



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) DD (11) 254 649 A1

4(51) G 01 N 21/17

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP G 01 N / 297 557 5	(22)	15.12.86	(44)	02.03.88
------	-----------------------	------	----------	------	----------

(71)	VEB Kombinat Medizin- und Labortechnik Leipzig, Franz-Flemming-Straße 43–45, Leipzig, 7035, DD
(72)	Bartsch, Günter, Dipl.-Phys., DD

(54)	Verfahren und Vorrichtung zur Bestimmung des Durchbruchverhaltens von Filtereinheiten
------	---

(55) Filtereinheiten mit Adsorbenzien, kontinuierliche Anzeige, Durchbruchkurve, Durchbruchkonzentration, Durchbruchverhalten, Meßküvette, Nachweisflüssigkeit, Meßlichtstrahl, Fotoelement, Fotostrom, optischer Lichtstärkeregler

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Bestimmung des Durchbruchverhaltens von Filtereinheiten mit Adsorbenzien für den Einsatz bei auftretenden gesundheitsschädlichen und toxischen Gasen und Dämpfen. Ein Teil des Gasstromes wird kontinuierlich hinter der Filtereinheit entnommen und durch eine Glasfritte einer Gassonde durch die in einer Meßküvette befindlichen Nachweisflüssigkeit geleitet. Der unbelastete Gasstrom bewirkt keine Veränderung der Nachweisflüssigkeit. Ein durch die Meßküvette tretender Lichtstrahl erzeugt einen Fotostrom, der bei unbenutzter Nachweisflüssigkeit einen aus ihrer Färbung resultierenden maximalen oder minimalen Meßwert darstellt. Mit beginnendem Durchbruch der Schadstoffe im Adsorbenz ver- oder entfärbt sich die Nachweisflüssigkeit. Der sich ändernde Fotostrom gibt eine definierte Anzeige des Konzentrationsanstieges und damit des Durchbruchverhaltens an.

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Bestimmung des Durchbruchverhaltens von Filtereinheiten mit Adsorbenzien für den Einsatz bei auftretenden gesundheitsschädlichen und toxischen Gasen und Dämpfen mittels einer Nachweisflüssigkeit mit Indikator unter Anwendung des lichtelektrischen Verfahrens mit nachfolgender Anzeige oder Weiterverarbeitung des Fotostromes, **gekennzeichnet dadurch**, daß kontinuierlich ein Teil des Gasstromes hinter der Filtereinheit entnommen und durch die Glasfritte (6) einer Gassonde (5) durch die in einer Meßküvette (1) befindlichen Nachweisflüssigkeit (2) mit Indikator geleitet wird, wobei der unbelastete Gasstrom keine Veränderung der Nachweisflüssigkeit (2) bewirkt, daß ein durch die Meßküvette (1) tretender Lichtstrahl hoher Lichtkonstanz einen Fotostrom erzeugt, der bei unbenutzter Nachweisflüssigkeit (2) einen aus ihrer Färbung resultierenden maximalen oder minimalen Meßwert darstellt, daß sich mit beginnendem Durchbruch der Schadstoffe im Adsorbens die Nachweisflüssigkeit (2) in Abhängigkeit der Konzentration der Schadstoffe ver- oder entfärbt und der sich damit ändernde Fotostrom eine definierte Anzeige des Konzentrationsanstieges des Schadstoffes im Gasstrom hinter der Filtereinheit angibt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß durch eine Verstärkung der Nachweisflüssigkeit (2) eine Erweiterung des Meßbereiches erreicht wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß der Nachweisgasstrom über die Meßküvette (1) 2 l min^{-1} bei Temperaturen $T = 18-25^\circ\text{C}$ beträgt.
4. Vorrichtung zur Bestimmung des Durchbruchverhaltens von Filtereinheiten mit Adsorbenzien gegen gesundheitsschädliche und toxische Schadstoffe enthaltende Gase und Dämpfe mit einer Meßküvette, die eine Nachweisflüssigkeit mit Indikator sowie eine Gassonde mit Glasfritte enthält und in einem Lichtstrahl angeordnet ist, **gekennzeichnet dadurch**, daß die planparallele Meßküvette (1) in einem lichtundurchlässigen Küvettenhalter (3) mit auf beiden Seiten befindlichen Lichtdurchtrittsöffnungen (4) angeordnet ist, daß vor der Meßküvette (1) eine Beleuchtungseinrichtung (7) mit einer Lichtwurf Lampe (8) und einem Kondensor (9) angeordnet ist, daß nach der Meßküvette (1) ein Fotoelement (17) in einem Fotoelementhalter (16) angeordnet ist, wobei sich zwischen der Meßküvette (1) und dem Fotoelement (17) ein optischer Lichtstärkereger (11), bestehend aus einem Polarisator (12) und einem Analysator (13), befindet.
5. Vorrichtung nach Anspruch 4, **gekennzeichnet dadurch**, daß ein Adapter (10) die Beleuchtungseinrichtung (7) und die Meßküvette (1), ein Adapter (14) die Meßküvette (1) und den Lichtstärkereger (11) und ein Adapter (15) den Lichtstärkereger (11) und den Fotoelementhalter (16) lichtdicht verbindet und den parallelen Meßlichtstrahl justiert.
6. Vorrichtung nach Anspruch 4, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Gassonde (5) mit Glasfritte (6) oberhalb neben der Lichtdurchtrittsöffnung (4) angeordnet ist.
7. Vorrichtung nach Anspruch 4 und 5, **gekennzeichnet dadurch**, daß dem Fotoelement (17) in an sich bekannter Weise Geräte zur Anzeige, Registrierung, Warnung oder Steuerung und Regelung nachgeordnet sind.

Hierzu 1 Seite Zeichnung

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Bestimmung des Durchbruchverhaltens von Filtereinheiten mit einer Adsorbens gegen gesundheitsschädliche und toxische Schadstoffe enthaltende Gase und Dämpfe. Das Verfahren kann durchgeführt werden bei einer direkten Qualitätskontrolle von Filtereinheiten im Produktionsprozeß oder bei der Überwachung von Filteranlagen des Umweltschutzes zur Verhütung von Schadstoffemissionen bei Produktionsprozessen in den unterschiedlichsten Produktionssphären der Industrie.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Zur Filtration von Gasen und Dämpfen mit gesundheitsschädlichen und toxischen Schadstoffen, wie CCl_4 , Cl_2 , H_2S , NH_3 , SO_2 , HCN , werden in Filtereinheiten verschiedene Adsorbenzien verwendet, deren Aufnahmefähigkeit und Verwendungszeit für verschiedene Gaskonzentrationen durch Messungen der Resistenzzeit bestimmt werden. Dazu werden im allgemeinen gaschromatografische Verfahren, Infrarot- oder Wärmeleitfähigkeitsmeßgeräte, photometrische Geräte und chemische Eichungen verwendet. Diese Verfahren sind in den meisten Fällen diskontinuierlich sowie aufwendig an Apparaturen und an die Voraussetzungen des Umfeldes. In der Praxis, insbesondere bei der Qualitätskontrolle im Produktionsprozeß, werden zu verschiedene Zeitpunkten dem Gasstrom Proben entnommen und über eine Gassonde mit Glasfritte in ein Gefäß mit einer entsprechenden Nachweisflüssigkeit eingegeben. Die Auswertung der Verfärbung der

Nachweisflüssigkeit bei belastetem Gasstrom erfolgt visuell. Dabei kann nur angegeben werden, ob ein Durchbruch erfolgt ist, jedoch nicht die genaue Konzentration. Das zeitliche Durchbruchverhalten und die dabei vorliegende Durchbruchkonzentration am Adsorbens, z. B. Aktivkohle mit und ohne Imprägnierung, sind bei den genannten Verfahren nicht direkt ablesbar, unterliegen komplizierten Eichungen und nachträglicher, zeitlich verschobener Auswertung. Sie eignen sich daher für Forschungsarbeiten in speziellen Labors der Grundlagenforschung, zur Analyse von langfristigen Qualitätsbeobachtungen u. ä., nicht jedoch im direkten Produktionsprozeß.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, die bekannten Nachteile zu beseitigen durch ein Verfahren mit einer Vorrichtung, das einfach, sicher und schnell arbeitet und im Produktionsprozeß bei der Gasfilterproduktion sowie bei der Überwachung von Emissionsschutzfiltern in vielen Bereichen der Volkswirtschaft und des Umweltschutzes direkt einsetzbar ist.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Die Aufgabe der Erfindung besteht darin, ein Verfahren anzugeben, mit dem es möglich ist, reproduzierbar die Funktionsfähigkeit, das Durchbruchverhalten und die Durchbruchkonzentration von Filtereinheiten mit Absorbenzien unter Anwendung des lichtelektrischen Verfahrens bestimmen zu können. Weiterhin ist es Aufgabe der Erfindung, eine Vorrichtung zur Durchführung dieses Verfahrens zu entwickeln, die robust und unkompliziert in ihrem Aufbau ist und eine Meßküvette mit einer Nachweisflüssigkeit mit Indikator aufweist.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe gelöst durch nachfolgende Verfahrensschritte:

- hinter der Filtereinheit wird kontinuierlich ein Teil des Gasstromes entnommen und durch die Glasfritte einer Gassonde durch die in einer Meßküvette befindlichen Nachweisflüssigkeit mit Indikator geleitet, wobei der unbelastete Gasstrom keine Veränderung der Nachweisflüssigkeit bewirkt,
 - ein durch die Meßküvette tretender Lichtstrahl hoher Lichtkonstanz erzeugt einen Fotostrom, der bei unbenutzter Nachweisflüssigkeit einen aus ihrer Färbung resultierenden maximalen oder minimalen Meßwert darstellt,
 - mit beginnendem Durchbruch der Schadstoffe in der Filtereinheit ver- oder entfärbt sich die Nachweisflüssigkeit in Abhängigkeit der Konzentration der Schadstoffe und der sich damit ändernde Fotostrom gibt eine definierte Anzeige des Konzentrationsanstieges des Schadstoffes im Gasstrom an.
- Durch eine Verstärkung des Indikators wird eine Erweiterung des Meßbereiches erreicht.

Die Vorrichtung ist erfindungsgemäß durch folgende Merkmale gekennzeichnet:

- die planparallele Meßküvette ist in einem lichtundurchlässigen Küvettenhalter mit auf beiden Seiten befindlichen Lichtdurchtrittsöffnungen angeordnet;
- vor der Meßküvette ist eine Beleuchtungseinrichtung mit einer Lichtwurflampe und einem Kondensator angeordnet;
- nach der Meßküvette ist in einem Fotoelementenhalter ein Fotoelement angeordnet, wobei sich zwischen der Meßküvette und dem Fotoelement ein optischer Lichtstärkeregler, bestehend aus einem Polarisator und einem Analysator, befindet.

Die Beleuchtungseinrichtung und die Meßküvette einerseits, die Meßküvette andererseits und der Lichtstärkeregler sowie der Lichtstärkeregler und der Fotoelementenhalter sind jeweils durch einen Adapter lichtdicht verbunden. Mittels der Adapter ist außerdem der planparallele Meßlichtstrahl justierbar. In der Meßküvette ist die Gassonde mit Glasfritte oberhalb neben der Lichtdurchtrittsöffnung angeordnet. Dem Fotoelement können in an sich bekannter Weise Geräte zur Anzeige, Registrierung, Warnung oder Steuerung und Regelung nachgeordnet sein.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll nachstehend anhand einer schematischen Darstellung der Vorrichtung näher erläutert werden. Es soll z. B. der Nachweis der Benutzungszeit eines Atemschutzfilters mit Aktivkohle gegen H_2S bis zum Durchbruch von 10 ppm H_2S -Konzentration hinter dem Filter ermittelt werden.

Kernstück der Vorrichtung ist eine planparallele Meßküvette 1 mit einer Nachweisflüssigkeit 2 mit Indikator, die auswechselbar in einem Küvettenhalter 3 angeordnet ist. Dieser weist auf beiden Seiten fluchtend eine Lichtdurchtrittsöffnung 4 auf. In die Nachweisflüssigkeit 2 ist eine Gassonde 5 mit einer Glasfritte 6 eingetaucht, die sich oberhalb der Lichtdurchtrittsöffnung 4 befindet. Vor der Meßküvette 1 ist eine Beleuchtungseinrichtung 7 mit einer Lichtwurflampe 8 und einem Kondensor 9 zur Erzeugung eines Parallellichtstrahles von hoher Lichtkonstanz angeordnet. Diese wird durch Zuführung von stabilisiertem Gleich- oder Wechselstrom, vorzugsweise im Niederspannungsbereich 8–12 V, erreicht. Als Lichtwurflampe 8 sind insbesondere Halogenlampen geeignet. Ein Adapter 10 verbindet die Beleuchtungseinrichtung 7 mit dem Küvettenhalter 3 lichtdicht und justiert den parallelen Meßlichtstrahl. Nach der Meßküvette 1 ist ein optischer Lichtstärkeregler 11, bestehend aus einem Polarisator 12 und einem feststehenden Analysator 13, angeordnet, wobei die Achse des Polarisators 12 gegen die Achse des Analysators 13 verstellbar ist. Der Küvettenhalter 3 und der Lichtstärkeregler 11 sind über einen Adapter 14 lichtdicht und justierbar verbunden. Über einen Adapter 15 ist der Lichtstärkeregler 11 mit einem Fotoelementenhalter 16 mit Fotoelement 17 verbunden. Dieser Vorrichtung können zur Anzeige und Registrierung sowie Weiterverarbeitung in Rechner- und BMSR-Einrichtungen wahlweise nachfolgende Instrumente und Geräte nachgeordnet werden:

- Skalengalvanometer 18, eichfähig für SKT in ppm Schadstoff-Konzentration oder Festwerte als Grenzwerte für zulässige Konzentrationen;
- Kompensationsbandschreiber 19 zur Darstellung der Durchbruchkurve im Zeitverhalten der Schadstoffkonzentration, eichfähig;
- geeichte digitale Anzeige 20 von Gaskonzentrationen mit oder ohne Brückenschaltung oder auch in Verbindung mit rechnergestützten Programmen;

- programmierte Rechneinheiten 21 für Warnungssystem und Produktions-Prozeß-Steuerungen mit und ohne Drucker.

Als Nachweisflüssigkeit 2 mit Indikator wird eingesetzt:

8 ml einer Stärkelösung sind mit 32 ml einer 0,1 N Kaliumjodid-Lösung und 0,8 ml einer 0,1 N Jodlösung und mit 160 ml destilliertem Wasser aufzufüllen. Die Farbe der Nachweisflüssigkeit 2 ist tief dunkelblau. Der durch die Nachweisflüssigkeit 2 mit Indikator tretende planparallele Meßlichtstrahl wird derart geschwächt, daß der daraus resultierende Fotostrom den minimalen Meßwert darstellt. Durch Verdrehen der Polarisationsachse des Polarisators 12 zum Analysator 13 im Lichtstärkereglern 11 läßt sich der Meßwert an die entsprechenden Parameter der Anzeigegeräte 18, 19, 20 anpassen bzw. erforderliche Zwischenwerte oder Eichwerte einstellen.

Aus dem hinter dem Atemschutzfilter mit Aktivkohle austretenden Gasstrom wird kontinuierlich ein Teil abgesaugt. Dieser Nachweisstrom wird nun durch die Glasfritte 6 der Gassonde 5 durch die Nachweisflüssigkeit 2 mit Indikator geleitet. Der Nachweisstrom über die Meßküvette 1 mit 200 ml Nachweisflüssigkeit 2 beträgt 2 l min^{-1} bei Temperaturen $T = 18-25^\circ\text{C}$. Bei vollständiger Adsorption des H_2S durch die Aktivkohle im Atemschutzfilter behält die Nachweisflüssigkeit 2 ihre ursprüngliche Farbe. Mit Beginn des Durchbruchs von H_2S in Adsorption bereits in geringsten Spuren beginnt sich die Nachweisflüssigkeit 2 in Abhängigkeit von der Konzentration des H_2S im Meßgasstrom bzw. Gasstrom zu entfärben. Die Nachweisflüssigkeit 2 ist so zusammengesetzt, daß sie nach Aufnahme von 0,136 mg H_2S -Gas glasklar ist. Dabei beträgt die Durchbruchkonzentration 10 ppm H_2S .

Mit der Entfärbung der Nachweisflüssigkeit 2 ändert sich gleichzeitig analog der Fotostrom des Fotoelementes 17 bis zur maximalen Lichtstärke. Der Fotostrom kann z. B. dem Kompensationsbandschreiber 19 zugeführt werden, durch welchen der zeitliche Ablauf des Durchbruchs und die Durchbruchkonzentration in einer Durchbruchkurve dargestellt werden. Für den Nachweis des Durchbruchs weiterer gesundheitsschädlicher und toxischer Gase und Dämpfe sich die gleiche Vorrichtung und die gleichen Verfahrensschritte zu verwenden. In Abhängigkeit der Gase und der maximalen Durchbruchkonzentration ändert sich nur die Nachweisflüssigkeit 2 in ihren Ausgangsstoffen und deren Zusammensetzung. Dabei kann die noch ungenutzte Nachweisflüssigkeit 2 glasklar (minimale Lichtschwächung) und nach Aufnahme der vollen Schadstoffkonzentration dunkel gefärbt sein (maximale Lichtschwächung). Entsprechend ändert sich der Fotostrom. Mit der stöchiometrisch festgelegten Stärke der Nachweisflüssigkeit 2 kann der Endpunkt und der Kurvenverlauf bis zu einem gewünschten Grenzwert in sinnvollen Bereichen beeinflußt werden. Die Durchbruchkurve zeigt dabei einen integralen Verlauf, so daß die rechnerische Auswertung der zeitlichen Konzentrationsveränderung neben einer punkweisen Eichung möglich ist.

Weitere Vorteile der erfindungsgemäßen Lösung sind:

- Anwendung und Einsatz direkt im Produktionsprozeß und unter rauen Umweltbedingungen möglich;
- Einsatz zur Qualitätssicherung von Grundsorbentzien, chemisch veredelten Füllmassen und für Fertigprodukte, wie Filter, Filterkassetten, Raumfilter;
- geeignet als Meßfühler für Warneinrichtungen, bei denen der Durchbruch eines Gases (Schadstoff) sofortige Maßnahmen, z. B. Umschaltung auf eine zweite Filtreinheit oder Alarmauslösung, erfordert;
- Ausführung als mobile Meß- und Prüfeinrichtung mit Batterietrieb möglich.

