



AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP F 17 C / 279 830 8	(22)	20.08.85	(44)	29.10.86
------	-----------------------	------	----------	------	----------

(71) Brennstoffinstitut Freiberg, 9200 Freiberg, Halsbrücker Straße 34, DD

(72) Schünzel, Horst, Dr.-Ing. Dipl.-Chem., DD

(54) Vorrichtung zur totvolumenfreien Entnahme von Gasproben aus Hochdruckbehältern

(57) Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur totvolumenfreien Entnahme von Gasproben aus Hochdruckbehältern. Ziel der Erfindung ist, bei der Untersuchung von Gasreaktionen unter Druck im Labor eine totvolumenfreie Entnahme von Gasproben aus Hochdruckbehältern mit geringem Aufwand zu sichern. Daraus leitet sich die Aufgabe ab, eine konstruktive Lösung für eine Vorrichtung zur totvolumenfreien Entnahme von Gasproben aus Hochdruckbehältern für den Einsatz im Labor vorzuschlagen. Erfindungsgemäß besteht die Vorrichtung aus einem Einschraubstutzen, in dem ein Drosselkegel eingesetzt ist, der mittels einer Schraubkappe gasdicht am Einschraubstutzen anliegt. Ein Verschlusskegel über Rundringe gegen die zylindrische Innenwand der Schraubkappe abgedichtet und axial durch die Schraubkappe geführt ist. Durch eine Ventilkappe wird der Vnetilkegel gasdicht an einen Drosselkegel angedrückt.

Patentanspruch:

Vorrichtung zur totvolumenfreien Entnahme von Gasproben aus Hochdruckbehältern zur analytischen Untersuchung einzelner Proben bezüglich ihres Gehaltes reaktionsfähiger Komponenten, **dadurch gekennzeichnet**, daß in einem Einschraubstutzen (1) ein Drosselkegel (2) eingesetzt ist, der durch eine Schraubkappe (3) gasdicht am Einschraubstutzen (1) anliegt, daß ein Verschlusskegel (4), der über Rundringe (6) gegen die zylindrische Innenwand der Schraubkappe (3) abgedichtet ist, axial geführt ist und daß durch eine Ventilkappe (5) der Verschlusskegel (4) so am Drosselkegel (2) anliegt, daß der Verschluss gasdicht ist.

Hierzu 1 Seite Zeichnungen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur totvolumenfreien Entnahme von Gasproben aus Hochdruckbehältern für labormäßige Untersuchungen.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Die labormäßige Untersuchung des Verlaufes von Gasreaktionen unter Druck wird aus Gründen der Aufwandsminimierung in möglichst kleinen Druckgefäßen durchgeführt. Geschwindigkeit und Gleichgewichtslage der untersuchten Reaktionen sowie Möglichkeiten und Umfang des Ablaufs von Parallel- und Folgereaktionen sind druckabhängig. Zur Ermittlung der Konzentrationsentwicklung einer bzw. mehrerer Reaktionskomponenten als Funktion der Reaktionszeit (Ermittlung von Gleichgewichtskonstanten chemischer Reaktionen, Aufklärung von Reaktionsmechanismen, Untersuchung katalytischer Effekte) ist die analytische Untersuchung einzelner Proben (z. B. mittels Gaschromatographie) notwendig. Die Entnahme solcher Gasproben muß zwei Bedingungen genügen:

1. Der durch die Probenahme bedingte Druckabfall im Autoklav darf maximal in der Größenordnung der Genauigkeit der verwendeten Druckmeßeinrichtung liegen.
2. Das entnommene Gasvolumen muß bezüglich seiner Zusammensetzung für den gesamten Inhalt des Druckgefäßes repräsentativ sein. Aus diesen zwei Bedingungen folgt, daß das Volumen der einzelnen Probe sehr klein gegenüber dem Gesamtvolumen und sehr groß gegenüber dem Totvolumen der Probenahmereinrichtung sein muß.

Weiterhin folgt aus 2., daß physikalische und/oder chemische Reaktionen von Komponenten des zu untersuchenden Gases mit dem Material der Probenahmervorrichtung weitestgehend ausgeschlossen werden müssen. Letzteres gilt insbesondere im Spurenbereich. Handelsübliche Absperrorgane für Laborautoklaven (z. B. in der Hydraulik übliche Kegelventile) müssen mit einer Einrichtung zur Druckreduzierung gekoppelt werden, um z. B. direkt Proben für gaschromatographische Untersuchungen entnehmen zu können, da die Einstellung eines Gasstromes im Bereich weniger $\mu\text{l}/\text{min}$ mit solchen Ventilen über Druckdifferenzen von einigen MPa nicht möglich ist. Die Kombination mit den bekannten Druckminderventilen (federbelastete Membranventile) bedingt bereits ein erhebliches Totvolumen. Hinzu kommt, daß die Spindeln der o. g. Kegelventile gegen die Atmosphäre durch Stopfbuchsen abgedichtet sind, deren Packungen Ad- und Absorptionsprozesse fördern und damit besonders im Bereich geringer Konzentrationen erhebliche Meßwertverfälschungen hervorrufen können. Ebenfalls hohe Adsorptionskapazität besitzen die Membranen der Druckminderventile.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung ist, bei der Untersuchung von Gasreaktionen unter Druck im Labor eine totvolumenfreie Entnahme von Gasproben aus Hochdruckbehältern mit möglichst geringem Aufwand zu sichern.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Die Aufgabe der Erfindung besteht darin, eine konstruktive Lösung für eine Vorrichtung zur totvolumenfreien Entnahme von Gasproben aus Hochdruckbehältern für den Einsatz im Labor vorzuschlagen, um den Gehalt an reaktionsfähigen Komponenten bestimmen zu können.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die Vorrichtung aus einem Einschraubstutzen besteht, in den ein aus Polytetrafluoräthylen (PTFE) gefertigter Drosselkegel eingesetzt wird. Dieser Drosselkegel wird durch die Schraubkappe gasdicht an den Einschraubstutzen gepreßt. Die Schraubkappe übernimmt gleichzeitig die axiale Führung des aus PTFE gefertigten Verschlusskegels, der mittels Rundringen gegen die zylindrische Innenwand der Schraubkappe abgedichtet ist. Durch die Ventilkappe wird der Verschlusskegel gegen den Drosselkegel gedrückt und so der drucksichere Verschluss des Autoklaven realisiert.

Die Dimensionierung der Drosselkegelbohrung garantiert, daß selbst bei versehentlichem und vollständigem Lösen der Ventilkappe keine Gefährdung auftritt (axiale Bohrung ca. 1 mm, Drosselbohrung senkrecht dazu — 0,5 mm).

Die Probenahme erfolgt durch gasdichtes Aufsetzen einer Mikroliterspritze auf die Gasaustrittsbohrung des Verschlusskegels und geringfügige Linksdrehung (weniger als 1 Umdrehung) der Ventilkappe. Der Gasdruck im Autoklav bewegt den Kolben der Spritze gegen sein Gewicht und die Reibung nach oben und die Spritze wird gefüllt. Rechtsdrehung der Ventilkappe beendet die Probenentnahme. Durch Verwendung eines Feingewindes (Steigung — 1 mm) für die Verbindung zwischen Schraub- und Ventilkappe läßt sich die Ausströmgeschwindigkeit gut steuern. Die Möglichkeit der Steuerung läßt sich weiter verbessern, wenn an den Einschraubstutzen zur weiteren Druckdrosselung ein kapillarer Ringspalt angesetzt wird (Kombination Rohr-Vollstab mit Durchmesserdifférenz $< 0,1$ mm). Diese Kombination ermöglicht außerdem eine auf wenige ml exakt ortsdefinierte Probenahme.

Ausführungsbeispiel

In einem Laborautoklav von 500 ml geometrischen Volumen soll die Geschwindigkeit des Umsatzes von Kohlenmonoxid mit Kaliumkarbonat untersucht werden, das sich auf der Oberfläche von Aktivkohle befindet. Der Autoklav wird mit der Kohle gefüllt und mit CO-haltigem Gas bis zu einem Druck von 5 MPa bespannt. Die Temperatur beträgt 60°C. In regelmäßigen Zeitabständen ist der CO-Gehalt gaschromatographisch zu bestimmen. Der durch die erfindungsgemäße Probenahme für die gaschromatographischen Untersuchungen bedingte, summarische Druckabfall beträgt für 10 Probenahmen weniger als 0,01 MPa. Damit ist der isobare Charakter der Versuchsdurchführung gesichert.

Die Probenahme erfolgt exakt aus der Mitte des mit Aktivkohle gefüllten Autoklaven. Dies wird dadurch gesichert, daß die Verbindung zwischen Einschraubstutzen 1 und Autoklavenmitte durch eine Kapillare von ca. 0,9 mm Innendurchmesser hergestellt wurde, der durch Einführung eines Drahtes von ca. 0,85 mm Durchmesser auf einen kapillaren Ringspalt reduziert worden ist.

Im Ruhezustand ist der gasdichte Verschuß des Druckbehälters durch das mittels der Ventilkappe 5 erfolgende Anpressen des Verschußkegels 4 an den Drosselkegel 2 realisiert. Die Abdichtung des Drosselkegels 2 gegen den Einschraubstutzen 1 erfolgt durch die Schraubkappe 3. Zur Probenahme wird eine Mikroliterspritze gasdicht auf die Bohrung des Verschußkegels 4 aufgesetzt. Durch geringfügiges Linksdrehen der Ventilkappe 5 bildet sich ein kapillarer Spalt zwischen Drosselkegel 2 und Verschußkegel 4, durch den das zu untersuchende Gas austritt und die Mikroliterspritze füllt. Das Ausströmen in die Raumatmosphäre wird durch die Rundring-Dichtungen 6 verhindert. Kurz vor dem vollständigen Füllen der Mikroliterspritze wird durch Rechtsdrehen der Ventilkappe der gasdichte Verschuß des Druckbehälters durch Anpressen des Verschußkegels 4 an den Drosselkegel 2 wiederhergestellt.

