

На правах рукописи



Шалунов Андрей Викторович

**ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА И РАЗРАБОТКА АППАРАТОВ
УЛЬТРАЗВУКОВОГО ДИСПЕРГИРОВАНИЯ ЖИДКОСТЕЙ**

Специальность 05.17.08 – Процессы и аппараты химических технологий

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Бийск – 2006

Работа выполнена в Бийском технологическом институте (филиале) государственного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Алтайский государственный технический университет им. И.И. Ползунова»

Научный руководитель: кандидат технических наук, доцент
Хмелев Владимир Николаевич

Официальные
оппоненты: доктор технических наук, профессор
Овчаренко Александр Григорьевич

кандидат технических наук, доцент
Митин Александр Германович

Ведущая организация: Институт проблем химико-энергетических
технологий СО РАН
(г. Бийск, Алтайский край)

Защита состоится 22 июня 2006 г. в 11⁰⁰ часов на заседании диссертационного совета К 212.004.03 в Бийском технологическом институте (филиале) государственного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Алтайский государственный технический университет им. И.И. Ползунова» по адресу: 659305, Алтайский край, г. Бийск, ул. Трофимова, 27

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Бийского технологического института (филиала) государственного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Алтайский государственный технический университет им. И.И. Ползунова».

Автореферат разослан 19 мая 2006 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета



Светлов С.А.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы. Большинство процессов химической технологии реализуется в гетерогенных системах, в частности – в двухфазных системах жидкость – газ.

Одним из наиболее эффективных способов интенсификации таких процессов является развитие поверхности контакта фаз за счет увеличения свободной поверхности вещества, находящегося в жидкой фазе. путем диспергирования.

Широко используемые на практике традиционные способы диспергирования (гидравлическое, механическое, пневматическое) обладают значительным количеством недостатков, которые снижают эффективность технологических процессов, реализуемых на их основе. В связи с этим, перспективным направлением интенсификации процессов химической технологии является применение новых способов диспергирования жидкостей. К таким способам относится ультразвуковое (УЗ) диспергирование.

Ультразвуковое диспергирование имеет ряд существенных преимуществ по сравнению с традиционными способами диспергирования, которыми являются: низкая энергоемкость, высокая производительность, возможность мелкодисперсного и монодисперсного диспергирования, возможность диспергирования высоковязких жидкостей без предварительного снижения вязкости при помощи растворителей. Но, несмотря на указанные достоинства УЗ способ не получил широкого промышленного распространения.

Это, в первую очередь, связано с зависимостью производительности диспергирования от свойств жидкости, приводящей к необходимости установления оптимальной величины УЗ воздействия для каждой жидкости в зависимости от ее свойств, площади диспергирующей поверхности и требуемой производительности. На сегодняшний день в виду недостаточной изученности процессов, происходящих в диспергируемой жидкости, и их взаимного влияния установление требуемой величины ультразвукового воздействия осуществляется вручную, на основании субъективных ощущений оператора или по косвенным признакам. Это приводит к невозможности практического определения оптимальных условий диспергирования, что вызывает ухудшение дисперсных характеристик образующихся капель жидкости и невозможности обеспечения монодисперсного диспергирования (а в ряде случаев - к невозможности поддержания самого процесса диспергирования) жидкости при изменяющихся условиях течения технологического процесса (температуры, вязкости жидкости, производительности диспергирования).

Несмотря на существенность обозначенной проблемы, в настоящее время существует крайне мало теоретических исследований и практических разработок, позволяющих ее решить. Таким образом, задача совершенствования ультразвукового способа диспергирования жидкостей является актуальной.

Цель исследования – совершенствование процесса ультразвукового диспергирования жидкостей за счет обеспечения автоматического

поддержания оптимальных режимов ультразвукового воздействия при реализации различных процессов химической технологии.

Задачи исследований:

Провести анализ процессов, происходящих при диспергировании жидкостей ультразвуковыми колебаниями, с целью определения степени влияния интенсивности ультразвукового воздействия на процесс ультразвукового диспергирования различных жидкостей.

Для выявления причин, ограничивающих возможность диспергирования вязких жидкостей, и выявления возможных механизмов их диспергирования предложить и разработать модель, основанную на учете кавитационного воздействия на слой диспергируемой жидкости.

На основе разработанной модели исследовать зависимость эффективности процесса УЗ диспергирования от свойств и толщины слоя жидкости на колеблющейся поверхности и амплитуды УЗ колебаний.

Провести экспериментальные исследования, направленные на подтверждение кавитационной природы диспергирования жидкостей, правильности предложенной модели, определения реальных зависимостей эффективности процесса УЗ диспергирования от свойств и толщины слоя жидкости и амплитуды УЗ колебаний.

Предложить и разработать способ управления процессом ультразвукового диспергирования жидкостей и создать узлы ультразвуковых аппаратов, необходимые для автоматической оптимизации производительности диспергирования различных жидкостей.

Подтвердить эффективность разработанного способа управления процессом диспергирования в различных технологических процессах.

Объект и методы исследования. Объектами исследования являются процесс ультразвукового диспергирования и физические явления в слое диспергируемой жидкости, возникающие за счет воздействия на них ультразвуковых колебаний высокой интенсивности, а также ультразвуковые аппараты, реализующие процесс ультразвукового диспергирования в различных химических технологиях. При выполнении работы применялись как теоретические, так и экспериментальные методы исследования, направленные на решение поставленных задач. Исследования проводились путем построения теоретических моделей, допускающих аналитические и численные решения.

Научная новизна:

– предложена модель процесса ультразвукового кавитационного диспергирования, позволяющая выполнить расчет оптимальной толщины слоя диспергируемой жидкости в зависимости от свойств этой жидкости и амплитуды колебаний ультразвукового преобразователя;

– выявлены допустимые границы изменения толщины слоя жидкости, которые определяются: минимально допустимая – возможностью образования кавитации в слое жидкости; максимально допустимая – полным

затуханием ударных волн в слое жидкости без достижения ими поверхности жидкости;

– определены зависимости оптимальной толщины слоя жидкости от вязкости жидкости и амплитуды ультразвуковых колебаний;

– предложен способ автоматического управления процессом ультразвукового диспергирования.

Практическая значимость:

– установлены оптимальные условия (толщина слоя, амплитуда ультразвуковых колебаний) ультразвукового диспергирования для различных жидкостей;

– на основании теоретических и экспериментальных исследований разработаны отдельные узлы, позволившие усовершенствовать ультразвуковые технологические аппараты, предназначенные для обеспечения оптимальных режимов диспергирования для различных по физическим свойствам жидкостей;

– разработаны конструкции ультразвуковых колебательных систем (УЗКС) и рабочих инструментов с развитой поверхностью диспергирования, позволившие увеличить производительность ультразвукового диспергирования не менее чем в 1,5 раза;

– предложены и разработаны ультразвуковые аппараты для диспергирования жидкости в слое, позволившие повысить эффективность химико-технологических процессов за счет оптимизации параметров (уменьшение дисперсного состава образующихся капель, увеличение производительности) ультразвукового диспергирования.

Реализация работы. Результаты работы использованы при создании ультразвукового оборудования для распыления жидкостей, эксплуатирующегося на предприятиях в Российской Федерации, и за рубежом.

Апробация работы.

Материалы диссертации докладывались на конференциях Siberian Russian Workshops and Tutorials on Electron Devices and Materials, EDM'2004, EDM'2005 (Novosibirsk); V и VI Всероссийской научно-практической конференции «Измерения, автоматизация и моделирование в промышленности и научных исследованиях (ИАМП)» (г. Бийск); второй международной электронной научно-технической конференции «Технологическая системотехника – 2003» и «Технологическая системотехника – 2004» (Тулский государственный университет); Всероссийской конференции с участием зарубежных ученых «Задачи со свободными границами: теория, эксперимент и приложения» (Институт гидродинамики им. М. А. Лаврентьева СО РАН), ежегодной Всероссийской научно-технической конференции молодых ученых и студентов «Современные проблемы радиоэлектроники» (Красноярский государственный технический университет). Материалы диссертации

являются составной частью конкурсной работы «Развитие научных основ повышения эффективности ультразвуковых технологий, разработка и организация производства ультразвуковых технологических аппаратов», отмеченной в 2005 году премией Правительства Российской Федерации для молодых ученых.

Положения, выносимые на защиту:

– математическая модель, описывающая процесс преобразования ультразвуковой энергии от момента ее излучения в слой диспергируемой жидкости до момента ее затрачивания на увеличение свободной поверхности жидкости (т.е. на образование капель жидкости) и позволяющая выполнить расчет оптимальной толщины слоя диспергируемой жидкости в зависимости от свойств этой жидкости и амплитуды колебаний ультразвукового преобразователя;

– способ автоматического управления процессом ультразвукового диспергирования, основанный на контроле вязкости жидкости и амплитуды колебаний излучающей поверхности ультразвукового преобразователя, и установления по значениям контролируемых параметров толщины слоя диспергируемой жидкости с учетом требуемой производительности диспергирования;

– результаты экспериментальных и теоретических исследований, позволившие выявить характер зависимости оптимальной толщины слоя жидкости от свойств жидкости и амплитуды ультразвукового воздействия и установить оптимальные способы управления процессом ультразвукового диспергирования;

– обоснование эффективности созданных ультразвуковых технологических аппаратов для диспергирования жидкостей, применяющихся при реализации различных процессов химических технологий (распылительная сушка, нанесение фоточувствительного слоя на поверхность кремниевой пластины, химико-механическое полирование).

Публикации. Основные материалы диссертации изложены в 13 печатных работах, в том числе 1 патенте.

Структура и объем работы. Диссертация состоит из введения, четырех разделов, основных выводов и результатов, списка литературы из 101 наименования и содержит 153 страницы машинописного текста.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность, состояние проблемы, сформулированы цель работы и задачи исследований.

В первой главе рассматриваются различные способы диспергирования жидкости и проводится анализ их эффективности применительно к

процессам химической технологии, реализующимся в гетерогенных системах при помощи диспергирования вещества, находящегося в жидкой фазе.

В первом подразделе показано, что снижение эффективности процессов химических технологий, основанных на диспергировании жидкости, происходит из-за несовершенства применяемых способов диспергирования, которыми являются гидравлическое, пневматическое и механическое диспергирование.

Предлагается возможный путь решения проблемы, основанный на использовании новых перспективных способов диспергирования, а именно – ультразвукового диспергирования; приводятся основные его преимущества.

Исследования, проведенные в нашей стране, (Розенберг Л. Д., Экнадиянц О. К., Богуславский Ю. Я., Новицкий Б. Г.) и за рубежом (Harvey L. Berger), что при ультразвуковом диспергировании реализуются различные варианты реализации процесса образования капель и указывается, что наиболее эффективным является диспергирование в слое жидкости. Однако, такой способ ультразвукового диспергирования не получил широкого промышленного применения по причине неизученности процессов, происходящих в слое диспергируемой жидкости.

Во втором подразделе проводится анализ влияния свойств жидкости и параметров ультразвукового воздействия на процесс диспергирования. Показывается, что наибольшее влияние оказывают вязкость, поверхностное натяжение и толщина слоя жидкости, а также амплитуда ультразвукового воздействия.

Проведенный анализ современного оборудования показал, что для обеспечения ультразвукового диспергирования при реализации различных процессов химической технологии разработаны и применяются специализированные ультразвуковые технологические аппараты. Сравнительный анализ отечественных (различные модификации аппаратов типа РУЗ) и зарубежных (Sono-Tek, Sonics, Sonaer (США), Misonix (Швейцария)) ультразвуковых аппаратов для диспергирования жидкости позволил установить, что практически все используемые ультразвуковые аппараты для диспергирования жидкостей (Sono-Tek, Sonics, Sonaer) являются специализированными и предназначены для работы с определенным, строго ограниченным набором диспергируемых жидкостей. В универсальных диспергаторах (Misonix, аппараты типа РУЗ) установление требуемой величины ультразвукового воздействия осуществляется вручную, опытным путем на основании субъективных ощущений оператора или по косвенным признакам, что вызывает ухудшение дисперсных характеристик образующихся капель жидкости и приводит к невозможности поддержания самого процесса диспергирования жидкости при изменяющихся условиях и свойствах жидкости.

Анализ технических характеристик и функциональных возможностей используемых на практике ультразвуковых аппаратов, предназначенных для диспергирования жидкостей, позволил выявить присутствие им следующие основные недостатки:

– снижение производительности при изменении толщины слоя и свойств жидкости, что обусловлено отсутствием устройств контроля оптимальной толщины слоя и свойств диспергируемой жидкости;

– изменение дисперсности образующихся капель жидкости при изменении производительности диспергирования, вызванное отсутствием устройств обеспечения оптимальной амплитуды ультразвукового воздействия для заданной производительности диспергирования жидкости;

– отсутствие систем определения требуемой амплитуды ультразвукового воздействия в зависимости от вязкости жидкости, приводящее к невозможности непрерывного монодисперсного диспергирования вязких жидкостей.

В заключительной части первой главы на основе проведенного анализа состояния современного оборудования показывается необходимость повышения эффективности ультразвукового способа диспергирования за счет определения и обеспечения оптимальных условий диспергирования, ставятся частные задачи, решение которых обеспечит повышение эффективности УЗ способа диспергирования.

Вторая глава посвящена теоретическим исследованиям, конечным результатом которых является определение толщины слоя диспергируемой жидкости, обеспечивающей максимальную производительность диспергирования в зависимости от свойств этой жидкости, и амплитуды колебаний ультразвукового преобразователя.

Первый подраздел второй главы посвящен разработке математической модели кавитационного диспергирования жидкостей. Предлагаемая модель включает в себя рассмотрение процесса формирования капель жидкости на колеблющейся поверхности ультразвукового преобразователя, покрытой слоем диспергируемой жидкости конечной толщины h , в которой формируются кавитационные пузырьки, вызывающее образование капиллярных волн.

Схематично, предлагаемая модель иллюстрируется рисунком 1.

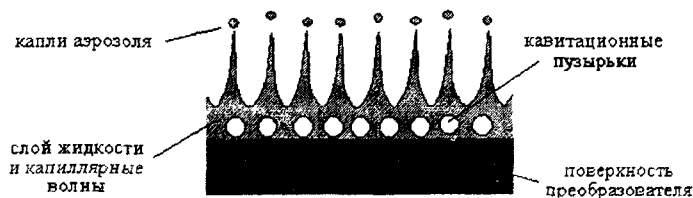


Рисунок 1 – Схематичное изображение механизма образования капель жидкости

Поэтапный анализ модели позволяет определить толщину слоя жидкости, при которой производительность диспергирования будет максимальна.

Первый этап. Так как в жидкости могут распространяться только продольные волны, то волновое уравнение для этого случая, с учетом потерь на вязкое трение, будет иметь следующий вид:

$$\frac{\partial^2 \xi}{\partial t^2} = c^2 \frac{\partial^2 \xi}{\partial x^2} + \frac{4}{3} \frac{\eta}{\rho} \frac{\partial}{\partial t} \left(\frac{d^2 \xi}{dt^2} \right) \quad (1)$$

Для случая гармонических колебаний, имеющих место при ультразвуковом воздействии, решение этого уравнения будет иметь следующий вид:

$$\xi(x) = (A \cos(\gamma_p x) + B \sin(\gamma_p x)), \quad (2)$$

где γ_p – комплексная постоянная распространения волны, которая с учетом влияния вязкого трения приближенно определяется выражением:

$$\gamma_p = k - i\beta = \frac{\omega}{c} - i \left(\frac{2\eta\omega^2}{3\rho c^3} \right). \quad (3)$$

Из выражения (2), после преобразований с учетом второго закона И. Ньютона, было получено выражение для давления звуковой волны в слое диспергируемой жидкости:

$$P(x) = -\frac{\rho\omega^2}{\gamma_p} (A \sin(\gamma_p x) - B \cos(\gamma_p x)). \quad (4)$$

Постоянные интегрирования A, B были определены из граничных условий распространения волны в слое жидкости.

$$A = \frac{v_0}{\omega}; \quad B = \frac{v_0}{\omega} \frac{\sin(\gamma_p x)}{\cos(\gamma_p x)}. \quad (5)$$

Путем подстановки полученных постоянных интегрирования в уравнение (4), было получено выражение для амплитуды звукового давления в слое жидкости в зависимости от толщины этого слоя:

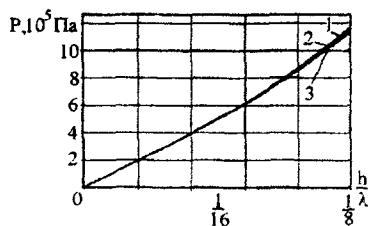
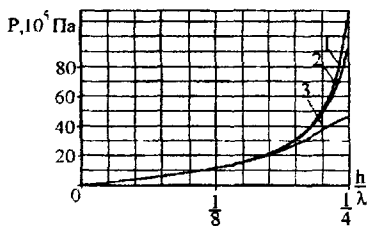
$$P = v_0 \rho \omega \left| \frac{\sin(\gamma_p h)}{\gamma_p \cos(\gamma_p h)} \right|, \quad (6)$$

или с учетом выражения (3).

$$P = v_0 \rho \omega \frac{\sqrt{(\sin(kh) \operatorname{ch}(\beta h))^2 - (\cos(kh) \operatorname{sh}(\beta h))^2}}{\sqrt{(k^2 + \beta^2)} \sqrt{(\cos(kh) \operatorname{ch}(\beta h))^2 - (\sin(kh) \operatorname{sh}(\beta h))^2}}. \quad (7)$$

Практическая ценность полученного выражения заключается в возможности определения амплитуды звукового давления в слое жидкости различной толщины при варьировании вязкостью этой жидкости. На рисунке 2 показана зависимость амплитуды звукового давления от толщины слоя жидкости при постоянной амплитуде колебаний излучающей поверхности ультразвукового преобразователя, равной 12 мкм.

Как следует из рисунка 2 а, при толщине слоя жидкости равной $\lambda/4$ происходит многократное увеличение величины звукового давления, что связано с возникновением резонансных явлений. На практике такого резкого увеличения амплитуды давления не происходит (хотя резонансные явления с меньшей амплитудой наблюдаются), так как при таких величинах звукового давления в жидкости начинают развиваться нелинейные эффекты второго порядка, вызывающие значительное затухание звуковой волны.



1 - $\eta = 1 \cdot 10^{-3} \text{ Па} \cdot \text{с}$; 2 - $\eta = 30 \cdot 10^{-3} \text{ Па} \cdot \text{с}$; 3 - $\eta = 100 \cdot 10^{-3} \text{ Па} \cdot \text{с}$

а - толщина слоя равна $\lambda/4$; б - толщина слоя равна $\lambda/8$

Рисунок 2 - Зависимость амплитуды звукового давления от толщины слоя жидкости для различных вязкостей жидкости

Поэтому полученную формулу (7) можно использовать только для небольших толщин слоя жидкости. В рамках представленной работы такое рассмотрение является достаточным, т.к. на практике толщина слоя жидкости не превышает нескольких миллиметров, что значительно меньше $\lambda/4$ (рисунок 2 б).

Из полученных зависимостей был сделан вывод, что зависимость амплитуды звукового давления от толщины слоя жидкости имеет практически линейный характер и при малых толщинах слоя диспергируемой жидкости величина амплитуды звукового давления практически не зависит от вязкости жидкости

Второй этап. Наиболее важным параметром, характеризующим кавитационную область, является радиус R кавитационного пузырька в стадии его наибольшего расширения. С этим параметром непосредственно связаны остальные значимые параметры кавитационной области - скорость захлопывания и давление во фронте ударной волны, образующейся при захлопывании кавитационного пузырька.

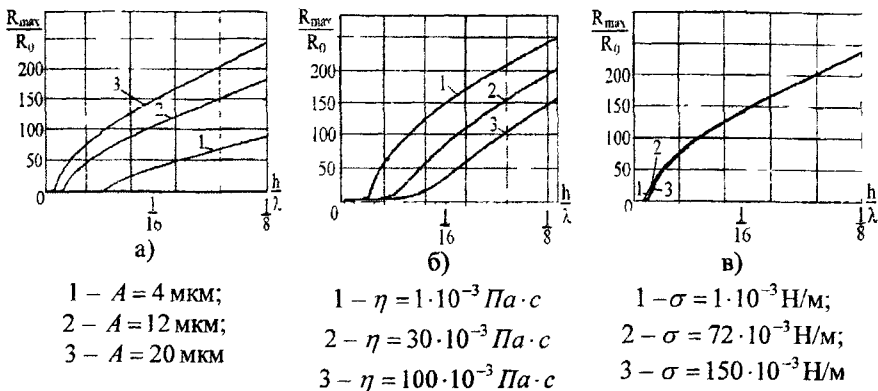
Анализ динамики кавитационного пузырька был проведен на основании уравнения Херринга-Флина (8), которое было дополнено полученным выражением для амплитуды звукового давления (6).

$$R \left(1 - 2 \frac{U}{c_0} \right) \frac{d^2 R}{dt^2} + \frac{3}{2} \left(1 - \frac{4U}{3c_0} \right) \left(\frac{dR}{dt} \right)^2 + \frac{1}{\rho} \cdot P_K + \frac{R U}{\rho c_0} \left(1 - \frac{U}{c_0} \right) \frac{dP(R)}{dt} = 0, \quad (8)$$

$$\text{где } P_K = P_0 - P_n - \nu_0 \rho \omega \left[\frac{\sin \gamma_p h}{\gamma_p \cos \gamma_p h} \right] \sin(\omega t) + \frac{4\eta U}{R} + \frac{2\sigma}{R} - \left(P_0 + \frac{2\sigma}{R_0} \right) \left(\frac{R_0}{R} \right)^{3\gamma}$$

Уравнение динамики кавитационного пузырька является нелинейным дифференциальным уравнением второго порядка и позволяет получить зависимость радиуса пузырька, как от параметров звукового поля, так и от параметров диспергируемой жидкости, толщины слоя жидкости, вязкости, поверхностного натяжения жидкости. Решение данного уравнения было получено с помощью численного интегрирования методом Рунге - Кутты с учетом следующих начальных условий: $R = R_0$ и $U = 0$, $R_0 = 10^{-6} \text{ м}$, $P_0 = 10^5 \text{ Па}$. Частота акустических колебаний принималась равной 22 кГц.

На рисунке 3 представлены зависимости максимального радиуса кавитационного пузырька, достигаемого им в стадии расширения, от толщины слоя жидкости, полученные путем решения уравнения (8) для различных амплитуд УЗ колебаний (рисунок 3,а), для различной вязкости (рисунок 3,б), для различного поверхностного натяжения(рисунок 3,в)



а – для различных амплитуд УЗ колебаний; б – для различной вязкости;
 в – для различного поверхностного натяжения

Рисунок 3 – Зависимость радиуса кавитационного пузырька от толщины слоя жидкости при постоянной амплитуде колебаний

В главе 2 показано, что с увеличением толщины слоя при постоянной амплитуде колебаний излучающей поверхности ультразвукового преобразователя происходит увеличение радиуса кавитационного пузырька. Это объясняется улучшением условий выхода ультразвуковой энергии в слой диспергируемой жидкости при увеличении толщины последнего.

Проведенный анализ зависимостей показал, что вязкость в значительной степени влияет на величину толщины слоя, при которой в слое жидкости возникает кавитация, в то время как изменение поверхностного натяжения жидкости практически не влияет на эту величину. Таким образом, при прочих равных условиях для диспергирования жидкостей с высокой вязкостью требуется формирование увеличенного слоя жидкости, поскольку только при этом обеспечивается наличие кавитационного процесса.

Третий этап Для определения величины амплитуды давления во фронте ударной волны, образующейся при захлопывании кавитационного пузырька и распространяющейся в жидкости, были использованы результаты исследования явления подводного взрыва, выполненного Р. Коулом.

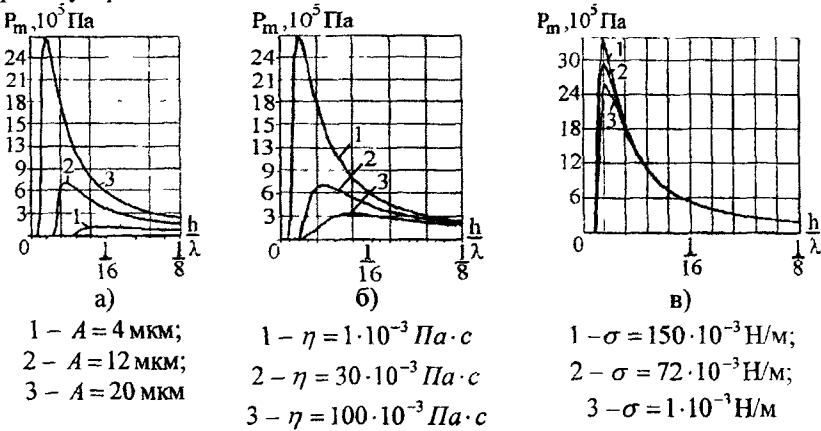
В соответствии с таким рассмотрением амплитуда во фронте ударной волны на расстоянии h от центра кавитационного пузырька равна:

$$P_m = \frac{\rho c^2}{\sqrt{2}} \sqrt{\theta \frac{c P_1 R_{\min}}{B'(\gamma' - 1)}} \cdot \frac{1}{h \ln(h/R_{\min})}. \quad (9)$$

Значения величин максимального давления P_1 в парогазовом пузырьке при захлопывании, минимального радиуса, до которого происходит

захлопывание пузырька R_{\min} , времени захлопывания пузырька θ были определены из решения уравнения (8).

На рисунке 4, а изображены полученные зависимости давления во фронте ударной волны от толщины слоя жидкости.



а – для различных амплитуд УЗ колебаний; б – для различной вязкости;
 в – для различного поверхностного натяжения

Рисунок 4 – Зависимость давления ударной волны на поверхности жидкости от толщины слоя жидкости

Таким образом установлено, что для каждого значения амплитуды колебаний излучающей поверхности ультразвукового преобразователя существует своя оптимальная толщина слоя жидкости, при которой давление во фронте ударной волны будет максимальным при достижении последней поверхности жидкости. Именно этот слой жидкости будет являться оптимальным с позиции обеспечения максимальной производительности диспергирования при минимальных энергетических затратах и минимальной дисперсии образующихся капель жидкости. Аналогичные значения оптимальной толщины слоя были получены для жидкостей с различной вязкостью и поверхностным натяжением при постоянной амплитуде колебаний, принятой равной 20 мкм (рисунок 4, б и рисунок 4, в).

На основании полученных значений давления ударной волны были рассчитаны значения амплитуды капиллярных волн:

$$A_{\text{кан}} = \frac{2P_m}{\rho c \omega} \cdot \sin(\omega t). \quad (10)$$

На основании выражения (10) и допущения, что один кавитационный пузырек вызывает одну капиллярную волну, было получено выражение для производительности диспергирования:

$$\Pi = a \frac{A_{\text{кан}}}{A_n} K \frac{16\pi \sigma S_{\text{уст}}}{9\rho f R_{\text{max}}^2}, \quad (11)$$

где $A_n = \frac{2\delta}{\omega K_k}$; $K_k = \frac{2\pi}{\lambda_k}$; $\delta = 2 \frac{\eta}{\rho} K_k^2$.

Второй подраздел главы посвящен разработке теоретических основ управления процессом ультразвукового диспергирования. В этом подразделе показано, что измерения наиболее значимых параметров ультразвукового диспергирования возможно осуществлять на электрической стороне колебательной системы

Приводятся полученные выражения для определения толщины слоя жидкости:

$$h = \left(\frac{C_{\text{УЗКС}} - 1}{2f} \right) \frac{S_{\text{УЗКС}} \rho_{\text{УЗКС}}}{S_{\text{пл.П}}}, \quad (12)$$

и вязкости жидкости:

$$\frac{4\eta\omega^2 S_{\text{УЗКС}} h}{3c^2} = \frac{2P}{v^2} - R_{\lambda}. \quad (13)$$

В заключении второй главы показано, что в результате теоретических исследований, проведенных во второй главе, была установлена взаимосвязь между толщиной слоя жидкости, параметрами УЗ воздействия и свойствами самой жидкости; разработаны теоретические основы возможности определения параметров жидкости, наиболее сильно влияющих на эффективность процесса диспергирования.

Третья глава содержит результаты экспериментальных исследований, направленных на подтверждение кавитационной природы диспергирования жидкостей и адекватности предложенной модели кавитационного диспергирования жидкостей результатам практических измерений.

Первая часть третьей главы посвящена исследованию проявления кавитационных эффектов в слое диспергируемой жидкости, которые оценивались по степени кавитационной эрозии материала излучающей поверхности ультразвукового преобразователя. Экспериментальные исследования проводились в аналитической лаборатории фирмы SAMSUNG (Корея). Полученные результаты представлены на рисунке 7.

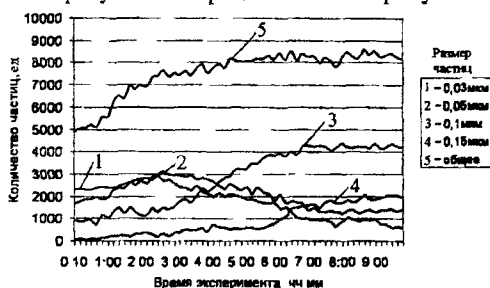


Рисунок 5 – Зависимость количества генерируемых частиц от времени ультразвукового воздействия

В качестве диспергируемой жидкости применялась вода с высокой степенью очистки – Ultra DI Water. Для подсчета количества частиц, образующихся при кавитационном разрушении поверхности УЗКС, были

использованы оптические счетчики фирмы «PARTICLE MEASURING SYSTEMS», способные определять размер и количество частиц.

Из приведенных на рисунке 5 зависимостей следует, что при ультразвуковом диспергировании происходит образование большого количества частиц, размеры которых соответствуют десяткам нм. Среднее количество частиц составляет примерно 8000 в 1 мл жидкости, тогда как измерения, проведенные на этой же жидкости до ее диспергирования, показывают наличие не более 40 – 80 частиц в 1 мл.

При проведении дальнейших экспериментов была установлена однозначная связь кавитационной эрозии с амплитудой ультразвукового воздействия и с производительностью ультразвукового диспергирования. Кроме этого, проведенный анализ показал, что характер изменения представленных зависимостей при постоянной амплитуде ультразвукового воздействия хорошо согласуется с теорией кавитационного разрушения поверхности.

Завершающим этапом первой части экспериментов явилось подтверждение природы формируемых частиц, т.е. их происхождения. Для этого был проведен спектральный анализ вещества, из которого состоят частицы, показавший, что состав вещества частиц в воде после диспергирования идентичен составу титанового сплава, из которого изготовлена излучающая поверхность ультразвукового преобразователя.

Вторая часть третьей главы посвящена экспериментальному определению оптимальной толщины слоя жидкости с целью подтверждения адекватности разработанной модели кавитационного диспергирования.

Экспериментальные исследования заключались в определении оптимальных условий ультразвукового диспергирования по специальной методике. Методика заключалась в обеспечении на излучающей поверхности УЗКС наличия слоя жидкости толщиной в 1,5–2 раза большей оптимальной, определенной на основании выражений, полученных во второй главе. Затем на электроды УЗКС подавалось напряжение ультразвуковой частоты и осуществлялась генерация механических колебаний с заданной амплитудой. Амплитуда механических колебаний выбиралась на основе выражений, полученных во второй главе, в зависимости от вида жидкости.

Эффективность процесса ультразвукового диспергирования оценивалась по высоте факела диспергирования и фиксировалась видеорегистратором (видеокамерой). Одновременно с этим производилось измерение основных параметров УЗКС и диспергируемой жидкости (собственной резонансной частоты для определения толщины слоя жидкости, амплитуды ультразвуковых колебаний, полного сопротивления колебательной системы для вязкости жидкости). Измерения проводились синхронно с кадрами видеосъемки, причем в качестве импульсов синхронизации выступали импульсы кадровой развертки видеосигнала камеры. Полученные данные вместе с видеосигналом поступали на ЭВМ для последующей обработки.

Для практической реализации предложенной методики измерений был разработан экспериментальный стенд, структурная схема которого представлена на рисунке 6.

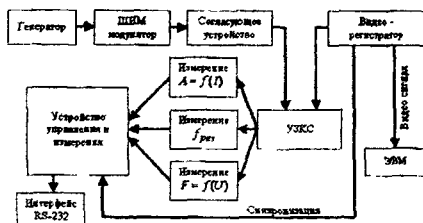
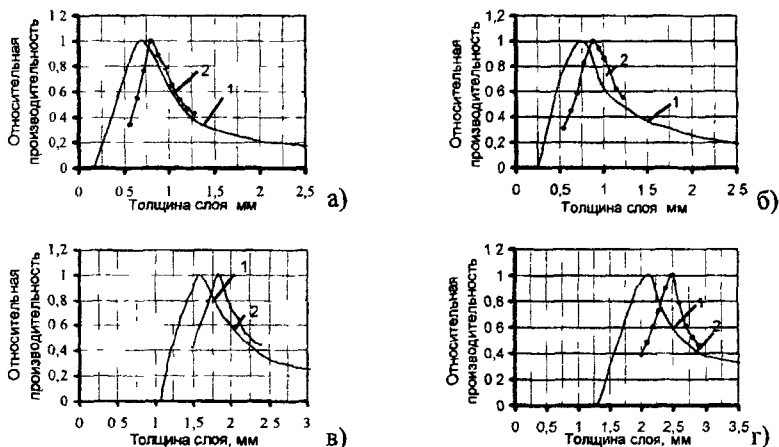


Рисунок 6 – Структурная схема экспериментального стенда

Разработанный стенд состоит из следующих устройств:

- генератора, широтно-импульсного модулятора, согласующего устройства, предназначенных для питания УЗКС;
- ультразвуковой колебательной системы, осуществляющей преобразование энергии электрических колебаний в энергию механических колебаний;
- видеорегистратора, предназначенного для видеосъемки процесса диспергирования с целью определения высоты факела диспергирования;
- устройства управления и измерения, предназначенного для сбора текущих значений электрических параметров ультразвуковой колебательной системы и обеспечения синхронизации с видеорегистратором;
- электрических датчиков для измерения электрических параметров колебательных систем, являющихся аналогами механических параметров колебательной системы.

В качестве диспергируемых жидкостей были использованы дистиллированная вода, этанол 96%, трансформаторное масло, оливковое масло. Усредненные результаты, полученные в ходе экспериментальных исследований, приведены на рисунке 7.



1 – теоретическая зависимость; 2 – экспериментальная зависимость
а – вода; б – этанол 96%; в – трансформаторное масло; г – оливковое масло
Рисунок 7 – Зависимости эффективности диспергирования от толщины слоя жидкости

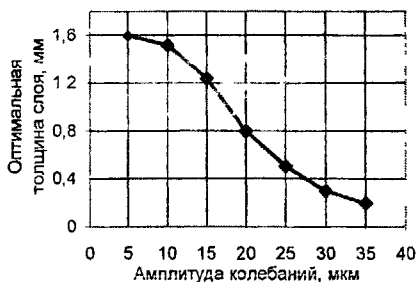
Путем сравнения полученных экспериментальных значений оптимальной толщины слоя и значений, вычисленных на основе предложенной модели, была проведена проверка адекватности предложенной модели. Проверка проводилась на основе критерия Фишера:

$$F_3 = \frac{\max(S_{\omega}^2, S_y^2)}{\min(S_{\omega}^2, S_y^2)} \quad (14)$$

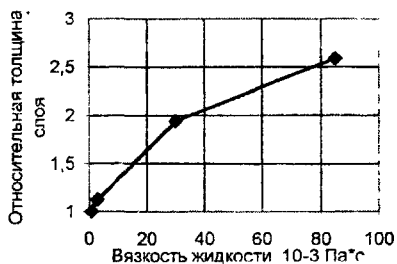
Были получены следующие результаты: дисперсия адекватности – $S_{\omega}^2 = 0,0112372$; дисперсия воспроизводимости – $S_y^2 = 0,007335$; степени свободы $f_1=35$, $f_2=36$; критерий Фишера $F_3=1,53199$.

Для определения адекватности модели необходимо, чтобы полученное значение критерия Фишера F_3 было не более табличного $F_{таб,1}$. Значение критерия Фишера $F_{таб,1}$ при уровне значимости 0,05 находится в пределах $1,8 \leq F_{таб,1} \leq 2,5$ ($F_{таб,1}(24,30) = 2,5$) и $F_{таб,1}(\infty,40) = 1,8$). Из сравнения полученного значения F_3 и $F_{таб,1}$ следует, что результаты серии экспериментов и результаты, полученные при помощи математической модели, адекватны.

На основе полученных данных была установлена зависимость оптимальной толщины слоя жидкости от амплитуды колебаний (рисунок 8,а). Также было определено относительное увеличение оптимальной толщины слоя жидкости в зависимости от вязкости (рисунок 8,б)



а)



б)

а – для различной амплитуды; б – для различной вязкости

Рисунок 8 – Значения оптимальной толщины слоя

Описанные в третьей главе экспериментальные исследования позволили установить следующее:

- кавитация является неотъемлемым фактором, сопутствующим ультразвуковому диспергированию жидкости; степень кавитационной эрозии поверхности излучателя прямо пропорциональна производительности диспергирования;

- визуально установлено, что диспергирование жидкости происходит только в областях поверхности рабочего инструмента, покрытых

кавитационными пузырьками, что позволяет говорить о кавитационной природе диспергирования жидкостей;

– экспериментально установлена адекватность предложенной во второй главе модели кавитационного диспергирования жидкости;

– подтверждена возможность экспериментального определения основных параметров жидкости, влияющих на процесс диспергирования, путем измерения параметров ультразвуковой колебательной системы;

– экспериментально определены зависимости оптимальной толщины слоя от амплитуды ультразвуковых колебаний и вязкости жидкости.

Четвертая глава посвящена разработке способа управления процессом ультразвукового диспергирования. созданию отдельных узлов, необходимых для его реализации, и созданию ультразвуковых аппаратов для практической реализации предложенного способа в реальных технологических процессах.

В первой части главы описывается разработанный способ управления процессом ультразвукового диспергирования, позволяющий по автоматически определяемой на электрической стороне колебательной системы вязкости жидкости, с учетом требуемой производительности диспергирования, устанавливать оптимальные значения амплитуды колебаний излучающей поверхности ультразвуковой колебательной системы и значение оптимальной толщины слоя жидкости.

Вторая часть главы посвящена разработке структурной схемы ультразвукового аппарата для диспергирования жидкостей, реализующего предложенный способ. Для практической реализации предложенного способа в этой же части главы описываются разработанные узлы: контроля амплитуды механических колебаний излучающей поверхности ультразвуковой колебательной системы, резонансной частоты колебательной системы (для контроля толщины слоя жидкости), напряжения, прикладываемого к колебательной системе (для измерения вязкости жидкости).

Так же в этой части главы рассмотрены вопросы, касающиеся разработки специализированных ультразвуковых колебательных систем, предназначенных для диспергирования жидкостей. Приведены практические конструкции полуволновых колебательных систем на основе пьезоэлектрического преобразователя с резонансной частотой 22 кГц и 44кГц, конструкции сменных рабочих инструментов, предназначенных для создания факелов диспергирования жидкости различной формы и имеющих увеличенную площадь излучающей поверхности для обеспечения повышения производительности диспергирования.

В третьей части главы приводятся результаты практического применения созданных ультразвуковых аппаратов для диспергирования жидкостей, реализующих разработанный способ управления процессом ультразвукового диспергирования жидкости в слое.

Эффективность применения разработанного оборудования оценивалась применительно к трем технологическим процессам: нанесение фоточувствительного слоя (фоторезиста) на поверхность кремниевой

пластины, химико-механическому полированию полупроводниковых пластин, процессу конвективной сушки жидких растительных экстрактов.

Показано, что нанесение на поверхность пластины слоя фоторезиста осуществляется при помощи ротационного способа, который заключается в обеспечении в центре полупроводниковой пластины слоя фоторезиста с объемом, превосходящим необходимый для покрытия пластины. Затем осуществляется вращение пластины с частотой не менее 7500 – 1000 оборотов в минуту. При этом под действием центробежных сил осуществляется равномерное распределение фоторезиста по поверхности пластины. Однако при этом происходит потеря до 85% первоначального объема фоторезиста, что является основной проблемой технологии.

В результате испытаний разработанного оборудования было установлено, что:

- применение ультразвукового диспергирования для покрытия поверхности полупроводниковой пластины фоторезистом позволяет снизить потери фоторезиста на 70 – 73% по сравнению с ротационным способом;

- применение разработанного способа для управления процессом диспергирования позволяет добиться качества покрытия поверхности, неуступающего ротационному способу, что делает возможным промышленное применение ультразвукового способа нанесения фоторезиста.

Еще одним основным процессом, осуществляемым при производстве полупроводников, является *химико-механическое полирование* (CMP), применяющееся для улучшения качества формируемой структуры при нанесении нескольких слоев металла (соединителей активных элементов кристалла) на кремниевую подложку. Показано, что существующая технология CMP имеет следующие недостатки: не позволяет реализовать все возможности CMP технологии из-за неравномерного распределения полировальной жидкости по поверхности полирующего круга, имеет высокие непроизводительные потери полировальной жидкости, вызванные несовершенством системы ее подачи, и имеет увеличенное потребление расходных материалов, вызванное избыточным покрытием полировальной жидкостью поверхности полирующего круга.

Показано, что применение разработанного оборудования для диспергирования жидкостей позволило:

- снизить расход дорогостоящих полировальных материалов, благодаря созданию на полирующем круге равномерного слоя полировальной жидкости строго определенной толщины;

- обеспечить равномерное распределение частиц абразивного вещества в слое полировальной жидкости.

Использование ультразвукового диспергирования в системе подачи жидкости в оборудовании для CMP процесса обеспечило выполнение основного условия эффективности химико-механического полирования, а именно, обеспечение равномерной подачи полирующей жидкости на полировальный круг, т.е. позволило гарантировать достаточность полировального материала в каждой точке поверхности полирующего круга.

Применение разработанного способа для управления процессом

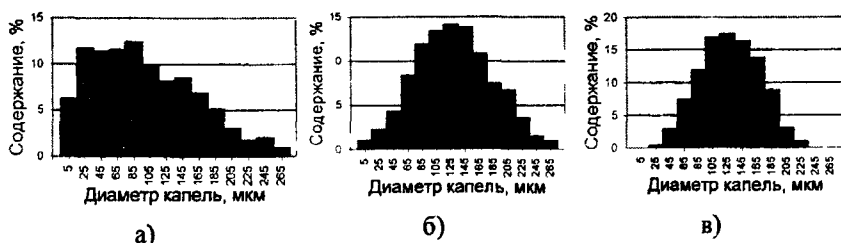
диспергирования в случае химико-механического полирования позволяет реализовывать быструю смену полировальной жидкости без необходимости перенастройки оборудования. Кроме этого, достигнутое при помощи практической реализации способа уменьшение дисперсности получаемого аэрозоля позволило обеспечить повышение качества полупроводниковых пластин на 15...20%.

Конвективная сушка жидкого растительного экстракта применяется на заключительной стадии его производства для получения сухого остатка. Практическая реализация процесса сушки осуществляется в специальных технологических сушильных установках, где высушиваемый экстракт диспергируется в верхней части сушильной камеры при помощи гидравлической или пневматической форсунки (в рассматриваемом случае – пневматической).

Показано, что основным недостатком распылительной сушки является высокий процент потерь дорогостоящего экстракта, связанный с высокой неоднородностью диаметров капель в факеле диспергирования, приводящей к большому разбросу размеров получаемых гранул, наиболее мелкие из которых уносятся с потоком сушильного агента. Потери достигают до 30% от массы сухого продукта.

Для устранения указанного недостатка был разработан специализированный ультразвуковой аппарат для диспергирования жидкости с производительностью диспергирования 10 л/час, работающий на частоте 22 кГц.

Для определения дисперсности распыла, образующегося при использовании разработанного оборудования, и сравнения его с распылом, получающимся при пневматическом диспергировании, представлены результаты ряда экспериментов, заключавшихся в диспергировании растительного экстракта с производительностью 3 мл/с и измерении диаметров образующихся капель методом их улавливания иммерсионной средой (рисунок 9).



а – пневматическое диспергирование; б – ультразвуковое с ручным управлением; в – ультразвуковое с автоматическим управлением процессом диспергирования

Рисунок 9 – Гистограмма распределения капель

В заключении четвертой главы показано, что применение ультразвукового диспергирования значительно снижает дисперсию капель диспергируемого экстракта по сравнению с пневматическим

диспергированием. Для пневматического распыления среднеарифметический диаметр $D = 110$ мкм, среднеквадратическое отклонение $G = 63$ мкм; для УЗ с ручным управлением $D = 130$ мкм, $G = 53$ мкм; для УЗ с автоматическим управлением $D = 127$ мкм, $G = 40$ мкм.

Полученные в четвертой главе результаты подтвердили функциональность созданного оборудования и эффективность разработанного способа управления процессом ультразвукового диспергирования.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ РАБОТЫ

В результате выполнения работы усовершенствован процесс ультразвукового диспергирования жидкостей за счет определения оптимальных режимов ультразвукового воздействия путем исследования явлений, происходящих в жидкости при ее ультразвуковом диспергировании, и изучения влияния свойств жидкости на эффективность ультразвуковых аппаратов. При достижении поставленной цели были решены следующие частные задачи:

– показана возможность повышения эффективности ультразвукового диспергирования жидкостей за счет выявления, установления и автоматического поддержания оптимального режима ультразвукового воздействия; определены свойства жидкостей, оказывающие наибольшее влияние на процесс диспергирования, и требующие учета их влияния;

– разработана теоретическая модель, поэтапно описывающая процесс преобразования ультразвуковой энергии от момента ее излучения в слой диспергируемой жидкости до момента ее затрачивания на образования капиллярных волн на поверхности жидкости, и позволившая определить оптимальную толщину слоя диспергируемой жидкости в зависимости от свойств этой жидкости и амплитуды колебаний ультразвукового преобразователя;

– на основании анализа разработанной модели выявлены причины, ограничивающие эффективность процесса ультразвукового диспергирования, которыми являются вязкость и толщина слоя диспергируемой жидкости. Установлено, что взаимодействие уларной волны, образующейся при захлопывании кавитационного пузырька, с поверхностью слоя жидкости является достаточным для возбуждения на поверхности капиллярной волны и образования капель жидкости;

– для установления кавитационной природы диспергирования жидкостей проведены экспериментальные исследования, позволившие установить связь кавитационного процесса в слое жидкости с диспергированием жидкости, причем степень развитости кавитации прямо пропорциональна производительности диспергирования. В результате исследований установлено, что предложенная модель позволяет определять оптимальные режимы ультразвукового диспергирования;

– предложен способ автоматического управления процессом ультразвукового диспергирования, положенный в основу концепции

ультразвукового аппарата; созданы узлы ультразвукового аппарата, необходимые для его практической реализации;

– при осуществлении технологических процессов изготовления полупроводниковых схем в стадии нанесения фоточувствительного слоя на поверхность кремниевой пластины и в стадии химико-механического полирования пластины показана эффективность оптимизации ультразвукового диспергирования по предложенному способу. На примере снижения потерь сухого продукта при распылительной сушке растительного экстракта показана эффективность применения оптимизации ультразвукового диспергирования в традиционных областях химической технологии.

УСЛОВНЫЕ ОБОЗНАЧЕНИЯ

$A_{кан}$ – амплитуда капиллярных волн, м; A, B – постоянные коэффициенты; B' – постоянная равная $3000 \cdot 10^5$ Па; c – скорость звука в жидкости, м/с; c_0 – скорость звука в некавитирующей среде, м/с; $C_{узкс}$ – скорость звука в материале ультразвуковой колебательной системы, м/с; F_3 – критерий Фишера; $F_{табл}$ – критерий Фишера; f – частота ультразвуковых колебаний, Гц; f_1, f_2 – число степеней свободы; h – толщина слоя жидкости, м; k – волновое число, m^{-1} ; l – длина ультразвуковой колебательной системы, м; P_m – давление во фронте ударной волны, м; P – амплитуда звукового давления, Па; $P(x)$ – звуковое давление, Па; P_{II} – давление насыщенного пара, Па; P_0 – гидростатическое давление, Па; P_1 – максимальное давление, при захлопывании кавитационного пузырька, Па; R – текущий радиус пузырька, м; R_0 – радиус кавитационного зародыша, м; R_{max} – максимальный радиус, которого достигает кавитационный пузырек в стадии расширения, м; R_{min} – минимальный радиус кавитационного пузырька при захлопывании, м; R_k – сопротивление механических потерь колебательной системы, МехОм; $S_{ад}^2$ – дисперсия адекватности, m^2 ; S_y^2 – дисперсия воспроизводимости, m^2 ; $S_{узкс}$ – площадь сечения колебательной системы, m^2 ; $S_{изл}$ – площадь излучения, m^2 ; t – время, с; U – скорость движения стенки кавитационного пузырька, м/с; x – координата перемещения, м; β – коэффициент поглощения обусловленный вязкостью жидкости, m^{-1} ; γ_p – комплексная постоянная распространения волны, m^{-1} ; γ – показатель политропы; γ' – показатель адиабаты; η – коэффициент динамической вязкости, Па с; λ_K – длина капиллярной волны, м; θ – время расширения кавитационного пузырька, с; ρ – плотность жидкости, kg/m^3 ; $\rho_{узкс}$ – плотность материала ультразвуковой колебательной системы, kg/m^3 ; σ – коэффициент поверхностного натяжения жидкости, Н/м; v – колебательная скорость, м/с; v_0 – амплитуда колебательной скорости, м/с; ω – угловая частота, рад/с; ξ – смещение, м; $\xi(x)$ – амплитуда смещения, м.

ОПУБЛИКОВАННЫЕ РАБОТЫ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. **Хмелев В. Н.** Измерение параметров технологических сред, подвергаемых воздействию ультразвуковых колебаний высокой интенсивности / В. Н. Хмелев, А. Н. Князев, Р.В. Барсуков, А.В. Шалунов. // Межвузовский сборник «Измерения, автоматизация и моделирование в промышленных и научных исследованиях» – Бийск: АлтГТУ, 2001. – С. 262-267.

2. **Хмелев В. Н.** Способ повышения качества работы систем ФАПЧ электронных ультразвуковых технологических аппаратов / В. Н. Хмелев, Р.В. Барсуков, А. В. Шалунов, А. Н. Сливин, И. И. Савин // Межвузовский сборник «Измерения, автоматизация и моделирование в промышленных и научных исследованиях». – Бийск: АлтГТУ, 2002. – С. 178-184

3. **Хмелев В. Н.** Исследование влияния кавигирующих сред на работу электронного генератора ультразвуковых аппаратов / В. Н. Хмелев, Р.В. Барсуков, А. В. Шалунов, А. Н. Сливин. // Межвузовский сборник «Измерения, автоматизация и моделирование в промышленных и научных исследованиях». – Бийск: АлтГТУ, 2003. – С. 216-226.

4. **Леонов Г. В.** Развитие научных основ повышения эффективности ультразвуковых технологий, разработка и организация производства ультразвуковых аппаратов для удовлетворения потребностей производств, медицинских учреждений и сельского хозяйства / Г. В. Леонов, В. Н. Хмелев, Р. В. Барсуков, С. Н. Цыганок, А. Н. Сливин, А. В. Шалунов // Альманах «Бийский вестник» – Барнаул: АлтГТУ, 2004 – №4 – С. 49-62.

5. Способ управления процессом ультразвуковой липосакции: пат. 2240073 Российской Федерации: МПК⁶ А61В18/00 / В.Н. Хмелев, Р. В. Барсуков, С. Н. Цыганок, А. Н. Сливин, А. В. Шалунов; заявитель и патентообладатель ГОУ ВПО «Алтайский государственный технический университет им. И.И. Ползунова»

6. **Хмелев В. Н.** Управление работой электронного генератора при ультразвуковом воздействии на кавитирующие технологические среды / В. Н. Хмелев, Р. В. Барсуков, А. В. Шалунов // Известия Тульского государственного университета. Серия «Технологическая системотехника». Вып. 2 - Тула: ТулГУ, 2004. – С. 32-40

7. **Хмелев В. Н.** Ультразвуковой распылитель вязких жидкостей / В. Н. Хмелев, А. В. Шалунов. // Сборник научных трудов «Современные проблемы радиозлектроники». – Красноярск: ИПЦ КГТУ, 2005. – С. 426-429.

8. **Хмелев В. Н.** Ультразвуковое диспергирование вязких жидкостей / В. Н. Хмелев, А. В. Шалунов. // Тезисы докладов Всероссийской конференции с участием зарубежных ученых «Задачи со свободными границами: теория, эксперимент и приложения» – Новосибирск: Институт гидродинамики им. М.А. Лаврентьева СО РАН, 2005. – С. 71-72.

9. **Khmelev V. N.** The Ultrasonic Sputtering of Liquid / V.N. Khmelev, A.V. Shalunov, R.V. Barsukov, S.N. Tchyganok, A. N. Slivin, E. V. Chipurin // Siberian Russian Student Workshops and Tutorials on Electron Devices and Materials EDM'2005: Workshop Proceedings. – Novosibirsk: NSTU, 2005. – P. 117-130.

10. Хмелев В. Н. Применение ультразвукового распыления в процессе производства полупроводниковых приборов / В. Н. Хмелев, А. В. Шалунов, Р. В. Барсуков, А. Н. Сливин, С. Н. Цыганок. // Межвузовский сборник «Измерения, автоматизация и моделирование в промышленных и научных исследованиях». – Бийск: АлтГТУ, 2005. – С. 224-229.

11. Хмелев В. Н. Применение ультразвукового распыления в процессе производства полупроводниковых приборов / В.Н. Хмелев, И.И Савин // Электронный журнал «Техническая акустика», 2005 год. – <http://www.ejta.org/ejta/rus/abstracts2005rus/khmelev3rus.shtml>

12. Хмелев В. Н. Ультразвуковой распылитель для химико-механического полирования полупроводниковых пластин / В. Н. Хмелев, А. В. Шалунов, Р. В. Барсуков, А. Н. Сливин, С. Н. Цыганок. // Высокие технологии, фундаментальные и прикладные исследования, образование. Сборник трудов. Санкт-Петербургский государственный политехнический университет: СПб, 2006. – Т. 5. – С. 231-233.

13. Хмелев В. Н. Ультразвуковой распылитель для химико-механического полирования / В. Н. Хмелев, А. В. Шалунов // Сборник научных трудов «Современные проблемы радиоэлектроники». – Москва: Радио и связь, 2006. – С. 186–189.

Подписано в печать 13.05.2006 г. Печать – ризография. Заказ 2006–45

Объем 1,44 п.л. Тираж 100 экз.

Отпечатано в ИВЦ БТИ АлтГТУ им. И.И. Ползунова
659305, г. Бийск, ул. Трофимова, 27

2006A

11344

№ 1 1 3 4 4