

Offengelegt nach
§ 10 Abs. 3 ErstrG

DEUTSCHES PATENTAMT

(21) Aktenzeichen:

DD G 01 N / 325 956 5

(22) Anmeldetag:

20. 02. 89

(41) Aufgebot zur
Akteneinsicht:
07. 05. 92(43) Veröff.-tag
der Offenlegungsschrift:
29. 04. 93

(30) Unionspriorität:

—

(71) Anmelder: Militärtechnisches Institut der NVA „Anton Ackermann“, PF 89351,
O - 1600 Königs Wusterhausen, DD(72) Erfinder: Schmidt, Heinz-Dieter, Dipl.-Chem. Dr. rer. nat., O - 1058 Berlin, DE; Richter, Erich,
Dipl.-Chem., O - 1600 Königs Wusterhausen, DE; Wehrstedt, Klaus-Dieter, Dipl.-Chem.
Dr. rer. nat., O - 1600 Königs Wusterhausen, DE; Krischok, Frank, Dipl.-Chem.,
O - 1600 Königs Wusterhausen, DE; Mellor, Frank, Dipl.-Chem., O - 1142 Berlin, DE(54) Verfahren zur Erzeugung definierter Konzentrationen von chemischen Kampfstoffen
oder Kampfstoffgemischen in flüssiger Form in Trägergasströmen(55) Kampfstoffe; Dosierkörper; Trägergas; Injektorsystem; Elektromotor; Thermostat; Detektor; definierte
Konzentration; dynamische Prüfung; Sorptionsuntersuchungen(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Erzeugung definierter Kampfstoff-Trägergasgemische mit dem Ziel der
dynamischen Prüfung und Untersuchung von Materialien. Die Aufgabe wird dadurch gelöst, daß ein Kampfstoff
oder ein Kampfstoffgemisch in flüssiger Form über einen Dosierkörper in ein Injektorsystem mit temperierbarem
Verdampfer unter Zumischung eines Trägergases eingebracht und der Kampfstoff- bzw. Kampfstoffgemisch-Trä-
gergasstrom in Kontakt mit dem zu untersuchenden Material gebracht und der Konzentrationsverlauf des Kampf-
stoffes ermittelt wird.

Patentanspruch:

Verfahren zur kontinuierlichen Erzeugung definierter Konzentrationen von Kampfstoffen oder Kampfstoffgemischen in flüssiger Form in Trägergasströmen zum Zweck der dynamischen Prüfung bzw. Untersuchung von Materialien sowie ihres Sorptionsvermögens in einem Gasstrom, **gekennzeichnet dadurch**, daß ein Kampfstoff oder Kampfstoffgemisch in flüssiger Form über einen Dosierkörper in ein Injektorsystem mit temperierbarem Verdampfer unter Zumischung eines Trägergases eingebracht und der Kampfstoff- bzw. Kampfstoffgemisch-Trägergasstrom definierter Konzentration in Kontakt mit dem zu untersuchenden Material gebracht und der Konzentrationsverlauf des Kampfstoffes ermittelt wird.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Erzeugung definierter Kampfstoff-Trägergas-Gemische zum Zweck der dynamischen Prüfung und Untersuchung von Materialien.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es sind Verfahren zur Herstellung von Kampfstoff-Trägergas-Gemischen bekannt, die Bestandteil von Anlagen zur Adsorptionsfilterprüfung sind.

Zur Herstellung von Kampfstoff-Trägergas-Gemischen wird das sogenannte Mitführungsverfahren realisiert.

Von den verschiedenen Modifikationen derartiger Verfahren abgesehen, erfolgt die Konzentrationseinstellung mittels mit relativ großen Kampfstoffmengen gefüllter Vorratsgefäße, wobei der Trägergasstrom durch oder über die Kampfstoffe strömt, eingebauter Schikanen zur Vergrößerung der Kontaktfläche zwischen flüssiger und gasförmiger Phase, Misch- und Beruhigungsstrecken und durch Zumischung definierter unbelasteter Trägergasteilströme zu den mit Kampfstoffen beladenen Trägergasströmen.

Dabei treten folgende wesentliche Nachteile auf:

- Hoher Kampfstoffverbrauch, dadurch bedingt, daß erstens Vorratsgefäße mit relativ großen Kampfstoffmengen gefüllt werden müssen und zweitens bestimmte Kampfstoffe in den Vorratsgefäßen infolge ihrer Hydrolyseempfindlichkeit bei Kontakt mit Trägergasströmen, wie z. B. feuchter Luft, zersetzt werden.
- Variationen der Versuchsparameter (z. B. Feuchte, Temperatur der Trägergasströme) sind aufgrund o. g. Kampfstoffeigenschaften zum Teil enge Grenzen gesetzt.
- Schwierigkeiten bei der Erzeugung definierter und reproduzierbarer Kampfstoff-Trägergas-Konzentrationen.
- Ungenügende Regelbarkeit des Prozesses der Gemischerzeugung.

Darüber hinaus kommen Permeationspatronen mit Kampfstoffen bei Vorrichtungen zur Erzeugung von Kampfstoff-Trägergas-Gemischen zum Einsatz. Dabei nehmen Trägergasströme die aus Permeationspatronen austretenden Kampfstoffdämpfe auf. Die Permeationsvorrichtungen mit Kampfstoffen sind im Hinblick auf die Erreichung ausreichend hoher Dampf-Trägergas-Konzentrationen (z. B. realer Gefechtskonzentrationen) und die notwendige Ermittlung der Permeationsraten nur eingeschränkt anwendbar.

Ein Einsatz von Dosierpumpen für Arbeiten mit chemischen Kampfstoffen ist gleichfalls problematisch.

Die dynamischen Prüf- und Untersuchungsverfahren, bei denen verschiedene Materialien von dem erzeugten Kampfstoff bzw. Kampfstoff-Gemisch-Trägergas-Gemischen bestimmter Konzentrationen angeströmt bzw. durchströmt werden, um Resistenzzeit-, Sorptions-, Diffusions- und andere Prüfungen und Untersuchungen durchführen zu können, setzen sich im wesentlichen aus folgenden Hauptverfahrensschritten zusammen:

1. Herstellung des Kampfstoff bzw. Kampfstoff-Gemisch-Trägergas-Gemisches bestimmter Konzentration.
2. Temperierbare Vorrichtung zur Aufnahme des zu prüfenden und zu untersuchenden Materials.
3. Kontakt des Materials in der temperierbaren Vorrichtung mit den Kampfstoff bzw. Kampfstoff-Gemisch-Trägergas-Gemischen.
4. Analyse der aus der Vorrichtung zur Aufnahme des zu prüfenden und zu untersuchenden Materials austretenden Kampfstoff bzw. Kampfstoff-Gemisch-Trägergas-Konzentrationen in Abhängigkeit von der Zeit.

Allen diesen dynamischen Verfahren ist, von den verschiedenen Modifikationen abgesehen, gemeinsam, daß die Verfahrensschritte apparativ gesondert und die Verfahrensbedingungen unabhängig voneinander realisiert werden können. Kommen Gaschromatographen zum Einsatz, dienen sie, wie auch alle anderen Analysengeräte, ausschließlich der Sicherstellung des unter 4. genannten Verfahrensschrittes.

Daraus resultieren folgende wesentlichen Nachteile:

- Hoher apparativ-technischer Aufwand
- Hoher Aufwand für Entgiftung der benutzten Geräte und für Maßnahmen zum Schutze des Bedienungspersonals
- Ungenügende Regelbarkeit der Verfahrensschritte und deren Bedingungen

Ziel der Erfindung

Es ist Ziel der Erfindung, definierte Konzentration von flüssigen Kampfstoffen oder Kampfstoffgemischen in Trägergasströmen zum Zweck der dynamischen Prüfung bzw. Untersuchung von Materialien mit minimalem Aufwand herzustellen und diese Prüfungen/Untersuchungen durchzuführen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Es ist Aufgabe der Erfindung, ein Verfahren zur Erzeugung definierter Kampfstoff-Trägergas-Gemische vorzuschlagen. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß ein Kampfstoff oder ein Kampfstoffgemisch in flüssiger Form über einen Dosierkörper in ein Injektorsystem mit temperierbarem Verdampfer unter Zumischung eines Trägergases eingebracht und der Kampfstoff bzw. Kampfstoffgemisch-Trägergasstrom definierter Konzentration in Kontakt mit dem zu untersuchenden Material gebracht und die Restkonzentration des Kampfstoffes ermittelt wird.

Ausführungsbeispiel

Eine mit Soman gefüllte Mikroliterspritze – als Dosierkörper im einfachsten Fall – wird mit einer Haltevorrichtung, die den mechanischen Vorschub des Kolbens über einen elektronisch gesteuerten Elektromotor ermöglicht, so arretiert, daß die Spritzennadel ausreichend tief durch ein Septum hindurch in das Injektorsystem mit temperierbarem Verdampfer aus Edelstahl reicht.

Bei einem eingestellten Kolbenvorschub von 6 µl/h und einem Luftstrom durch das Injektorsystem mit temperierbarem Verdampfer von 40 l/h und unter Berücksichtigung der Somandichte von 1,013 g/ml wird eine kontinuierliche Soman-Luft-Konzentration von 0,15 mg/l (dies entspricht etwa der Gefechtskonzentration) eingestellt und in den Thermostat eines Gaschromatographen geleitet.

Das zu untersuchende Material oder die zu prüfende gefüllte Adsorptionspatrone sowie die Zu- und Ableitungen werden im Thermostat derart angebracht, daß die Verbindung zwischen Probeneinführungssystem und FiD hergestellt ist. Es wird eine konstante Adsorptionstemperatur z. B. 303 K eingestellt; der FiD detektiert den Durchbruch bzw. das Ansteigen der Konzentration an chemischen Kampfstoffen durch ein kontinuierliches Ansteigen des Meßsignals.