Hochpräzise ultraschallbasierte Reinheitsanalyse von Fluiden mittels Resonanzsprungverfahren

High-precision ultrasonic-based purity analysis of fluids using the resonance jump method

Zur Erlangung des akademischen Grades Doktor-Ingenieur (Dr.-Ing.)

Genehmigte Dissertation von M. Eng. Lukas Franz Mennicke aus Schweinfurt

Tag der Einreichung: 28.06.2022, Tag der Prüfung: 06.10.2022

1. Gutachten: Prof. Dr.-Ing. Klaus Hofmann
2. Gutachten: Prof. Dr.-Ing. Hoc Khiem Trieu

Darmstadt 2022, Technische Universität Darmstadt

TECHNISCHE UNIVERSITÄT DARMSTADT

Fachbereich Elektrotechnik und Informationstechnik

Integrierte Elektronische Systeme

Hochpräzise ultraschallbasierte Reinheitsanalyse von Fluiden mittels Resonanzsprungverfahren
High-precision ultrasonic-based purity analysis of fluids using the resonance jump method

Genehmigte Dissertation von M. Eng. Lukas Franz Mennicke

Tag der Einreichung: 28.06.2022
Tag der Prüfung: 06.10.2022

Darmstadt 2022, Technische Universität Darmstadt

Bitte zitieren Sie dieses Dokument als:
URN: urn:nbn:de:tuda-tuprints-229481
URL: http://tuprints.ulb.tu-darmstadt.de/22948
Jahr der Veröffentlichung auf TUprints: 2022

Dieses Dokument wird bereitgestellt von tuprints,
E-Publishing-Service der TU Darmstadt
http://tuprints.ulb.tu-darmstadt.de
tuprints@ulb.tu-darmstadt.de

Die Veröffentlichung steht unter folgender Creative Commons Lizenz:
Namensnennung – Nicht kommerziell – Keine Bearbeitungen 4.0 International
https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/

Erklärungen laut Promotionsordnung

§ 8 Abs. 1 lit. c PromO

Ich versichere hiermit, dass die elektronische Version meiner Dissertation mit der schriftlichen Version übereinstimmt.

§ 8 Abs. 1 lit. d PromO

Ich versichere hiermit, dass zu einem vorherigen Zeitpunkt noch keine Promotion versucht wurde. In diesem Fall sind nähere Angaben über Zeitpunkt, Hochschule, Dissertationsthema und Ergebnis dieses Versuchs mitzuteilen.

§ 9 Abs. 1 PromO

Ich versichere hiermit, dass die vorliegende Dissertation selbstständig und nur unter Verwendung der angegebenen Quellen verfasst wurde.

§ 9 Abs. 2 PromO

Die Arbeit hat bisher noch nicht zu Prüfungszwecken gedient.

Darmstadt, 28.06.2022

Mennicke

Kurzfassung

In dieser Arbeit wird ein neuartiges, hochpräzises Messsystem zur ultraschallbasierten Analyse von Fluiden vorgestellt, das die Reinheit des Fluids quasi in Echtzeit kostengünstig und kompakt während des Medienflusses in der Rohrleitung überwachen kann. Hierzu werden die drei Messgrößen Temperatur, Druck und Schallgeschwindigkeit zur Charakterisierung herangezogen. Für eine schnelle und präzise Temperaturbestimmung des Fluids wurde ein geometrisch optimierter Platin-Temperatursensor entwickelt und kalibriert. Die mit Abstand größte Herausforderung stellt die Schallgeschwindigkeitsanalyse auf einer sehr kurzen Messstrecke von nur ca. $50\,\mathrm{mm}$ im Fluidistor dar. Der Fluidistor ist eine Struktur, die den Fluidstrom in einem Seitenkanal in eine strömungsabhängige Schwingung umwandelt. Dies ermöglicht die hier erstmalig vorgestellte ultraschallbasierte Schallgeschwindigkeitsanalyse, bei der vorteilhaft nicht abwechselnd mit und gegen den Fluidstrom geschallt werden muss.
Zunächst beschäftigt sich die Arbeit mit der Einbringung der verschiedenen Sensoren. Hierfür wurde der Fluidistor durch seine sinusförmige Schwingung im Ausgleichsrohr ausgewählt. Damit kann für die Messung immer in eine Richtung geschallt werden, so dass keine Messfehler durch eine Konzentrationsänderung während der Messung entstehen können. Für die Messtechnische Anwendung ist lediglich ein Ultraschallsender und ein Ultraschallempfänger nötig. Anschließend wird die Laufzeitanalyse näher beleuchtet. Hierfür wurde die Phasendifferenzmessung ausgewählt, da diese hervorragend präzise vermessen werden kann, ohne dass teure elektronische Komponenten notwendig sind. Um die Mehrdeutigkeiten eliminieren zu können und damit eine hochpräzise absolute Messung durchführen zu können, wurde die Phasendifferenzmessung mit dem Resonanzsprungverfahren erweitert. Dabei wurde genauer beleuchtet, wie diese Mehrdeutigkeiten zustande kommen und mathematisch beschrieben werden können. Das Resonanzsprungverfahren nutzt dabei die oftmals nachteilige Trägheit des piezoelektrischen Ultraschallwandlers technisch aus um eine sehr einfach umsetzbare Modulation zu ermöglichen. Damit ist die gesamte Laufzeit und damit Schallgeschwindigkeitsmessung auf keinen teuren Analog zu Digital Wandler (ADC) angewiesen. Zusätzlich wird das Problem der Reflexionen beim dauerhaften Senden von Schall adressiert und mit Hilfe von 3D-Druck Aufsätzen für die hier vorgestellte Anwendung gelöst. Nachdem die Laufzeitanalyse hinreichend genau beleuchtet wurde und sich mit einem Messaufbau deren Funktion replizieren und überprüfen lässt, wurde im nächsten Teil die Temperaturmessung behandelt. Hierfür wurde der genaue Aufbau und die Funktionsweise des neu entwickelten Temperatursensors vorgestellt und eine entsprechende Messschaltung gezeigt. Zur Auswertung aller Sensordaten und der entsprechenden notwendigen mathematischen Algorithmen wurde ein Field Programmable Gate Array (FPGA) verwendet. Die wichtigsten Algorithmen, wie der Medianfilter für „modulo behaftete“ Systeme, oder die Laufzeitberechnung mittels Kreuzkorrelation werden genau beschrieben und erläutert. Abschließend wird der Messaufbau des Gasanalysesystems zur Evaluierung und Verifikation des gesamten Messsystems vorgestellt. Hierfür werden zuerst die theoretischen Unsicherheiten für das Messsystem beleuchtet und anschließend messtechnisch überprüft. Auf dem Gasmessstand werden diverse Messungen mit Helium, Stockstoff, Luft und Argon durchgeführt, welche im Kapitel Messergebnisse genau analysiert werden. Hier konnte gezeigt werden, dass bereits geringste Verunreinigungen von $0.1\,\%$ Argon in Stickstoff mit einer Änderung von lediglich $0.05\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$ detektiert werden können. Es können zudem auch sehr dynamische Änderungen gemessen werden, z.B. die Änderung vom Medium Stickstoff hin zu Helium mit einer Schallgeschwindigkeitsänderung von ca. $650\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$.
Die Arbeit beschreibt präzise den Aufbau und die Funktionsweise des Messsystems und deren einzelne Bestandteile. Mit Hilfe eines Gasmessstands und hochgenauen Messungen wird das neu entwickelte Messsystem evaluiert und mit bereits bestehenden Systemen verglichen, sowie diskutiert.

Abstract

In this paper, a novel, high-precision measurement system for ultrasound-based analysis of fluids is presented, which can monitor the purity of the fluid almost in real time in a cost-effective and compact manner during the media flow in the pipeline. For this purpose, the three measured variables temperature, pressure and sonic velocity are used for characterization. A geometrically optimized platinum temperature sensor was developed and calibrated for fast and precise temperature determination of the fluid. By far the greatest challenge is the sound velocity analysis on a very short measuring distance of only approx. 50 mm in the fluidistor. The fluidistor is a structure that converts the fluid flow in a side channel into a flow-dependent oscillation. This enables the ultrasound-based sound velocity analysis presented here for the first time, in which, advantageously, it is not necessary to alternate sounding with and against the fluid flow.
First, the work deals with the insertion of the various sensors. For this the fluidistor was selected by its sinusoidal oscillation in the compensation tube. This means that sound can always be emitted in one direction for the measurement, so that no measurement errors can occur due to a change in concentration during the measurement. For the measurement application, only an ultrasonic transmitter and an ultrasonic receiver are required. Subsequently, the time-of-flight analysis is examined in more detail. Phase difference measurement was selected for this purpose because it can be measured with excellent precision without the need for expensive electronic components. In order to be able to eliminate the ambiguities and thus perform a highly precise absolute measurement, the phase difference measurement was extended with the resonance jump method. In doing so, it was examined in more detail how these ambiguities come about and how they can be described mathematically. The resonance jump method makes technical use of the often disadvantageous inertia of the piezoelectric ultrasonic transducer to enable a very simple modulation that can be implemented. This means that the entire runtime and thus sound velocity measurement does not rely on an expensive analog to digital converter (ADC). In addition, the problem of reflections during the permanent transmission of sound is addressed and solved with the help of 3D printing attachments for the application presented here. After the time-of-flight analysis was illuminated in sufficient detail and its function can be replicated and verified with a measurement setup, the temperature measurement was dealt with in the next part. For this purpose, the exact design and operation of the newly developed temperature sensor was presented and a corresponding measurement circuit was shown. A Field Programmable Gate Array (FPGA) was used to evaluate all sensor data and the corresponding necessary mathematical algorithms. The most important algorithms, like the median filter for „modulo afflicted“ system, or the runtime calculation using cross correlation are described and explained in detail. Finally, the measurement setup of the gas analysis system is presented for evaluation and verification of the entire measurement system. For this purpose, the theoretical uncertainties for the measurement system are first highlighted and then verified by measurement. Various measurements with helium, nitrogen, air and argon are carried out on the gas measuring stand, which are analyzed in detail in the chapter on measurement results. It was shown here that even the slightest impurities of $0.1\,\%$ argon in nitrogen can be detected with a change of only $0.05\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$. It is also possible to measure very dynamic changes, e.g., the change from the medium nitrogen to helium with a sound velocity change of approx. $650\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$.
The paper describes precisely the design and operation of the measurement system and its individual components. With the help of a gas measuring stand and high-precision measurements, the newly developed measuring system is evaluated and compared with already existing systems, as well as discussed.

Liste der eigenen Veröffentlichungen

Konferenzveröffentlichungen

Mennicke, Lukas; Großkurth, Dominik; Hofmann, Klaus (2022): Beschreibung und Kalibrierung eines neuartigen Platinsensors für die hochdynamische Gastemperaturanalyse. Elektronische Baugruppen und Leiterplatten, Fellbach, Germany, 14.-15.06.2022

Großkurth, Dominik; Mennicke, Lukas; Hofmann, Klaus (2022): Flexible sensor electronic for conditional monitoring of timing belts. Elektronische Baugruppen und Leiterplatten, Fellbach, Germany, 14.-15.06.2022

Mennicke, Lukas; Hofmann, Klaus (2021): Dealing with Clock Domain Crossing in Multiphase Clock Time-to-Digital Converters using Multiplexer Synchronizers. MikroSystemTechnik Kongress 2021, Ludwigsburg, Germany, 08.-10.11.2021

Mennicke, Lukas; Hofmann, Klaus (2021): Pulse Oximetry - Teaching basic Electronic Sensor Signal Processing in a Medical Context. In: FIE 2021 - Proceedings, Frontiers in Education Conference 2021, Lincoln, USA, 13.-16.10.2021

Mennicke, Lukas; Hofmann, Klaus (2020): Digitally Programmable low-noise Experimenter's Platform for 300 kHz Ultrasonic Transducers. VDE, 17th ITG/GMM - Fachtagung Analog, virtual Conference, 28.-30.09.2020, ISBN 9783800753352

Mennicke, Lukas; Endres, Heinz (2016): Communication between digital circuits in SoCs – a new master lecture. S. 46-49, Subotica, Serbia, XXXIV. Int. Conference Science in Practice, Subotica, Serbia, 12/2016, ISBN 978-86-918815-1-1

Patente (angemeldet)

Mennicke, Lukas; Strohmann, Frank; Hofmann, Klaus (2022): Resonanzsprungverfahren. EEAB10001DE

Strohmann, Frank; Mennicke, Lukas; Hofmann, Klaus; Keil, Ferdinand (2022): Untersuchung der Zusammensetzung eines Fluidgemischs mittels Ultraschall in einem Fluidstor. EEAB10002DE

Strohmann, Frank; Mennicke, Lukas; Keil, Ferdinand; Hofmann, Klaus (2022): Bestimmen einer Durchflussmenge eines Fluids mittels Ultraschall im Fluidstor. EEAB10003DE

Strohmann, Frank; Mennicke, Lukas; Hofmann, Klaus (2022): Aufbau einer Messkammer und eines Kammergehäuses eines Fluidistors. EEAB10005DE

Liste der betreuten studentischen Arbeiten

D. Krause, „Optimization of an analog module for a flexible and easy to use sensor platform for rotating systems“, Masterseminar, TU Darmstadt, 2022

M. Hulboj, „Entwicklung und Implementierung einer 4bit SD-Mode Speichererweiterung für FPGAs mit Dateisystem“, Masterarbeit, TU Darmstadt, 2022

J. Hiller, „Evaluierung und Entwicklung einer auf Pulsoxymetrie basierenden Blutdruckmessung“, Bachelorarbeit, TU Darmstadt, 2022

M. Herold, „Entwicklung und Implementierung eines Algorithmus zur Identifizierung von einzelnen Sinuswellen eines sinusförmig amplitudengefalteten Signals“, Masterarbeit, TU Darmstadt, 2022

M. Herold, „Restklassenringe und zirkuläre Statistik“, Masterseminar, TU Darmstadt, 2021

G. Repovs, „Entwicklung und Implementation einer SD Card Schnittstelle für FPGAs“, Bachelorarbeit, TU Darmstadt, 2021

N. Dahm, „Entwicklung und Implementation einer High-Speed Timer Architektur für FPGAs“, Bachelorarbeit, TU Darmstadt, 2021

N. Eren, „Entwicklung und Implementation einer Ethernet Schnittstelle mit Hilfe des LAN8720 ETH Board für FPGAs ohne Ethernet-PHY“, Bachelorarbeit, TU Darmstadt, 2021

N. Dahm, „Digitale Zeitmessung mit einem FPGA“, Proseminar, TU Darmstadt, 2020

S. Kleemann, „Entwicklung und Implementation einer effizienten / hochparallelisierten Kreuzkorrelation“, Projektseminar, TU Darmstadt, 2020

L. Kamp, „Implementierung einer effizienten Datenübertragung zwischen FPGA und PC“, Masterarbeit, TU Darmstadt, 2018

Inhaltsverzeichnis

Kurzfassung v

Abstract vii

Liste der eigenen Veröffentlichungen ix

Liste der betreuten studentischen Arbeiten xi

1 Einleitung 1
1.1 Motivation . . . 1
1.2 Ziel der Arbeit . . . 1
1.3 Erkenntnisse und Beiträge zur Wissenschaft . . . 2
1.4 Gliederung der Arbeit . . . 2

2 Stand der Wissenschaft und Technik 3
2.1 Messverfahren zur Reinheitsanalyse . . . 3
2.1.1 Dichtemessverfahren . . . 3
2.1.2 Schallgeschwindigkeit . . . 3
2.1.3 Spektroskopie . . . 3
2.2 Thermodynamische Theorie der Reinheitsanalyse mittels Schallgeschwindigkeit . . . 4
2.2.1 Herleitung der Schallgeschwindigkeitsabhängigkeiten . . . 4
2.2.2 Schallgeschwindigkeit bei zusammengesetzten Gasen . . . 5
2.2.3 Validierung der thermodynamischen Theorie mit Messreihen . . . 7
2.2.4 Zusammenfassung der thermodynamischen Reinheitsanalyse . . . 8
2.3 Akustische Grundlagen . . . 8
2.3.1 Dämpfung . . . 9
2.3.2 Reflexion . . . 9
2.3.3 Mitführeffekt . . . 10
2.4 Durchflussmessung . . . 10
2.4.1 Differenzdruckmesser . . . 10
2.4.2 Wirbeldurchflussmesser . . . 11
2.4.3 Ultraschalldurchflussmesser . . . 11
2.5 Laufzeitmessverfahren . . . 12
2.6 Einführung zu Ultraschallwandlern . . . 13
2.6.1 Aufbau und Funktionsweise des piezoelektrische Ultraschallwandler . . . 13
2.6.2 Aufbau und Funktionsweise des CMUTs . . . 15
2.6.3 Aufbau und Funktionsweise des PMUTs . . . 16
2.7 Butterworth van Dyke Modell . . . 16
2.8 Akustische Apertur . . . 18
2.9 Fluidistor . . . 18
2.9.1 Funktionsweise und Aufbau . . . 19
2.10 Einführung zur Berechnung von Unsicherheiten bei Messungen . . . 19

2.11 Bereits bestehende Fluid-Analysemethoden . . . 20
2.11.1 Endress und Hauser Produkte . . . 20
2.11.2 Qualitätsüberwachung von Wasserstoff mittels Spektroskopie . . . 21
2.11.3 CERN binäre Gasanalyse . . . 22
2.11.4 Konzentrationsanalysegeräte von Anton Paar . . . 22

3 Aufbau und Methodik des Messsystems 24
3.1 Ultraschallsensoreinbringung im Fluidistor . . . 24
3.2 Ultraschalllaufzeit . . . 25
3.2.1 Relative Laufzeitmessung mittels Phasenverschiebung . . . 25
3.2.2 Resonanzsprungverfahren . . . 28
3.2.3 Kombination der Phasenverschiebung und des Resonanzsprungverfahrens zur Laufzeitbestimmung im Fluidistor . . . 35
3.2.4 Ultraschallsensoren . . . 38
3.2.5 Ansteuerung/Platine . . . 39
3.2.6 Messunsicherheit . . . 40
3.2.7 Messaufbau . . . 40
3.2.8 Ultraschallreflexionen . . . 41
3.3 Temperatur . . . 43
3.3.1 Prinzip . . . 43
3.3.2 Kalibrierung des neuen Sensors . . . 44
3.3.3 Messschaltung auf der Platine . . . 46
3.3.4 Messunsicherheit . . . 47
3.4 Druck . . . 48
3.5 Auswertung der Sensordaten mittels FPGA . . . 48
3.5.1 Signal-Generierung . . . 49
3.5.2 Phasendifferenzmessung . . . 49
3.5.3 Medianfilter des „Modulo behafteten“ Systems . . . 50
3.5.4 Laufzeitberechnung . . . 52
3.5.5 Debug & HyperRAM . . . 55
3.5.6 FPGA Ressourcenverbrauch des gesamten Aufbaus . . . 55
3.6 Messaufbau Gasanalysesystem . . . 56
3.6.1 Vorstellung Messaufbau . . . 56
3.6.2 Messunsicherheit . . . 58
3.6.3 Kalibrierung des Messaufbaus . . . 59

4 Messergebnisse 63
4.1 Messungen „Laufzeit“ . . . 63
4.2 Messungen „Durchfluss“ . . . 65
4.3 Gasanalyse und Reinheitsanalyse . . . 66
4.3.1 Berechnete Genauigkeit . . . 66
4.3.2 Messungen . . . 67

5 Diskussion 72
5.1 Beantwortung der Forschungsfrage . . . 72
5.2 Vergleich mit dem Stand der Technik . . . 74
5.3 Verbesserung der Messgenauigkeit . . . 77
5.4 Resonanzsprungverfahren . . . 78
5.5 Vor- und Nachteile der neu entwickelten Laufzeitmessung . . . 80

6 Fazit 83

Literatur **84**

Abbildungsverzeichnis

2.1 Theoretische und experimentelle Schallgeschwindigkeit des Gasgemisches zwischen Argon und Stickstoff [19]. 6
2.2 Theoretische idealisierte Schallgeschwindigkeit des Gasgemisches zwischen Kohlenstoffdioxid und Wasserstoff (293K) [20]. 7
2.3 Funktion einer gedämpften Schwingung 9
2.4 Ebene Welle, die an einer Grenzfläche teilweise reflektiert und teilweise transmittiert wird [25] 9
2.5 Schema des Mitführeffekts [23] 10
2.6 Schema der Differenzdruckmessung mit p_1 und p_2 proportional zu v [28] 10
2.7 Schema des Wirbeldurchflussmessers [28] 11
2.8 Ultraschalllaufzeitdurchflussmessung [23] 11
2.9 Laufzeitmessverfahren 12
2.10 Schematischer Aufbau eines piezoelektrischen Ultraschallwandlers 14
2.11 Schwingungsverhalten eines Ultraschallempfängers nach Anregung mit 8 Ultraschall Impulsen der Resonanzfrequenz. 15
2.12 Gegenüberstellung der Anregung eines Ultraschallwandlers in und neben seiner Resonanz mit 40 sinusförmigen akustischen Zyklen. 15
2.13 Aufbau eines CMUTs [37] 16
2.14 Aufbau eines PMUTs [37] 16
2.15 Schematische Laufzeitmessung mittels Ultraschallsensoren 17
2.16 Typischer Frequenzverlauf eines Ultraschallwandlers über Amplitude und Phase. 17
2.17 Schematische Darstellung verschiedener Blenden, von a) groß bis d) klein. 18
2.18 Schematische Darstellung des Öffnungswinkels zur Apertur bei gleicher Frequenz. [40] . . 18
2.19 Funktionsprinzip des Fluidistors 19
2.20 Endress und Hauser Fluidanalyse Produkte [43] 21
2.21 Schematischer Aufbau der Infrarot Spektroskopie zur Reinheitsanalyse in Echtzeit während des Betriebs[44] 21
2.22 Messsystem am CERN [47] 22
2.23 L-Com 5500 zur Messung der Dichte und Schallgeschwindigkeit [49] 23

3.1 Schema des Messaufbaus im Fluidistor 24
3.2 Schema der Sensorintegration bei geringen Rohrquerschnitten 25
3.3 Schema der Phasenverschiebung mittels kontinuierlichen Ultraschallwellen 25
3.4 Schema der Phasenverschiebung mit verändertem Abstand der Ultraschallsensoren 26
3.5 Schema der Phasenverschiebung und Messung der Phasendifferenz 26
3.6 Schema der Phasenverschiebung bei Fluidoszillation und zur Detektion der Fluidoszillation aus der Phasendifferenzmessung. In der Realität ist die Referenzfreqeuenz (grün) wesentlich höher, als die neu generierte Frequenz (lila). 27
3.7 Änderung der Sinusfunktion, wenn die „Modulo Funktion“ darauf angewendet wird. . . . 28

3.8 Schematische Darstellung des Resonanzsprungverfahrens. Die Entkopplung des elektrischen Ansteuerungssignals für eine Periode führt zu einer Frequenzmodulation der Schallwellen, gekennzeichnet durch die Periodenänderung T-κT und T+κT mit $\{\kappa \mid 0 < \kappa < 1\}$. Die Abschnitte A, B, C stellen jeweils das Äquivalent von elektrischem zu Ultraschallsignal dar. 29
3.9 Schema des Phasendifferenzsignals bei Anwendung des Resonanzsprungverfahrens. Die orange Flanke markiert die Entkopplung des Ultraschallwandlers für eine Anregungsperiode. Das lila Signal zeigt das Ergebnis der Phasendifferenzmessung. Der Abstand $\boldsymbol{\tau}$ ist von der Laufzeit der Ultraschallwellen abhängig. 29
3.10 Analogie des piezoelektrischen Ultraschallwandlers 30
3.11 Simulation des Resonanzsprungs mit unterschiedlicher Anzahl an ausgesetzten Perioden der Anregung. 31
3.12 Simulation des Resonanzsprungs mit verschiedenen Güten. 31
3.13 Simulation des Spektrums für den Resonanzsprungs mit 50 kHz Abstand zwischen Anregungsfrequenzen und Serienresonanzfrequenz. 32
3.14 Simulation des Spektrums für den Resonanzsprungs mit Anregungen nahe der Serienresonanzfrequenz. 32
3.15 Simulation des Zeitbereichs. Anregung „IN“ in blau, Ultraschallwandler „OUT“ in orange. . 33
3.16 LTspice Simulation des Resonanzsprungs. Dabei weicht die Anregungsfrequenz jeweils um 6.5 % von der Eigenfrequenz ab. Die blaue Kurve stellt die FFT des Ultraschallwandler-Signals während der Anregung dar, die orange Kurve jeweils die FFT, nachdem die Anregung entkoppelt wurde. 33
3.17 Vermessung der Ultraschallwandler und der Ultraschallstrecke 34
3.18 Messung des Ultraschallwandler-Frequenzspektrums bei einer 290 kHz Anregung 35
3.19 Gesendetes und empfangenes Phasendifferenzsignal zur Laufzeitmessung. 36
3.20 Vergrößerung des Phasendifferenzsignals beim Empfänger. 36
3.21 Der Abstand zwischen den beiden Ultraschallsensoren wird stufenweise bis zum Zeitpunkt 20 s verringert und anschließend wieder erhöht. 37
3.22 Ergebnis der Laufzeitmessung, wenn die aus Abb. 3.21 verwendeten Werte φ und τ nach der Gleichung 3.3 zur Laufzeitbestimmung verwendet werden. 38
3.23 Ultraschallwandler SC029 der Firma Seco Sensor 38
3.24 Platine zur Gas- und Reinheitsanalyse 39
3.25 Der Komparator schaltet immer im Wendepunkt des Ultraschallempfänger-Signals und ermöglicht damit eine geringere Abhängigkeit der Signaldämpfung. 40
3.26 Lineartisch-Messaufbau zur Vermessung der Laufzeit bei Abstandsänderungen im Mikrometerbereich (µm). 41
3.27 Phasendifferenz bei linearer Abstandsänderung der beiden Ultraschallsensoren 41
3.28 Aufsatz für den Ultraschallwandler zur Verringerung von Reflexionen 42
3.29 Messung des empfangenen Ultraschallsignals nach einer Anregung des Senders mit 8 Impulsen in der Resonanzfrequenz. 42
3.30 Phasendifferenz bei linearer Abstandsänderung der beiden Ultraschallsensoren ohne Reflexion 43
3.31 Aufbau des neu entwickelten Temperatursensors [69] 44
3.32 Aufbau des Kalibriermessstandes [69] 44
3.33 Überprüfung des kalibrierten Sensors. Hierfür wurden verschiedene Temperaturen angefahren (b) und die Temperaturdifferenz zwischen der Referenz und dem Sensor gebildet (a). 45
3.34 Aufgrund der geringeren thermischen Masse reagiert der Sensor im Gegensatz zur Referenz schneller auf dynamische Temperaturänderungen (Temperaturverlauf siehe 3.33b). 45
3.35 Schaltung zur Temperaturmessung 46
3.36 Schema der vereinfachten FPGA Programmstruktur 49
3.37 Schema der Phasendifferenzmessung im FPGA 50
3.38 Messwerte {999, 20, 998, 0, 1} in der Restklasse $\mathbb{Z}/1000\mathbb{Z}$ dargestellt. 50

3.39 FPGA Algorithmus zur Berechnung des Medians in $\mathbb{Z}/1000\mathbb{Z}$ 51
3.40 Interne Rohdaten im FPGA. Dabei ist die Zeitachse mit der Periode des Ultraschallsignals skaliert und die Phasendifferenz wird im Bereich von 0 bis 999 aufgelöst. 52
3.41 Schema der Korrelation 53
3.42 Schema des FPGA Korrelations-Algorithmus 54
3.43 FPGA Ressourcenverbrauch: *LUT* Look-Up-Table, *LUTRAM* Look-Up-Table Random-Access Memory, *FF Flip-Flop*, *BRAM* Block Random-Access Memory, *DSP* Digital Signal Processor, *IO* Input/Output, *BUFG* Buffer Global, *MMCM* Mixed-Mode Clock Manager 55
3.44 Gasmessstand 56
3.45 Fluidistor 57
3.46 Messung des empfangenen Ultraschallsignals auf dem Gasmessstand nach einer Anregung des Senders mit 8 Impulsen in der Resonanzfrequenz 57
3.47 Vereinfachtes Schema zur Ansteuerung der Ultraschallwandler [59] 59
3.48 Kalibrierung des Gasmessstands mit Stickstoff (N_2) 60
3.49 Kalibrierung des Gasmessstands mit Helium (N_2) 60

4.1 Gemessene Laufzeitänderung in Luft bei einer Abstandsänderung der Ultraschallsensoren um $10\,\mu$m. 63
4.2 Abstandsänderung des Lineartisches um zwei mal $500\,\mu$m führt zu einer vermessenen Abstandsänderung von $999.6\,\mu$m. 64
4.3 Messungen unter möglichst ähnlichen Bedingungen für die Reproduzierbarkeit. 65
4.4 Sinusförmiges Schwingen des Fluids im Fluidistors mit verschiedenen Strömungsgeschwindigkeiten. 66
4.5 Schallgeschwindigkeit von Stickstoff: isotherm und isobar [20] 67
4.6 Gasänderung von N_2 zu Druckluft zum Zeitpunkt $12\,$s bei einem Durchfluss von $10\,\frac{\mathrm{L}}{\mathrm{min}}$. . . 67
4.7 Gasänderung von N_2 zu Ar zum Zeitpunkt $10\,$s bei einem Durchfluss von $10\,\frac{\mathrm{L}}{\mathrm{min}}$. 68
4.8 Gasänderung von N_2 zu Ar zum Zeitpunkt $9\,$s bei einem Durchfluss von $10\,\frac{\mathrm{L}}{\mathrm{min}}$. 68
4.9 Gasänderung von N_2 zu He zum Zeitpunkt $19\,$s bei einem Durchfluss von $10\,\frac{\mathrm{L}}{\mathrm{min}}$. 69
4.10 Im Zeitbereich von 16 bis $44\,$s wurde $1\,\%$ Ar dem reinen N_2 beigemischt. Der Durchfluss beträgt $5\,\frac{\mathrm{L}}{\mathrm{min}}$. 69
4.11 Im Zeitbereich von 66 bis $195\,$s wurde $0.1\,\%$ He dem reinen N_2 beigemischt. Der Durchfluss beträgt $10\,\frac{\mathrm{L}}{\mathrm{min}}$. 70
4.12 Im Zeitbereich von 128 bis $256\,$s wurde $0.1\,\%$ Ar dem reinen N_2 beigemischt. Der Durchfluss beträgt $10\,\frac{\mathrm{L}}{\mathrm{min}}$. 70
4.13 Im Zeitbereich von 30 bis $195\,$s wurden unterschiedliche Konzentrationswerte von He dem reinen N_2 beigemischt, $0.1\,\%$, $0.075\,\%$, $0.05\,\%$ und $0.025\,\%$. Der Durchfluss beträgt $10\,\frac{\mathrm{L}}{\mathrm{min}}$. . 71

5.1 Modulation FM, Anregung in Serienresonanzfrequenz zu doppelter Frequenz für 1 Periode 78
5.2 Modulation AM, Anregung mit Serienresonanzfrequenz zu „0“ Amplitude („Kurzschluss“) für 1 Periode 79
5.3 Modulation Resonanzsprung, Anregung mit $7\,\%$ Abstand zu Serienresonanzfrequenz und Entkopplung („Kurzschluss“) für 1 Periode 79
5.4 Vergleich zwischen Resonanzsprung und Frequenzmodulation unter möglichst gleichen Bedingungen 80

Tabellenverzeichnis

2.1 Stoffeigenschaften bei 1 bar und 293 K [20] 6
2.2 Schallgeschwindigkeit von Trifluormethan (CHF_3) [21, 20] 8
2.3 Schallgeschwindigkeit von Wasserstoff (H_2) [20] 8
2.4 Vergleich von verschiedenen Laufzeitmessungen [23]. Hier steht die Anzahl an „–“ für einen negativen Einfluss, die Anzahl an „+“ für einen positiven Einfluss. 12
2.5 Messwertabweichungen (E + H) [43] 21
2.6 Messwertabweichungen der Reinheitsanalyse von Wasserstoff (bei 65 bar) [44] 22
2.7 Messwertabweichungen Gasanalyse CERN [46] 22
2.8 Messwertabweichungen der Analyse des L-Com 5500 [49] 23

3.1 Simulationswerte, angelehnt an [56] 30
3.2 Technische Eigenschaften des SC029 piezoelektrischen Wandlers [58] 38
3.3 Kalibrierung des Referenzwiderstands mit dem 8.5-Stellen-Multimeters (3458A) [72] . . . 47
3.4 Widerstandsmessung Vergleich zwischen 8.5-Stellen-Multimeter (3458A) und AD7124 . . 47
3.5 Abstandsberechnung für den Median im Restklassensystem $\mathbb{Z}/1000\mathbb{Z}$ 51
3.6 Übersicht der verwendeten Gase und deren Reinheit 58
3.7 Übersicht zur Kalibrierung und Unsicherheit der Massenflussregler [75] 58
3.8 Kalibrationswerte, sowie zugehörige Schallgeschwindigkeiten, entnommen vom NIST [20] 61
3.9 Unsicherheit der Schallgeschwindigkeit vom NIST [20] 62

4.1 Reproduzierbarkeit der Laufzeitmessung 65

5.1 Unsicherheit binäre Gasanalyse Cern [47] 76
5.2 spezifische Werte für N_2 und He bei $0\,°$C und 1.013 bar [42] 76

1 Einleitung

Noch vor ca. 120 Jahren war der Ultraschall gänzlich unbekannt. Das damalige „Wikipedia“, das Brockhaus Lexikon von 1898, enthält keinen Artikel zu Ultraschall. Und auch über die Fledermaus war nur bekannt, dass sie über „ungewöhnlich gute“ Sinne verfügt. In der damaligen Ausgabe wird von unbekannten Verknöcherungen und Häuten geschrieben. Heutzutage ist bekannt, dass diese zum Aussenden und Empfangen von Ultraschallwellen genutzt werden. [1]
Den Grundstein zur Erforschung von Ultraschallwellen legten die Gebrüder Curie 1883 mit dem Studium des piezoelektrischen Effekts [1]. Richardson meldete 1912 ein Patent zur Warnung eines Schiffs vor der Nähe von großen Objekten, welche sich unter Wasser befinden, an [2]. Historische Bedeutung erlangte die Entdeckung und Nutzung des Ultraschalls im ersten Weltkrieg zur Ortung von U-Booten. Anschließend wurden immer mehr technische Geräte entwickelt: 1928 Materialprüfverfahren, 1942 die medizinische Nutzung zur Untersuchung von Organen und 1982 die Einparkhilfe von Toyota. [3]
Aus der modernen Welt ist die Nutzung von Ultraschall nicht mehr wegzudenken: Ob in der Materialwissenschaft, im medizinischen Bereich, bei der Abstandsmessung oder bei bildgebenden Verfahren. Moderne Smartphones besitzen mittlerweile Fingerabdruck-Lesegeräte, welche unter dem Bildschirm angebracht sind und mittels Ultraschall funktionieren. Vor allem in der Gas- und Durchflussanalyse sind Ultraschallverfahren fest etabliert und liefern auch die Grundlage für diese Arbeit.

1.1 Motivation

Motiviert ist diese wissenschaftliche Forschung und Entwicklung durch eine der wohl fundamentalsten Aufgaben unseres Jahrhunderts: Dem Klimawandel. Die Transformation von fossilen hin zu erneuerbaren Energieträgern steht in vielen Forschungsbereichen im Vordergrund. Dabei könnte Wasserstoff in Zukunft eine wichtige Rolle spielen, da dieser effizient und emissionsfrei mit Hilfe der Brennstoffzelle in elektrische Energie gewandelt werden kann. Jedoch können bereits kleinste Verunreinigungen des Wasserstoffs im ppm (parts-per-million) Bereich die Brennstoffzelle beschädigen oder sogar zerstören [4, 5]. In vielen weiteren Bereichen können Verunreinigungen von Fluiden zu schwerwiegenden Problemen führen, z.B. bei der medizinischen Versorgung von Patienten, die künstlich mit Sauerstoff versorgt werden. Auch in der Halbleiterindustrie ist die Reinheit von Gasen existenziell. Die Schlagzeile, dass bei einem der größten und modernsten Halbleiterfertiger Gase kontaminiert sind, ging Mitte 2021 um die Welt [6]. Mitten in einer sehr angespannten Phase der Chipknappheit, verursacht durch die Auswirkungen der COVID-19 Pandemie. Ein neues Messverfahren zur Reinheitsanalyse könnte somit großen ökonomischen und ökologischen Nutzen für unsere Gesellschaft bringen.

1.2 Ziel der Arbeit

Diese Arbeit soll Aufschluss darüber geben, ob ein Ultraschall basiertes Verfahren entwickelt werden kann, mit welchem die Reinheitsanalyse von Fluiden mit enormer Präzision möglich ist. Darüber hinaus stellt sich die Frage, ob ein solches System auch während eines dynamischen Strömungsvorgangs in der Rohrleitung

quasi in Echtzeit kostengünstig und dauerhaft eingesetzt werden kann. Damit würde die Notwendigkeit der Probenahme mit langen Analysezeiten entfallen. Wünschenswert wäre zudem die Ermittelung von weiteren Informationen, z.B. die Durchflussmenge oder die prozentuale Zusammensetzung des Fluids.

1.3 Erkenntnisse und Beiträge zur Wissenschaft

Nach Ansicht des Autors sind die wichtigsten Beiträge, die in dieser Arbeit geleistet wurden, folgende:

- Der Resonanzsprung nutzt die Trägheit des Ultraschallwandlers technisch geschickt aus und ermöglicht damit eine sehr kostengünstig und einfach umsetzbare Modulation.
- Der Fluidistor ermöglicht mit seiner sinusförmigen Schwingung im Ausgleichsrohr eine hervorragende Möglichkeit zur Messung verschiedenster Werte, beispielsweise der Schallgeschwindigkeit oder Temperatur.
- Mit der Phasendifferenzmessung und der Erweiterung mit dem Resonanzsprungverfahren kann die Laufzeit eindeutig und hochpräzise bestimmt werden und damit die Schallgeschwindigkeit sehr genau vermessen werden.
- Das in dieser Arbeit entwickelte Messsystem ermöglicht eine hoch präzise Reinheitsanalyse in einer kostengünstigen und kompakten Bauform.

1.4 Gliederung der Arbeit

Die Arbeit ist in vier große Kapitel gegliedert: Den aktuellen Stand der Wissenschaft und Technik, den Aufbau und die Methodik des hier vorgestellten neuen Messsystems, die mit dem neuen Messsystem erreichten Ergebnisse und die Bezugnahme auf den Kontext in der Diskussion.
Im ersten Teil, dem Stand der Wissenschaft und Technik, wird zuerst die Reinheitsanalyse beleuchtet. Dabei dienen als theoretisches Grundgerüst die thermodynamischen Grundgleichungen, aus welchen die notwendigen Messparameter hergeleitet werden. Darüber hinaus gibt dieser Abschnitt eine kurze Einführung zur Fehlerberechnung und den piezoelektrischen Ultraschallwandler, der den größten Teil der Arbeit ausmacht. Abgeschlossen wird das Kapitel mit der Vorstellung verschiedener bereits bestehender Analysesysteme.
Der mit Abstand größte Teil, Aufbau und Methodik des Messsystems, beschreibt alle notwendigen Komponenten des neu entwickelten Messsystems. Dabei wird zuerst der Fluidistor und seine Funktionsweise erläutert. Anschließend folgt der sehr ausführliche Teil über die Laufzeitanalyse mittels Ultraschall im Fluidistor. Die zwei weiteren Messwerte zur Reinheitsanalyse, Druck und Temperatur, werden in den beiden folgenden Abschnitten behandelt. Das Zusammensetzen der verschiedenen Sensorwerte und deren Verarbeitung wird im Bereich Auswertung der Sensordaten mittels FPGA erläutert. Abgeschlossen wird das Kapitel mit der Vorstellung des Messaufbaus zur Gasanalyse.
Im Kapitel „Messergebnisse“ wird Bezug auf die Messwerte der Ultraschallsensoren und die damit verbundene Laufzeit genommen. In einem kurzen Abschnitt werden die Messergebnisse für den Durchfluss vorgestellt. Den größten Anteil dieses Kapitels nehmen jedoch die verschiedenen Reinheitsanalysen auf dem Gasmessstand ein. Hierbei werden die Sensorwerte aus Druck, Temperatur und Schallgeschwindigkeit kombiniert und zeigen die Möglichkeiten des neu entwickelten Messsystems auf.
Im letzten großen Abschnitt, der Diskussion, wird die Forschungsfrage beantwortet, sowie die Arbeit mit dem Stand der Wissenschaft und Technik verglichen. Zudem werden die Messgenauigkeit evaluiert und die Vor- und Nachteile der neu entwickelten Laufzeitmessung mittels Resonanzsprungverfahren diskutiert. Abgeschlossen wird die Arbeit mit dem Fazit.

2 Stand der Wissenschaft und Technik

Dieses Kapitel beschäftigt sich zuerst mit der Herleitung der Messparameter, welche zur Reinheitsanalyse und binären Gasanalyse mittels Ultraschall notwendig sind, sowie den Grundlagen zur Akustik. Zudem wird es eine kurze Einführung zur Berechnung von messtechnischen Unsicherheiten und dem piezoelektrischen Ultraschallwandler gegeben. Abschließend werden bereits bestehende Messsysteme vorgestellt.

2.1 Messverfahren zur Reinheitsanalyse

Im folgenden Abschnitt werden zuerst einmal einige der verschiedenen technischen Möglichkeiten zur Reinheitsanalyse von Fluiden besprochen und kurz erläutert. Dabei wird bei dem Dichtemessverfahren und bei der Schallgeschwindigkeitsanalyse jeweils auf die molare Masse verwiesen. Diese ist für jedes Element eindeutig definiert, da sich diese aus der Protonen und Neutronenmasse zusammen setzt.

2.1.1 Dichtemessverfahren

Eine Möglichkeit zur Reinheitsanalyse bietet die Dichte. Dies kann aus der idealen Gasgleichung hergeleitet werden, siehe 2.1 [7]. Folglich kann mit Hilfe der Messgrößen: Dichte, Temperatur und Druck auf die molare Masse und damit auf die Reinheit des Stoffs geschlossen werden [8]. Zur Dichtemessung eignet sich Beispielsweise die Biegeschwingermethode [9, 10].

$$pM = \rho RT \rightarrow \rho = \frac{p}{RT} \sum_{i=1}^{n} x_i M_i \tag{2.1}$$

2.1.2 Schallgeschwindigkeit

Wie die Formel der Schallgeschwindigkeit eines idealen Gases zeigt 2.2 [7], kann auch hier auf die molare Masse geschlossen werden. Dies wird zusätzlich im Kapitel 2.2 sehr genau erläutert. Die Schallgeschwindigkeit kann Beispielsweise durch die Zeitmessung zwischen Senden und Empfangen eines Schallimpulses bestimmt werden [11].

$$c^2 = \kappa \frac{RT}{M} \tag{2.2}$$

2.1.3 Spektroskopie

Die Spektroskopie ermöglicht die Wechselwirkung der gesendeten Strahlung, beispielsweise infrarotem Licht mit Materie. Bei der Bestrahlung werden, jeweils abhängig vom Stoff, bestimmte Frequenzbereiche absorbiert, welche anschließend im Spektrum nicht mehr detektiert werden. Damit kann auf die Reinheit eines Stoffs geschlossen werden, da sich ein charakteristisches Spektrum ergibt. [12]

2.2 Thermodynamische Theorie der Reinheitsanalyse mittels Schallgeschwindigkeit

Jedes Kind weiß bereits, dass es bei einem Gewitter nur die Sekunden zwischen Blitz und Donner zählen und anschließend durch 3 Teilen muss, um die Entfernung des Gewitters in Kilometer abzuschätzen. Dies liegt daran, dass die Schallgeschwindigkeit der Luft bei ca. $340\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$ liegt. Der Schall benötigt somit vom Blitzeinschlag bis zum hörbaren Geräusch ungefähr $3\,\frac{\mathrm{s}}{\mathrm{km}}$. Für eine grobe Abschätzung ist die Faustregel durchaus zu gebrauchen, jedoch zeigt die Physik, dass die Schallgeschwindigkeit nicht nur vom Medium, sondern auch von diversen weiteren Größen abhängt.

2.2.1 Herleitung der Schallgeschwindigkeitsabhängigkeiten

Eine gute Näherung ist durch die Formel 2.3 gegeben. Sie stellt den Zusammenhang zwischen der Schallgeschwindigkeit c, dem Isentropenexponent κ, der universalen Gaskonstante R, der Temperatur T und der molaren Masse M eines idealen Gases her [7].

$$c^2 = \kappa \frac{RT}{M} \tag{2.3}$$

Die einfachste zu erfassende Größe ist hier die Temperatur, da diese relativ simpel gemessen werden kann und eine alltägliche Messgröße darstellt. Ein Teil der Mediumsabhängigkeit wird durch die molare Masse beschrieben, da jeder isotopenreine Stoff durch eine spezifische Anzahl an Protonen und Neutronen gekennzeichnet ist [7]. Die universelle Gaskonstante R berechnet sich aus der Avogadro-Konstante N_A und der Boltzmann-Konstante k_B, siehe Gleichung 2.4.

$$R = N_\mathrm{A} k_\mathrm{B} \tag{2.4}$$

Sie wird mit $8.314\,459\,8\,\frac{\mathrm{J}}{\mathrm{molK}}$ und einer Standardunsicherheit von $\pm 0.000\,004\,8\,\frac{\mathrm{J}}{\mathrm{molK}}$ angegeben [13]. Die schwierigste messtechnisch zu erfassende Größe der Gleichung 2.3 ist der Isentropenexponent κ, dieser ergibt sich aus der Gleichung 2.5. Sie beschreibt das Verhältnis zwischen der Wärmekapazität eines idealen Gases (*iG*) bei konstantem Druck c_p und der Wärmekapazität eines idealen Gases bei konstantem Volumen c_v. Die Temperaturabhängigkeit wird durch das T in Klammern dargestellt [14].

$$\kappa(T) = c_p^{iG}(T)/c_v^{iG}(T) \tag{2.5}$$

Die Problematik wird bereits in der Formel 2.5 sichtbar, da diese nur für ideale Gase gültig ist. Für die benötigte Exaktheit zur Reinheitsüberprüfung von Verunreinigungen im ppm (parts per million) Bereich sind die idealisierten Formeln nicht hinreichend genau. Dies wird im Kapitel 2.2.3 durch die Überprüfung mit experimentellen Messreihen bestätigt.

Im Folgenden soll aus der thermodynamischen Grundgleichung 2.6 der Schallgeschwindigkeit die zur Charakterisierung eines Fluids benötigten Messgrößen hergeleitet werden - basierend auf der Klein-Signal Theorie [15].

$$c^2 = \left(\frac{\partial p}{\partial \rho}\right)_s \tag{2.6}$$

Die Schallgeschwindigkeit wird weiterhin mit c bezeichnet, der Druck mit p, die Dichte mit ρ und die spezifische Entropie mit s. Da die Entropie keine real messbare Größe ist, muss die Gleichung 2.6 in 2.7 umgeformt werden. Hier steht T für die Temperatur, c_p für die spezifische Wärmekapazität bei konstantem Druck und c_v für die spezifische Wärmekapazität bei konstantem Volumen.

$$c^2 = \left(\frac{\partial p}{\partial \rho}\right)_s = \frac{c_p}{c_v}\left(\frac{\partial p}{\partial \rho}\right)_T = \left[\left(\frac{\partial \rho}{\partial p}\right)_T - \left(\frac{T}{\rho^2 c_p}\right)\left(\frac{\partial \rho}{\partial T}\right)_p^2\right]^{-1} \tag{2.7}$$

Da aus der Gleichung 2.7 nicht direkt ersichtlich wird, dass die Schallgeschwindigkeit entweder Druck oder Dichte abhängig ist, wird diese in eine kanonische Zustandsgleichung gebracht. Hierfür wird zusätzlich die molare Gibbs-Energie benötigt, welche als Funktion von T, p, also $G_m = G_m(T, p)$ dargestellt werden kann. Die Gibbs-Energie ist geeignet, wenn die unabhängigen Variablen Temperatur und Druck sind, sowie das Medium ein reines Fluid ist - man also die Molzahlen angeben kann. Ist dies gegeben, enthält die Gibbs-Energie die vollständige thermodynamische Information [16]. Mit der Gleichung 2.8 wird belegt, dass in diesem thermodynamischen Modell die Schallgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Temperatur T, des Drucks p und der molaren Masse M dargestellt werden kann und es keine zusätzliche Messung der Dichte bedarf.

$$c^2 = \left(\frac{-\frac{1}{M}\left(\frac{\partial G_m}{\partial p}\right)_T^2 \left(\frac{\partial^2 G_m}{\partial T^2}\right)_p}{\left(\frac{\partial^2 G_m}{\partial T^2}\right)_p \left(\frac{\partial^2 G_m}{\partial p^2}\right)_T - \left[\frac{\partial\left(\frac{\partial G_m}{\partial p}\right)_T}{\partial T}\right]_p^2}\right) \tag{2.8}$$

Aus Messungen von Greenspan [17] geht hervor, dass die Schallgeschwindigkeit zudem frequenzabhängig ist. Jedoch wird in den Messaufbauten meist die Schallgeschwindigkeit immer mit derselben Frequenz vermessen und kann damit guten Gewissens vernachlässigt werden.
Eine allgemein gültige Formel für die Bestimmung der Schallgeschwindigkeit für Fluide ist zum aktuellen Stand der Wissenschaft und Technik unbekannt [18]. Dies geht auch aus der persönlichen Korrespondenz mit Herrn Prof. Dr. Johannes Paulus, Professor für Thermodynamik an der Hochschule für angewandte Wissenschaften Würzburg-Schweinfurt, hervor. Für hochpräzise Messungen können somit lediglich empirische Messreihen aufgestellt werden, welche als spätere Referenz dienen. Die Messwerte können beispielsweise in Tabellen abgelegt werden, mit welchen spätere Messwerte verglichen werden können.
Zusammenfassend ergibt sich aus den thermodynamischen Gleichungen eine Abhängigkeit der Schallgeschwindigkeit c vom Medium (der molaren Masse M), dem Druck p und der Temperatur T. Damit ist die Schallgeschwindigkeit eines bestimmten Fluids bei einem bestimmten Druck und einer bestimmten Temperatur hinreichend genau spezifiziert.

2.2.2 Schallgeschwindigkeit bei zusammengesetzten Gasen

In diesem Abschnitt wird die Änderung der Schallgeschwindigkeit bei Konzentrationsänderungen von Gasgemischen mit den idealisierten Gleichungen veranschaulicht. Die idealen Gesetze können hier angewandt werden, da lediglich der Zusammenhang und die daraus resultierenden Mehrdeutigkeiten dargestellt werden sollen. Eine allgemein gültige Gleichung wird damit nicht hergeleitet. Zunächst wird die Gleichung 2.9 der Schallgeschwindigkeit für ein ideales Gas hergenommen. Die Information der Stoffeigenschaft steckt im Isentropenexponenten und der molaren Masse. Diese werden als Summe aus den verschiedenen Einzelkomponenten zusammengesetzt [19]. Dabei steht x_i für den Anteil der i'ten Komponente.

$$c^2 = \kappa \frac{RT}{M} = RT \frac{\sum_{i=1}^{n} x_i c_{pi}}{\sum_{i=1}^{n} x_i M_i \sum_{i=1}^{n} x_i c_{vi}} \tag{2.9}$$

Folgendes Beispiel soll die Formel 2.9 erläutern. Hierfür wird das Verhältnis (x_i) zwischen Argon (Ar) und Stickstoff (N_2) analysiert. In der Tabelle 2.1 werden die Eigenschaften der beiden Gase beschrieben. Der Graph 2.1 zeigt die berechnete und experimentell bestätigte Schallgeschwindigkeit zwischen Argon und Stickstoff. Die Schallgeschwindigkeit ändert sich somit bei unterschiedlichen Gaszusammensetzungen.

Tabelle 2.1: Stoffeigenschaften bei 1 bar und 293 K [20]

Eigenschaften	Argon (Ar)	Stickstoff (N_2)
molare Masse M ($\frac{g}{mol}$)	39.95	28.01
c_p ($\frac{J}{molK}$)	20.837	29.171
c_v ($\frac{J}{molK}$)	12.480	20.816

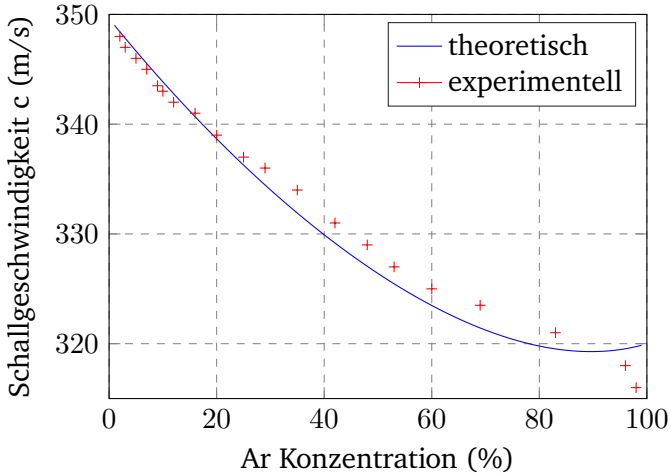


Abbildung 2.1: Theoretische und experimentelle Schallgeschwindigkeit des Gasgemisches zwischen Argon und Stickstoff [19].

In Abbildung 2.1 werden bereits Mehrdeutigkeiten bei der theoretisch berechneten Schallgeschwindigkeit ersichtlich, da hier die Ordinate bei ca. $320\,\frac{m}{s}$ zweimal geschnitten wird. Diese Mehrdeutigkeiten nehmen mit steigender Anzahl an verschiedenen Gaskomponenten zu. Dies liegt daran, dass der berechnete Quotient der Summen bei Gleichung 2.9 häufiger denselben Wert annimmt. Dieser Effekt ist beispielsweise bei Wasserstoff, dem kleinsten und leichtesten Element, weniger kritisch. Dies wird auch leicht aus der Gleichung 2.9 ersichtlich. Das κ wird durch den Quotienten der Summation von c_p, c_v, x_i ersetzt. Da das Verhältnis von c_p/c_v sich in einem kleinen Bereich von ca. 0 bis 3 bewegt, ist der entscheidende Faktor die molare Masse M. Wasserstoff besitzt die molare Masse von ca. $2\,\frac{g}{mol}$. Kohlenstoffdioxid hat bereits ca. $44\,\frac{g}{mol}$ [13]. Damit besteht ein Verhältnis der molaren Masse von 1:22.
Das Verhältnis der molaren Masse zwischen Argon und Stickstoff liegt bei 1:1.5. Bei dieser Gaszusammensetzung ist c_p/c_v nicht vernachlässigbar klein. Dies spiegelt sich auch in der Abbildung 2.1 wieder. Hier ist die Steigung der Kurve nicht sehr groß und es kommt zu Mehrdeutigkeiten bei der theoretischen Schallgeschwindigkeit. Der Wert von ca. $320\,\frac{m}{s}$ könnte eine theoretische Argon Konzentration von 80 oder

100 % darstellen.

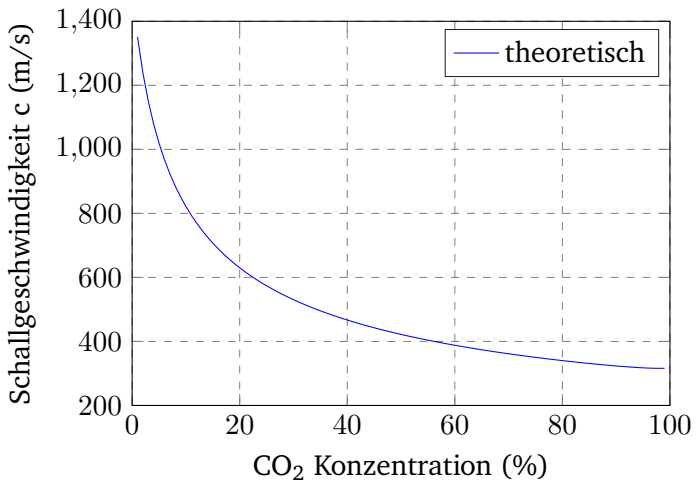


Abbildung 2.2: Theoretische idealisierte Schallgeschwindigkeit des Gasgemisches zwischen Kohlenstoffdioxid und Wasserstoff (293K) [20].

In Abbildung 2.2 wird die Schallgeschwindigkeit von Wasserstoff bei einer Verunreinigungen mit Kohlenstoffdioxid dargestellt. Hier kann man sehr gut erkennen, dass vor allem die Steigung im Bereich von 0 - 10 % CO_2 sehr groß ist. Dies führt somit bei einer geringen Verunreinigung zu einer großen Schallgeschwindigkeitsänderung. Zudem zeigt der Graph des Gemisches aus Kohlenstoffdioxid und Wasserstoff keine Anzeichen von Mehrdeutigkeiten auf.
Zusammenfassend kann gesagt werden, dass die Reinheit, bzw. die Konzentration bei binären (Fluid bestehend aus zwei bekannten Stoffen) Fluiden über die Parameter Schallgeschwindigkeit, Druck und Temperatur spezifiziert werden kann. Dabei muss jedoch beachtet werden, dass es in seltenen Fällen zu Mehrdeutigkeiten in einzelnen Mischungsbereichen kommen kann. Diese Mehrdeutigkeiten bei Gemischen nehmen mit steigender Anzahl verschiedener Fluide zu, da der Quotient (Gl. 2.9) öfter denselben Wert annehmen kann.

2.2.3 Validierung der thermodynamischen Theorie mit Messreihen

In diesem Abschnitt wird die thermodynamische Theorie mit verschiedenen Messreihen überprüft. Es soll demonstriert werden, dass die Gleichung 2.3 für ideale Gase bei großen Druckunterschieden nicht verwendet werden darf. Dies wird am Beispiel Trifluormethan (CHF_3) hervorragend ersichtlich.
Folgende Werte werden hierzu in Gleichung 2.10 eingesetzt: $R = 8.31\,\frac{J}{molK}$; $T = 298\,K$; $M = 70.0\,\frac{g}{mol}$. Der Wert κ ist druckabhängig und berechnet sich hierfür aus dem Verhältnis von c_p/c_v. Dabei werden die Werte c_p und c_v aus den Tabellen des NIST (National Institute of Standards and Technology) übernommen: $\kappa(60.6\,bar) = 3.02$; $\kappa(160\,bar) = 1.91$; $\kappa(399\,bar) = 1.64$. [20]
In Tabelle 2.2 wird die Schallgeschwindigkeit des idealen Gasgemisches den real gemessenen Werten gegenüber gestellt. Bei Trifluormethan sinkt die berechnete Schallgeschwindigkeit mit dem Druck, gemessen wird jedoch ein Steigen des Wertes. Aus den großen Unterschieden zwischen theoretisch und empirisch ermittelten Geschwindigkeiten, geht hervor, dass ein reales Gas bei großen Druckunterschieden nicht mit den idealen Gasgleichungen beschrieben werden kann. In einer zweiten Gegenüberstellung (Tabelle 2.3) wird die theoretisch berechnete Schallgeschwindigkeit von Wasserstoff mit der real gemessenen verglichen. Wie zuvor wird ersichtlich, dass das Modell idealer Gase nicht mehr verwendet werden darf, wenn die Druckunterschiede der Gase zu groß werden. Für hochpräzise Messungen ist das ideale Gasgesetz nicht hinreichend genau genug.

$$c = \sqrt{\kappa \frac{RT}{M}} = \sqrt{\kappa \frac{8.31\,\frac{\mathrm{J}}{\mathrm{molK}}\,298\,\mathrm{K}}{70.0\,\frac{\mathrm{g}}{\mathrm{mol}}}} \tag{2.10}$$

Tabelle 2.2: Schallgeschwindigkeit von Trifluormethan (CHF_3) [21, 20]

gemessene Schallgeschw. P. Pires and H. Guedes	gemessene Schallgeschw. NIST	theoretische Schallgeschw.	zusätzliche Abhängigkeiten
$244.9\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$	$242.7\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$	$327\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$	bei $298.14\,\mathrm{K}$ & $60.6\,\mathrm{bar}$
$432.6\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$	$435.0\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$	$260\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$	bei $298.14\,\mathrm{K}$ & $160\,\mathrm{bar}$
$630.4\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$	$627.3\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$	$241\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$	bei $298.17\,\mathrm{K}$ & $399\,\mathrm{bar}$

Tabelle 2.3: Schallgeschwindigkeit von Wasserstoff (H_2) [20]

gemessene Schallgeschw. NIST	theoretische Schallgeschw.	zusätzliche Abhängigkeiten
$\sim 1300\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$	$1310\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$	bei $293\,\mathrm{K}$ & $1\,\mathrm{bar}$
$\sim 1400\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$	$1315\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$	bei $293\,\mathrm{K}$ & $100\,\mathrm{bar}$
$\sim 1900\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$	$1310\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$	bei $293\,\mathrm{K}$ & $700\,\mathrm{bar}$

2.2.4 Zusammenfassung der thermodynamischen Reinheitsanalyse

Folgende Erkenntnisse können zusammengefasst werden:

(1) Die Schallgeschwindigkeit ist vom Medium, dessen Druck und Temperatur abhängig. Für eine präzise Reinheitsanalyse müssen somit Schallgeschwindigkeit, Druck und Temperatur vermessen werden.

(2) Es existiert keine allgemein gültige sehr präzise Gleichung. Für die Reinheitsanalyse müssen empirische Messreihen verwendet werden, welche als spätere Referenz dienen.

(3) Es muss beachtet werden, dass bei bestimmten Gasmischungen in bestimmten Konzentrationsbereichen Mehrdeutigkeiten auftreten können.

2.3 Akustische Grundlagen

Im folgenden Abschnitt werden wichtige akustische Grundlagen erläutert, welche für diese Arbeit relevant sind. Schall ist hierbei eine Materiewelle welche sich um die Schallquelle ausbreitet. Dabei darf die Materiewelle nicht mit der Bewegung der Atome, oder Moleküle selbst verwechselt werden. Hierbei existieren verschiedene Eigenschaften. [22]

2.3.1 Dämpfung

Wenn sich Schall in einem Medium ausbreitet, dann erfährt dieser eine mediums- und weglängenabhängige Dämpfung [23, 24]. Die allgemeine mathematische Lösung wird in Gleichung 2.11 beschrieben und in Abbildung 2.3 dargestellt. Der Dämpfungskoeffizient ist hier mit $\delta = 0.1$ relativ gering, es handelt sich somit um eine schwache Dämpfung. [7]

$$x(t) = x_0 \cdot cos(\omega t + \varphi) \cdot e^{-\delta t} \tag{2.11}$$

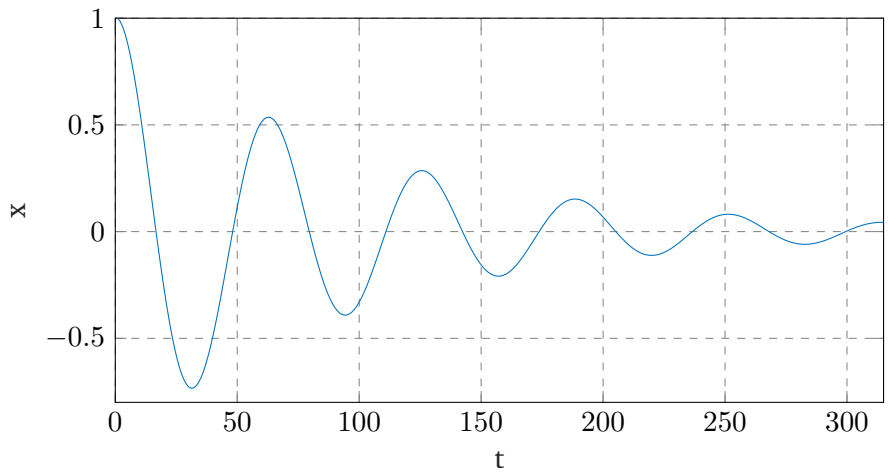


Abbildung 2.3: Funktion einer gedämpften Schwingung

2.3.2 Reflexion

Trifft Schall auf eine Trennfläche, bzw. auf eine Wand, dann kommt es zur vollständigen oder teilweisen Reflexion und Transmission, wie in Abbildung 2.4 dargestellt. Trifft die ebene Schallwelle schräg auf die Trennfläche, so gilt das Brechungsgesetz Einfallswinkel = Ausfallswinkel [7]. [25, 26]

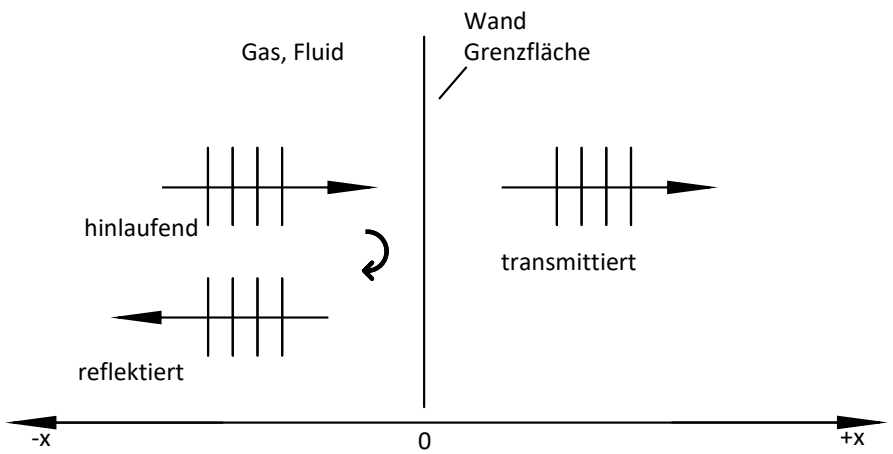
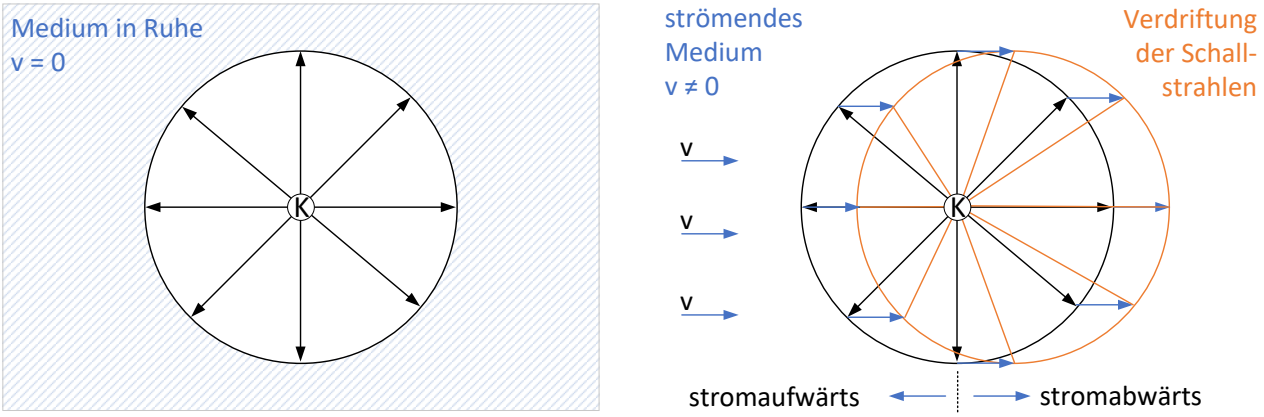


Abbildung 2.4: Ebene Welle, die an einer Grenzfläche teilweise reflektiert und teilweise transmittiert wird [25]

2.3.3 Mitführeffekt

Der Mitführeffekt beschreibt das Phänomen, dass der Schall in seinem bewegten Ausbreitungsmedium mitgeführt wird, bzw. verdriftet. Damit kann beispielsweise die Bewegung des Mediums detektiert werden. Abbildung 2.5a zeigt die Schallausbreitung im unbewegtem Medium. Das Medium in Abbildung 2.5b strömt hingegen von links nach rechts und wirkt damit auf die Ausbreitung des Schalls ein.



(a) Akustischer Kugelstrahler K in unbewegtem Medium **(b)** Akustischer Kugelstrahler K im strömenden Medium

Abbildung 2.5: Schema des Mitführeffekts [23]

2.4 Durchflussmessung

Die Durchflussmessung ist für technische Prozesse eine sehr wichtige Messgröße. Sie dient vor allem in Zeiten der Automatisierung als Steuergröße und ist im Bereich Industrie 4.0 und predictive Maintenance unverzichtbar. Im folgenden Abschnitt werden kurz verschiedene Messverfahren vorgestellt.

2.4.1 Differenzdruckmesser

Beim Differenzdruckmessverfahren wird beispielsweise mit einer Messblende eine Verengung erzeugt. Steht das Medium im Rohr still, so entsteht kein Druckunterschied. Beginnt das Medium zu strömen, so entsteht vor und nach der Verengung ein Druckunterschied. Dieser Druckunterschied ist abhängig von der Fließgeschwindigkeit des Mediums. Abbildung 2.6 zeigt schematisch den Aufbau des Messinstruments. [27, 28]

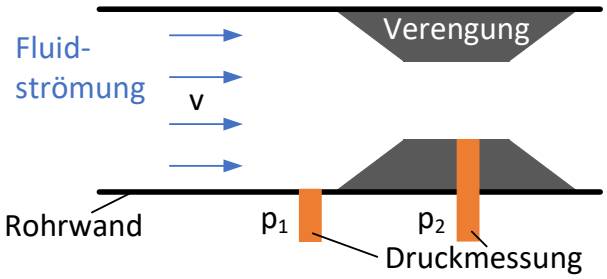


Abbildung 2.6: Schema der Differenzdruckmessung mit p_1 und p_2 proportional zu v [28]

2.4.2 Wirbeldurchflussmesser

Wird in einem Rohr mit Durchfluss eines Mediums ein Störkörper eingebracht, so entstehen im Nachlaufstrom Wirbel mit einer bestimmten Frequenz, sieh Abbildung 2.7. Dieser Effekt wird als Kármán'sche Wirbelstraße bezeichnet. Die dabei entstehenden Wirbel sind proportional zur Fließgeschwindigkeit des Mediums. [28]

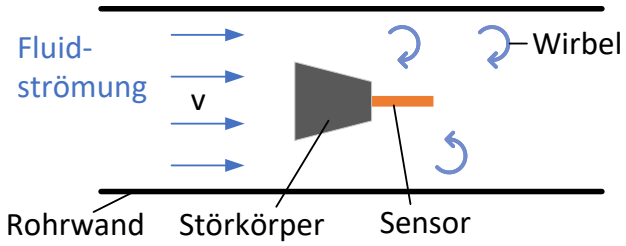


Abbildung 2.7: Schema des Wirbeldurchflussmessers [28]

2.4.3 Ultraschalldurchflussmesser

Eine weitere Möglichkeit zur Durchflussmessung bietet die Laufzeitmessung eines Schallimpulses nach dem Mitführeffekt. Hierfür werden beispielsweise zwei Ultraschallwandler (A,B) schräg gegenüber in ein Rohr eingebracht, siehe Abbildung 2.8. Zur Durchflussmessung werden nacheinander jeweils Schallimpulse stromaufwärts (B zu A) und stromabwärts (A zu B) gesendet und die Laufzeit dabei gemessen. Da der Mitführeffekt auf den Schallimpuls wirkt, ändert sich die Laufzeit gegenüber der Laufzeit im stehenden Medium. Aus den beiden Weg-Zeit-Beziehungen ergeben sich die Schall- und die Strömungsgeschwindigkeit des Mediums. [29, 23]
Hierfür darf sich jedoch der Durchfluss während der Messung nicht ändern, da das Ergebnis sonst verfälscht werden würde. Die Dynamik des Gesamtsystems ist damit eingeschränkt, da auch keine Überprüfung fehlerhafter Messungen ohne zusätzliche Messtechnik möglich ist.

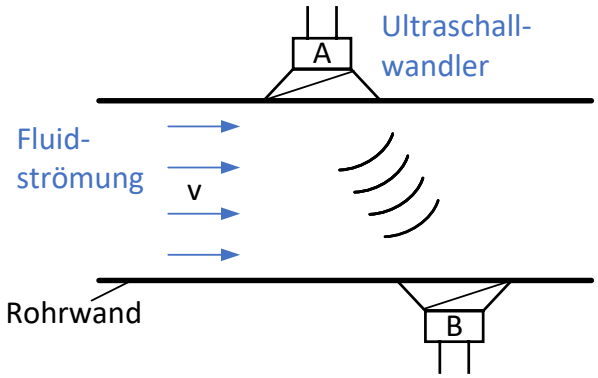


Abbildung 2.8: Ultraschalllaufzeitdurchflussmessung [23]

2.5 Laufzeitmessverfahren

Eine der einfachsten Möglichkeiten zur Messung der Laufzeit ist das Aussenden eines Pulses, und die Zeit bis der Empfänger den Puls detektiert zu vermessen, siehe Abbildung 2.9. Aus der Messung der Laufzeit kann anschließend mit Hilfe der Abstandsinformation die gesuchte Messgröße, die Schallgeschwindigkeit, berechnet werden.
Im Folgenden sollen verschiedene bereits bestehende Möglichkeiten zur Messung der Laufzeit in einer Strömung verglichen werden, siehe Tabelle 2.4. Dabei sind vor allem eine sehr hohe Präzision, die Vermeidung von möglichen Messfehlern und geringe Kosten ausschlaggebend. Da es bei der Arbeit in erster Hinsicht um die Reinheitsanalyse geht, müssen Messfehler durch Mediumsänderungen während der Laufzeit unbedingt vermieden werden.

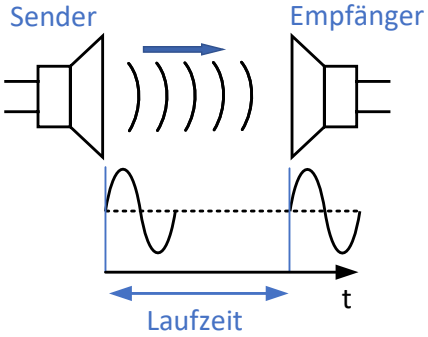


Abbildung 2.9: Laufzeitmessverfahren

Tabelle 2.4: Vergleich von verschiedenen Laufzeitmessungen [23]. Hier steht die Anzahl an „–“ für einen negativen Einfluss, die Anzahl an „+“ für einen positiven Einfluss.

Verfahren	Präzision	Messfehler	Kosten	Bemerkungen
Laufzeitdifferenzverfahren 1-Paar Sensoren	+	– –	+ +	Mediumsänderungen während der Laufzeit führen zu Messfehlern
Laufzeitdifferenzverfahren 2-Paar Sensoren	+	–	–	benötigt 2-Paar Sensoren, mehr Platzbedarf
Impulsreflexverfahren	+	–	+ +	hohe Anforderungen an die Elektronik
Phasendifferenzverfahren	+ +	+	+ +	Messbereich wegen Eindeutigkeit begrenzt
Frequenzdifferenzverfahren	+ +	+ +	– –	benötigt 2-Paar Sensoren, mehr Platzbedarf, teure PLLs
Dopplerverfahren	+	+	+	benötigt Inhomogenitäten im Medium

Das Laufzeitdifferenzverfahren mit 1-Paar Sensoren sendet jeweils eine kurze Pulsfolge stromaufwärts und anschließend eine kurze Pulsfolge stromabwärts. Dabei wird jeweils die Zeit vom Senden bis zum Detektieren vermessen. Daraus kann anschließend z.B. die Schallgeschwindigkeit, oder die Flussgeschwindigkeit des Mediums bestimmt werden. Problematisch ist hier, dass immer zwischen Sender und Empfänger

umgeschaltet werden muss. Hierdurch entsteht eine Totzeit, bei der keine Mediumsänderungen sauber detektiert werden können, bzw. es zu Messfehlern kommen kann, wenn sich das Medium während der Messung ändert. Zusätzlich wird das Medium nicht kontinuierlich durchschallt und liefert damit immer nur eine kurze Momentaufnahme.
Wenn man das Laufzeitdifferenzverfahren um ein weiteres Paar Sensoren erweitert (Laufzeitdifferenzverfahren 2-Paar Sensoren), dann kann man den Nachteil der Mediumsänderung während des Messvorgangs fast vollständig vermeiden. Allerdings steigen die Kosten, da nicht nur die Anzahl der Sensoren verdoppelt werden muss, sondern auch weitere Ansteuerelektronik notwendig ist.
Das Impulsreflexverfahren vereint die Vorteile der beiden vorherigen Verfahren. Es wird lediglich ein Ultraschallwandler Paar benötigt und es vermeidet größtenteils Totzeiten, indem es nach dem Pingpongverfahren funktioniert. Schwierig ist hierbei jedoch, dass bereits bei moderaten Messgenauigkeiten hohe Anforderungen an die Elektronik existieren. Hier müsste näher untersucht werden, ob höchst präzise Messungen mit kostengünstiger alltäglicher Hardware realisierbar ist. [23]
Nachdem verschiedene Pulsefolge Verfahren vorgestellt wurden, sollen als nächstes Verfahren mit kontinuierlichem Senden und Empfangen erläutert werden. Das Phasendifferenzverfahren bietet viele Vorteile hinsichtlich Messpräzision, Kosten und Fehleranfälligkeit. Die Präzision kann ganz hervorragend präzise und kostengünstig Vermessen werden. Durch das kontinuierliche Senden können Messfehler während eines Messungvorgangs vermieden werden. Im herkömmlichen Rohrsystem mit Strömung muss jedoch auch hier stromaufwärts und stromabwärts geschallt werden, wodurch wieder Messfehler entstehen können. Nachteilig ist zudem der stark eingeschränkte Messbereich, da die Messung nur innerhalb einer Phase der Referenzfrequenz eindeutig ist.
Das Frequenzdifferenzverfahren erweitert das Phasendifferenzverfahren um ein weiteres Paar Ultraschallsensoren. Damit kann der Nachteil der möglichen Messfehler durch die Totzeit bei der Messung ausgeglichen werden, jedoch erhöhen sich auch die Kosten stark. Es werden zusätzliche Wandler benötigt und das Verfahren ist auf sehr präzise gesteuerte Oszillatoren (phase locked loops) angewiesen. Dies führt zu hohen Kosten.
Das Dopplerverfahren benötigt Inhomogenitäten im Medium und kann damit nicht universell eingesetzt werden. Damit ist dieses Messverfahren nicht für ein allgemeines Reinheitsanalyse Messystem geeignet.
Aus den verschiedenen Laufzeitmessvarianten wird ersichtlich, dass keines der Systeme uneingeschränkt Vorteilhaft für die Anwendung der Reinheitsanalyse ist. Das Phasendifferenzverfahren ist jedoch sehr vielversprechend, wenn man die beiden Nachteile der Schallumkehr und der Mehrdeutigkeiten löst.

2.6 Einführung zu Ultraschallwandlern

In diesem Kapitel wird die grundlegende Funktionsweise und der Aufbau eines Ultraschallwandlers erläutert. Hierbei existieren 3 Wandlertypen: piezoelektrische Ultraschallwandler, kapazitive mikromechanische Ultraschallwandler (CMUTs) und piezoelektrische mikromechanische Ultraschallwandler (PMUTs).
Ultraschall beginnt ab einer Frequenz von $20\,\mathrm{kHz}$ bis $1\,\mathrm{GHz}$ und bietet diverse Möglichkeiten für die Sensor- und Aktortechnik [25].

2.6.1 Aufbau und Funktionsweise des piezoelektrische Ultraschallwandler

Der piezoelektrische Ultraschallwandler basiert auf dem piezoelektrischen Effekt. Dieser Effekt beschreibt die Änderung der elektrischen Polarisation und der damit erzeugten Spannung im piezoelektrischen Material bei Verformung. Umgekehrt tritt der Effekt auf, dass sich das piezoelektrische Material verformt, nachdem eine Spannung angelegt wurde. [30]
Abbildung 2.10 zeigt die wichtigsten Bestandteile eines piezoelektrischen Ultraschallwandlers im Halbschnitt. Dabei dienen Gehäuse und Vergussmasse dem Schutz der inneren drei Schichten. Oftmals ist es wichtig, dass nur wenige Zyklen von Ultraschallimpulsen gesendet werden und kein Ultraschall in die

entgegengesetzte Richtung des Wandlers ausgesendet wird. Hierfür dient die Pufferschicht (blau), welche für eine hohe Ultraschalldämpfung mit der an die Piezokeramik angepassten akustischen Impedanz sorgt. [31]

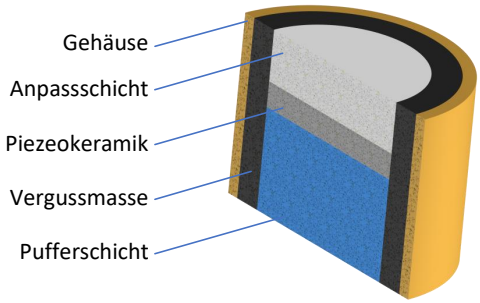


Abbildung 2.10: Schematischer Aufbau eines piezoelektrischen Ultraschallwandlers

Die mittlere dunkelgraue Schicht stellt die Piezokeramik dar. Dabei wurde die elektrische Kontaktierung der Übersicht halber ausgeblendet. Die Piezokeramik kann mit Hilfe einer angelegten Spannung zur mechanischen Deformation angeregt werden [32]. Dabei bestimmt die Geometrie über die Resonanzfrequenz des piezoelektrischen Wandlers. Typischerweise nimmt der erzeugte Schalldruck des Wandlers bei Frequenzverschiebungen um die Resonanzfrequenz sehr schnell ab. Die Wandler sind damit schmalbandig. [33]
Die akustische Impedanzanpassung mit der hellgrauen Anpassschicht ist notwendig, da der Übergang von einem Medium zu einem zweiten mit einem sehr großen akustischen Impedanzunterschied zu sehr hohem Schalldruckverlust führt [34]. Gleichung 2.12 gibt die Reflexion R des Schalls an einem Materialübergang an [7]. Dabei steht Z für die jeweilige akustische Impedanz des Materials. Die akustische Impedanz von Luft beträgt etwa $0.4 \times 10^3 \, \frac{\mathrm{kg}}{\mathrm{m^2 s}}$, die von üblichem piezokeramischen Material PZT (Blei-Zirkonium-Titanat) etwa $3 \times 10^7 \, \frac{\mathrm{kg}}{\mathrm{m^2 s}}$. Daraus ergibt sich eine Schallreflexion beim Übergang von PZT zu Luft von R = 0.99995, d.h. es wird $99.995\,\%$ reflektiert und nur $0.005\,\%$ transmittiert. Wenn man nun als Anpassschicht z.B. ein Epoxidharz mit einer akustischen Impedanz von etwa $2 \times 10^6 \, \frac{\mathrm{kg}}{\mathrm{m^2 s}}$ verwendet, dann wird zwar die Menge an Übergängen verdoppelt, jedoch liegt die Reflexion effektiv nur noch bei $99.94\,\%$ und die Transmission bei $0.06\,\%$. Der im Medium Luft ankommende Schalldruck wurde mit der Anpassschicht verzehnfacht. Mit dieser Methode können mehrere verschiedene Materialien übereinander geschichtet werden, damit beim Übergang möglichst viel Schalldruck von einem in das andere Medium übertragen wird. [35]

$$R = \left(\frac{Z_1 - Z_2}{Z_1 + Z_2} \right)^2 \tag{2.12}$$

Piezoelektrische Ultraschallwandler sind träge und benötigen für Ein- und Ausschwingvorgänge mehrere Perioden. Abbildung 2.11 zeigt das Signal eines Ultraschallwandlers, welcher mit 8 Ultraschall Impulsen (blau) angeregt wurde. Dabei ist deutlich zu erkennen, dass die Amplitude der Hüllkurve des empfangenen Signals (orange) langsam steigt und anschließend wieder fällt. Der Wandler schwingt ein und anschließend wieder aus. Mit diesem typischen Verhalten der Ultraschallwandler sind schnelle Signaländerungen nur sehr schwer zu realisieren. [36]

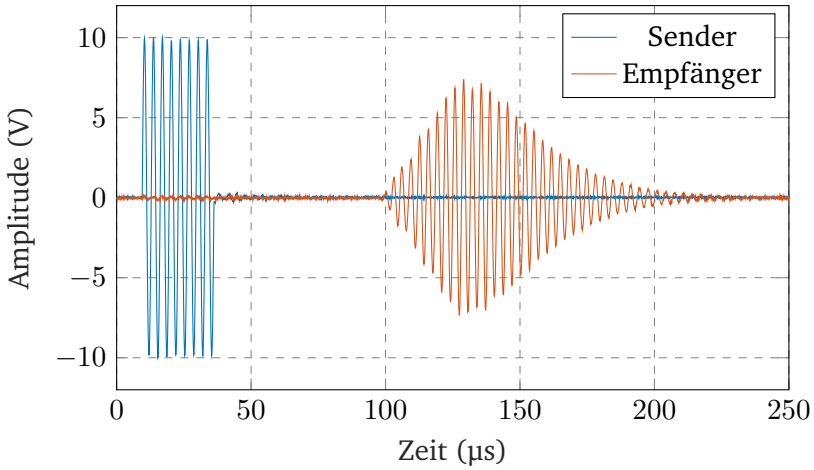
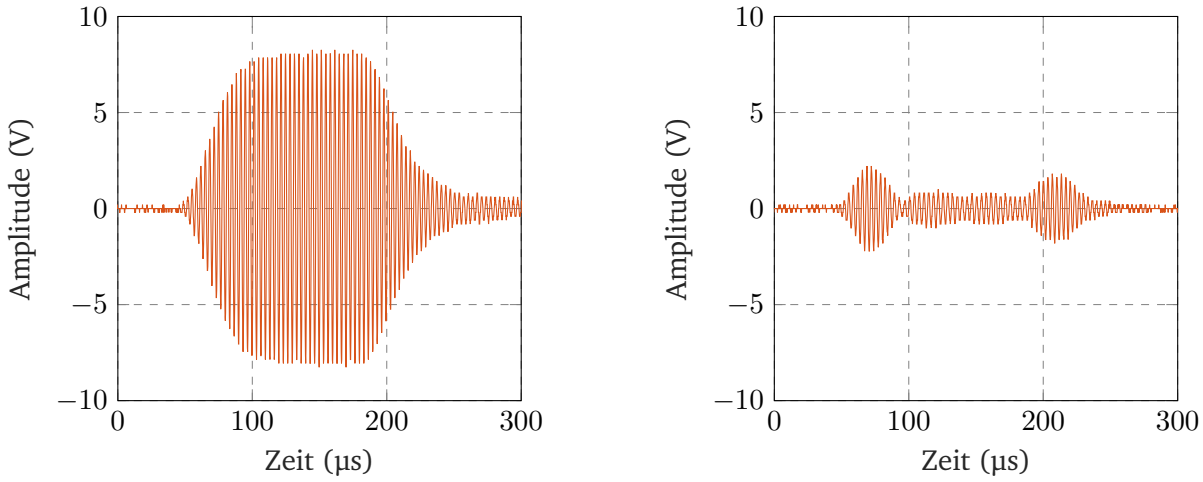


Abbildung 2.11: Schwingungsverhalten eines Ultraschallempfängers nach Anregung mit 8 Ultraschall Impulsen der Resonanzfrequenz.

Für die Abbildung 2.12 wird der Ultraschallwandler mit 40 sinusförmigen akustischen Zyklen angeregt. Der Ultraschallwandler arbeitet somit als Empfänger. Dabei wird die Anregung des Wandlers in seiner Resonanz (Abb. 2.12a) und neben seiner Resonanz (Abb. 2.12b) gegenübergestellt. Es wird deutlich, dass die Amplitude bei Anregung neben der Resonanz stark abnimmt. Zusätzlich ändert sich die Hüllkurve, es entstehen Schwebungen.



(a) Anregung in Resonanz (300 kHz)

(b) Anregung neben der Resonanz (280 kHz)

Abbildung 2.12: Gegenüberstellung der Anregung eines Ultraschallwandlers in und neben seiner Resonanz mit 40 sinusförmigen akustischen Zyklen.

2.6.2 Aufbau und Funktionsweise des CMUTs

Ein CMUT ist hauptsächlich ein miniaturisierter Kondensator, welcher aus einer dünnen metallisierten, aufgehängten Membran über einem Hohlraum mit einem starren metallisierten Substrat besteht, siehe Abbildung 2.13. Beim Anlegen einer Gleichspannung zwischen den beiden Elektroden wird die Membran ausgelenkt und durch elektrostatische Kräfte zum Substrat hingezogen. Die mechanische Rückstellkraft, die durch die Steifigkeit der Membran verursacht wird, widersteht dieser Anziehung. Folglich kann Ultraschall aus den Schwingungen der Membran bei Anlegen einer Wechselspannung erzeugt werden. [37]

Kapazitive Ultraschallwandler benötigen zusätzlich zu piezoelektrischen Wandlern eine Gleichspannung als Vorspannung um ein elektrisches Feld aufzubauen. Abhängig von der Größe der Vorspannung ist die Effizienz des CMUTs. [38]

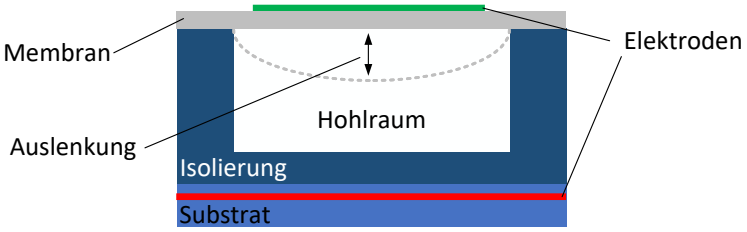


Abbildung 2.13: Aufbau eines CMUTs [37]

2.6.3 Aufbau und Funktionsweise des PMUTs

Ein PMUT (Abb. 2.14) basiert auf dem piezoelektrischen Effekt. Das Ausdehnen und Zusammenziehen der piezoelektrischen Schicht führt zur Erzeugung des Ultraschalls. Im Gegensatz zu den CMUTs benötigen PMUTs keine Gleichspannung als Vorspannung. Gedruckte piezoelektrische Schichtmaterialien können kostengünstig hergestellt werden, führen jedoch in der Regel zu Leistungsverlusten gegenüber herkömmlichen piezoelektrischen Ultraschallwandlern. [37]

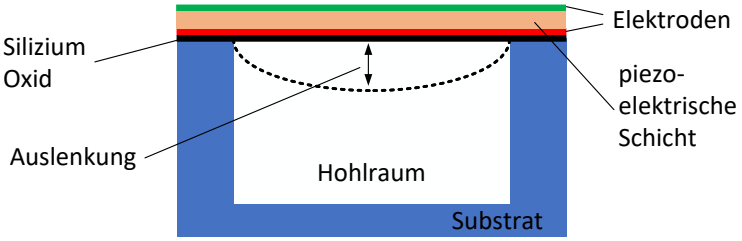
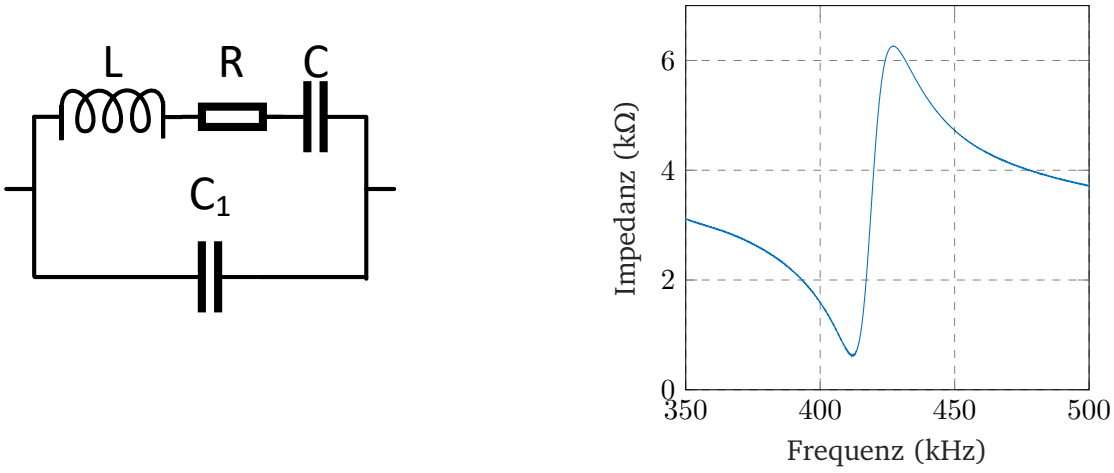


Abbildung 2.14: Aufbau eines PMUTs [37]

2.7 Butterworth van Dyke Modell

Mit Hilfe des Butterworth van Dyke Ersatzschaltbildes kann ein piezoelektrischer Ultraschallwandler in der Nähe seiner Resonanzfrequenz modelliert werden, siehe Abbildung 2.15a. Das Modell besteht aus den in Serie geschalteten Komponenten: Widerstand, Spule und Kondensator und einem parallelen Kondensator. [30]



(a) Butterworth van Dyke Modell

(b) Impedanzkennlinie eines Ultraschallwandlers

Abbildung 2.15: Schematische Laufzeitmessung mittels Ultraschallsensoren

Daraus ergibt sich eine typische Impedanzkennlinie, siehe Abbildung 2.15b. Mit Hilfe der Kennlinie kann die Resonanzfrequenz beim Impedanzminimum und die Antiresonanzfrequenz beim Impedanzmaximum bestimmt werden. Beim Minimum der Impedanz ist der Wandler sehr niederohmig und kann damit seine maximale Leistung in Form von akustischer Energie an das Medium übertragen. Bei der Antiresonanz, dem Impedanzmaximum, kann der Wandler sehr gut als Empfänger genutzt werden, da dieser hier sehr hochohmig ist. [30]
Das Serienresonanzfrequenz f_s kann mit der Gleichung 2.13 berechnet werden [39].

$$f_s = \frac{1}{2\pi\sqrt{LC}} \tag{2.13}$$

Abbildung 2.16 zeigt einen typischen Frequenzverlauf eines Ultraschallwandlers. Der Wandler lässt sich mit einer Bandpass Charakteristik gut vergleichen. Damit kann der Ultraschallwandler auch über die Güte Q (Gl. 2.14), bestehend aus der Bandbreite B und der Serienresonanzfrequenz f_s, spezifiziert werden. Dabei ergibt sich B über die 3dB-Eckfrequenz, also der Differenz der beiden Frequenzen, bei der die Amplitude jeweils um $3\,\mathrm{dB}$ gegenüber f_s abgenommen hat.

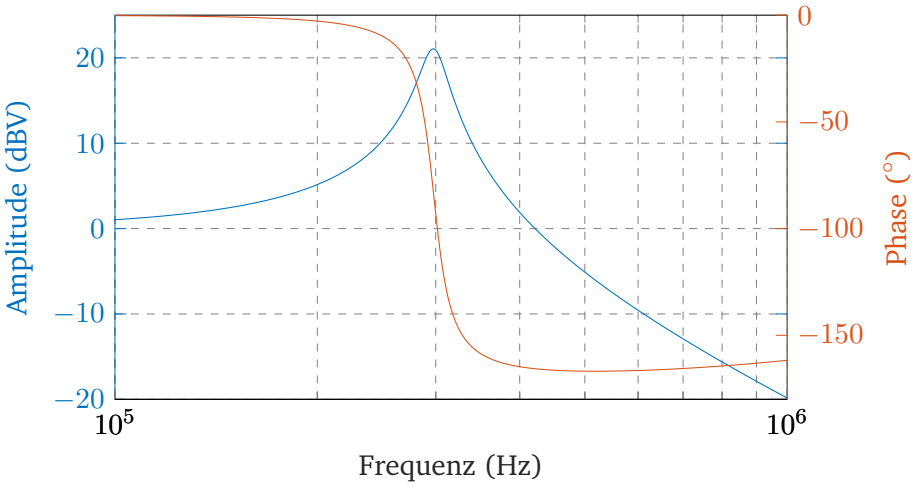


Abbildung 2.16: Typischer Frequenzverlauf eines Ultraschallwandlers über Amplitude und Phase.

$$Q = \frac{f_s}{B} \qquad B = f_s|_{\text{-3dB, oberhalb}} - f_s|_{\text{-3dB, unterhalb}} \tag{2.14}$$

2.8 Akustische Apertur

Apertur steht für Öffnung. Sie begrenzt den Fluss des Schalls durch ein akustisches System, ähnlich einer Blende beim Fotografieren. Abbildung 2.17 zeigt verschiedene Größen von Blenden.

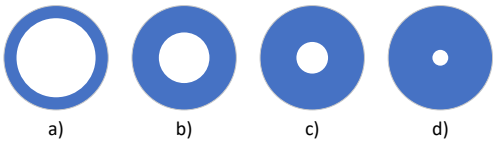


Abbildung 2.17: Schematische Darstellung verschiedener Blenden, von a) groß bis d) klein.

Für die Akustik gilt folgender Satz:

- Der Öffnungswinkel ist indirekt proportional zur Apertur und indirekt proportional zur Ultraschallfrequenz. [40]

Das heißt, dass eine kleine Apertur zu einem großen Öffnungswinkel führt und umgekehrt, siehe Abbildung 2.18.

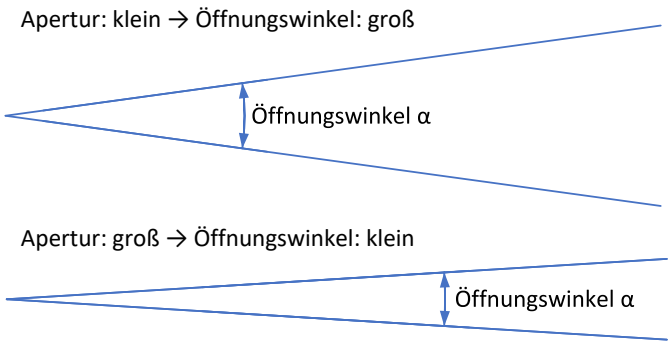


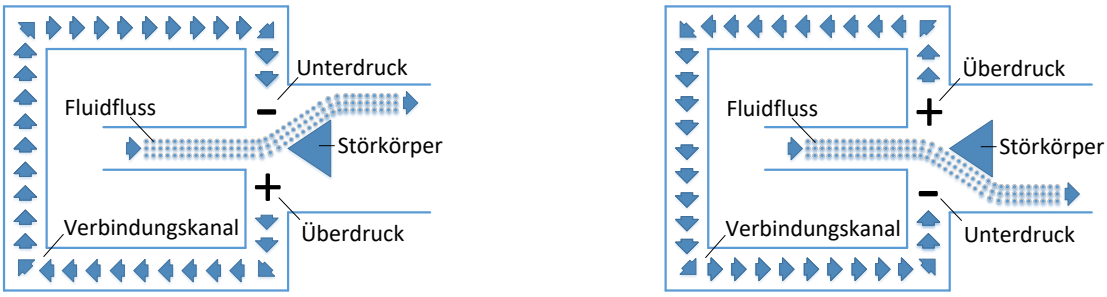
Abbildung 2.18: Schematische Darstellung des Öffnungswinkels zur Apertur bei gleicher Frequenz. [40]

2.9 Fluidistor

Bei der Schallgeschwindigkeitsmessung im Rohr muss bei vielen Verfahren eine Messung stromaufwärts und stromabwärts durchgeführt werden, damit die Durchflussgeschwindigkeit des Mediums aus der Laufzeit herausgerechnet werden kann. Dies kann mit Hilfe des Fluidistors gelöst werden.
Der Fluidistor ist eine strömungsmechanische Vorrichtung, die aus einem Druckeingang einen Frequenzausgang erzeugt [41]. Dieser Abschnitt erläutert die Funktionsweise und den Aufbau des Fluidistors.

2.9.1 Funktionsweise und Aufbau

Der Fluidistor besteht aus zwei essentiellen Komponenten: Dem Störkörper und dem Verbindungskanal. Der Fluidfluss wird durch den Störkörper abgelenkt und fließt beispielhaft oberhalb des Störkörpers vorbei (Abb. 2.19a). Dies führt zu einem Unterdruck an der oberen Öffnung des Verbindungskanals. Dieser Unterdruck wird durch den Verbindungskanal ausgeglichen und führt zu einem Überdruck an der unteren Öffnung des Verbindungskanals. Das führt dazu, dass ein Fluidfluss im Uhrzeigersinn im Verbindungskanal entsteht. Die Strömung im Verbindungskanal drückt nun (gekennzeichnet durch die blauen Pfeile) auf den Fluidfluss kurz vor dem Störkörper und zwingt den Fluidfluss nun unterhalb des Störkörpers vorbeizufließen (Abb. 2.19b). Dies ändert jedoch auch die Tatsache, dass nun unterhalb des Störkörpers ein Unterdruck und oberhalb ein Überdruck entsteht. Die Strömung im Verbindungskanal ändert ihre Richtung gegen den Uhrzeigersinn. Eine abwechselnde Strömung im und gegen den Uhrzeigersinn im Verbindungskanal entsteht, bzw. eine Oszillation des Mediums im Verbindungskanal. Eine präzise Beschreibung der Geometrie kann aus dem Patent „Aufbau einer Messkammer und eines Kammergehäuses eines Fluidistors“ entnommen werden.



(a) Strömung oberhalb des Störkörpers

(b) Strömung unterhalb des Störkörpers

Abbildung 2.19: Funktionsprinzip des Fluidistors

Der Fluidistor wandelt den Fluidfluss proportional in eine sinusförmige Fluid-Oszillation im Verbindungskanal. Demnach entsteht im Verbindungsrohr eine pulsierende Strömung. Dabei führt eine höhere Geschwindigkeit des Fluidflusses zu einer höheren Frequenz. Der Durchfluss ist proportional zur Frequenz. [41]

2.10 Einführung zur Berechnung von Unsicherheiten bei Messungen

Im Allgemeinen ist das Ergebnis einer Messung nur ein Näherungswert oder eine Schätzung des wahren Wertes der zu messenden Größe, so dass das Ergebnis nur von begrenztem Wert ist, wenn es nicht mit einer Angabe zu seiner Unsicherheit versehen ist [42].
Im folgenden Kapitel wird eine kurze Einführung zur Berechnung der Unsicherheit anhand des Beispiels einer Parallelschaltung von zwei unabhängigen Widerständen gegeben. Dabei wird diese mit Hilfe des Gauß'schen Fehlerfortpflanzungsgesetzes berechnet (Gl. 2.15), *T1* gibt dabei die Gewichtung der Unsicherheit an und *T2* den Wert der Unsicherheit. Bei der Gleichung steht s für die Unsicherheit, wobei der Index den Bezug angibt, sowie f für die Funktion und x für die Variable, bzw. den Messwert.

$$s_{\mathrm{f}} = \sqrt{\sum_{i=1}^{n} \left[\underbrace{\left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2}_{T1} \underbrace{(s_{\mathrm{x_i}})^2}_{T2} \right]} \tag{2.15}$$

Für das Beispiel der Parallelschaltung wird der Widerstand mit $R_1 = 50\,\Omega \pm 1\,\Omega$ und mit $R_2 = 100\,\Omega \pm 2\,\Omega$ angegeben, d.h. der Wert der Unsicherheit *T2* wird mit $s_{R_1} = 1\,\Omega$ und $s_{R_2} = 2\,\Omega$ angegeben. Die Berechnung des Widerstands erfolgt mittels Gleichung 2.16, welche f entspricht.

$$f = R_{ges} = \frac{R_1 \cdot R_2}{R_1 + R_2} = \frac{50\,\Omega \cdot 100\,\Omega}{50\,\Omega + 100\,\Omega} = 33.3\,\Omega \tag{2.16}$$

Im nächsten Schritt muss die Gewichtung der einzelnen Unsicherheiten *T1* berechnet werden (Gl. 2.17). Hierfür wird die Gleichung R_{ges} nach den einzelnen Variablen partiell abgeleitet:

$$\frac{\partial R_{\text{ges}}}{\partial R_1} = \frac{{R_2}^2}{(R_1 + R_2)^2} = 0.44 \quad \frac{\partial R_{\text{ges}}}{\partial R_2} = \frac{{R_1}^2}{(R_1 + R_2)^2} = 0.11 \tag{2.17}$$

Nun kann die gesamte Unsicherheit der Parallelschaltung berechnet werden (Gl. 2.18). Das Ergebnis der Parallelschaltung der beiden Widerstände lautet damit $\mathbf{R_{ges} = 33.3\,\Omega \pm 0.49\,\Omega}$.

$$s_{\text{R}_{\text{ges}}} = \sqrt{0.44^2 \cdot (1\,\Omega)^2 + 0.11^2 \cdot (2\,\Omega)^2} = 0.49\,\Omega \tag{2.18}$$

Zusätzlich zur Angabe der Unsicherheit wird dieser oftmals ein Erweiterungsfaktor k zugewiesen. Dieser gibt Auskunft über die statistische Verteilung der Unsicherheit. Bei Angaben in Datenblättern handelt es sich üblicherweise um Gleichverteilungen mit dem Faktor $k = \sqrt{3}$. Messungen sind meistens gaußverteilt. Dabei spezifiziert k die Wahrscheinlichkeit, dass die Abweichung innerhalb der angegebenen Unsicherheit liegt. Bei $k = 1$ bedeutet dies, dass $68\,\%$ aller Messwerte innerhalb der angegebenen Unsicherheit liegen. Im technischen Bereich wird üblicherweise $k = 2$ verwendet. Damit liegen $95\,\%$ aller Messwerte innerhalb der angegebenen Unsicherheit. [42]
Wenn bei der Berechnung Unsicherheiten mit verschiedenen k Faktoren verwendet werden, so müssen diese in den Teil *T2* (Gl. 2.15) mit einfließen, siehe Gleichung 2.19. Das Ergebnis s_f muss anschließend wieder mit dem entsprechenden Faktor k multipliziert werden.

$$(s_{\text{X}_\text{i}})^2 \rightarrow \left(\frac{s_{\text{X}_\text{i}}}{k}\right)^2 \tag{2.19}$$

2.11 Bereits bestehende Fluid-Analysemethoden

In den folgenden Abschnitten sollen bereits bestehende Echtzeit-Analysesysteme für Konzentrationsmessungen bei Fluiden vorgestellt werden.

2.11.1 Endress und Hauser Produkte

Die Firma Endress und Hauser (E + H) mit ihrem Hauptsitz in der Schweiz bietet ein großes Produktportfolio im Bereich der Fluidmesstechnik an. Dabei sind bereits Analysesysteme für Fluide käuflich zu erwerben. Diese basieren auf der Messung der Schallgeschwindigkeit des Mediums. Für Flüssigkeiten existieren die „Teqwave“ Konzentrationsmessgeräte, basierend auf Ultraschall (Abb. 2.20a). Zur Bestimmung des Methangehalts in Biogas wird das Ultraschallmessgerät „Prosonic Flow B“ beworben (Abb. 2.20b). Tabelle 2.5 gibt Aufschluss über die im Datenblatt angegebenen Messunsicherheiten der Systeme. [43]

(a) Teqwave F

(b) Prosonic Flow B 200

Abbildung 2.20: Endress und Hauser Fluidanalyse Produkte [43]

Tabelle 2.5: Messwertabweichungen (E + H) [43]

Teqwave F	**Prosonic Flow B 200**
Dichte: $\pm 0.01\ \frac{\mathrm{g}}{\mathrm{cm}^3}$	Methan: $\pm 2\,\%$ abs.
Temperatur: $\pm 0.5\,\mathrm{K}$	Temperatur: $\pm 0.6\,\mathrm{K}$
Schallgeschwindigkeit: $\pm 2\ \frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$	

2.11.2 Qualitätsüberwachung von Wasserstoff mittels Spektroskopie

Das letzte vorgestellte System zur Reinheitsanalyse, in diesem Fall Wasserstoff, basiert nicht auf der Schallgeschwindigkeit des Fluids, sondern auf der Absorption und Transmission von Licht durch das Fluid [12]. Dieses gängige Verfahren wird zur Analyse verschiedenster Stoffe im Labor verwendet. Dabei ist jedoch normalerweise eine Probenentnahme und eine relativ lange Analysezeit notwendig. Die Universität des Saarlandes entwickelte das Verfahren weiter, so dass dieses in Echtzeit und während des Betriebs die Analyse durchführen kann. Hierfür wurde ein Aufbau entwickelt, der das Hindurchströmen des Gases durch eine ca. 1 m lange Küvette mit Messtechnik ermöglicht (Abb. 2.21). [44, 45]

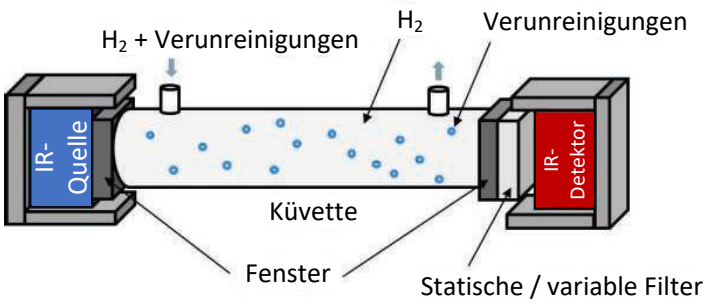


Abbildung 2.21: Schematischer Aufbau der Infrarot Spektroskopie zur Reinheitsanalyse in Echtzeit während des Betriebs[44]

Dabei hat das Verfahren, wie auch die Schallgeschwindigkeitsanalyse, das Problem von Mehrdeutigkeiten. Teile des infraroten Spektrums von Wasserstoff können Spektrum Anteile von Verunreinigungen überlagern

und so die Detektion verhindern. Die vorgestellten und erreichten Genauigkeiten können Tabelle 2.6 entnommen werden. [44]

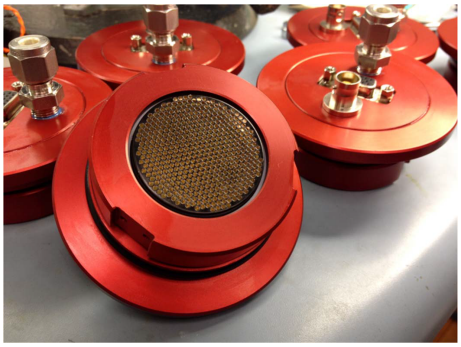
Tabelle 2.6: Messwertabweichungen der Reinheitsanalyse von Wasserstoff (bei 65 bar) [44]

Kohlenstoffmonoxid (CO): $\pm 3\,\%$
Kohlenstoffdioxid (CO_2): $\pm 0.5\,\%$

2.11.3 CERN binäre Gasanalyse

Am Kernforschungszentrum CERN in der Nähe von Genf wurde ein auf Ultraschall basiertes binäres Gasanalysesystem entwickelt, welches zur Konzentrationsmessung des Kältemittels Octafluorpropan (C_3F_8) verwendet wird. Hierfür wurde eine ca. 75 cm lange Röhre entwickelt (Abb. 2.22a), an deren Enden sich jeweils Ultraschallwandler und Temperaturmesseinheiten befinden (Abb. 2.22b). [46]

(a) Analyseröhre



(b) Ultraschall Sensor Array

Abbildung 2.22: Messsystem am CERN [47]

Dabei wird jeweils ein Ultraschallimpuls parallel zum Gasfluss gesendet und die Laufzeit gemessen, sowie ein Ultraschallimpuls antiparallel zum Gasfluss ausgesendet und die Laufzeit gemessen. Die Schallgeschwindigkeit kann aus dem Abstand der Ultraschallwandler und der Mittelung der beiden Laufzeiten bestimmt werden. Zusätzlich wird die Temperatur und der Druck vermessen. Aus diesen Werten kann anschließend mit Hilfe einer hinterlegten Tabelle die Konzentration von Octafluorpropan in Stickstoff bestimmt werden. Die Unsicherheit für die einzelnen Komponenten werden in Tabelle 2.7 angegeben. [48]

Tabelle 2.7: Messwertabweichungen Gasanalyse CERN [46]

Temperatur: $\pm 0.1\,°C$
Druck: ± 1 mbar
Ultraschallwandler Abstand: ± 0.1 mm
Laufzeit: ± 25 ns

2.11.4 Konzentrationsanalysegeräte von Anton Paar

Die österreichische Firma Anton Paar mit ihrem Sitz in Graz stellt diverse analytische Messinstrumente für Labore her. Unter anderem bietet die Firma auch Messsysteme zur Analyse von Konzentrationen und damit die Möglichkeit zur Bestimmung der Reinheit von Fluiden an.

Abbildung 2.23: L-Com 5500 zur Messung der Dichte und Schallgeschwindigkeit [49]

Abbildung 2.23 zeigt das kombinierte Dichte und Schallgeschwindigkeitsmessgerät von Anton Paar. Dieses wird hauptsächlich für die Analyse von Flüssigkeiten eingesetzt. Die Unsicherheiten können aus Tabelle 2.8 entnommen werden.

Tabelle 2.8: Messwertabweichungen der Analyse des L-Com 5500 [49]

Temperatur: $\pm 0.02\,°\mathrm{C}$
Dichte: $\pm 5 \times 10^{-5}\,\frac{\mathrm{g}}{\mathrm{cm}^3}$
Schallgeschwindigkeit (Bereich $800\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}} - 2000\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$): $\pm 0.1\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$

3 Aufbau und Methodik des Messsystems

In den folgenden Abschnitten werden der Aufbau des Messsystems und die zugehörigen Messstände zur Validierung detailliert beschrieben. Zunächst wird auf den Fluidistor eingegangen, der die Fluid-Strömung leitet und in dem die Sensoren integriert sind. Die drei wichtigen Messgrößen Laufzeit (bzw. Schallgeschwindigkeit), Temperatur und Druck werden jeweils in einem Abschnitt betrachtet und erläutert. Abgeschlossen wird das Kapitel mit der Sensordatenverarbeitung mittels Field Programmable Gate Array (FPGA) und dem Messaufbau des Gasanalysesystems.

3.1 Ultraschallsensoreinbringung im Fluidistor

Bei herkömmlichen Messsystemen zur Laufzeitmessung im Rohr werden die Ultraschallwandler jeweils als Sender und Empfänger verwendet, da die Strömung die Schallwellen beschleunigt oder bremst. Es wird ein Puls vom Sender stromaufwärts gesendet und die vergangene Zeit bis zum Empfang gemessen. Anschließend wird zwischen Sender und Empfänger umgeschaltet und ein Puls stromabwärts gesendet. Die Mittelung der beiden Zeitmessungen liefert zusammen mit dem Abstand der beiden Sensoren Aufschluss über die Schallgeschwindigkeit. Das Umschalten der Ultraschallwandler benötigt jedoch relativ viel Zeit, da die Wandler viele Perioden einschwingen und ausschwingen müssen [50]. Während dieser Zeit darf sich die Fluidströmung nicht geändert haben, da sonst das Messergebnis verfälscht wird.
Die sinusförmig oszillierende Schwingung des Fluids im Verbindungskanal des Fluidistors ermöglicht jedoch die Nutzung eines Ultraschallwandlers als dauerhaften Sender und eines weiteren als dauerhaften Empfänger (Abb. 3.1). Die Sinusschwingung kann später durch eine einfache Mittelung eliminiert werden. Der Fluidistor ermöglicht damit eine höhere Messdynamik der Schallgeschwindigkeit mittels Ultraschallwandlern und eine Vereinfachung der elektronischen Ansteuerung der Ultraschallwandler, da diese nicht zwischen Sender und Empfänger umgeschaltete werden müssen.

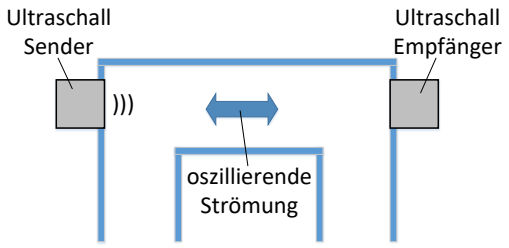


Abbildung 3.1: Schema des Messaufbaus im Fluidistor

Bei herkömmlichen Ultraschalldurchflussmessungen werden die Ultraschallwandler in oder an das Rohr integriert. Aufgrund der Abmessungen der einzelnen Sensoren kann es dabei äußerst schwierig oder unmöglich sein, diese direkt in das Rohr zu integrieren, durch das das Fluid fließt. In Abbildung 3.2 wird ein Rohr mit einem geringen Durchmesser skizziert. Wie in der Grafik gut zu erkennen ist, ist die Krümmung des Rohrs wesentlich größer, als die Höhe der Sensoren. Dies führt zu einem Hineinragen des Sensors oder einer Aussparung, jeweils rot schraffiert. Die Unregelmäßigkeiten in der Geometrie

haben eine turbulente Strömung mit Wirbeln zur Folge, welche Messungen verfälschen. Des Weiteren wird ein gewisser Mindestabstand zwischen den beiden Ultraschallsensoren benötigt, da diese sonst nicht im Fernfeld arbeiten. Der Fluidistor kann eigens für die Ultraschallsensoren konzipiert werden und ermöglicht damit eine Unabhängigkeit der Rohrgeometrie.

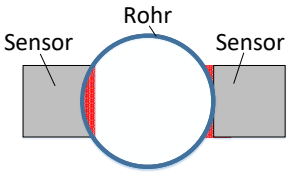


Abbildung 3.2: Schema der Sensorintegration bei geringen Rohrquerschnitten

3.2 Ultraschalllaufzeit

In diesem Teil wird der neue Ansatz der Laufzeitmessung mittels Ultraschall vorgestellt. Zunächst wird das Grundprinzip erläutert, dann werden die Ansteuerelektronik, sowie die Messunsicherheit und der Messaufbau zur Validierung präsentiert. Das Verfahren ist zusätzlich detailliert in den Patenten „Resonanzsprungverfahren“, „Bestimmen einer Durchflussmenge eines Fluids mittels Ultraschall im Fluidstor“ und „Untersuchung der Zusammensetzung eines Fluidgemischs mittels Ultraschall in einem Fluidstor“ beschrieben.

3.2.1 Relative Laufzeitmessung mittels Phasenverschiebung

Das neu entwickelte Verfahren der relativen Laufzeitmessung basiert auf der kontinuierlichen Aussendung von Ultraschallwellen und kann zur Durchflussmessung im Fluidistor verwendet werden. Die Ultraschallwellen werden in Abbildung 3.3 als schwarze Sinuswellen zwischen Sender und Empfänger dargestellt. Elektrische Signale werden rechteckförmig abgebildet. Dabei wird die Phasenverschiebung φ zwischen dem Referenzsignal und dem Empfängersignal vermessen (Referenzfrequenz = Anregungsfrequenz).

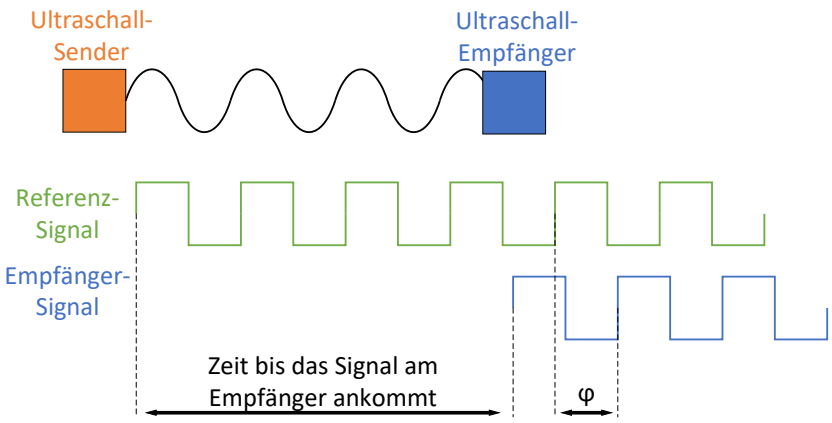


Abbildung 3.3: Schema der Phasenverschiebung mittels kontinuierlichen Ultraschallwellen

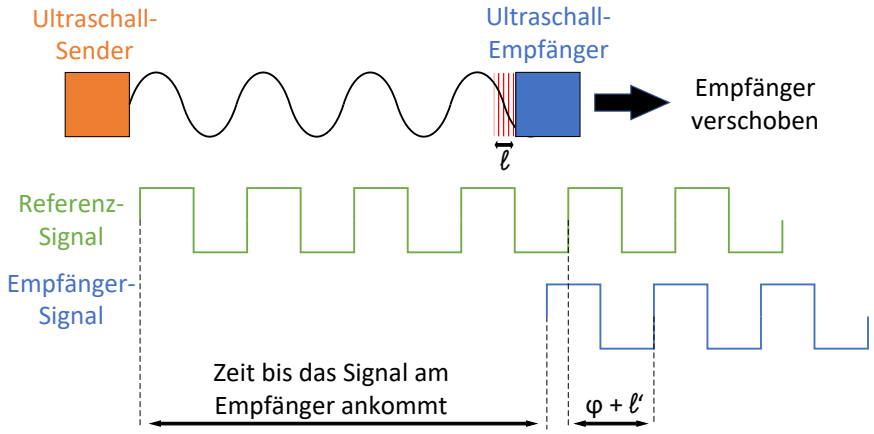


Abbildung 3.4: Schema der Phasenverschiebung mit verändertem Abstand der Ultraschallsensoren

Wenn sich nun die Laufzeit zwischen Sender und Empfänger innerhalb einer Periode T des Referenzsignals ändert, in dem z.B. die Strecke zwischen Sender und Empfänger um l erhöht wird (Abb. 3.4), dann ändert sich auch die Phasenverschiebung zwischen dem Referenzsignal und dem Empfängersignal. Die Phasendifferenz wird größer, symbolisch dargestellt als $\varphi + l'$.

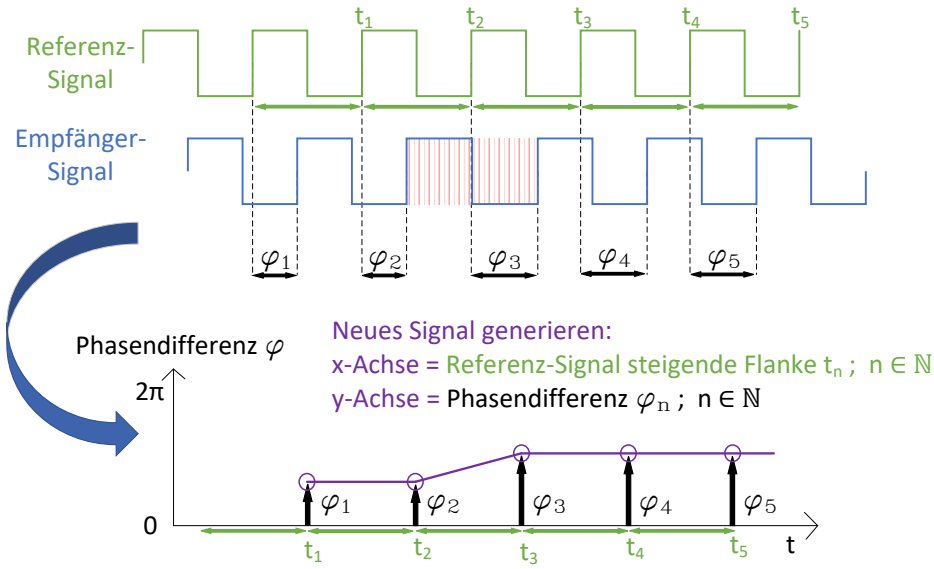


Abbildung 3.5: Schema der Phasenverschiebung und Messung der Phasendifferenz

Abbildung 3.5 erläutert schematisch die Phasendifferenzmessung und den daraus neu generierten Graphen. Bei der Phasendifferenzmessung wird jeweils die Phasenverschiebung zwischen der steigenden Flanke des Referenzsignals (grün) und der steigenden Flanke des Empfängersignals (blau) vermessen. Daraus ergibt sich φ_n mit einem Wertebereich von $\{\varphi_n \mid 0 \leq \varphi_n < 2\pi\}$. Für den neu generierten Graphen (lila) wird die vermessene Phasendifferenz φ_n immer zur steigenden Flanke des Referenzsignals auf der y-Achse aufgetragen (t_n). Daraus ergibt sich der neu generierte Graph, der die Phasenverschiebung über die Zeit darstellt.
Während der rot markierten Periode des Empfängersignals wurde der Abstand zwischen den beiden

Ultraschallwandlern erhöht. Dies führt zu einer Streckung dieser Periode, ähnlich dem Dopplereffekt. Die Phasendifferenz wird größer (φ_3). Nach der Änderung des Abstands (ab t_3) stimmt die Periode des Empfängersignals wieder mit der des Sendersignals (= Referenzsignals) überein. Die Phasendifferenz hingegen behält den größeren Wert bei. Die Phasendifferenzmessung (lila) zeigt somit die Laufzeit der beiden Ultraschallwandler innerhalb einer Periode, sowie eine Laufzeitänderung durch die Steigung des Graphen an.
Mit Hilfe der Phasendifferenzmessung kann die relative Laufzeit zwischen Ultraschallsender und Ultraschallempfänger sehr präzise vermessen werden. Damit können auch geringste Bewegungen des Schallwellen tragenden Mediums zwischen den Ultraschallwandlern detektiert werden.

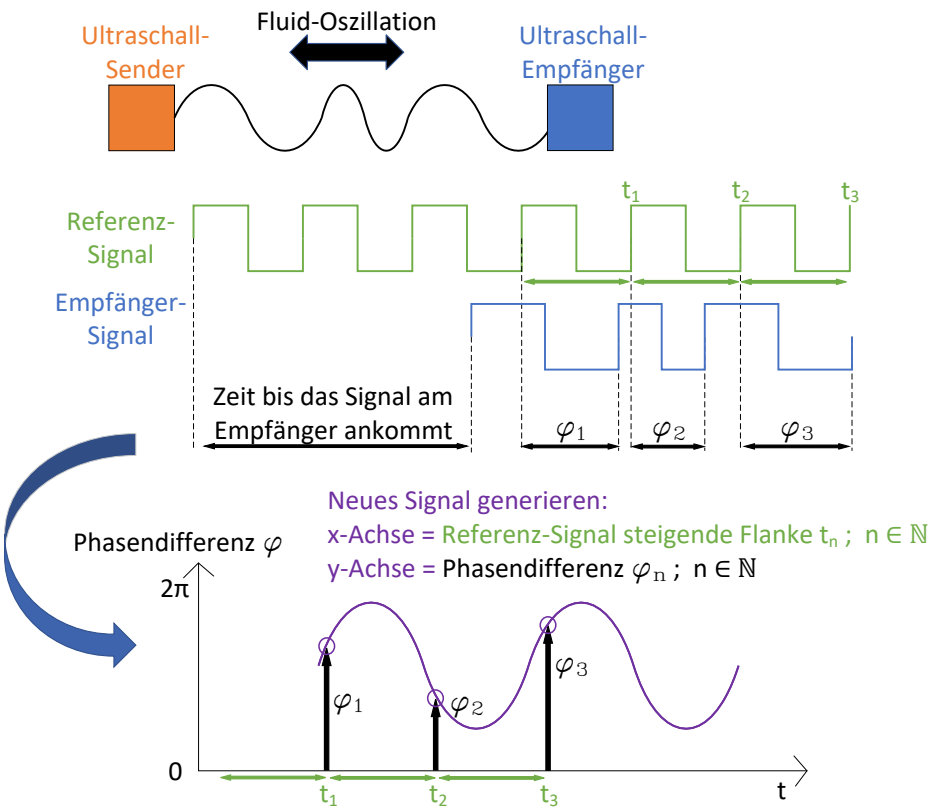
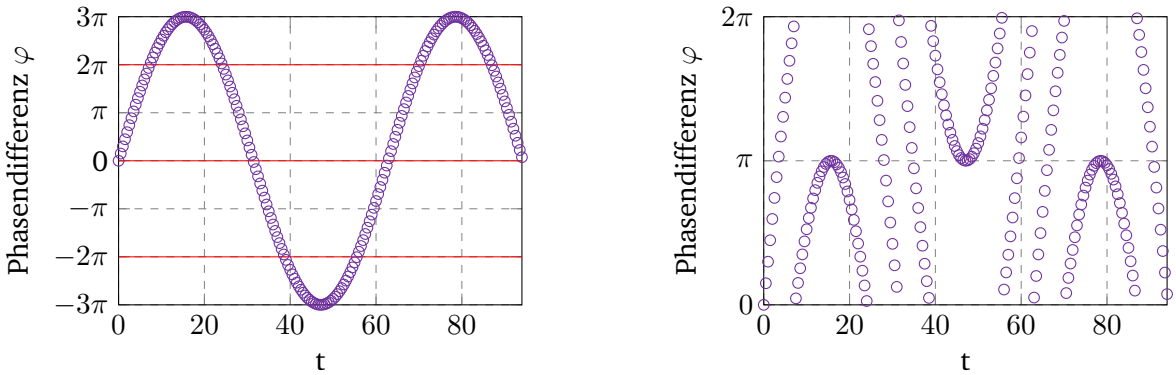


Abbildung 3.6: Schema der Phasenverschiebung bei Fluidoszillation und zur Detektion der Fluidoszillation aus der Phasendifferenzmessung. In der Realität ist die Referenzfreqeuenz (grün) wesentlich höher, als die neu generierte Frequenz (lila).

Wenn das Fluid zwischen den Ultraschallwandlern oszilliert, wie dies im Fluidistor der Fall ist, führt die Mediums-Oszillation zu einer Oszillation der Empfängerfrequenz (Abb. 3.6). Wird die Ultraschallwelle vom Sender zum Empfänger hin beschleunigt, erhöht sich damit die Periode der Ultraschallwelle und damit auch des Empfängersignals, ähnlich dem Dopplereffekt. Wird die Ultraschallwelle vom Sender zum Empfänger hin verlangsamt, dann wird die Periode verkürzt. Dies wird schematisch durch die Änderungen von φ_1 zu φ_2 dargestellt ($\varphi_1 > \varphi_2$).

Aus der Oszillation der Phasendifferenz lässt sich anschließend die Frequenz des oszillierenden Fluids zurückgewinnen. Hierfür wird bei jeder steigenden Flanke des Referenzsignals die Phasenverschiebung detektiert und auf der y-Achse aufgetragen (Abb. 3.6). Mit diesem Verfahren kann die Frequenz des oszillierenden Fluids rekonstruiert werden (in lila dargestellt) und damit auch die Durchflussmenge mit

dem Fluidistorprinzip bestimmt werden [41]. Dabei muss die Referenzfrequenz höher als die maximale Oszillationsfrequenz sein, so dass das Nyquist-Kriterium erfüllt ist. Die Phasendifferenz gibt damit Aufschluss über die relative Laufzeitänderung innerhalb einer Periode des Referenzsignals.



(a) $\varphi(t) = 3\pi \cdot sin(t)$ **(b)** $\varphi(t) = 3\pi \cdot sin(t)\ mod\ 2\pi$

Abbildung 3.7: Änderung der Sinusfunktion, wenn die „Modulo Funktion“ darauf angewendet wird.

In Abbildung 3.7 liegt die Verschiebung (Phasendifferenz φ) zwischen dem Referenzsignal und dem Empfängersignal zwischen -3π und +3π. Da das Messsystem jedoch nur im Wertebereich einer Periode 2π des Referenzsignals messen kann, wird der Sinus nicht wie in Abbildung 3.7a aufgelöst, sondern das Messergebnis sieht wie in Abbildung 3.7b aus. Mathematisch bedeutet dies, dass die Ergebnisse der Phasendifferenzmessungen durch den eingeschränkten Bereich der Referenzfrequenz (2π) immer mit der „Modulo Operation“ behaftet sind.
Hierbei wird deutlich, dass mit dem Phasendifferenzverfahren allein keine absolute Schallwellenlaufzeit vom Ultraschallsender zum Ultraschallempfänger ermittelt werden kann, da bis jetzt kein mathematisch Inverses zur „Modulo Funktion“ existiert [51].
Die Phasendifferenzmessung kann für die Durchflussmessung mittels Fluidistor verwendet werden und kann die Laufzeit der Ultraschallwellen sehr präzise innerhalb einer Periode des Referenzsignals auflösen. Für eine absolute Messung der Laufzeit ist das Verfahren alleine jedoch ungeeignet, da das Messergebnis mehrdeutig ist. Es existiert keine Information über die Anzahl der verschobenen ganzen Perioden.

3.2.2 Resonanzsprungverfahren

Zur Eliminierung der Mehrdeutigkeiten in der Phasendifferenzmessung wurde das Resonanzsprungverfahren entwickelt. Zuerst wird das Prinzip und der technisch nutzbare Effekt erläutert und anschließend wird das Resonanzsprungverfahren validiert.

Prinzip

Für das Resonanzsprungverfahren muss der Ultraschallsender mit einer Frequenz leicht über oder unter seiner Eigenfrequenz betrieben werden. Beispielsweise bei 290 kHz, wenn die Eigenfrequenz 310 kHz beträgt. Das elektrische Anregungssignal des Ultraschallsenders wird für eine Periode entkoppelt, siehe Abb. 3.8. Dies führt bei dem Ultraschallwandler nicht zu einer Unterbrechung des Schallwellenaussendens, sondern dieser geht in eine freie gedämpfte Schwingung über. Dabei ändert der Ultraschallwandler sehr schnell ohne äußeres Einwirken seine Frequenz hin zu seiner Eigenfrequenz: Die Periode wird kleiner T-κT. Der Wandler beginnt in Resonanz zu schwingen. Nach der Entkopplung wird der Ultraschallwandler wieder leicht neben der Eigenfrequenz angeregt. Der Ultraschallwandler ändert seine Frequenz wieder hin

zur Anregungsfrequenz, die Periode wird größer $T+\kappa T$. Anschließend schwingt der Wandler wieder mit der Anregungsfrequenz, der Periode T.

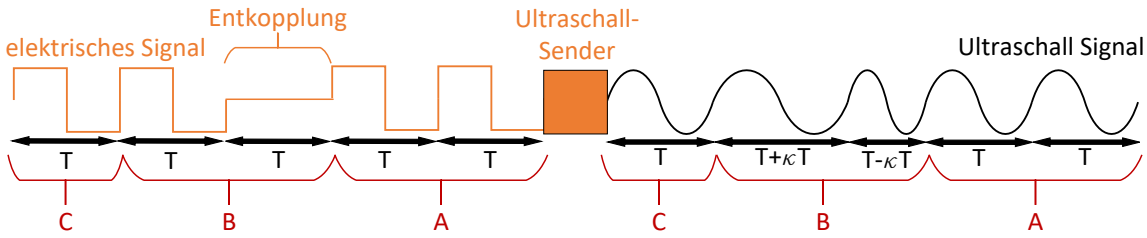


Abbildung 3.8: Schematische Darstellung des Resonanzsprungverfahrens. Die Entkopplung des elektrischen Ansteuerungssignals für eine Periode führt zu einer Frequenzmodulation der Schallwellen, gekennzeichnet durch die Periodenänderung T-κT und T+κT mit $\{\kappa \mid 0 < \kappa < 1\}$. Die Abschnitte A, B, C stellen jeweils das Äquivalent von elektrischem zu Ultraschallsignal dar.

Die deutliche Signaländerung (Abb. 3.9) im Phasendifferenzsignal (Kapitel 3.2.1) ist auf die zeitlich schnelle Frequenzmodulation des Resonanzsprungverfahren zurückzuführen. Die rot markierten Abschnitte A, B, C zeigen die Auswirkung der einzelnen Abschnitte des Resonanzsprungverfahren (Abb. 3.8) auf das Phasendifferenzsignal. Dabei ist im Abschnitt B zu erkennen, dass die Phasendifferenz φ zu erst geringer wird (T-κT) und anschließend größer (T+κT). Diese Änderung kann sehr gut, z.B. mittels Korrelation detektiert werden. Der Abstand $\boldsymbol{\tau}$ zwischen dem Entkopplungssignal (orange) und der Phasendifferenz (lila) gibt Aufschluss über die Signallaufzeit vom Ultraschallsender zum Ultraschallempfänger. Da die x-Achse t die ganzzahlige Anzahl der Perioden des Referenzsignals darstellt (Kapitel 3.2), gibt $\boldsymbol{\tau}$ genau an, um wie viele ganzzahlige Perioden das Empfängersignal zum Referenzsignal verschoben ist. Die notwendige Information zur Laufzeitbestimmung, welche bei der Phasendifferenzmessung ohne Resonanzsprungverfahren nicht ermittelt werden kann.

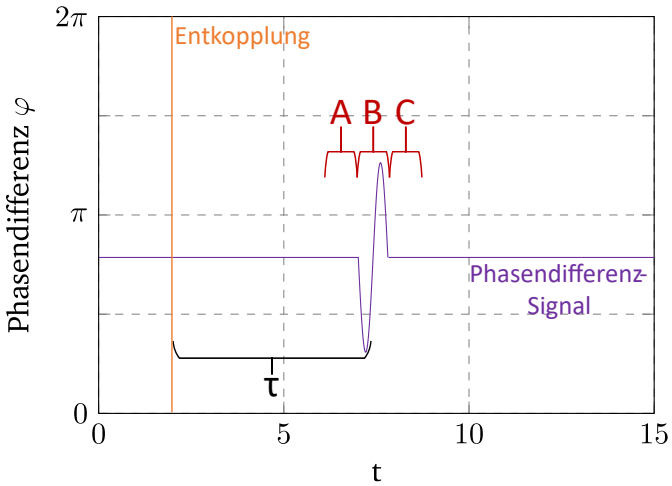


Abbildung 3.9: Schema des Phasendifferenzsignals bei Anwendung des Resonanzsprungverfahrens. Die orange Flanke markiert die Entkopplung des Ultraschallwandlers für eine Anregungsperiode. Das lila Signal zeigt das Ergebnis der Phasendifferenzmessung. Der Abstand $\boldsymbol{\tau}$ ist von der Laufzeit der Ultraschallwellen abhängig.

Theorie und Simulation

Ein Ultraschallwandler kann als mechanisches Feder-Masse-Dämpfer System (Abb. 3.10a) oder als elektrischer RLC Schwingkreis (Abb. 3.10b) modelliert werden [52, 53, 54, 55], siehe Kapitel 2.7. Wenn man die Masse in Abbildung 3.10a in der vertikalen Achse auslenkt und anschließend sich selbst überlässt, beginnt die Masse zu schwingen. Da es sich um eine gedämpfte Schwingung ohne konstante äußere Anregung handelt, wird das System nach dem Hookeschen Gesetz mit seiner Eigenfrequenz in Resonanz schwingen [7]. Das System führt eine freie gedämpfte Schwingung aus.

(a) mechanisches Modell des Ultraschallwandlers **(b)** elektrisches Modell des Ultraschallwandlers

Abbildung 3.10: Analogie des piezoelektrischen Ultraschallwandlers

Das Resonanzsprungverfahren basiert auf dem physikalischen Effekt der freien gedämpften Schwingung. Wenn der Ultraschallwandler leicht neben seiner Eigenfrequenz angeregt wird und anschließend die äußere Anregung entkoppelt wird, so geht der Ultraschallwandler in eine freie gedämpfte Schwingung über und beginnt in Resonanz zu schwingen.

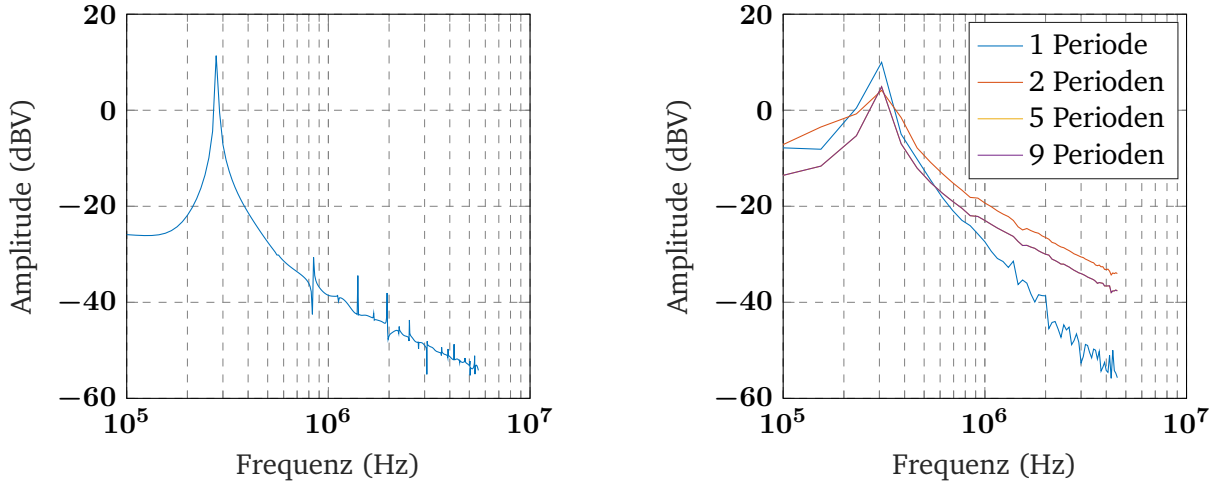
Im folgenden werden nun diverse Simulationen mit LTSpice, welche auf dem Butterworth van Dyke Modell (Kapitel 2.7) basieren, hinsichtlich des Resonanzsprungs durchgeführt. Hierfür werden jeweils transiente Simulationen durchgeführt und mit Hilfe der FFT (Fast-Fourier-Transformation) das Spektrum analysiert. Die Bauteilwerte der Simulation können aus der Tabelle 3.1 entnommen werden. Dabei wird die Serienresonanz f_s und die Güte Q wie in Gleichung 2.13 berechnet. B steht hierbei für die Bandbreite, bestimmt über die 3dB-Eckfrequenzen, siehe Kapitel 2.7.

Tabelle 3.1: Simulationswerte, angelehnt an [56]

Bauteile	**Werte a**	**Werte b**	**Werte c**
Kondensator C_1	90 pF	90 pF	90 pF
Spule L	19.9 mH	19.9 mH	19.9 mH
Widerstand R	5 kΩ	2 kΩ	0.5 kΩ
Kondensator C	14.1 pF	14.1 pF	14.1 pF
Güte Q	7.5	17	43
Serienresonanz f_s	300 kHz	300 kHz	300 kHz

In der ersten Simulation wird der Resonanzsprung mit den Modell-Werten a simuliert, siehe Tabelle 3.1. Die Anregungsfrequenz beträgt 280 kHz. Daraus ergibt sich das Spektrum in Abbildung 3.11a. Abbildung 3.11b zeigt den Resonanzsprungeffekt für das Ausschalten der Anregung für eine verschiedenen Anzahl an Perioden. Dabei fällt auf, dass bereits das Ausschalten für eine Periode reicht, damit das Modell die

Resonanzfrequenz von 300 kHz erreicht. Weitere Perioden des Ausschaltens führen lediglich zu einer Verringerung der Amplitude, da es sich um eine gedämpfte Schwingung ohne Anregung handelt. Für „5 Perioden“ und „9 Perioden“ lässt sich im Spektrum kein Unterschied mehr erkennen, da die Amplitude bereits stark abgenommen hat. Die beiden Kurven liegen übereinander.

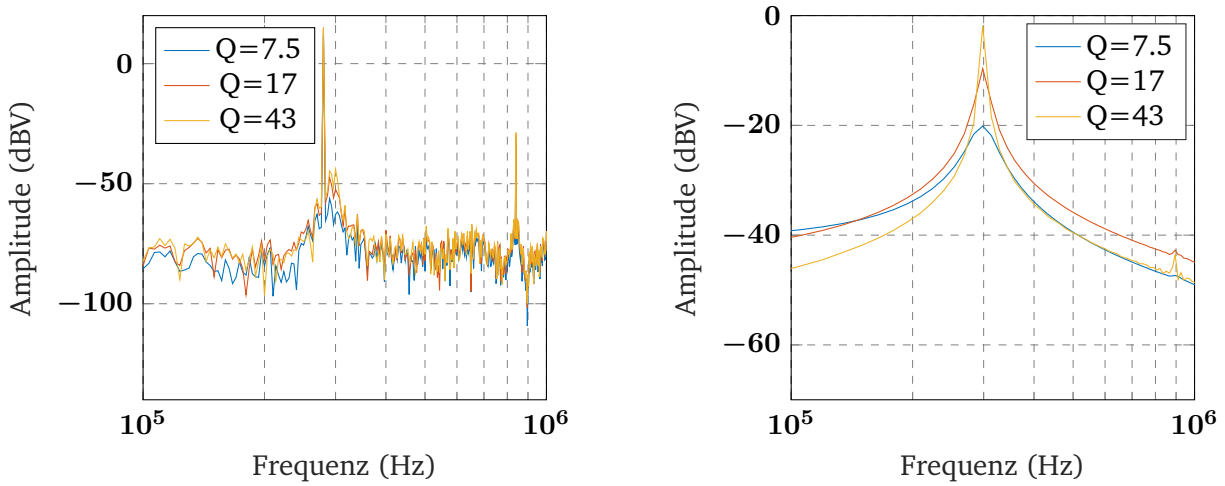


(a) Spektrum bei Anregung mit 280 kHz

(b) Spektrum nach Anregungsstopp

Abbildung 3.11: Simulation des Resonanzsprungs mit unterschiedlicher Anzahl an ausgesetzten Perioden der Anregung.

In der nächsten Simulation (Abbildung 3.12) sollen verschiedene Güten, siehe Tabelle 3.1 simuliert werden. Die Abbildung 3.12a zeigt das Spektrum bei der Anregungsfrequenz 280 kHz. Die Abbildung 3.12b zeigt das Verhalten des simulierten Ultraschallwandlers, nachdem die Anregung gestoppt wurde. Der Ultraschallwandler geht in die Serienresonanz über.



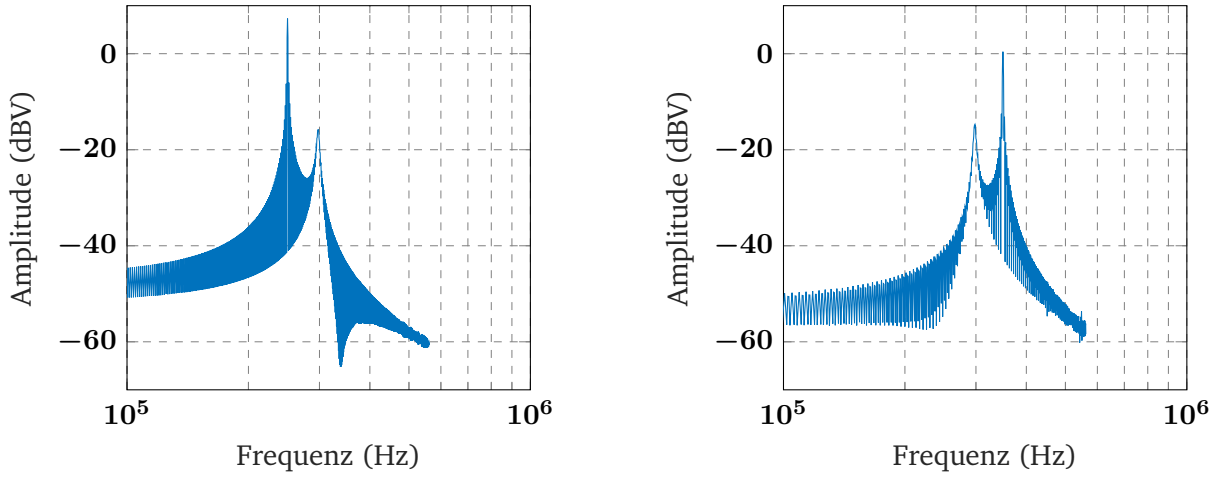
(a) Spektrum bei Anregung mit 280 kHz

(b) Spektrum nach Anregungsstopp

Abbildung 3.12: Simulation des Resonanzsprungs mit verschiedenen Güten.

Die folgenden Simulationen zeigen den Effekt von unterschiedlichen Abständen der Anregungsfrequenz zur Serienresonanzfrequenz. Hierbei wurden die Werte c aus der Tabelle 3.1 verwendet. Erst wurden größere Abstände ca. 17 % mit 250 kHz und 350 kHz Anregung in Abbildung 3.13 dargestellt. Anschließend werden geringer Abstände in Abbildung 3.14 gezeigt. Hieraus wird ersichtlich, dass der Effekt des

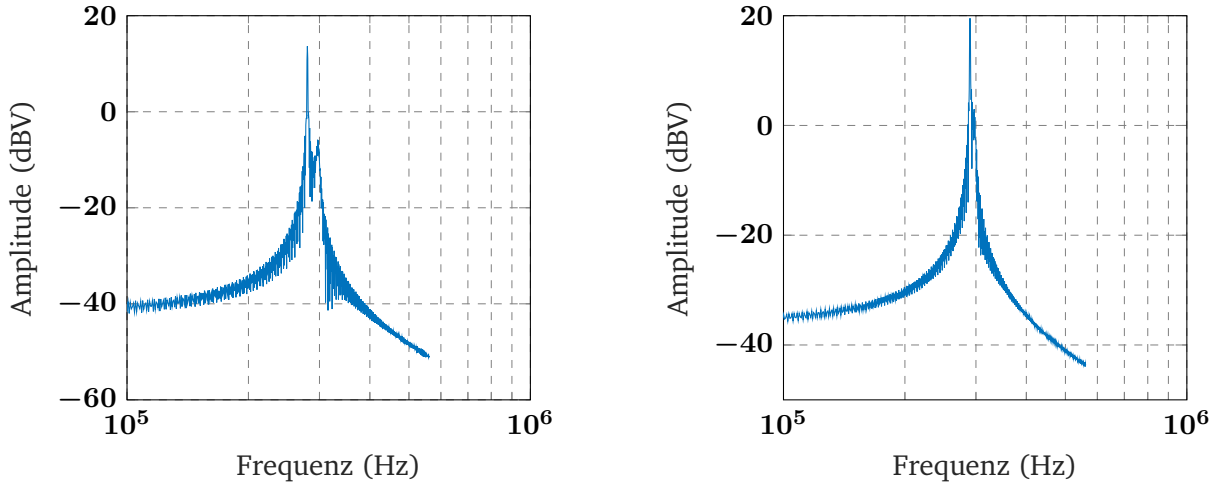
Resonanzsprungs mit steigendem Abstand der Anregungsfrequenz zur Serienresonanz zunimmt. Jedoch nimmt die Anregungsamplitude bei steigendem Abstand zur Serienresonanz ab, wodurch der Signal zu Rauschabstand verringert wird. Es entsteht ein „Tradeoff“.



(a) 250 kHz Anregung und Resonanzsprung

(b) 350 kHz Anregung und Resonanzsprung

Abbildung 3.13: Simulation des Spektrums für den Resonanzsprungs mit 50 kHz Abstand zwischen Anregungsfrequenzen und Serienresonanzfrequenz.



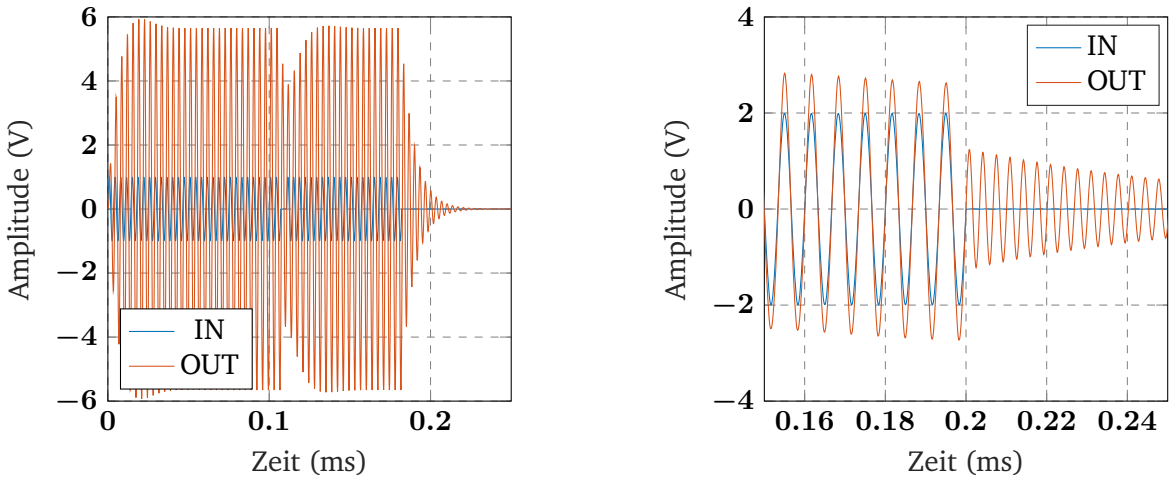
(a) 280 kHz Anregung und Resonanzsprung

(b) 290 kHz Anregung und Resonanzsprung

Abbildung 3.14: Simulation des Spektrums für den Resonanzsprungs mit Anregungen nahe der Serienresonanzfrequenz.

In der folgenden Simulation wird der Zeitbereich analysiert, siehe Abbildung 3.15. Dabei wird in Abbildung 3.15a die Anregung nach ca. 0.1 ms für eine Periode ausgesetzt. Das zugrundeliegende Modell bedient sich den Werten a, Tabelle 3.1. Hier lässt sich gut der Einbruch der Amplitude und der anschließende Einschwingvorgang erkennen. Dabei wird ebenfalls deutlich, dass das Resonanzsprungverfahren nicht eindeutig der Amplitudenmodulation (AM) oder Frequenzmodulation (FM) zugeordnet werden kann. Für AM spricht, dass die Amplitude der Anregung für eine Periode auf 0 V liegt und damit auch die Amplitude des Ultraschallwandlers abnimmt. Für FM spricht, dass sich die Frequenz des Ultraschallwandlers hin zu seiner Serienresonanz ändert. Ein wesentlicher Vorteil des Resonanzsprungverfahren ist die einfach Art der Modulation mittels Anregungsstopp und der damit verbundenen Frequenzänderung. Diese Änderung

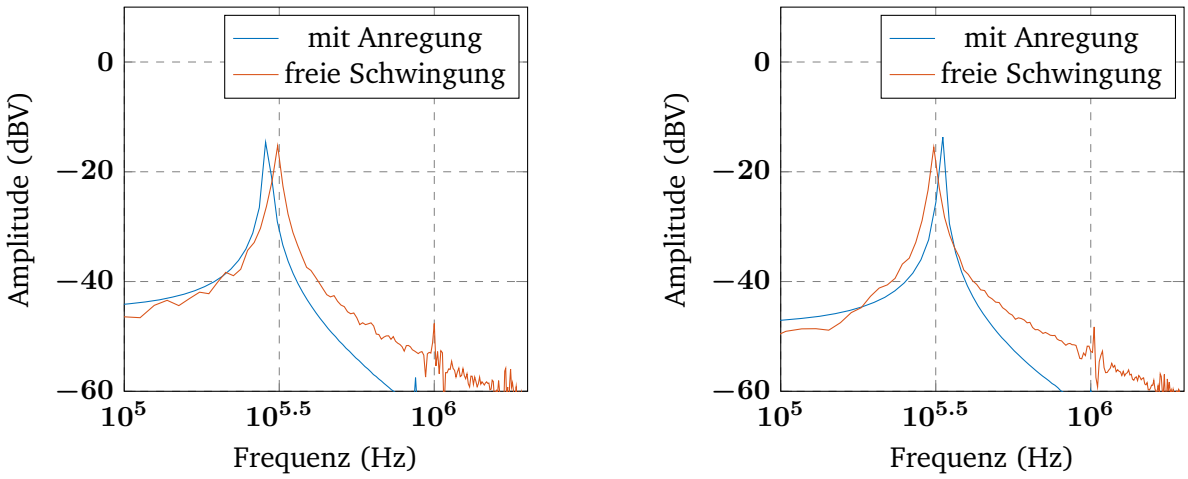
kann mittels Komparator detektiert werden und benötigt keinen teuren und schnellen Analog zu Digital Wandler (ADC).
In Abbildung 3.15b wird nur der Ausschwingvorgang mit den Modellwerten c (Tab. 3.1) betrachtet. Hier wurde der Wandler sehr weit von seiner Serienresonanzfrequenz angeregt. Dabei lässt sich erkennen, dass das Modell keinen langsamen Übergang von der Anregungsfrequenz hin zur Serienresonanzfrequenz aufzeigt.



(a) 280 kHz Anregung

(b) 150 kHz Anregung

Abbildung 3.15: Simulation des Zeitbereichs. Anregung „IN“ in blau, Ultraschallwandler „OUT“ in orange.



(a) Anregungsfrequenz < Eigenfrequenz

(b) Anregungsfrequenz > Eigenfrequenz

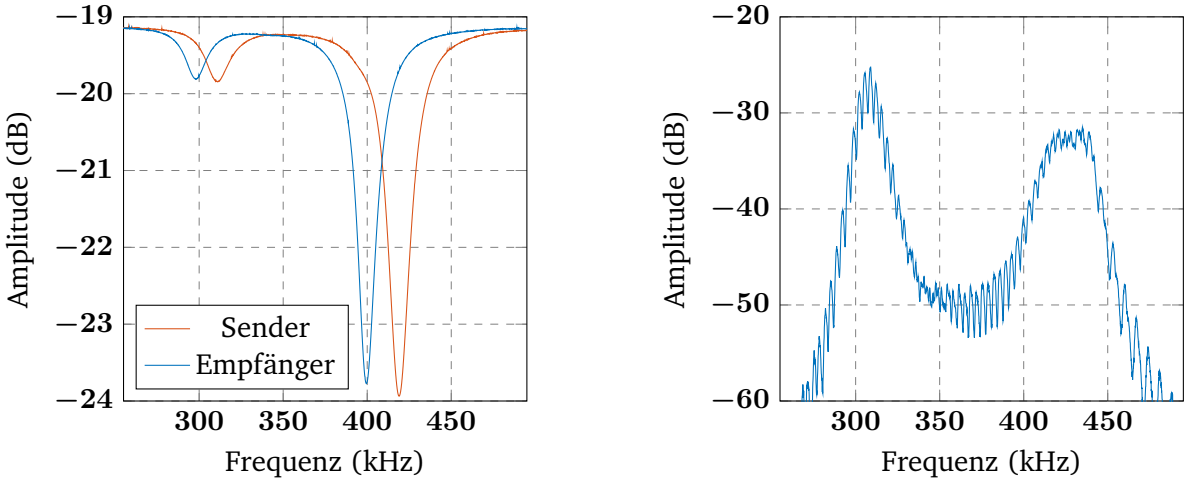
Abbildung 3.16: LTspice Simulation des Resonanzsprungs. Dabei weicht die Anregungsfrequenz jeweils um 6.5 % von der Eigenfrequenz ab. Die blaue Kurve stellt die FFT des Ultraschallwandler-Signals während der Anregung dar, die orange Kurve jeweils die FFT, nachdem die Anregung entkoppelt wurde.

Abbildung 3.16 zeigt die LTspice Simulationsergebnisse für den Resonanzsprungeffekt. Das verwendete Modell des piezoelektrischen Ultraschallwandlers in Luft ist auf die Quelle [57] zurückzuführen und stellt dabei eine Erweiterung des Modells aus Abbildung 3.10b dar. Der Ultraschallwandler wurde 10 Perioden lang mit einer 6.5 % von der Eigenfrequenz abweichenden Sinusfrequenz angeregt und anschließend entkoppelt. Dabei wurde jeweils während der Anregung und nach der Anregung das Spektrum des Ultraschallwandler-Signals mit Hilfe der schnellen Fourier-Transformation (FFT) analysiert. Man erkennt deutlich den zuvor

beschriebenen Effekt des Übergangs zu einer freien gedämpften Schwingung. Die Amplitude des orangen Signals ist niedriger, als die des blauen Signals und es stellt sich jeweils die Resonanzfrequenz ein. Damit kann auch am erweiterten Modell des piezoelektrischen Ultraschallwandlers der Resonanzsprungeffekt gezeigt werden.

Messung

Im Folgenden wird der Resonanzsprungeffekt mit einer Messungen validiert. Hierfür wurden zwei Ultraschallwandler von der Firma Seco Sensor mit einer Arbeitsfrequenz von $300\,\text{kHz} \pm 10\,\text{kHz}$ [58] im Abstand von $l = 48\,\text{mm}$ angeordnet. Die S11 Parameter der Wandler können der Grafik 3.17a entnommen werden. Dabei stehen die Minima jeweils für die Resonanzfrequenzen der Wandler, da hier die Amplitude der Reflexion (S11) am geringsten ist und damit die abgestrahlte Leistung am größten ist. Die Resonanzfrequenz erster Ordnung des Ultraschallsenders liegt bei $310\,\text{kHz}$, die des Empfängers bei $298\,\text{kHz}$. Abbildung 3.17b zeigt die Charakterisierung der Ultraschallstrecke. Dabei fallen die beiden Maxima bei ca. $310\,\text{kHz}$ und $420\,\text{kHz}$ auf, welche hauptsächlich auf die Resonanzfrequenzen des Senders zurückzuführen sind. Dabei ist die Amplitude bei $310\,\text{kHz}$ größer, da für diese Frequenz die Anpassschicht der Ultraschallwandler ausgelegt ist.



(a) S11 Parameter der beiden Ultraschallwandler

(b) S21 Parameter der Ultraschallstrecke

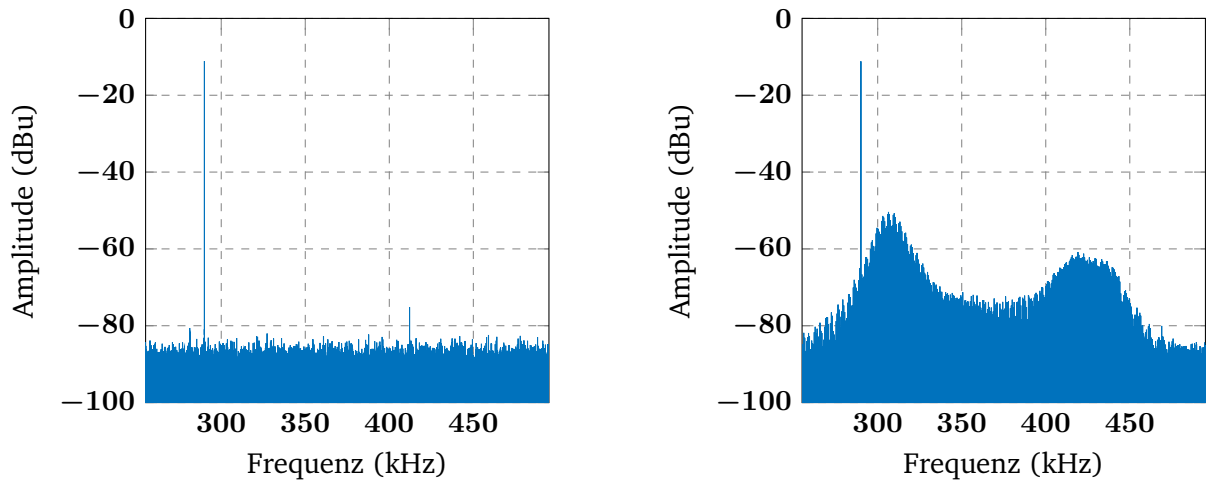
Abbildung 3.17: Vermessung der Ultraschallwandler und der Ultraschallstrecke

$$\lambda = \frac{c}{f} = \frac{343\,\frac{\text{m}}{\text{s}}}{307.3\,\text{kHz}} = 1.116\,\text{mm};\ \frac{343\,\frac{\text{m}}{\text{s}}}{310.7\,\text{kHz}} = 1.104\,\text{mm} \Rightarrow \Delta\lambda = 12\,\mu\text{m} \tag{3.1}$$

$$\frac{l}{\lambda} = \frac{48\,\text{mm}}{1.11\,\text{mm}} \approx 43 \Rightarrow 43 \cdot \Delta\lambda = 0.516\,\text{mm} = \frac{\lambda}{2} \tag{3.2}$$

Auffällig ist außerdem, dass der Amplitude der Kurve scheinbar ein höherfrequentes sinusförmiges Signal überlagert ist. Dies ist auf die Reflexionen der Ultraschallwellen zwischen den Wandlern zurückzuführen, siehe Kapitel 3.2.8. Ein lokales Minima liegt z.B. bei $307.3\,\text{kHz}$, das darauf folgende bei $310.7\,\text{kHz}$. Berechnet man nun die Differenz der Wellenlänge bei einer Schallgeschwindigkeit in Luft von $343\,\frac{\text{m}}{\text{s}}$ [42], dann erhält man $\Delta\lambda = 12\,\mu\text{m}$ (siehe Gl. 3.1). Da der Abstand zwischen den beiden Ultraschallsensoren $48\,\text{mm}$ beträgt (mit λ im Durchschnitt $1.11\,\text{mm}$), sind ungefähr 43 Wellen vom Ultraschallsender zum Empfänger nötig.

Dies führt beim Empfänger genau um eine $\frac{\lambda}{2}$ Verschiebung und damit wieder zu einem lokalen Minima (Gl. 3.2).



(a) Spektrum ohne Resonanzsprungeffekt

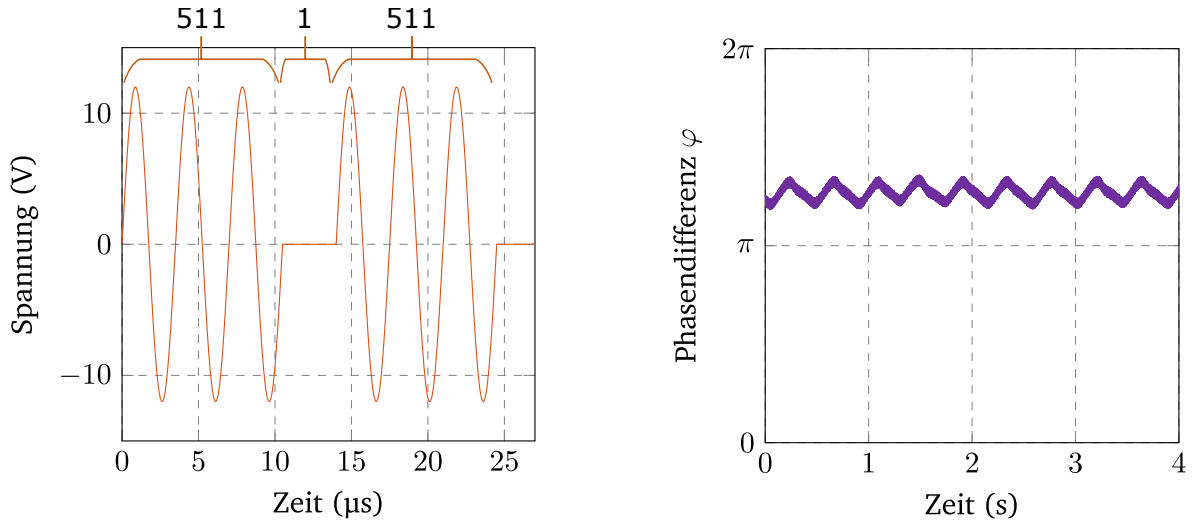
(b) Spektrum mit Resonanzsprungeffekt

Abbildung 3.18: Messung des Ultraschallwandler-Frequenzspektrums bei einer 290 kHz Anregung

In Abbildung 3.18 wird das Spektrum des Ultraschallempfängers mit und ohne Resonanzsprungverfahren dargestellt. Dabei wurde der Ultraschallwandler mit der selbst entwickelten Experimentierplattform [59] mit einem 290 kHz Sinus angeregt (Abb. 3.18a). Für das Spektrum mit Resonanzsprung wurde die sinusförmige Anregung nach 511 Perioden für eine Periode entkoppelt (Abb. 3.18b). Das gemessene Spektrum mit Resonanzsprung zeigt den deutlichen Übergang zu den schwach gedämpften Frequenzen der Ultraschallstrecke, wie in Abbildung 3.17b. Dabei können auch deutlich die periodischen $\frac{\lambda}{2}$ Dämpfungen im Spektrum erkannt werden.
Die wesentlich geringere Amplitude des Resonanzsprungeffekts ist auf das Periodenverhältnis 511:1 und der gedämpften Schwingung zurückzuführen. Damit kann gezeigt werden, dass der Ultraschallwandler beim vorübergehenden Entkoppeln der Anregung nicht nur in eine gedämpfte Schwingung übergeht, sondern auch in Resonanz zu schwingen beginnt. Dieser Effekt wird hier als Resonanzsprung bezeichnet.

3.2.3 Kombination der Phasenverschiebung und des Resonanzsprungverfahrens zur Laufzeitbestimmung im Fluidistor

In diesem Abschnitt wird die Bestimmung der Laufzeit aus der Kombination der Phasendifferenz und des Resonanzsprungverfahrens im Fluidistor erläutert. Dabei wird der Ultraschallsender periodisch mit dem elektrischen Signal (Abb. 3.19a) angeregt. Dieses besteht jeweils aus 511 sinusförmigen Anregungen mit einer Amplitude von 12 V und einer Periode von 0 V Anregung (Kurzschluss).

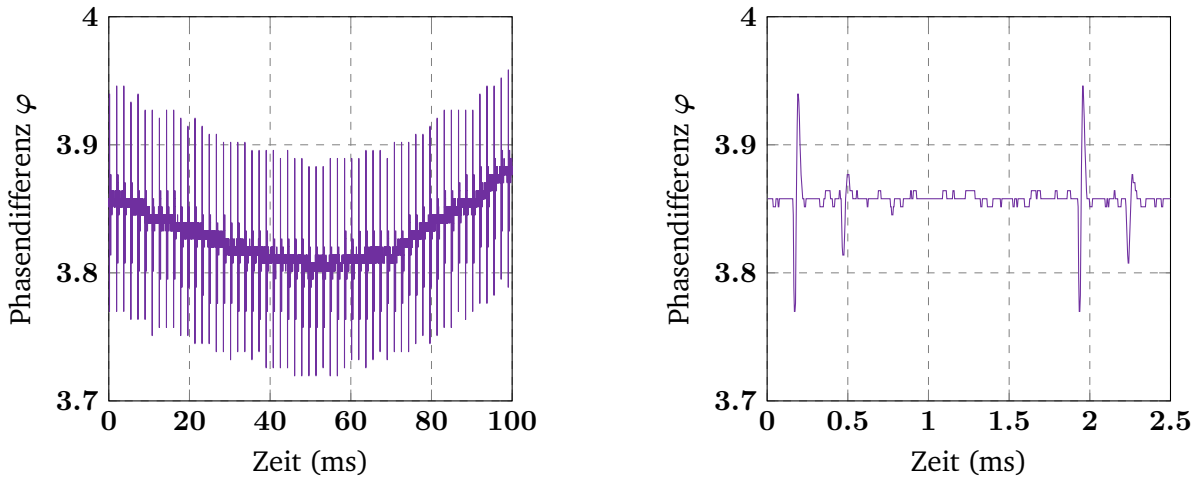


(a) Anregungssignal: 3 Sinuswellen repräsentativ für 511 Sinuswellen und 1 Periode Anregung entkoppeln

(b) 4 s des Phasendifferenzsignals beim Empfänger

Abbildung 3.19: Gesendetes und empfangenes Phasendifferenzsignal zur Laufzeitmessung.

In Abbildung 3.19b werden 4 s des empfangenen, vermessenen Phasendifferenzsignals dargestellt. Dabei erkennt man das sinusförmige Schwingen mit einer Frequenz von ungefähr 2 Hz. Diese Schwingung ist auf die Fluidschwingung im Oszillationskanal des Fluidistors zurückzuführen, mit welcher man mit Hilfe des Fluidistorprinzips den Durchfluss berechnen kann [41].



(a) 100 ms des Phasendifferenzsignals

(b) 2.5 ms des Phasendifferenzsignals

Abbildung 3.20: Vergrößerung des Phasendifferenzsignals beim Empfänger.

Die beiden Abbildungen 3.20 vergrößern jeweils das Phasendifferenzsignal am Empfänger. Dabei erkennt man die für das Resonanzsprungverfahren typischen Signalspitzen. Die Signalspitzen mit einer deutlich geringeren Amplitude sind die jeweiligen Reflexionen des Ultraschalls. Mit Hilfe des Resonanzsprungverfahren kann die Anzahl der ganzen verschobenen Perioden zwischen Referenzsignal und Empfängersignal bestimmt werden, siehe Kapitel 3.2.2. In Kapitel 3.5.4 wird die Berechnung mittels Korrelationsalgorithmus genau erläutert. Hier ergibt der Korrelationsalgorithmus beispielsweise $\tau = 40$. Dies bedeutet, dass das Phasendifferenzsignal am Empfänger um 40 Perioden zum Referenzsignal verschoben ist. Da jedoch das Medium im Fluidistor oszilliert, schwingt auch die Phasendifferenz φ. Für die Laufzeitbestimmung ist

meistens die Schalllaufzeit bei einem unbewegten Medium interessant. Hierfür kann die Fluidschwingung im Phasendifferenzsignal z.B. mit einem Mittelwertfilter kompensiert werden, oder die Phasendifferenz wird am Wendepunkt des Sinus-Signals erfasst, da sich in diesem Punkt die Laufzeiterhöhung und Laufzeitverringerung genau ausgleichen. In Abbildung 3.19b liegt dieser bei etwa $\varphi = 1.27\pi$. Nun kann die absolute Laufzeit zwischen Ultraschallsender und Ultraschallempfänger nach der Gleichung 3.3 berechnet werden. Daraus ergibt sich in diesem Beispiel bei einer Ultraschallsender-Frequenz von $290\,\text{kHz}$ eine Schalllaufzeit von $t = 140.121\,\mu\text{s}$ vom Ultraschallsender zum Empfänger.

$$\boldsymbol{Laufzeit\ t = \tau \cdot \frac{1}{f} + \varphi \cdot \frac{1}{2\pi \cdot f}}; \quad \boldsymbol{f} \mathrel{\widehat{=}} \text{Ultraschallsender-Frequenz} \tag{3.3}$$

Für das folgende Beispiel wurde der Abstand zwischen den beiden Ultraschallsensoren für $20\,\text{s}$ stufenweise verringert (ca. $4\,\text{mm}$) und anschließend wieder erhöht (ca. $3\,\text{mm}$). Abbildung 3.21 zeigt dabei die Messung der Phasendifferenz φ, bei welcher bereits die Signalspitzen des Resonanzsprungverfahren gefiltert wurden. Zusätzlich wird die Anzahl der ganzen Periodenverschiebungen τ dargestellt, welche mittels Resonanzsprungverfahren ermittelt werden.

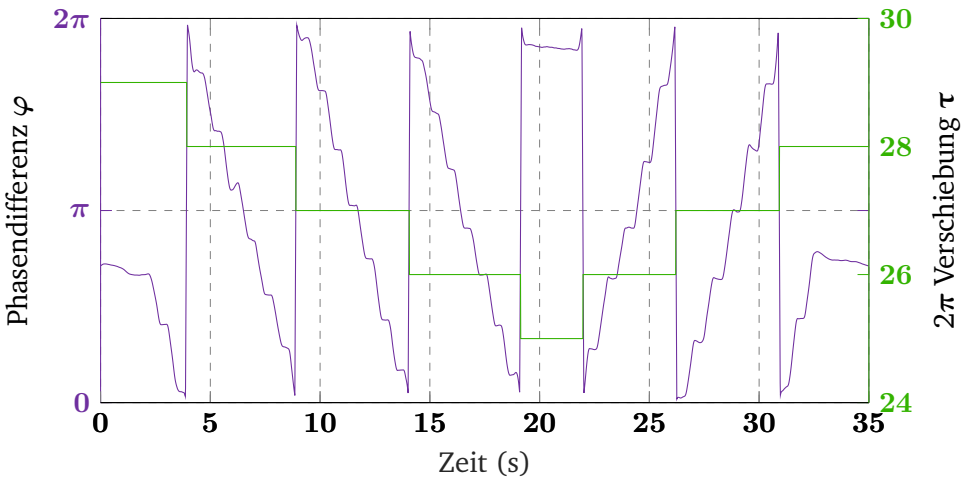


Abbildung 3.21: Der Abstand zwischen den beiden Ultraschallsensoren wird stufenweise bis zum Zeitpunkt 20 s verringert und anschließend wieder erhöht.

Hierbei ist sehr gut zu erkennen, dass die Phasendifferenz φ immer nur genau eine Periode 2π auflöst. Wenn das Phasendifferenzsignal φ nah bei 0 ist und der Abstand weiter verringert wird, dann springt die Phasendifferenz um 2π. Das Resonanzsprungverfahren gibt die Anzahl der ganzen 2π Phasenverschiebungen τ an und wird bei dem Sprung des Phasendifferenzsignal φ von 0 auf 2π um 1 verringert. Wichtig hierbei ist, dass das Resonanzsprungverfahren unabhängig von der Anzahl der einzelnen Sprünge der Phasendifferenz φ arbeitet. Wenn beispielsweise das System ausgeschaltet und in diesem Zustand der Abstand zwischen den beiden Ultraschallsensoren verändert wird und anschließend das System wieder eingeschaltet wird, dann wird weiterhin der korrekte Abstand gemessen. Es wird kein Zähler benötigt, welcher die Anzahl der 2π Sprünge des Phasendifferenzsignals φ mitzählt.
Wenn man nun aus den Werten φ und τ nach der Formel 3.3 die Laufzeit berechnet, erhält man die Abbildung 3.22. Diese zeigt wie die Schalllaufzeit in den ersten $20\,\text{s}$ abnimmt, da der Abstand der Ultraschallwandler stufenweise verringert wurde und anschließend die Laufzeit wieder zunimmt, da der Abstand wieder stufenweise vergrößert wurde.

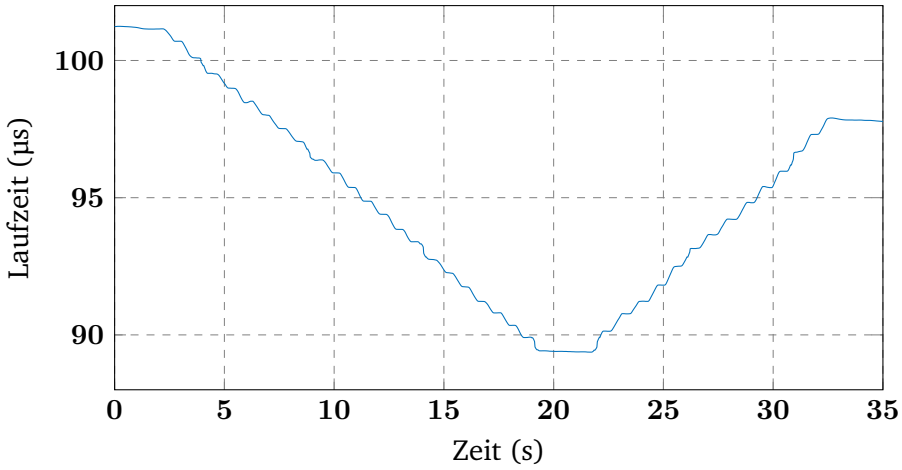


Abbildung 3.22: Ergebnis der Laufzeitmessung, wenn die aus Abb. 3.21 verwendeten Werte φ und τ nach der Gleichung 3.3 zur Laufzeitbestimmung verwendet werden.

3.2.4 Ultraschallsensoren

Für die Ultraschallmessungen wurden SC029 piezoelektrische Keramik-Ultraschallwandler (Tab. 3.2) von der Firma Seco Sensor mit einer schmalen Schallkeule verwendet (Abb. 3.23), welche mit einer Anpassschicht für Luft konzipiert sind. Diese unterstützt den Übergang der Schallwelle vom piezoelektrischen Material zum Gas und steigert die Effizienz [60]. Die Ausschwingzeit (die Zeit bis der Sensor nach Abschalten der Anregung nicht mehr schwingt) wird mit ca. 150 µs angegeben, die Arbeitsfrequenz mit 300 kHz ±10 kHz [58]. Diese ist dabei ein guter Kompromiss zwischen Dämpfung und Präzision. Mit steigender Ultraschallfrequenz nimmt die Dämpfung pro Strecke zu [42], wodurch die Signale eine höhere Verstärkung benötigen und das Signal-Rausch-Verhältnis zunimmt. Jedoch ermöglicht eine größere Frequenz auch schnellere Anstiegszeiten und damit steilere Flanken zur Detektion der Phasendifferenz.

Tabelle 3.2: Technische Eigenschaften des SC029 piezoelektrischen Wandlers [58]

Arbeitsfrequenz	300±10 kHz
Durchmesser	10 mm
Ausschwingzeit	≤150 µs
Öffnungswinkel Schallkeule	≤20°

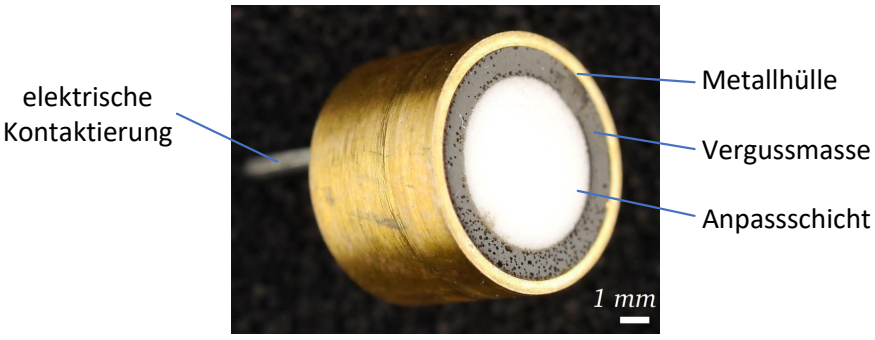


Abbildung 3.23: Ultraschallwandler SC029 der Firma Seco Sensor

3.2.5 Ansteuerung/Platine

Abbildung 3.24 zeigt die neu entwickelte Platine, mit welcher die Ansteuerung der Ultraschallwandler, des Drucksensors und des Temperatursensors durchgeführt wird, sowie die anschließende Datenverarbeitung mittels Field Programmable Gate Array (FPGA). Dabei enthält die Platine folgende Teile:

- rauscharme Spannungsversorgung für $\pm 15\,\mathrm{V}$ und $\pm 5\,\mathrm{V}$ [61]
- FPGA zur Datenverarbeitung [62]
- Ultraschallsender und Ultraschallempfänger-Schaltung [59]
- Drucksensor [63]
- Temperaturmessung für 4-Leiter Platinelement [64]
- Teensy 3.2 Mikrocontroller zum Debuggen

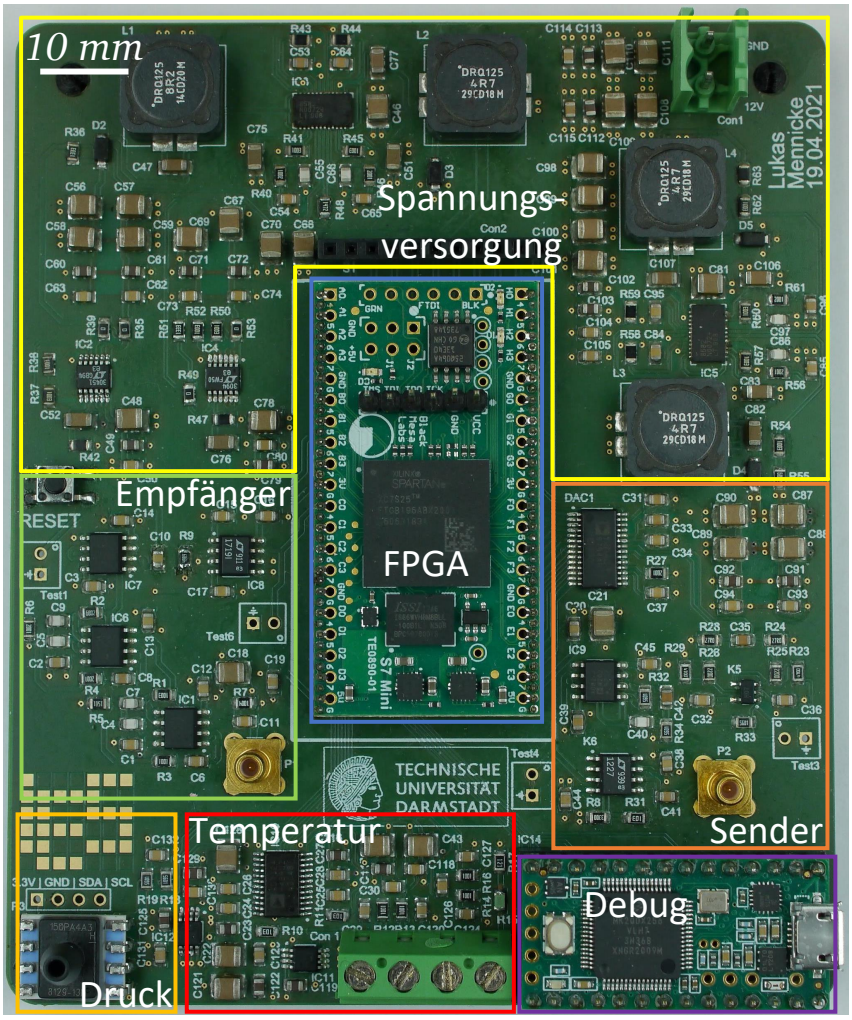


Abbildung 3.24: Platine zur Gas- und Reinheitsanalyse

Die Platine ermöglicht die Ansteuerung der Ultraschallsensoren für das Resonanzsprungverfahren und die anschließende Phasendifferenzmessung. Dabei dient ein Digital-zu-Analog-Konverter (DAC) zur Signal-Generierung, welches gefiltert und verstärkt die Anregung des Ultraschallsenders steuert. Die Empfängerschaltung besteht aus mehreren kaskadierten Bandpass-Verstärkern und einem Komparator. Die rauscharme

Spannungsversorgung mit $0.8\,\mu$V Effektivwert-Rauschen ermöglicht eine saubere Verstärkung von 55 dB [61]. Der Komparator konvertiert das empfangene sinusförmige Ultraschallsignal in ein rechteckförmiges Signal zur Weiterverarbeitung im FPGA. Dabei kann der Komparator Signalstärkeänderungen im Bereich von 0.25 bis 5 V (26 dB) kompensieren (Abb. 3.25) [65]. Diese entstehen z.B. durch Druck- oder Temperaturänderungen des schalltragenden Mediums. [59]

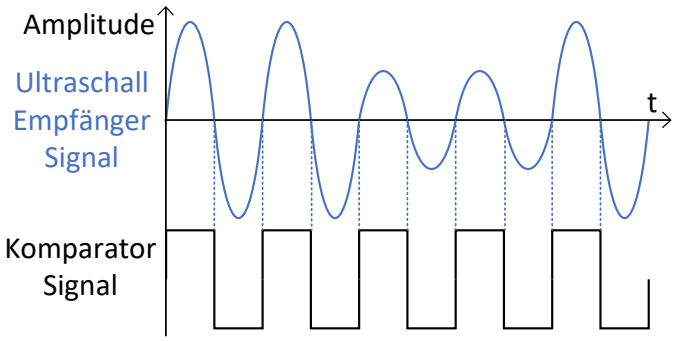


Abbildung 3.25: Der Komparator schaltet immer im Wendepunkt des Ultraschallempfänger-Signals und ermöglicht damit eine geringere Abhängigkeit der Signaldämpfung.

3.2.6 Messunsicherheit

Die maximale Auflösung der Laufzeit ist von der Präzision der vermessenen Phasendifferenz φ abhängig. Die Messung mittels FPGA wird im Kapitel 3.5.2 genau erläutert. Die Abtastfrequenz beträgt 290 MHz, daraus ergibt sich als kleinste zeitliche Auflösung der Phasendifferenz ca. 3.45 ns. Die Verzögerungsänderung des LT1719 Komparators ist mit 0.65 ns über 26 dB Amplitudenänderung spezifiziert [65] und liegt damit deutlich unter der Auflösungsgrenze.
Offsets, welche durch Laufzeiten der elektrischen Schaltung, Kabel usw. verursacht werden, können mittels Kalibrierung kompensiert werden, siehe Kapitel 3.6.3. Damit ergibt sich eine Auflösung von $\frac{1}{290\,\mathrm{MHz}}$, bzw. 3.45 ns.

3.2.7 Messaufbau

Zur Vermessung der Laufzeit mittels Ultraschallsensoren wurde folgender Messaufbau konzipiert: Er besteht aus zwei gegenüberliegenden Ultraschallsensoren, einem Temperatursensor und dem Lineartisch, mit welchem geringste Abstandsänderungen präzise eingestellt werden können. Der Lineartisch „7T173-20“ der Firma Standa ist mit einer Ablesegenauigkeit von $10\,\mu$m und einer Einstellsensitivität von $1\,\mu$m spezifiziert [66].
Der Messaufbau (Abb. 3.26) befindet sich in einer durchsichtigen und abgedichteten Box, da bereits geringste Luftzirkulation Einfluss auf das Messergebnis haben. Um mögliche Temperaturänderungen während der Messung zu erkennen, wurde der Temperatursensor in der Messstrecke zwischen den beiden Ultraschallwandlern positioniert. Damit die Messergebnisse möglichst wenig beeinflusst werden, kann der Lineartisch ohne Öffnen der Box manuell von außen justiert werden.

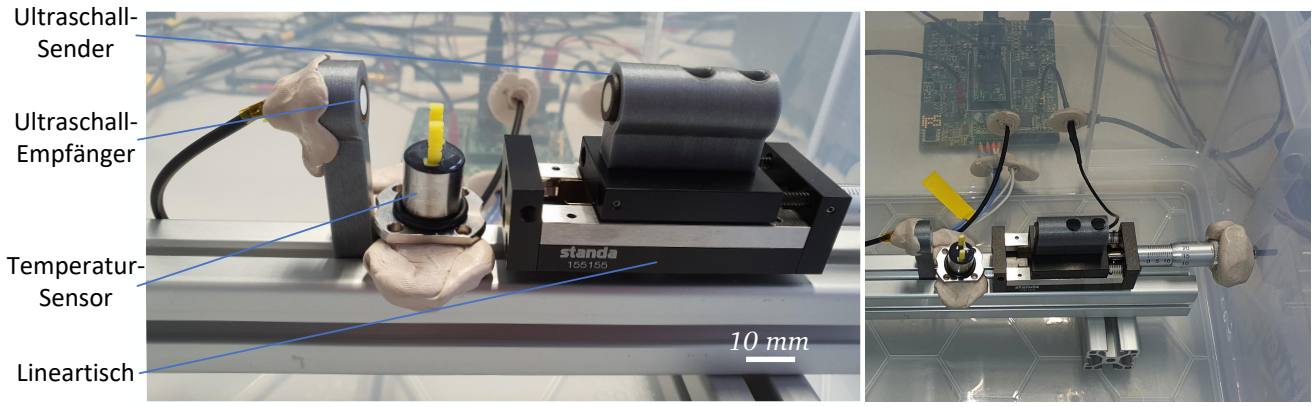
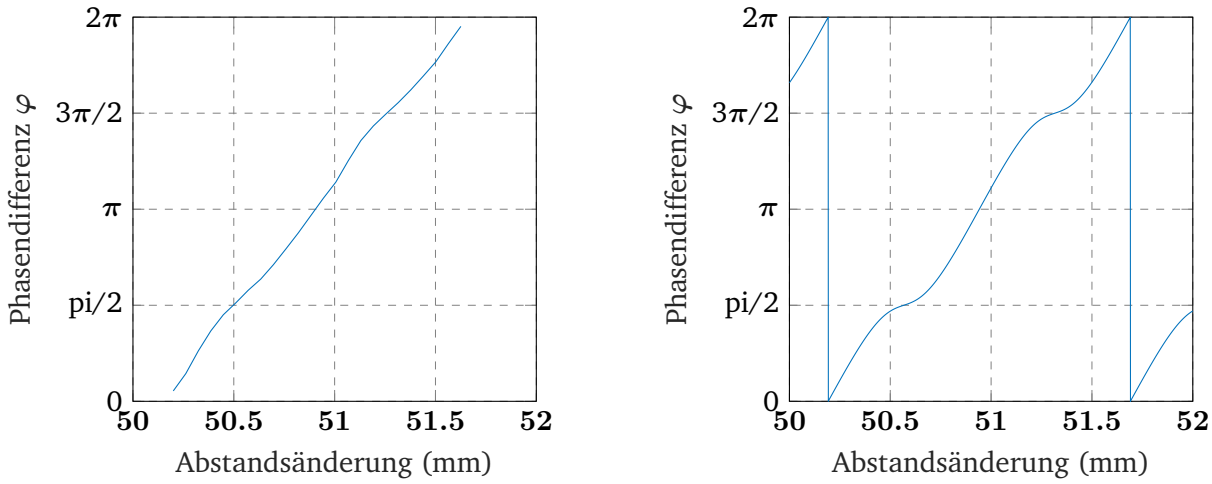


Abbildung 3.26: Lineartisch-Messaufbau zur Vermessung der Laufzeit bei Abstandsänderungen im Mikrometerbereich (µm).

3.2.8 Ultraschallreflexionen

In diesem Abschnitt werden das Entstehen von Ultraschallreflexionen, deren Auswirkungen und die Verhinderung, bzw. Abschwächung behandelt.
Erste Testmessungen mittels des Lineartisches (Kapitel 3.2.7) ergaben, dass eine lineare Änderung des Abstands der beiden Ultraschallsensoren zu keiner linearen Änderung der Phasenverschiebung geführt hat (Abb. 3.27a). Die Vermutung, dass dieser Effekt auf Reflexionen des Ultraschalls zurückzuführen ist, wurde mit einer Simulation überprüft. Zur Beschreibung der Phasenbeziehung wird die komplexe Gleichung 3.4 verwendet: Mit der Dämpfung D, dem Abstand d, der Wellenlänge λ und dem Reflexionsfaktor R. Dabei dient der erste Teil der Gleichung der einfachen Wegstrecke vom Sender zum Empfänger. Der zweite Teil beschreibt die erste Ordnung der Reflexion, also jeweils eine Reflexion an Empfänger und Sender und der damit verbundenen dreifachen Wegstrecke. Abbildung 3.27b zeigt den Phasenverlauf von Z. Die deutliche Ähnlichkeit der Kurvenverläufe zwischen der Messung (Abb. 3.27a) und der Simulation (Abb. 3.27b) weisen auf einen Zusammenhang hin.



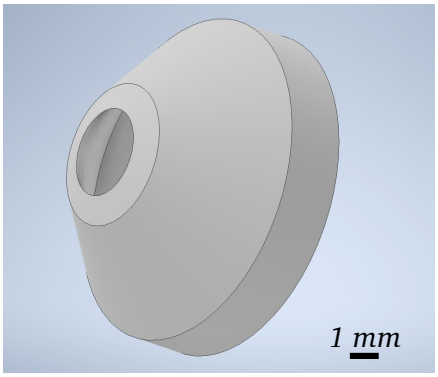
(a) Messung

(b) Simulation $\varphi(Z)$

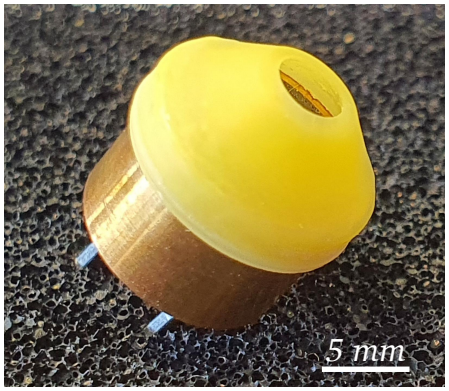
Abbildung 3.27: Phasendifferenz bei linearer Abstandsänderung der beiden Ultraschallsensoren

$$Z = D \cdot e^{(2\pi j \frac{d}{\lambda})} + R^2 \cdot 3D \cdot e^{(2\pi j \frac{3d}{\lambda})} \tag{3.4}$$

Zur Dämpfung der Ultraschallreflexionen reicht eine einfache Amplitudenverringerung des Senders nicht aus, da die Dämpfung D (Gl. 3.4) nur linear in die Gleichung einfließt. Wesentlich effektiver wäre hier den Reflexionsfaktor R zu verringern, da dieser quadratisch in die Gleichung mit einfließt. Dies kann z.B. mittels einer zusätzlichen Materialschicht geschehen. Das ist jedoch häufig in der Praxis mit viel Aufwand verbunden. Eine weitere Möglichkeit bietet das verringern der empfangenen Streuung. Hierfür wurde ein Aufsatz für den Ultraschallwandler mittels 3D Druck entwickelt (Abb. 3.28). Dieser verringert das Empfangen von gestreutem Ultraschall.



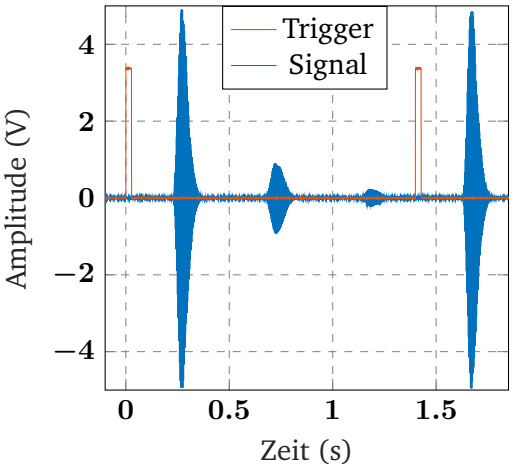
(a) 3D Modell des Aufsatzes



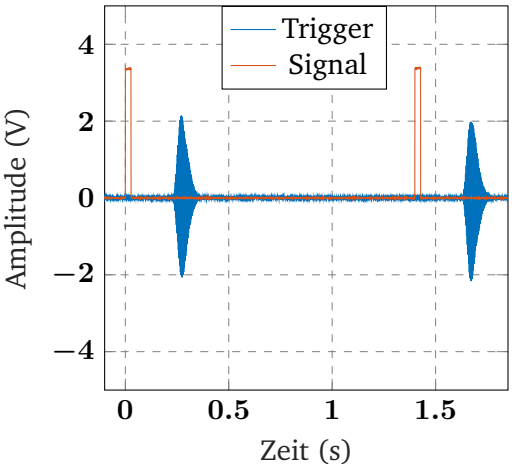
(b) Ultraschallwandler mit Aufsatz

Abbildung 3.28: Aufsatz für den Ultraschallwandler zur Verringerung von Reflexionen

Abbildung 3.29 vergleicht die Effektivität des entwickelten Aufsatzes gegenüber dem reinen Ultraschallwandler. Hierfür wurde der Sender immer bei der steigenden Flanke des Triggers (orange) mit 8 Impulsen in der Resonanzfrequenz angeregt. Das Empfängersignal (blau) zeigt bei den reinen Ultraschallwandlern deutlich Reflexionen bei ca. $0.7\,\mathrm{s}$ und weitere Reflexionen bei ca. $1.2\,\mathrm{s}$ (Abb. 3.29a). Im Gegensatz dazu können keine Anzeichen von Reflexionen bei den Ultraschallwandlern mit Aufsatz erkannt werden (Abb. 3.29b).
Lediglich eine Verringerung der Amplitude führt nicht zur Auslöschung von Reflexionen. Dies wird deutlich, wenn man die ersten Reflexionen bei ca. $0.7\,\mathrm{s}$ (Abb. 3.29a) betrachtet. Hier ist die Amplitude bereits geringer, als bei den Ultraschallwandlern mit Aufsatz, es kommt jedoch zu weiteren Reflexionen bei ca. $1.2\,\mathrm{s}$.



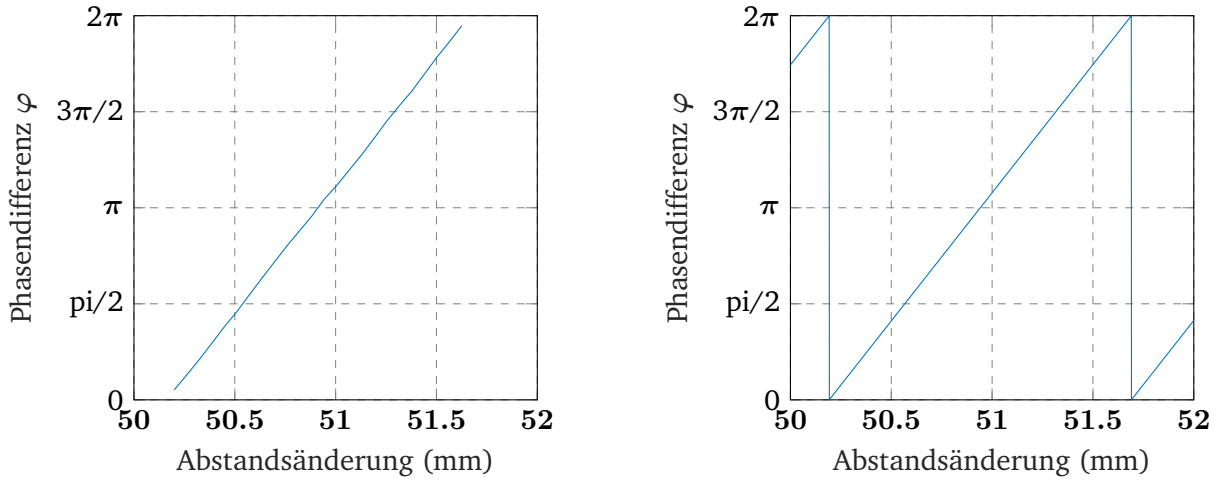
(a) normaler Ultraschallwandler



(b) Ultraschallwandler mit Aufsatz

Abbildung 3.29: Messung des empfangenen Ultraschallsignals nach einer Anregung des Senders mit 8 Impulsen in der Resonanzfrequenz.

Abschließend wird überprüft, ob eine lineare Abstandsänderung zwischen den beiden Ultraschallwandlern nun zu einer linearen Phasenverschiebung führt. Hierfür wurde die Messung wiederholt und mit der Simulation ohne Reflexionsterm verglichen. Abbildung 3.30 zeigt jetzt ein lineares Verhalten zwischen der Abstandsänderung und der Phasenverschiebung, bzw. Phasendifferenz im Rahmen der Messunsicherheit des Lineartisches.
Das lineare Verhalten ist zudem für die spätere Gasanalyse entscheidend. Hier wird zwar nicht der Abstand der beiden Ultraschallwandler variiert, jedoch ändert sich die Schallgeschwindigkeit und damit die Wellenlänge λ (Gl. 3.4).



(a) Messung mit Aufsatz

(b) Simulation $\varphi(Z)$ ohne Reflexionsterm

Abbildung 3.30: Phasendifferenz bei linearer Abstandsänderung der beiden Ultraschallsensoren ohne Reflexion

3.3 Temperatur

In diesem Kapitel werden die einzelnen Bestandteile der Temperaturmessung erläutert. Zuerst wird der in Kooperation mit der Firma Esters Elektronik GmbH entwickelte Platin-Temperatursensor und dessen Kalibrierung vorgestellt. Anschließend wird die elektrische Schaltung zum Auslesen des Sensorwerts erläutert und abschließend die Messunsicherheit präsentiert.

3.3.1 Prinzip

Im Bereich von $13.8\,\mathrm{K}$ bis $1234.9\,\mathrm{K}$ werden für Präzisionsmessungen Platin-Elemente empfohlen [67]. Hierfür existieren bestehende DIN Normen (DIN EN 60751) zur Klassifizierung der Messtoleranz . Die höchste Genauigkeit bietet die Klasse AA mit einer Unsicherheit von $\pm(0.1\,^{\circ}\mathrm{C} + 0.0017 \cdot |\mathrm{T}|)$ [68]. Die Reinheitsanalyse würde erheblich an Präzision verlieren, wenn die Temperatur lediglich mit dem industriellen Standard vermessen würde (Kapitel 4.3.1). Zusätzlich sind herkömmliche Temperatursensoren mit einer relativ großen thermischen Masse behaftet und können damit nur zeitverzögert auf dynamische Temperaturänderungen in Gasen reagieren. Dies ist vor allem bei Gasen mit einer geringen Masse, beispielsweise Wasserstoff oder Helium, ein Problem. Aus den beiden Gründen: Präzision und Messdynamik wurde ein komplett neuer Temperatursensor entworfen. [69]
Abbildung 3.31 zeigt den neu entwickelten Temperatursensor. Dieser besteht aus einem Gehäuse mit Dichtung zur leichten Integrierbarkeit in den Fluidistor und 4 Anschlüssen zur präzisen 4-Leiter-Messung. Die beiden Spitzen in gelb dienen zur Führung des Platindrahts und sind mittels SLA 3D Drucktechnik

hergestellt. Der Platindraht ist lediglich 15 µm dick und kann mit dieser geringen thermischen Masse hervorragend auf Temperaturänderungen reagieren. Eine ausführliche Beschreibung des Temperatursensors kann der Quelle [69] entnommen werden.

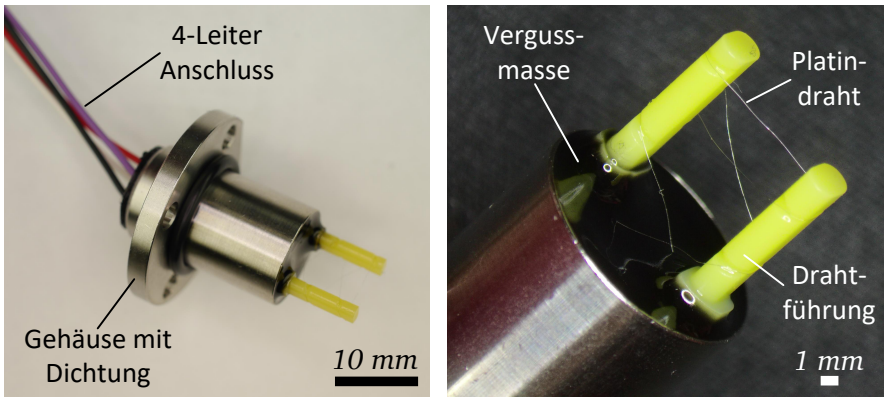


Abbildung 3.31: Aufbau des neu entwickelten Temperatursensors [69]

3.3.2 Kalibrierung des neuen Sensors

Für die Kalibrierung des neuen Platin-Temperatursensors wird zuerst der Messaufbau erklärt und anschließend die Kalibrierergebnisse präsentiert.

Messaufbau

Abbildung 3.32 zeigt den Temperatur-Kalibriermessstand mit allen verwendeten Messgeräten.

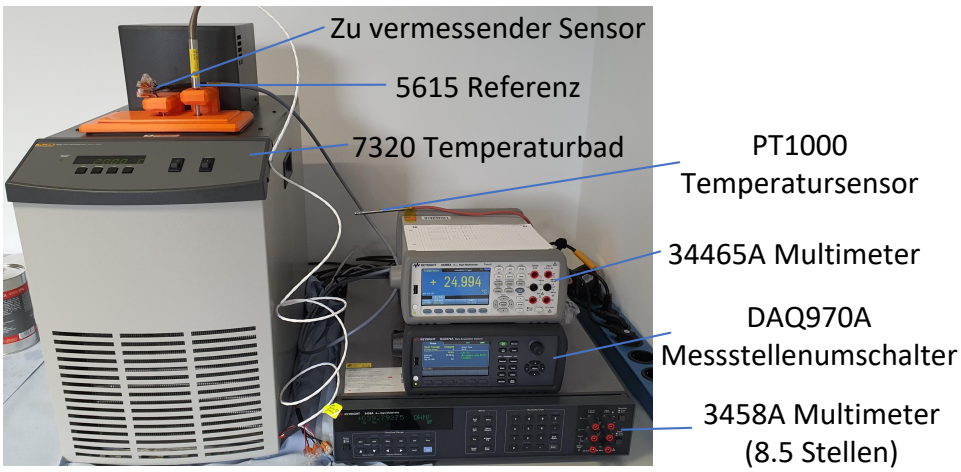


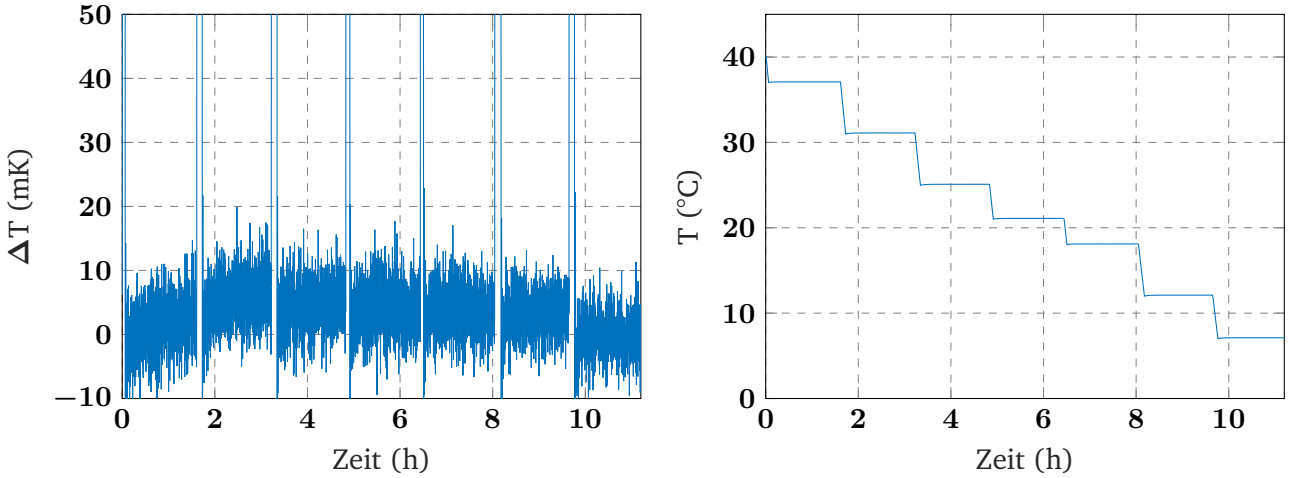
Abbildung 3.32: Aufbau des Kalibriermessstandes [69]

Da der Platindraht keine genau vorgegebenen Länge besitzt muss jeder Sensor einzeln kalibriert werden. Hierfür wurde ein Temperatur-Kalibriermessstand aufgebaut. Dieser besteht aus einem Temperaturbad mit welchem die Referenz und der zu vermessende Sensor hochgenau auf möglichst derselben Temperatur gehalten wird. Der Messstellenumschalter ermöglicht die 4-Leiter-Messung des Widerstands mit dem 8.5-Stellen-Multimeter zwischen der Referenz und dem zu vermessenden Sensor. Der zusätzliche Temperatursensor und das Multimeter sind zur Detektion der Umgebungstemperatur notwendig, damit die hohe Präzision des 8.5-Stellen-Multimeters über den gesamten Messvorgang gewährleistet ist. Die

Kalibrierung des Temperatursensors ist bedingt durch die Messgeräte mit einer Unsicherheit von 21.6 mK (k = 2) behaftet [69]. Dabei gibt der k Faktor die Erweiterung der Messunsicherheit an. Bei k = 1 bedeutet dies, dass 68 % der Messwerte innerhalb der angegebenen normal verteilten (Gauß-Verteilung) Unsicherheit liegen. Bei k = 2 beträgt die Wahrscheinlichkeit 95 %, so dass der Messwert innerhalb der angegebenen normal verteilten Unsicherheit liegt. [42]

Kalibrierergebnisse

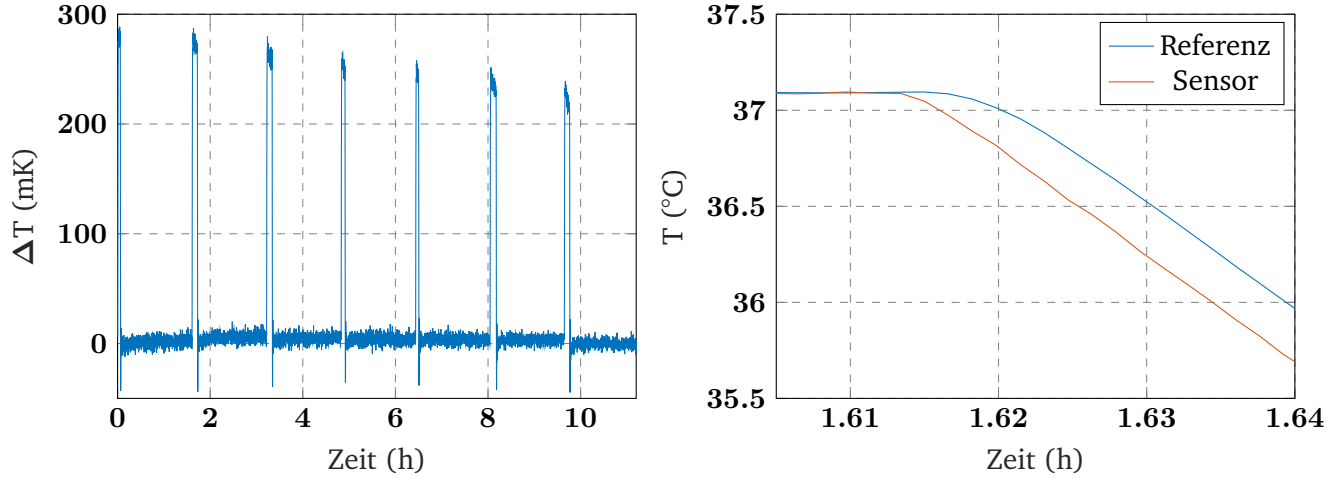
Abbildung 3.33 zeigt die Überprüfung des kalibrierten Temperatursensors gegenüber der Referenz. Hierfür wurden verschiedene nicht äquidistante Temperaturen mittels Kalibriermessstandes (Unsicherheit 21.6 mK (k = 2)) angefahren und die Differenz zwischen Sensor und Referenz bestimmt [69].



(a) Temperaturdifferenz: Referenz zu Sensor

(b) Referenztemperaturverlauf

Abbildung 3.33: Überprüfung des kalibrierten Sensors. Hierfür wurden verschiedene Temperaturen angefahren (b) und die Temperaturdifferenz zwischen der Referenz und dem Sensor gebildet (a).



(a) Temperaturdifferenz: Referenz zu Sensor

(b) Temperaturverlauf vergrößert

Abbildung 3.34: Aufgrund der geringeren thermischen Masse reagiert der Sensor im Gegensatz zur Referenz schneller auf dynamische Temperaturänderungen (Temperaturverlauf siehe 3.33b).

Es ist zu erkennen, dass bei verschiedenen Temperaturen ein unterschiedlicher Offset entsteht. Dieser ist auf die polynomiale Approximation und Interpolation der Kalibrierung zurückzuführen und wird konservativ mit $8\,\mathrm{mK}$, also $16\,\mathrm{mK}$ (k = 2) geschätzt (Abb. 3.33a).
ΔT ist während des Anfahrens einer neuen Temperatur größer, als der dargestellte Bereich (Abb. 3.33a). Der komplette Bereich ist in Abbildung 3.34a dargestellt. Durch die wesentlich geringere thermische Masse des Sensors gegenüber der Referenz kann der Sensor schneller auf sehr dynamische Temperaturänderungen reagieren. Der Sensor detektiert während des Anfahrens eines neuen Temperaturniveaus die fallende Temperatur schneller, als die Referenz (Abb. 3.34b). [69]

3.3.3 Messschaltung auf der Platine

Für die Temperaturmessung auf der Platine wird der integrierte Chip von Analog Devices AD7124 verwendet. Dieser kombiniert eine Stromquelle mit einem 24-bit ADC und eignet sich damit hervorragend zur Messung des Widerstands, mit welchem anschließend die Temperatur berechnet werden kann.
Abbildung 3.35 zeigt die ratiometrische Widerstandsmessung auf der Platine. Der Platinsensor besteht dabei aus dem eigentlichen Widerstand des Platindrahts R_{PT} und den Widerständen der Anschlussleitungen RL_n. Die $100\,\Omega$ Widerstände und $1\,\mu$F Kondensatoren dienen als Anti-Aliasing Tiefpassfilter. Die Widerstände wurden möglichst gering gewählt, damit der entstehende Fehler durch Leckströme unterhalb der Auflösungsgrenze des ADCs bleibt [70]. Der Widerstand des neu entwickelten Platinsensors liegt bei Raumtemperatur im Bereich von $36\,\Omega$. Die Schaltung ist für einen Messbereich von $-40\,°$C bis $80\,°$C ausgelegt. Der Widerstand R_{Ref} beträgt $2\,\mathrm{k}\Omega$ mit einer Toleranz von $\pm 0.01\,\%$ und einem Temperaturkoeffizient von $\pm 0.05\,\mathrm{ppm}/°\mathrm{C}$ [71]. Für R_{Buffer} werden $120\,\Omega$ verwendet.
Der Ausgang *IOUT0* speist den Platinsensor mit $1\,\mathrm{mA}$ Strom. Die beiden sehr hochohmigen Eingänge *AIN2* und *AIN3* messen den Spannungsabfall über den Widerstand R_{PT}. Da jedoch kaum Strom in die beiden hochohmigen Eingänge fließt, wird die Spannungsmessung kaum durch die Leitungswiderstände RL_2 und RL_3 beeinflusst. Die Toleranz der Stromquelle des AD7124 kann mittels der ratiometrischen Messung kompensiert werden, so dass die Variation des Erregerstroms keinen Einfluss auf die Messung hat. Es wird lediglich das Verhältnis von Präzisionswiderstand und Platin Temperaturelement vermessen.

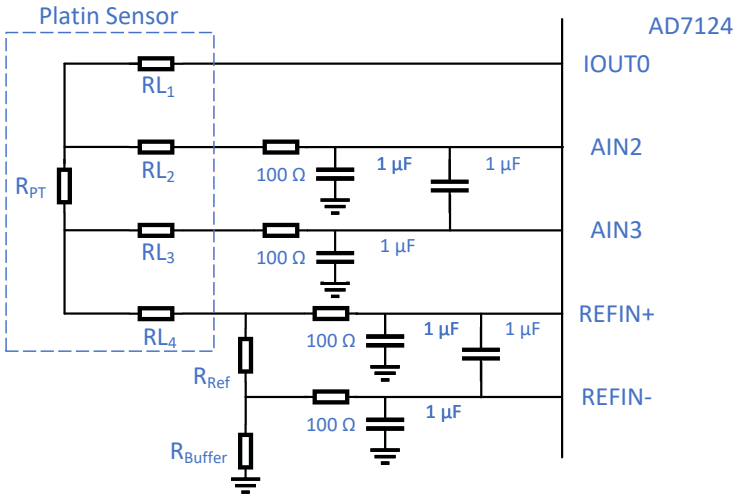


Abbildung 3.35: Schaltung zur Temperaturmessung

3.3.4 Messunsicherheit

Als nächstes wird die Messunsicherheit der zuvor vorgestellten Schaltung bestimmt. Diese kann auf die Unsicherheit der Referenz aufgrund der ratiometrischen Messung zurückgeführt werden. Die effektive Auflösung des Analog-zu-Digital-Wandlers (ADC) beträgt mit der verwendeten Konfiguration 17.5 bit [64]. Der Widerstand ergibt sich aus der Gleichung 3.5. Dabei steht R_{PT} für den vermessenen Widerstandswert, *ADC* für den Ausgabewert des ADCs im Bereich von 0 bis $\mathbf{2^{24}}$, *N* für die maximale Auflösung des ADCs (hier 24 bit), R_{Ref} für den Referenzwiderstand und *G* für die eingestellte Verstärkung (hier 32). Der maximale Wertebereich der Widerstandsmessung für die vorgestellte Konfiguration beträgt somit $125\,\Omega$. Damit ergibt sich bei 17.5 bit eine absolute präzise Genauigkeit von $0.67\,\mathrm{m}\Omega$.

$$\boldsymbol{R}_{\mathrm{PT}} = \frac{(\boldsymbol{ADC} - \mathbf{2}^{\boldsymbol{N}-\mathbf{1}}) \cdot \boldsymbol{R}_{\mathrm{Ref}}}{\boldsymbol{G} \cdot \mathbf{2}^{\boldsymbol{N}-\mathbf{1}}} \tag{3.5}$$

Der $2\,\mathrm{k}\Omega$ Referenzwiderstand ist mit einer Toleranz von $\pm 0.01\,\%$ spezifiziert. Dies würde zu einer Messunsicherheit von $\pm 6.25\,\mathrm{m}\Omega$ führen. Um die Unsicherheit weiter zu verringern wurde der Referenzwiderstand mit dem 8.5-Stellen-Multimeter neu vermessen. Daraus ergibt sich eine neue Toleranz von $\pm 0.0014\,\%$ (Tab. 3.3). Die Messunsicherheit der Widerstandsmessung auf der Platine kann damit auf $\pm 0.875\,\mathrm{m}\Omega$ verringert werden und liegt damit nahe an der absoluten präzisen Genauigkeit des ADCs.

Tabelle 3.3: Kalibrierung des Referenzwiderstands mit dem 8.5-Stellen-Multimeters (3458A) [72]

Widerstand $2\,\mathrm{k}\Omega$; Messbereich $10\,\mathrm{k}\Omega$
10 ppm Lesen + 0.5 ppm Messbereich $20\,\mathrm{m}\Omega + 5\,\mathrm{m}\Omega = 25\,\mathrm{m}\Omega$
(1 ppm Lesen + 0.1 ppm Messbereich) / °C ($2\,\mathrm{m}\Omega$ Lesen + $1\,\mathrm{m}\Omega$ Messbereich) / °C = $1\,\mathrm{m}\Omega$ / °C
$25\,\mathrm{m}\Omega + (1\,°\mathrm{C} \cdot 3\,\mathrm{m}\Omega)$ / °C = $28\,\mathbf{m\Omega}$
$28\,\mathrm{m}\Omega$ / $2\,\mathrm{k}\Omega = 0.0014\,\mathbf{\%} = 14\,\mathbf{ppm}$

Zur Validierung der theoretischen Werte wurden 3 Widerstände mittels Temperaturbad auf einer möglichst konstanten Temperatur gehalten und abwechselnd mit der hier vorgestellten Messschaltung (AD7124) und dem 8.5-Stellen-Multimeter vermessen. Dabei wurde jeweils über 100 Messungen gemittelt ($\overline{\boldsymbol{R}}$) und die Standardabweichung ($\boldsymbol{\sigma}$) berechnet (Tab. 3.4).

Tabelle 3.4: Widerstandsmessung Vergleich zwischen 8.5-Stellen-Multimeter (3458A) und AD7124

3458A	**AD7124**	**$\Delta \Rightarrow$ 3458A - AD7124**
$\overline{\boldsymbol{R}} = 33.1962\,\Omega$; $\boldsymbol{\sigma} = 45.95\,\mu\Omega$	$\overline{\boldsymbol{R}} = 33.1961\,\Omega$; $\boldsymbol{\sigma} = 46.49\,\mu\Omega$	$\lvert\Delta\overline{\boldsymbol{R}}\rvert = 124\,\mu\Omega$
$\overline{\boldsymbol{R}} = 38.8632\,\Omega$; $\boldsymbol{\sigma} = 55.56\,\mu\Omega$	$\overline{\boldsymbol{R}} = 38.8630\,\Omega$; $\boldsymbol{\sigma} = 42.26\,\mu\Omega$	$\lvert\Delta\overline{\boldsymbol{R}}\rvert = 200\,\mu\Omega$
$\overline{\boldsymbol{R}} = 46.8822\,\Omega$; $\boldsymbol{\sigma} = 82.19\,\mu\Omega$	$\overline{\boldsymbol{R}} = 46.8822\,\Omega$; $\boldsymbol{\sigma} = 42.81\,\mu\Omega$	$\lvert\Delta\overline{\boldsymbol{R}}\rvert = 21\,\mu\Omega$

Die Messreihen beweisen nicht, dass die Messschaltung mit absoluter Sicherheit Messergebnisse innerhalb der Toleranz liefert. Es kann jedoch gezeigt werden, dass die Abweichungen zwischen dem 8.5-Stellen-Multimeter und der Messschaltung sehr gering sind und innerhalb der Toleranz liegen.

Für die gesamte Messunsicherheit der Temperaturmessung muss zunächst die Messunsicherheit der Messschaltung von Ohm in Kelvin konvertiert werden. Hierfür ist die Widerstandsänderung abhängig von der Temperatur des Platinsensors relevant, siehe Gleichung 3.6 [7]. Dabei wird lediglich die erste Ordnung der Taylorreihenentwicklung bei der Formel „Widerstand zu Temperatur“ betrachtet, da der Platinsensor über den gesamten Messbereich kalibriert ist und nicht lineare Abweichungen bereits in der polynomialen Approximations- und Interpolationsunsicherheit enthalten sind.
Nun kann die gesamte Messunsicherheit der Temperaturmessung berechnet werden, mit $\pm 21.6\,\mathrm{mK}$ (k = 2) Kalibrierunsicherheit, $\pm 16\,\mathrm{mK}$ (k = 2) polynomiale Approximations- und Interpolationsunsicherheit und $\pm 8.85\,\mathrm{mK}$ (k = $\sqrt{3}$) Messschaltungsunsicherheit (Gl. 3.7). Dabei wird die Alterung vernachlässigt und angenommen, dass die Raumtemperatur der Messelektronik relativ konstant bleibt. Damit ergibt sich eine gesamte Unsicherheit der Temperaturmessung von $\mathbf{s_T = \pm 29\,mK\ (k = 2)}$.

$$\frac{0.875\,\mathrm{m\Omega}}{\boldsymbol{\alpha} \cdot \boldsymbol{R}_{\mathrm{Sensor}}} = 8.85\,\mathbf{mK};\ \boldsymbol{mit}\ \boldsymbol{R}_{\mathrm{Sensor}} = 31\,\Omega\ \boldsymbol{bei}\ 0\,^{\circ}\mathrm{C}\ \boldsymbol{und}\ \boldsymbol{\alpha} \approx \frac{\mathbf{1}}{273\,\mathrm{K}}\ [7] \tag{3.6}$$

$$s_{\mathrm{T}} = \sqrt{\left(\frac{21.6\,\mathrm{mK}}{\mathbf{2}}\right)^{\mathbf{2}} + \left(\frac{16\,\mathrm{mK}}{\mathbf{2}}\right)^{\mathbf{2}} + \left(\frac{8.85\,\mathrm{mK}}{\sqrt{\mathbf{3}}}\right)^{\mathbf{2}}} = 14.38\,\mathrm{mK} \Rightarrow \pm 29\,\mathbf{mK\ (k = 2)} \tag{3.7}$$

3.4 Druck

Für die Druckmessung wurde ein bereits bestehender absolut Drucksensor verwendet, bei welchem lediglich der Wert ausgelesen werden muss. Da der Messaufbau des Gasanalysesystems (Kap. 3.6) für maximal $10\,\mathrm{bar}$ konzipiert ist, kann der relativ kostengünstige Sensor HSCMAND150PA4A3 der Firma Honeywell Sensing and Productivity Solutions verwendet werden. Dieser misst den absolut Druck von 0 bis $10.3\,\mathrm{bar}$, hat dabei eine Genauigkeit von $\pm 26\,\mathrm{mbar}$ (k = $\sqrt{3}$) und eine Auflösung von $2.5\,\mathrm{mbar}$ [63].

3.5 Auswertung der Sensordaten mittels FPGA

In diesem Abschnitt wird die Verarbeitung der Sensordaten und die dahinter stehenden mathematischen Algorithmen und Theorien mittels Field-Programmable-Gate-Array (FPGA) erläutert. Abbildung 3.36 gibt dabei eine vereinfachte Übersicht der einzelnen Module. Hauptsächlich wird hierbei auf die Ultraschall-laufzeitbestimmung und die dabei verwendeten Algorithmen eingegangen. Für Temperatur und Druck muss lediglich ein Datenbuswert ausgelesen werden und wird hier nicht näher beschrieben.

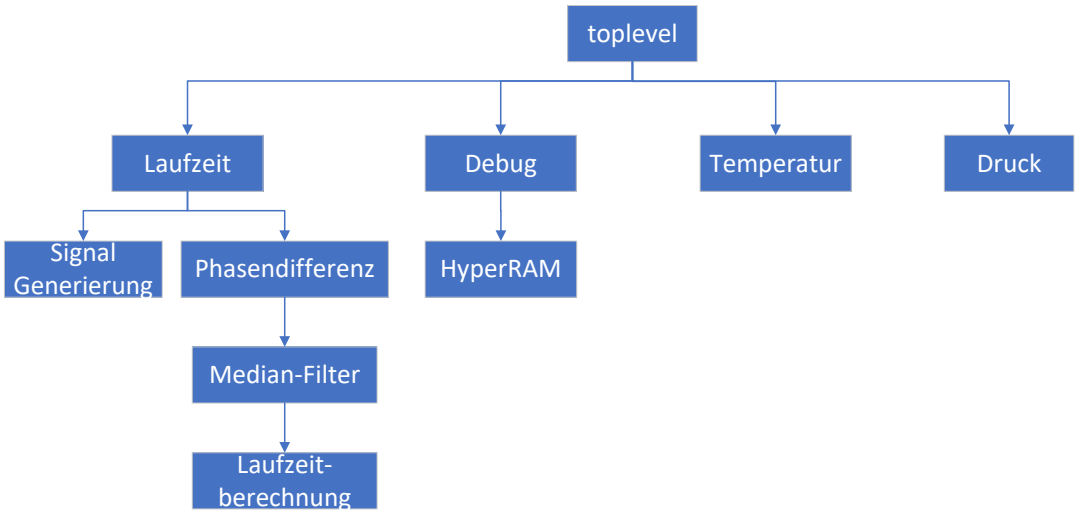


Abbildung 3.36: Schema der vereinfachten FPGA Programmstruktur

3.5.1 Signal-Generierung

Das erste Modul ist für die Ansteuerung des Ultraschallsenders und die Generierung des Referenzsignals zuständig. Die Frequenz des Referenzsignals beträgt $290\,\mathrm{kHz}$ und wird lediglich intern im FPGA benötigt. Der Ultraschallsender wird mittels eines Digital-zu-Analog-Konverters (DAC) und verschiedenen Filter und Verstärkerschaltungen angesteuert, siehe [59]. Dabei werden 511 Sinuswellen mit einer Frequenz $290\,\mathrm{kHz}$ zwischen $12\,\mathrm{V}$ und $-12\,\mathrm{V}$ erzeugt und anschließend für eine Periode das Signal auf $0\,\mathrm{V}$ gehalten, welches für das Resonanzsprungverfahren notwendig ist.

3.5.2 Phasendifferenzmessung

Für die Laufzeitbestimmung ist die Messung der Phasendifferenz zwischen dem Referenzsignal und dem empfangenen Signal die wichtigste Messung, da aus diesen Messwerten alle weiteren Informationen berechnet und abgeleitet werden. Die Phasendifferenzmessung wird im Kapitel 3.2.1 beschrieben.
Die Messung der Phasendifferenz ist dabei sehr einfach umgesetzt (Abb. 3.37). Das empfangene sinusförmige Ultraschallsignal wurde mittels Komparator in ein Rechtecksignal gewandelt (blau) und in den FPGA eingespeist. Bei jeder steigenden Flanke des Referenzsignals (grün) beginnt der FPGA die steigenden Flanken des Zählertakts zu zählen, bis das empfangene Signal eine steigende Flanke aufweist. Das Ergebnis stellt dann die Phasenverschiebung φ dar. Der Zähler wird mit einer Frequenz von $290\,\mathrm{MHz}$ betrieben, das Referenzsignal mit $290\,\mathrm{kHz}$. Damit kann die Phasenverschiebung 2π in 1000 Schritte unterteilt werden. Bei dem Zusammenspiel verschiedener asynchroner Frequenzen ist die Signalintegrität zu beachten, siehe [73].

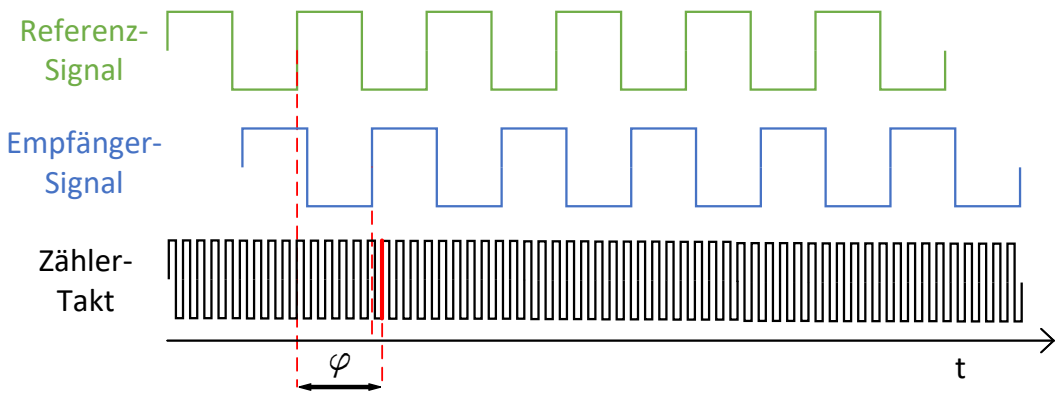
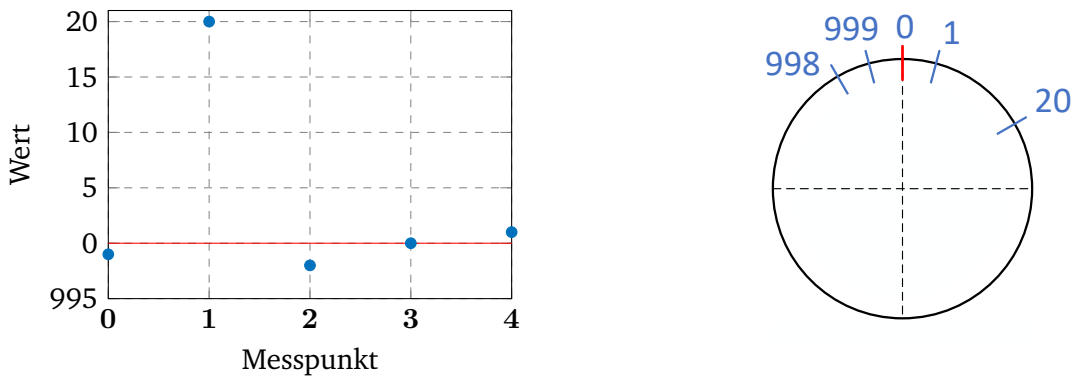


Abbildung 3.37: Schema der Phasendifferenzmessung im FPGA

3.5.3 Medianfilter des „Modulo behafteten“ Systems

Der Medianfilter dient als hervorragendes System zur Stabilisierung der Messergebnisse bei einer hohen Abtastung, da große kurzzeitige Änderungen (einzelne mögliche Messfehler) gefiltert werden. Wenn beispielsweise folgende Phasenverschiebungen vermessen wurde {10, 11, 11, 9, 250}, dann liefert der Medianfilter als Ergebnis 11. Der Mittelwertfilter würde 58 liefern. Daran ist zu erkennen, dass der Medianfilter sehr gut geeignet ist, um mögliche „Ausreißer“ der Messwerte zu filtern.
Für den herkömmlichen Medianfilter werden die Messergebnisse der Größe nach sortiert. Das Ergebnis ist dann der mittlere Wert. Im vorangegangenen Beispiel sieht die Sortierung folgendermaßen aus: {9, 10, **11**, 11, 250}. Die Messwerte der Phasendifferenz sind jedoch nicht in $\mathbb{Z}$ definiert, da diese „Modulo behaftet“ sind. Sie sind als Restklasse $\mathbb{Z}/n\mathbb{Z}$ definiert. Dies lässt sich am Beispiel einer analogen Uhr veranschaulichen: Es gibt 12 Stunden, also n = 12. Die Stunde 12 soll dabei als 0 betrachtet werden, damit ergibt sich $\mathbb{Z}/\mathbf{12}\mathbb{Z} = \{0, 1, 2, 3, \ldots 10, 11\}$. Wenn es 11 Uhr ist und man 2 Stunden addiert, dann ist es nicht 11 + 2 = 13, sondern (11 + 2) mod 12 = 1. Es ist 1 Uhr. Äquivalent kann dies auch auf die Minuten der Uhr abgebildet werden. Hier wäre die Restklasse $\mathbb{Z}/\mathbf{60}\mathbb{Z}$.



(a) Darstellung kartesisch

(b) Darstellung polar

Abbildung 3.38: Messwerte {999, 20, 998, 0, 1} in der Restklasse $\mathbb{Z}/\mathbf{1000}\mathbb{Z}$ dargestellt.

Die Phasendifferenz 2π wird durch die Abtastung in 1000 Schritte unterteilt. Damit ist die Restklasse in diesem Messsystem als $\mathbb{Z}/\mathbf{1000}\mathbb{Z}$ definiert. Der Standard-Medianfilter liefert keine guten Ergebnisse in

einer Restklasse. Wenn beispielsweise diese nah beieinander liegenden Messwerte mit einem „Ausreißer“ gefiltert werden: {999, 20, 998, 0, 1}, dann sortiert der Standard-Medianfilter diese folgendermaßen: {0, 1, **20**, 998, 999} und das Ergebnis wäre 20. Genau der Wert, der in der Messreihe am weitesten von allen anderen entfernt ist (Abb. 3.38).
Abhilfe hierfür schafft ein auf Restklassensysteme adaptierter Medianfilter. In diesem werden alle Werte nicht der Größe nach sortiert und dann der Mittlere als Median verwendet, sondern es wird die Summe der Abstände zwischen allen Werten berechnet und anschließend der Wert mit der geringsten Summe als Median gewählt. Mit dieser Adaptierung der Berechnung wird das Ergebnis in $\mathbb{Z}$ nicht verändert und es kann zudem der Medianwert für Restklassensysteme berechnet werden. In der Tabelle 3.5 wird jeweils der Abstand zwischen den einzelnen Zahlen berechnet und anschließend die Summe der Abstände gebildet. Dabei muss jedoch beachtet werden, dass der Abstand auf einem Kreis (Polarkoordinatendarstellung) immer zwei Werte besitzt, wohingegen der Abstand auf dem Zahlenstrahl eindeutig definiert ist. Hierbei muss immer der kleinere Wert gewählt werden. Zudem liefert der adaptierte Medianfilter nur bei nah beieinander liegenden Messwerten sinnvolle Ergebnisse. Der größere Teil (4) der Messwerte muss innerhalb eines Halbkreises (180°) liegen. Die Phasendifferenz darf sich in $17\,\mu s$ $(4 \cdot \frac{1}{290\,\mathrm{kHz}})$ nicht um mehr als π (180°) ändern. Als Maximalfrequenz der Mediumsoszillation wird beim Fluidistor $10\,\mathrm{kHz} = 100\,\mu s$ angegeben, siehe Patent „Resonanzsprungverfahren“. Damit ist sichergestellt, dass der Medianfilter während des Betriebs sinnvolle Ergebnisse liefert.

Tabelle 3.5: Abstandsberechnung für den Median im Restklassensystem $\mathbb{Z}/1000\mathbb{Z}$

	999	**20**	**998**	**0**	**1**	$\sum$
999	0	21	1	1	2	25
20	21	0	22	20	19	82
998	1	22	0	2	3	28
0	1	20	2	0	1	**24**
1	2	19	3	1	0	25

Im Folgenden wird die sehr effiziente Umsetzung des Algorithmus im FPGA erläutert (Abb. 3.39). Dabei kann die Parallelisierung hervorragend ausgenutzt werden. Zudem ist in der Tabelle 3.5 zu erkennen, dass die Diagonale mit 0 besetzt ist und die Ergebnisse an dieser gespiegelt sind. Damit werden weniger Berechnungen erforderlich.

(1) x_0 x_1 x_2 x_3 x_4 Messwerte

(2) $t_n = |x_i - x_{i+1}|$
if { $t_n > (1000/2)$ }
→ $t_n = 1000 - t_n$
} 10 mal

(3) t_0 t_1 t_2 t_3 t_4 t_5 t_6 t_7 t_8 t_9

(4)

	x_0	x_1	x_2	x_3	x_4	Σ
x_0	0	t_0	t_1	t_3	t_6	$\Sigma x_0 = t_0 + t_1 + t_3 + t_6$
x_1	t_0	0	t_2	t_4	t_7	$\Sigma x_1 = t_0 + t_2 + t_4 + t_7$
x_2	t_1	t_2	0	t_5	t_8	$\Sigma x_2 = t_1 + t_2 + t_5 + t_8$
x_3	t_3	t_4	t_5	0	t_9	$\Sigma x_3 = t_3 + t_4 + t_5 + t_9$
x_4	t_6	t_7	t_8	t_9	0	$\Sigma x_4 = t_6 + t_7 + t_8 + t_9$

(5) Minimum $\{\Sigma x_0, \Sigma x_1, \Sigma x_2, \Sigma x_3, \Sigma x_4\}$

Abbildung 3.39: FPGA Algorithmus zur Berechnung des Medians in $\mathbb{Z}/1000\mathbb{Z}$

(1) Die Messwerte werden durch x_n dargestellt.

(2) Anschließend werden die Abstände t_n zwischen den einzelnen Messwerten ermittelt und überprüft, so dass immer der kleinere Abstandswert auf dem Kreis berechnet wird.

(3) Damit ergeben sich die Abstandswerte t_n.

(4) Die Tabelle zeigt die Summierung der einzelnen Abstände.

(5) Abschließend wird das Minimum der Summen berechnet. Der zugehörige x_n Wert entspricht dem Median im Restklassensystem $\mathbb{Z}/\mathbf{1000}\mathbb{Z}$.

Mit dem für Restklassensysteme adaptierten Medianfilter können die Messwerte der Phasendifferenz gefiltert werden. Dies macht die Ultraschalllaufzeitmessung robuster gegenüber externen Störungen.

3.5.4 Laufzeitberechnung

Im Kapitel 3.2 wird beschrieben, dass sich die Laufzeit t aus der Phasendifferenz φ und der 2π-Verschiebung τ zusammensetzt. Dabei wird die Phasendifferenz φ direkt gemessen, wohingegen die 2π-Verschiebung τ berechnet werden muss.
Im Folgenden wird die Berechnung von τ erläutert. Dabei ergibt sich τ aus dem Abstand der Flanke der Entkopplung (orange) und der schnellen Signaländerung der Phasendifferenz (lila), siehe Abbildung 3.40. Die Zeitachse stellt mit jedem Zeitpunkt immer genau eine Periode des Referenzsignals dar. Das heißt bei einer Ultraschallfrequenz von 290 kHz beträgt der Abstand der einzelnen Messpunkte $\frac{1}{290\,\text{kHz}} \approx 3.45\,\mu\text{s}$ zueinander.

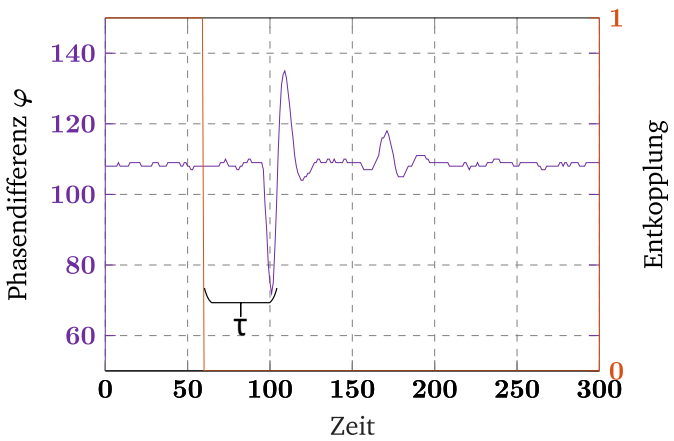


Abbildung 3.40: Interne Rohdaten im FPGA. Dabei ist die Zeitachse mit der Periode des Ultraschallsignals skaliert und die Phasendifferenz wird im Bereich von 0 bis 999 aufgelöst.

Mit der Korrelation wird überprüft, wie ähnlich sich zwei Signale sind und um wie viel diese zeitlich verschoben sind. Zur Bestimmung von τ eignet sich die Korrelation hervorragend, da der Resonanzsprungeffekt eine immer ähnliche, deutliche Signaländerung des Phasendifferenzsignals erzeugt. Abbildung 3.41 veranschaulicht das Schema der Korrelation. Die orange Linie stellt die Entkopplungsflanke dar. Das gestrichelte grüne Signal dient als vorgegebene Funktion *cor*, welche dem Resonanzsprungeffekt sehr ähnlich ist. Das lila Signal stellt die Phasendifferenz φ dar. Der erste Punkt ($\tau = 0$) der Korrelation wird berechnet, indem alle Punkte von *cor(t-0)* mit allen Punkten von $\varphi(t)$ multipliziert und aufsummiert werden. Anschließend wird *cor* um genau einen Schritt ($\tau = 1$) auf der Zeitachse nach rechts verschoben und es werden wieder alle Punkte von nun *cor(t-1)* mit allen Punkten von $\varphi(t)$ multipliziert und aufsummiert (Gl. 3.8). Das Korrelationsergebnis $K(\tau)$ hat damit entsprechend ein Maximum bei der größten Ähnlichkeit der beiden Funktionen *cor* und φ. Mit Hilfe der Korrelation kann somit sehr zuverlässig erkannt werden,

wann der Resonanzsprungeffekt im Phasendifferenzsignal auftaucht. Der dem Maximum zugehörige Wert $\boldsymbol{\tau}$ entspricht genau der Verschiebung zwischen dem Entkopplungssignal und dem im Phasendifferenzsignal auftretenden Resonanzsprungeffekt. Die Verschiebung $\boldsymbol{\tau}$ wird zur Berechnung der Laufzeit benötigt.

$$\boldsymbol{K(\tau) = \int_{-\infty}^{\infty} \varphi(t) cor(t-\tau) dt} \tag{3.8}$$

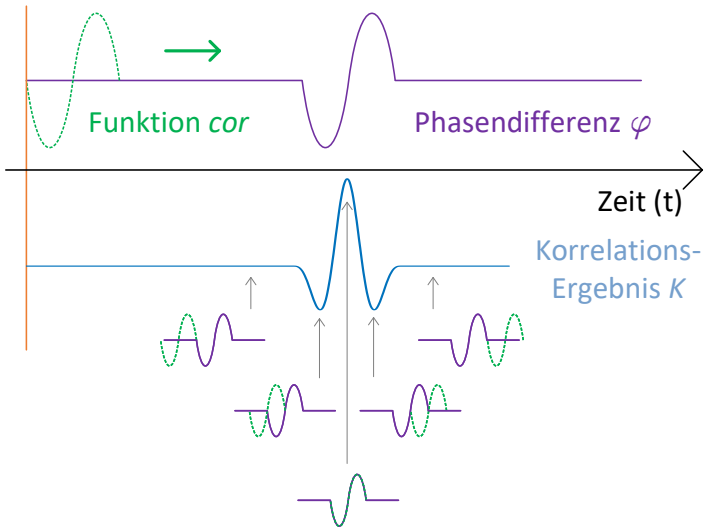


Abbildung 3.41: Schema der Korrelation

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass bei der Korrelation eine Funktion entlang einer anderen verschoben wird, wobei stets geprüft wird, wie ähnlich sich die beiden Funktionen sind. Dies wird im unteren Teil der Abbildung 3.41 ersichtlich. Die grüne Funktion wird Stück für Stück weiter über die lila Funktion geschoben. Bei der besten Übereinstimmung ergibt sich das Maximum und damit die gesuchte Verschiebung $\boldsymbol{\tau}$.

Im Folgenden wird näher auf die Implementierung im FPGA eingegangen. Dieser ist hervorragend zur Berechnung der Korrelation geeignet, da sehr viele Multiplikationen parallel durchgeführt werden können. Da der Resonanzsprungeffekt im Phasendifferenzsignal kausal von der Entkopplung der Anregung abhängig ist, muss kein unendliches Integral berechnet werden (Gl. 3.8). Die untere Integralgrenze wird zum Zeitpunkt der Entkopplung (t=0) gewählt. Die obere Integralgrenze ist von der Laufzeit des Ultraschallsignals abhängig und muss größer als die maximale Laufzeit gewählt werden, damit der Resonanzsprungeffekt korreliert werden kann. Für die Implementierung wurde t=256 gewählt. Dies entspricht einem maximalen Abstand der Ultraschallsensoren von 30 cm in Luft ($\mathbf{256} \cdot \frac{\mathbf{1}}{290\,\mathrm{kHz}} \cdot 345\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$).
Abbildung 3.42 erläutert den Ablauf der sehr effizienten und Ressourcen sparenden Implementierung des Korrelations-Algorithmus im FPGA:

(1) Nach der Entkopplung des Ultraschallwandlers werden die nächsten 256 Phasendifferenzwerte im Block-RAM abgespeichert und währenddessen der Mittelwert berechnet.

(2) Die vorgegebene Funktion *cor*, welche dem Resonanzsprung sehr ähnlich ist, ist mit 30 Punkten definiert. Um Multiplikationen zu sparen, wird ein Block mit der Breite 30 Punkten dem Array φ_{256}, abhängig von $\boldsymbol{\tau}$ entnommen und mittelwertfrei an φ_{30} übergeben.

(3) Anschließend wird multipliziert und aufsummiert. Daraus ergibt sich $K'(\boldsymbol{\tau})$.

(4) In diesem Abschnitt wird überprüft, ob das neu berechnete $K'(\tau)$ größer ist, als das bisherige Maximum. Zudem wird τ inkrementiert und wieder Schritt 2 durchgeführt. Dies führt zu einer Verschiebung des φ_{30} Blocks und wird solange umgesetzt, bis τ den Wert 256 erreicht hat.

(5) Das Ergebnis stellt τ des Maximums dar.

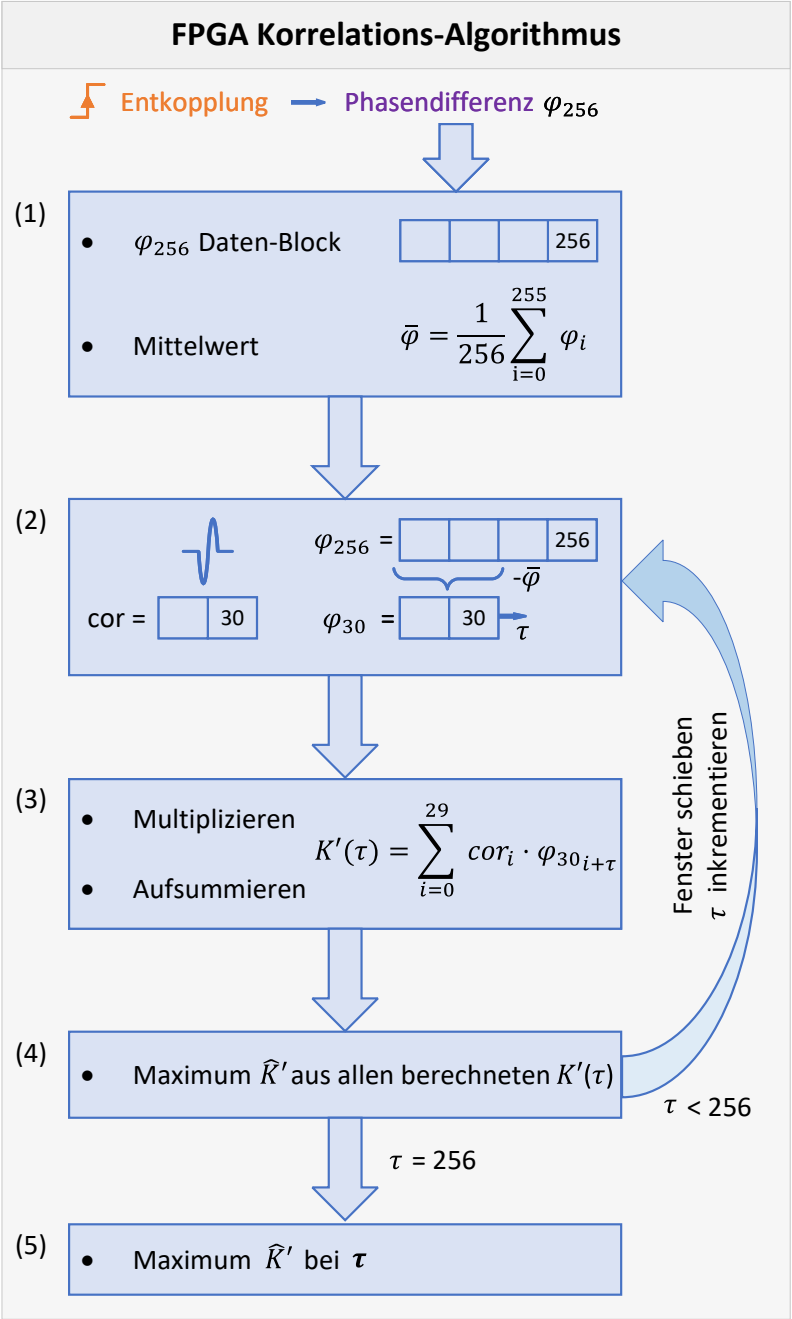


Abbildung 3.42: Schema des FPGA Korrelations-Algorithmus

Der Algorithmus benötigt ca. 28 µs für die Berechnung pro gesamtem Durchlauf. Dabei verwendet er 665 Look-Up-Tables (LUTs) und 28 Digitale-Signal-Prozessoren (DSPs).
Die Ultraschalllaufzeit kann mit τ und φ sehr einfach berechnet werden, siehe Kapitel 3.2.3.

3.5.5 Debug & HyperRAM

Dieser Abschnitt befasst sich mit der Fehlersuche und dem internen Auswerten von Daten. Im FPGA können sehr schnell große Datenmengen anfallen, welche im späteren Betrieb nicht relevant sind, jedoch bei der Entwicklung und Fehlersuche essentiell sind. Bei einem sehr kostengünstigen FPGA ist es schwierig, diese großen Datenmengen ($> 10\,\mathrm{MB\,s^{-1}}$) direkt fehlerfrei und ohne großen Verbrauch interne FPGA Ressourcen an den PC zu übertragen. Hierfür wurde der $8\,\mathrm{MB}$ HyperRAM Speicher auf dem FPGA Board verwendet. Dieser ist ein 'self-refresh' DDR (double-data rate) DRAM (Dynamic Random Access Memory) Speicher mit einer maximalen Taktfrequenz von $100\,\mathrm{MHz}$. Auf der Platine kann der angeschlossene Speicher mit bis zu $83\,\mathrm{MHz}$ betrieben werden und erreicht damit bei einer Schnittstellen-Bitbreite von 8 eine maximal Datenübertragungsrate von $166\,\mathrm{MB\,s^{-1}}$. Der HDL (Hardware-Description-Language) Code basiert auf der Quelle [74].
Der Speicher wird als FIFO genutzt. Die Datenübertragung funktioniert mit einem Mikrocontrollers, welcher nach der Akquirierung die Daten via SPI (Serial Peripheral Interface) wesentlich langsamer an den PC überträgt. Bereits bestehende Lösungen vom Hersteller Xilinx können nur auf den internen Block-RAM Speicher ($200\,\mathrm{kB}$) des FPGAs zugreifen [62]. Dieser ist jedoch stark begrenzt und wird für die Funktionalität des eigentlichen Programms verwendet.
Das FPGA-Debug-Modul ermöglicht die Übertragung interne Datenwerte an den PC, welche später z.B. mit Matlab ausgewertet werden können. Damit wird eine einfache Überprüfung der gesamten internen Datenverarbeitung des FPGAs auf der realen Hardware möglich. Dies war vor allem für Tests und Auswertungen mit dem Resonanzsprungeffekt wichtig, da hier Simulationen der gesamten realen Strecke und Parameter sehr zeitintensiv wären.

3.5.6 FPGA Ressourcenverbrauch des gesamten Aufbaus

Der gesamte Aufbau des FPGAs ermöglicht die zeitgleiche Messung von Druck, Temperatur und Laufzeit, welche zur Bestimmung der Reinheit eines Gases notwendig sind (siehe Kapitel 2.2). Dabei zeichnet sich die gesamte Funktionalität durch eine effiziente Nutzung der Ressourcen des Spartan S7-25 FPGAs von Xilinx aus (Abb. 3.43). Die oberen Zahlen der Balken zeigen die gesamte verfügbare Menge, die unteren Zahlen die jeweils verwendete Menge.

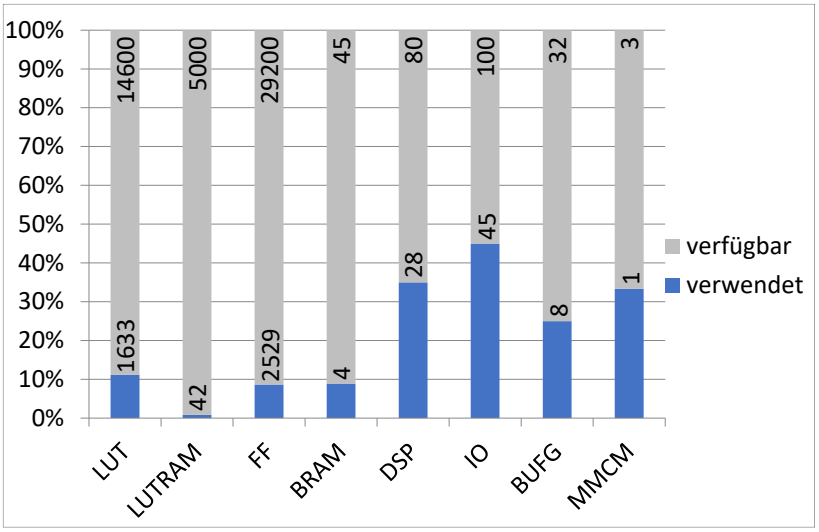


Abbildung 3.43: FPGA Ressourcenverbrauch: *LUT* Look-Up-Table, *LUTRAM* Look-Up-Table Random-Access Memory, *FF Flip-Flop*, *BRAM* Block Random-Access Memory, *DSP* Digital Signal Processor, *IO* Input/Output, *BUFG* Buffer Global, *MMCM* Mixed-Mode Clock Manager

3.6 Messaufbau Gasanalysesystem

In diesem Abschnitt wird der Messaufbau des Gasanalysesystems vorgestellt. Dabei wird im ersten Teil die Funktion und der Aufbau beschrieben. Im zweiten Teil wird die Messunsicherheit analysiert.

3.6.1 Vorstellung Messaufbau

Abbildung 3.44 gibt einen Überblick über den gesamten Messaufbau. Mit diesem ist es möglich, Gase in einem präzisen Verhältnis zu mischen und durch den Fluidistor zu leiten. Das System ist bis 10 bar ausgelegt und basiert auf dem IQS-Stecksystem. Dies ermöglicht im „Lego-Baukasten“ Prinzip ein einfaches Zusammenstecken und Lösen aller Schlauch-Verbindungen, womit eine sehr flexible Experimentierplattform geschaffen wurde. Die zur Verfügung stehenden Gase sind Stickstoff (N_2), Luft, Argon (Ar) und Helium (He), welche in beliebiger Kombination gemischt werden können.

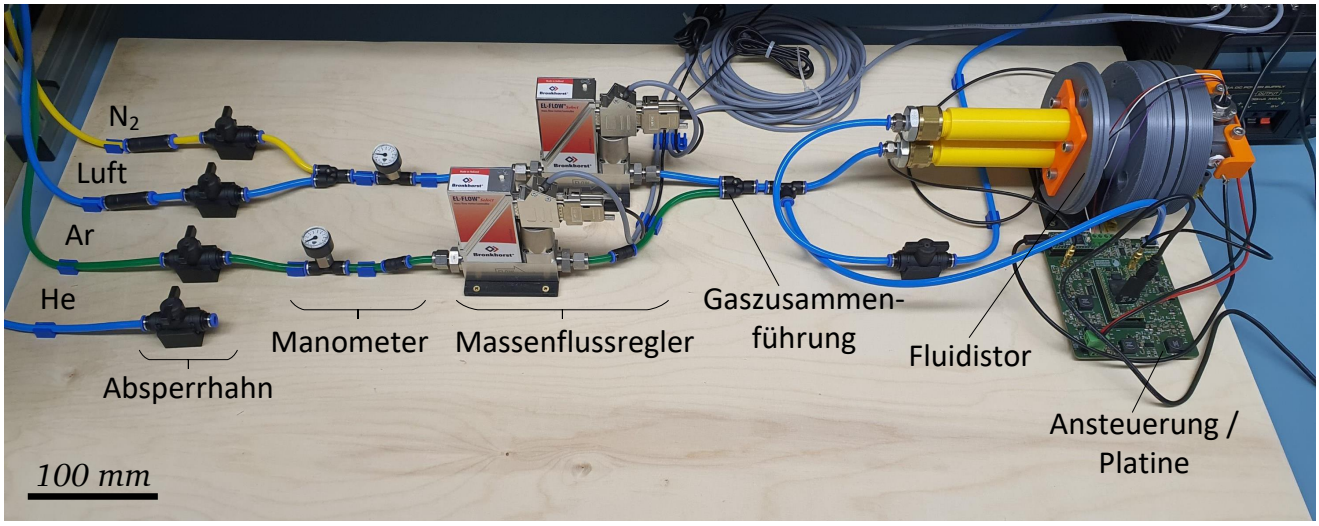
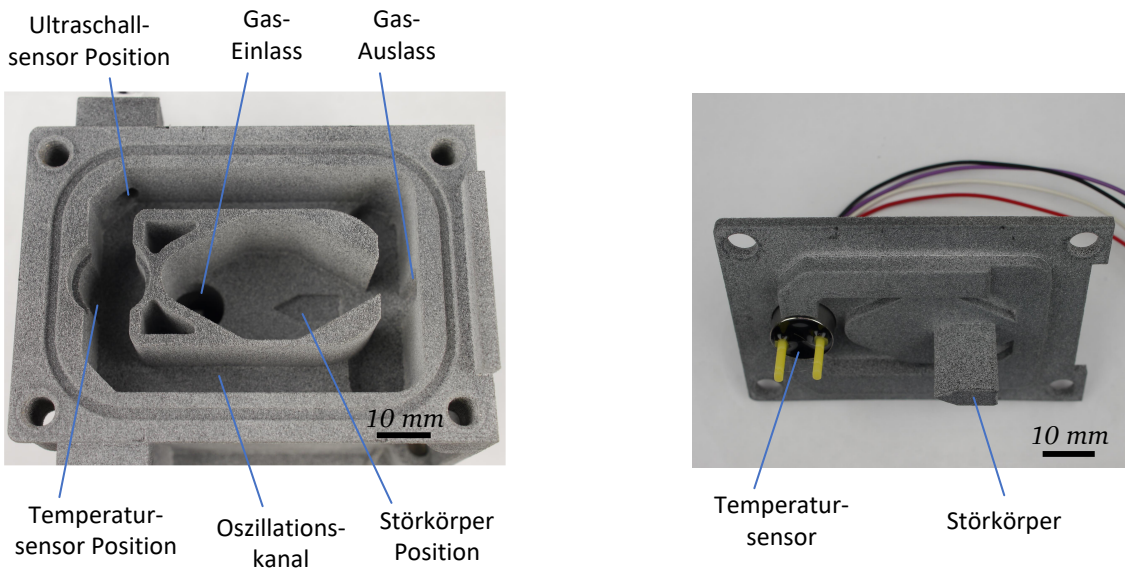


Abbildung 3.44: Gasmessstand

Zum Einstellen des Mischungsverhältnis werden verschiedene Massenflussregler von Bronkhorst verwendet. Einer mit einer maximalen Durchflussmenge von $10\,\frac{\mathrm{L}}{\mathrm{min}}$, ein zweiter mit einer maximalen Durchflussmenge von $100\,\frac{\mathrm{mL}}{\mathrm{min}}$ und ein dritter mit einer maximalen Durchflussmenge von $10\,\frac{\mathrm{mL}}{\mathrm{min}}$. Die Massenflussregler werden mit dem PC angesteuert und basieren auf zwei Temperatursensoren und auf einem Heizelement. Das Gas fließt am ersten Temperatursensor vorbei und wird anschließend mit einer genau definierten Menge Energie erwärmt. Am zweiten Temperatursensor wird wieder die Temperatur gemessen und der Unterschied zum ersten Sensor berechnet. Wenn das Gas bekannt ist, kann über die aufgenommene Wärme und den so erzeugten Temperaturunterschied die Gasmenge sehr genau bestimmt werden. Mit dieser Konfiguration können sehr präzise vermessene Gasmengen weitergeleitet werden und bei der Zusammenführung ein hochpräzises Mischungsverhältnis erzeugt werden. Die Druckmessung findet aktuell noch außerhalb des Fluidistor-Prototypen statt. Dies ist jedoch in diesem Messaufbau weniger relevant, da das System geschlossen ist und über die Massenflussregler ein konstanter Gasstrom ohne Druckstöße oder größere Veränderungen entsteht. Nachdem die Gase zusammengeführt und der Druck vermessen wurde, wird das Gas durch den Fluidistor geleitet.
Der interne Aufbau des Fluidistor-Prototypen wird in der Abbildung 3.45 dargestellt. Dieser besteht aus zwei Teilen: Dem Labyrinth und dem zugehörigen Deckel, welche beide mit einem Pulver-3D-Drucker

hergestellt wurden. Der Fluidistor erzeugt eine Schwingung im Oszillationskanal, abhängig von der Strömungsgeschwindigkeit vom Gas-Einlass zum Gas-Auslass (siehe Kapitel 2.9). Dabei ist zu beachten, dass der verwendete Prototyp eine Mindestdurchflussmenge von ca. $2\,\frac{\mathrm{L}}{\mathrm{min}}$ zum Schwingen benötigt. Im Oszillationskanal befinden sich der Temperatursensor und die beiden gegenüberstehenden Ultraschallwandler.



(a) Fluidistor Labyrinth

(b) Fluidistor Deckel

Abbildung 3.45: Fluidistor

Alle Sensoren werden mit der entwickelten Platine angesteuert und ausgelesen. Dann werden die Daten verarbeitet, so dass am PC die Ergebnisse in Echtzeit angezeigt und gespeichert werden können. Mit dem Gasmessstand ist es möglich, geringste Gaskonzentrationsverhältnisse, bzw. Verunreinigungen zu erzeugen und mit dem hier vorgestellten Messsystem zu detektieren.

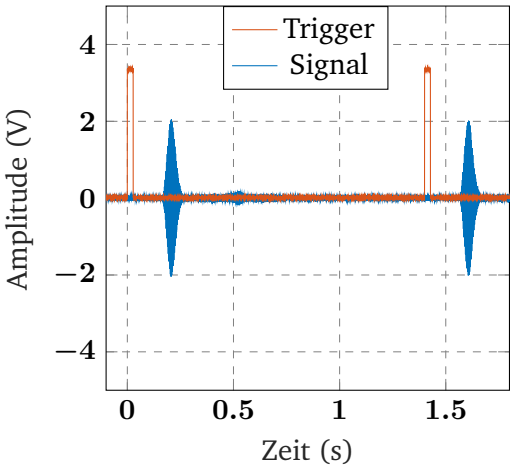


Abbildung 3.46: Messung des empfangenen Ultraschallsignals auf dem Gasmessstand nach einer Anregung des Senders mit 8 Impulsen in der Resonanzfrequenz

Um ein lineares Verhalten zwischen der Schallgeschwindigkeitsänderung des Mediums und der Laufzeit zwischen den Ultraschallsensoren zu erhalten, dürfen möglichst keine Ultraschallreflexionen detektiert

werden, siehe Kapitel 3.2.8. Zur Überprüfung wurde der Sender immer bei der steigenden Flanke des Triggers (orange) mit 8 Impulsen in der Resonanzfrequenz angeregt und das Ultraschallsignal des Empfängers (blau) mittels Oszilloskop aufgezeichnet. Abbildung 3.46 zeigt deutlich bei etwa $0.2\,\mathrm{s}$ das empfangene Signal. Um den Zeitpunkt $0.5\,\mathrm{s}$ lässt sich noch die erste Ordnung der Reflexionen erahnen. Die Amplitude ist jedoch bereits so gering, dass diese Reflexion vernachlässigt werden kann.

3.6.2 Messunsicherheit

Im Folgenden wird die Unsicherheit der erzeugten Gaskonzentrationen auf dem Messaufbau analysiert. Dabei wird zuerst eine Übersicht über die zur Verfügung stehenden Gase gegeben (Tab 3.6).

Tabelle 3.6: Übersicht der verwendeten Gase und deren Reinheit

Gas	Reinheit größer	Verunreinigung kleiner
Stickstoff 6.0	$99.9999\,\%$	$0.1\,\mathrm{ppm}$
Luft	n. a.	n. a.
Argon 5.0	$99.999\,\%$	$1\,\mathrm{ppm}$
Helium 4.6	$99.996\,\%$	$4\,\mathrm{ppm}$

Die verwendeten Massenflussregler, welche zur Bereitstellung verschiedener Gaskonzentrationen verwendet werden, sind gemäß Tabelle 3.7 mit Unsicherheiten behaftet.

Tabelle 3.7: Übersicht zur Kalibrierung und Unsicherheit der Massenflussregler [75]

Regler	Durchfluss	Kalibrierungsgas	Unsicherheit
F-201CV-10K	$10\,\frac{\mathrm{L}}{\mathrm{min}}$	Stickstoff	$\pm(0.5\,\%\ \mathrm{Rd} + 0.1\,\%\ \mathrm{FS})\ (\mathrm{k} = 2)$
F-201CV-100	$100\,\frac{\mathrm{mL}}{\mathrm{min}}$	Argon	$\pm(0.5\,\%\ \mathrm{Rd} + 0.1\,\%\ \mathrm{FS})\ (\mathrm{k} = 2)$
F-201CV-020	$10\,\frac{\mathrm{mL}}{\mathrm{min}}$	Argon und Helium	$\pm(0.5\,\%\ \mathrm{Rd} + 0.1\,\%\ \mathrm{FS})\ (\mathrm{k} = 2)$

Der Hauptbestandteil der Gasmischungen mit niedrig konzentrierten Beimischungen ist immer Stickstoff. Im Folgenden wird die Messunsicherheit von sehr geringen Mengen Argon in Stickstoff berechnet. Dabei steht c für die Konzentration, x für die Menge in „Liter pro Minute“ und s für die Unsicherheit. Tiefgestellt wird immer die Abhängigkeit dargestellt, z.B. $s_{c_{Ar}}$ ist die Unsicherheit der Konzentration von Argon. Der einfachheithalber sind die allgemeingültigen Gleichungen direkt mit Stickstoff und Argon spezifiziert. Gleichung 3.9 gibt die Konzentration von Argon bei der Mischung von Argon und Stickstoff an. Zur Berechnung der Unsicherheit werden die partiellen Ableitungen (Gl. 3.10) benötigt. Diese dienen quasi als Gewichtung der einzelnen Fehler und werden in der Berechnung der Unsicherheit (Gl. 3.11) mit berücksichtigt. Die Unsicherheiten s_{Ar} und s_{N_2} müssen jeweils noch durch 2 dividiert werden, dies ist auf den Erweiterungsfaktor $\mathrm{k} = 2$ zurückzuführen. Dieser gibt an, dass $95\,\%$ aller Messwerte innerhalb der angegebenen Unsicherheit liegen.

$$\boldsymbol{c}_{\mathrm{Ar}} = \frac{\boldsymbol{x}_{\mathrm{Ar}}}{\boldsymbol{x}_{\mathrm{N_2}} + \boldsymbol{x}_{\mathrm{Ar}}} \tag{3.9}$$

$$\frac{\partial \boldsymbol{c}_{\mathrm{Ar}}}{\partial \boldsymbol{x}_{\mathrm{Ar}}} = \frac{\boldsymbol{x}_{\mathrm{N_2}}}{(\boldsymbol{x}_{\mathrm{N_2}} + \boldsymbol{x}_{\mathrm{Ar}})^{\boldsymbol{2}}}; \quad \frac{\partial \boldsymbol{c}_{\mathrm{Ar}}}{\partial \boldsymbol{x}_{\mathrm{N_2}}} = -\frac{\boldsymbol{x}_{\mathrm{Ar}}}{(\boldsymbol{x}_{\mathrm{N_2}} + \boldsymbol{x}_{\mathrm{Ar}})^{\boldsymbol{2}}}; \tag{3.10}$$

$$s_{c_{Ar}} = \sqrt{\left(\frac{\partial c_{Ar}}{\partial x_{Ar}}\right)^2 \cdot (s_{x_{Ar}})^2 + \left(\frac{\partial c_{Ar}}{\partial x_{N_2}}\right)^2 \cdot (s_{x_{N_2}})^2} \tag{3.11}$$

Bei einer Mischung von beispielsweise $9.99\,\frac{\mathrm{L}}{\mathrm{min}}$ Stickstoff und $10\,\frac{\mathrm{mL}}{\mathrm{min}}$ Argon entsteht ein Stickstoffgemisch mit $c_{Ar} = 0.1\,\%$ Argon-Anteil. Die berechnete Unsicherheit liegt entsprechend der Gleichungen bei $s_{c_{Ar}} = \pm 0.006\,\%\ (k = 2) \rightarrow \mathbf{c_{Ar} = 0.1\,\% \pm 0.006\,\%\ (k = 2)}$
Die Verunreinigung der verwendeten Gase (Tab. 3.6) kann vernachlässigt werden, da diese im ppm-Bereich liegen ($1\,\mathrm{ppm} = 0.0001\,\%$) und einen wesentlich geringeren Einfluss auf die Messunsicherheit haben, als die Massenflussregler. Beispielsweise bei $10\,\frac{\mathrm{L}}{\mathrm{min}}$ Stickstoff und $0.1\,\mathrm{ppm}$ Verunreinigung macht die Verunreinigung maximal $0.001\,\frac{\mathrm{mL}}{\mathrm{min}}$ aus. Demgegenüber steht die absichtlich hinzugefügte Verunreinigung von z.B. $10\,\frac{\mathrm{mL}}{\mathrm{min}}$ Argon.

3.6.3 Kalibrierung des Messaufbaus

Der Messaufbau für die Messung der Schallgeschwindigkeit mittels Ultraschall muss kalibriert werden, damit der Abstand zwischen den beiden Ultraschallwandlern und dem Offset kompensiert werden kann. Abbildung 3.47 zeigt den Aufbau der Schallgeschwindigkeitsmessung schematisch. Dabei steht d für den Abstand der beiden Ultraschallsensoren, bei welchem das Medium variabel ist. Der zu kompensierende Offset entsteht durch etwaige Verzögerungen in der elektrischen Signallaufkette und durch die Anpassschicht (hellgrau), siehe Kapitel 2.6.1. Diese muss der Schall immer durchlaufen. Hier ändert sich jedoch das Medium nicht, wodurch ein Offset entsteht.

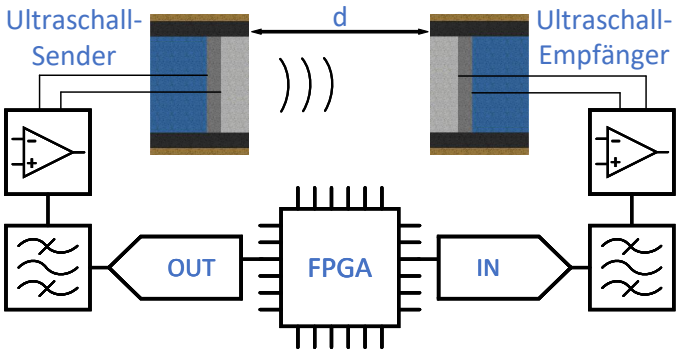


Abbildung 3.47: Vereinfachtes Schema zur Ansteuerung der Ultraschallwandler [59]

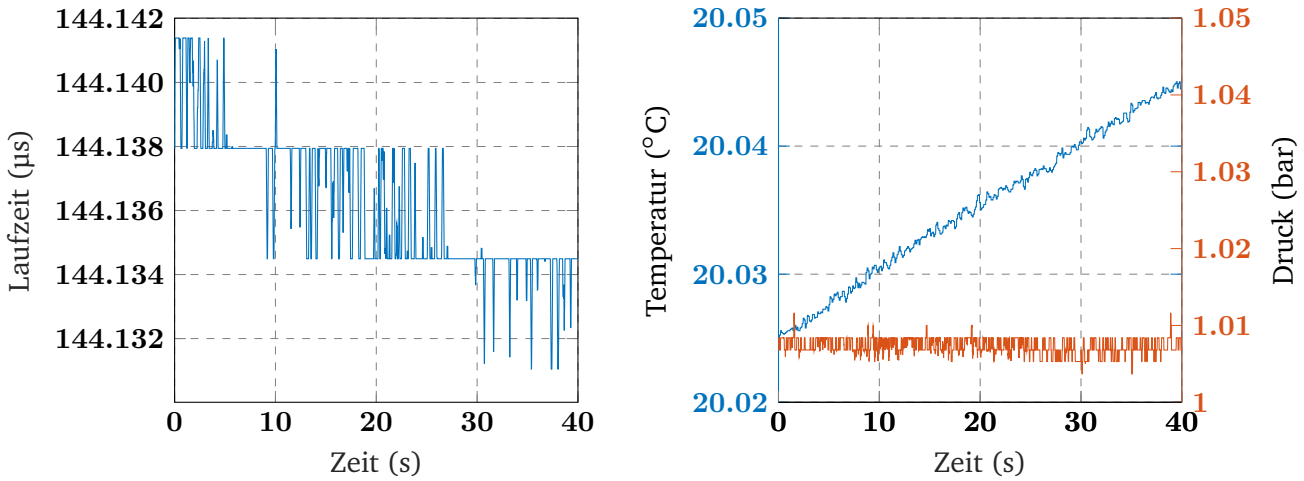
Kalibriermessung

Zur Kalibrierung werden zwei verschiedene Kalibriergase mit bekannter Schallgeschwindigkeit verwendet, angelehnt an [48]. Um die Unsicherheit der Kalibrierung möglichst gering zu halten, sind zwei Gase mit einer möglichst unterschiedlichen Schallgeschwindigkeit sinnvoll. Gleichung 3.12 beschreibt die Berechnung der Schallgeschwindigkeit c mittels des Abstands d, der gemessenen Laufzeit t_{M1} und der zusätzlichen Offset-Laufzeit t_{offset}. Die reale Laufzeit entspricht dann $t^*_{M1} = t_{M1} - t_{offset}$. Dabei stehen die Indizes M1 für das Medium, z.B. M1 $\widehat{=}$ Stickstoff, M2 $\widehat{=}$ Helium. Die beiden Gleichungen können nach dem Abstand d (Gl. 3.13), bzw. dem Offset t_{offset} (Gl. 3.14) umgeformt werden.

$$c_{M1} = \frac{d}{t_{M1} - t_{offset}}; \quad c_{M2} = \frac{d}{t_{M2} - t_{offset}} \tag{3.12}$$

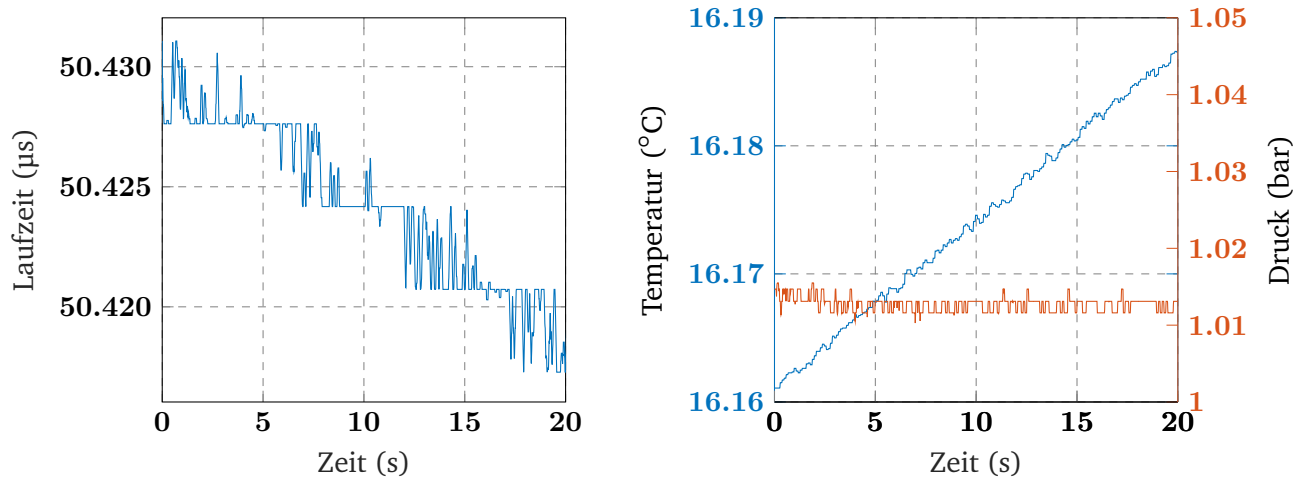
$$\rightarrow d = \frac{c_{M1} \cdot c_{M2} \cdot (t_{M1} - t_{M2})}{c_{M2} - c_{M1}} \tag{3.13}$$

$$\rightarrow t_{offset} = \frac{c_{M1} \cdot t_{M1} - c_{M2} \cdot t_{M2}}{c_{M1} - c_{M2}} \tag{3.14}$$



(a) Ultraschall **(b)** Temperatur und Druck

Abbildung 3.48: Kalibrierung des Gasmessstands mit Stickstoff (N_2)



(a) Ultraschall **(b)** Temperatur und Druck

Abbildung 3.49: Kalibrierung des Gasmessstands mit Helium (N_2)

Zur Kalibrierung wird als erstes Medium Stickstoff (Abb. 3.48) und als zweites Medium Helium (Abb. 3.49) verwendet. Die entsprechenden gemittelten Datenwerte können aus der Tabelle 3.8 entnommen werden. Daraus ergeben sich die nachfolgenden Gleichungen 3.15 und 3.16 mit dem Ergebnis: $\mathbf{d} = 50.232\,\mathbf{mm}$ und $\mathbf{t_{offset}} = 257\,\mathbf{ns}$.

Tabelle 3.8: Kalibrationswerte, sowie zugehörige Schallgeschwindigkeiten, entnommen vom NIST [20]

Wert	Stickstoff (N_2)	Helium (He)
Laufzeit t	144.138 µs	50.424 µs
Temperatur T	20.030 °C	16.174 °C
Druck p	1.008 bar	1.013 bar
Schallgeschwindigkeit c	349.122 $\frac{m}{s}$	1001.299 $\frac{m}{s}$

$$\boldsymbol{d} = \frac{349.122\,\frac{m}{s} \cdot 1001.299\,\frac{m}{s} \cdot (144.138\,\mu s - 50.424\,\mu s)}{1001.299\,\frac{m}{s} - 349.122\,\frac{m}{s}} = 50.232\,\mathbf{mm} \tag{3.15}$$

$$\boldsymbol{t}_{\text{offset}} = \frac{349.122\,\frac{m}{s} \cdot 144.138\,\mu s - 1001.299\,\frac{m}{s} \cdot 50.424\,\mu s}{349.122\,\frac{m}{s} - 1001.299\,\frac{m}{s}} = 257\,\mathbf{ns} \tag{3.16}$$

Unsicherheit der Kalibrierung

Da mittels Ultraschall nur die Laufzeit des Schalls im Medium bestimmt wird, muss die Laufzeit zusätzlich mit dem Abstand der beiden Ultraschallwandler kombiniert werden, um so die Schallgeschwindigkeit zu bestimmen. Damit ist für die Gesamtunsicherheit des Messsystems auch die Unsicherheit des Abstands und damit die Unsicherheit der Kalibrierung relevant, welche im Folgenden bestimmt wird. Zur Berechnung der Unsicherheit des Abstands d wird die Gleichung 3.13 nach allen Variablen partiell abgeleitet (Gl. 3.17, 3.18). Mit Gleichung 3.19 kann die Unsicherheit des Abstands d berechnet werden. Die Unsicherheit wird mit s angegeben, bezogen auf den jeweiligen Indizes.

$$\frac{\partial d}{\partial c_{M1}} = \frac{{c_{M2}}^2 \cdot (t_{M1} - t_{M2})}{(c_{M2} - c_{M1})^2}; \quad \frac{\partial d}{\partial c_{M2}} = -\frac{{c_{M1}}^2 \cdot (t_{M1} - t_{M2})}{(c_{M2} - c_{M1})^2} \tag{3.17}$$

$$\frac{\partial d}{\partial t_{M1}} = \frac{c_{M1} \cdot c_{M2}}{c_{M2} - c_{M1}}; \quad \frac{\partial d}{\partial t_{M2}} = \frac{c_{M1} \cdot c_{M2}}{c_{M1} - c_{M2}} \tag{3.18}$$

$$s_d = \sqrt{\left(\frac{\partial d}{\partial c_{M1}}\right)^2 \cdot (s_{c_{M1}})^2 + \left(\frac{\partial d}{\partial c_{M2}}\right)^2 \cdot (s_{c_{M2}})^2 + \left(\frac{\partial d}{\partial t_{M1}}\right)^2 \cdot (s_{t_{M1}})^2 + \left(\frac{\partial d}{\partial t_{M2}}\right)^2 \cdot (s_{t_{M2}})^2} \tag{3.19}$$

Die Unsicherheit der Laufzeitmessung ergibt sich aus der Abtastgeschwindigkeit, daraus folgt $s_t = \pm\frac{1}{290\,\text{MHz}}$ ($k = \sqrt{3}$). Die Unsicherheit der Schallgeschwindigkeit kann aus der Tabelle 3.9 entnommen werden. Damit ergibt sich eine Unsicherheit des Abstands von $\boldsymbol{s_d} = \pm 6.2\,\mathbf{\mu m}\ (\mathbf{k = 2})$.
Die Unsicherheit des Offsets t_{offset} wird ähnlich der Unsicherheit des Abstands d mit folgender Gleichung 3.22 berechnet. Daraus ergibt sich eine Unsicherheit von $\mathbf{s_{t_{offset}}} = \pm 11.9\,\mathbf{ns}\ (\mathbf{k = 2})$. Diese erscheint auf den ersten Blick sehr groß. Wenn man jedoch Gleichung 3.12 betrachtet, wird deutlich, dass die Unsicherheit des Abstands d um mehrere Zehnerpotenzen größer ist und damit einen wesentlich größeren Einfluss auf die Schallgeschwindigkeit hat, siehe Kapitel 4.3.1.

Tabelle 3.9: Unsicherheit der Schallgeschwindigkeit vom NIST [20]

Wert	Stickstoff (N_2)	Helium (He)	Faktor
Unsicherheit	$\pm 0.005\,\%$	$\pm 0.01\,\%$	$k = \sqrt{3}$
s_c	$\pm 0.017\,456\,\frac{m}{s}$	$\pm 0.100\,130\,\frac{m}{s}$	$k = \sqrt{3}$

$$\frac{\partial t_{\text{offset}}}{\partial c_{\text{M1}}} = \frac{c_{\text{M2}} \cdot (t_{\text{M2}} - t_{\text{M1}})}{(c_{\text{M1}} - c_{\text{M2}})^2}; \qquad \frac{\partial t_{\text{offset}}}{\partial c_{\text{M2}}} = \frac{c_{\text{M1}} \cdot (t_{\text{M1}} - t_{\text{M2}})}{(c_{\text{M1}} - c_{\text{M2}})^2} \tag{3.20}$$

$$\frac{\partial t_{\text{offset}}}{\partial t_{\text{M1}}} = \frac{c_{\text{M1}}}{c_{\text{M1}} - c_{\text{M2}}}; \qquad \frac{\partial t_{\text{offset}}}{\partial t_{\text{M2}}} = -\frac{c_{\text{M2}}}{c_{\text{M1}} - c_{\text{M2}}} \tag{3.21}$$

$$s_{t_{\text{offset}}} = \sqrt{\left(\frac{\partial t_{\text{offset}}}{\partial c_{\text{M1}}}\right)^2 \cdot (s_{c_{\text{M1}}})^2 + \left(\frac{\partial t_{\text{offset}}}{\partial c_{\text{M2}}}\right)^2 \cdot (s_{c_{\text{M2}}})^2 + \left(\frac{\partial t_{\text{offset}}}{\partial t_{\text{M1}}}\right)^2 \cdot (s_{t_{\text{M1}}})^2 + \left(\frac{\partial t_{\text{offset}}}{\partial t_{\text{M2}}}\right)^2 \cdot (s_{t_{\text{M2}}})^2} \tag{3.22}$$

Unsicherheit der Schallgeschwindigkeitsmessung

Abschließend kann nun die Unsicherheit der Schallgeschwindigkeitsmessung bestimmt werden. Die Unsicherheit ist jedoch abhängig vom Medium. Das muss unbedingt beachtet werden! Im Folgenden wird die Unsicherheit für das Medium Stickstoff berechnet. Die Basis hierfür bildet die Gleichung 3.23. Dabei steht c für die Schallgeschwindigkeit, d für den Abstand der Ultraschallsensoren, t für die Ultraschalllaufzeit, t_{offset} für den Offset der Laufzeit und s für die Unsicherheit.

$$c_{\text{N}_2} = \frac{d}{t_{\text{N}_2} - t_{\text{offset}}}; \tag{3.23}$$

$$\frac{\partial c_{\text{N}_2}}{\partial d} = \frac{1}{t_{\text{N}_2} - t_{\text{offset}}}; \qquad \frac{\partial c_{\text{N}_2}}{\partial t_{\text{N}_2}} = -\frac{d}{(t_{\text{N}_2} - t_{\text{offset}})^2}; \qquad \frac{\partial c_{\text{N}_2}}{\partial t_{\text{offset}}} = \frac{d}{(t_{\text{N}_2} - t_{\text{offset}})^2}; \tag{3.24}$$

$$s_{c_{\text{N}_2}} = \sqrt{\left(\frac{\partial c_{\text{N}_2}}{\partial d}\right)^2 \cdot (s_{\text{d}})^2 + \left(\frac{\partial c_{\text{N}_2}}{\partial t_{\text{N}_2}}\right)^2 \cdot (t_{\text{N}_2})^2 + \left(\frac{\partial c_{\text{N}_2}}{\partial t_{\text{offset}}}\right)^2 \cdot (s_{t_{\text{offset}}})^2} \tag{3.25}$$

Bei der Unsicherheitsberechnung der Schallgeschwindigkeit bei Stickstoff (Gl. 3.24,3.25) werden folgende Werte verwendet: $d = 50.232\,\text{mm} \pm 6.2\,\mu\text{m}$ (k = 2), $t_{N_2} = 144.138\,\mu\text{s} \pm \frac{1}{290\,\text{MHz}}$ ($k = \sqrt{3}$) und $t_{offset} = 257\,\text{ns} \pm 11.9\,\text{ns}$ (k = 2).
Daraus ergibt sich eine Unsicherheit der Schallgeschwindigkeit bei Stickstoff von $\boldsymbol{s_{c_{N_2}} = \pm 0.0528\,\frac{m}{s}}$ **(k = 2)**.

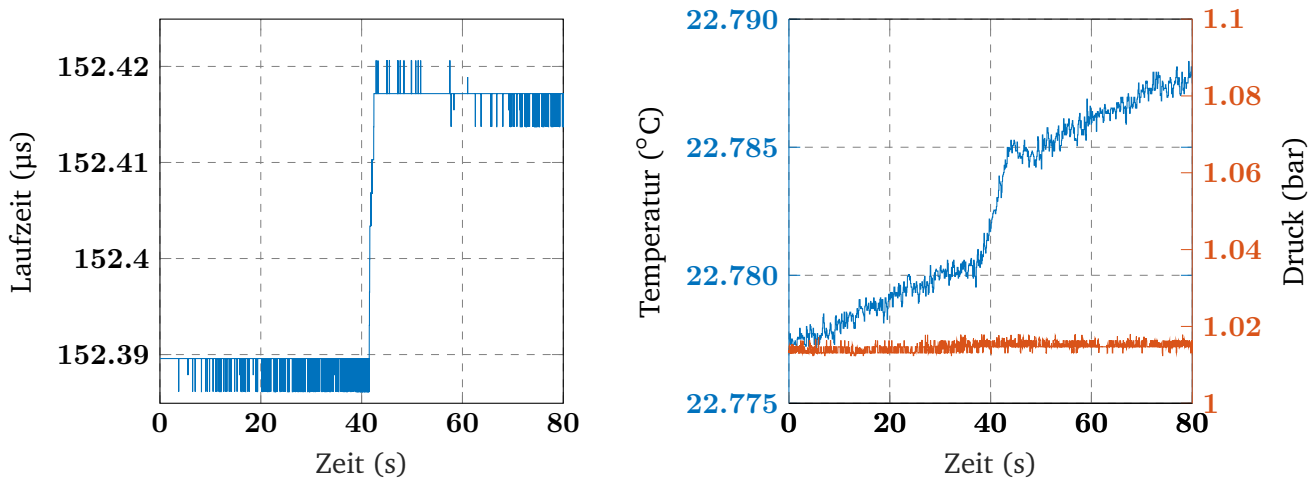
4 Messergebnisse

Im Folgenden Kapitel werden die wichtigsten Messergebnisse dargestellt. Dabei wird zuerst auf die einzelnen Messsysteme „Laufzeit“ und „Durchfluss“ eingegangen und am Ende die Messungen des Gesamtsystems „Gasanalyse“, bzw. „Reinheitsanalyse“ vorgestellt.

4.1 Messungen „Laufzeit“

Dieser Abschnitt zeigt die Ergebnisse der Ultraschallmessungen mit dem Messaufbau des Lineartisches. Dabei werden nur relative Änderungen betrachtet. Absolute Messungen werden erst im Abschnitt 4.3 durchgeführt.
Bei der Messung in Abbildung 4.1 wurde der Abstand der beiden Ultraschallsensoren nach ca. $41\,\mathrm{s}$ um $10\,\mu\mathrm{m}$ verringert. Bei dieser sehr kleinen Änderung werden bereits die diskreten Schritte von $3.45\,\mathrm{ns}$, bedingt durch die maximale Auflösung des Messsystems, ersichtlich. Der Lineartisch wird mit einer Einstellsensitivität von $\pm 1\,\mu\mathrm{m}$ angegeben. Die Abstandsänderung führt zu einer gemessenen Laufzeitänderung von $27\,\mathrm{ns}$. Bei einer Schallgeschwindigkeit von $345.0\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$ in Luft bei $22.8\,^{\circ}\mathrm{C}$ führt dies zu einer gemessenen Streckenänderung von $-9.32\,\mu\mathrm{m}$ (Gl. 4.1) [42].

$$152.390\,\mu\mathrm{s}|_{\mathrm{Zeit}\,=\,0\,\mathrm{s}} \cdot 345.0\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}} - 152.417\,\mu\mathrm{s}|_{\mathrm{Zeit}\,=\,60\,\mathrm{s}} \cdot 345.0\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}} = -9.32\,\mu\mathrm{m} \tag{4.1}$$



(a) Ultraschall

(b) Temperatur und Druck

Abbildung 4.1: Gemessene Laufzeitänderung in Luft bei einer Abstandsänderung der Ultraschallsensoren um 10 µm.

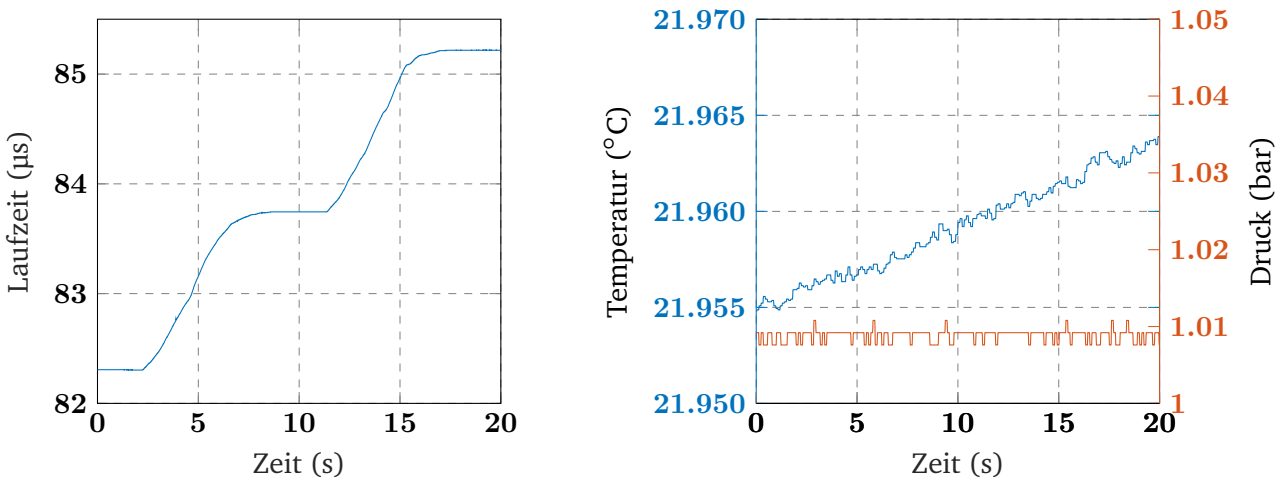
Der Einfluss der steigenden Temperatur ist im fallenden Trend der Laufzeit zu erkennen, jedoch sehr nah an der Auflösungsgrenze von $3.45\,\mathrm{ns}$ des Messsystems. Die größere Steigung der Temperatur um den

Zeitpunkt 40 s ist damit zu erklären, dass hier der Lineartisch manuell justiert wurde. Die Temperatur vom Zeitpunkt 0 s zum Zeitpunkt 60 s ändert sich um 0.0085 °C. Die Schallgeschwindigkeit in Luft bei ca. 20 °C ändert sich bei +1 °C um ca. +0.58 $\frac{m}{s}$, daraus folgt Δ 0.0085 °C $\Rightarrow$ Δ 0.005 $\frac{m}{s}$ [42]. Wenn man nun die Abstandsänderung Temperaturkompensiert berechnet, erhält man eine besser mit der Abstandsänderung übereinstimmenden Laufzeitänderung von −10.08 µm (Gl. 4.2). Die Schwankungen des Drucks sind mit einer Standardabweichung von $\sigma_\rho = 0.97$ mbar $\Rightarrow$ 0.000 06 $\frac{m}{s}$ vernachlässigbar [42].

$$152.390\,\mu s \cdot 345.0\,\frac{m}{s} - 152.417\,\mu s \cdot (345.0\,\frac{m}{s} + 0.005\,\frac{m}{s}) = -10.08\,\mu m \tag{4.2}$$

Für die Messung in Abbildung 4.2 wurde der Lineartisch insgesamt um 1000 µm kontinuierlich verändert. Bei einer Temperatur von 22 °C beträgt die Schallgeschwindigkeit 344.5 $\frac{m}{s}$ [42]. Damit ergibt sich eine mittels Ultraschall vermessene Änderung von 999.1 µm gegenüber einer am Lineartisch vermessenen Änderung von 1000 µm. Wenn man zusätzlich die Änderung der Temperatur von 0.009 °C berücksichtigt, dann ändert sich die Schallgeschwindigkeit um ungefähr 0.006 $\frac{m}{s}$. Damit ergibt sich eine vermessene Änderung von 999.6 µm (siehe Gl. 4.3).

$$85.21\,\mu s \cdot 344.506\,\frac{m}{s} - 82.31\,\mu s \cdot 344.5\,\frac{m}{s} = 999.6\,\mu m \tag{4.3}$$



(a) Ultraschall

(b) Temperatur und Druck

Abbildung 4.2: Abstandsänderung des Lineartisches um zwei mal 500 µm führt zu einer vermessenen Abstandsänderung von 999.6 µm.

In der folgenden Messung soll die Reproduzierbarkeit der Laufzeitmessung überprüft werden. Hierfür wurden 10 möglichst identische Messung nacheinander durchgeführt. Der Abstand wurde jeweils um 1 mm verringert, die Laufzeit vermessen und anschließend wieder auf den ursprünglichen Wert eingestellt. Der Lineartisch wird mit einer Einstellsensitivität von ±1 µm und einer Ablesegenauigkeit von 10 µm angegeben. Zusätzlich muss beachtet werden, dass nur der Messaufbau für die Reinheitsanalyse für absolute Messungen kalibriert ist (Kapitel 3.6). Die Messwerte werden in Tabelle 4.1 gezeigt, der Graph in Abbildung 4.3. Die Standardabweichung beträgt dabei σ= 4.5 ns. Dies entspricht etwa der Abtastrate mit 3.45 ns. Damit kann gezeigt werden, dass Messungen reproduzierbar mit hoher Präzision durchgeführt werden können.

Tabelle 4.1: Reproduzierbarkeit der Laufzeitmessung

Messung	Temperatur	Laufzeitänderung	Messung	Temperatur	Laufzeitänderung
1	21.578 °C	2.914 µs	6	21.741 °C	2.928 µs
2	21.580 °C	2.917 µs	7	21.763 °C	2.921 µs
3	21.639 °C	2.914 µs	8	21.821 °C	2.924 µs
4	21.682 °C	2.924 µs	9	21.864 °C	2.921 µs
5	21.697 °C	2.921 µs	10	21.886 °C	2.921 µs

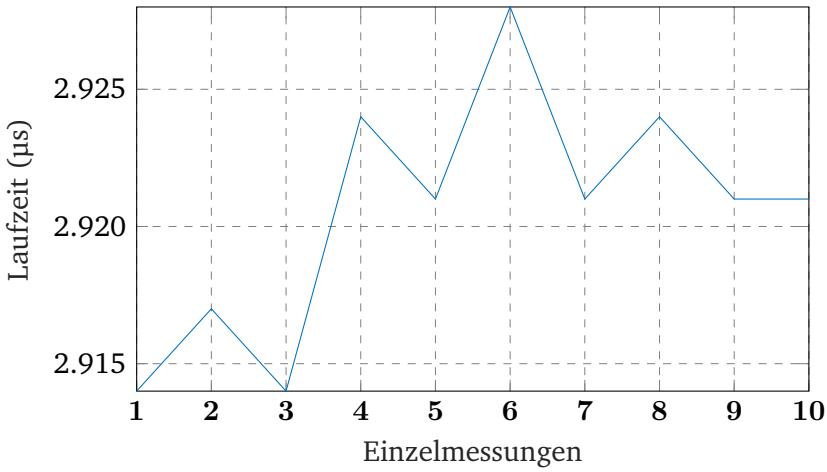
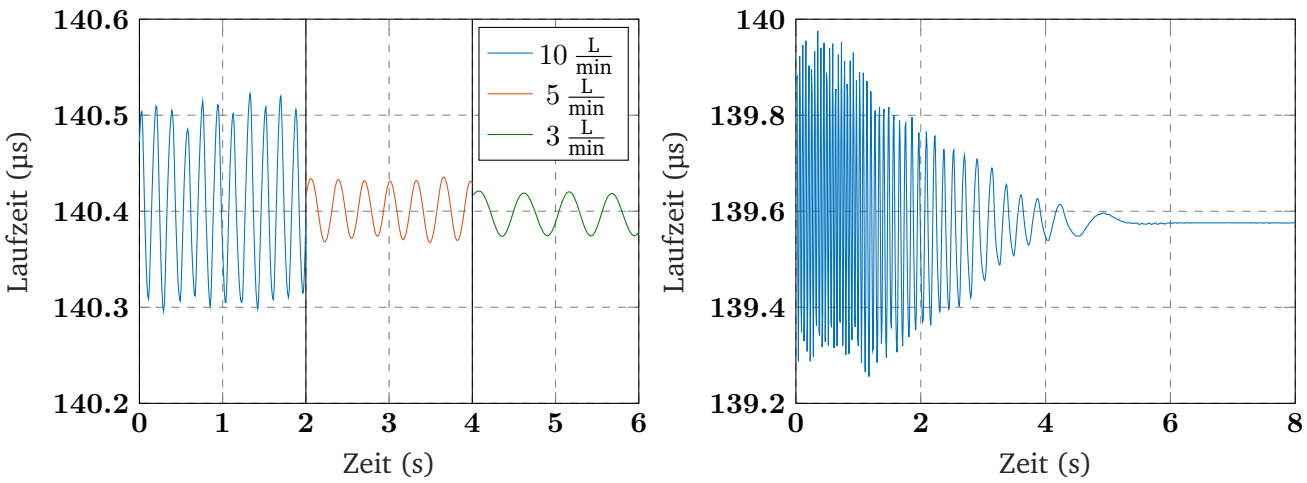


Abbildung 4.3: Messungen unter möglichst ähnlichen Bedingungen für die Reproduzierbarkeit.

4.2 Messungen „Durchfluss“

Dieser Abschnitt zeigt kurz die Ergebnisse der Durchflussmessungen mittels Ultraschall im Fluidistor, welche jedoch nicht im Detail evaluiert werden. Dabei ist die Schwingungsfrequenz des Fluids direkt proportional zur Durchflussgeschwindigkeit und diese direkt proportional zur Durchflussmenge. Das heißt: Die Frequenz der Laufzeit ist abhängig von der Durchflussmenge [41].
Auf dem Massendurchflussregler-Messstand wurden unterschiedliche Durchflussmengen erzeugt (4.4a), welche zu verschieden frequenten, sinusförmigen Schwingung führten. Dabei ist zu erkennen, dass sich die Laufzeit bei unterschiedlichen Durchflussmengen unterschiedlich stark ändert. Dies liegt daran, dass bei einer höheren Durchflussmenge das Fluid schneller schwingt und damit auch die Ultraschallwelle stärker beschleunigt oder abgebremst wird. Damit benötigt die Ultraschallwelle entsprechend mehr oder weniger Zeit vom Sender zum Empfänger ($10\,\frac{\mathrm{L}}{\mathrm{min}}$), als bei einer geringeren Frequenz ($3\,\frac{\mathrm{L}}{\mathrm{min}}$).
Nach ca. $1.5\,\mathrm{s}$ wurde der hohe Durchfluss gestoppt (Abb. 4.4b). Nachdem das Fluid im Fluidistor massebehaftet und damit träge ist, führt ein Stopp des Durchflusses zu einer gedämpften sinusförmigen Schwingung. Ab ungefähr $5\,\mathrm{s}$ ist das Medium in Ruhe. Das Messsystem detektiert keinen Durchfluss mehr.



(a) Ausschnitte verschiedene Durchflussmengen

(b) Ausschwingen nach hohem Durchfluss

Abbildung 4.4: Sinusförmiges Schwingen des Fluids im Fluidistors mit verschiedenen Strömungsgeschwindigkeiten.

4.3 Gasanalyse und Reinheitsanalyse

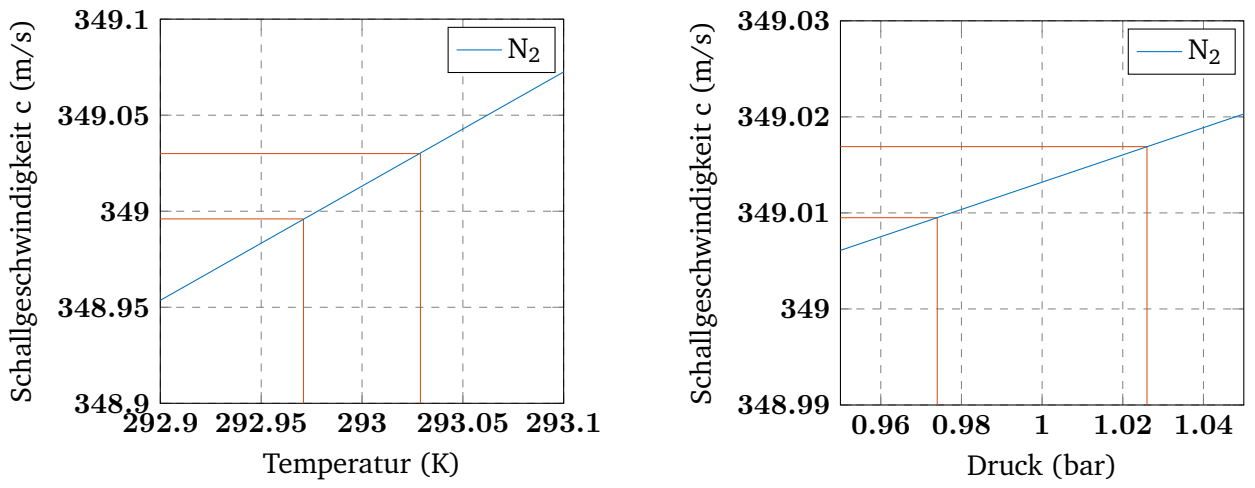
In diesem Abschnitt wird die rechnerische Genauigkeit des Messsystems mit den realen Messwerten verglichen.

4.3.1 Berechnete Genauigkeit

In der folgenden Passage wird die theoretische Genauigkeit des Messsystems u, basierend auf den einzelnen Sensoren, evaluiert. Hierfür liefert die Gaußsche Fehlerfortpflanzung die Grundlage, siehe Gleichung 4.4. Zudem wird die Unabhängigkeit der einzelnen Messfehler vorausgesetzt, da kein allgemeingültiges Modell das Verhalten der verschiedenen Messfehler zueinander abbildet. Die Unsicherheit wird hier mit s angegeben, Schallgeschwindigkeit mit c, die Temperatur mit T und der Druck mit p.

$$s_\mathrm{u} = \sqrt{\left(\frac{\partial u}{\partial c} s_\mathrm{c}\right)^2 + \left(\frac{\partial u}{\partial T} s_\mathrm{T}\right)^2 + \left(\frac{\partial u}{\partial p} s_\mathrm{p}\right)^2} \tag{4.4}$$

Da die Unsicherheit der Schallgeschwindigkeit abhängig vom Medium ist (siehe Kapitel 3.6.3) wird hier für die Berechnung der Gesamtunsicherheit das Medium Stickstoff angenommen mit $s_\mathrm{c} = \pm 0.0528\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$ (k = 2). Die Unsicherheit der Temperatur beträgt $\pm 29\,\mathrm{mK}$ (k = 2), die des Drucks $\pm 26\,\mathrm{mbar}$ (k = $\sqrt{3}$). Zur Umrechnung in eine Schallgeschwindigkeit werden die Isothermen- (Temperatur konstant) und Isobaren- (Druck konstant) Graphen von Stickstoff verwendet (Abb. 4.5). Auf der x-Achse wird jeweils die Unsicherheit der Sensoren aufgetragen und auf der y-Achse kann dann die Unsicherheit der Schallgeschwindigkeit abgelesen werden. Daraus ergibt sich für die Temperatur $s_\mathrm{T} = \pm 0.017\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$ und für den Druck $s_\mathrm{p} = \pm 0.0037\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$.



(a) Schallgeschwindigkeit von Stickstoff bei 1 bar

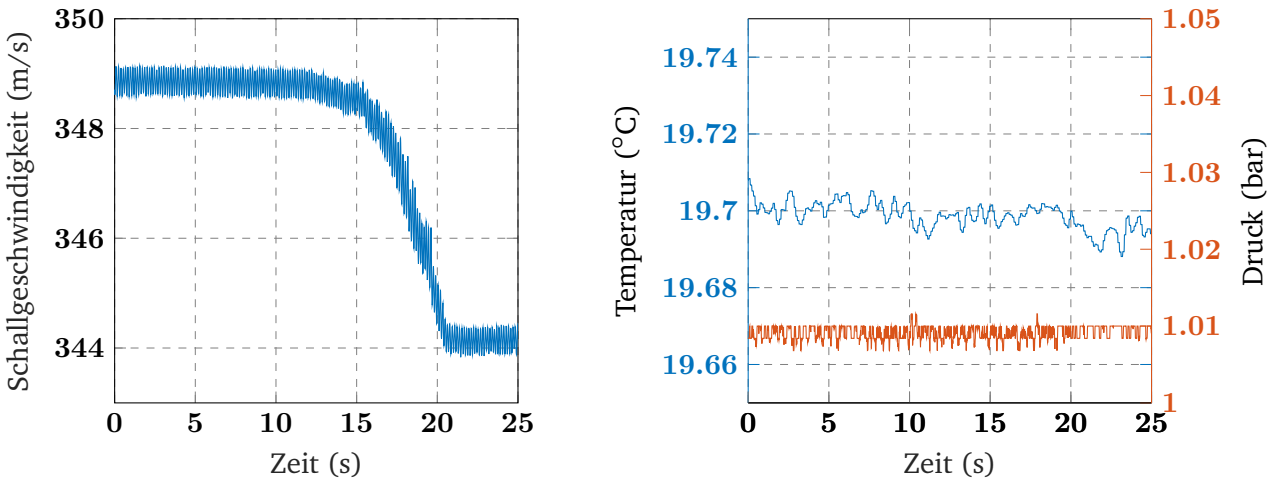
(b) Schallgeschwindigkeit von Stickstoff bei 293 K

Abbildung 4.5: Schallgeschwindigkeit von Stickstoff: isotherm und isobar [20]

Daraus ergibt sich nach Gleichung 4.4 und der Annahme, dass die Gewichtung der Fehler jeweils 1 ist (keine Abhängigkeiten zwischen den einzelnen Unsicherheiten existieren), eine gesamte Unsicherheit von $\mathbf{s_{u_{N_2}}} = \pm 0.056\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$ **(k = 2)** bei Stickstoff. Das bedeutet, dass Änderungen der Reinheit, welche eine Änderung der Schallgeschwindigkeit von mehr als $\pm 0.056\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$ verursachen, sicher detektiert werden können.

4.3.2 Messungen

In diesem Abschnitt werden die Ergebnisse der Gas- und Reinheitsanalyse auf dem Massendurchflussregler-Messstand vorgestellt (Kapitel 3.6).



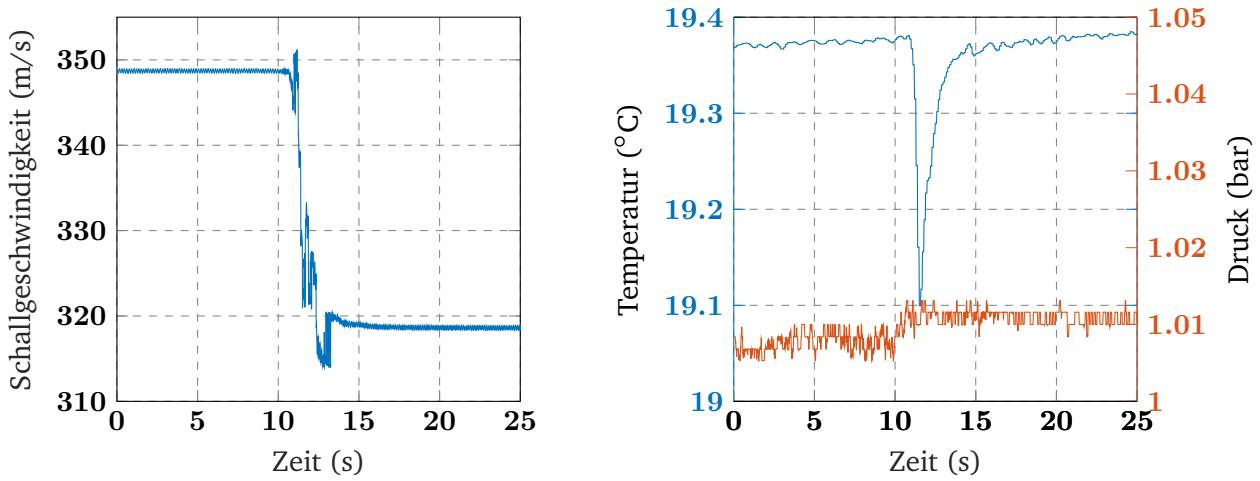
(a) Ultraschall

(b) Temperatur und Druck

Abbildung 4.6: Gasänderung von N_2 zu Druckluft zum Zeitpunkt 12 s bei einem Durchfluss von 10 $\frac{\mathrm{L}}{\mathrm{min}}$.

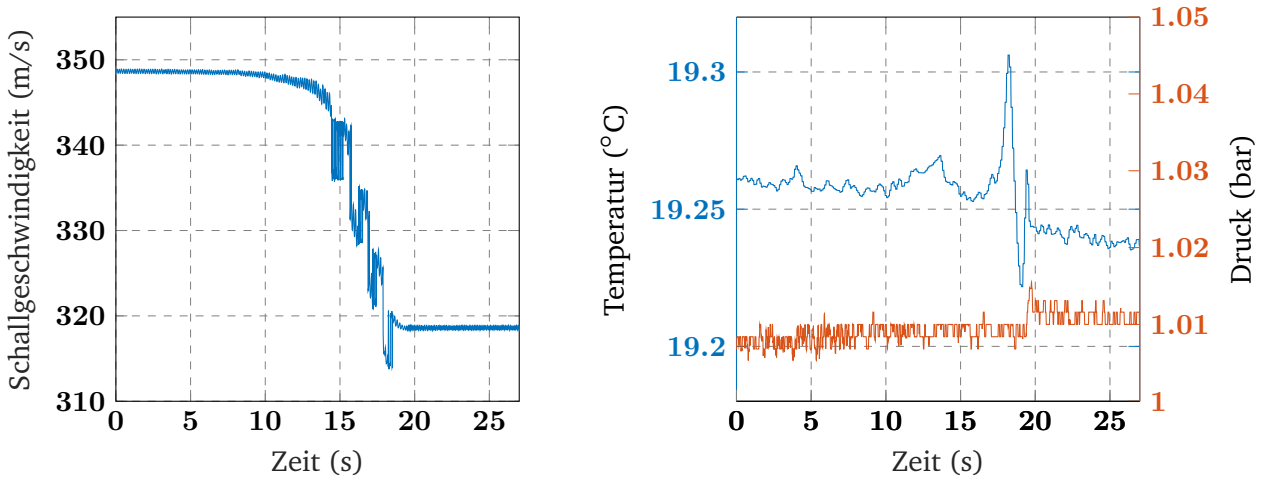
Zunächst wurde Stickstoff (N_2) durch das Messsystem geleitet und nach 12 s durch Druckluft ersetzt (Abb. 4.6). Dabei erkennt man noch das Oszillieren des Schallwellen tragenden Mediums im Fluidistor (Abb. 4.6a). Die Schallgeschwindigkeit nimmt über einen Zeitraum von einigen Sekunden langsam ab, da sich die

Gaskonzentration nicht schlagartig ändert. Im Oszillationskanal des Fluidistor wird mit jeder Schwingung immer nur ein Teil des Gases ausgetauscht.
Die Änderung der Schallgeschwindigkeit ist deutlich zu erkennen. Dabei wird für Stickstoff bei ca. $20\,°\mathrm{C}$ und $1\,\mathrm{bar}$ eine Schallgeschwindigkeit von $349.1\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$ angegeben, für Luft $343.5\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$ [42]. Hier wird ersichtlich, dass die vermessene Schallgeschwindigkeit für Luft vom theoretischen Wert abweicht. Da Luft kein reines Gas ist, ändert sich die Zusammensetzung immer leicht. Die relativ große Abweichung ist jedoch vermutlich auf die Luftfeuchtigkeit, also dem prozentualen Anteil von Wasser in der Luft zurückzuführen. Die Luftfeuchtigkeit hat einen großen Einfluss auf die Schallgeschwindigkeit von Luft [42].



(a) Ultraschall **(b)** Temperatur und Druck

Abbildung 4.7: Gasänderung von N_2 zu Ar zum Zeitpunkt 10 s bei einem Durchfluss von 10 $\frac{\mathrm{L}}{\mathrm{min}}$.

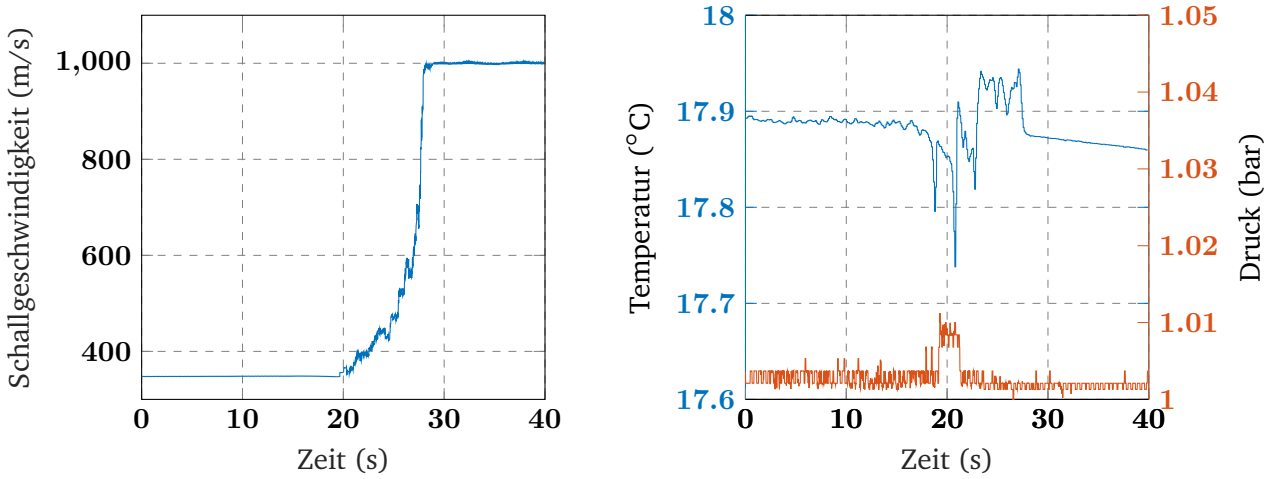


(a) Ultraschall **(b)** Temperatur und Druck

Abbildung 4.8: Gasänderung von N_2 zu Ar zum Zeitpunkt 9 s bei einem Durchfluss von 10 $\frac{\mathrm{L}}{\mathrm{min}}$.

Die beiden Abbildungen 4.7 und 4.8 zeigen jeweils den Übergang von Stickstoff zu Argon. Die großen Sprünge der Laufzeitmessung im Bereich der Gasänderung können auf den Algorithmus zur Resonanzsprungdetektion zurückgeführt werden. Wenn sich die Ultraschalllaufzeit zu schnell ändert, kann der Algorithmus den Resonanzsprung nicht mehr sauber detektieren, siehe Kapitel 3.5.4. Sobald sich das Medium jedoch nicht mehr schlagartig ändert, wird die Schallgeschwindigkeit wieder sauber und korrekt vermessen.

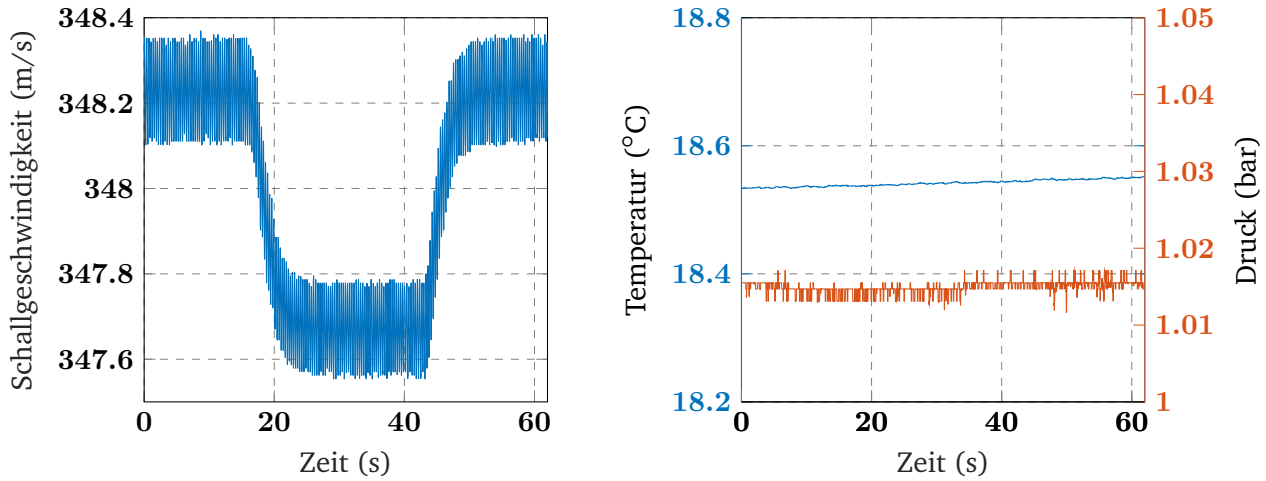
Die letzte Messung von 100 % Gaskonzentrationen wird von Stickstoff nach 19 s zu Helium (He) durchgeführt (Abb. 4.9). Hier wird die extrem hohe Dynamik des Systems gezeigt.



(a) Ultraschall **(b)** Temperatur und Druck

Abbildung 4.9: Gasänderung von N_2 zu He zum Zeitpunkt 19 s bei einem Durchfluss von 10 $\frac{L}{min}$.

Nachdem in den letzten Messungen große Änderungen der Schallgeschwindigkeit präsentiert wurden, sollen die kommenden Messergebnisse nun die Detektion von geringsten Änderungen, bzw. Verunreinigungen zeigen.
In der folgenden Messung wurde im Zeitbereich von 16 bis 44 s Stickstoff mit 1 % Argon verunreinigt. Dabei ist deutlich die Änderung der Schallgeschwindigkeit zu erkennen (Abb. 4.10a). Nachdem Druck und Temperatur relativ konstant sind (Abb. 4.10b), muss die Änderung der Schallgeschwindigkeit durch den Zusatz von Argon verursacht werden. Die sehr breite Kurve der Schallgeschwindigkeit wird nicht durch Rauschen verursacht, sondern wird durch das schnelle Oszillieren des Mediums im Fluidistor erzeugt.

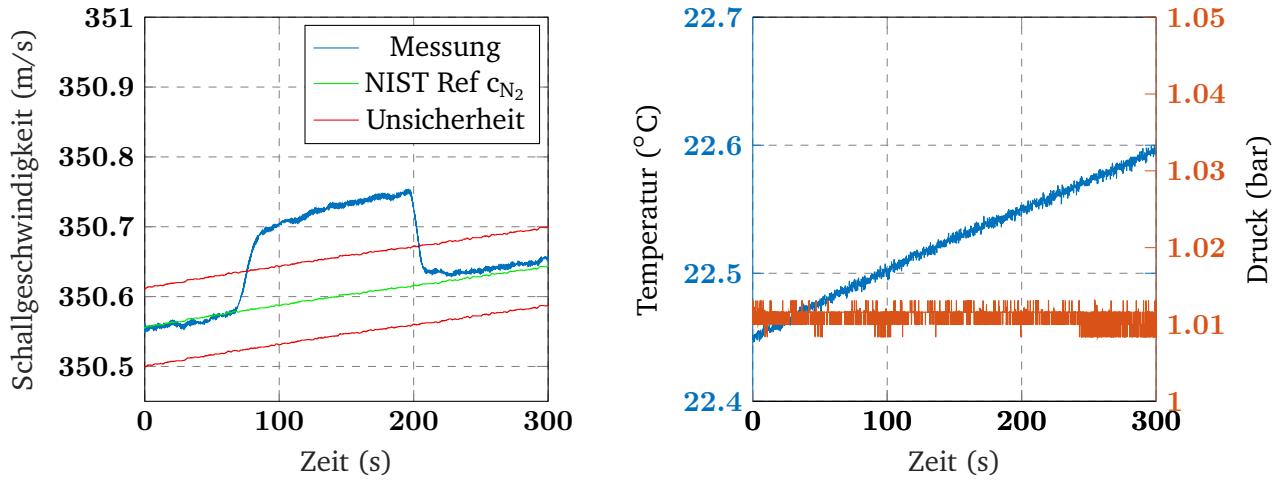


(a) Ultraschall **(b)** Temperatur und Druck

Abbildung 4.10: Im Zeitbereich von 16 bis 44 s wurde 1 % Ar dem reinen N_2 beigemischt. Der Durchfluss beträgt 5 $\frac{L}{min}$.

Für die nächste Messung wurde im Zeitbereich von 66 bis 195 s Stickstoff mit 0.1 % Helium verunreinigt. Damit die Änderung der Schallgeschwindigkeit besser erkennbar wird, wurde die Oszillation des

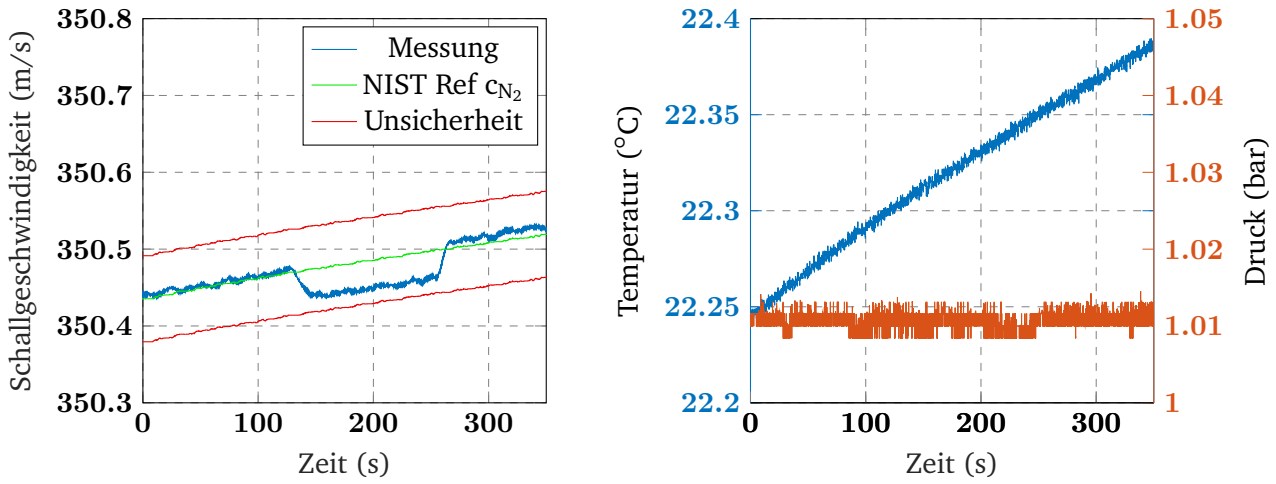
Fluidistors mit einem breiten Mittelwertfilter herausgefiltert (Abb. 4.11a). Bei solch geringen Konzentrationsänderungen werden auch geringe Temperatur oder Druckänderung relevant, da diese ebenfalls die Schallgeschwindigkeit beeinflussen. Abbildung 4.11b zeigt eine geringe Temperaturerhöhung. Hierfür wurde die Abbildung 4.11a zusätzlich um die Kurve von reinem Stickstoff (grün) abhängig von Temperatur und Druck [20], sowie die Messunsicherheit des Messsystems bei reinem Stickstoff (rot) ergänzt. Die steigende Temperatur ist in diesem Fall für den Anstieg der Schallgeschwindigkeit verantwortlich.



(a) Ultraschall **(b)** Temperatur und Druck

Abbildung 4.11: Im Zeitbereich von 66 bis 195 s wurde 0.1 % He dem reinen N_2 beigemischt. Der Durchfluss beträgt 10 $\frac{L}{min}$.

In der folgenden Messung wurde im Zeitbereich von 128 bis 256 s Stickstoff mit 0.1 % Argon verunreinigt. Hier wird im direkten Vergleich zu einer prozentual gleichen Masse Verunreinigung mit Helium ersichtlich, dass sich die Argon-Verunreinigung wesentlich geringer auf die Schallgeschwindigkeit des Gasgemisches auswirkt. Zudem wird die Schallgeschwindigkeit bei einer Argon-Verunreinigung geringer, wohingegen die Verunreinigung mit Helium zu einer höheren gesamt Schallgeschwindigkeit führt.

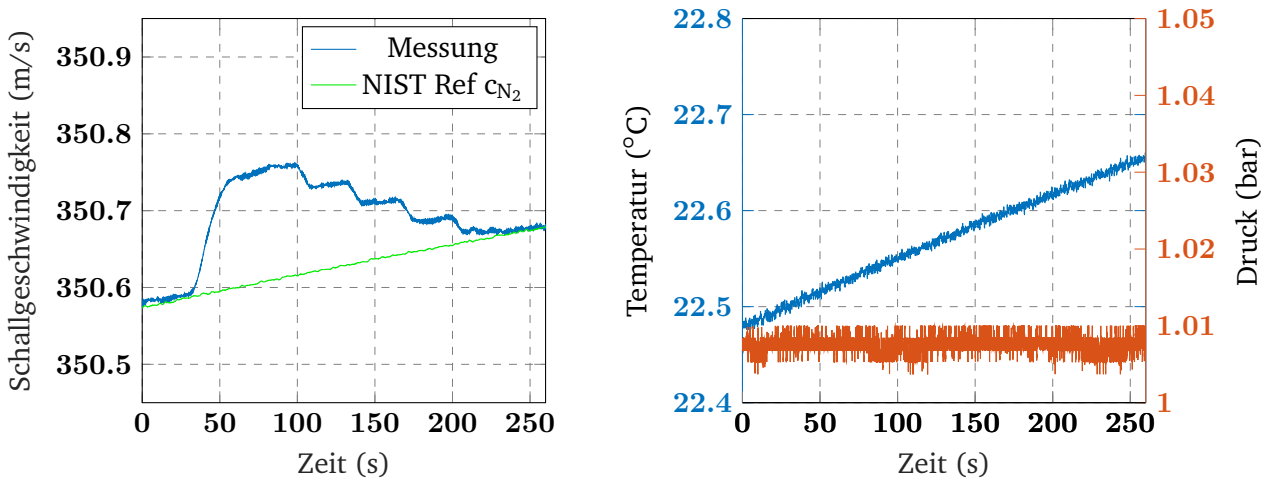


(a) Ultraschall **(b)** Temperatur und Druck

Abbildung 4.12: Im Zeitbereich von 128 bis 256 s wurde 0.1 % Ar dem reinen N_2 beigemischt. Der Durchfluss beträgt 10 $\frac{L}{min}$.

Bei einer Verunreinigung von Stickstoff mit 0.1 % Argon wird ersichtlich, dass die Änderung der Schallge-

schwindigkeit innerhalb der Unsicherheit des Messsystems liegt. Dies liegt daran, dass bei der Kalibrierung mittels reiner Gase die Schallgeschwindigkeit bekannt sein muss. Diese wurde vom NIST verwendet und ist mit einer zu diesem neuen Messsystem vergleichsweise hohen Messunsicherheit behaftet, was zu einer relativ hohen Messunsicherheit der Schallgeschwindigkeit führt.



(a) Ultraschall

(b) Temperatur und Druck

Abbildung 4.13: Im Zeitbereich von 30 bis 195 s wurden unterschiedliche Konzentrationswerte von He dem reinen N_2 beigemischt, 0.1 %, 0.075 %, 0.05 % und 0.025 %. Der Durchfluss beträgt 10 $\frac{L}{min}$.

Abschließend wird eine Messung mit verschiedenen Konzentrationen von Helium in Stickstoff gezeigt (Abb. 4.13). Dabei wird zuerst reiner Stickstoff verwendet, welcher anschließend jeweils mit $0.1\,\%$, $0.075\,\%$, $0.05\,\%$ und $0.025\,\%$ Helium verunreinigt wurde. Bei der Messung sind die einzelnen Konzentrationsstufen in der Schallgeschwindigkeit sehr gut zu erkennen. Da die Temperatur um fast $0.2\,°C$ steigt, nimmt auch die Schallgeschwindigkeit über die Messung relativ stark zu.
Zusammengefasst wird ersichtlich, dass das Messsystem einen extrem großen dynamischen Bereich der Schallgeschwindigkeit vermessen kann. Die Messergebnisse zeigen die Detektion von geringsten Änderungen bei $0.1\,\%$ Argon in Stickstoff mit einer Schallgeschwindigkeitsänderung kleiner als $0.05\,\frac{m}{s}$, bis hin zu sehr großen Änderungen vom Medium Stickstoff zu Helium mit einer Schallgeschwindigkeitsänderung größer als $650\,\frac{m}{s}$.

5 Diskussion

Das folgende Kapitel beantwortet die Forschungsfrage und diskutiert die Vor- und Nachteile verschiedener in der Arbeit umgesetzter Systeme, sowie deren Folgen.

5.1 Beantwortung der Forschungsfrage

Die Forschungsfrage bestand darin, ob ein Messsystem auf Ultraschall-Basis für eine Reinheitsanalyse von Fluiden mit folgenden Eigenschaften entwickelt werden kann. Dabei wird auf jeden der einzelnen Punkte kurz eingegangen und dieser erläutert.

- sehr hohe Präzision
- Analyse quasi in Echtzeit
- kostengünstig
- kleine Bauform
- Messung während dynamischen Strömungsvorgängen in der Rohrleitung
- zusätzliche Information: Durchflussmenge bestimmen
- zusätzliche Information: Zusammensetzung des Fluids bestimmen

Präzision

Die Ergebnisse zeigen, dass das entwickelte Messsystem zur Reinheitsanalyse eine sehr hohe Genauigkeit erreicht. Bei Stickstoff beträgt die Unsicherheit lediglich $\pm 0.056\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$. Damit ist es möglich, bereits Verunreinigungen von z.B. $0.15\,\%$ Argon, oder $0.03\,\%$ Helium in Stickstoff zu detektieren. Grundlage zu dieser Berechnung der Schallgeschwindigkeit bei zusammengesetzten Gasen bietet Kapitel 2.2.2.

Analysezeit

Durch die Messtechnik mittels Ultraschall im Fluidistor ist es möglich, quasi in Echtzeit ein Analyseergebnis zu erhalten (innerhalb von wenigen Millisekunden). Eine aufwendige Probenentnahme mit anschließender langwieriger Analyse entfällt.
Mit Hilfe des neu entwickelten Temperatursensors ist es zudem möglich, nicht nur sehr präzise Messungen durchzuführen, sondern zusätzlich auch Änderungen der Temperatur im fließenden Gas schnell zu detektiert.

Kosten

Zum aktuellen Stand der Technik wird zur präzisen Analyse von Fluiden die teure Spektroskopie verwendet. Mit dem hier vorgestellten Messsystem ist eine sehr kostengünstige Analyse möglich. Die Gesamtkosten für die elektronische Ansteuerung und die Sensoren betragen weniger als $500\,€$. Zusätzlich ermöglicht die Kombination aus Phasendifferenzmessung und Resonanzsprungverfahren, dass kein sehr schneller und hochauflösender Analog-zu-Digital-Wandler benötigt wird, da ein einfacher Komparator ausreicht. Damit wird eine hohe Kosteneinsparung ermöglicht und zusätzlich kann das System in seiner Präzision weiter skaliert werden, ohne dass die Kosten exponentiell steigen.

Bauform

Je länger die Distanz zwischen den Ultraschallwandlern im Medium ist, desto weniger genau muss die Laufzeit bestimmt werden, damit die Messunsicherheit gleich bleibt. Die sehr kurze Strecke von nur $5\,\mathrm{cm}$ zwischen den beiden Wandlern kann durch die sehr hohe Abtastung alle $3.45\,\mathrm{ns}$ realisiert werden, womit eine kleine Bauform des Gesamtsystems möglich wird.

Dynamische Strömungen

Durch die dauerhafte Aussendung von Ultraschall ist es möglich, dass das System kontinuierlich Messergebnisse liefert (innerhalb von wenigen Millisekunden). Im aktuellen Stand der Technik muss die Strecke von Sender zum Empfänger durchlaufen werden. Die Wandler müssen ausschwingen und ihre Funktion (Senden oder Empfangen) vertauschen und die Strecke ein zweites Mal in entgegengesetzter Richtung vermessen. Wenn sich während des Messvorgangs die Eigenschaften (Durchflussgeschwindigkeit, Zusammensetzung, Temperatur, etc.) ändern, dann erhält man mit der bisherigen Technik ein falsches Ergebnis. Die parallele Messung und die antiparallele Messung müssen immer mit der Annahme zusammengerechnet werden, dass die Eigenschaften während der beiden Messungen gleich geblieben sind. Da das neue hier vorgestellte Prinzip lediglich auf **einer** Messung beruht, muss keine solche Annahme getroffen werden. Änderungen während der Messung können einwandfrei detektiert werden und führen prinzipbedingt zu keinem Messfehler.
Mit der hier neu entwickelten und vorgestellten Technik ist es zudem erstmals möglich, dass die Messungen wesentlich schneller durchgeführt werden. Änderungen des Mediums oder Änderungen im Durchfluss können sehr schnell detektiert werden.

Durchflussmenge

Durch das Prinzip des Fluidistors kann die vermessene Frequenz der Schwingung des Fluids in eine Durchflussmenge umgerechnet werden. Damit ist es möglich, dass das System zusätzlich den Durchfluss bestimmt. Diese Messwerte sind quasi ein Nebenprodukt der Reinheitsanalyse.

Fluidzusammensetzung

Die Zusammensetzung des Fluids kann in bestimmten Grenzen analysiert werden. Dabei müssen die beiden beinhalteten Fluide bekannt sein. Zusätzlich zeigen die Ergebnisse, dass das System bei sehr hohen dynamischen Änderungen der Zusammensetzung des Mediums, z.B. Stickstoff zu Helium ($350\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$ zu $1000\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$), innerhalb der Änderung des Mediums keine korrekten Ergebnisse liefert. Die Schallgeschwindigkeit ändert sich damit zu schnell, um diese sicher zu detektieren. Wenn sich die Schallgeschwindigkeit langsamer

ändert, z.B. schlagartig von Stickstoff zu Luft ($350\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$ zu $344\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$), dann kann die Änderung während des gesamten Vorgangs kontinuierlich detektiert werden.

Zusammenfassung

Das hier neu entwickelte Messverfahren ermöglicht erstmalig die Echtzeit-Reinheitsanalyse von Fluiden mit einer enorm hohen Präzision. Dabei kann das System kompakt und kostengünstig aufgebaut werden und ermöglicht auch die Analyse von dynamischen Strömungen. Zusätzlich kann anschließend die Durchflussmenge berechnet werden oder mit einigen physikalischen Einschränkungen die Zusammensetzung des Fluids analysiert werden.
Mit beispielsweise der Überwachung von Wasserstoff oder Prozessgasen in der Halbleiter-Industrie könnte das hier neu vorgestellte Messsystem in breiten Bereichen der Gesellschaft genutzt werden und so einen sinnvollen ökonomischen und ökologischen Beitrag leisten.

5.2 Vergleich mit dem Stand der Technik

Dieser Abschnitt beschäftigt sich mit dem Vergleich zwischen dem aktuellen Stand der Technik und Wissenschaft (Kapitel 2.11) und den Ergebnissen dieser Arbeit. Dabei wird zuerst die kommerzielle Industrieanwendung von Endres und Hauser betrachtet, anschließend wird die Ultraschall basierte binäre Gasanalyse am Cern beleuchtet und abschließend wird der Vergleich mit der Spektroskopie gezogen.

Endress und Hauser Produkte

Die beiden hier vorgestellten Geräte von Endres und Hauser sind bereits kommerziell verfügbar und können mit ihrer relativ geringen Baugröße auffallen. Die Messunsicherheit der Schallgeschwindigkeit von ± 2, bzw. $\pm 3\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$ ist jedoch wesentlich höher, als die vom hier vorgestellten Messsystem. Damit könnten nur sehr starke Verunreinigungen in Fluiden nachgewiesen werden. [43]

Spektroskopie

Ein häufig verwendetes Verfahren zur Reinheitsanalyse von Fluiden ist die Spektroskopie. Diese wird üblicherweise mittels einer Probenentnahme und anschließender Analyse im Labor durchgeführt. Die Universität des Saarlandes hat diese Methode weiterentwickelt und ermöglicht damit die Analyse während des Durchflusses durch das Messsystem. Dabei konnten $\pm 3\,\%$ Kohlenstoffmonoxid (CO), bzw. $\pm 0.5\,\%$ Kohlenstoffdioxid (CO_2) in Wasserstoff (H_2) detektiert werden. Zum Vergleich mit dieser Arbeit wird die jeweilige Unsicherheit in die äquivalente Schallgeschwindigkeitsunsicherheit umgewandelt. Eine Verunreinigung von $0.5\,\%$ Kohlenstoffdioxid in Wasserstoff würde laut idealem Gasgesetz zu einer Schallgeschwindigkeitsänderung von $\pm 64\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$ führen, siehe Kapitel 2.2.2. Bei $3\,\%$ Kohlenstoffmonoxid in Wasserstoff würde dies zu einer Änderung von $\pm 198\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$ führen. Die berechnet Unsicherheit des in dieser Arbeit vorgestellten Messsystems liegt bei Wasserstoff bei $\pm 7\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$ (Kapitel 3.6.3 mit H_2 Daten vom NIST [20]) und ermöglicht damit eine wesentlich präzisere Reinheitsanalyse.
Ein großer Vorteil und auch gleichzeitiger Nachteil der Spektroskopie ist jedoch, dass nicht nur die Reinheit des Gases ermittelt werden kann, sondern über verschiedene Linien im Spektrum auch die Analyse einzelner Bestandteile möglich ist. Jedoch können sich auch mehrere der spektralen Linien überlappen und so ein eindeutiges Ergebnis verhindern, bzw. eine Verunreinigung nicht erkannt werden. Bei der Analyse mittels Ultraschall kann eine Analyse der Bestandteile von maximal zwei bekannten Fluiden durchgeführt werden

oder eine Reinheitsanalyse des bekannten Stoffes auf unbekannte zusätzliche Inhalte, siehe Kapitel 2.2.1. Analyselabore mit moderner Spektroskopieausrüstung ermöglichen natürlich viel präzisere Messergebnisse. In dieser Arbeit werden jedoch nur Systeme betrachtet, die die Analyse quasi in Echtzeit während des Betriebs durchführen können.

Cern binäre Gasanalyse

Das vom Cern entwickelte binäre Gasanalysesystem, basierend auf Ultraschall, fällt mit einer Abmessung der Schallröhre von 75 cm Länge relativ groß aus. Dies ermöglicht gegenüber dem in dieser Arbeit vorgestellten Messsystem (5 cm Messstrecke) eine hohe Präzision der Schallgeschwindigkeitsmessung, obwohl die Auflösung der Laufzeitmessung geringer ist. Nachteil ist jedoch die Temperaturabhängigkeit, da eine wesentlich größere Strecke auch deutlich größere Temperaturgradienten aufweisen kann. Ein zusätzlicher Nachteil besteht darin, dass das System auf die Durchschallung des Mediums in beide Richtungen angewiesen ist. Damit darf sich die Strömungsgeschwindigkeit des Gases während der Messung nicht verändern, da dies sonst zu Messfehlern führen würde.
Die gesamte Unsicherheit des Systems wird mit $\pm 0.025\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$ angegeben, wobei die Unsicherheit der Laufzeitmessung mit $\pm 0.0005\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$ angegeben wird. Bei der Messung handelt es sich um die binäre Gasanalyse von Stickstoff (N_2) und Octafluorpropan (C_3F_8), wobei der Stickstoffanteil bei $99.9\,\%$ liegt. Der erste Teil der Gleichung 5.1 berechnet die benötigt zeitliche Auflösung, um die angegebene Unsicherheit von $\pm 0.0005\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$ in Stickstoff bei einer Messstrecke von 75 cm zu erreichen. Die Unsicherheit der Laufzeitmessung wird mit ± 25 ns, der Abtastzeit des Messsystems, angegeben. Rechnerisch müssten jedoch 3.1 ns erreicht werden. Daraus folgt, dass die Zeitunsicherheit fehlerhaft in die Geschwindigkeitsunsicherheit konvertiert wurde. Hier liegt nahe, dass die mediumsabhängige Messunsicherheit übersehen wurde und fälschlicherweise mit C_3F_8 gerechnet wurde, obwohl dieses Gas nur etwa $0.1\,\%$ des gesamten Gasgemisches ausmacht. Wenn man C_3F_8 mit einer Schallgeschwindigkeit von $115\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$ [20] in die Gleichung einsetzt, dann nähert man sich mit 28 ns relativ gut den angegebenen 25 ns an, siehe zweiten Teil der Gleichung 5.1. [47]

$$\frac{0.75\,\mathrm{m}}{349\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}} - \frac{0.75\,\mathrm{m}}{349\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}} + 0.0005\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}} = 3.1\,\mathrm{ns}; \qquad \frac{0.75\,\mathrm{m}}{115\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}} - \frac{0.75\,\mathrm{m}}{115\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}} + 0.0005\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}} = 28\,\mathrm{ns} \tag{5.1}$$

Die Umrechnung bei der Unsicherheit der Abstandsmessung von ± 0.1 mm zu $\pm 0.018\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$ ist korrekt, da diese nicht vom Medium abhängig ist. Unklar ist zudem die Umrechnung der Unsicherheit der Temperatur von $\pm 0.1\,°\mathrm{C}$ zu $\pm 0.022\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$. Diese Umrechnung muss die abhängige Steigung der Schallgeschwindigkeit vom Medium berücksichtigen. Vermutlich wurde auch hier von der Abhängigkeit von C_3F_8 ausgegangen, obwohl der Hauptbestandteil mit $99.9\,\%$ Stickstoff angegeben wird. Rechnet man die Unsicherheit der Temperaturmessung von $\pm 0.1\,°\mathrm{C}$ in die entsprechende Geschwindigkeitsunsicherheit bei Stickstoff um [20], so erhält man $\pm 0.06\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$. Die Umrechnung vom Druck mit ± 1 mbar zu $\pm 0.003\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$ ist vermutlich ebenfalls für C_3F_8 berechnet worden. Hier wirkt sich die Änderung bei Stickstoff jedoch positiv auf die Unsicherheit aus und man kommt zu einer Unsicherheit von $\pm 0.0005\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$ bei Stickstoff. [47]
Damit ergeben sich folgende Umrechnungen der einzelnen Unsicherheiten zu Geschwindigkeitsunsicherheiten bei Stickstoff, siehe Tabelle 5.1.

Tabelle 5.1: Unsicherheit binäre Gasanalyse Cern [47]

Messgröße	Messunsicherheit	Umrechnung Cern	Umrechnung neu
Laufzeit	$\pm 25\,\mathrm{ns}$	$\pm 0.0005\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$	$\pm 0.004\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$
Abstand	$\pm 0.1\,\mathrm{mm}$	$\pm 0.018\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$	$\pm 0.018\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$
Temperatur	$\pm 0.1\,^{\circ}\mathrm{C}$	$\pm 0.022\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$	$\pm 0.06\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$
Druck	$\pm 1\,\mathrm{mbar}$	$\pm 0.003\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$	$\pm 0.0005\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$
Gesamt		$\pm 0.025\,\frac{\mathbf{m}}{\mathbf{s}}$	$\pm 0.063\,\frac{\mathbf{m}}{\mathbf{s}}$

Die neu berechnete Unsicherheit bei Stickstoff des vom Cern entwickelten Messsystems liegt somit bei etwa $\pm 0.063\,\frac{\mathbf{m}}{\mathbf{s}}$. Damit hat das in dieser Arbeit neu entwickelte Messsystem nicht nur mit einer Gesamtunsicherheit bei Stickstoff von $\pm 0.056\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$ eine höhere Präzision, sondern ist zusätzlich wesentlich kompakter in seiner Bauform und kann durch das neue Messprinzip dynamische Strömungsänderungen während des Messvorgangs korrekt detektieren.

Konzentrationsanalysegeräte von Anton Paar

Als letztes soll die Arbeit mit dem „L-Com 5500“ von Anton Paar verglichen werden. Hierbei muss beachtet werden, dass das Messsystem vor allem für Flüssigkeiten gedacht ist. Zunächst wird die Präzision der Reinheitsanalyse mittels Dichte betrachtet. Dabei soll als Vergleich die Verunreinigung von $0.03\,\%$ Helium in Stickstoff, bei $0\,^{\circ}\mathrm{C}$ und $1.013\,\mathrm{bar}$ detektiert werden. Als Grundgleichung wird auf Kapitel 2.1.1 verwiesen. Mit Gleichung 5.2 wird die Änderung der Dichte bei der entsprechenden Verunreinigung berechnet. Da die maximale Genauigkeit der Dichtemessung bei $\pm 5 \times 10^{-5}\,\frac{\mathrm{g}}{\mathrm{cm}^3}$ liegt, kann die He Verunreinigung mittels Dichte nicht detektiert werden [49].

$$\boldsymbol{\Delta\rho} = \frac{\boldsymbol{p}\,(0.03\,\%\,\boldsymbol{M_{He}} + 99.97\,\%\,\boldsymbol{M_{N2}})}{\boldsymbol{RT}} - \frac{\boldsymbol{p}\,\boldsymbol{M_{N2}}}{\boldsymbol{RT}} = -0.32\,\frac{\mathrm{g}}{\mathrm{m}^3} = -0.32 \times 10^{-6}\,\frac{\mathrm{g}}{\mathrm{cm}^3} \tag{5.2}$$

Im folgenden soll die Schallgeschwindigkeitsmessung näher diskutiert werden. Hierbei ist unbedingt zu beachten, dass die im Datenblatt angegebenen Werte von $\pm 0.1\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$ nur im Bereich von $800\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$ – $2000\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$ gültig sind (hauptsächlich Flüssigkeiten). Bei Gasen und geringeren Schallgeschwindigkeiten nimmt die Präzision ab. [49]
Als Grundgleichung wird auf Kapitel 2.2.2 verwiesen. Mit Gleichung 5.3 wird die Änderung der Schallgeschwindigkeit bei der entsprechenden Verunreinigung von Stickstoff mit $0.03\,\%$ Helium, auf Grundlage der Tabelle 5.2, berechnet.

Tabelle 5.2: spezifische Werte für N_2 und He bei $0\,^{\circ}\mathrm{C}$ und $1.013\,\mathrm{bar}$ [42]

Helium (He)	**Wert**	**Stickstoff (N_2)**	**Wert**
c_p	$5.193\,\frac{\mathrm{J}}{\mathrm{gK}}$	c_p	$1.041\,\frac{\mathrm{J}}{\mathrm{gK}}$
c_v	$3.116\,\frac{\mathrm{J}}{\mathrm{gK}}$	c_v	$0.743\,\frac{\mathrm{J}}{\mathrm{gK}}$
M	$4.003\,\frac{\mathrm{g}}{\mathrm{mol}}$	M	$28.013\,\frac{\mathrm{g}}{\mathrm{mol}}$

$$\boldsymbol{\Delta c} = \sqrt{\boldsymbol{RT}\frac{0.03\,\%\,\boldsymbol{cp_{He}} + 99.97\,\%\,\boldsymbol{cp_{N2}}}{(0.03\,\%\,\boldsymbol{M_{He}} + 99.97\,\%\,\boldsymbol{M_{N2}})(0.03\,\%\,\boldsymbol{cv_{He}} + 99.97\,\%\,\boldsymbol{cv_{N2}})}} - \sqrt{\boldsymbol{RT}\frac{\boldsymbol{cp_{N2}}}{\boldsymbol{M_{N2}}\,\boldsymbol{cv_{N2}}}} = 0.08\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}} \tag{5.3}$$

Hieraus wird ersichtlich, dass das in dieser Arbeit beschriebene Reinheitsanalysesystem Verunreinigungen von $0.03\,\%$ Helium in Stickstoff detektieren kann. Das Messsystem von Anton Paar kann die Verunreinigung nicht sauber detektieren.

Zusammenfassung

Aus dem aktuellen Stand der Technik und Wissenschaft geht hervor, dass kein bestehendes System die Präzision des hier neu vorgestellten Messsystems zur Reinheitsanalyse während des Betriebs in Echtzeit übertreffen kann. Lediglich das binäre Gasanalysesystem des Cerns kommt an die Messgenauigkeit heran, jedoch mit den Nachteilen, dass die Messröhre $75\,\mathrm{cm}$ lang ist (im Gegensatz zu den hier vorgestellten $5\,\mathrm{cm}$) und prinzipbedingt keine dynamischen Strömungsänderungen während des Messvorgangs vorkommen dürfen.
Die enorme Präzision und Störfestigkeit bei der sehr kompakten Bauform wird durch die völlig neuartige Ansteuerung der Ultraschallsensoren erreicht, welche durch das neu entdeckte und neu entwickelte Resonanzsprungverfahren möglich wurde.

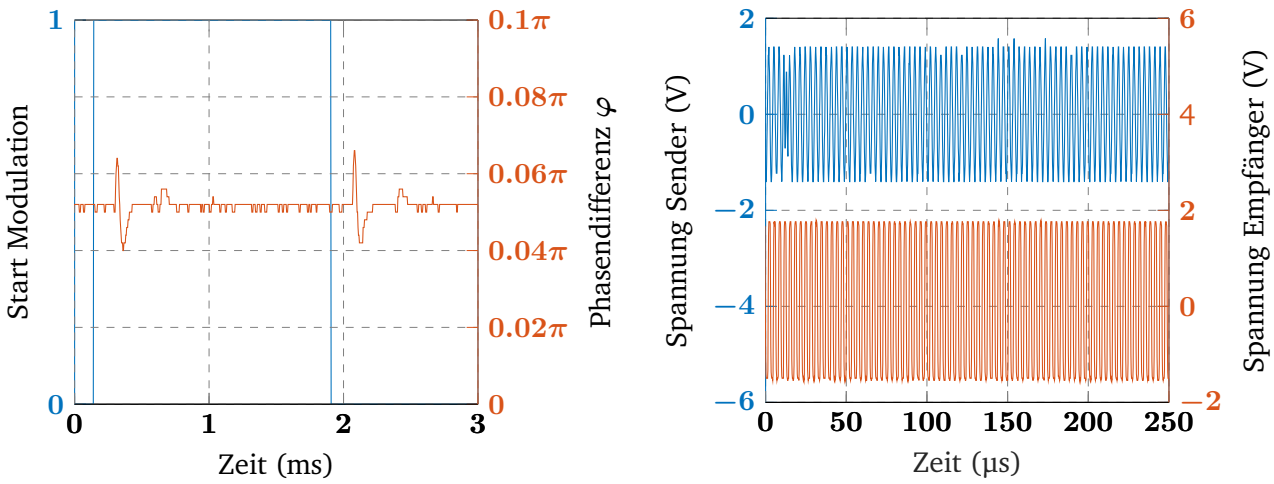
5.3 Verbesserung der Messgenauigkeit

Die Ergebnisse mit Verunreinigungen von $0.1\,\%$ Argon zeigen eine deutliche Detektion der Verunreinigung, obwohl diese innerhalb der Unsicherheit des Messsystems liegt (Abb. 4.12). Dies kann darauf zurückgeführt werden, dass der größte Einflussfaktor auf die Messunsicherheit die Kalibrierung des Ultraschallsensorsystems, also der Schallgeschwindigkeitsmessung mit $\pm 0.0528\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$, ist. Im Gegensatz dazu sind die Unsicherheiten von $\pm 0.017\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$ bei der Temperatur und $\pm 0.0037\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$ beim Druck eher gering.
Die Unsicherheit der Schallgeschwindigkeitsmessung hängt von zwei wesentlichen Faktoren ab: Erstens von der Messgenauigkeit der Laufzeit, somit der Abtastrate des Systems. Zweitens von der Messgenauigkeit des Abstands der beiden Ultraschallsensoren.
Die Abtastrate des Systems kann mit relativ wenig Aufwand erhöht werden, weil die Phasendifferenz technisch hervorragend präzise messbar ist. Da ein günstiger FPGA keine Taktraten im Gigahertz-Bereich unterstützt, kann mit einem Trick durch die parallele Abtastung mit mehreren phasenverschobenen Abtasteinheiten die effektive Abtastrate stark erhöht werden, siehe hierzu [73].
Das eigentliche Problem, weshalb eine höhere Genauigkeit des Systems problematisch ist, ist die Messgenauigkeit des Abstands. Da für die sehr kompakte Bauform nur ein Abstand von $50\,\mathrm{mm}$ zwischen den beiden Sensoren zur Verfügung steht, muss diese Entfernung sehr präzise vermessen werden. Dies kann, z.B. wie in Kapitel 3.6.3 beschrieben, durch eine Kalibrierungsmessung mit zwei verschiedenen reinen Gasen erfolgen, deren Schallgeschwindigkeit bekannt ist.
Genau an dem Punkt der Bekanntheit der Schallgeschwindigkeit wird es kompliziert: Die aktuellsten und präzisesten zu Verfügung stehenden Messungen der Schallgeschwindigkeit von reinen Gasen werden vom „Nationalen Institut für Standards und Technologie“ (NIST) veröffentlicht. Die Unsicherheit dieser Referenzmessungen sind jedoch zu groß, um eine höhere Präzision der Abstandskalibrierung zu erreichen.
Zusammengefasst ergibt sich, dass eine Erhöhung der Abtastrate durch das hier neu entwickelte Laufzeitmessverfahren mittels Phasendifferenz und Resonanzsprung gut umsetzbar ist. Jedoch kann damit keine signifikante Verbesserung des Systems erreicht werden, da der aktuelle Stand der Wissenschaft keine hinreichend genauen Schallgeschwindigkeitsdaten bereitstellt.

Ein neuer Messaufbau mit einer Abstandskalibrierung, beispielsweise mittels Laserabstandsmessung, wäre denkbar. Dieser wäre jedoch äußerst aufwändig, da z.B. schon geringste Verkippungen der Ultraschallsensoren zu Fehlern führen würden. Zudem müsste eine Kalibrierung zur Offsetkompensation entwickelt werden, da z.B. bereits die elektrischen Laufzeiten im Kabel vom Sensor zur Platine nicht vernachlässigt werden dürften (bei $10\,\mathrm{cm}$ etwa $0.5\,\mathrm{ns}$). Allerdings könnte mit einem solchen Aufbau auch der aktuelle Stand der Wissenschaft über Schallgeschwindigkeitsdaten verbessert werden.

5.4 Resonanzsprungverfahren

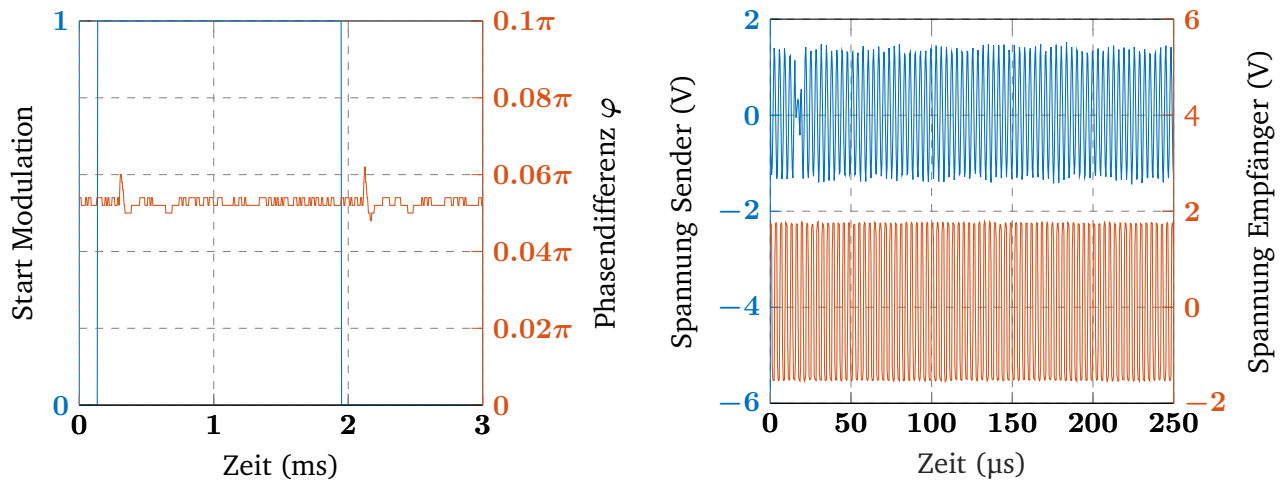
Warum ein neues Modulationsverfahren entwickeln, obwohl bereits sehr gut etablierte und funktionierende Verfahren wie die Frequenz- (FM) oder Amplitudenmodulation (AM) bestehen? Folgende Abbildungen 5.1, 5.2 und 5.3 stellen die herkömmlichen Verfahren FM, AM und das neu entwickelte Resonanzsprungverfahren bei Ultraschallwandlern gegenüber. Die Modulation wurde jeweils für genau eine Periode durchgeführt. Die Abbildung links zeigt den Beginn der Modulierung am Sender, sowie die Phasendifferenz zwischen der Referenz und dem Empfänger, die mit der entwickelten Experimentierplattform gemessen wurde ([59]). Die rechte Abbildung zeigt jeweils die gemessenen Spannungen mittels Oszilloskop.
Dabei wird schnell ersichtlich, dass in der Phasendifferenz alle drei Modulationsarten erkannt werden. Frequenz- und Amplitudenmodulation können bei einem in Ruhe stehenden Medium ohne Änderung noch erkannt werden, jedoch ist eine stabile und robuste Detektion bei dynamischen Mediumsänderungen kaum möglich. Die Modulation mittels Resonanzsprung erzeugt ein wesentlich deutlicheres Signal, welches auch bei sehr dynamischen Mediumsänderungen sicher detektiert werden kann.
Überraschenderweise wird die Amplitudenmodulation im Gegensatz zum Resonanzsprung nicht bei der Spannung des Empfängers ersichtlich. Wenn die verwendeten Ultraschallwandler in ihrer Resonanzfrequenz betrieben werden, ist der Wandler so träge, dass die Anregung mit der halben Amplitude für eine Periode zu keiner nennenswerten Spannungsänderung am Empfänger führt.



(a) eigenes Entwicklungsboard

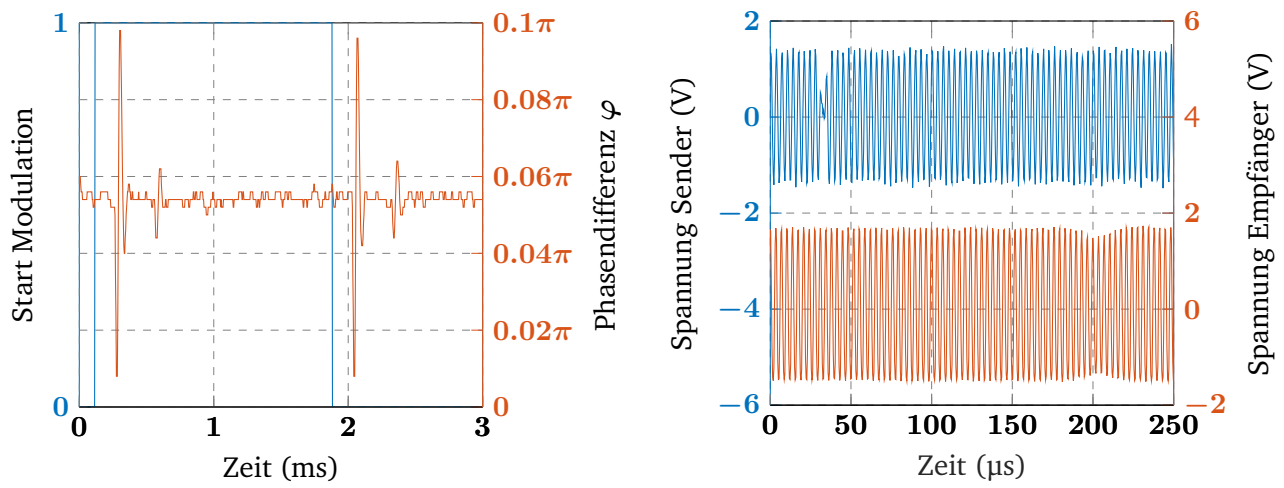
(b) Oszilloskop

Abbildung 5.1: Modulation FM, Anregung in Serienresonanzfrequenz zu doppelter Frequenz für 1 Periode



(a) eigenes Entwicklungsboard **(b)** Oszilloskop

Abbildung 5.2: Modulation AM, Anregung mit Serienresonanzfrequenz zu „0“ Amplitude („Kurzschluss“) für 1 Periode

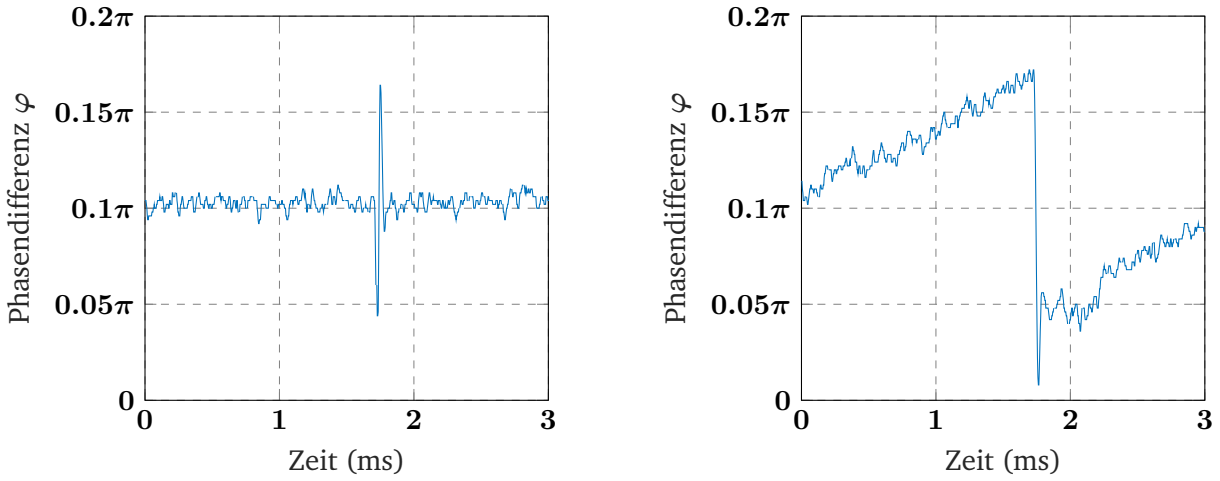


(a) eigenes Entwicklungsboard **(b)** Oszilloskop

Abbildung 5.3: Modulation Resonanzsprung, Anregung mit 7 % Abstand zu Serienresonanzfrequenz und Entkopplung („Kurzschluss“) für 1 Periode

Abbildung 5.4 vergleicht das Resonanzsprungverfahren mit der Frequenzmodulation. Hierbei sollen möglichst identische Bedingungen geschaffen werden. Die Anregung des Ultraschallsenders wird mit dem „33250A“ Waveform Generator von Agilent durchgeführt. Die Analyse der Phasendifferenz mit Hilfe der Experimentierplattform ([59]).
Für die Anregung des Resonanzsprungs (Abb. 5.4a) wurde der Ultraschallwandler mit 999 Sinus Perioden, mit einer Frequenz von 290 kHz und einer Amplitude von −10 V bis 10 V angeregt und anschließend für 1 Periode entkoppelt / „kurzgeschlossen“ / auf 0 V gesetzt. Als Referenzfrequenz für die Phasendifferenzmessung wurde ein Signal mit 290 kHz gewählt.
Für die Anregung der Frequenzmodulation (Abb. 5.4b) wurde der Ultraschallwandler mit 999 Sinus Perioden, mit einer Frequenz von 290 kHz und einer Amplitude von −10 V bis 10 V angeregt. Anschließend wurde eine Periode eines Sinussignals mit der Frequenz 310 kHz und einer Amplitude von −10 V bis 10 V angehängt. Als Referenzfrequenz für die Phasendifferenzmessung wurde ein Signal mit 290 kHz gewählt. Dies führt dazu, dass die Phasendifferenzmessung eine Steigung enthält, da das gesamte Anregungssignal

nicht mit der Frequenz des Referenzsignals genau übereinstimmt, da hier für 1/1000 des Signals die Periodenlänge kürzer ist. Die Anregung ist damit um 222 ns kürzer, als die Referenzfrequenz.
Wenn man nun den gesamten „Sprung“ betrachtet und aneinander reiht, beispielsweise beim Resonanzsprung von ca. $0.1\pi \rightarrow 0.05\pi \rightarrow 0.15\pi \rightarrow 0.1\pi$ so kommt man auf ca. 0.2π Gesamtsprunglänge. Bei der Frequenzmodulation geht man von ca. $0.17\pi \rightarrow 0.01\pi \rightarrow 0.5\pi$ und kommt damit auf ebenfalls ca. 0.2π Gesamtsprunglänge. Mit Hilfe des Resonanzsprungs können also mit möglichst identischen Bedingungen keine größeren Sprünge gegenüber der Frequenzmodulation erzeugt werden, das Verfahren ermöglicht jedoch eine sehr einfach zu implementierende Modulationstechnik. Das Signal muss lediglich entkoppelt werden. Zusätzlich ist es für die hier genutzte Anwendung vorteilhaft, dass die Phasendifferenz beim Resonanzsprung keine Steigung enthält. Mit einer aufwändigeren Frequenzmodulation und genauer Kenntnis über die Ultraschallwandler, sollte dies jedoch auch mithilfe der Frequenzmodulation möglich sein.



(a) Resonanzsprung

(b) Frequenzmodulation

Abbildung 5.4: Vergleich zwischen Resonanzsprung und Frequenzmodulation unter möglichst gleichen Bedingungen

Die Messergebnisse zeigen, dass die etablierten Modulationsverfahren, bei dem der Ultraschallwandler hauptsächlich in seiner Serienresonanz betrieben wird, keine hinreichend gut detektierbaren schnellen Änderung des piezoelektrischen Ultraschallwandlers hervorrufen. Man kann die Bandbreite künstlich erhöhen, indem man sich von der Serienresonanz entfernt. Dabei entsteht der Nachteil, dass das Signal zu Rauschverhältnis zunimmt. Unter diesen Bedingungen kann auch mit Hilfe der Frequenzmodulation ein ähnlich großer Phasendifferenzsprung erzeugt werden. Dies benötigt jedoch wesentlich größere Aufwände in der Ansteuerung der Sensoren im Gegensatz zum Resonanzsprungverfahren. Der Resonanzsprungeffekt nutzt somit die Trägheit des Wandlers technisch aus und macht sich diese für die Modulation zunutze.

5.5 Vor- und Nachteile der neu entwickelten Laufzeitmessung

In diesem Abschnitt werden kurz die Vor- und Nachteile der neu entwickelten Laufzeitmessung, bestehend aus der Phasendifferenzmessung und dem Resonanzsprungverfahren, gegenübergestellt. Dabei wird immer wieder auf die bereits bestehende Technologie verwiesen, siehe Kapitel 2.5.

Vorteile

Viele herkömmliche Systeme zur Laufzeitmessung mittels Ultraschall, welche abwechselnd zwischen Sender und Empfänger hin und her schallen, arbeiten meistens mit einer Schwellwerterkennung oder einem Analog-zu-digital-Wandler (ADC). Bei der Schwellwerterkennung können bereits geringste Änderungen des durchschallten Mediums zu Amplitudenänderungen des Ultraschallsignals führen und damit das Erreichen des Schwellwerts beschleunigen oder verzögern. Dies führt unweigerlich zu Messfehlern. Mit Hilfe eines ADCs kann diese Problematik umgangen werden. Dabei muss jedoch beachtet werden, dass für präzisere Messungen ein ADC mit schnellerer Abtastrate benötigt wird und dies schnell zu sehr teuren Bauteilen führt. Das hier vorgestellte System umgeht das Problem, da die Phasenverschiebung mit Hilfe eines Komparators schnell und zuverlässig detektiert werden kann.
Die meisten aktuell gängigen Systeme müssen zudem immer eine kurze Zeit lang warten (Ausschwingvorgang), bis sie die Funktion der Sendeeinheit mit der Empfangseinheit vertauschen können. Der Messvorgang dauert damit nicht nur die Zeit, für das Übertragen der Schallwelle einmal mit und einmal gegen den Strom, sondern zusätzlich noch die Zeit des Ausschwingvorgangs. Während der gesamten Messzeit darf sich das Medium nicht verändern, da sonst die Messung fehlerhaft wird. Bei dem hier neu vorgestellten System wird immer nur in eine Richtung kontinuierlich gesendet. Damit erhält man nicht nur eine wesentlich höhere Informationsrate. Es kommt auch prinzipbedingt zu keinem Messfehler, wenn sich während der Messung die Eigenschaften des Mediums ändern.
Das Resonanzsprungverfahren ermöglicht die einfache Umsetzung der absoluten Ultraschalllaufzeitmessung mittels Phasendifferenzmessung. Damit werden auch neue technische Anwendungen in weiteren Bereichen möglich:
Zum einen können mittels Ultraschall Energie und Daten an Orte transportiert werden, welche nicht mit Funk, oder Kabelanbindungen erreichbar sind, z.B. Flugzeug- oder Raketentriebwerke. Hier könnte das Resonanzsprungverfahren ergänzend zur Datenmodulation genutzt werden, um so die Übertagungsrate zu erhöhen, da keine teuren zusätzlichen elektrischen Komponenten notwendig sind.
Zum anderen wäre ein weiteres Anwendungsszenario die Nutzung für das autonome Fahren. Nach dem Aussenden des Impulses und einer Detektion von Objekten bis z.B. $10\,\mathrm{m}$ muss hier die Laufzeit des Schalls von $57\,\mathrm{ms}$ abgewartet werden, bis das Signal ankommt und weiter verarbeitet werden kann. Erst dann kann wieder ein neuer Impuls für ein neues Bild ausgesendet werden. Damit sind bei einem System, welches *nur* von der Schalllaufzeit abhängt, maximal 18 Bilder pro Sekunde möglich. Mittels des neu entwickelten Systems kann die Bildrate pro Sekunde bis auf die Frequenz der Ultraschallwandler erhöht werden und damit leicht um den Faktor 1000 und mehr gesteigert werden. Das neue System ermöglicht damit hochauflösende Bilder mit sehr großen Bildwiederholungsraten, welche nur noch eine Totzeit entsprechend der Schalllaufzeit zwischen Objekt und Empfänger beinhalten.

Nachteile

Herkömmliche Systeme mit einer einfachen Schwellwerterkennung benötigen wesentlich weniger Rechenleistung im Gegensatz zu dem hier vorgestellten System. Die aktuell implementierte Detektion des Resonanzsprungs wird mit einer Korrelation durchgeführt, welche sehr viele Multiplikationen benötigt und damit rechenaufwändig ist. Damit sind vor allem sehr einfache und langsame Abstandsmessungen weiterhin mit der bestehenden Technologie relevant. Beim menschlichen Einparken von einem Auto spielt die Reaktionszeit von einigen zehn Millisekunden keine entscheidende Rolle.
Ein weiterer Nachteil besteht darin, dass mehrfache Reflexionen und damit stehende Wellen durch das dauerhafte Senden auftreten können, welche das Messergebnis verfälschen, siehe Kapitel 3.2.8. Dieser Effekt kann in der bestehenden Technologie mit dem Aussenden von wenigen Impulsen und dem anschließenden Abwarten, bis alles wieder zur Ruhe gekommen ist, nicht auftreten. In Kapitel 3.2.8 wurde hierfür bereits eine Lösung entwickelt. Eine weitere Abhilfemöglichkeit könnte hierfür ein neuer, verbesserter

Algorithmus sein. Das Resonanzsprungverfahren ermöglicht zusätzlich eine eindeutige Modulation, in dem z.B. der Abstand der einzelnen Resonanzsprünge in einem vorgegebenen Muster variiert wird. Mit dieser Änderung könnten mehrfach Reflexionen auch rechnerisch eliminiert werden.

6 Fazit

Diese Arbeit präsentiert eine auf Ultraschall basierte Reinheitsanalyse von Fluiden. Dabei wird eine völlig neuartige Methode der Laufzeitmessung mittels Phasendifferenzmessung und dem Resonanzsprungverfahren vorgestellt, wodurch eine hochpräzise Reinheitsanalyse des Fluids während des Strömungsvorgangs durch ein Rohr, in Echtzeit, kostengünstig und in kompakter Bauform ermöglicht wurde.
Die Messergebnisse zeigen die dynamische Breite der Schallgeschwindigkeitsmessungen, welche von der Detektion von $0.1\,\%$ Argon in Stickstoff mit einer Änderung von $0.05\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$ bis hin zum Austausch des Mediums von Stickstoff zu Helium mit einer Änderung von $650\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}}$ reichen. Damit deckt das System ein sehr breites Spektrum an Konzentrations-, bzw. Schallgeschwindigkeitsänderungen ab und ermöglicht die Überwachung von Fluiden auf bereits geringste Verunreinigungen von wenigen Millionstel Anteilen. Zudem kann das System auch zur binären Gasanalyse verwendet werden und die Konzentration von zwei bekannten Fluiden vermessen.
Die hohe Präzision der Messung kann auf das hier neu vorgestellte und entwickelte Messverfahren zurückgeführt werden. Dabei wurde die Laufzeit mit Hilfe der technisch hervorragend präzise zu vermessenden Phasendifferenz gemessen. Ermöglicht wird dies durch das hier vorgestellte und neu entwickelte Resonanzsprungverfahren, welches die Mehrdeutigkeiten der Phasendifferenz eliminiert. Die sonst nachteilige physikalisch bedingte Trägheit des piezoelektrischen Ultraschallwandlers wurde technisch geschickt zur Modulation ausgenutzt und damit in einen Vorteil umgewandelt.
Das Resonanzsprungverfahren kann den Wandler, ausgehend von den identischen Bedingungen, nicht schneller modulieren, als wenn eine möglichst identische Frequenzmodulation durchgeführt wird. Jedoch ist das Resonanzsprungverfahren wesentlich einfacher umsetzbar, da hier die Ansteuerung lediglich entkoppelt werden muss.
Die Kombination aus Phasendifferenzmessung und Resonanzsprungverfahren ermöglichen eine hochpräzise Laufzeit- und Schallgeschwindigkeitsmessung ohne Nutzung eines Analog zu Digital Wandlers (ADC). Damit kann ein schneller und teurer ADC eingespart werden. Es wird für die Messung lediglich ein Komparator benötigt.
Der Fluidistor ermöglicht durch seinen Aufbau eine hervorragende Möglichkeit zur Messung der Laufzeit mittels Ultraschall oder der Temperatur. Es kann mit dem Ultraschallsender permanent in eine Richtung geschallt und mit dem Ultraschallempfänger detektiert werden, da sich das Medium durch das Fluidistorprinzip ständig umkehrt (sinusförmig schwingt). Damit ist keine Umkehr der Schallrichtung notwendig.
Der hier vorgestellte und entwickelte Temperatursensor ermöglicht eine hochpräzise und sehr schnelle Temperaturmessung in Gasen. Durch die geringe thermische Masse und die Bauform, dass der Platindraht zum großen Teil frei im Medium schwebt, kann die sehr schnelle Reaktionszeit erreicht werden.
Das dauerhafte Senden von Ultraschallwellen kann bei Reflexionen zu stehenden Wellen führen, welche das Messergebnis verfälschen können. Dies muss bei der hier vorgestellten Messmethode verhindert werden, z.B. indem der Ultraschall gut fokussiert wird und möglichst wenig gestreute und reflektierte Schallwellen empfangen werden.
Mit Hilfe des entwickelten Medianfilters, welcher auch „Modulo behaftete“ Signal filtern kann, konnte die Robustheit des Messsystems weiter gesteigert werden.

Abschließend konnte in der Arbeit gezeigt werden, dass mit Hilfe der hier vorgestellten absoluten Messungen Temperatur, Druck und Schallgeschwindigkeit die Reinheit hochpräzise analysiert werden kann.

Literatur

[1] *Brockhaus Konversations-Lexikon*. Vierzehnte (14.) vollständig neubearbeitete Auflage. Revidierte Jubiläums-Ausgabe. F.A. Brockhaus, Leipzig, Berlin & Wien, 1898.

[2] Lewis Fry Richardson. „Apparatus for Warning a Ship at Sea of its Nearness to Large Objects Wholly or Partly under Water.“ GB191211125A. 1913.

[3] Marcus Wolff. *Sensor-Technologien*. Band 1: Position, Entfernung, Verschiebung, Schichtdicke. Walter de Gruyter GmbH, Berlin/Boston, 2016. ISBN: 978-3-11-046092-6.

[4] *ISO 14687-2: Hydrogen fuel - Product specification*. Norm. 2012.

[5] *SAE J2719: Hydrogen Fuel Quality for Fuel Cell Vehicles*. Norm. 2011.

[6] Frank Schräer. „Gas-Kontamination in der Apple- und AMD-Chipproduktion bei TSMC“. In: *heise online* (2.08.2021).

[7] D. Meschede. *Gerthsen Physik*. Springer-Lehrbuch. Springer Berlin Heidelberg, 2015. ISBN: 978-3-662-45976-8.

[8] Christian Werner Scholz. „Thermodynamic Properties of Liquids and Gas Mixtures as Contribution to a Sustainable Energy Supply: Measurements of Density and Speed of Sound“. In: *Dissertation, Ruhr-Universität Bochum* (2021).

[9] H Leopold, R Jelinek und GP Tilz. *The Application of the Mechanical Oscillator Technique for the Determination of the Density of Physiological Fluids-Die Anwendung der Biegeschwingermethode zur Bestimmung der Dichte physiologischer Flüssigkeiten*. Walter de Gruyter, Berlin/New York Berlin, New York, 1977.

[10] Rainer M Jelinek und Hans Leopold. „Präzisionsmessung der Dichte einiger organischer Flüssigkeiten nach der Biegeschwingermethode“. In: *Monatshefte für Chemie/Chemical Monthly* 109.2 (1978), S. 387–393.

[11] Armin Raabe und Peter Holstein. „Verfahren auf der Basis von Schallgeschwindigkeitsmessungen“. In: *Akustik und Raumklima*. Springer, 2021, S. 11–25.

[12] Thomas Hecht. *Physikalische Grundlagen der IR-Spektroskopie: Von mechanischen Schwingungen zur Vorhersage und Interpretation von IR-Spektren*. Jan. 2019. ISBN: 978-3-658-27534-1. DOI: 10.1007/978-3-658-27535-8.

[13] NIST. *CODATA Internationally recommended values of the Fundamental Physical Constants.*

[14] Hans Dieter Baehr und Stephan Kabelac. *Thermodynamik*. Bd. 11. Springer, 1966.

[15] E.A. Dean. „Atmospheric effects on the speed of sound“. In: *The Journal of the Acoustical Society of America* (1979).

[16] Martin Trusler. *Physical acoustics and metrology of fluids*. CRC Press, 1991.

[17] Martin Greenspan. „Rotational relaxation in nitrogen, oxygen, and air“. In: *The Journal of the Acoustical Society of America* 31.2 (1959), S. 155–160.

[18] Muhamed Bijedić und Sabina Begić. „Thermodynamic properties of vapors from speed of sound“. In: *Journal of Thermodynamics* 2014 (2014).

[19] Torbjorn Lofqvist, Jerker Delsing und Kęstutis Sokas. „Speed of sound measurements in gas-mixtures at varying composition using an ultrasonic gas flow meter with silicon based transducers“. In: *FLOMEKO 2003 - 11th IMEKO TC9 Conference on Flow Measurement* (Jan. 2003).

[20] NIST. *Data from NIST Standard Reference Database 69: NIST Chemistry WebBook*.

[21] P.F. Pires und H.J.R. Guedes. „The speed of sound, and derived thermodynamic properties of liquid trifluoromethane (HFC23) fromT=(258 to 303)K at pressures up to 65MPa“. In: *The Journal of Chemical Thermodynamics* 31.4 (1999), S. 479–490. ISSN: 0021-9614.

[22] John Tyndall. *Der Schall*. F. Vieweg und Sohn, 1874.

[23] Johann Gätke. *Akustische Strömungs-und Durchflussmessung*. Akad.-Verlag, 1991.

[24] Ferdinand Trendelenburg. *Einführung in die Akustik*. Springer-Verlag, 2013.

[25] Reinhard Lerch, Gerhard Sessler und Dietrich Wolf. *Technische Akustik: Grundlagen und Anwendungen*. Springer-Verlag, 2009.

[26] Arnold Schoch. „Schallreflexion, Schallbrechung und Schallbeugung“. In: *Ergebnisse der exakten Naturwissenschaften*. Springer, 1950, S. 127–234.

[27] Haokun Wang u. a. „Multiphase flowrate measurement with time series sensing data and sequential model“. In: *International Journal of Multiphase Flow* 146 (2022), S. 103875.

[28] Stefan Hesse und Gerhard Schnell. *Sensoren für die Prozess-und Fabrikautomation*. Bd. 7. Springer, 2018.

[29] Lawrence C Lynnworth. *Ultrasonic measurements for process control: theory, techniques, applications*. Academic press, 2013.

[30] Antonio Arnau u. a. *Piezoelectric transducers and applications*. Bd. 2004. Springer, 2004.

[31] C.M. Sayers und C.E. Tait. „Ultrasonic properties of transducer backings“. In: *Ultrasonics* 22.2 (1984), S. 57–60. ISSN: 0041-624X. DOI: https://doi.org/10.1016/0041-624X(84)90022-2. URL: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0041624X84900222.

[32] Ekbert Hering, Rolf Martin und Martin Stohrer. *Physik für Ingenieure*. Springer-Verlag, 2007.

[33] PI - PIEZO TECHNOLOGY. *Piezokeramische Materialien und Bauelemente*. [Aufgerufen am 21.04.2022]. 2016. URL: https://www.piceramic.de/de/expertise/piezotechnologie/grundlagen/.

[34] Charles S Desilets, John D Fraser und Gordon S Kino. „The design of efficient broad-band piezoelectric transducers“. In: *IEEE Transactions on sonics and ultrasonics* 25.3 (1978), S. 115–125.

[35] Paul Regtien und Edwin Dertien. „9 - Acoustic sensors“. In: *Sensors for Mechatronics (Second Edition)*. Hrsg. von Paul Regtien und Edwin Dertien. Second Edition. Elsevier, 2018, S. 267–303. ISBN: 978-0-12-813810-6. DOI: https://doi.org/10.1016/B978-0-12-813810-6.00009-4. URL: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780128138106000094.

[36] Lin Fa u. a. „On Transient Response of Piezoelectric Transducers“. In: *Frontiers in Physics* 6 (2018). ISSN: 2296-424X. DOI: 10.3389/fphy.2018.00123. URL: https://www.frontiersin.org/article/10.3389/fphy.2018.00123.

[37] Yongqiang Qiu u. a. „Piezoelectric micromachined ultrasound transducer (PMUT) arrays for integrated sensing, actuation and imaging“. In: *Sensors* 15.4 (2015), S. 8020–8041.

[38] Goksen G Yaralioglu u. a. „Calculation and measurement of electromechanical coupling coefficient of capacitive micromachined ultrasonic transducers“. In: *IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control* 50.4 (2003), S. 449–456.

[39] S. Sherrit, H.D. Wiederick und B.K. Mukherjee. „Accurate equivalent circuits for unloaded piezoelectric resonators“. In: *Proceedings of the IEEE Ultrasonics Symposium*. Bd. 2. Nov. 1997, 931–935 vol.2. ISBN: 0-7803-4153-8. DOI: 10.1109/ULTSYM.1997.661733.

[40] KV Jenderka. „Propagation of ultrasound in tissue and principles of ultrasound imaging“. In: *Der Radiologe* 53.12 (2013), S. 1137–1150.

[41] Richard W. Hatch et al. *Fluid Frequency System*. US Patent 3,238,960. 1966.

[42] *CRC Handbook of Chemistry and Physics, 102th Edition*. CRC Press, 2021. ISBN: 780367712600.

[43] Endress und Hauser. *Endress und Hauser Produkte*. 2022. URL: https://www.endress.com/ (besucht am 28. 04. 2022).

[44] M Schott u. a. „1.8-Modulares IR-Messsystem zur Überwachung der Wasserstoffqualität für Brennstoffzellenfahrzeuge“. In: *13. Dresdner Sensor-Symposium 2017* (2017), S. 34–39.

[45] Marco Schott u. a. „Modellierung und Simulation eines IR-Messsystems zur Optimierung der Strahlungsintensität für die Wasserstoffqualitätsüberwachung“. In: *Sensoren und Messsysteme: Beiträge der 19. ITG/GMA-Fachtagung in Nürnberg* (Juni 2018).

[46] Gregory Hallewell u. a. „Applications and perspectives of ultrasonic multi-gas analysis with simultaneous flowmetry“. In: *Instruments* 5.1 (2021), S. 6.

[47] M Alhroob u. a. „Implementations of custom sonar instruments for binary gas mixture and flow analysis in the ATLAS experiment at the CERN LHC“. In: *IEEE Transactions on Nuclear Science* 63.3 (2016), S. 1659–1667.

[48] M Battistin u. a. „Novel ultrasonic instrumentation developments for real-time monitoring of binary gas mixtures and flow: Description and applications“. In: *Sensors & Transducers* 207.12 (2016), S. 4.

[49] Anton Paar. *Anton Paar Produkte*. 2022. URL: https://www.anton-paar.com/ (besucht am 10. 10. 2022).

[50] Kuo-Tsai Chang und Hsuang-Chang Chiang. „Investigation of Electrical Transient Behavior for Ultrasonic Transducer in on/off Cycles“. In: *IEEE Transactions on Industrial Electronics* 55.3 (2008), S. 1394–1403.

[51] R. L. Rivest, A. Shamir und L. Adleman. „A Method for Obtaining Digital Signatures and Public-Key Cryptosystems“. In: *Commun. ACM* 21.2 (Feb. 1978), S. 120–126. ISSN: 0001-0782.

[52] K.S. Van Dyke. „The Piezo-Electric Resonator and Its Equivalent Network“. In: *Proceedings of the Institute of Radio Engineers* 16.6 (1928), S. 742–764.

[53] W.P. Mason. „An Electromechanical Representation of a Piezoelectric Crystal Used as a Transducer“. In: *Proceedings of the Institute of Radio Engineers* 23.10 (1935), S. 1252–1263.

[54] Michael Möser. *Technische Akustik*. Bd. 6. Springer, 2005.

[55] Renato Caliò u. a. „Piezoelectric energy harvesting solutions“. In: *Sensors* 14.3 (2014), S. 4755–4790.

[56] Linas Svilainis und Vytautas Dumbrava. „Measurement of complex impedance of ultrasonic transducers“. In: *Ultragarsas* 61 (Jan. 2007), S. 1392–2114.

[57] VI Kubov. „Piezoelectric Echo System LTspice-model“. In: *KPI. Electronics and Nanotechnology. Proceedings of the XXXI InternationalScientific Conference, ELNANO.–2011.–P*. Bd. 117.

[58] SECO Sensor Consult GmbH. *Datenblatt SC029 Einfachwandler*. 2021.

[59] Lukas Mennicke und Klaus Hofmann. „Digitally Programmable low-noise Experimenter's Platform for 300 kHz Ultrasonic Transducers“. In: *ANALOG 2020; 17th ITG/GMM-Symposium*. 2020, S. 1–4.

[60] R Kažys, A Vladišauskas und E Žukauskas. „Wideband air–coupled ultrasonic transducers“. In: *Ultragarsas/Ultrasound* 52.3 (2004), S. 21–28.

[61] Molly Zhu - Analog Devices. *Negative Linear Regulator Features 0.8 µV RMS Noise and 74 dB Power Supply Rejection Ratio at 1 MHz*. 2019. URL: https://www.analog.com/media/en/technical-documentation/design-notes/negative-linear-regulator-ultralow-noise-ultrahigh-psrr.pdf.

[62] kevinhub88 - BLACK MESA LABS. *BML S7-MINI FPGA MODULE*. [Aufgerufen am 18.05.2022]. 2019. URL: https://blackmesalabs.wordpress.com/2019/05/19/bml-s7-mini-fpga-module/.

[63] Honeywell. *Board Mount Pressure Sensors Line Guide*. 2015. URL: https://datasheet.ciiva.com/2826/honeywell-sensing-board-mount-pressure-sensors-line-guide-008152-16-en-2826392.pdf.

[64] Analog Devices. *AD7124-4; 4-Channel, Low Noise, Low Power, 24-Bit, Sigma-Delta ADC with PGA and Reference*. 2018. URL: https://www.analog.com/media/en/technical-documentation/data-sheets/AD7124-4.pdf.

[65] Linear Technology. *LT1719; 4.5ns Single/Dual Supply 3V/5V Comparator*. 2000. URL: https://www.analog.com/media/en/technical-documentation/data-sheets/1719fa.pdf.

[66] Vision Lasertechnik. *7T173-20 - Verschiebetisch*. [Aufgerufen am 11.03.2022]. 2022. URL: https://www.optik-mechanik.de/mechanik/lineartische/manuelle-lineartische/278/7t173-20-verschiebetisch.

[67] H. Preston-Thomas. „The International Temperature Scale of 1990“. In: *Metrologia 27* (1990).

[68] *DIN EN 60751: Industrielle Platin-Widerstandsthermometer und Platin-Temperatursensoren*. Norm. 2009.

[69] Lukas Mennicke, Dominik Großkurth und Klaus Hofmann. „Beschreibung und Kalibrierung eines neuartigen Platinsensors für die hochdynamische Gastemperaturanalyse“. In: *Elektronische Baugruppen und Leiterplatten, Fellbach, Deutschland* (15.06.2022).

[70] STMicroelectronics Microcontroller Division Applications. *UNDERSTANDING AND MINIMISING ADC CONVERSION ERRORS, AN1636*. 2003. URL: https://www.st.com/resource/en/application_note/cd00004444-understanding-and-minimising-adc-conversion-errors-stmicroelectronics.pdf.

[71] Vishay. *High-Precision FRSM Wrap-Around Chip Resistors, Z1 Foil Technology Configuration*. 2014. URL: http://www.vishaypg.com/docs/63209/FRSM.pdf.

[72] Keysight. *Keysight 3458A Multimeter*. 2021. URL: https://www.keysight.com/de/de/assets/7018-06796/data-sheets/5965-4971.pdf.

[73] Lukas Mennicke und Klaus Hofmann. „Dealing with Clock Domain Crossing in Multiphase Clock Time-to-Digital Converters using Multiplexer Synchronizers“. In: *MikroSystemTechnik Congress 2021; Congress*. 2021, S. 1–4.

[74] Kevin Hubbard. *hyperram, Portable Verilog RTL interface to S27KL0641DABHI020 64Mbit HyperRAM IC*. [Aufgerufen am 08.03.2022]. 2018. URL: https://github.com/blackmesalabs/hyperram.

[75] Bronkhorst. *Massendurchflussregler EL-FLOW Select*. 2021. URL: https://www.bronkhorst.com/getmedia/d3b92eca-b622-4b21-884e-e42635844256/EL-FLOW-Select_DE.pdf.