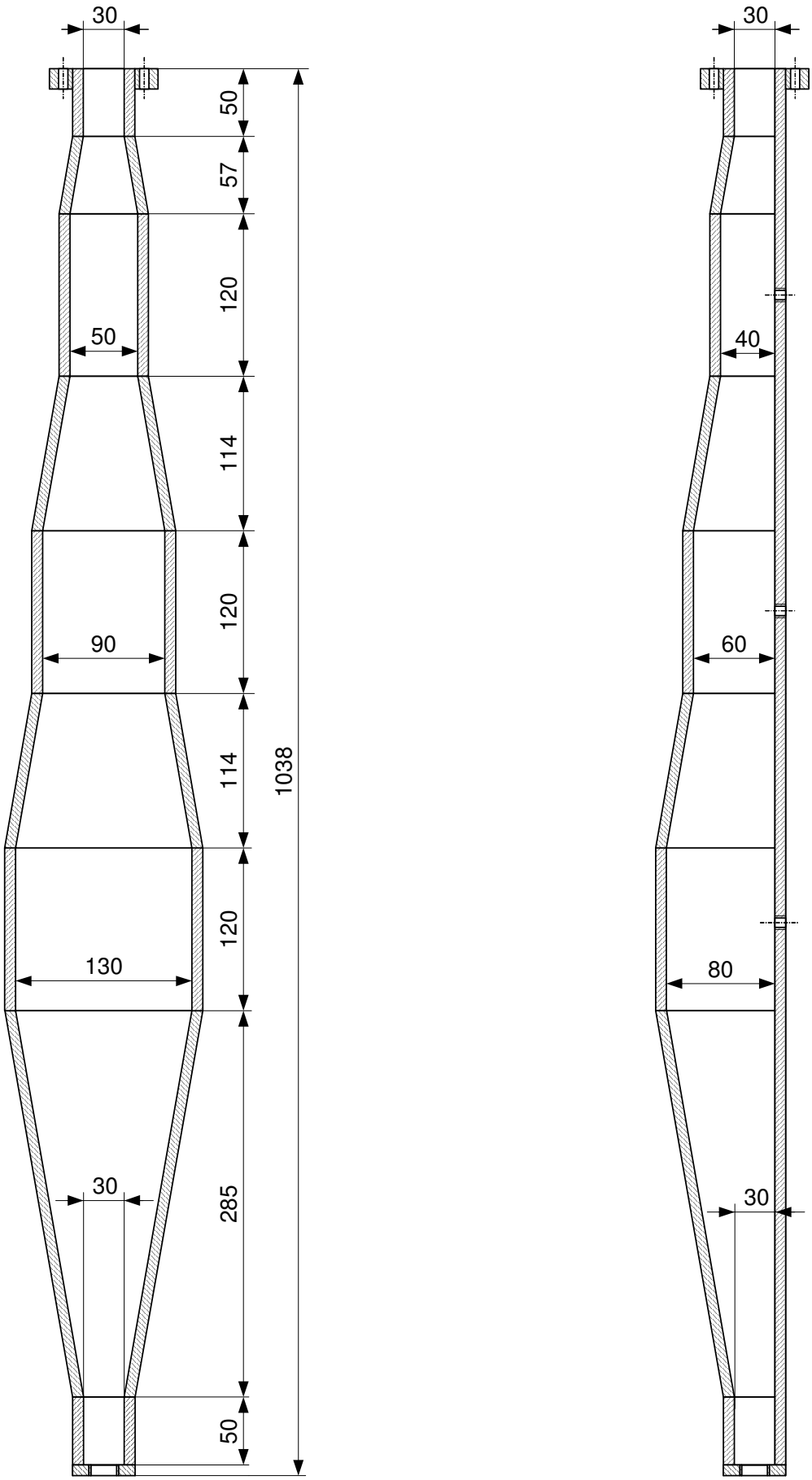


Abbildung 3-2: Zusammenbauzeichnung des Plexiglaskanals

Am größten Querschnitt ist die Geschwindigkeitsreduktion besonders hoch, dieser Bereich eignet sich gut zur Erzeugung von Tropfen mit großen Durchmessern. Sehr kleine Tropfen lassen sich am besten am kleinsten Querschnitt erzeugen. Die in der vorliegenden Arbeit untersuchten Tropfendurchmesser von 2 und 3mm wurden beide mit derselben Nadel einmal im Querschnitt 1 (3mm Tropfen) und ein anderes mal im Querschnitt 2 (2mm Tropfen) erzeugt. Über die tatsächliche Breite an generierbaren Tropfendurchmessern läßt sich an dieser Stelle keine Aussage treffen. Diese hängt unter anderem von der verwendeten Nadel und dem Volumenstrom ab und wurde im Rahmen dieser Arbeit nicht vermessen.

3.2 Versuchsvorbereitung

Für den verwendeten Versuchsaufbau besteht bisher keine Möglichkeit, während eines laufenden Versuches zum Bruchverhalten die in das System eingebrachten Tropfen hinsichtlich ihres Durchmessers bei der Ablösung von der Nadel zu überprüfen. Daher wird vor den Experimenten zum Tropfenzerfall das Ablöseverhalten untersucht. Die Vorgehensweise wird in Abschnitt 3.2.1 erläutert. Im darauf folgenden Abschnitt werden kurz die Vorbereitungen zur Aufnahme der Zerfallsexperimente behandelt.

3.2.1 Muttertropfenanalyse

Die Aufnahmen zur Muttertropfenanalyse fanden unter den gleichen Bedingungen statt, die für die Zerfallsprozesse galten, d.h. die Strömungsgeschwindigkeit und die disperse Phase waren gleich. Zur Erfassung der Ablöseprozesse wurde die Kamera auf Höhe der Nadel positioniert und die Nadel fokussiert. Als Beleuchtung diente eine handelsübliche 50W Halogenlampe, die auf der gegenüber liegenden Seite der Kamera hinter dem Kanal positioniert wurde. Weißes Transparentpapier, das auf der Aussen- und Beleuchtungsseite des Kanals angebracht wurde, sorgte für einen gleichmäßigen Hintergrund auf den Bildern, siehe Abbildung 3-3.

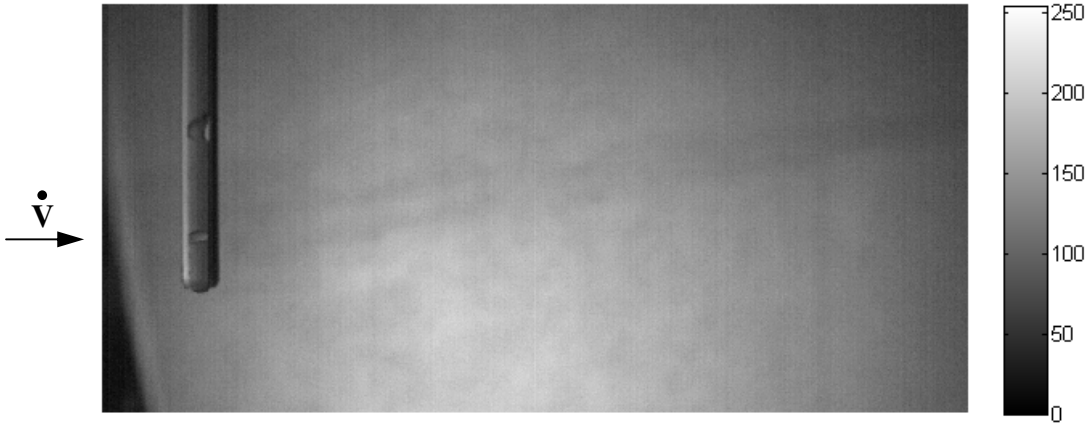


Abbildung 3-3: eine Aufnahme zur Muttertropfenanalyse

Über die Software zur Steuerung der Hamilton®-Pumpe läßt sich ein gewünschter Tropfendurchmesser bis auf den Mikrometerbereich einstellen. Dieser Durchmesser wurde dann solange variiert, bis bei einem eingestellten Tropfendurchmesser die Mehrzahl von ca. 20 nacheinander erzeugten Tropfen ohne zu zerbrechen sauber von der Nadel ablösten.

Nach Bestimmung des Tropfendurchmessers wurden bis zu 250 aufeinanderfolgende Ablöseprozesse mit der Kamera aufgenommen. Diese wurden mit dem in Kapitel 4.1 beschriebenen Programm ausgewertet und eine Statistik über die erzeugten Durchmesser erstellt.

3.2.2 Analyse der Zerfallsereignisse

Zur Erfassung der Zerfallsprozesse wurde die Kamera auf der Höhe des Rührerblattes im Glaskanal positioniert und der Verbindungspunkt von Rührerblatt und Rührerscheibe fokussiert. Die Kamera wurde so ausgerichtet, dass ein kleiner Bereich stromauf des Rührerblattes zu erkennen ist. Dieser Bereich spielt eine wichtige Rolle bei der Auswertung (siehe Kapitel 4.2.1). Als Beleuchtung dienten 4 handelsübliche 30W Halogenlampen, die gleichmäßig auf der gegenüber liegenden Seite der Kamera hinter dem Glaskanal verteilt wurden. Für einen ausgeglichenen Hintergrund auf den Bildern sorgte weißes Transparentpapier, das auf der beleuchteten Seite des Glaskanals angebracht wurde.

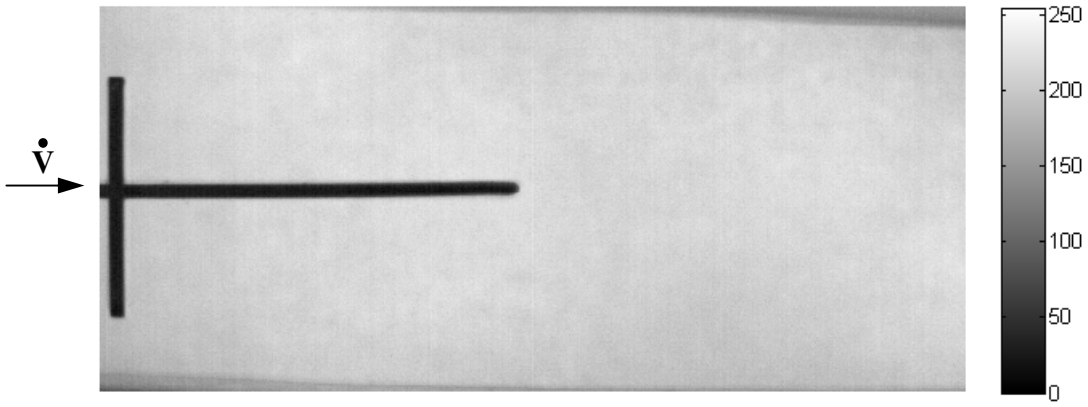


Abbildung 3-4: eine Aufnahme zur Zerfallsanalyse

Nachdem in der Software zur Steuerung der Hamilton®-Pumpe der Tropfendurchmesser und die Frequenz mit der die Tropfen generiert werden sollten, eingestellt waren, konnte mit der Aufnahme der jeweils 1000 Sequenzen zur Zerfallsanalyse begonnen werden.

3.3 Versuchsdurchführung

In Tabelle 3-2 sind die wichtigsten Daten der durchgeführten Experimente zusammengefasst.

Tabelle 3-2: allgemeine Angaben zu den durchgeführten Versuchen

Durchmesser [mm]	kont. Phase	disp. Phase	v [m/s]	Framerate [fps]
0,66; 2; 3	H_2O, pH7	Toluol	1,5	822
2	H_2O, pH13	Toluol	1,5	822

Untersucht wurde das Bruchverhalten bei 3 verschiedenen Tropfendurchmessern. Die kontinuierliche Phase bestand aus entionisiertem Wasser, welchem zur Sicherstellung der korrekten Funktionsweise des Durchfluss-Messgerätes 0,16 g/L NaCl zur Erhöhung der elektrischen Leitfähigkeit zugegeben wurde. Für den pH13-Versuch des 2mm Tropfens wurde der kontinuierlichen Phase 5,6 g/L Kaliumhydroxid (KOH) beigemischt.

Sämtliche Versuche wurden bei einer voll turbulenten Strömung mit einer charakteristischen Strömungsgeschwindigkeit v = 1.5 m/s durchgeführt. Diese entspricht einem an der Anlage eingestellenVolumenstrom von 3184 L/h und der Rührerdrehzahl von 550 U/min eines vergleichbaren 6-Blatt-Scheibenrührers. Nähere Informationen zur Vergleichbarkeit der Strömungsgeschwindigkeit im Kanal mit der Rührerdrehzahl und dem damit verbundenen

Leistungseintrag finden sich in der Diplomarbeit von S. Maaß 2005.

Alle Versuche wurden mit einer Framerate von 822 fps aufgezeichnet, wobei die einzelnen Bilder eine Auflösung von 608x286 Bildpunkten mit einer 8bit-Grauwertskala, d.h. einer Grauwertauflösung von 0 bis 255, besaßen.

Die disperse Phase bestand aus Toluol, welcher der Farbstoff Sudanschwarz zur besseren Beobachtbarkeit beigemischt wurde. Die Stoffdaten des verwendeten Wasser/Toluol-Systems sind in Tabelle 3-3 angegeben.

Tabelle 3-3: Stoffdaten des Toluol/Wasser-Systems

Reinheit [%]	**γ [mN/m]** mit Farbstoff bei 20°C	**ρ_{Toluol} [kg/m^3]** bei 20°C	**η_{Toluol} [mPa·s]** bei 20°C	**$c_{Farbstoff}$ [g/L]**
99,98	32	866	0,55	0,075

3.4 Definition von Bruchzeit und Bruchort

Die Bruchzeit t_B bezeichnet den Zeitpunkt, an dem ein Tropfen erstmalig als nicht zusammenhängendes Objekt zu sehen ist, so wie in Abbildung 3-5 zum Zeitpunkt t_{13} dargestellt. Der Zeitpunkt t_1 ist der Zeitpunkt, an dem der Tropfen das erste Mal über das Rührerblatt hinaus in den Rührernahbereich hineinragt. Wenn dieser Zeitpunkt durch die Bildnummer 1 repräsentiert wird und alle folgenden Bilder weiterführend nummeriert sind, dann ergibt sich die Bruchzeit t_B aus der Division von Bildnummer und Framerate, also t_B=Bildnummer/Framerate in [s].

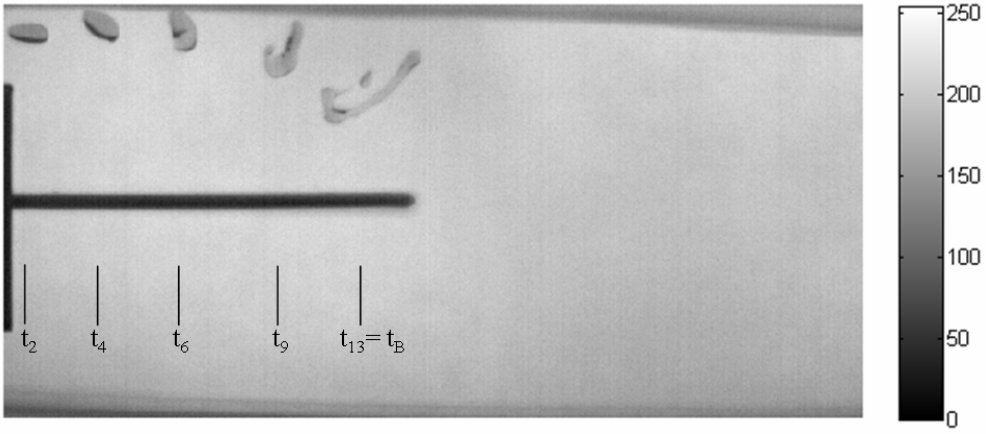


Abbildung 3-5: Definition der Bruchzeit

Die Festlegung des Bruchortes geschieht folgendermaßen:

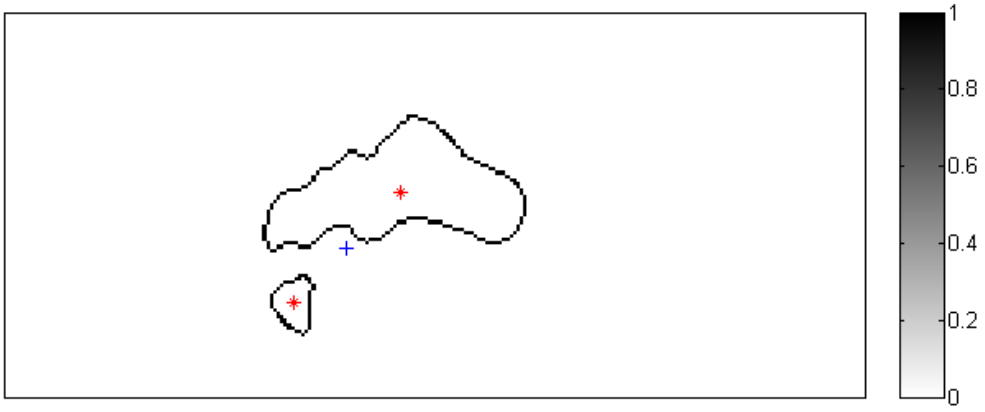


Abbildung 3-6: Definition des Bruchortes

Die obige Abbildung 3-6 zeigt die Umrisse eines gerade gebrochenen Tropfen mit eingezeichneten Flächenschwerpunkten (rote Markierungen *). Der Bruchort wird durch die Mittelung der jeweiligen x- und y-Werte der Flächenschwerpunkte berechnet und ergibt sich in diesem Beispiel dargestellt an der blauen Markierung (+).

4 Bildverarbeitung mit MATLAB®

Wie bereits im Kapitel 3 beschrieben, basiert die Datengewinnung auf einem optischen System. Die bisherige Auswertung der aufgenommen Sequenzen mit der Bildbearbeitungssoftware ImagePro® dauert aufgrund der Datenmenge und des teilweise manuellen Vorgehens sehr lang (bis zu einem Monat bei 1000 erfassten Zerfallsereignissen). Daher wurden im Rahmen dieser Arbeit unter MATLAB® Programme entwickelt, die sowohl die Muttertropfenanalyse als auch die Analyse der Zerfallsereignisse automatisch durchführen. Ein Vorteil von Matlab® ist, neben der umfangreichen Toolbox zur Bildbearbeitung, dass die programmierten Skripte in eigenständige Programme mithilfe des MatlabCompilers umgewandelt werden und so unabhängig von Matlab auf jeden Rechner ausgeführt werden können.

Eine Beschreibung des Ablaufs beider Programme findet sich in den folgenden Abschnitten.

4.1 Analyse der Muttertropfen

Die erzeugten Daten zur Muttertropfenanalyse werden mit dem nachfolgend ausführlich beschriebenen Programm ausgewertet.

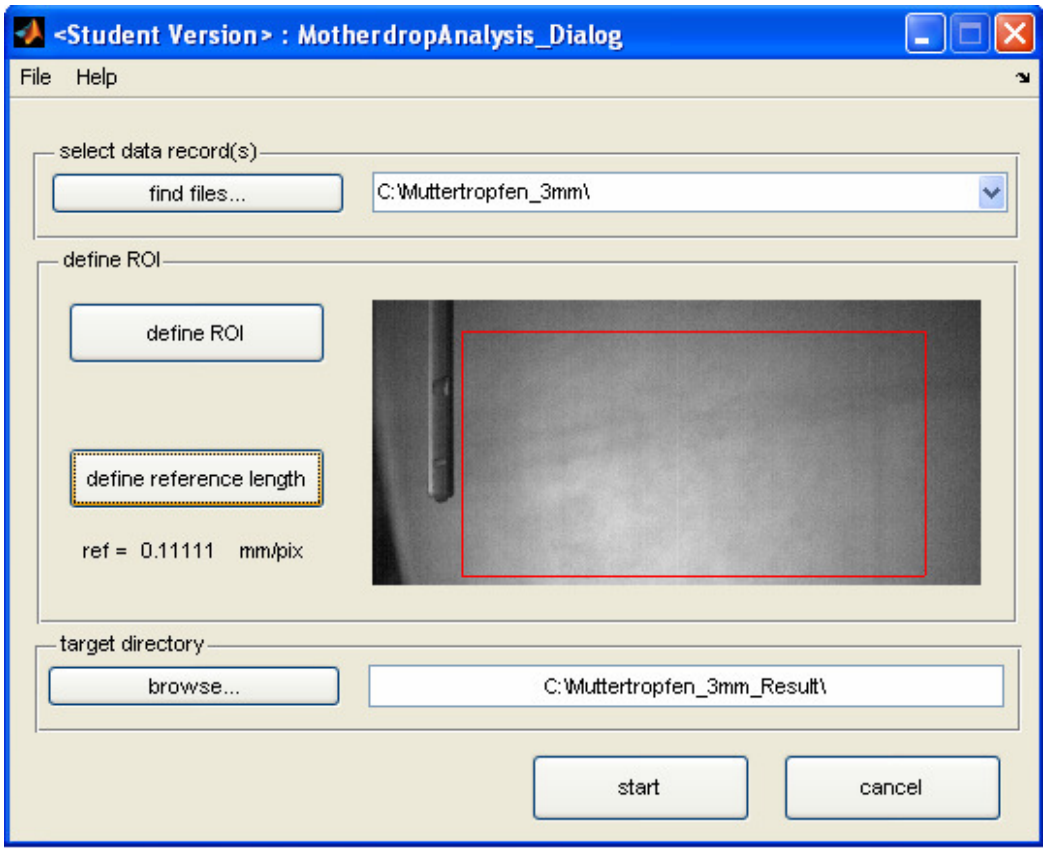


Abbildung 4-1: GUI zur Muttertropfenanalyse

Gestartet wird die Routine mit dem Befehl 'MotherdropAnalysis_Dialog' in Matlabs Command Window (das CurrentDirectory muss dabei auf den Pfad eingestellt sein, indem sich die 'MotherdropAnalysis _Dialog.m'-Datei und alle zugehörigen Unterfunktionen befinden). Damit öffnet sich die in Abbildung 4-1 dargestellte GUI (Graphical User Interface) mit der die zu bearbeitenden Sequenzen ausgewählt werden und eine Region Of Interest (ROI) als auch die Referenzlänge sowie der Speicherort festgelegt wird. Die Sequenzen können als Gesamtpaket durch die Wahl des Überordners oder auch separat durch die Wahl der gewünschten Sequenzen

ausgesucht werden. Für jede ausgesuchte Sequenz (-gruppe) erscheint im ROI-Fenster das erste Bild der (ersten) Sequenz.

Die Festlegung der ROI erfolgt über den Button ’define ROI’. Dadurch öffnet sich eine weitere GUI (siehe Abbildung 4-2), in der mithilfe der Maus ein Rechteck für die ROI gezeichnet werden kann. Hier besteht auch die Möglichkeit, eine eingezeichnete ROI für alle ausgewählten Datensätze zu übernehmen. Nach Beendigung erscheint in der ‚Haupt’-GUI die ROI als rotes Rechteck zur visuellen Überprüfung.

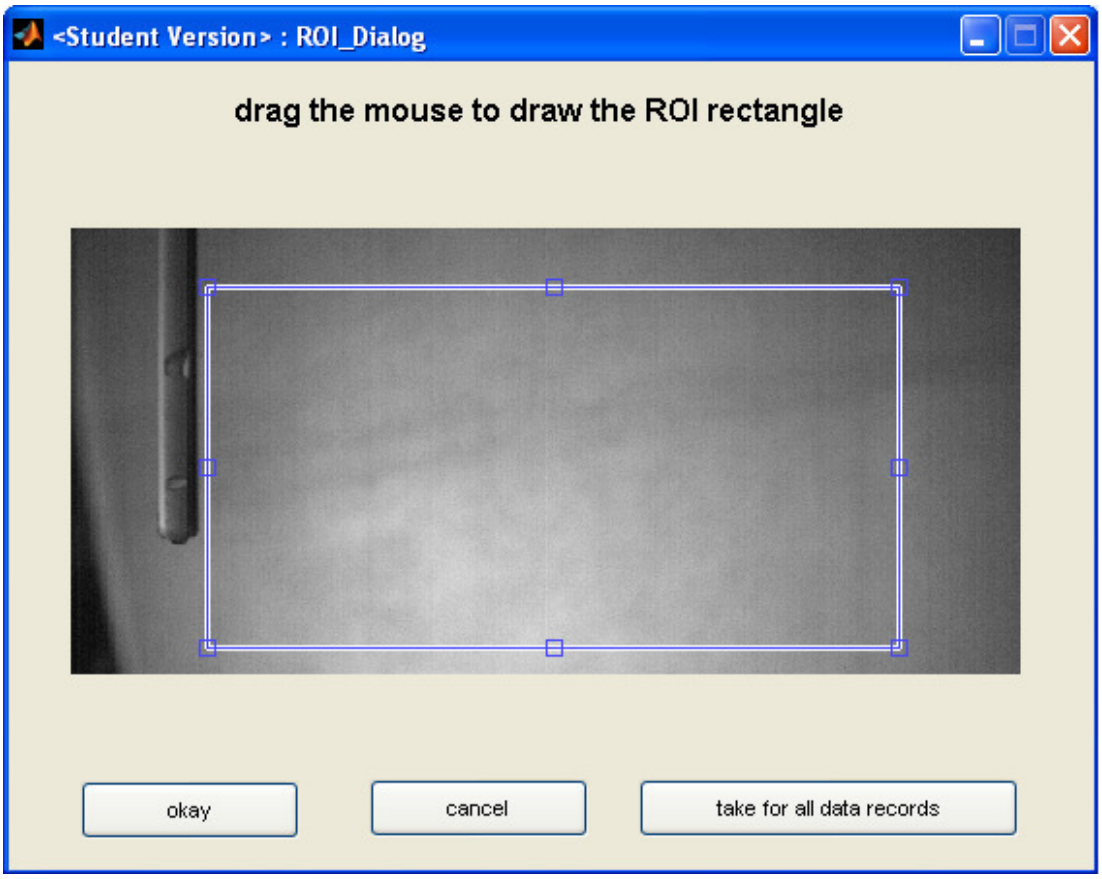


Abbildung 4-2: GUI zur Festlegung der Region Of Interest (ROI)

Die Bestimmung der Referenzlänge erfolgt über den Button ‚define reference length’. Analog zur ROI öffnet sich auch hier eine weitere GUI (siehe Abbildung 4-3); in der mithilfe der Maus eine Linie gezeichnet werden kann. Nach Eingabe der entsprechenden realen Länge erscheint der Umrechnungfaktor in mm/pix in der ‚Haupt’-GUI zur visuellen Überprüfung. Auch hier besteht die Möglichkeit, eine einmal eingegebene Referenzlänge allen ausgewählten Datensätze zu zuweisen.

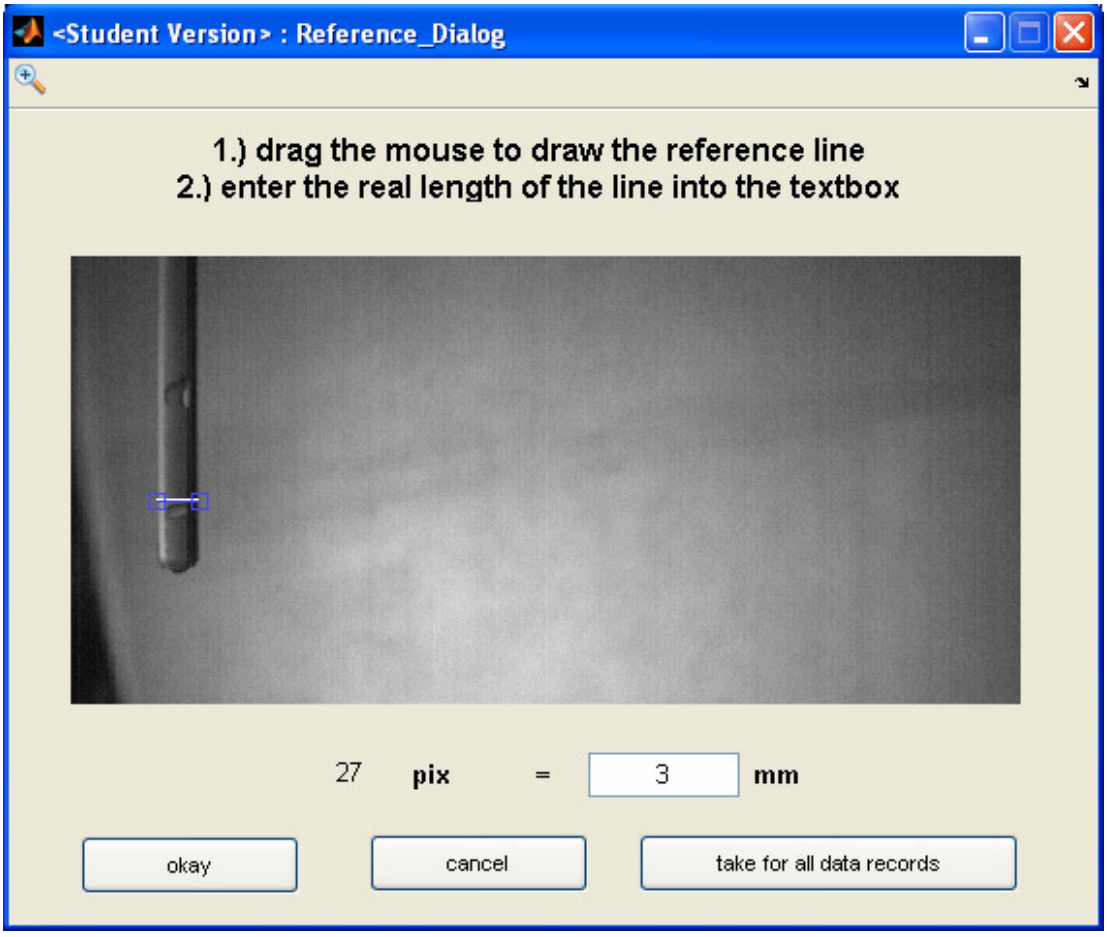


Abbildung 4-3: GUI zur Festlegung der Referenzlänge

Wird der Zielordner in der MotherdropAnalysis-GUI nicht manuell geändert, ergibt sich die in Abbildung 4-4 dargestellte automatisierte Speicherstruktur.

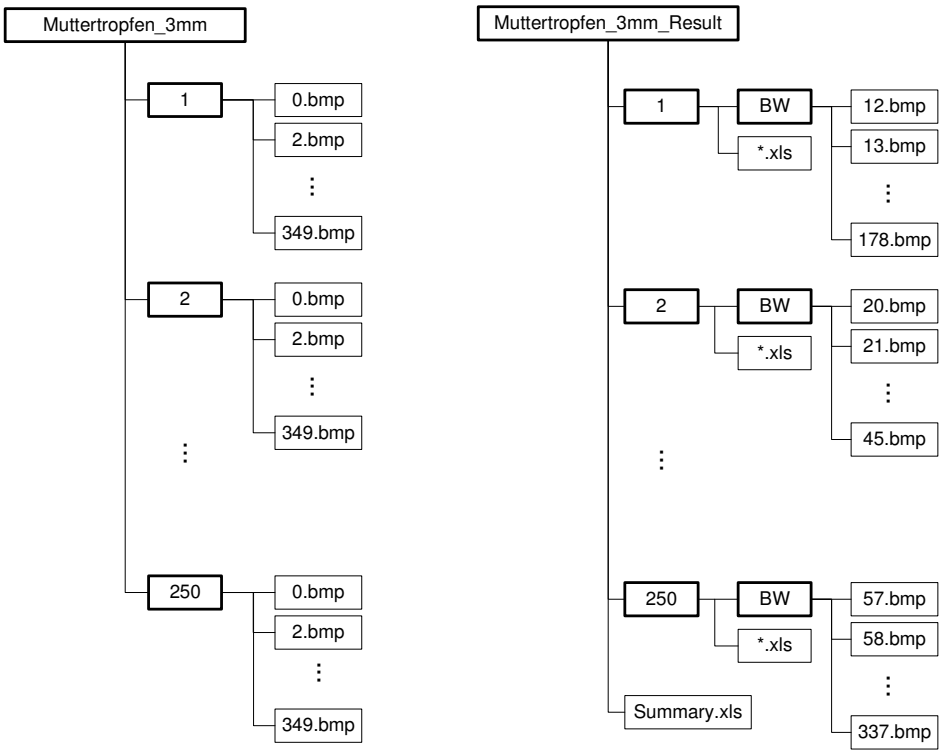


Abbildung 4-4: Speicherstruktur der MotherdropAnalysis-Routine

Nach Eingabe aller benötigten Angaben läuft die Routine nach den in Abbildung 4-5 skizzierten Programmablaufplan folgendermaßen ab:

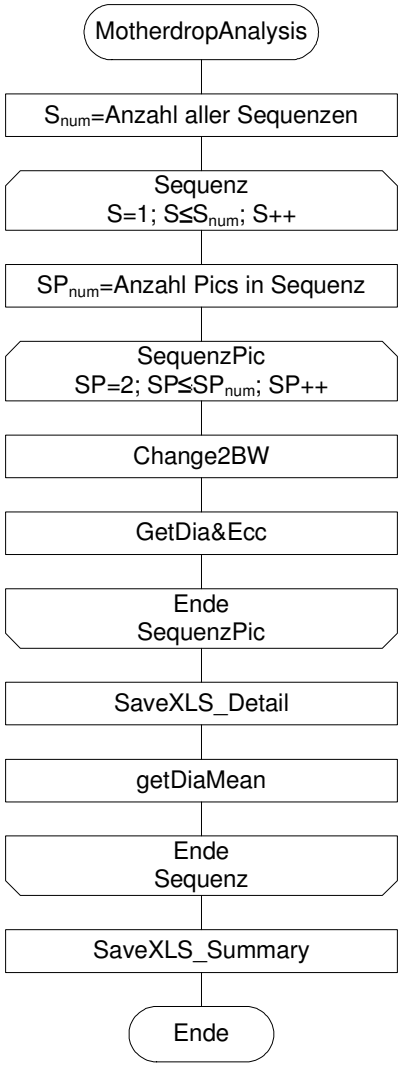


Abbildung 4-5: Programmablaufplan der MotherdropAnalysis-Routine

Nach Ermittlung der Anzahl der auszuwertenden Sequenzen werden in einer Schleife die Bilder der einzelnen Sequenzen binarisiert (Change2BW) und der Tropfendurchmesser in jedem Bild bestimmt (GetDia&Ecc). Nach Durchlauf einer Sequenz werden die detailierten Ergebnisse (Durchmesser und Exzentrizität) in tabellarischer Form als Excel-Datei abgespeichert (SaveXLS_Detail) und ein mittlerer Tropfendurchmesser berechnet (getDiaMean). Nach Bearbeitung aller Sequenzen werden die ermittelten Tropfendurchmesser unter Angabe der Sequenznummer tabellarisch als Excel-Datei abgespeichert (SaveXLS_Summary) und die Routine endet. Die einzelnen Schritte werden folgend näher erläutert.

Change2BW:

Zunächst wird jeweils das erste Bild der Sequenz als Hintergrundbild festgelegt und auf die angegebene ROI zurecht geschnitten, siehe Abbildung 4-6. Die nachfolgend eingelesen Bilder, wie z.B. in Abbildung 4-7 dargestellt, werden dann ebenfalls beschnitten und vom Hintergrundbild subtrahiert. Das resultierende Bild wird anschließend skaliert, indem alle Pixel des Bildes mit einem Faktor 255/MaxGrau (MaxGrau ist der maximale Grauwert des Bildes) multipliziert werden, so dass die Grauwertskala des resultierenden Bildes von 0 bis 255 reicht, siehe Abbildung 4-8.

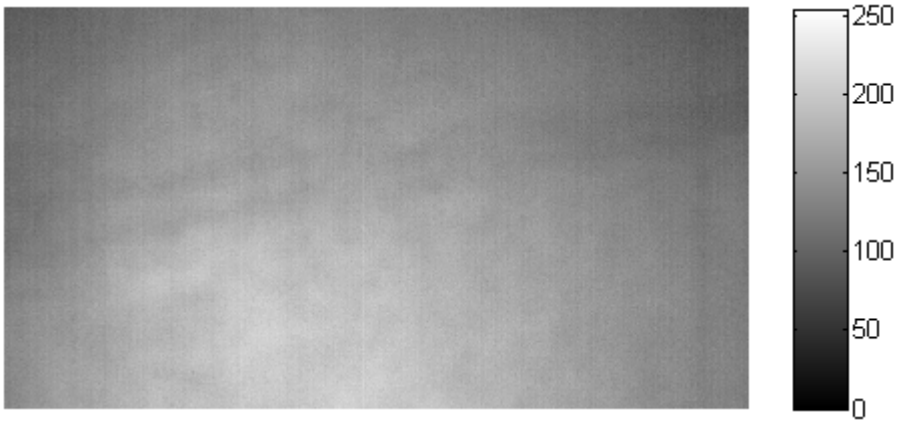


Abbildung 4-6: Hintergrundbild einer Sequenz

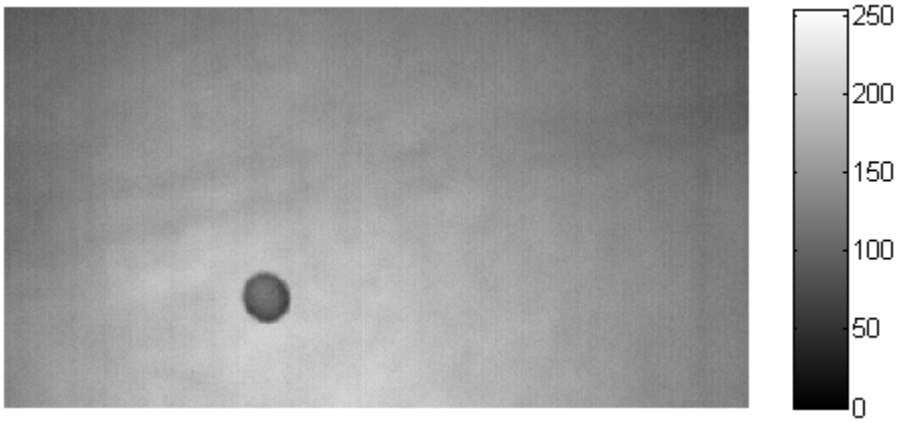


Abbildung 4-7: Bild einer Sequenz mit Muttertropfen

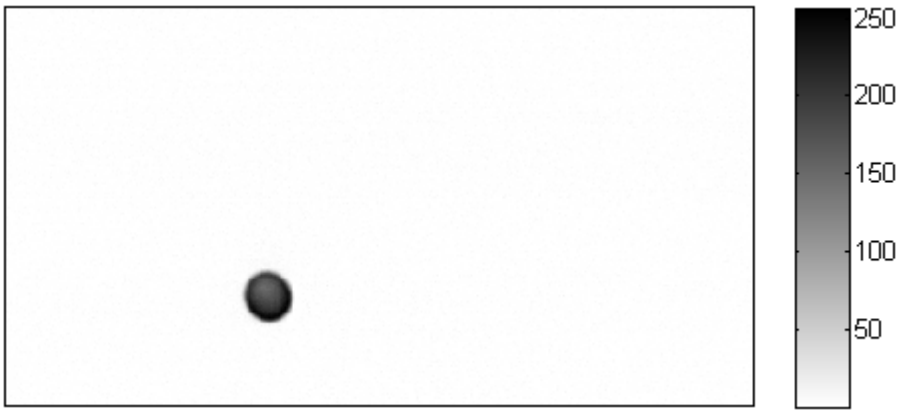


Abbildung 4-8: Ergebniss der Hintergrundbild-Subtraktion nach Skalierung

Dieses Bild wird nun binarisiert, in dem alle Pixel mit Grauwerten größer 127.5, also der Hälfte der Grauwertskala, zu Eins und alle Pixel mit kleineren Werten zu Null gesetzt werden. Das Ergebnis ist in Abbildung 4-9 zu sehen. Ist der Tropfen auf dem Bild vollständig zu sehen, d.h. der Umriss des Tropfens berührt nicht den Bildrand, wird das binäre Bild abgespeichert. Aus dem im Bild abgebildeten Tropfen wird nun ein äquivalenter Kreisdurchmesser und seine Exzentrizität bestimmt (getDiaEcc).

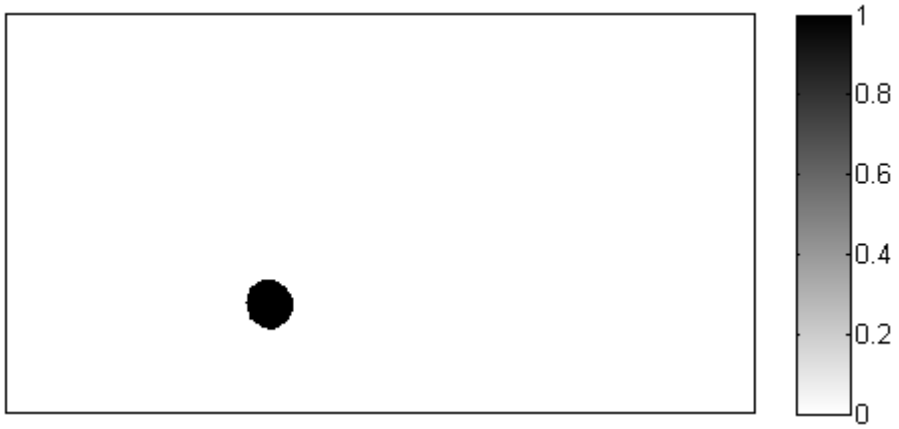


Abbildung 4-9: binäres Bild einer Sequenz mit Muttertropfen

getDiaEcc:

Um den Durchmesser zu berechnen wird zunächst die BoundingBox des Tropfens bestimmt, wie in Abbildung 4-10 dargestellt. Der Tropfendurchmesser ergibt sich dann aus dem Mittelwert der Breite a und der Höhe b der BoundingBox. Der berechnete Durchmesser des abgebildeten Beispiels beträgt hier 28.5 Pixel.

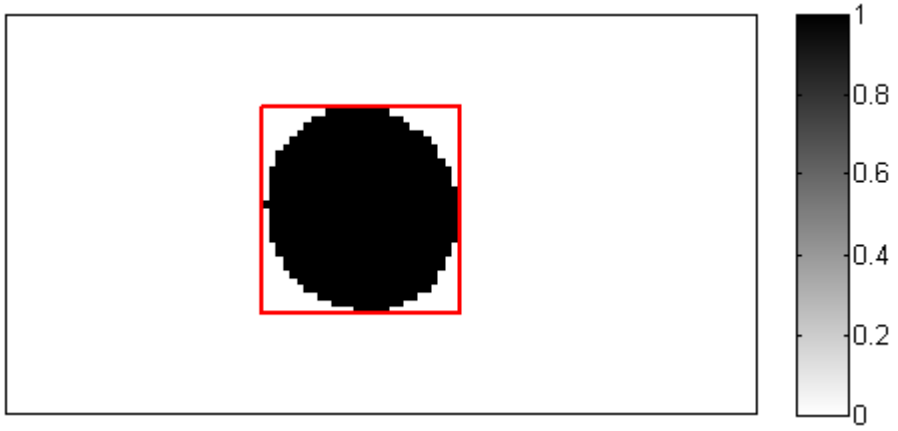


Abbildung 4-10: vergrößertes Bild eines Muttertropfens mit eingezeichneter BoundingBox

Nimmt man an, dass die Breite a und die Höhe b der BoundingBox die Achsen einer Ellipse darstellen, so nimmt die Ellipse bei gleichlanger Höhe und Breite die Form eines Kreises an. Ein Maß für die Form der Ellipse bildet die Exzentrizität ε mit

$$\varepsilon = \sqrt{1 - \left(\frac{b}{a}\right)^2} \tag{4-1}$$

wobei a die Haupt- und b die Nebenhalbachse der Ellipse repräsentiert. Ist ε = 0 sind beide Achsen gleich lange und es liegt ein Kreis vor, ist ε = 1, handelt es sich um eine Gerade. Um eine Aussage über die Form der Tropfens treffen zu können, wird neben dem Durchmesser auch die Exzentrizität nach Formel 3-1 berechnet. Diese Information findet bei der Bestimmung des mittleren Druchmessers der Sequenz Verwendung (siehe getDiaMean im übernächsten Abschnitt). Die Exzentrizität im abgebildeten Beispiel beträgt 0.26.

SaveXLS_Detail:

Sowohl der Durchmesser (in Pixel) als auch die Exzentrizität des Tropfens in jedem Bild der

Sequenz werden unter Angabe der Bildnummer tabellarisch in einer Excel-Datei gespeichert.

getDiaMean:

Für die Bestimmung eines, für eine Sequenz representativen, Tropfendurchmessers werden die in den einzelnen Bildern berechneten Durchmesser gemittelt. Dazu werden nur solche beachtet, deren zugehörige Exzentrizität kleiner als 0.3 ist, d.h. der Längenunterschied zwischen Höhe und Breite der BoundingBox maximal 10% beträgt. In Abbildung 4-11 ist beispielhaft für eine Sequenz die kumulative Häufigkeitsverteilung der Tropfendurchmesser mit $\varepsilon<0.3$ dargestellt.

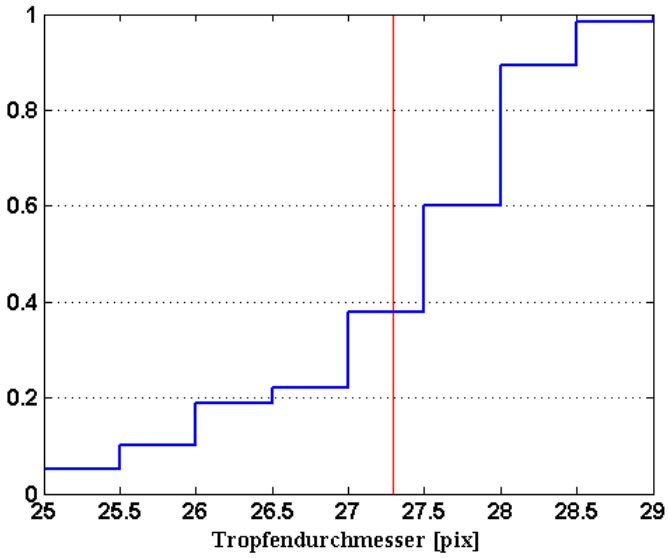


Abbildung 4-11: kumulative Häufigkeitsverteilung der ermittelten Tropfendurchmesser

Wie man sieht, liegen die ermittelten Durchmesser zwischen 25 und 29 Pixel, das entspricht hier einem Unterschied von 0.45 mm. Aufgrund der vielen kleineren Durchmesser (bis 27 Pixel) würde eine arithmetische Mittelwertbildung einen Durchmesser von 27.29 Pixel ergeben. Das dieser Wert jedoch nicht als repräsentativ gelten kann, sieht man zum einen daran, dass ca. 60% der ermittelten Werte zwischen 27.5 und 28.5 Pixel liegen und zum anderen dann, wenn man die Bilder der Tropfen mit den kleinen Durchmesser näher betrachtet.

Solch kleine Durchmesser ergeben sich immer dann, wenn infolge ungleichmäßiger Hintergrundausleuchtung die Tropfen nach der Binarisierung der Bilder unvollständig abgebildet werden, siehe Abbildung 4-12.

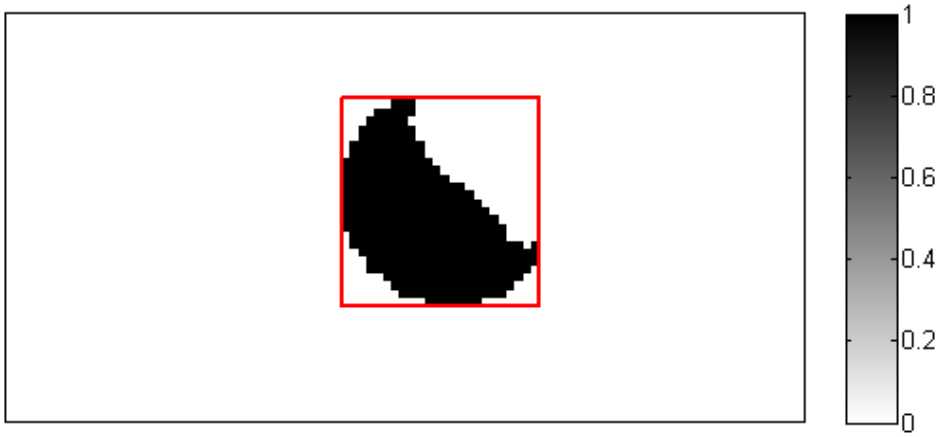


Abbildung 4-12: vergrößertes Bild eines unvollständig abgebildeten Muttertropfens

Da auch in diesem Beispiel die Exzentrizität kleiner 0.3 ist, fliessen diese Tropfen in die Berechnung des Gesamtdurchmessers einer Sequenz mit ein. Um ihren Einfluß auf den Gesamtdurchmesser zu verringern, wird dieser folgendermaßen berechnet:

Alle ermittelten Durchmesser werden absteigend in einem Datenvektor sortiert. Entlang diesen Vektors wird ein laufender arithmetischer Mittelwert gebildet, dessen Verlauf beispielhaft in Abbildung 4-13 dargestellt ist. Der Endwert entspricht dem arithmetischen Mittel über alle Durchmesser. Bildet man nun aus diesem Verlauf den arithmetischen Mittelwert, ergibt sich ein Durchmesser von 28.02 Pixel, welcher bei Betrachtung der Häufigkeitsverteilung der einzelnen Durchmesser auch am wahrscheinlichsten ist.

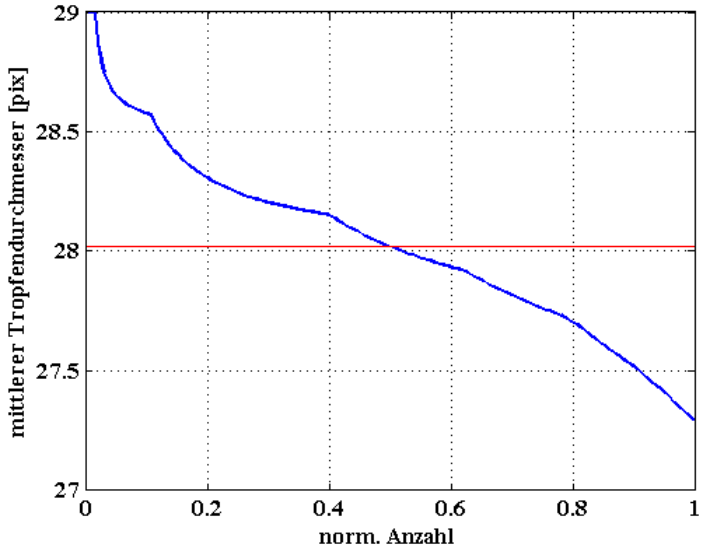


Abbildung 4-13: laufender arithmetischer Mittelwert des Tropfendurchmessers

Sind die Werte der einzelnen Durchmesser nicht so stark gestreut wie im angegebenen Beispiel, dann ähnelt der auf diese Weise bestimmte Durchmesser dem arithmetischen Mittelwert.

Nach der Berechnung wird der Gesamtdurchmesser schließlich mit der in der Motherdrop-Analysis-GUI eingetragenen Referenzlänge in die Einheit mm umgewandelt.

SaveXLS_Summary:

Zum Abschluß der Routine werden nach Abarbeitung aller Sequenzen die ermittelten Durchmesser in [pix] und [mm] unter Angabe der Sequenznummern tabellarisch als Excel-Datei abgespeichert.

4.2 Analyse der Zerfallsereignisse

Die anfallende Datenmenge bei 1000 Sequenzen mit max. 950 Bilder pro Sequenz beträgt ca. 200 GB. Die Anzahl der Bilder richtet sich dabei nach Größe des Tropfens (bei größeren Tropfen dauert der Bruchvorgang länger) und der Reaktionsfähigkeit des Experimentators (kleine Tropfen werden nicht so schnell erkannt). Je größer die Tropfen und reaktionsärmer der Experimentator, desto größer ist die Anzahl der Bilder pro Sequenz. Aber: der Großteil der Bilder enthält keine Information weil der Tropfen entweder noch gar nicht in den Rührernahbereich eingetreten ist oder der Bruchvorgang schon abgeschlossen ist. Werden diese Bilder aussortiert, reduziert sich die Datenmenge auf ca. ¼. Die aufgenommenen Bilder werden während der Experimente im zugehörigen Sequenzordner aufsteigend nummeriert (0...945) abgespeichert. Teilweise stimmt diese Reihenfolge aber nicht mit dem zeitlichen Ablauf überein (siehe Abbildung 4-14, dabei handelt es sich um ein Problem der Kamera-Software, das bisher nicht gelöst werden konnte).

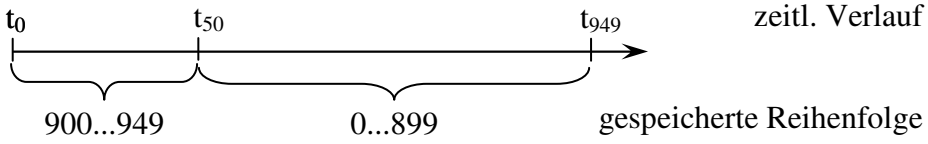


Abbildung 4-14: fehlerhafte Speicherung der zeitlichen Bildreihenfolge

Für die Analyse der Zerfallsereignisse werden also in einem ersten Schritt die relevanten Bilder der Sequenzen gesucht und in zeitlich richtiger Reihenfolge von 1 bis n aufsteigend nummeriert abgespeichert. Zusätzlich wird für jede Sequenz ein Hintergrundbild, d.h. ein Bild mit keinen oder möglichst wenigen Partikeln ermittelt und gespeichert. Der zeitliche Aufwand dieser Prozedur beträgt für 1000 Sequenzen mit 750 Bildern pro Sequenz, durchgeführt auf einem Standard-PC (AMD Athlon 2600+, 1,92 GHz, 1 GB RAM), ca. 6-8 Stunden. Aus Gründen der Dateiverwaltung, Übersichtlichkeit des Programmes und der zeitlichen Dauer wurde diese Routine als eigenständiges Programm erstellt und muss vor dem Analyseprogramm durchgeführt werden. Der Ablauf der Routine wird in Kapitel 4.2.1 erläutert.

Die zur Beschreibung der Zerfallsereignisse notwendigen Daten wie Bruchzeit, Bruchort, Tropfengröße und Anzahl der entstandenen Tochtertropfen werden dann aus den in Schritt 1 erzeugten Sequenzen ermittelt. Dazu werden die Bilder einer Sequenz binarisiert und auf bestimmte Merkmale hin untersucht. Diese Informationen werden gesammelt, abgespeichert und am Ende einer Sequenz zur Bestimmung von oben genannten Daten weiter bearbeitet. Eine nähere Beschreibung dieser Routine erfolgt in Kapitel 4.2.2. Der zeitliche Aufwand dieses Programmes beträgt, durchgeführt auf einem Standard-PC (AMD Athlon 2600+, 1,92 GHz, 1 GB RAM) 6-8 Stunden.

Mit einer insgesamten Auswertungszeit von ca. 16 Stunden pro Experiment mit 1000 Sequenzen zeigt sich der enorme Vorteil dieser automatisierten Bildauswertung. Die bisherige Bearbeitungszeit unter ImagePro® konnte durchaus bis zu einem Monat betragen, da einzelne Bearbeitungsschritte manuell eingestellt werden mussten und somit eine ständige Anwesenheit des Experimentators verlangt wurde.

Werden in beiden Routinen die Zielordner nicht manuell geändert, so ergibt sich eine Dateiverwaltung wie in Abbildung 4-15 dargestellt. Der linke Baum mit dem Überordner

’550Umin_0,663mm_pH13’ stellt das Speicherstruktur eines Einzeltropfenexperimentes dar, in dem die gesamten 1000 aufgenommenen Sequenzen abgelegt sind. Nach Durchlauf der Sort-Routine werden die Daten, wie im mittleren Baum dargestellt, abgespeichert. Diese Daten ausgewertet mit der DropBreakage-Routine ergeben die rechts dargestellte Speicherstruktur. In jedem Sequenzordner wird neben den binären Bildern im Ordner ’BW’ zusätzlich eine xls-Datei abgelegt, in der detailiert die Anzahl, die Größe und die Lage aller Tropfen aufgeführt ist. Die im Überordner abgelegte ’Summary.xls’-Datei enthält die den Bruchvorgang betreffenden Daten aufgelistet für jede Sequenz.

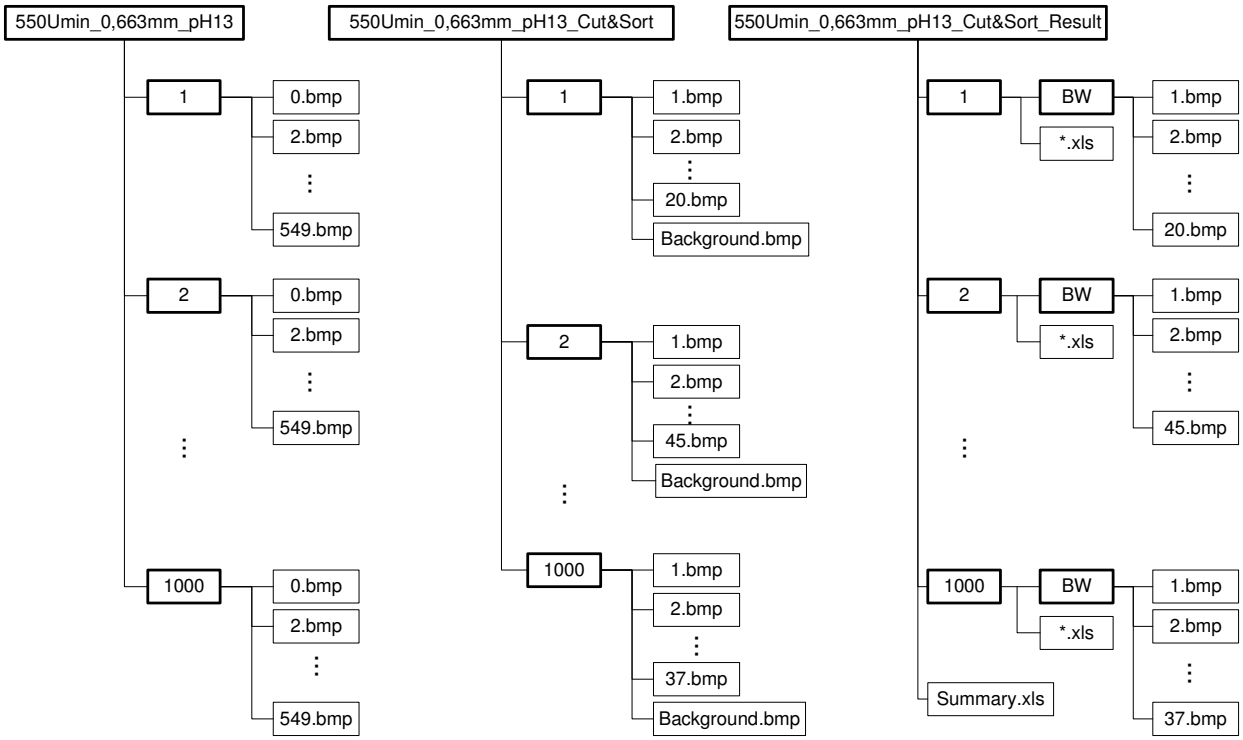


Abbildung 4-15: Speicherstruktur bei der Analyse der Zerfallsereignisse

4.2.1 Sort-Routine

Gestartet wird die Sort-Routine mit dem Befehl ’Sort_Dialog’ in Matlabs Command Window (das CurrentDirectory muss dabei auf den Pfad eingestellt sein, indem sich die ’Sort_Dialog.m’-Datei und alle zugehörigen Unterfunktionen befinden). Damit öffnet sich die in Abbildung 4-16 dargestellte GUI mit der die zu bearbeitenden Sequenzen ausgewählt sowie die ROI und der Speicherort festgelegt werden. Die Sequenzen können als Gesamtpaket durch die Wahl des Überordners oder auch separat durch die Wahl der gewünschten Sequenzen ausgesucht werden. Für jede ausgesuchte Sequenz (-gruppe) erscheint im ROI-Fenster das erste Bild der (ersten) Sequenz. Das Festlegen der ROI erfolgt wie in Kapitel 4.1 beschrieben.

Für eine erfolgreiche Sortierung der Bilder ist es wichtig, dass in den Aufnahmen ein gewisser Bereich stromauf des Rührerblattes sichtbar ist. Wird die ROI festgelegt (diese kann, muss aber nicht zwingend hier erfolgen, da in der Routine zur Bruchanalyse ebenfalls die Möglichkeit besteht), so sollte diese im Rührerblattbereich wie in Abbildung 4-16 dargestellt erfolgen. Wird eine ROI für eine Sequenzgruppe festgelegt, so ist zu beachten, dass sich die Position des Rührerblattes in den Bildern durch eine etwaige Veränderung der Kameraposition im Laufe eines Experimentes ändern kann. Wichtig für die spätere Bruchanalyse ist, dass auf allen

resultierenden Bildern wenigstens ein Teil des Rührerblattes erkennbar bleibt.

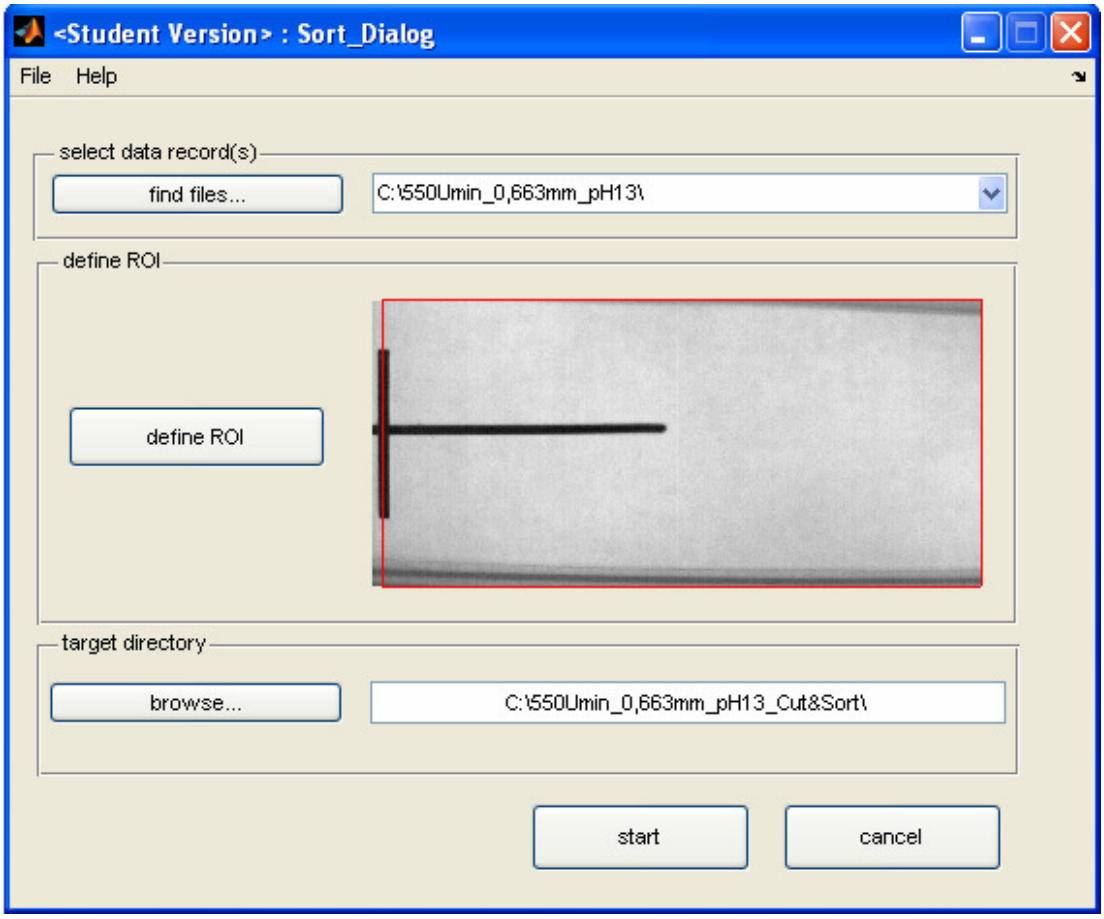


Abbildung 4-16: GUI der Sort-Routine

Der Programmablauf der Sort-Routine ist in nachfolgender Abbildung 4-17 graphisch dargestellt und gestaltet sich wie folgt:

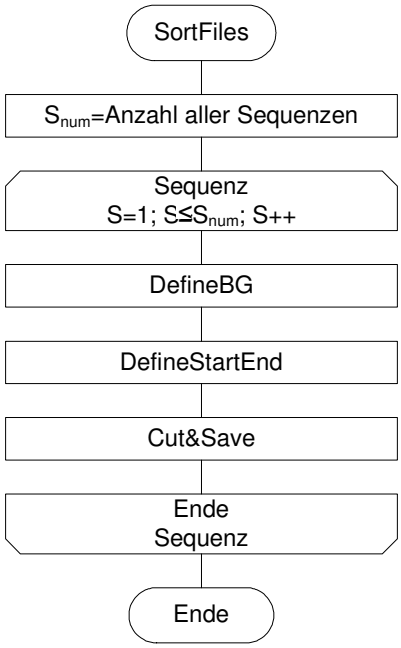


Abbildung 4-17: Programmablaufplan der Sort-Routine

Nach Ermittlung der Anzahl der auszuwertenden Sequenzen wird für jede Sequenz ein Hintergrundbild gesucht (DefineBG), das Start- und Endbild der Sequenz festgelegt (DefineStartEnd) und schließlich die Bilder zurecht geschnitten und in korrekter Reihenfolge abgespeichert (Cut&Save).

DefineBG:

Alle folgenden Bearbeitungsschritte beziehen sich immer auf das Hintergrundbild als Referenzbild, daher ist die Wahl des Hintergrundbildes für eine korrekte Auswertung von sehr großer Bedeutung. Abbildung 4-18 zeigt graphisch den Programmablaufplan der Routine.

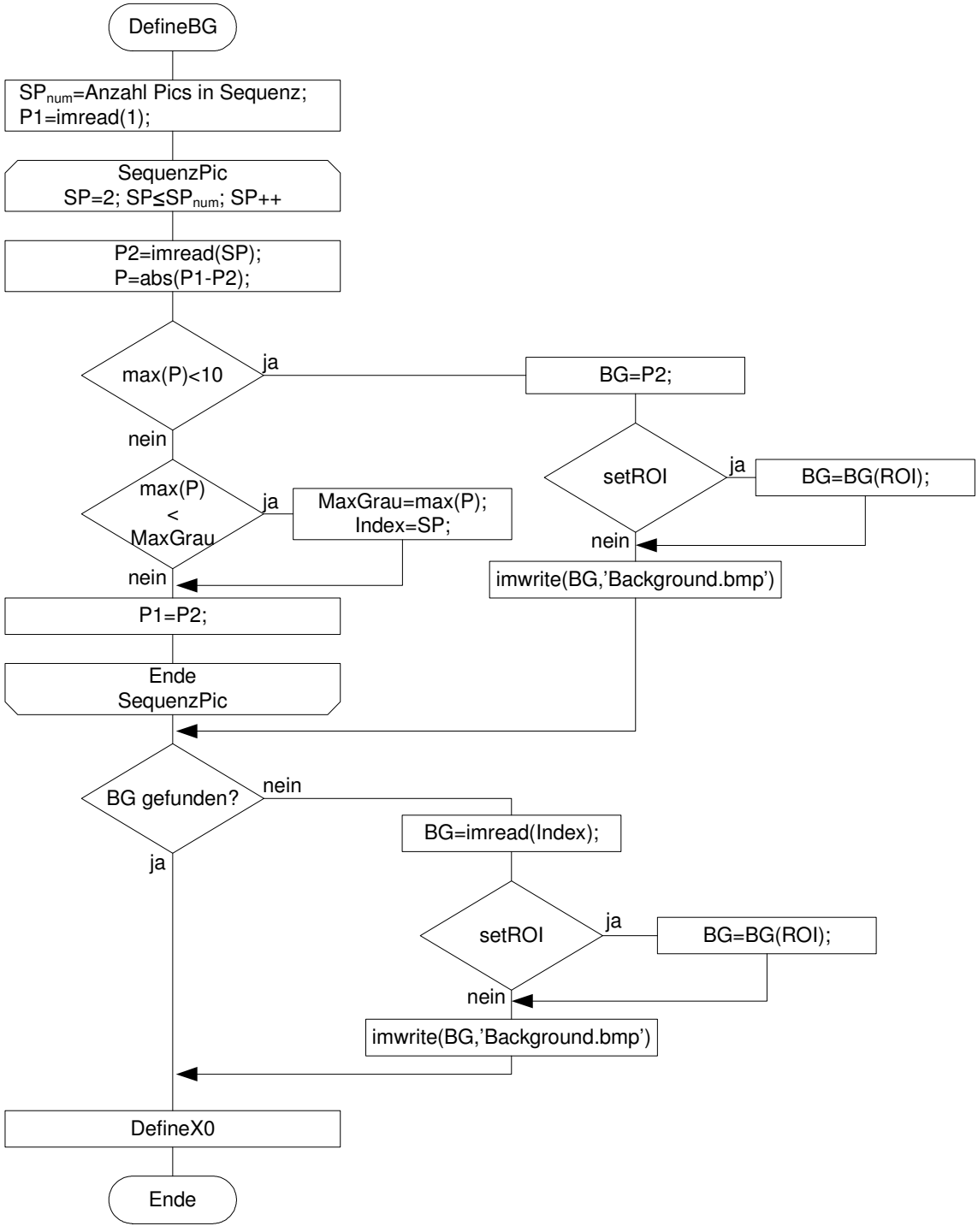


Abbildung 4-18: Programmablaufplan der DefineBG-Routine

Es wird davon ausgegangen, dass bei ordnunggemäßer Durchführung der Experimente es immer

Bilder in einer Sequenz gibt, die keine Partikel enthalten, sei es der Zeitraum bevor der Tropfen in Rührerbereich eintritt oder der Zeitraum nach Abschluß des Bruchvorganges, wenn alle Tochtertropfen den Aufnahmebereich verlassen haben. Auch haben Untersuchungen zu den Bildeigenschaften gezeigt, dass der Pixelwertunterschied zweier 'identischer' Bilder maximal 6 beträgt, Bilder mit Partikel aufgrund der Strömung aber niemals 'identisch' sein können. Die Festlegung des Hintergrundbildes gestaltet sich dann wie folgt:

In einer Schleife werden nacheinander zwei aufeinanderfolgdende Bilder der Sequenz eingelesen und eine Bildsubtraktion durchführt. Sind alle absoluten Pixelwerte des resultierendes Bildes kleiner 10, wird das zweite Bild als Hintergrundbild 'background.bmp' abgespeichert und die Schleife bricht ab. Solange kein Hintergrundbild gefunden wird, wird sich das Bild gemerkt, bei dem der höchste absolute Pixelwert der Bildsubtraktion mit dem Vorgängerbild am kleinsten ist. Wurde nach Durchlauf der Schleife kein Hintergrundbild gefunden, wird dieses Bild als Hintergrundbild abgespeichert. Dieser Fall tritt dann ein wenn die oben getroffene Annahme nicht zutrifft, z.B. durch ein Vorhandensein von Luftbläschen oder anderer Mikropartikel während der gesamten Sequenz. Diese Vorgehensweise stellt sicher, dass in jedem Fall ein Hintergrundbild abgespeichert wird und wenn Partikel vorhanden sind, so unterscheiden sich diese nur minimal vom Hintergrund. Abbildung 4-19 zeigt solch ein gefundes Hintergrundbild.

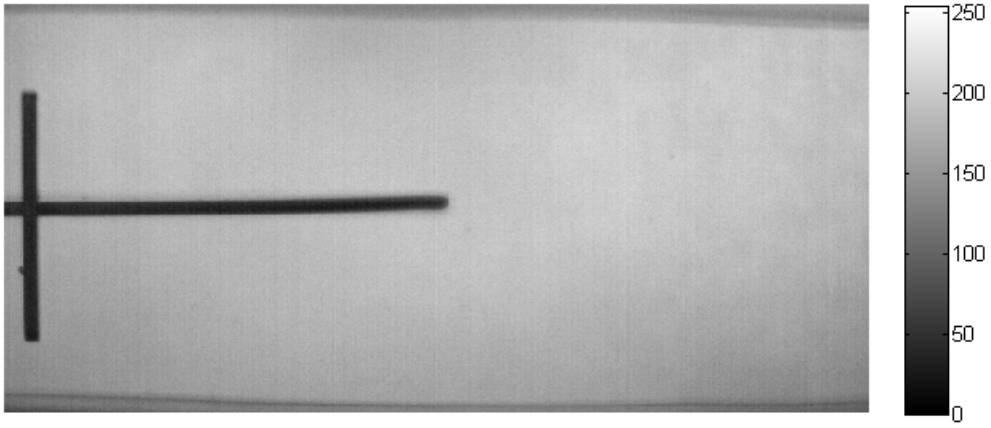


Abbildung 4-19: mit der Sort-Routine festgelegtes Hintergrundbild

Anhand dieses Hintergrundbildes wird anschliessend der Ort des Eintrittes in den Rührernahbereich x_0 ermittelt (DefineX0). Diese Koordinate ist wichtig zur Bestimmung des Startbildes im nächsten Auswertungschritt (DefineStartEnd).

DefineX0:

Zur Bestimmung von x_0 wird das Hintergrundbild in ein Schwarz-Weiß-Bild umgewandelt. Dazu wird der maximale Pixelwert des Bildes halbiert und Pixel deren Werte kleiner diesen Wertes sind, werden zu Null (Schwarz) und alle restlichen zu Eins (Weiß) gesetzt. Abbildung 4-20 zeigt das Ergebnis solch einer Umwandlung. Im nächsten Schritt werden die Profile an den Stellen y=70 und 200 [pix] (grüne Linien) betrachtet und die Stellen x_1 und x_2 gesucht, an denen die Profile von Null auf Eins springen. Der Mittelwert bildet dann x_0 (in [pix]), verdeutlicht durch die rote Linie in Abbildung 4-20.

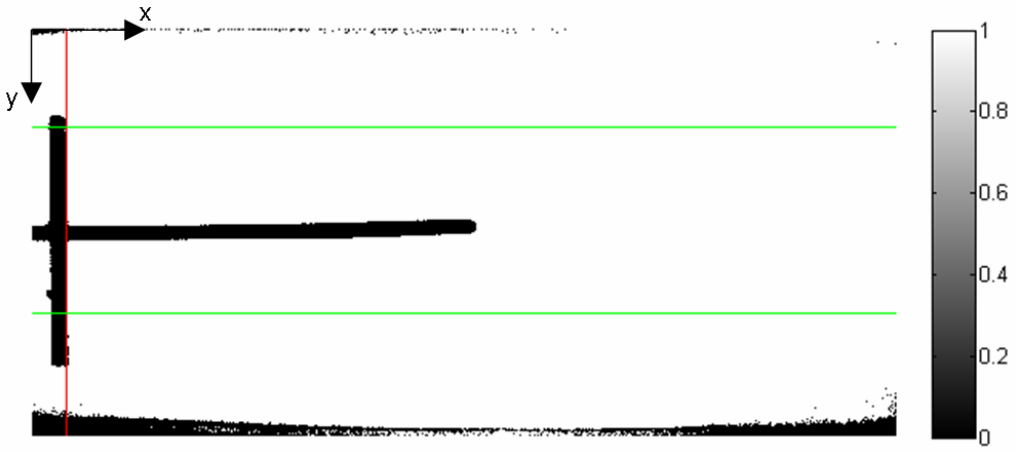


Abbildung 4-20: Umwandlung des Hintergrundbildes in ein Schwarz-Weiß-Bild

DefineStartEnd

In diesem Programmabschnitt wird das neue Start- und Endbild der Sequenz festgelegt. Starten soll die Sequenz dann, wenn der ankommende Muttertropfen die Koordinate x_0 passiert. Enden soll die Sequenz frühestens dann, wenn ein Tropfen den Aufnahmebereich in Strömungsrichtung wieder verläßt aber spätestens mit dem Bild, in dem die maximale Anzahl an entstandenen Tochtertropfen zu sehen ist. Ausnahmen hiervon bilden Sequenzen, in denen der Tropfen nicht oder in weniger als 10 Tochtertropfen zerbricht. In diesem Fall endet die Sequenz mit dem Verlassen des letzten Tropfens aus dem Aufnahmebereich oder dem Ende der Originalsequenz. Der Programmablaufplan ist graphisch in Abbildung 4-21 dargestellt. Die nachfolgende Beschreibung ist im Detail vereinfacht um die dahinter stehende Idee zu erläutern.

In einer Schleife werden nacheinander die Bilder einer Sequenz eingelesen und eine Bildsubtraktion mit dem zuvor gefundenen, nicht beschnittenen, Hintergrundbild durchgeführt. Befinden sich Partikel im Bild, so liegen deren absoluten Pixelwerte deutlich über 6. Das resultierende Bild wird binarisiert, indem alle Pixel mit (absoluten) Werten größer 10 zu Eins und alle restlichen zu Null gesetzt werden.

Zur Bestimmung des Startbildes werden zwei Bereiche des binären Bildes bzgl. der darin auftretenden Partikelgrößen (bzw. ihrer Flächen) untersucht. Der erste Bereich ist der zwischen 0 und x_0 (siehe Abbildung 4-20), da der Tropfen dort im Normalfall vor Eintritt in den Rührernahbereich zu sehen ist. Beim Durchlauf der Schleife wird also das Bild gesucht, in welchem die Fläche eines in diesem Bereich befindlichen Partikels am größten ist. Bei sehr kleinen Muttertropfen kann es allerdings vorkommen, dass sie das erste Mal sichtbar sind wenn sie schon x_0 passiert haben und in den Rührernahbereich eingetreten sind (um so wahrscheinlicher je höher die Strömungsgeschwindigkeit oder niedriger die Framerate ist). Daher wird, wenn kein Partikel im ersten Bereich gefunden wurde, in einem zweiten Bereich von 0 bis x_0+20 Pixellängen nach den größten Partikel gesucht[1].

[1] Bei der zur Verifizierung des Programmes herangezogenen Datensätze ergaben sich zu 100% korrekte Startbilder (bei korrekter Aufnahme). Die Datensätze variierten allerdings nur im Tropfendurchmesser (0,66 bis 3mm). Ob die zusätzliche Pixellänge von 20 bei z.B. kleineren Tropfen oder höherer Strömungsgeschwindigkeit ausreichend ist, muss gegebenenfalls überprüft und angepaßt werden.

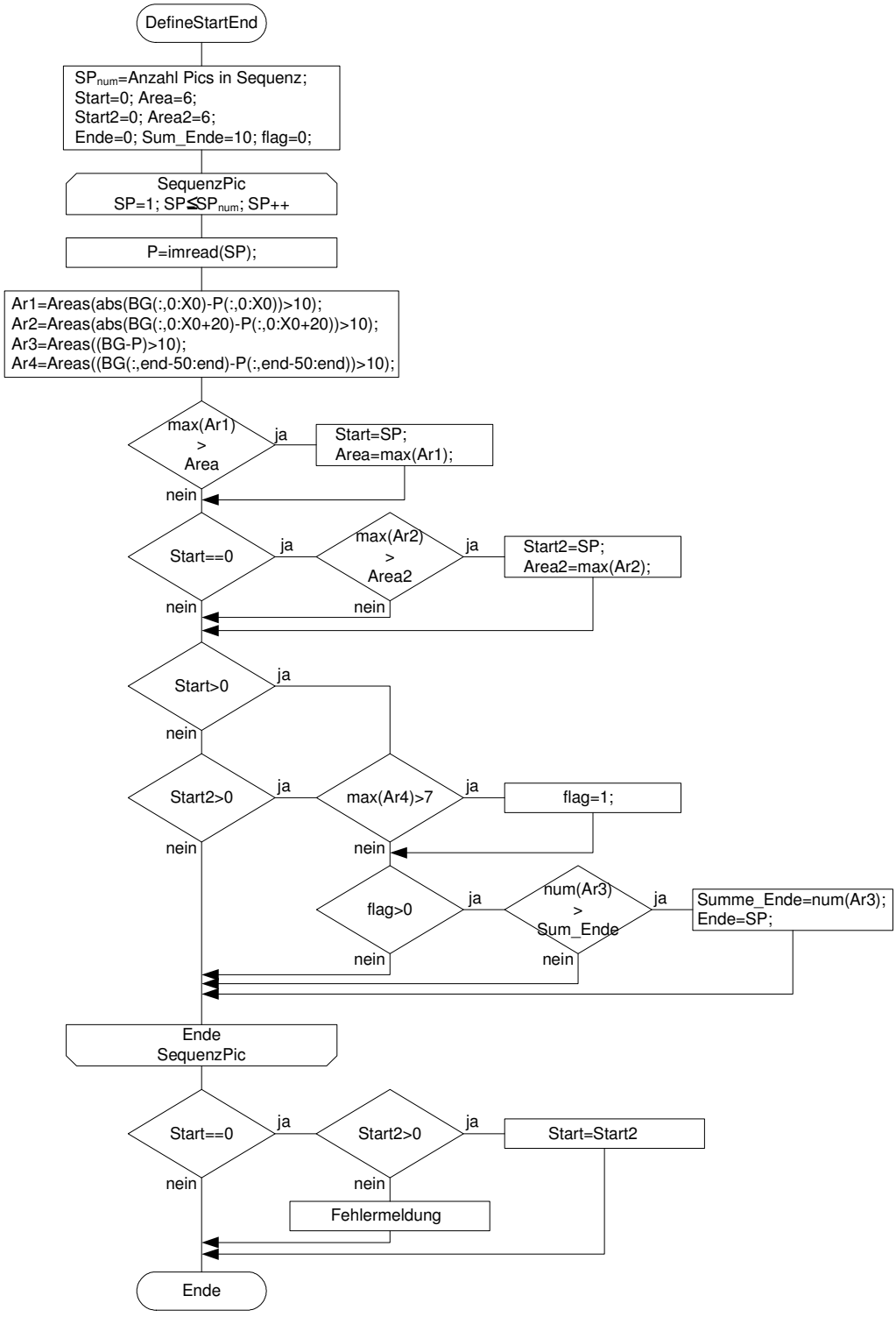


Abbildung 4-21: Programmablaufplan der DefineStartEnd-Routine

Erst mit dem Finden eines Startbildes beginnt die Suche nach einem Endbild. Zur Bestimmung des Endbildes wird ein Bereich von 50 Pixellängen in x-Richtung am rechten Bildrand auf darin befindliche Partikel untersucht. Tritt ein Partikel mit einer Fläche größer 7 Pixel in diesen Bereich ein, beginnt die Bestimmung der maximalen Anzahl aller Partikel im gesamten Untersuchungsraum, also von x_0 bis zum Austritt. Das Bild mit den meisten Partikeln ist dann das gesuchte Endbild.

Wird kein Endbild gefunden, weil z.B. insgesamt weniger als 10 Tochtertropfen auftreten, wird der gesamte Bruchvorgang bis zum Verlassen aller Partikel aus dem Untersuchungsraum

abgespeichert (siehe Cut&Save-Routine). Wird kein Startbild gefunden so erscheint eine Fehlermeldung über die betreffende Seqzenz im Matlab's CommandWindow. Diese Sequenzen werden dann nicht weiter berücksichtigt, d.h. sie werden nicht neu abgespeichert. Abbildung 4-22 und Abbildung 4-23 zeigen beispielhaft die gefundenen Start- und Endbilder einer Sequenz. Das Startbild im dargestellten Beispiel stand an Position 436, das Endbild an Position 479 der ursprünglichen Sequenz.

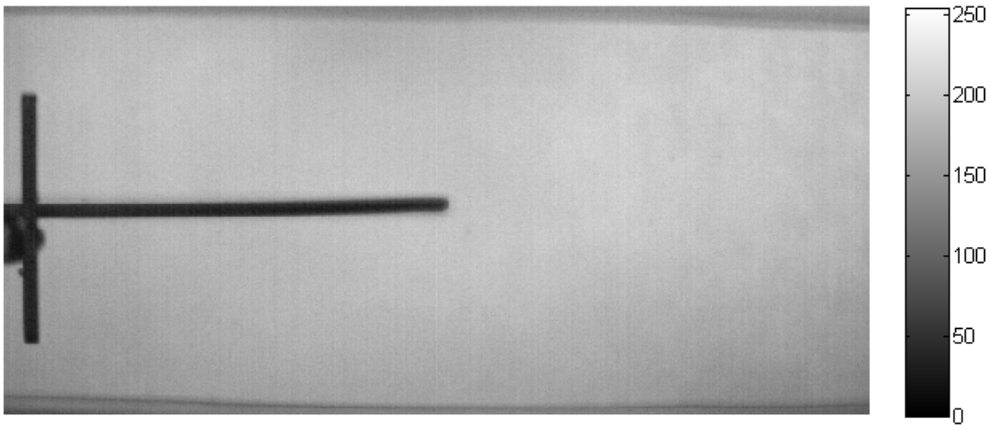


Abbildung 4-22: ein mit der Sort-Routine gefundenes Startbild einer Sequenz

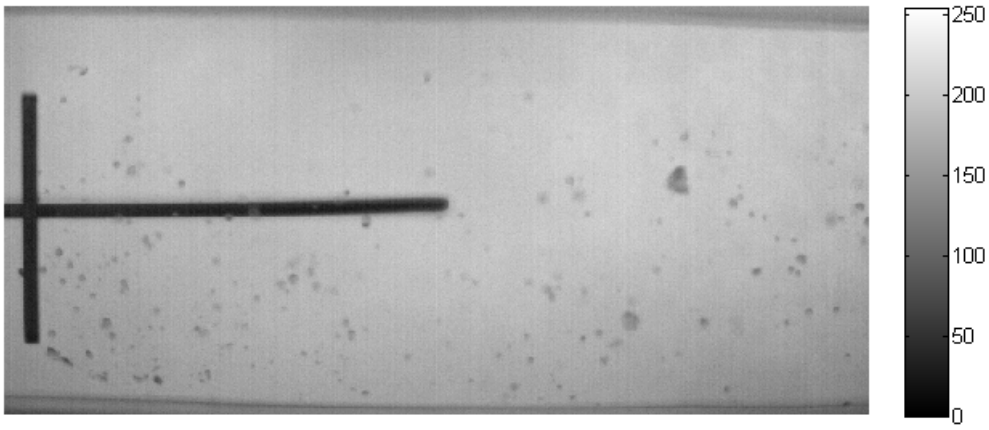


Abbildung 4-23: ein mit der Sort-Routine gefundenes Endbild einer Sequenz

Cut&Save-Routine

Der Programmablauf der anschließenden Cut&Save-Routine ist in Abbildung 4-24 graphisch dargestellt. In Abhängigkeit von den zuvor ermittelteten Start- und Endindizes wird in einem ersten Schritt die neue Einlesereihenfolge festgelegt. Wurde kein Endindex gefunden, so beginnt die Reihenfolge mit dem Startindex und endet beim zugehörigen Vorgängerbild. Anschliessend werden die Rohbilder einzeln eingeladen, vom Hintergrundbild subtrahiert und das resultierende Bild binarisiert (alle Pixel mit Werten größer 10 werden zu Eins, der Rest zu Null gesetzt). Befindet sich mindestens ein Partikel mit einer Fläche größer als 3 Pixel im relevanten Bereich, dann wird das eingelesene Bild auf die in der Sort-GUI festgelegten ROI zurechtgeschnitten und unter der neuen Nummer abgespeichert. Sind in 3 aufeinanderfolgenden Bildern keine Partikel mit einer Fläche größer 3 Pixel sichtbar, endet die Routine. Somit ist sichergestellt, dass nur die Bilder abgespeichert werden, die auch tatsächlich Partikel beinhalten. Bricht der Tropfen nicht, dann endet die neue Sequenz beim Austritt des Tropfens aus dem Bildbereich.

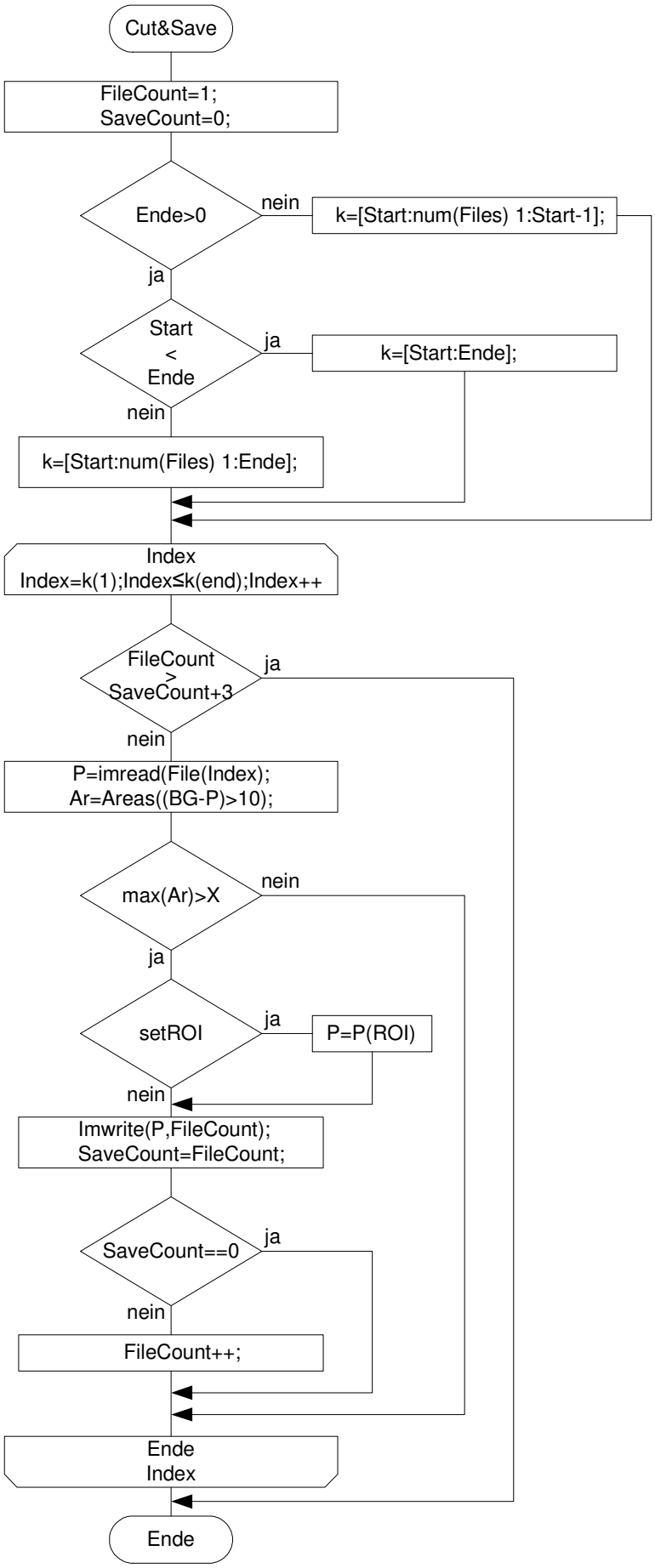


Abbildung 4-24: Programmablaufplan der Cut&Save-Routine

Bricht der Tropfen in weniger als 10 Tochtertropfen, dann endet die neue Sequenz mit dem Verlassen des letzten Tropfens aus dem Bildbereich, ansonsten wenn die maximale Anzahl an Tochtertropfen in einem Bild zu sehen ist.

Nach Abschluss der Sort-Routine werden die neu sortierten Sequenzen mit Hilfe der DropBreakage-Routine bezüglich des Bruchverhaltens ausgewertet.

4.2.2 DropBreakage-Routine

Gestartet wird die DropBreakage-Routine mit dem Befehl 'DropBreakage_Dialog' in Matlabs Command Window (das CurrentDirectory muss dabei auf den Pfad eingestellt sein, indem sich die 'DropBreakage_Dialog.m'-Datei und alle zugehörigen Unterfunktionen befinden). Damit öffnet sich die in Abbildung 4-25 dargestellte GUI mit der die auszuwertenden Sequenzen ausgewählt werden. Die Sequenzen können als Gesamtpaket durch die Wahl des Überordners oder auch separat durch die Wahl der gewünschten Sequenzen ausgesucht werden. Für jede ausgesuchte Sequenz (-gruppe) erscheint dann das erste Bild der (ersten) Sequenz. Im ,'define parameter'-Bereich werden die benötigten Angaben über den auszuwertenden Tropfendurchmesser und die benutzte Framerate eingegeben. Zusätzlich muss hier eine Referenzlänge eingestellt werden. Bei Bedarf besteht auch hier die Möglichkeit der Festlegung einer ROI. Das Festlegen der ROI sowie der Referenzlänge erfolgt wie in Kapitel 4.1 beschrieben.

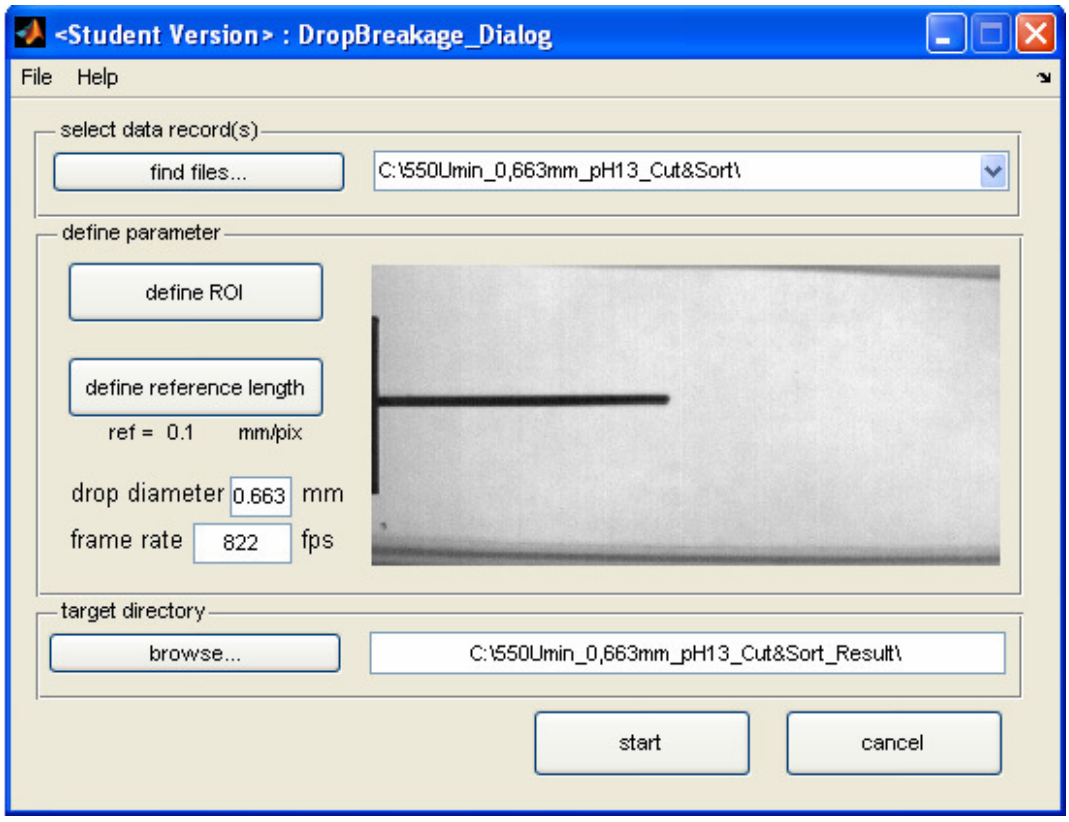


Abbildung 4-25: GUI der DropBeakage-Routine

Der Programmablaufplan ist in Abbildung 4-26 graphisch dargestellt und gestaltet sich wie folgt:

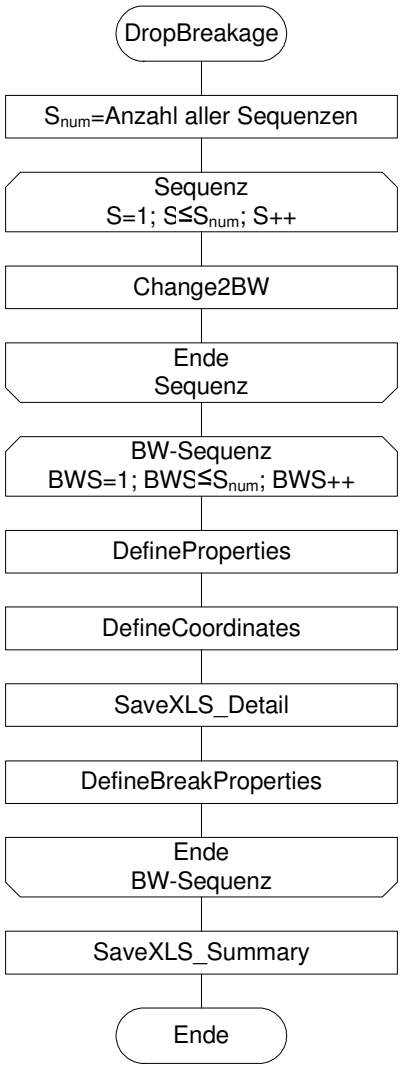


Abbildung 4-26: Programmablaufplan der DropBreakage-Routine

Nach Ermittelung der Anzahl der auszuwertenden Sequenzen werden in einer Schleife die Bilder aller Sequenzen binarisiert und abgespeichert (Change2BW). Anschliessend werden in einer Schleife diese Schwarz-Weiß-Sequenzen (BW-Sequenzen) folgendermaßen ausgewertet:

Für jedes Bild einer BW-Sequenz werden die Anzahl, die Fläche, die 'BoundingBox' sowie die Flächenschwerpunkte aller darin befindlichen Partikel erfaßt (DefineProperties) und anschliessend für jede Sequenz die Lageparameter des Rührers bestimmt (DefineCoordinates). Durch diese Vorgehensweise ist sichergestellt, dass eventuelle Änderungen der Kameraposition im Laufe der Experimente keinen Einfluß haben und somit der Rührer als Koordinatenursprung für die Ortsangabe der Partikel dient. Aus den gesammelten Informationen wird dann in einem ersten Schritt für jede Sequenz eine detailierte Excel-Datei erstellt, in der aufgelistet für jedes Bild die Anzahl der Partikel, die Fläche der einzelnen Partikel (in Pixel) und die Lage der Partikel (relativ zum Rührer in mm) eingetragen sind (SaveXLS_Detail). In einem zweiten Schritt werden anschliessend für jede Sequenz aus den gesammelten Informationen die relevanten Daten bzgl. des Zerfallsereignisses bestimmt und gesammelt. Zusätzlich dazu werden bei auftretenden Fehlern, z.B. wenn der Tropfen schon vor Eintritt in den Rührernahbereich gebrochen ist, die Fehlerart und das Bild, in dem der Fehler erkannt wurde, notiert (DefineBreakProperties). Nach Durchlauf aller BW-Sequenzen werden die Ergebnisse in einer Excel-Datei zusammengefaßt unter der Angabe von Sequenznummer, Fehlerart und -Bild,

Bruchzeit, Anzahl der Tochtertropfen nach dem ersten Bruch, maximale Anzahl an Tochtertropfen und dem Bruchort (SaveXLS_Summary) .

Change2BW:

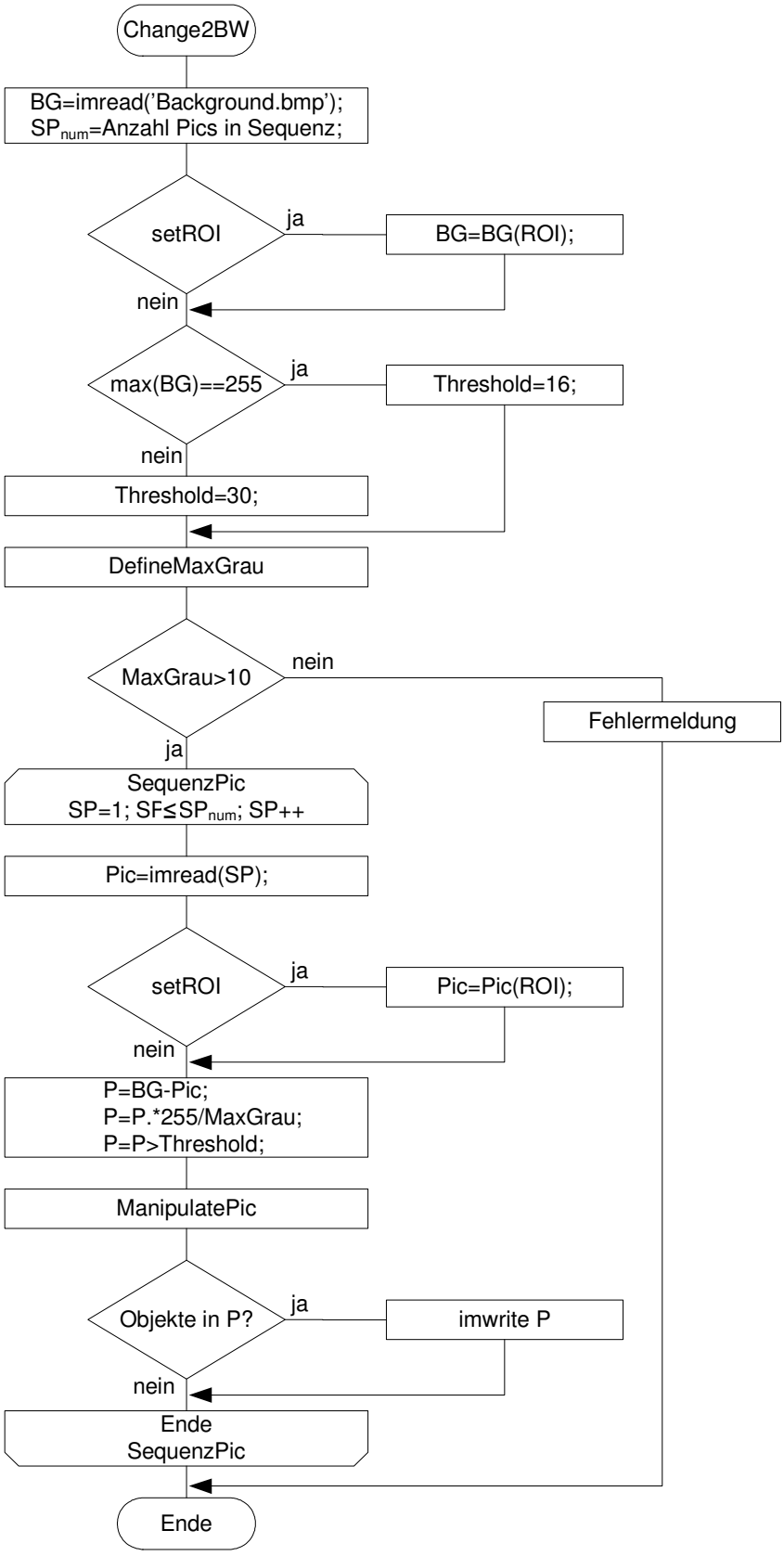


Abbildung 4-27: Programmablaufplan der Change2BW-Routine

Der Programmablaufpan der Change2BW-Routine ist in Abbildung 4-27 graphisch dargestellt.

Nach Einlesen des Hintergrundbildes der Sequenz und Ermittlung der Bildanzahl wird der Schwellenwert anhand des maximalen Grauwertes des Hintergrundes festgelegt. Umfangreiche Untersuchungen zur Bestimmung des Schwellenwertes haben ergeben, dass bei dem verwendeten Farbstoffzusatz und genügender Beleuchtung, d.h. keine Überbeleuchtung, ein Schwellenwert von 30 die besten Ergebnisse erzielt. Dabei spielt es keine Rolle wie hell der Hintergrund ist (Grauwerte zwischen 200 und 250 sind optimal, können aber auch darunter liegen). Wichtig ist, dass der Hintergrund gleichmäßig ausgeleuchtet wird. Ist der Hintergrund überbeleuchtet, d.h. es gibt Pixel mit Werten von 255, dann ergibt ein Schwellenwert von 16 immer noch recht gute Ergebnisse. Im Anschluss daran wird ein Wert MaxGrau ermittelt (DefineMaxGrau), der eine wichtige Rolle für die Binarisierung spielt.

DefineMaxGrau:

In einer Schleife werden alle Bilder der Sequenz eingelesen und eine Bildsubtraktion mit dem Hintergrundbild durchgeführt. Abbildung 4-28 zeigt beispielhaft eine Aufnahme eines Muttertropfens mit einem Durchmesser von 0,66mm beim Eintritt in den Rührernahbereich. Abbildung 4-29 zeigt dann das Ergebnis der Bildsubtraktion mit der zugehörigen Grauwertskala. Der maximale Grauwert des resultierendes Bildes liegt hier bei 37 (je heller die Partikel desto kleiner ist MaxGrau), die zugehörigen Pixel befinden sich im Bereich des Tropfens. Da sich mit der Positionsänderung des Tropfens im Laufe der Sequenz dieser Wert ändert, wird der größte auftretende Wert als MaxGrau definiert.

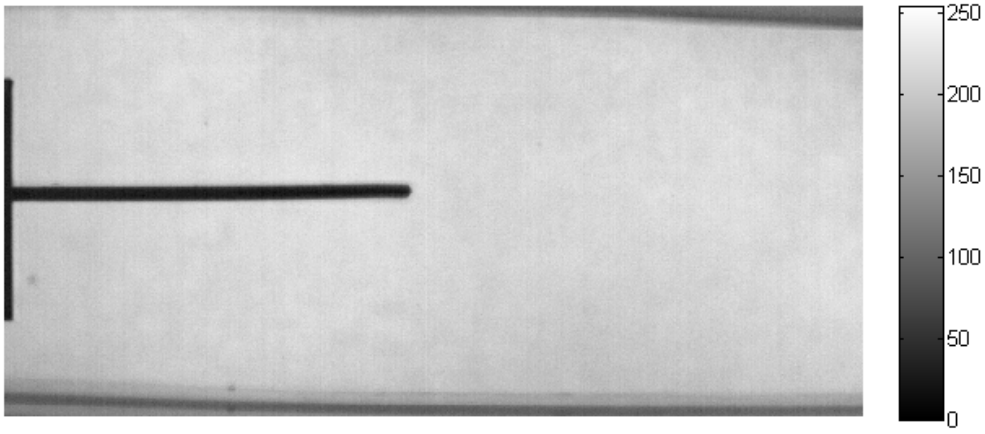


Abbildung 4-28: Bildaufnahme mit Muttertropfen

Abbildung 4-29: Resultat der Bildsubtraktion mit dem Hintergrundbild

Ist der resultierende MaxGrau-Wert einer Sequenz kleiner 10, so ist erfahrungsgemäß davon auszugehen dass die Aufnahme fehlerhaft ist, d.h. keine relevanten Partikel sichtbar sind und die Change2BW-Routine bricht für diese Sequenz ab.

Nach Ermittlung des MaxGrau-Wertes werden die Bilder der Sequenz folgendermaßen skaliert und binarisiert.

In einer Schleife werden nochmals alle Bilder der Sequenz eingelesen und die Bildsubtraktion mit dem Hintergrundbild durchgeführt. Alle Pixelwerte des resultierenden Bildes werden dann mit einem Faktor 255/MaxGrau multipliziert, so dass Bilder mit Pixelwerten gleich MaxGrau die höchste Grauwertauflösung von 0 bis 255 besitzen. Abbildung 4-30 zeigt die Histogramme vor und nach der Skalierung des Bildes vom obigen Beispiel. Wie man sieht, ist die Verteilung der Grauwerte nach der Skalierung deutlich gespreizter, Pixel mit Werten von 30 nach der Skalierung hatten vor der Skalierung einen Wert von 8.

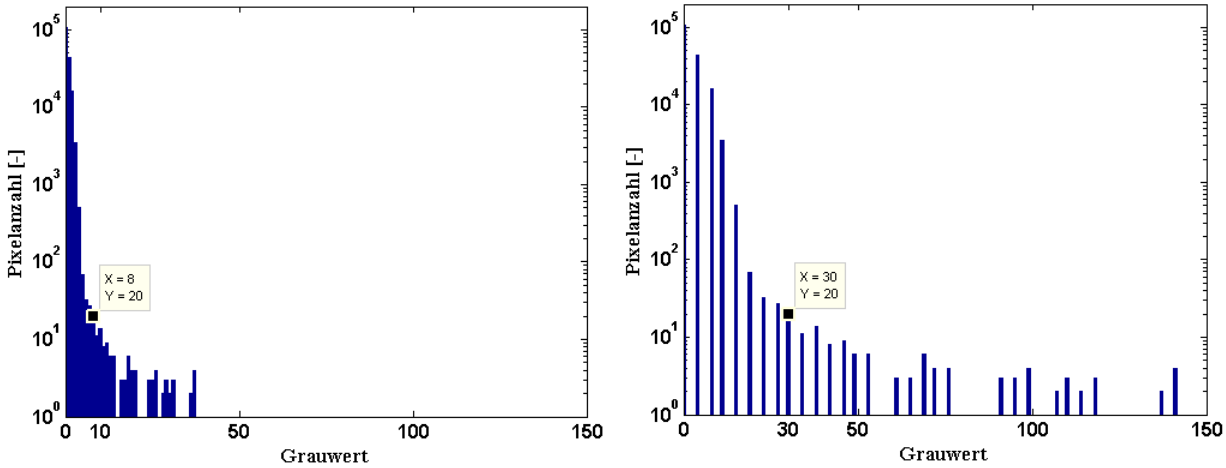


Abbildung 4-30: Histogramm vor der Skalierung (links) und nach der Skalierung (rechts)

Nach der Skalierung werden die Bilder binearisiert, indem alle Pixel mit Werten größer dem Schwellenwert (also 30) zu Eins und der Rest zu Null gesetzt werden. Das Resultat anhand des obigen Beispiels sieht man in Abbildung 4-31.

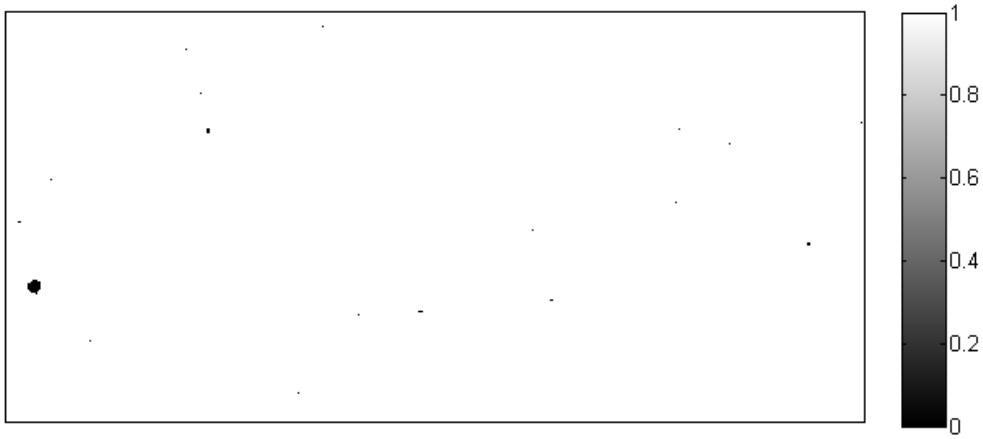


Abbildung 4-31: binarisiertes Bild einer Aufnahme mit Muttertropfen

Zur besseren Verdeutlichung ist ein weiteres Beispiel in Abbildung 4-32 angegeben. In der Abbildung (oben) sieht man einen stark vergrößerten, skalierten Ausschnitt eines 3mm Tropfens der gerade bricht. Betrachtet man nur die Pixel, deren Grauwert größer als der Schwellenwert von 30 sind, so ergibt sich das untere Bild. Wie man sieht, sind jetzt die entstandenen

Tochtertropfen klar voneinander getrennt.

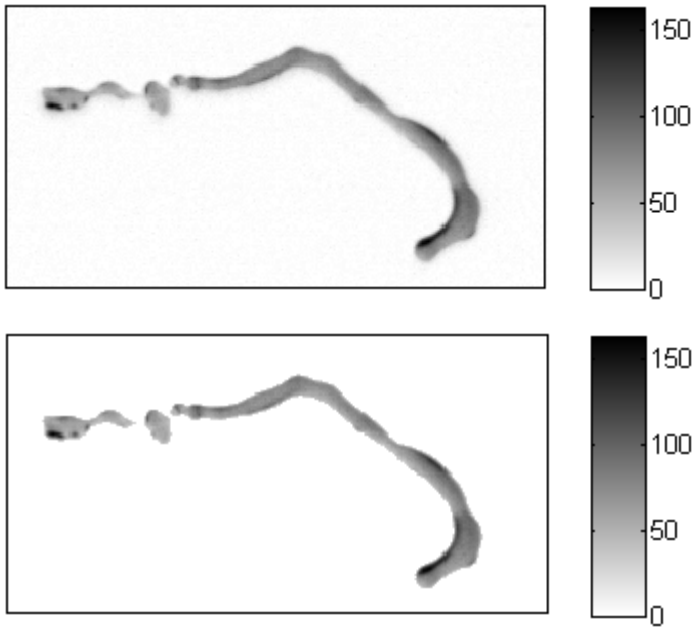


Abbildung 4-32: oben: Ausschnitt einer skalierten Aufnahme;unten: derselbe Ausschnitt mit Pixelwerten größer als der Schwellenwert

Betrachtet man Abbildung 4-31, so sieht man neben den Tropfen noch weitere, kleinere Partikel in diesem Bild. Dabei handelt es sich entweder um kleine Luftbläschen oder andere Mikropartikel in der kontinuierlichen Phase. Um solche Partikel, die mit dem Bruchvorgang nichts zu tun haben, rauszufiltern, werden die binarisierten Bilder weiter bearbeitet (ManipulatePic).

ManipulatePic:

Grundsätzlich werden alle Objekte (Pixelwert gleich 1), deren Fläche weniger als 4 Pixel umfasst, zu Null gesetzt und somit ausgelöscht. Diese Objekte sind zu klein um eine Aussagekraft zu besitzen. Ist der Tropfen noch nicht gebrochen, werden weiterhin alle Objekte gelöscht, deren Fläche weniger als 7 Pixel umfasst.

Abbildung 4-33: Endresultat der Change2BW-Routine

Erfahrungsgemäß entspricht das ungefähr der Größe von eventuell mitgeführten Luftbläschen und es wird davon ausgegangen, dass die Tochtertropfen beim ersten Bruch immer deutlich größer als diese Luftbläschen sind. Ein Tropfen gilt hier als gebrochen, wenn es in einem Bild

der Sequenz mindestens zwei Objekte gibt, deren Flächen größer als 7 Pixel sind. Abbildung 4-33 zeigt das Ergebnis dieser Operation. Befinden sich nach dem Herausfiltern der kleinen Objekte immer noch Objekte im Bild, so wird dieses binarisierte Bild abgespeichert. Damit ist die Change2BW-Routine abgeschlossen.

Im Anschluss daran werden in einer Schleife die so erzeugten BW-Sequenzen weiter ausgewertet. Die dazu notwendigen Routinen werden folgend näher beschrieben.

DefineProperties:

Für jedes Bild einer BW-Sequenz werden die Anzahl der Objekte und die zugehörigen Flächen, BoundingBoxes (siehe Abbildung 4-36) und Flächenschwerpunkte (alle Angaben in Pixel) bestimmt und gemerkt.

DefineCoordinates:

Zur Bestimmung der Lageparameter wird das Hintergrundbild in ein binäres Bild umgewandelt. Der Schwellenwert berechnet sich dabei aus der Hälfte des maximalen Grauwertes des Bildes. Pixel mit Werten größer als der Schwellenwert werden zu Eins, der Rest wird zu Null gesetzt. Abbildung 4-34 zeigt solch ein binäres Hintergrundbild. Die Lageparameter x_0 (Ende des Rührerblattes, Eintritt in den Rührernahbereich), x_1 (Ende der Rührerscheibe) und y_0 (Lage der Rührerscheibe) ergeben sich durch die Auswertung der Profillinien (grüne Linien) an bestimmten Stellen des Bildes. Zur Festlegung des Parameters x_0 werden die Profillinien an den Stellen y = 70 und 160 [pix] ausgewertet. Für beide Linien wird der x-Wert gesucht, an dem das Profil von 0 auf 1 springt. Der größere Wert von beiden bildet dann x_0. Zur Bestimmung von y_0 wird das Profil zwischen den beiden Profillinien an der Stelle x = 270 [pix] ausgewertet. Gesucht werden die y-Werte, wo das Profil erst von 1 auf 0 und anschliessend von 0 auf 1 springt. Der Mittelwert dieser beiden Werte bildet dann y_0. Zuletzt wird das Profil an der Stelle von y_0 ausgewertet. Der x-Wert, an dem das Profil von 0 auf 1 springt, bildet dann x_1.

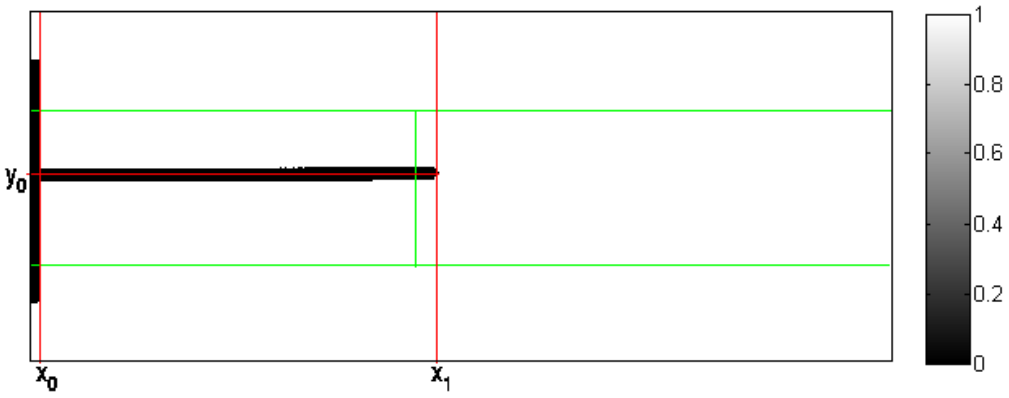


Abbildung 4-34: Lageparameter des Rührers

SaveXLS_Detail:

Für jede Sequenz wird eine detailierte Excel-Tabelle angelegt, in der die Anzahl der Objekte und deren Fläche (in Pixel) auf jedem Bild abgespeichert werden. Zusätzlich wird für jedes dieser Objekte der Flächenschwerpunkt, also seine Lagekoordinaten (in mm) angegeben. Den Ursprung für die x-Koordinate bildet x_0, den Ursprung für die y-Koordinate bildet y_0. Mit Hilfe der in der GUI eingetragenen Referenzlänge werden die Positionen der einzelnen Objekte relativ zum Ursprung berechnet und abgespeichert. Ist die y-Koordinate eines Objektes positiv, so

befindet sich dieses Objekt unterhalb der Rührerscheibe. Bei negativen Werten befindet sich das Objekt oberhalb der Rührerscheibe.

DefineBreakProperties:

Nachdem die Sequenzen binarisiert und die notwendigen Parameter bestimmt wurden, können nun die Zerfallsereignisse analysiert werden. Die wichtigsten Eigenschaften bilden dabei die Bruchzeit, die Anzahl der Tochtertropfen und der Bruchort. Dazu werden die Bilder der Sequenzen nacheinander eingelesen und ausgewertet. Grundsätzlich gilt: ein Tropfen bricht genau dann, wenn im Laufe der Sequenz das erste Mal ein Bild mit mehr als einem Objekt auftritt. Da die Bilder der Sequenz zeitlich geordnet sind und immer mit dem Eintritt des Tropfens in den Rührernahbereich beginnen, ergibt sich die Bruchzeit t_B aus der Nummer dieses Bildes dividiert durch die Framerate. Die Anzahl der Tochtertropfen beim ersten Bruch entspricht der Anzahl der Objekte in diesem Bild. Der Bruchort bestimmt sich durch die Mittelung der Flächenschwerpunkte der im Bild befindlichen Objekte. In der später abgespeicherten Excel-Datei (siehe SaveXLS_Summary) beziehen sich diese 3 Angaben immer auf dieses Bild. Zusätzlich wird das Bild in einer Sequenz gesucht, dass die meisten Objekte beinhaltet. Die Anzahl der Objekte entspricht dann der maximalen Anzahl an Muttertropfen.

Neben der Bestimmung der bruchrelevanten Eigenschaften werden die Sequenzen auf Fehler untersucht. Es wurden 5 Fehlerarten definiert, welche in der folgenden Statusliste aufgeführt sind:

Tabelle 4-1: definierte Fehlerarten

Status	Beschreibung
1	Tropfen kommt von der Seite in den Rühernahbereich
2	mehrere Partikel befinden sich vor dem ersten Tropfenbruch im Rührernahbereich
3	Tropfen verläuft über Rüherscheibe
4	weitere Partikel betreten den Rührernahbereich nach dem ersten Tropfenbruch
5	Tropfen ist zu klein

Bei den aufgeführten Fehlerarten haben Fehler mit Status 2 und 3 Einfluß auf die Bruchzeit, Bruchort und Tochtertropfenanzahl, weshalb Sequenzen mit diesen Status im Anschluss der Auswertung manuell überprüft werden sollten. Sequenzen mit Status 0 sind fehlerfrei.

Status 1:

Dieser Fehler wird ausgelöst, wenn der Tropfen seitlich des Rührerblattes in den Rührernahbereich eindringt, wie z.B. in Abbildung 4-35 zu sehen ist. Bei diesem Bild handelt es sich um das erste Bild einer 3mm Tropfen-Sequenz mit der Bildnummer 10 (d.h. zum Zeitpunkt t=10/framerate [s]). Hauptsächlich tritt der Fehler auf wenn der obere/untere Rand durch Festlegung einer ROI in der DropBreakage-GUI abgeschnitten wird. In diesem Zusammenhang wird meist auch Fehler 5 ausgelöst, d.h. treten beide Fehler gleichzeitig auf liegt der Grund für Fehler 5 bei Fehler 1. Fehler mit Status 1 haben keinen Einfluss auf die Bestimmung von

Bruchzeit, Bruchort etc.

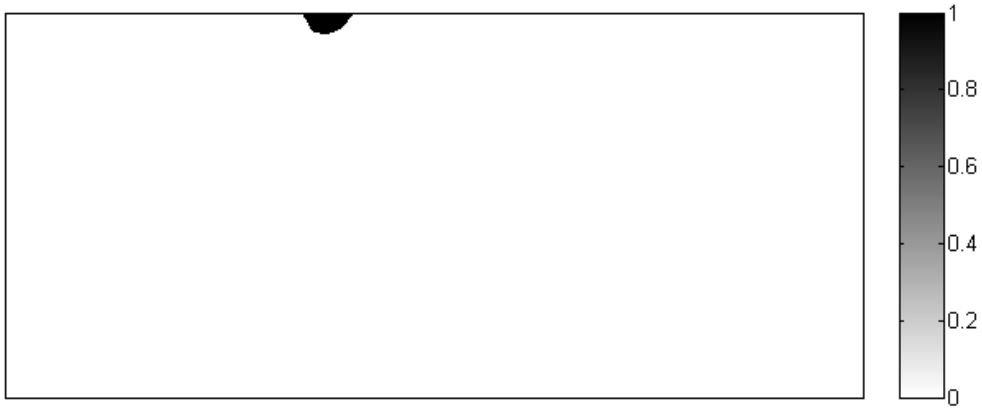


Abbildung 4-35: Beispiel eines Fehlers mit Status 1

Status 2:

Dieser Fehler wird ausgelöst, wenn zum ersten Mal in einer Sequenz ein Bild mit mehr als einem Objekt auftritt, der Tropfen aber noch nicht gebrochen ist. Ein Tropfen gilt als gebrochen, wenn sich alle Objekte in einer gewissen räumlichen Nähe zueinander, d.h. sich in einer 'Bruchzone' befinden. Diese Bruchzone wird für jeden Tropfenbruch individuell berechnet. Dazu werden jeweils die horizontalen und vertikalen Ausdehnungen aller Objekte summiert und diese Summen zum Flächenschwerpunkt des größten Objektes addiert bzw. subtrahiert. Bei Muttertropfen mit Durchmessern kleiner oder gleich 1 mm werden die Summen der horizontalen/vertikalen Ausdehnungen verdoppelt. Abbildung 4-36 zeigt den Tropfenbruch eines 3mm Tropfens mit eingezeichneten Ausdehnungen der einzelnen Objekte (rote Vierecke) und der berechneten Bruchzone (grünes Viereck). Da sich alle Objekte in dieser Zone befinden, gilt dieser Tropfen als gebrochen.

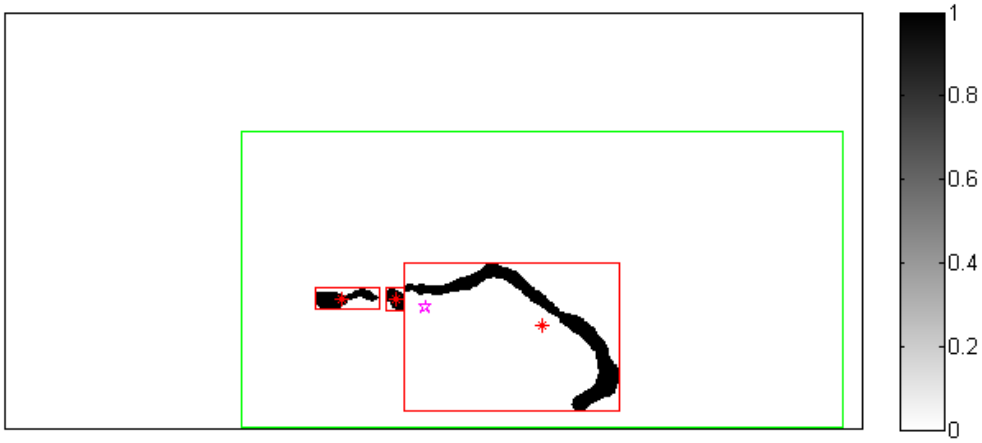


Abbildung 4-36: Tropfenbruch mit eingezeichneten BoundingBoxes (rote Vierecke), Flächenschwerpunkte(rot), Bruchort (magenta) und Bruchzone (grünes Viereck)

In Abbildung 4-37 ist ein Bild einer Sequenz zu sehen, bei dem der Fehler 2 ausgelöst wurde. Hier sind 2 Objekte zu sehen, wobei das kleinere gerade in den Rührernahbereich eingetreten ist. Die berechnete Bruchzone ist auch hier eingezeichnet (grünes Viereck) und wie man sieht, befinden sich nicht beide Objekte in dieser Zone. Man kann hier davon ausgehen, dass der Tropfen schon vor Eintritt in den Rührernahbereich gebrochen ist. Obwohl diese Sequenz fehlerhaft ist, wird aus diesem Bild eine Bruchzeit t_B und ein Bruchort bestimmt.

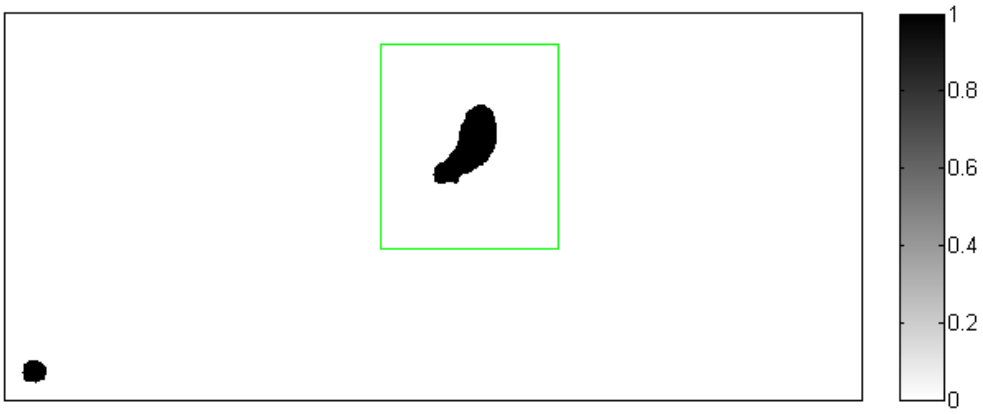


Abbildung 4-37: Beispiel eines Fehlers mit Status 2

Status 3

Problematisch für die Bestimmung der bruchrelevanten Daten wird es, wenn der Tropfen über die Rührerscheibe läuft, so wie in Abbildung 4-38 dargestellt. Bei der Binarisierung der Bilder werden die Tropfenanteile, die sich auf der Höhe der Rührerscheibe befinden, nicht erfaßt und so erscheinen statt einem gleich mehrere Objekte im Bild. In diesem Beispiel beeinhalten die ersten 10 Bilder der Sequenz jeweils 2 Objekte, deren 'Bruchort' aber immer in der Nähe von y_0 liegt. Ab dem elften Bild ist nur ein Objekt vorhanden, welches letztlich im siebzehnten Bild bricht. In solch einem Fall, wenn also die Anzahl der Objekte beim Verlauf bis x_1 sich nicht erhöht und der 'Bruchort' jeweils in der Nähe von y_0 liegt, wird kein Fehler ausgelöst und die bruchrelevanten Daten an der zeitlich richtigen Stelle berechnet (in diesem Beispiel bei Bild 17).

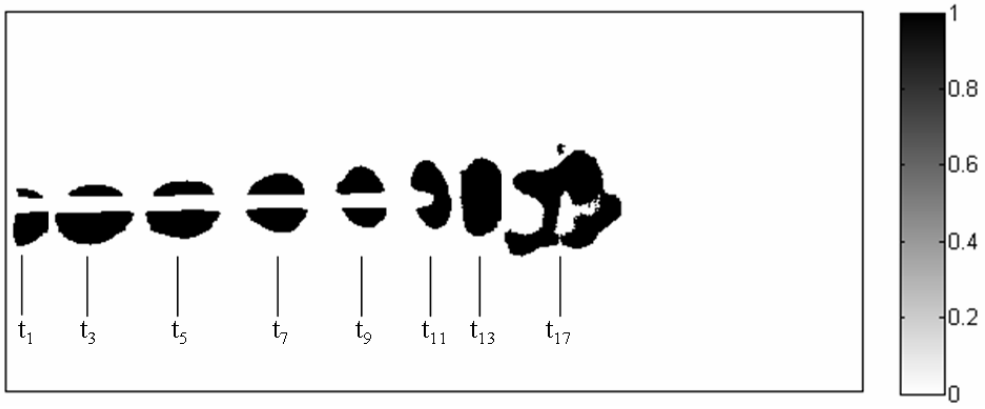


Abbildung 4-38: Beispiel eines Tropfenverlaufs über die Rührerscheibe ohne Fehlerausgabe

Ist dies nicht Fall und die Anzahl der Objekte erhöht sich beim Verlauf bis x_1, so wie in Abbildung 4-39 dargestellt, wird der Fehlerstatus 3 ausgelöst. In dem gezeigten Beispiel wird der Fehler bei Bild 7, also t_7, ausgelöst und an dieser Stelle Bruchzeit, Bruchort etc. bestimmt. Das dies einen Fehler darstellt, sieht man deutlich wenn man sich den weiteren Verlauf zum Zeitpunkt t_8, t_9 und t_{10} anschaut. Anhand der binären Bilder kann man nicht erkennen wann und wo der Tropfen bricht und auch nicht in wieviele Tochtertropfen er zerfällt.

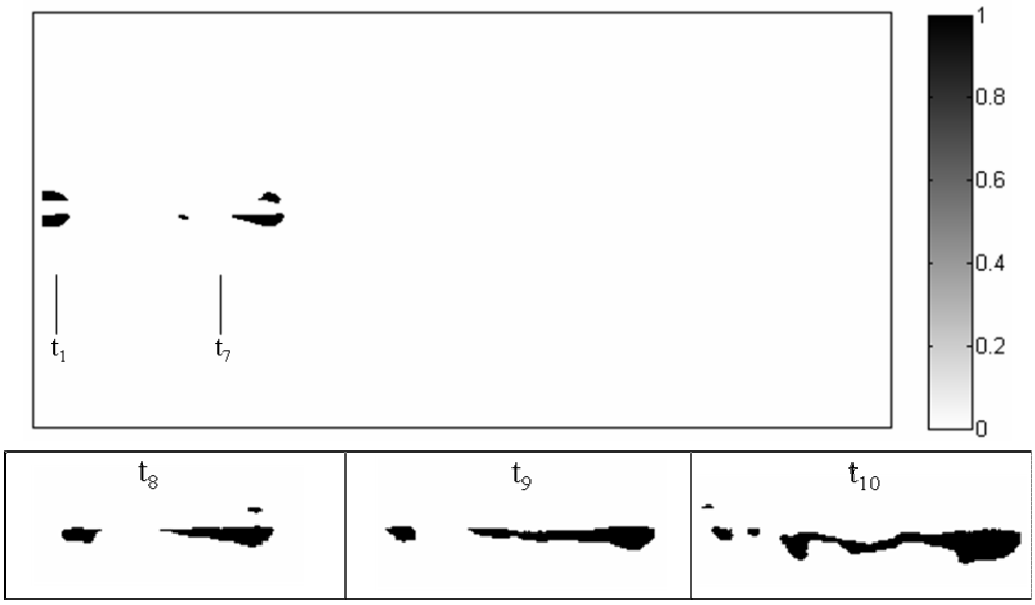


Abbildung 4-39: Beispiel eines Tropfenverlaufs über die Rührerscheibe mit Fehlerstatus 3

Status4

Fehler mit Status 4 sollen immer dann ausgelöst werden, wenn nach dem Tropfenbruch weitere Partikel in den Rührernahbereich eintreten. Abbildung 4-40 zeigt einen solchen Fall, bei dem davon auszugehen ist, dass der Muttertropfen schon vor Eintritt in den Rührernahbereich zerbrochen ist. Ausgelöst wird der Fehler wenn es nach dem Bruch Objekte gibt, deren x-Werte der BoundingBox kleiner oder gleich x_0 ist.

Abbildung 4-40: Beispiel eines Fehlers mit Status 4

Dieses Vorgehen hat den Nachteil, dass auch dann der Fehler ausgelöst wird, wenn sich die Tochtertropfen aufgrund des ausgebildeten Rückstromgebietes wieder in Richtung Rührerblatt bewegen, siehe Abbildung 4-41. Das muss nach der Auswertung manuell überprüft werden. Erfahrungsgemäß kann man aber sagen, dass je größer der zeitliche Abstand zwischen Tropfenbruch und dem fehlerauslösenden Bild ist, desto wahrscheinlicher sind rückströmende Tochtertropfen der Grund für den Fehler.

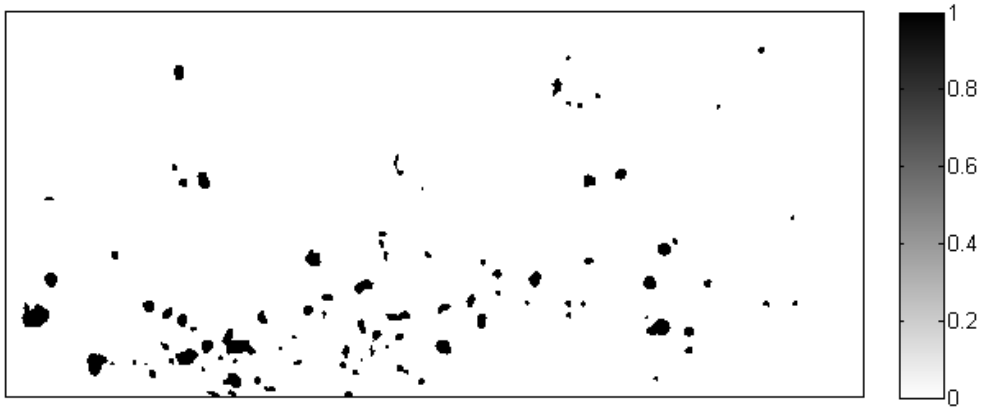


Abbildung 4-41: Beispiel einer fehlerhaften Fehlerauslösung vom Status 4

Status 5:

Wird dieser Fehler ausgegeben, dann ist der Muttertropfen zu klein. Dies tritt zum Beispiel dann auf, wenn der Tropfen sich nicht korrekt von der Nadel löst. Um dies zu überprüfen wird in einem Bereich bis $x_1/2$ die größte registrierte Fläche des nicht gebrochenen Tropfens in ein equivalenten Kreisdurchmesser umgerechnet. Ist das mit diesem Durchmesser berechnete Kugelvolumen 25% kleiner als das Volumen, dass sich durch den in der DropBreakage-GUI eingegebenen Durchmesser ergibt, dann wird der Fehler 5 ausgelöst.

SaveXLS_Summary:

Nach Durchlauf aller Sequenzen werden die gesammelten Ergebnisse in einer Excel-Datei unter Angabe der Sequenznummer, der Fehler, der zugehörigen auslösenden Bildnummern, der Bruchzeit, der Anzahl der Tochtertropfen nach dem ersten Bruch, der Anzahl der maximalen Tochertropfen und dem Bruchort tabellarisch abgespeichert.

4.2.3 Fehlerbetrachtung der DropBreakage-Routine

Zur Überprüfung der DropBreakage-Routine auf Korrektheit wurden 2000 Sequenzen nach Durchlauf des Programms manuell überprüft. Das Ergebnis ist in Tabelle 4-2 aufgeführt. Fehler mit Status 1 und 5 wurden dabei nicht weiter betrachtet, da sie keinen direkten Zusammenhang zum Bruchvorgang haben.

Tabelle 4-2: Fehlerangabe zur DropBreakage-Routine

	Anzahl Sequenzen gesamt	Anzahl Sequenzen ausgewertet	Status 0	davon fehlerhaft	Status 1	davon fehlerhaft	Status 2	davon fehlerhaft	Stauts 3	davon fehlerhaft	Status 4	davon fehlerhaft	Status 5	davon fehlerhaft
3 mm	1000	997	475	0	k.A.	-	54	4	33	1	284	255	k.A.	-
0,66 mm	1000	994	778	0	k.A.	-	123	6	1	0	41	32	k.A.	-

Von den 1000 Sequenzen des 3mm Tropfens konnten 997, von denen des 0,66mm Tropfens konnten 994 Sequenzen ausgewertet werden. Bei den nicht ausgewerteten Sequenzen handelte es sich um fehlerhafte Aufnahmen. Von diesen insgesamt 1991 ausgewerteten Sequenzen

wurden 1253 mit Status 0 ausgegeben. Die manuelle Überprüfung dieser Sequenzen ergab, dass alle bruchrelevanten Daten korrekt wiedergegeben wurden.

54 Sequezen des 3mm Tropfens wurden mit Fehlerstatus 2 bewertet. Von diesen 54 Sequenzen waren 20 tatsächlich fehlerhaft, d.h. der Tropfen brach auf den Weg zum Rührernahbereich oder er zerbrach beim Aufprallen auf das Rührerblatt. Bei 30 dieser Sequenzen wurde der Fehler durch mit abgebildete Luftbläschen ausgelöst. Lediglich bei 4 Sequenzen wurde der Fehler fälschlicherweise ausgelöst. Die Ursache war in allen Fällen, dass der Tropfen beim Austritt aus den Rührernahbereich, d.h. als er nur noch teilweise zu sehen war, brach. Die dann berechneten 'Bruchzonen' waren jeweils zu klein um alle Objekte zu umfassen. Von den 123 mit Fehlerstatus 2 ausgegebenen Sequenzen des 0,66mm Tropfens waren 19 tatsächliche Fehler. Bei 98 Sequenzen waren wieder Luftbläschen die Ursache für den Fehler. Bei 6 Sequenzen lagen die Tochtertropfen beim Bruch zu weit auseinander um von der berechneten 'Bruchzone' umschlossen zu werden, d.h. diese wurden nicht korrekt von der Routine erkannt.

Von den insgesamt 34 mit Fehlerstatus 3 ausgegebenen Sequenzen wurde eine nicht korrekt erfasst. Hier war der Tropfen bereits vor Ankunft in den Rührernahbereich gebrochen, die Flächenschwerpunte der Tochtertropfen befanden sich aber im gleichen Abstand ober- und unterhalb der Rührerscheibe, der Bruchort lag also im Bereich von y_0 was zur Auslösung von Fehler 3 (anstatt Fehler 2) führte.

Von den insgesamt 325 mit Fehlerstatus 4 bewerteten Sequenzen wurden 287 durch die rückströmenden Tochtertropfen infolge des ausgeprägten Rückstromgebietes falsch bewertet. Für die korrekt erkannten Sequenzen mit Fehler 4 waren aber meist kleine Luftbläschen, die den Rührernahbereich nach dem Tropfenbruch betraten, Ursache für die Fehlerausgabe.

Fazit: Alle mit Fehlerstatus 0 ausgegebenen Sequenzen können als korrekt angesehen werden. Alle Sequenzen mit einem Fehlerstatus 1...5 können anhand der abgespeicherten binären Bilder optisch überprüft und die bruchrelevanten Daten gegebenenfalls mithilfe der detailierten Excel-Datein leicht korrigiert werden. Das Resultat nach der manuellen Überprüfung ist in Tabelle 4-3 dargestellt. Von den 997 ausgewerteten 3mm Sequenzen waren 25 vor Eintritt in den Rührernahbereich oder am Rührerblatt gebrochen (20 vor und 5 nach dem beobachteten Tropfenbruch), bei 4 Sequenzen konnte der Tropfenbruch nicht bestimmt werden aufgrund der Bewegung des Tropfens über die Rührerscheibe und in 7 Fällen war der Tropfen zu klein.

Tabelle 4-3: Auswertung nach manueller Überprüfung

	Anzahl ausgewerteter Sequenzen	Anzahl gültiger Sequenzen	Status 2	Stauts 3	Status 4	Status 5
3 mm	997	961	20	4	5	7
0,66 mm	994	970	19	1	-	4

5 Ergebnisse und Diskussion

Nachdem in Kapitel 3 die Erzeugung und in Kapitel 0 die Auswertung der Daten beschrieben wurde, sollen diese nun analysiert und interpretiert werden. Im Abschnitt 5.1 werden die allgemeinen Ergebnisse der Einzeltopfenexperimente vorgestellt. Anschließend werden die aus den Experimenten ermittelten Daten im Zusammenhang mit einigen theoretischen Modellen betrachtet.

5.1 Experimentelle Ergebnisse

5.1.1 Muttertropfenstatistik

Die Ergebnisse der vor den Tropfenbruch-Experimenten durchgeführten Untersuchungen zum Muttertropfendurchmesser werden hier präsentiert.

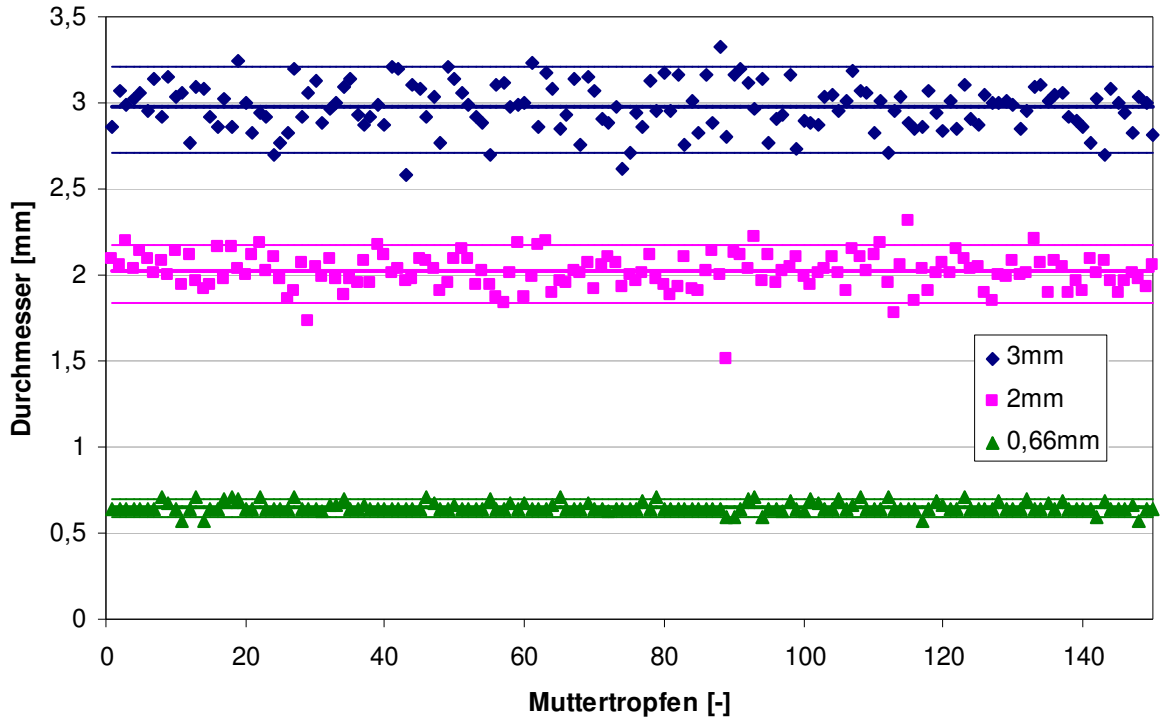


Abbildung 5-1: Abweichung der Muttertropfen vom Sollwert

In der obigen Abbildung 5-1 sind die ermittelten Durchmesser mit den zugehörigen Mittelwerten in Abhängigkeit vom untersuchten Durchmesser aufgetragen. Die dünnen Linien repräsentieren den resultierenden Durchmesser bei einer Abweichung des Tropfenvolumens von 25 Prozent. Während die Werte für den 0,66mm Tropfen eine geringe Streuung um den Mittelwert aufweisen, nimmt diese mit größer werdenden Durchmesser zu.

Tabelle 5-1: Mittelwert und Standardabweichung der Muttertropfen

	Anzahl Tropfen	mittlerer Durchmesser [pix]	mittlerer Durchmesser [mm]	Standard-abweichung [mm]	Standard-abweichung [%]
0,66 mm	271	9,13	0,65	0,03	4,6
2 mm	150	17,57	2,02	0,1	4,95
3 mm	198	25,93	2,98	0,14	4,7

Tabelle 5-1 fasst die statistischen Werte zusammen. Bei allen 3 vermessenen Durchmessern beträgt die Standardabweichung bezogen auf den Mittelwert ca. 4-5%. Zur besseren Veranschaulichung der Resultate wird auf die in Abbildung 5-2 dargestellte relative Häufigkeitsverteilung verwiesen. Dargestellt ist die relative Häufigkeitsverteilung der Durchmesser bezogen auf ihren jeweiligen Mittelwert. In allen 3 Fällen besitzen die Tropfen einen Durchmesser entsprechend dem berechneten Mittelwert.

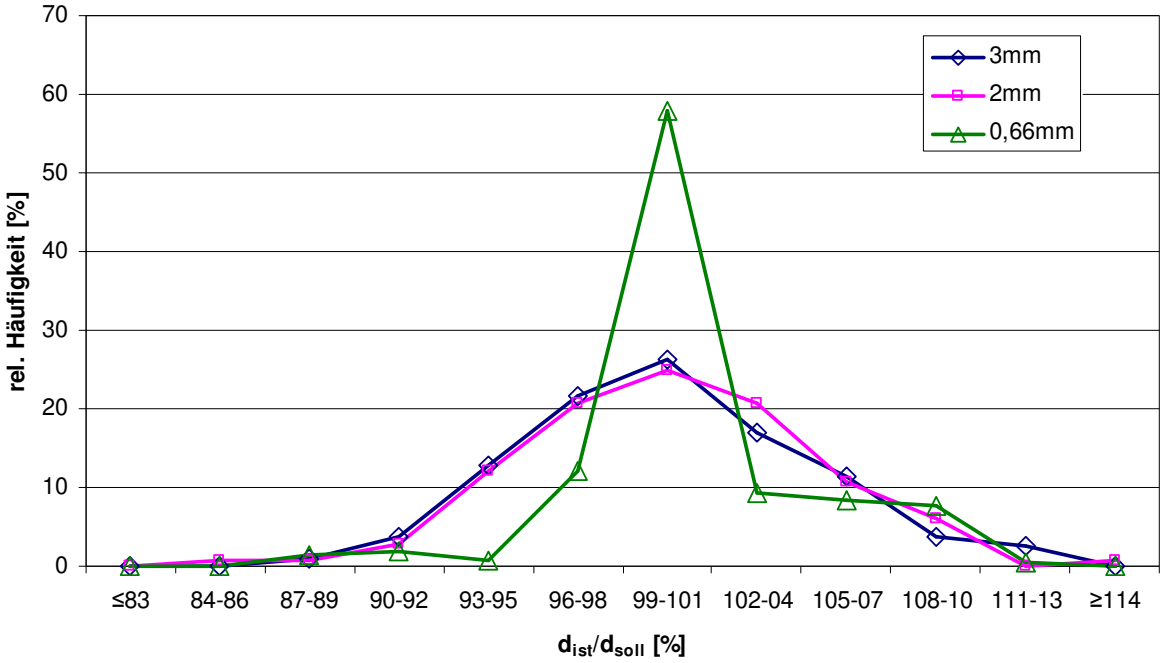
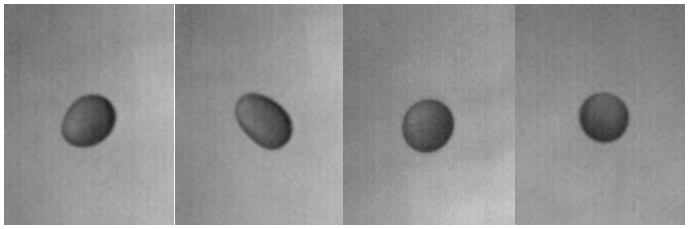


Abbildung 5-2: relative Häufigkeitsverteilung der Abweichung vom Sollwert

Ein Grund für die breitere Spreizung der Ergebnisse für den 2mm und 3mm Tropfen ist die Tatsache, dass die Tropfen bei dieser Größe teilweise eine lange Zeit benötigen um nach der Ablösung eine stabile Kugelform einzunehmen. Abbildung 5-3 zeigt am Beispiel eines 3mm Tropfens die in einer Sequenz aufgetretenden Tropfenformen mit den ermittelten Durchmessern und Exzentrizitäten. Da in der automatischen Auswertung alle Durchmesser mit Exzentrizitäten kleiner 0.3 in die Berechnung einfließen, siehe Kapitel 4.1, führen solche Tropfendeformationen zu größeren Abweichungen vom Mittelwert.



Ø [pix]	26,5	28	26	24
ε	0,2	0	0	0

Abbildung 5-3: deformierte 3mm-Tropfen nach der Ablösung von der Nadel

Minimieren läßt sich dieser Effekt durch die Wahl einer geeigneteren ROI, aber ganz ausschließen läßt er sich nicht. Selbst eine manuelle Überprüfung führt zu den in Abbildung 5-2 dargestellten Ergebnissen.

5.1.2 Zerfallsereignisse

5.1.2.1 Bruchwahrscheinlichkeit $P(d_P)$

Die Bruchwahrscheinlichkeit P ist definiert als Quotient aus der Anzahl der Bruchereignisse und der Gesamtzahl aller Ereignisse, also

$$P = \frac{N_{Bruch}}{N_{Gesamt}} \tag{5-1}$$

Bei der jeweiligen Auswertung der Experimente zum Tropfenzerfall werden Sequenzen mit Tropfenbruch mit Eins, und alle ohne Tropfenbruch mit Null bewertet. Die kumulative Mittelwertbildung über diese so bewerteten Sequenzen ergeben dann die in Abbildung 5-4 dargestellten Verläufe, wobei der Endwert gerade der Bruchwahrscheinlichkeit P entspricht.

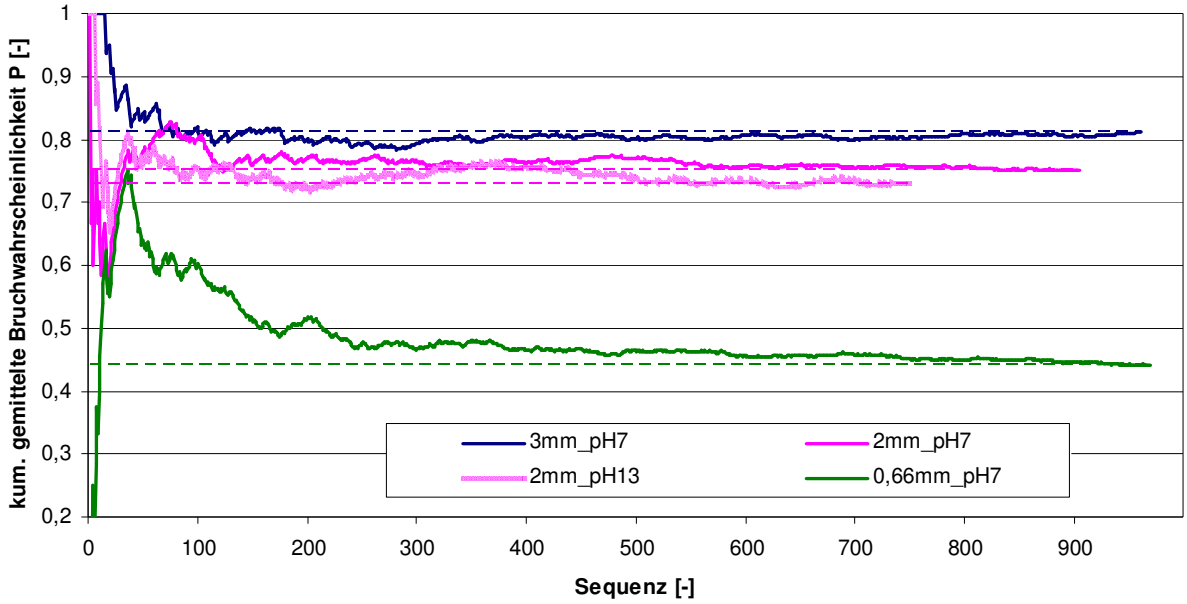


Abbildung 5-4: kumulativ gemittelte Bruchwahrscheinlichkeiten

Wie man in der Abbildung 5-4 erkennen kann, ist die Bruchwahrscheinlichkeit eines Tropfens um so höher, je größer der Tropfen ist. Liegt die Bruchwahrscheinlichkeit eines 0,66mm Tropfens gerade mal bei 45%, so ist die Wahrscheinlichkeit, dass ein Tropfen mit einem Durchmesser von 3mm bricht, 81%.

Tabelle 5-2: Bruchwahrscheinlichkeiten der untersuchten Tropfendurchmesser

	pH 7			pH 13		
d_P	N_{Gesamt}	N_{Bruch}	$P(d_P)$	N_{Gesamt}	N_{Bruch}	$P(d_P)$
0,66 mm	969	432	0,45	-	-	-
2 mm	905	679	0.75	750	548	0,73
3 mm	961	780	0,81	-	-	-

Die Experimente zur Untersuchung des Einflusses des pH-Wertes der kontinuierlichen Phase auf den Tropfenbruch ergaben keinen signifikanten Unterschied in Bezug auf die Bruchwahrscheinlichkeit. Diese liegen bei einem 2mm Tropfen zwischen 73% bei einem pH-Wert von 13 und 75% bei einem pH-Wert von 7.

5.1.2.2 Bruchzeit $t_B(d_P)$

In Abbildung 5-5 sind die kumulativen relativen Häufigkeitsverteilungen der ermittelten Bruchzeiten dargestellt. Die Klassengröße entspricht dabei der kleinsten zeitlichen Auflösung von 1/Framerate. Zusätzlich sind in der Abbildung die jeweiligen arithmetisch gemittelten Bruchzeiten eingetragen.

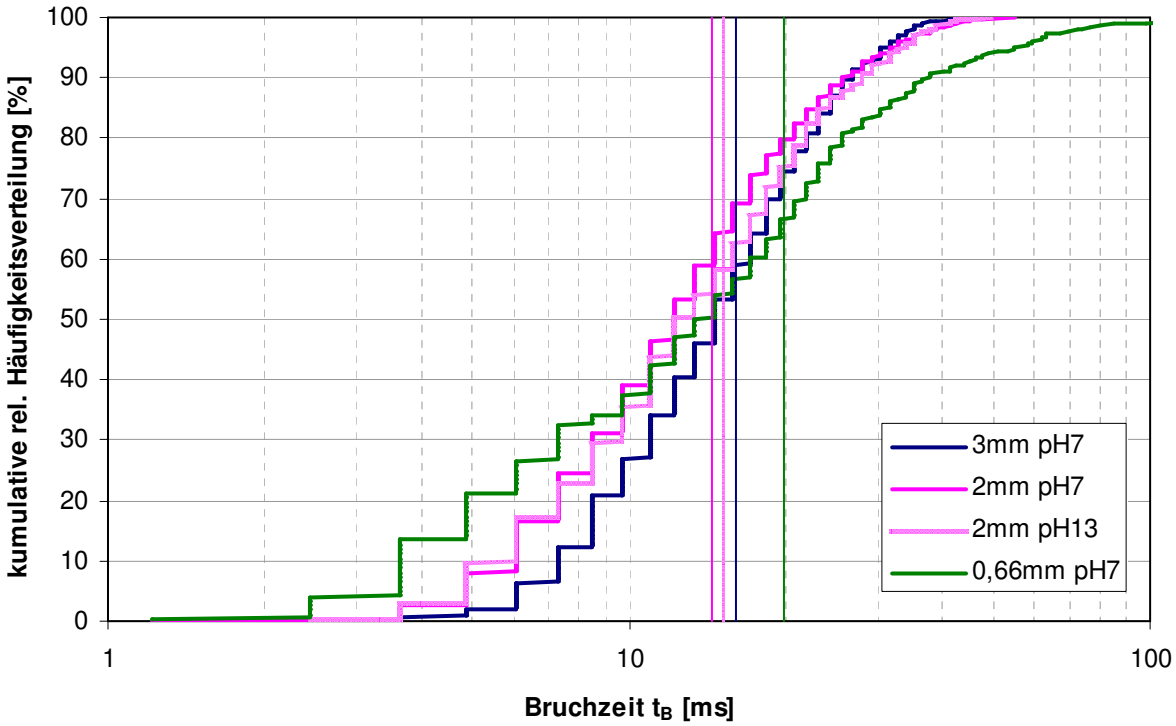


Abbildung 5-5: kumulative relative Häufigkeitsverteilung der Bruchzeiten

Wie sich erkennen läßt, streuen die ermittelten Bruchzeiten der einzelnen Tropfen sehr stark. Die kleinste gemessene Bruchzeit des 0,66mm Tropfens beträgt 1,2 ms, die größte 411 ms. Rund 32%, also ein Drittel des Datensatzes weist eine Bruchzeit kleiner oder gleich 8 ms auf. Der arithmetische Mittelwert beträgt aber 19,79 ms bei einer Standard-abweichung von 27,86 ms. Dies ist darauf zurückzuführen, dass aufgrund des inhomogenen Strömungsfeldes, hervorgerufen durch die Geomtrien der Versuchsanordnung, eine Vielzahl der Tropfen solange von größeren Wirbeln gefangen und hin- und her transportiert werden, bis diese auf entsprechend kleine Wirbel treffen und zerbrechen. In einem Rührkessel ist dieses Verhalten jedoch nicht zu erwarten. Je größer die Tropfen sind, desto seltener ist dieser Effekt zu beobachten. Aber auch bei den 2mm und 3mm Tropfen liegen die arithmetischen Mittelwerte der Bruchzeiten jeweils über dem statistischen Median-Wert und die Standardabweichung sind mit ca. 50%, bezogen auf den Mittelwert, viel zu groß.

Tabelle 5-3: statistische Angaben zu den ermittelten Bruchzeiten

Ø Tropfen d_P	0,66mm pH7	2mm pH7	2mm pH13	3mm pH7
arithmetisches Mittel [ms]	19,79	14,37	15,11	15,98
Standardabweichung [ms]	27,86	8,62	8,86	7,66

Vergleicht man die Ergebnisse des 2mm Tropfens, so zeigt sich, dass der pH-Wert der kontinuierlichen Phase keinen signifikanten Einfluss auf die Bruchzeit hat. Die Häufigkeitsverteilungen beider zeigen bis zu einer Bruchzeit von ca. 13 ms einen sehr ähnlichen Verlauf.

Lediglich in einem Bereich von 13 bis 20 ms brechen die Tropfen des pH7-Versuches häufiger, was zu einem leicht niedrigeren arithmetischen Mitterwert führt. Die weiteren Ausführungen zur Bruchzeit beziehen sich daher nur noch auf den pH7-Versuch.

Aus den obigen Betrachtungen wird ersichtlich, dass die ermittelten Werte zur Bruchzeit keiner Normalverteilung folgen und damit die Bestimmung einer Bruchzeit $t_B(d_P)$ über den arithmetischen Mittelwert sehr fehlerbehaftet ist.

Eine andere Heransgehensweise bietet der Vergleich der Häufigkeitsverteilungen mit einer β-Verteilung, wie in Abbildung 5-6 dargestellt. Zu sehen sind dort die relativen Häufigkeits-verteilungen der ermittelten Bruchzeiten und ihrer angepaßten β-Verteilungen.

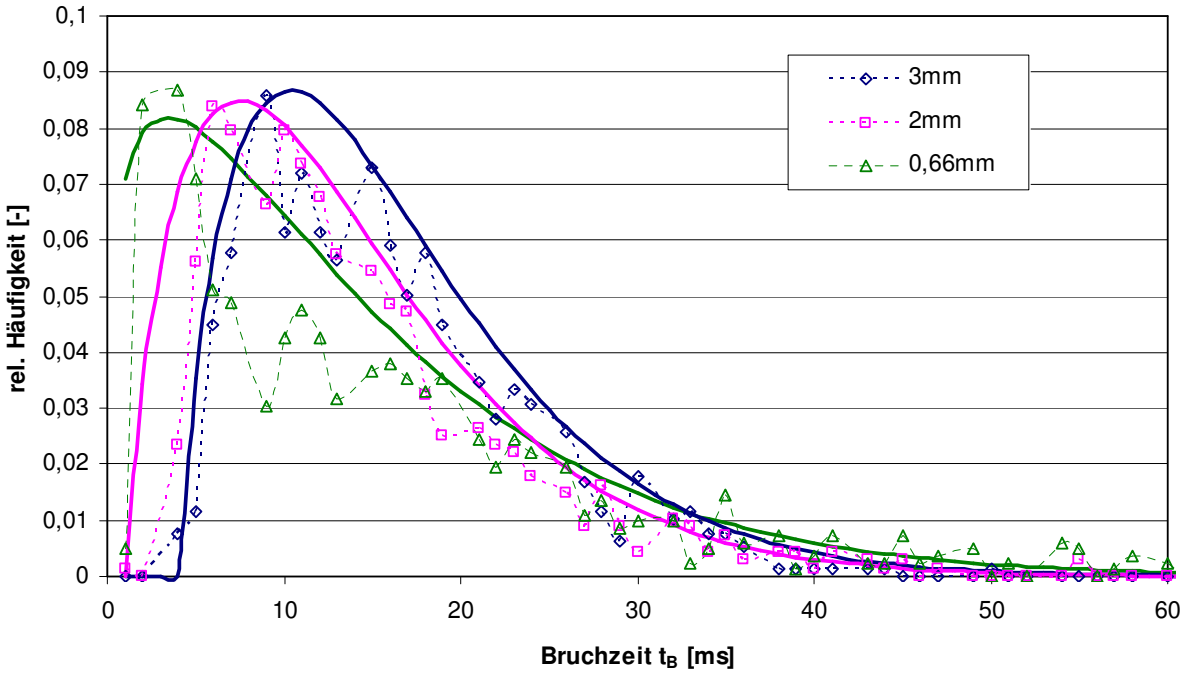


Abbildung 5-6: relative Häufigkeitesverteilungen der Bruchzeit mit angepaßten β-Verteilungen

Bildet man die Bruchzeit $t_B(d_P)$ aus dem Wert, bei dem β-Verteilungen das Maximum erreichen, ergeben sich die in Tabelle 5-4 als $t_{B,\beta}$ angegebenen Werte. Zum Vergleich sind dort auch die arithmetisch gemittelten Werte unter $t_{B,m}$ angegeben.

Tabelle 5-4: Bruchzeiten $t_B(d_P)$ in Abhängigkeit vom Tropfendurchmesser

d_P in mm	$t_{B,\beta}(d_P)$ in ms	$t_{B,m}(d_P)$ in ms
0,66	3,44	19,79
2	7,52	14,37
3	10,39	15,98

Die mittels β-Verteilung bestimmten Bruchzeiten erscheinen unter der Annahme einer proportionalen Abhängigkeit der Bruchzeit von der Derformationszeit eines Tropfens, sinnvoller.

5.1.2.3 Experimentelle Bruchrate $g(d_P)$

Die experimentelle Bruchrate $g(d_P)$ wird aus der experimentellen Bruchzeit und Bruchwahrscheinlichkeit folgendermaßen gebildet:

$$g(d_P) = \frac{1}{t_B} \cdot P \qquad (5\text{-}2)$$

In Tabelle 5-5 sind die nach Formel (5-2) berechneten experimentellen Bruchraten in Abhängigkeit vom Tropfendurchmesser d_P und der Bruchzeiten $t_{B,\beta}$ und $t_{B,m}$ aufgelistet.

Tabelle 5-5: experimentelle Bruchraten $g(d_P)$

d_P in mm	$g(d_P,t_{B,\beta})$ in s^{-1}	$g(d_P,t_{B,m})$ in s^{-1}
0,66	130	22,74
2	99,73	52,19
3	77,96	50,69

Zur Verdeutlichung sind diese in Abbildung 5-7 in Abhängigkeit vom Tropfendurchmesser graphisch aufgetragen.

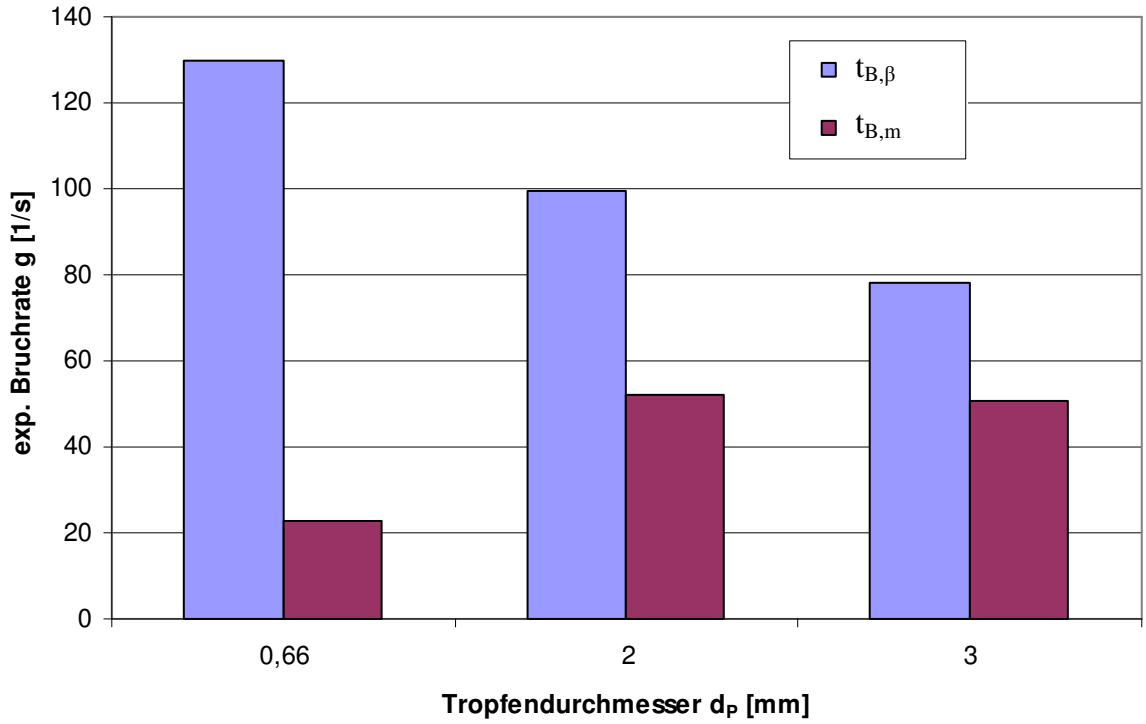


Abbildung 5-7: experimentelle Bruchrate $g(d_P)$ in Abhängigkeit von $t_{B,\beta}$ und $t_{B,m}$

Wie man sieht, nimmt die Bruchrate mit der aus der β-Verteilung bestimmten Bruchzeit ausgehend von einem Maximalwert beim kleinsten Tropfendurchmesser mit größer werdenden Tropfen immer weiter ab. Im Gegensatz dazu steigt die Bruchrate mit der arithmetisch gemittelten Bruchzeit ausgehend von einem Minimalwert beim kleinsten Tropfendurchmesser erst an und ändert sich danach nur noch minimal. Ein Vergleich der experimentell ermittelten Bruchraten mit theoretischen Modellen zur Bruchrate findet in Abschnitt 5.2 statt.

5.1.2.4 Tochtertropfen

Abbildung 5-8 zeigt die Häufigkeitsverteilung der Anzahl der beim Bruch des Muttertropfens entstandenen Tochtertropfen. Wie man sieht, brechen alle 3 vermessene Muttertropfen am häufigsten binär, der 0,66mm Tropfen zu 90%, die 2mm und 3mm Tropfen zu ca. 75%.

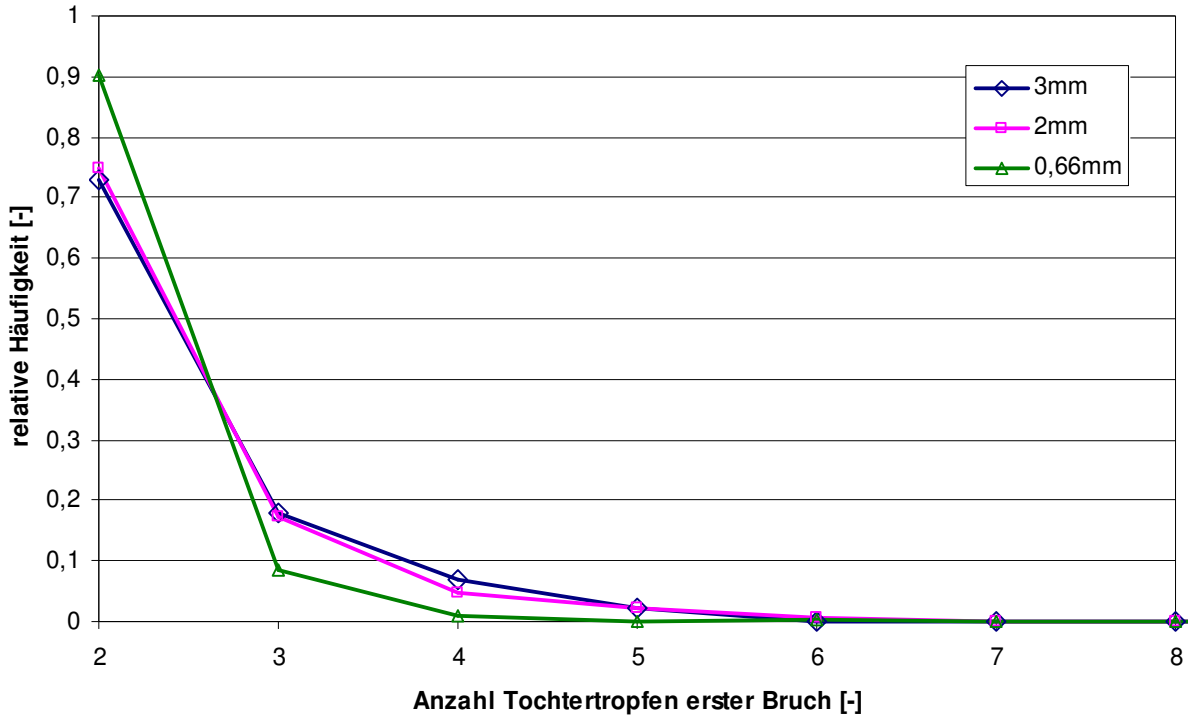


Abbildung 5-8: Anzahl der Tochtertropfen nach dem ersten Bruch

Die Wahrscheinlichkeit eines Bruches in 3 Tochtertropfen ist sowohl für den 2mm als auch den 3mm Tropfen mit ca. 18 Prozent höher als die des 0,66mm Tropfens, der nur zu 9 Prozent tertiär zerbricht. Die größte Anzahl an Tochtertropfen nach dem ersten Bruch beliefen sich auf 6 beim 0,66mm Tropfen, 8 beim 2mm Tropfen und 7 beim 3mm Tropfen. Im Durchschnitt brach der 0,66mm Tropfen in 2,12, der 2mm in 2,36 und der 3mm in 2,39 Tropfen beim ersten Bruch.

Der pH-Wert der kontinuierlichen Phase hatte auf die Anzahl der entstanden Tochtertropfen sowohl beim ersten Bruch als auch insgesamt keinen Einfluß, daher wurde auf eine separate Darstellung dieser Ergebnisse verzichtet.

In Abbildung 5-9 sind die Häufigkeitsverteilungen der insgesamt aus dem Bruch eines Muttertropfens erstandenden Tochtertropfen abgebildet. Wie man erkennen kann, sind durch weitere Brüche der Tochtertropfen die Zerfallsereignisse in nur 2 Tochtertropfen für alle untersuchten Muttertropfendurchmesser nicht mehr die häufigsten. Während der 0,66mm Tropfen überwiegend in 3 Tochtertropfen aber maximal in 14 Tochtertropfen zerfällt, lassen sich dazu für den 2mm und 3mm Tropfen keine präzisen Aussagen treffen. Mit größer werdenden Durchmesser nimmt auch das Verteilungsspektrum der Tochtertropfen zu. Die größte registrierte Anzahl an Tochtertropfen des 2mm Tropfen ist 96, die des 3mm Tropfens 212. Dabei sei darauf hingewiesen, das einzelne Tochtertropfen den Beobachtungsraum schon verlassen haben können ohne das der Bruchvorgang abgeschlossen war. Diese Tatsache wird in der automatischen Auswerteroutine aber nicht beachtet, so dass die maximale Anzahl durchaus größer sein kann. Die durchschnittliche Anzahl an Tochtertropfen des 0,66mm Tropfens betrug 5,7, die des 2mm Tropfens 27,6 und die des 3mm Tropfen 50,2.

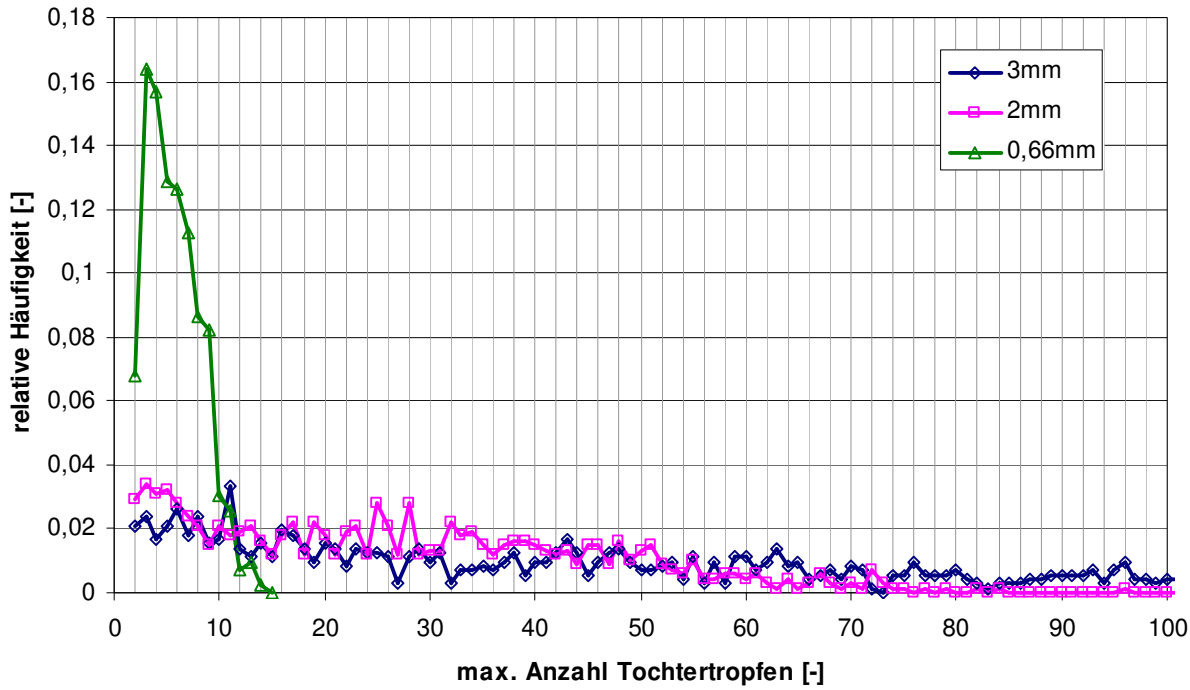


Abbildung 5-9: maximale Anzahl an entstandenen Tochtertropfen

Zur Zeit läßt sich mit dem in Kapitel 3 beschriebenen Versuchsaufbau keine Tochtertropfengrößenverteilung vermessen. Zum Einen ist der optische Aufnahmebereich zu begrenzt, so dass sich der Zerfallsprozess nur selten komplett erfassen läßt. Besonders bei den 2mm und 3mm Tropfen, die in recht viele Tochtertropfen zerfallen, haben meist eine Anzahl an Tochtertropfen den Aufnahmebereich bereits verlassen während andere im Aufnahmebereich weiter zerfallen. Die Auswerte-Routine gibt keine Auskunft darüber, wie sich die einzelnen Tropfen durch den Aufnahmebereich bewegen und damit ist es nicht möglich festzustellen, aus welchen Vorgängen sich die Anzahl der Tropfen in einem Bild zusammensetzt. Allein dieser Umstand würde zu einer fehlerhaften Häufigkeitsangabe führen (dieses Problem könnte gelöst werden) aber weitaus problematischer ist die Bestimmung der Tochtertropfendurchmesser. Die Tropfen sind im Aufnahmebereich größtenteils so stark deformiert, dass die berechneten äquivalenten Durchmesser (aus der im Bild sichtbaren Fläche) der Tropfen teilweise mehr als doppelt so groß sind wie die der Muttertropfen. Obwohl die Tochtertropfengrößenverteilung keine Rolle spielt bei der Bestimmung der Bruchrate als Teil des Senkterms der Populationsbilanz, wäre diese Information nützlich bei der Berechnung des Quellterms.

Interessant ist allerdings das Größenverhältnis der Tochtertropfen zueinander, welches sich beim ersten Bruch des Muttertropfens in 2 Tochtertropfen ergibt, unabhängig davon ob die Tochtertropfen weiter zerfallen. In Abbildung 5-10 ist die Häufigkeitsverteilung des Verhältnisses vom kleineren Tropfen d’ zum größeren Tropfen d’’ zum Zeitpunkt des binären Bruches für alle 3 untersuchten Muttertropfen aufgetragen. Sind beide Tochtertropfen gleich groß, beträgt das Verhältnis 100 Prozent. Wie schon erwähnt, lassen sich über die tatsächlichen Tochtertropfengrößen aufgrund der Derformationen der Tropfen keine genauen Angaben machen, die in Abbildung 5-10 dargestellten Verteilungen sind daher eher als Trend aufzufassen.

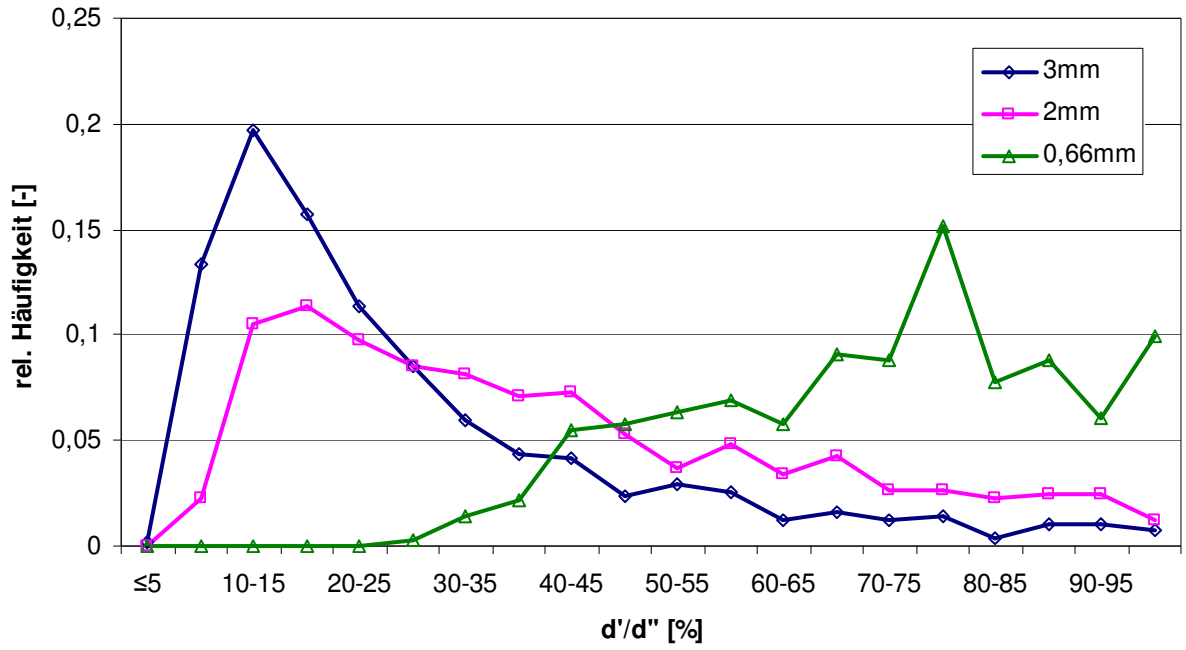


Abbildung 5-10: Häufigkeitsverteilung des Größenverhältnisses zwischen Tochtertropfen bei binärem Bruch

Wie sich erkennen läßt, tendiert der 0,66mm Muttertropfen dazu, bei einem binären Bruch in 2 relativ gleich große Tochtertropfen zu zerfallen. In 10 Prozent der Bruchereignisse beträgt die Abweichung des kleineren zum größeren Tropfendurchmesser maximal 5 Prozent. Am häufigsten stellte sich ein Größenverhältnis von 75-80 Prozent ein. Zu beachten ist, dass bedingt durch die Kameraauflösung kleinste Tröpfchen nicht erkannt werden, daher ist hier das Verteilungsspektrum nach unten hin begrenzt. Zu den 2mm und 3mm Muttertropfen läßt sich feststellen, dass diese überwiegend in einen kleinen und einen großen Tochtertropfen beim binären Bruch zerfallen. In den meisten Fällen stellte sich ein Größenverhältnis von 10-20 Prozent ein.

5.1.2.5 Bruchort

In den Abbildungen 5-11 bis 5-13 sind die relativen Häufigkeitsverteilungen der aufgetretenen Bruchorte mit zunehmenden Muttertropfendurchmesser dargestellt. Wie in Abbildung 5-11 zu erkennen ist, bricht der 0,66mm Tropfen überwiegend in der Nähe des Rührersblattes in Gebieten der höchsten Strömungsgeschwindigkeit und Energiedissipation ([Gäbler 2007]). Zusätzlich lassen sich Gebiete erhöhter Bruchaufkommen auf halber Höhe und am Ende der Rührerscheibe festellen. Mit zunehmenden Durchmesser verbreitert sich das Verteilungsspektrum der Bruchorte. Der 2mm Tropfen bricht gleichmäßig verteilt in einem Bereich vom Rührerblatt bis zum Ende der Rührerscheibe, wobei eine leichte Zunahme der Bruchhäufigkeit auf halber Höhe der Rührerscheibe festzustellen ist, siehe Abbildung 5-12. Mit noch größer werdenen Tropfendurchmesser verschiebt sich das Verteilungsspektrum des Bruchortes in Strömungsrichtung weg vom Rührerblatt, wie in Abbildung 5-13 zu erkennen ist.

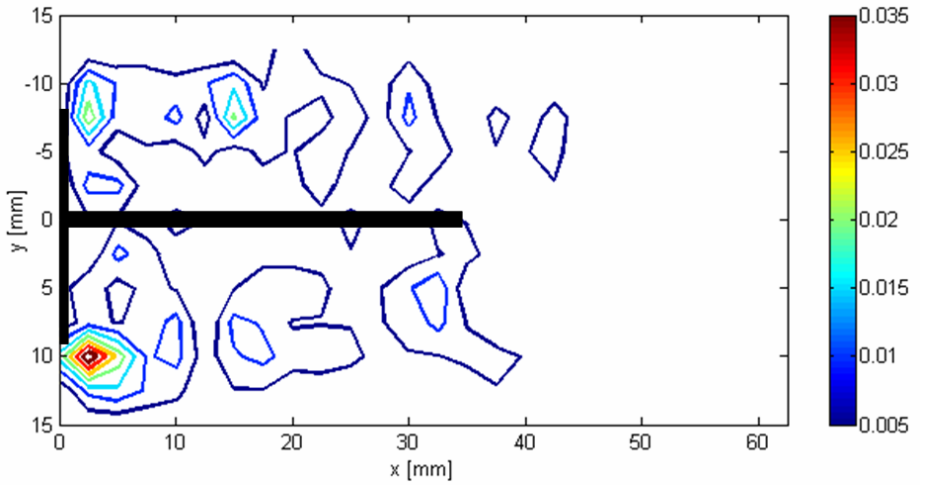


Abbildung 5-11: rel. Häufigkeitsverteilung des Bruchortes des 0,66mm Tropfens

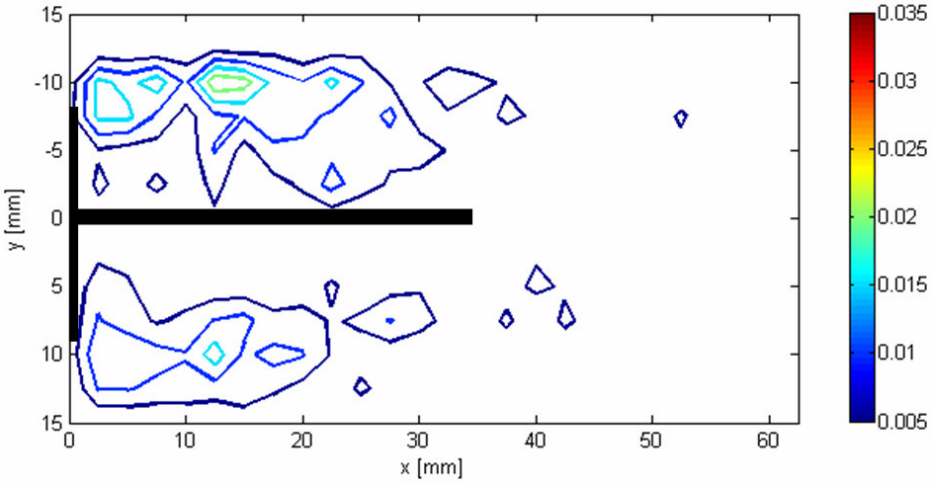


Abbildung 5-12: rel. Häufigkeitsverteilung des Bruchortes des 2mm Tropfens

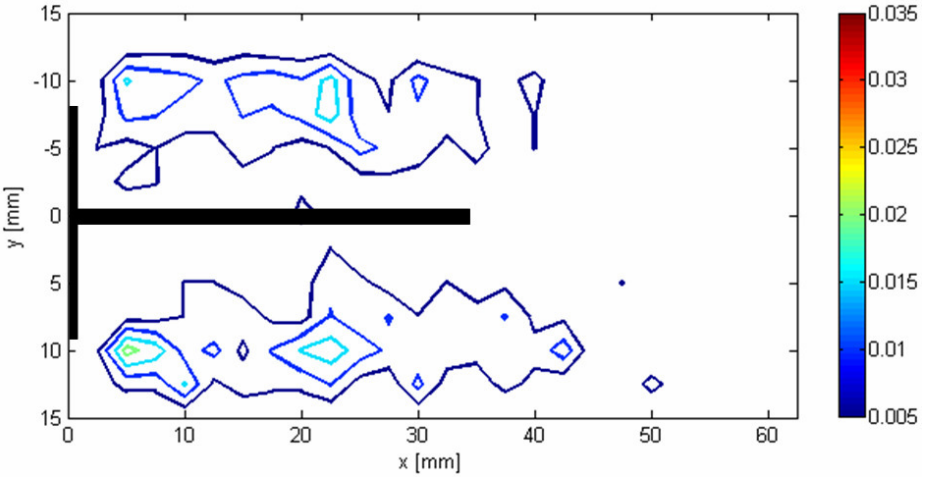


Abbildung 5-13: rel. Häufigkeitsverteilung des Bruchortes des 3mm Tropfens

5.2 Vergleich der experimentellen Bruchrate mit Modellansätze

In Abbildung 5-14 sind die experimentell mit der Bruchzeit aus der Beta-Verteilung bestimmten Bruchraten vergleichend mit den in Kapitel 2 besprochenen Modellen aufgetragen. Die zugehörigen Modellkonstanten sind in Tabelle 5-6 eingetragen. Zusätzlich zu den in dieser Arbeit untersuchten Tropfengrößen ist das Resultat eines 1mm Tropfens aus vorangegangenen Untersuchungen eingetragen. Allerdings ließ sich nicht mehr nachvollziehen, ob Tropfenbrüche aufgrund von Kollisionen mit dem Rührerblatt, die in dieser Arbeit nicht beachtet wurden, in die Bestimmung der Bruchzeit mit einflossen und somit die aus der Bruchzeit resultierenden Bruchrate für diesen Tropfen etwas verfälscht ist.

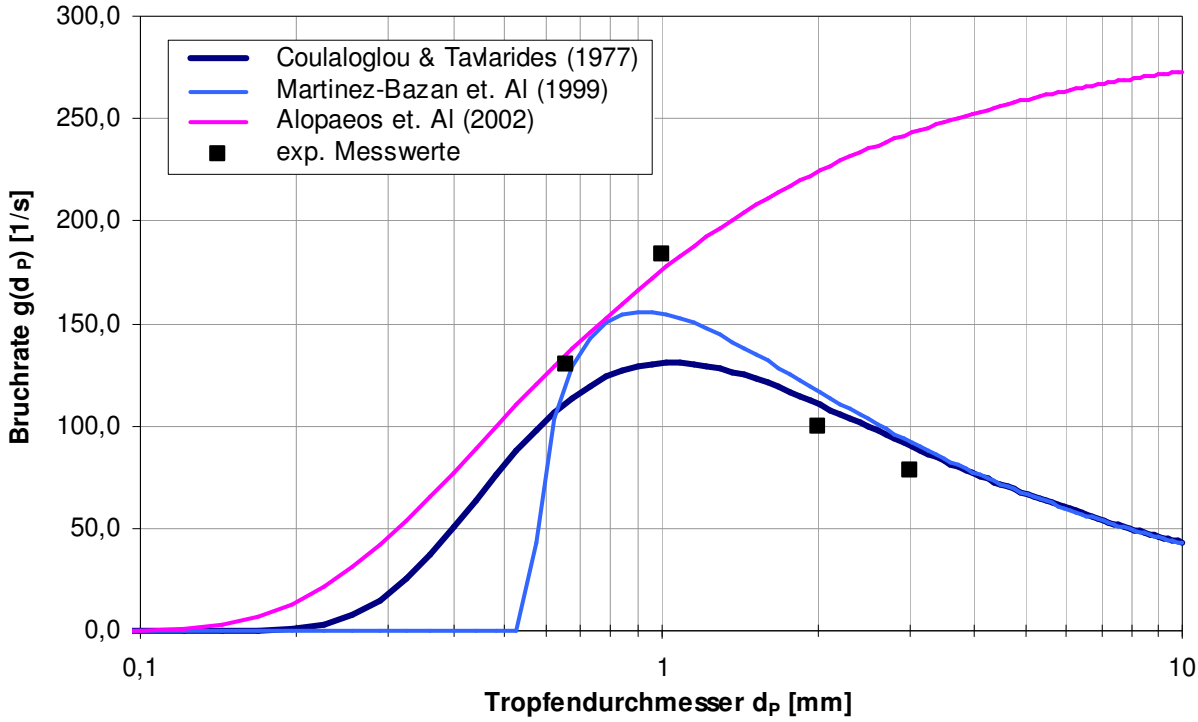


Abbildung 5-14: Vergleich der mit $t_{B,\beta}$ ermittelten Bruchraten mit diversen Modellen

Tabelle 5-6: Modellkonstanten für die mit $t_{B,\beta}$ berechneten Bruchraten

	Coulaloglou & Tavlarides (1977)	Alopaeos et Al. (2002)	Martinez-Bazan et Al. (1999)
$c_{1,b}$	2,08	300	0,2
$c_{2,b}$	0,11	0,039	105
$c_{3,b}$	-	0,2	-

Wie man aber aus Abbildung 5-14 erkennen kann, steigt die experimentell bestimmte Bruchrate mit größer werdenen Tropfendurchmesser erst an, sinkt dann aber bei weiter wachsenden Tropfendurchmesser wieder ab. Das Maximum wird sich in einem Bereich zwischen dem 0,66mm und 2mm Tropfen befinden. Daher läßt sich die experimentell bestimmte Bruchrate nicht mit den monoton steigenden Modell von [Alopaeos et Al. 2002] beschreiben. Mit den Modellen von [Coulaloglou&Tavlarides 1977] sowie [Martinez-Bazan et Al. 1999] läßt sich der Verlauf der experimentellen Bruchrate nachbilden, allerdings weisen die Werte zwischen

modellierter und experimenteller Bruchrate größere Abweichungen auf. Besonders zu beachten ist, dass die von Martinez-Bazan angegebene Modellkonstante $c_{2,b}$ von 8,2 hier auf 105 korrigiert werden musste, um den in Abbildung 5-14 abgebildeten Verlauf zu erhalten.

Betrachtet man weiterhin das Modell von [Coulaloglou&Tavlarides 1977], d.h. die einzelnen Terme bezüglich der Bruchzeit und Bruchwahrscheinlichkeit mit

$$\frac{1}{t_B} = c_{1,b}\,\frac{\varepsilon^{1/3}}{d_P^{2/3}} \tag{5-3}$$

$$P = \exp\left(-c_{2,b}\,\frac{\gamma\cdot(1+\varphi_d)^2}{\rho\cdot\varepsilon^{2/3}d_P^{5/3}}\right) \tag{5-4}$$

und vergleicht diese mit den experimentell ermittelten Daten, dann ergeben sich mit den Modellkonstanten $c_{1,b}$ und $c_{2,b}$ die in Abbildung 5-15 dargestellten Verläufe.

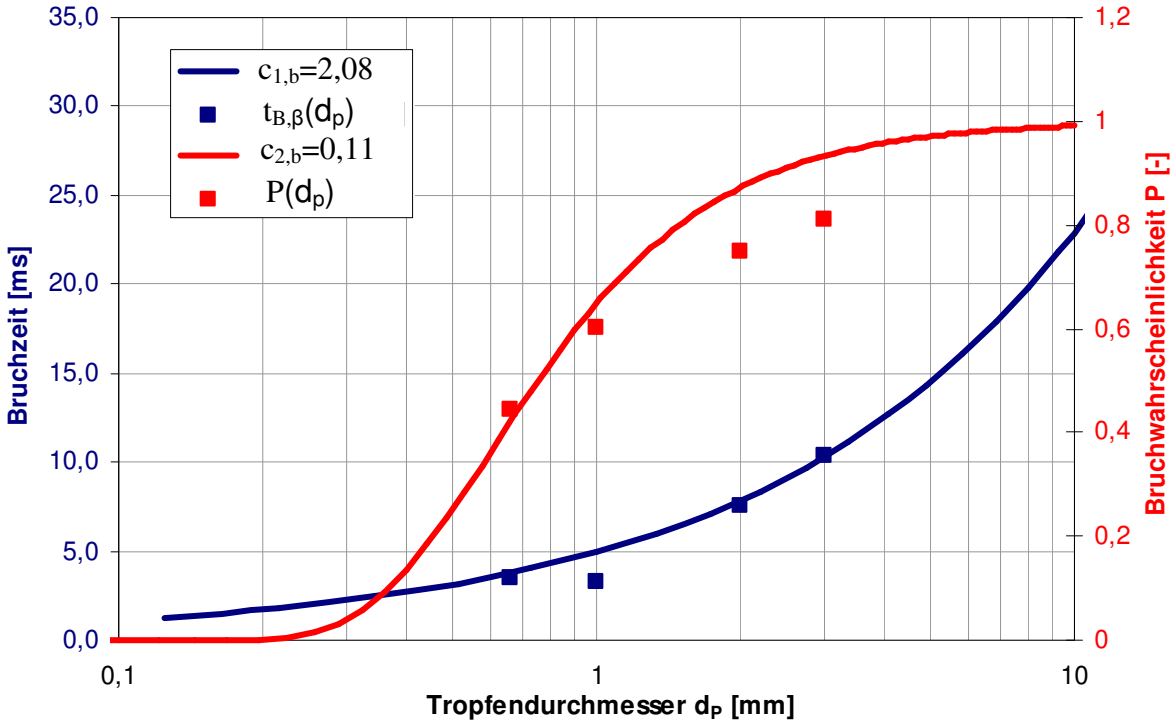


Abbildung 5-15: Vergleich von $t_{B,\beta}(d_P)$ und $P(d_P)$ mit Modellansatz von [Coulaloglou&Tavlarides 1977]

Wie man sieht, wird die experimentelle Bruchzeitentwicklung in Abhängigkeit vom Tropfendurchmesser mit dem Modell sehr gut wiedergegeben. Die Vorhersage der Bruchwahrscheinlichkeit in Abhängigkeit vom Tropfendurchmesser weicht allerdings von den experimentell ermittelten Daten etwas ab, ist aber tendenziell richtig. Vermutet wird, dass durch den experimentellen Aufbau das turbulenten Geschwindigkeitsfeld, in dem sich die Tropfen bewegen, nicht, wie im Modell angenommen, isotrop ist und somit die Energiedissipationskaskade der Wirbel nicht der Theorie entspricht.

Abschließend werden noch einmal die experimentellen Daten zusammen mit dem Modell von [Coulaloglou&Tavlarides 1977] in Abhängigkeit von der Tropfenweberzahl dargestellt, siehe Abbildung 5-16. Die dimensionslose Weberzahl We charakterisiert das Verhältnis der

deformierenden Trägheitskraft der Anströmung zur Oberflächenkraft des Tropfens. Mit

$$We = \frac{\Delta v^2 \cdot \rho_d \cdot d_P}{\gamma} \tag{5-5}$$

und Δv als relative Geschwindigkeit zwischen dem Tropfen und der anströmenden Phase ergibt sich die in Abbildung 5-16 dargestellte Bruchrate in Abhängigkeit von der Weberzahl.

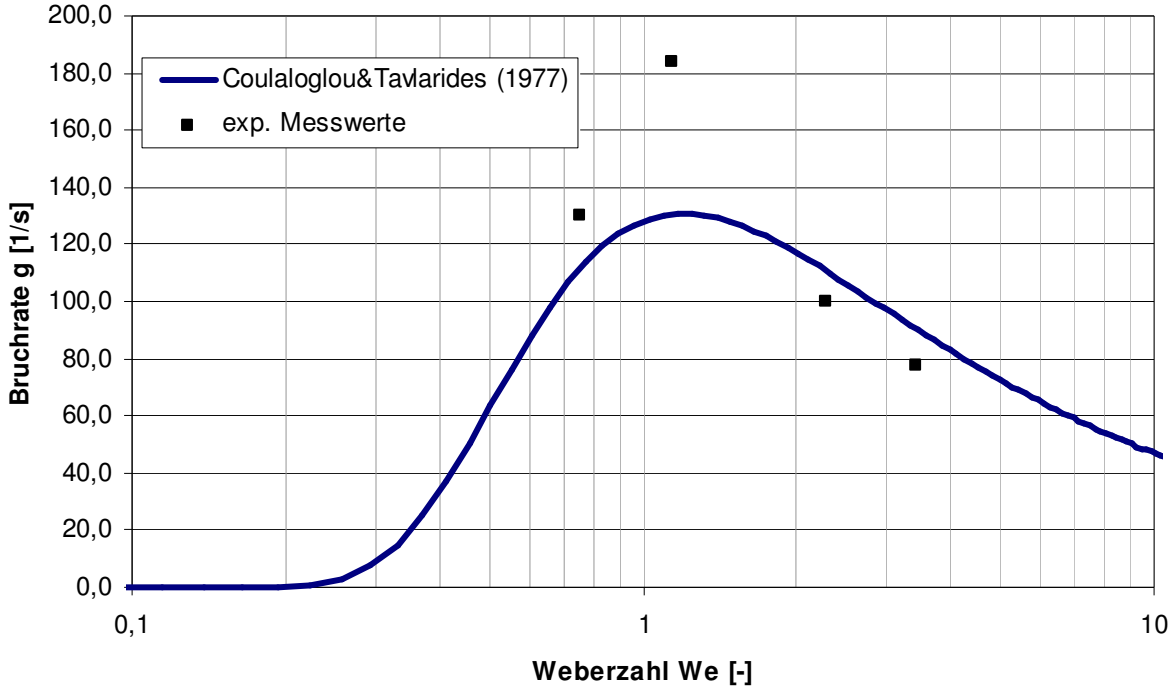


Abbildung 5-16: Vergleich der mit $t_{B,\beta}$ ermittelten Bruchrate aufgetragen über die Weberzahl mit dem Modell von Coulaloglou&Tavlarides

Da sich die experimentellen Untersuchungen nur auf eine Variation des Tropfendurchmessers beschränkten und damit mittlere Strömungsgeschwindigkeit bzw. Energieeintrag gleich blieben, ändert sich der Verlauf der Bruchrate über der Weberzahl nicht.

6 Zusammenfassung und Ausblick

6.1 Zusammenfassung

Durch die Neukonstruktion des Zulaufkanals wurde eine breitere Variation an generierbaren Tropfendurchmesser realisiert. Somit konnten die Ergebnisse vorangegangener Einzeltropfen-experimente durch weiterführende Untersuchungen unter Variation der Stoff- und Systemparameter ergänzt werden.

Die Automatisierung der Bildanalyse mit Matlab® verkürzte den zur Auswertung pro experimenteller Untersuchung benötigten zeitlichen Aufwand von ca. einem Monat mit ImagePro® auf ca. einen Tag, und damit enorm.

Die experimentellen Untersuchungen zum Einfluss des Tropfendurchmessers auf die Bruchrate bei gleichbleibendem Leistungseintrag zeigten, dass der Verlauf der Bruchrate mit steigendem Durchmesser tatsächlich ein Maximum durchläuft. Ein Vergleich mit diversen theoretischen Modellen zeigte, dass das Modell von Coulaloglou&Tavlarides bei geeigneter Wahl der Modellkonstanten dieses Verhalten am besten repräsentiert.

Ein Einfluss des pH-Wertes der kontinuierlichen Phase konnten weder in Bezug auf die Bruchzeit noch der Bruchwahrscheinlichkeit oder der Anzahl der Tochtertropfen nachgewiesen werden.

6.2 Ausblick

Zusammen genommen können nun in kurzer Zeit eine große Anzahl von Experimenten durchgeführt und ausgwertet werden. Somit ist es möglich, die zur Lösung der Populationsbilanz benötigten Bruchmodelle durch eine Vielzahl an nun durchführbaren Untersuchungen mit veränderlichen Stoff- und Systemparametern weiter zu verfeinern.

Denkbar ist, die bis jetzt manuelle Aufnahme der einzelnen Bruchvorgänge mithilfe einer geeigneten Softwaretriggerung zu automatisieren.

Mit dem Einsatz einer weiteren hochauflösenden Kamera am Ende der Messstrecke und einem geeigneten Triggersystem könnten zu den mit dem vorhandenen Messaufbau erzeugten Daten weitere Informationen über die Tochtertropfengrößenverteilung gewonnen werden. Diese könnten dann mit den in der Literatur vorhanden Modellen zur Tochtertropfengrößenverteilung verglichen werden.

Literaturverzeichnis

Alopaeus, V., Koskinen, J. and Keskinen, K.I., 1999. Simulation of the population balances for liquid-liquid systems in a nonideal stirred tank. Part 1 Description and qualitative validation of the model. Chemical Engineering Science, 54(24): 5887-5899.

Alopaeus, V., Koskinen, J., Keskinen, K.I. and Majander, J., 2002. Simulation of the population balances for liquid-liquid systems in a nonideal stirred tank. Part 2 - parameter fitting and the use of the multiblock model for dense dispersions. Chemical Engineering Science, 57(10): 1815-1825.

Baldyga, J. and Bourne, J.R., 1993. Drop Breakup and Intermittent Turbulence. Journal of Chemical Engineering of Japan, 26(6): 738-741.

Batchelor, G. K.: Diffusion in a field of homogeneous turbulence. II: The relative motion of particles. Proc. Cambridge Phil. Soc., Vol. 48:S. 345-362, 1952.

Batchelor, G.K.: Theory of Homogeneous Turbulence. Cambridge University Press, 1953.

Calabrese, R.V., Chang, T.P.K. und Dang, P.T.: Drop breakup in turbulent stirred-tank contactors. Part I: Effect of dispersed phase viscosity. AIChE J., Vol. 32:S. 657-666, 1986.

Coulaloglou, C.A. and Tavlarides, L.L., 1977. Description of Interaction Processes in Agitated Liquid-Liquid Dispersions. Chemical Engineering Science, 32(11): 1289-1297.

Gäbler, A., 2007. Experimentelle Untersuchungen, Modellierung und Simulation gerührter Flüssig/flüssig-Systeme mit veränderlichen Stoff-und Betriebsparametern. phd Thesis, Technische Universität Berlin, Berlin, 53 pp

Gerstlauer, A., 1999. Herleitung und Reduktion poplationsdynamischer Modelle am Beispiel der Flüssig-flüssig-Extraktion. phd Thesis, Universität Stuttgart, 220 pp.

Hinze, J.O., 1955. Fundamentals of the Hydrodynamic Mechanism of Splitting in Dispersion Processes. Aiche Journal, 1(3): 289-295.

Kolmogoroff, A.N., 1941. Local Structure of Turbulence in an Incompressible Viscous Fluid at Very High Reynolds Numbers. Dokl Akademie Nauk SSSR, 30: 299-303.

Kraume, M. and Zehner, P., 2001. Experience with experimental standards for measurements of various parameters in stirred tanks: A comparative test. Chemical Engineering Research & Design, 79(A8): 811-818.

Kumar, S., Ganvir, V., Satyanand, C., Kumar, R. and Gandhi, K.S., 1998. Alternative mechanisms of drop breakup in stirred vessels. Chemical Engineering Science, 53(18): 3269-3280.

Kumar, S., Kumar, R. and Gandhi, K.S., 1991. Alternative Mechanisms of Drop Breakage in Stirred Vessels. Chemical Engineering Science, 46(10): 2483-2489.

Liao, Y. and Lucas, D., 2009. A literature review of theoretical models for drop and bubble breakup in turbulent dispersions. Chemical Engineering Science, 64(15): 3389-3406.

Luo, H. and Svendsen, H.F., 1996. Theoretical model for drop and bubble breakup in turbulent dispersions. AIChE Journal, 42(5): 1225-1233.

Narsimhan, G., Gupta, J.P. and Ramkrishna, D., 1979. Model for Transitional Breakage Probability of Droplets in Agitated Lean Liquid-Liquid Dispersions. Chemical Engineering Science, 34(2): 257-265.

Maaß, S. 2005. Experimentelle Bestimmung von Tochtertropfenverteilungen durch Zerfall eines Einzeltropfens an einem Rührerblatt. Diplomarbeit TU-Berlin

Pahl, M., 2005. Mischtechnik, Aufgaben und Bedeutung. In: M. Kraume (Editor), Mischen und Rühren, pp. 1-19.

Taylor, G.I., 1935. Statistical Theory of Turbulence. Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences, 151(873): 421-444.

Wang, T.F., Wang, J.F. and Jin, Y., 2003. A novel theoretical breakup kernel function for bubbles/droplets in a turbulent flow. Chemical Engineering Science, 58(20): 4629-4637.

Wang, T.F., Wang, J.F. and Jin, Y., 2005. Population balance model for gas-liquid flows: Influence of bubble coalescence and breakup models. Industrial & Engineering Chemistry Research, 44(19): 7540-7549.

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2-1: Linke Seite: Zerfall, rechte Seite: Koaleszenz 5
Abbildung 2-2: Wirbelzerfall für turbulente Strömung [Pahl 2005, S.11] 5
Abbildung 2-3: Tropfenbruch mit Senk- (links) und Quellterm (rechts) 6
Abbildung 2-4: Klassifizierung von Bruchmechanismen und Bruchraten nach [Liao und Lucas 2009]. 8
Abbildung 2-5: norm. Bruchrate nach dem Modell von [Coulaloglou&Tavlarides 1977] 9
Abbildung 2-6: norm. Bruchrate nach dem Modell von [Alopaeus et Al. 2002] 10
Abbildung 2-7: norm. Bruchrate nach dem Modell von [Martinez-Bazan et Al. 1999] 11
Abbildung 3-1: schematische Darstellung der verwendeten Versuchsanlage 12
Abbildung 3-2: Zusammenbauzeichnung des Plexiglaskanals 14
Abbildung 3-3: eine Aufnahme zur Muttertropfenanalyse 15
Abbildung 3-4: eine Aufnahme zur Zerfallsanalyse 16
Abbildung 3-5: Definition der Bruchzeit 17
Abbildung 3-6: Definition des Bruchortes 18
Abbildung 4-1: GUI zur Muttertropfenanalyse 19
Abbildung 4-2: GUI zur Festlegung der Region Of Interest (ROI) 20
Abbildung 4-3: GUI zur Festlegung der Referenzlänge 21
Abbildung 4-4: Speicherstruktur der MotherdropAnalysis-Routine 21
Abbildung 4-5: Programmablaufplan der MotherdropAnalysis-Routine 22
Abbildung 4-6: Hintergrundbild einer Sequenz 23
Abbildung 4-7: Bild einer Sequenz mit Muttertropfen 23
Abbildung 4-8: Ergebniss der Hintergrundbild-Subtraktion nach Skalierung 23
Abbildung 4-9: binäres Bild einer Sequenz mit Muttertropfen 24
Abbildung 4-10: vergrößertes Bild eines Muttertropfens mit eingezeichneter BoundingBox 24
Abbildung 4-11: kumulative Häufigkeitsverteilung der ermittelten Tropfendurchmesser 25
Abbildung 4-12: vergrößertes Bild eines unvollständig abgebildeten Muttertropfens 25
Abbildung 4-13: laufender arithmetischer Mittelwert des Tropfendurchmessers 26
Abbildung 4-14: fehlerhafte Speicherung der zeitlichen Bildreihenfolge 27
Abbildung 4-15: Speicherstruktur bei der Analyse der Zerfallsereignisse 28
Abbildung 4-16: GUI der Sort-Routine 29
Abbildung 4-17: Programmablaufplan der Sort-Routine 29
Abbildung 4-18: Programmablaufplan der DefineBG-Routine 30

Abbildung 4-19: mit der Sort-Routine festgelegtes Hintergrundbild 31
Abbildung 4-20: Umwandlung des Hintergrundbildes in ein Schwarz-Weiß-Bild 32
Abbildung 4-21: Programmablaufplan der DefineStartEnd-Routine 33
Abbildung 4-22: ein mit der Sort-Routine gefundenes Startbild einer Sequenz 34
Abbildung 4-23: ein mit der Sort-Routine gefundenes Endbild einer Sequenz 34
Abbildung 4-24: Programmablaufplan der Cut&Save-Routine 35
Abbildung 4-25: GUI der DropBeakage-Routine 36
Abbildung 4-26: Programmablaufplan der DropBreakage-Routine 37
Abbildung 4-27: Programmablaufplan der Change2BW-Routine 38
Abbildung 4-28: Bildaufnahme mit Muttertropfen 39
Abbildung 4-29: Resultat der Bildsubtraktion mit dem Hintergrundbild 39
Abbildung 4-31: binarisiertes Bild einer Aufnahme mit Muttertropfen 40
Abbildung 4-32: oben: Ausschnitt einer skalierten Aufnahme;unten: derselbe Ausschnitt mit Pixelwerten größer als der Schwellenwert 41
Abbildung 4-33: Endresultat der Change2BW-Routine 41
Abbildung 4-34: Lageparameter des Rührers 42
Abbildung 4-35: Beispiel eines Fehlers mit Status 1 44
Abbildung 4-36: Tropfenbruch mit eingezeichneten BoundingBoxes (rote Vierecke), Flächenschwerpunkte(rot), Bruchort (magenta) und Bruchzone (grünes Viereck) 44
Abbildung 4-37: Beispiel eines Fehlers mit Status 2 45
Abbildung 4-38: Beispiel eines Tropfenverlaufs über die Rührerscheibe ohne Fehlerausgabe 45
Abbildung 4-39: Beispiel eines Tropfenverlaufs über die Rührerscheibe mit Fehlerstatus 3 46
Abbildung 4-40: Beispiel eines Fehlers mit Status 4 46
Abbildung 4-41: Beispiel einer fehlerhaften Fehlerauslösung vom Status 4 47
Abbildung 5-1: Abweichung der Muttertropfen vom Sollwert 49
Abbildung 5-2: relative Häufigkeitsverteilung der Abweichung vom Sollwert 50
Abbildung 5-3: deformierte 3mm-Tropfen nach der Ablösung von der Nadel 50
Abbildung 5-4: kumulativ gemittelte Bruchwahrscheinlichkeiten 51
Abbildung 5-5: kumulative relative Häufigkeitsverteilung der Bruchzeiten 52
Abbildung 5-6: relative Häufigkeitesverteilungen der Bruchzeit mit angepaßten β-Verteilungen 53
Abbildung 5-7: experimentelle Bruchrate $g(d_P)$ in Abhängigkeit von $t_{B,\beta}$ und $t_{B,m}$ 54
Abbildung 5-8: Anzahl der Tochtertropfen nach dem ersten Bruch 55

Abbildung 5-9: maximale Anzahl an entstandenen Tochtertropfen 56
Abbildung 5-10: Häufigkeitsverteilung des Größenverhältnisses zwischen Tochtertropfen bei binärem Bruch 57
Abbildung 5-11: rel. Häufigkeitsverteilung des Bruchortes des 0,66mm Tropfens 58
Abbildung 5-12: rel. Häufigkeitsverteilung des Bruchortes des 2mm Tropfens 58
Abbildung 5-13: rel. Häufigkeitsverteilung des Bruchortes des 3mm Tropfens 58
Abbildung 5-14: Vergleich der mit $t_{B,\beta}$ ermittelten Bruchraten mit diversen Modellen 59
Abbildung 5-15: Vergleich von $t_{B,\beta}(d_P)$ und $P(d_P)$ mit Modellansatz von [Coulaloglou&Tavlarides 1977] 60
Abbildung 5-16: Vergleich der mit $t_{B,\beta}$ ermittelten Bruchrate aufgetragen über die Weberzahl mit dem Modell von Coulaloglou&Tavlarides 61

Tabellenverzeichnis

Tabelle 3-1: Abmaße und mittlere Strömungsgeschwindigkeit 13
Tabelle 3-2: allgemeine Angaben zu den durchgeführten Versuchen 16
Tabelle 3-3: Stoffdaten des Toluol/Wasser-Systems 17
Tabelle 4-1: definierte Fehlerarten 43
Tabelle 4-2: Fehlerangabe zur DropBreakage-Routine 47
Tabelle 4-3: Auswertung nach manueller Überprüfung 48
Tabelle 5-1: Mittelwert und Standardabweichung der Muttertropfen 49
Tabelle 5-2: Bruchwahrscheinlichkeiten der untersuchten Tropfendurchmesser 51
Tabelle 5-3: statistische Angaben zu den ermittelten Bruchzeiten 52
Tabelle 5-4: Bruchzeiten $t_B(d_P)$ in Abhängigkeit vom Tropfendurchmesser 53
Tabelle 5-5: experimentelle Bruchraten $g(d_P)$ 54
Tabelle 5-6: Modellkonstanten für die mit $t_{B,\beta}$ berechneten Bruchraten 59