

Universität Duisburg-Essen
Fakultät für Ingenieurwissenschaften
Maschinenbau, IVG , Thermodynamik
Dr. M. A. Siddiqi

3. Semester

GRUNDLAGENPRAKTIKUM
THERMODYNAMIK

Versuche zur Konzentrationsmessung

Versuche zur Konzentrationsmessung

1 Einleitung

2 Wichtige Gasanalyseverfahren

- 2.1 Orsat-Apparat
- 2.2 Flammenionisationsdetektor (FID)
- 2.3 Magnetische Sauerstoffanalyse
- 2.4 Massenspektrometrie
- 2.5 Wärmeleitfähigkeitsanalyse
- 2.6 Gaschromatographie
- 2.7 Infrarot-Absorptionsanalyse

3 Versuche zur Konzentrationsmessung

- 3.1 Bestimmung der Konzentration der einzelnen Gaskomponenten in einem Gasgemisch mit Hilfe eines Gaschromatographen
 - 3.1.1 Physikalische Grundlagen
 - 3.1.2 Versuchsaufbau
 - 3.1.3 Versuchsdurchführung
 - 3.1.4 Versuchsauswertung
 - 3.1.5 Erläuterungen
- 3.2 Bestimmung der Raumanteile von CO₂ und CO in einem Gasgemisch mit den Prüfröhrchen
 - 3.2.1 Kurzbeschreibung
 - 3.2.2 MAK Wert
 - 3.2.3 Chemische Grundlagen
 - 3.2.4 Versuchsaufbau
 - 3.2.5 Versuchsablauf

Versuche zur Konzentrationsmessung

1 Einleitung

Das allgemeine Problem jeder Gasanalyse besteht darin, in einem Mehrkomponentengemisch die Konzentration einer Komponente, der Meßkomponente, zu bestimmen. Dazu stehen physikalische und chemische Verfahren zur Verfügung. Speziell ist eine physikalische Analyse nur möglich, wenn sich diese Komponenten in mindestens einer physikalischen Eigenschaft, der Meßgröße, von den übrigen gleichzeitig anwesenden Gemischkomponenten unterscheidet. Ähnliches gilt für chemische Verfahren. Die zu messende Komponente muß sich in mindestens einer chemischen Eigenschaft von den anderen gleichzeitig anwesenden Komponenten unterscheiden. Je größer der Unterschied ist, desto eindeutiger ist von vornherein die Messung, weil der Einfluss der übrigen Komponenten stärker zurücktritt. Eine weitere Voraussetzung ist die, dass sich für die fragliche chemische oder physikalische Eigenschaft, die optischer, magnetischer, elektrischer oder kalorischer Natur sein kann, eine betriebssichere Meßmethode finden lässt.

Die chemischen Verfahren beruhen darauf, dass die zu messende Gaskomponente im Analysegerät in bestimmter und bekannter Weise reagiert, beispielsweise mit einem chemischen Waschmittel so, daß die Meßkomponente aus dem Untersuchungsgas völlig verschwindet, während die anderen Komponenten unverändert bleiben. Nach diesem Prinzip arbeitet der Orsat-Apparat. Starke Verbreitung haben auch Verfahren gefunden, bei denen die Meßkomponente beim Kontakt mit einem Reagenz einen Farbausschlag bewirkt (z.B.: Akoteströhrchen). Bei den physikalischen Verfahren haben optische Verfahren, die vielfach auf der selektiven Absorption der zu messenden Gaskomponente in einem bestimmten Wellenlängenbereich, meist im Infraroten, basieren, bei der Untersuchung der Konzentration von Schadgasen, z.B.: NO, CO u.ä. Bedeutung erlangt.

Eine ganz hervorragende Rolle in der Gasanalyse spielt die Chromatographie. Dies sind Verfahren, die geeignet sind, ein Stoffgemisch in seine unterschiedlichen Komponenten zu trennen. Der Nachweis der verschiedenen Komponenten erfolgt durch geeignete Detektoren, die nicht mehr selektiv zu sein brauchen. Im Gegenteil, Detektoren, deren Signal nur proportional der Stoffmenge und unabhängig von der Stoffart sind, sind für die Meßmethoden zu bevorzugen. Geräte zur Chromatographie bestehen, entsprechend dem Prinzip des Verfahrens, im wesentlichen aus den Trennsäulen und den Detektoren. Im Detektor wird nur die Stoffmenge gemessen, während die Identifizierung der Komponenten durch ihr Verhalten in der Trennsäule (durch seine Verweilzeit) erfolgt.

Bei den meisten Gasanalysemethoden wird aus einem Gasgemisch eine spezielle, vorher bekannte Komponente, die sich in einer physikalischen Eigenschaft von den anderen deutlich abhebt, in ihrer Konzentration ermittelt. Um alle Anteile des Gemisches zu bestimmen, müssen so viele verschiedene Untersuchungen durchgeführt werden, wie Gaskomponenten in dem Meßgas enthalten sind. Geräte, die auf physikalischen Verfahren beruhen, sind, verglichen mit den chemischen Verfahren, vorteilhaft, da der im Gerät eingebaute Detektor gewöhnlich ein elektrisches Signal abgibt, das sich leicht weiter verarbeiten läßt, beispielsweise Übertragung über größere Entfernung (Fernanzeige), Abspeicherung in Messwerterfassungsanlagen, Steuerung von Regelvorgängen oder einfach Aufzeichnung des Signals auf einen Schreiber.

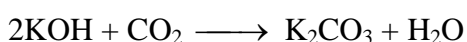
Physikalische Verfahren sind andererseits stets mit einem mehr oder weniger großen elektronischen Aufwand verbunden und daher meist teurer als chemische Verfahren, wo die Stoffmengenbestimmung vielfach eine einfache Volumenmessung oder Wägung ist.

2 Wichtige Gasanalyseverfahren

2.1 Orsat-Apparat

Der Orsat-Apparat ist das klassische Gerät der chemischen Gasanalyse. Bei diesem Gerät wird eine gewisse Gasmenge angesaugt und in bestimmter Reihenfolge durch mehrere chemisch wirkende Waschmittel gedrückt. Jedes dieser Reagenzien absorbiert eine bestimmte Gaskomponente (siehe Abb. 1).

Z.B.: Kohlenstoffdioxid (CO₂) wird im Kaliumhydroxid vollständig absorbiert.



Eine Rückreaktion findet nicht statt.

Auf gleiche Weise erfolgt die Absorption von Sauerstoff (O₂) durch alkalische Pyrogallolösung (1,2,3-trihydroxybenzol) und die Absorption von Kohlenmonoxid (CO) durch alkalische Kupferchlorürlösung (Cu₂Cl₂). Durch eine Kontrolle der Volumenverminderung der Gesamtgasmenge pro durchspültem Waschmittel kann man den Anteil der einzelnen Komponenten bestimmen.

2.2 Flammenionisationsdetektor (FID)

Im FID wird der Effekt ausgenutzt, dass Flammen elektrisch leitend sind. Die Größe der Leitfähigkeit hängt stark von der Art des Brennstoffes ab. Kohlenwasserstoff-Flammen weisen eine um Größenordnungen höhere Ionisation und damit Leitfähigkeit auf als H₂-Flammen.

In einem Strom reinen Wasserstoffs wird das Trägergas mit der Meßkomponente eingeleitet. Die organischen Bestandteile des Gases (die Meßkomponente) verbrennen in der Wasserstoffflamme unter Sauerstoffmangel; die hohe Temperatur in der Wasserstoffflamme führt, über die Bildung von Zwischenprodukten, zu polymerisiertem Kohlenstoff, der schon bei niedriger Spannung ionisiert wird.

Da der Grad der Ionisierung abhängig von der Anzahl der C-Atome ist, ist die FID-Anzeige praktisch proportional der C-Atomzahl im Molekül, außerdem ist sie proportional dem Volumenanteil dieser Molekülart in dem Gasgemisch. Würde z.B.: ein Gas mit 100 ppm CH₄ eine Anzeige von 10 Skalenteilen erzeugen, so ergäbe sich bei einer Konzentration von 100 ppm C₃H₈ eine Anzeige von 30 Skalenteilen.

In Abb. 2 sind die wesentlichen Teile des FID schematisch gezeigt. Im Detektor brennt die Wasserstoff-Sauerstoffflamme. Zwischen Anode und Kathode (Brenner) liegt eine Gleichspannung (etwa 90-150 Volt) an, ohne Meßgas fließt ein minimaler Ionenstrom.

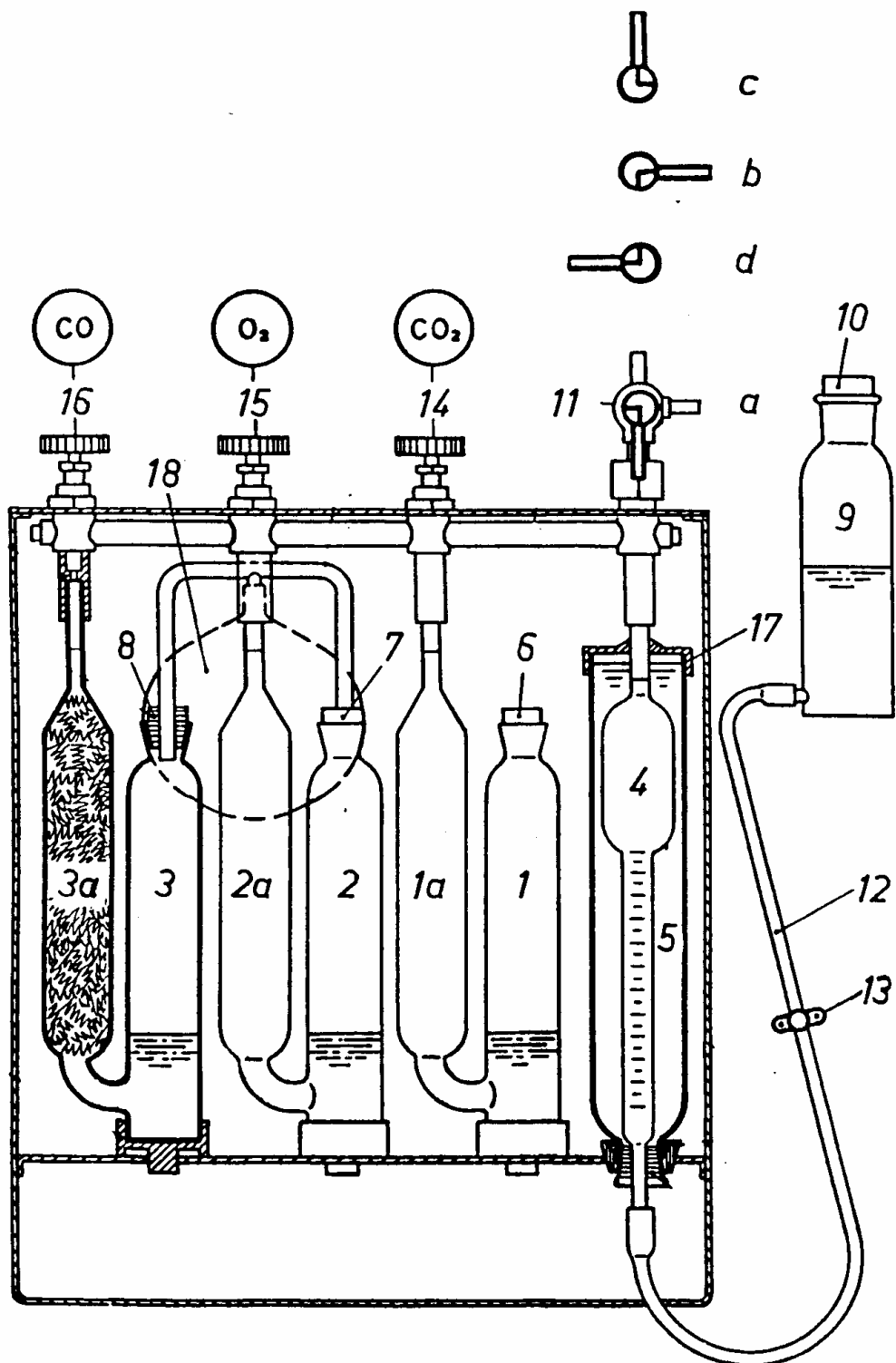


Abb. 1: Der Orsat-Apparat

Wird dem Wasserstoff ein Meßgas zugemischt, das Kohlenwasserstoff enthält, so steigt der Ionenstrom beträchtlich. Dieser Ionenstrom wird verstärkt angezeigt.

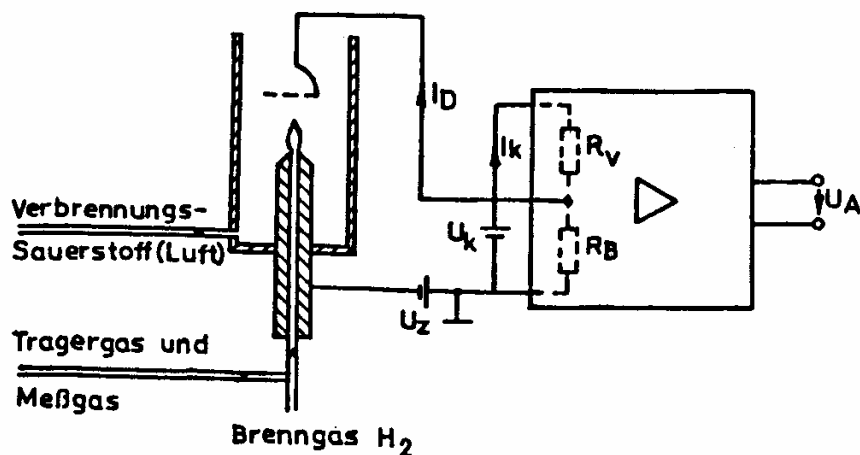


Abb. 2: Grundsätzliche Anordnung eines Flammenionisationsdetektors

Der FID wird meist als Detektor bei Gaschromatographen eingesetzt. Er dient aber auch als eigenständiges Gerät zur Messung von Kohlenwasserstoffen, z.B. Analyse von Motorabgas. Flammenionisationsdetektoren besitzen einen großen Bereich, in welchem der Ionenstrom proportional der Meßkomponente anwächst. Der Meßbereich liegt zwischen 0,001 ppm und mehr Vol.-%.

2.3 Magnetische Sauerstoffanalyse

Paramagnetismus tritt bei Gasen nicht häufig auf, lediglich Sauerstoff und einige als Betriebsgase seltene Stick- und Chloroxide (NO , NO_2 , ClO_2 , ClO_3) sind paramagnetisch. Alle anderen Gase hingegen sind diamagnetisch und treten bei einem auf Paramagnetismus des O_2 beruhenden Analyseverfahren praktisch nicht in Erscheinung.

Paramagnetismus

Wenn ein Stoff aus Atomen aufgebaut ist, die ein magnetisches Moment besitzen, so kann infolge der thermischen Energie völlige Unordnung der Richtung der atomaren magnetischen Momente auftreten. Der Werkstoff zeigt also kein resultierendes magnetisches Moment. Bei Anlegen eines Magnetfeldes werden die magnetischen Momente der einzelnen Atome mehr oder weniger in die Magnetfeldrichtung ausgerichtet. Diese Erscheinung wird Paramagnetismus genannt. Je größer das Magnetfeld und je niedriger die Temperatur des Stoffes ist, desto größer ist das resultierende magnetische Moment in Feldrichtung. Im Gegensatz hierzu weisen die Atome diamagnetischer Stoffe kein magnetisches Moment auf.

Thermomagnetischer Sauerstoffanalysator „Magnos“

Das zu untersuchende Gas befindet sich in einem waagrecht gelagerten, dünnwandigen Glasröhrchen, in dessen Inneren durch einen kräftigen Dauermagneten ein starkes magnetisches Feld erzeugt wird. Enthält das Meßgas Sauerstoff, so wird von diesem Magnetfeld eine Kraft ausgeübt, die das Gas zu dem Ort größter magnetischer Feldstärke zu ziehen versucht. An der Stelle des größten Feldgradienten, nämlich der Nähe der Kante des Magnetpolschuhes wird das Meßgas durch einen elektrisch geheizten Draht, der um das Glasröhrchen gewunden ist, erwärmt. Infolge dieser Erwärmung nimmt die Magnetisierung, wie bereits erklärt, ab, d.h. die Anziehungskraft, die auf den erwärmten Teil des Gases ausgeübt wird, ist schwächer als diejenige, die auf die noch kalte Umgebung wirkt. Das Magnetfeld versucht also vor allem das kalte Gas zu der Stelle mit der größten Magnetfeldstärke zu ziehen, so daß das von der Heizwicklung erwärmte Gas aus dem Feld und damit aus dem Meßröhrchen herausgedrückt wird. Das nachströmende kältere Gas von der Heizwicklung fortlaufend erwärmt wird, bildet sich in dem Meßröhrchen eine stetige Strömung aus, die man als magnetischen Wind bezeichnet und deren Geschwindigkeit dem Sauerstoffgehalt des Meßgases etwa proportional ist.

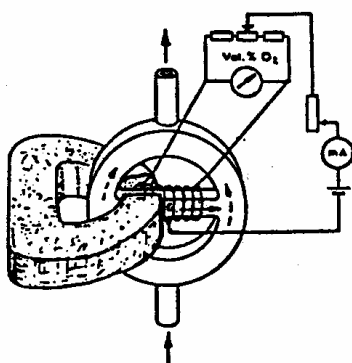


Abb. 3: Prinzipschaltung des thermomagnetischen Sauerstoffanalysators „Magnos“

Die beschriebenen Vorgänge sind in Abb. 3 dargestellt. Der magnetische Wind, der sich im Röhrchen bildet, ist durch einen Pfeil angedeutet. Das Meßverfahren wird dadurch besonders einfach, daß man die Heizwicklung aus einem Material herstellt, dessen Ohmscher Widerstand stark temperaturabhängig ist. Durch den magnetischen Wind entsteht eine - allerdings geringe - einseitige Abkühlung der in der Mitte angezapften Heizwicklung, was eine Widerstandsänderung ihrer im Magnetfeld liegenden Hälfte zur Folge hat. Somit ist die Größe des Widerstandsverhältnisses der beiden Heizdrahthälften mit der Stärke des magnetischen Windes veränderlich.

2.4 Massenspektrometrie

Die massenspektrometrische Analyse von Gasgemischen beruht darauf, daß das Massenspektrum, d.h. die Häufigkeit und die Masse der bei der Ionisierung einer Probe entstehenden Ionen, für die betreffende Substanz charakteristisch ist und daß die Stärke der auftretenden Komponenten in der Probe proportional ist.

Ein Massenspektrum wird so gewonnen, daß man die zu analysierende Probe in gas- oder dampfförmigem Zustand in die Ionenquelle einbringt, in der sie – in der Regel durch Elektronenbeschuß – teilweise dissoziiert und ionisiert wird. Diese Ionen werden dann durch ein elektrisches Feld aus dem Ionisierungsraum herausgezogen und mit einer elektrischen oder magnetischen Feldanordnung entsprechend ihrem Verhältnis von Masse M zur Anzahl der elektrischen Ladung Z je nach Bauart räumlich oder zeitlich getrennt. Nach Durchlaufen dieser Feldordnung können die auf einen Kollektor fokussierten Ionen als Strom gemessen werden.

In Abb. 4 ist eine mögliche Anordnung, wie sie für die Massentrennung verwandt wird, schematisch dargestellt. Das zu analysierende Gas gelangt aus einem Vorratsgefäß durch eine Einlaßdüse in die Ionenquelle, wo das Gas durch Elektronenbeschuß ionisiert wird. Die gebildeten Ionen werden dann durch ein elektrisches Feld beschleunigt und in ein magnetisches Sektorfeld eingeschossen, in dem sie Kreisbahnen durchlaufen, deren Krümmungsradius von der Ionen-Masse M , der Anzahl der elektrischen Ladung Z , der Beschleunigungsspannung U und der Magnetfeldstärke H abhängt und sich zu

$$r \sim \frac{M \cdot U}{H \cdot Z}$$

ergibt. Bei konstanter Beschleunigungsspannung werden bei einer bestimmten Magnetfeldstärke also nur Ionen mit einem bestimmten Verhältnis M/Z um einen festen Winkel aus ihrer Bahn abgelenkt und treffen auf einen entsprechend angeordneten Ionenkollektor auf. Durch kontinuierliche Änderung von U oder H können nacheinander alle Ionen auf den Kollektor fokussiert und mit Hilfe eines empfindlichen Gleichstromverstärkers angezeigt und registriert werden.

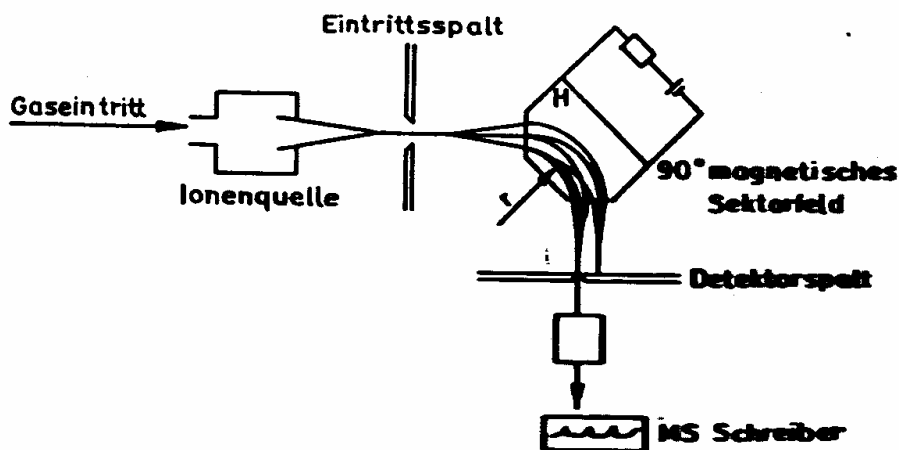


Abb. 4: Prinzip eines Massenspektrometers

2.5 Wärmeleitfähigkeitsanalyse

Bei diesem Verfahren wird die unterschiedlichen Wärmeleitfähigkeit von Gasen ausgenutzt. In einem Metallblock befinden sich vier zu einer Wheatstone'schen Brücke (Abb. 5) zusammengeschalteten Heizdrähte, durch die anfangs ein konstanter Strom fließt und die dadurch eine konstante Temperatur haben. Zwei der Drähte werden vom Meßgas

und zwei vom Vergleichsgas umspült. Wobei die Stoffmengen in beiden Zweigen gleich sind. Die unterschiedliche Wärmeleitfähigkeit von Meß- und Vergleichsgas bewirkt eine Änderung der Heizdrahttemperatur in den Meßkammern und damit eine entsprechende Widerstandsänderung. Dadurch fließt ein Diagonalstrom, dessen Stärke ein Maß für die Konzentration des Meßkomponenten ist.

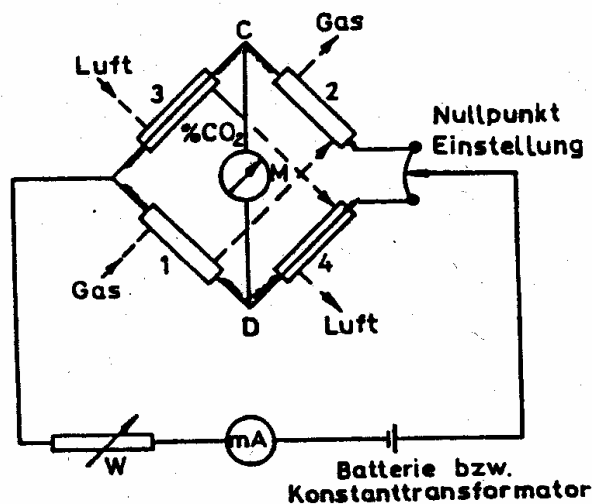


Abb. 5: Wärmeleitfähigkeitsanalysator

2.6 Gaschromatographie

Die Gaschromatographie ist eine physikalische Trennmethode, bei der die zu trennende Substanz auf zwei Phasen verteilt werden. Eine dieser Phasen ist stationär, die andere beweglich. Sie durchsickert die stationäre Phase. Bei der Gaschromatographie ist die bewegliche Phase gasförmig. Für die stationäre Phase sind die Aggregatzustände flüssig und fest möglich.

Die Gaschromatographie ist also zunächst nur eine Stofftrennmethode, die die Absorption bzw. die Löslichkeit von Gasen in Feststoffen bzw. Flüssigkeiten ausnutzt.

Befindet sich ein Gas in unmittelbarer Berührung mit zwei verschiedenen Phasen, z.B. mit einer Flüssigkeit der stationären Phase und einem Trägergas der beweglichen Phase, so verteilt es sich auf beide in einem bestimmten Verhältnis. Der Verteilungskoeffizient k , der das Verhältnis der Konzentration in der Gasphase C_{gas} und in der stationären Phase C_{st} angibt, ist nur von der Temperatur und dem Druck abhängig:

$$k = \frac{C_{\text{st}}}{C_{\text{gas}}}$$

Als bewegliche Phase darf man nur ein Gas verwenden, das nicht von der flüssigen Phase gelöst bzw. von der festen Phase absorbiert wird.

Zur gaschromatographischen Auftrennung wird eine kleine Menge des Probengases mit einem Probengeber abgemessen und in die Trennsäule geleitet. (Abb. 6)

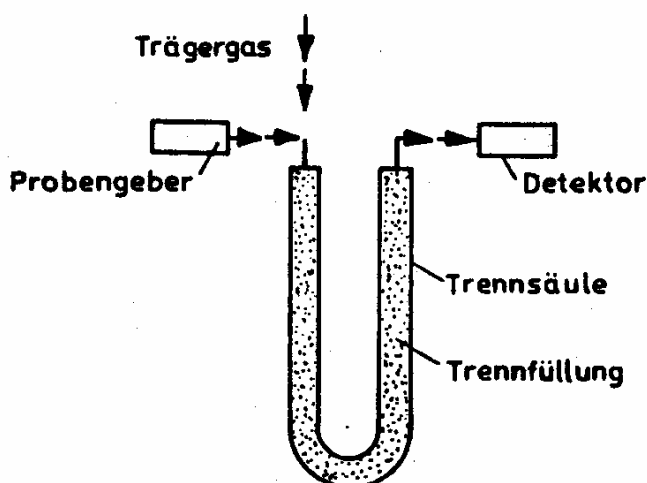


Abb. 6: Schema der Gaschromatographie

Das Konzentrationsprofil des Meßgases bewegt sich mit der Geschwindigkeit v_T des Trägergases durch die Trennsäule. Am Beginn des Konzentrationsprofils des Meßgases ist die Konzentration in der stationären Phase kleiner als im Meßgas.

Entsprechend dem Verteilungskoeffizienten wird Meßgas dem Trägergas entzogen und der festen Substanz angelagert. Dies geschieht solange, bis die Beziehung $k = C_{st}/C_{gas}$ erfüllt ist. Beim Vorbeiwandern des Konzentrationsprofils an der festen Phase wird schließlich ein Zustand erreicht, bei dem sich der Prozeß umkehrt. Meßgas wird an der Trennsäule in das Trägergas abgegeben. In der Trennsäule entsteht dadurch ebenfalls ein Konzentrationsprofil (Abb. 7), das mit dem Konzentrationsprofil des Meßgases mitwandert, jedoch zeitlich versetzt ist.

Das Konzentrationsprofil in der stationären Phase bewegt sich also allein durch diesen Stoffaustausch voran, nicht etwa durch eine Eigenbewegung der Gasmoleküle in der stationären Phase.

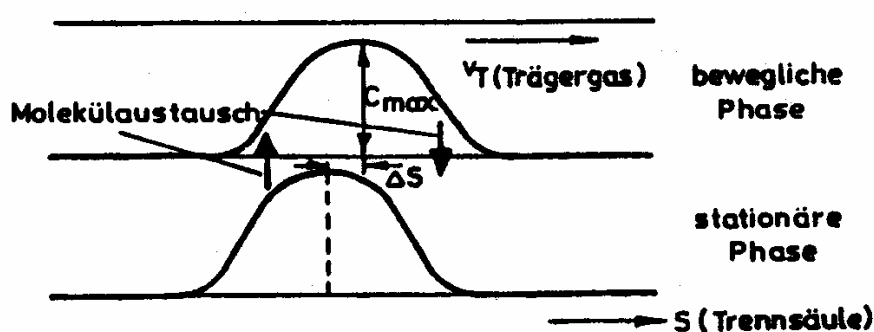


Abb. 7: Konzentrationsprofil in beweglicher und stationärer Phase

Die Gasmoleküle bewegen sich zwar in der Gasphase mit derselben Geschwindigkeit v_T voran wie das Trägergas, da aber stets ein gewisser Teil der Moleküle von der stationären Phase absorbiert bzw. gelöst worden ist und sich dann nicht fortbewegt, ergibt sich für das Meßgas eine Mittlere Geschwindigkeit v_m , die kleiner ist als v_T . Diese Geschwindigkeit v_m ist umso kleiner, je mehr Gasmoleküle absorbiert werden, d.h. je größer der Verteilungskoeffizient k ist. Die Summe der Verweilzeiten eines Moleküls in der

stationären Phase ergibt die Retentionszeit der Gaskomponenten, der das betrachtete Molekül angehört.

Die Konzentration des Meßgases in der Gasphase hat am Ende des Meßgaspfropfens wieder abgenommen und einen kleineren Wert erreicht als es dem Verteilungskoeffizienten entsprechen würde. Die Konzentration des Meßgases ist in der stationären Phase zu groß.

Zur Identifizierung verschiedener Gaskomponenten ist zumindest die Kenntnis der relativen Retentionszeiten notwendig. Die relative Retentionszeit ist das Verhältnis der Verweilzeit in der festen (oder flüssigen) Phase einer bestimmten Substanz relativ zu einer Eichsubstanz. Die Kenntnis der relativen Retentionszeit ermöglicht durch Berechnen der relativen Durchbruchzeit aus dem zeitlichen Abstand der verschiedenen Linien im Eluierprofil (vgl. Abb. 8) relativ zur Linie der Eichsubstanz die Identifizierung der verschiedenen Gaskomponenten. Die Flächen unter den Kurven sind ein Maß für die Menge der entsprechenden Substanz. (Die Laufzeit eines Trägergasmoleküls in der Trennsäule ist die Durchbruchzeit). Die Addition von Durchbruchzeit und Retentionszeit ergibt die Gesamtretentionszeit. Die Gesamtretentionszeit ist also die Verweilzeit einer bestimmten Gaskomponente in der Trennsäule.

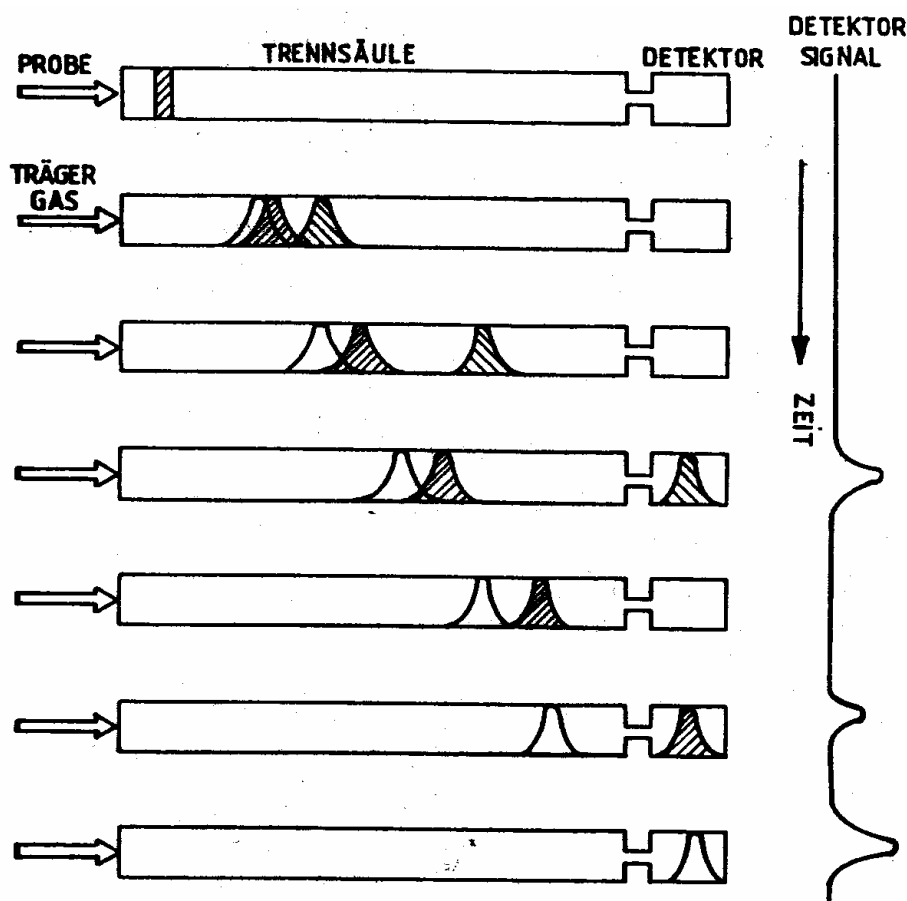


Abb. 8: Funktions-Prinzip eines Gaschromatographen

Befinden sich nun in der Messgasprobe mehrere Gaskomponenten mit unterschiedlichen Verteilungskoeffizienten, so bewegen sich ihre Konzentrationsprofile mit unterschiedlichen Geschwindigkeiten v_m durch die Trennsäule und treten je nach Säulenlänge mit einem bestimmten zeitlichen Abstand aus (Abb. 9).

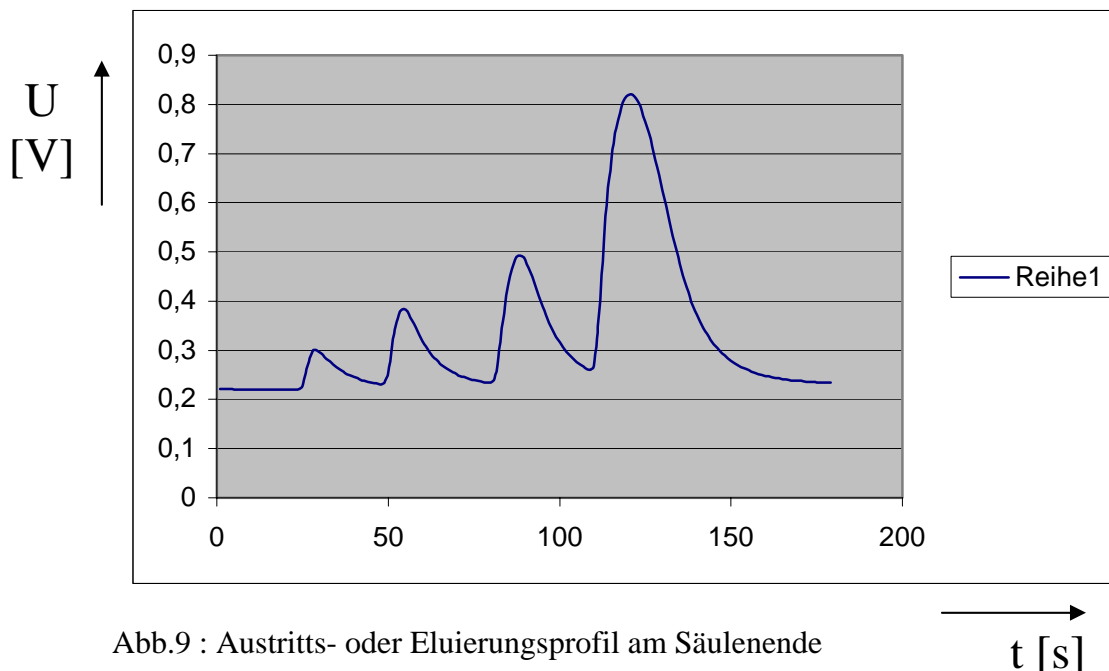


Abb.9 : Austritts- oder Eluierungsprofil am Säulenende

Das austretende Konzentrationsprofil, das man Eluierungsprofil nennt, kann anschließend mit einem geeigneten Detektor ermittelt werden. Häufig wird der Wärmeleitfähigkeitsdetektor (WLD) und der Flammenionisationsdetektor (FID) verwendet. Die Fläche unter der Konzentrationslinie ist ein Maß für den Stoffmengenanteil der betreffenden Komponente.

Die Auswertung des Eluierungsprofils erfolgt mit Hilfe eines in seiner Zusammensetzung bekannten Eichgases.

2.7 Infrarot-Absorptionsanalyse

Der Infrarot-Absorptionsanalyse (oder nichtdispersiven Infrarotanalyse –NDIR) liegt eine optische Meßmethode (Lichtabsorption) zugrunde.

Die Absorptionsanalyse beruht auf der Eigenschaft heteroatomiger Gase (NO,CO, C₆H₁₄ usw.), in bestimmten Wellenlängen des sichtbaren sowie des unsichtbaren Lichtes Strahlung zu absorbieren. Hierfür eignet sich besonders die Infrarotstrahlung, da in diesem Bereich die Absorption in scharf getrennten, den Molekülschwingungen zugeordneten Frequenzen erfolgt. Jedes Gas außer den einatomigen Edelgasen (He, Ne usw.) und den zweiatomigen Elementgasen (N₂, O₂, H₂ usw.), besitzt ein aus einzelnen Absorptionsbanden bestehendes und für das betreffende Gas spezifisches Absorptionsspektrum. (Abb.13).

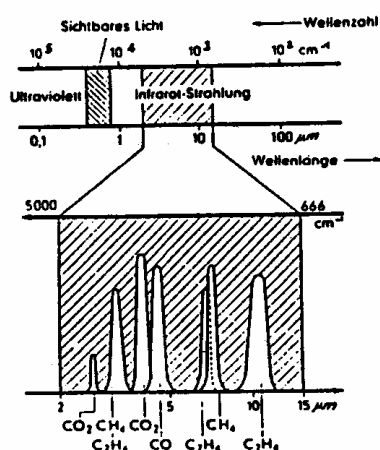


Abb.13: Absorptionsbanden für CH_4 , C_2H_4 und CO_2 im Infraroten

Quantitativ wird die Absorption durch das Lambert-Beersche-Absorptionsgesetz (1) beschrieben. Danach ist die Intensität der aus dem Gas austretenden Strahlung J_2 eine Funktion der Intensität der eintretenden Strahlung J_1 , der Schichtdicke d und des Absorptionskoeffizienten ε .

$$J_2 = J_1 \cdot e^{-\varepsilon \cdot d} \quad (1)$$

Die Schichtdicke hängt bei konstantem Druck von der Konzentration C der zu messenden Komponenten und von der optischen Länge l des durchstrahlten Gasgemisches an ($d = C \cdot l$). Der Absorptionskoeffizient ε ist eine Funktion der Gaskomponente, der Temperatur und der Wellenlänge λ .

Bei der IR-Gasanalyse sendet eine breitbandige (nichtdispersive oder nichtselektive) Lichtquelle Strahlen im IR-Bereich von ca. $\lambda = 2 \dots 20 \mu\text{m}$ aus, die durch das zu untersuchende Gas (Probengas) auf den Empfänger fallen.

Da der Empfänger nur auf Strahlung in den für die Messkomponente spezifischen Absorptionsbanden ansprechen soll (selektiver Empfänger), wird er meist mit dem Gas gefüllt, das man als Komponente im Gasgemisch messen will (z.B. im Gasgemisch zu messende Komponente CO – Empfängerfüllung CO). Die durch die Absorption hervorgerufene Erhöhung der inneren Energie in der Empfängerkammer wirkt sich in einer Temperatur- und damit einer Druckerhöhung aus. Da eine absolute Druckmessung bei relativ kleinen Druckunterschieden messtechnisch kaum durchführbar ist, wird die Druckdifferenz zwischen zwei Empfängerkammern (E) erfasst.

Funktionsweise des Infrarotanalysators Uras

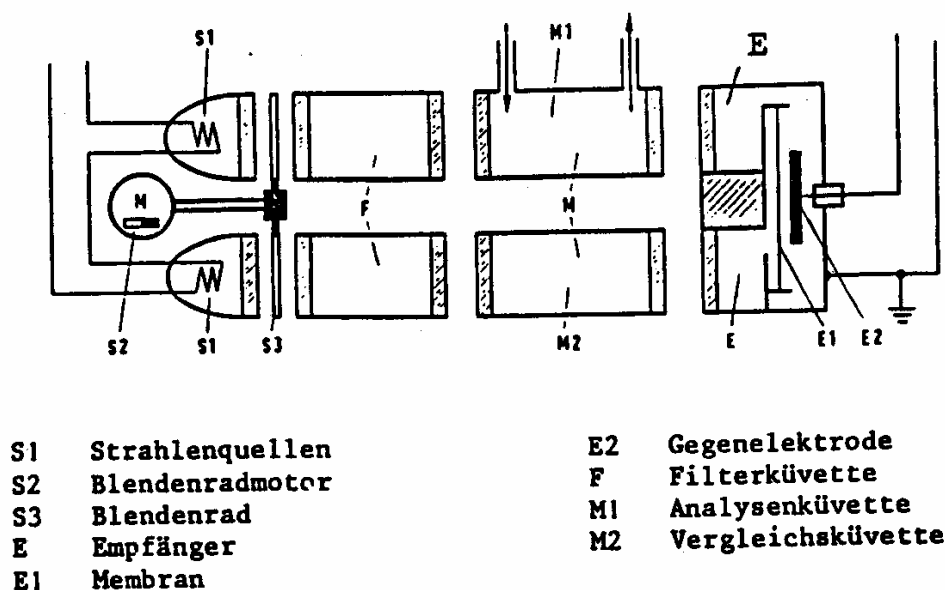


Abb. 14: Schema eines Infrarotanalysators Uras

Die Strahlung zweier nebeneinander liegender Strahler (Abb.14) fällt durch die Filterküvetten F die Vergleichs-M2 bzw. Analysenküvette M1 auf die beiden optisch nebeneinander liegenden Empfänger kamern (E). Diese sind durch die Membran E1 getrennt, die mit der Gegenelektrode E2 den Membrankondensator bildet. Die Vergleichsküvette M2 ist mit einem im IR-Bereich nicht absorbierenden Gas gefüllt (meist N₂). Damit trifft die auf der Vergleichseite von der Lichtquelle emittierte Strahlung ohne Intensitätsschwächung auf die entsprechende Empfänger kammer. Infolge der Vorabsorption durch die Probe in der Analysenküvette M1 ist die Intensität der Strahlung, die auf den im Analysenstrahlung liegenden Empfängerteil trifft, geringer als die Intensität der Strahlung auf der Vergleichsseite M2. Diese Empfänger kammer erwärmt sich bei der Absorption der Strahlung daher stärker.

Die Filterküvette hat hier die Aufgabe das Licht so vorzufiltern, dass nur ein schmales Spektrum an Licht überbleibt. Das verbleibende Spektrum sollte dabei mit dem Absorptionsmaximum des zu untersuchenden Stoffes übereinstimmen.

Durch die dabei entstehende Druckdifferenz wird die Membran ausgelenkt, und es ändert sich die Kapazität des Membrankondensators. Die Strahlung in beiden Strahlengängen wird durch ein umlaufendes Blendenrad (S3) periodisch unterbrochen. Damit treten am Membrankondensator periodische Kapazitätsänderungen auf. Diese Änderungen werden messtechnisch erfasst.

Funktionsweise des Infrarotanalysators Unor

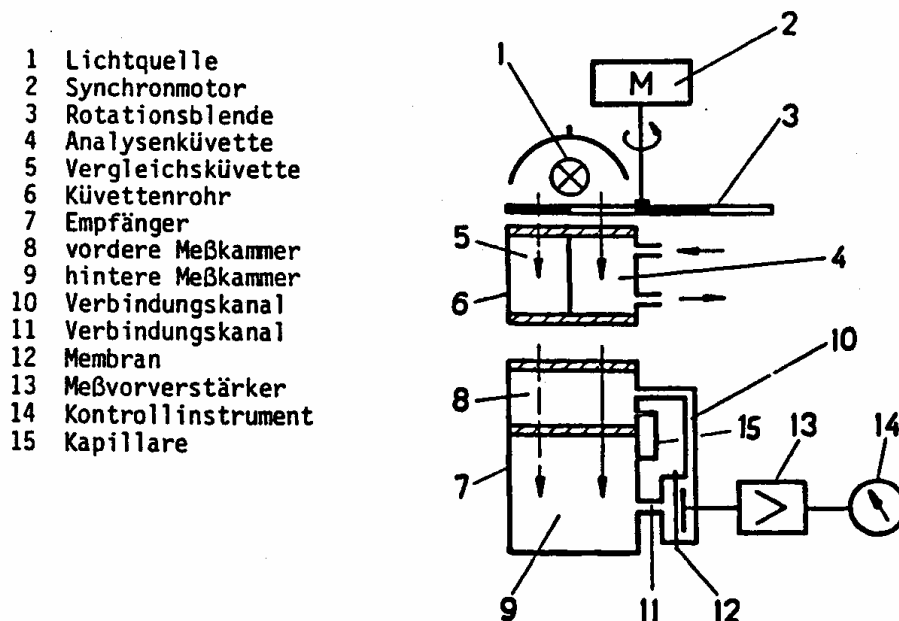


Abb. 15: Schema eines Infrarotanalysators Unor

Beim Unor (vgl. Abb. 15) fällt die Strahlung einer Lichtquelle (1) durch die Küvette (6) auf die hintereinander liegenden Kammern (8,9) des Empfängers (7), die pneumatisch durch eine Membran (12) (Membrankondensator) getrennt sind. Durch ein umlaufendes Blendenrad (3) wird der Strahlengang periodisch unterbrochen, und zwar wechselweise auf der Messseite (4) und der Vergleichsseite (5) (gephasige Strahlungsmodulation), wodurch in der Empfängerkammer periodische Druckschwankungen auftreten. Dabei nutzt der Unor die Eigenschaft der Absorptionsbanden aus, dass ihre Halbwertsbreite (Peakbreite in halber Höhe) u.a. eine Funktion der Schichtdicke d des absorbierenden Gases ist.

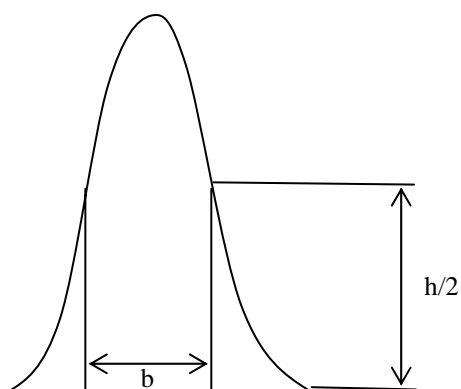


Abb. 16: Peakbreite in halber Höhe

Infolge der größeren Dicke der hinteren Schicht (9) haben ihre wellenlängenabhängigen Absorptionslinien (Bandenfeinstruktur) eine größere Halbwertsbreite als die der vorderen Schicht (8). Dadurch absorbiert die vordere Schicht vorzugsweise die „Zentrumsenergie“, die dahinterliegende Schicht die übriggebliebene Flankenenergie jeder Absorptionslinie.

Der Empfänger ist so konstruiert, dass beide Energieanteile gleich groß sind und somit im Gasvolumen Druckimpulse gleicher Amplitude entstehen. Durch die Vorabsorption (Messeffekt) in der Küvette, deren Länge dem Messbereich angepasst ist, wird hauptsächlich die Intensität der in der vorderen Kammer absorbierten Strahlung geschwächt und damit werden die dortigen Druckimpulse verringert. Die Druckkompensation wird damit aufgehoben, und die resultierenden Druckimpulse werden über die Bohrung (10,11) in dem Membrankondensator in Kapazitätsänderungen umgeformt.

Die Kapazitätsschwankungen werden mit Hilfe einer Gleichspannungsquelle in pulsierende Gleichspannung umgesetzt, die verstärkt und angezeigt werden kann. Die Spannung ist proportional der Konzentration der Messkomponente.

Um eine möglichst große Nullpunktkonstanz zu erreichen, sind die beiden optisch hintereinanderliegenden Empfängerkammern (8,9) geometrisch so abgestimmt, daß ohne Vorabsorption (kein Messgas in der Küvette) eine etwaige Druckdifferenz zwischen beiden Kammerschichten verschwindet. Zusätzlich arbeitet der Unor mit gegenphasiger Strahlungsmodulation durch die Mess- (4) bzw. Vergleichsgasseite (5). Nach optischem Abgleich beider Strahlungsintensitäten fällt in die Empfängerkammer ein konstanter Lichtstrom ein, der nur statische Druckdifferenzen in den Empfängerschichten verursachen kann, die sich über die Kapillare (15) ausgleichen.

Das Messergebnis des Analysators ist abhängig vom Gesamtdruck des Messgases und seiner Temperatur. Das liegt daran, dass der Analysator unmittelbar die Anzahl der Moleküle in der Raumeinheit misst. Barometrische Druckänderungen und Temperaturschwankungen gleicht der Unor wie folgt aus.

Durch die Verbreiterung der Absorptionslinien bei Druckerhöhung (Stoßdämpfung) wirkt sich die veränderte Energieabsorption auf beide Empfängerschichten aus und wird dadurch in einem bestimmten, für den Benutzer relevanten Bereich teilweise kompensiert. Die Temperaturabhängigkeit der Absorption in Küvette und Messkammer (Dichteänderung) und der mechanischen und elektrischen Bauelemente wird innerhalb gewisser Raumtemperaturgrenzen durch eine temperaturabhängige Gegenkopplung im Verstärker kompensiert.

Der Unor ist für einen mittleren Durchfluss von 0,5 Liter/min. ausgelegt. Die an das Gerät angebaute Membranpumpe fördert diesen Gasfluss, damit erübrigt sich ein Durchflussmesser und eine Durchflussregulierung.

Infrarot-Gasanalytoren werden eingesetzt zur Prozesskontrolle in Chemieanlagen, in der Eisenhüttenindustrie, zur Rauchgasmessung in Feuerungen zur Überwachung der Reinhaltung der Luft, zur Emissionsmessung an Kraftfahrzeugen, für biologische Untersuchungen und in einer besonderen Ausführung in der Medizin.

Der Unor ist zur spezifischen Konzentrationsmessung aller im infraroten Strahlungsbereich absorbierenden heteroatomigen Gase geeignet, z.B. NO, CO, CO₂, CH₄, C₆H₁₄, NH₃, SO₂. Je nach Verwendungszweck wird das Gerät vom Hersteller auf die zu messende Gaskomponente und den gewünschten Messbereich eingerichtet. Die Messbereiche liegen zwischen 0...0,005 und 0...100 Vol.-%. Die Anzeige kann auch in ppm erfolgen (ppm = parts per million, 1ppm = 10⁻⁴ Vol.-%). Der Gesamtmessfehler beträgt ±2% vom Messbereichsendwert.

3 Versuche zum Praktikum der Konzentrationsmessung

3.1 Bestimmung der Konzentration von Propan, Isobutan und n-Butan in einem Gasgemisch mit Hilfe eines Gaschromatographen

Ein Gasgemisch (Gas eines Feuerzeuges) wird mit Hilfe eines Gaschromatographen in seine Komponenten aufgeteilt und seine Zusammensetzung bestimmt

3.1.1 Physikalische Grundlagen

In allen chromatographischen Verfahren beruhen die Trennleistungen auf der vielfach wiederholten (multiplikativen) Verteilung eines Stoffgemisches zwischen einer ruhenden (stationären) Phase und einer sich bewegenden (mobilen) Phase. Als stationäre Phase dienen Feststoffe (Aktivkohle, Aluminiumoxid, Kieselgel usw.) und Flüssigkeiten, die als dünner Film auf einem Trägermaterial fixiert sind. Geeignete mobile Phasen sind dann Flüssigkeiten oder Gase, die sich mit der vorgegebenen stationären Phase nicht mischen. Nach den damit verbundenen physikalisch-chemischen Trennprinzipien unterscheidet man eine Adsorptions- und eine Verteilungschromatographie. In der ersteren wird das selektive Adsorptionsvermögen der festen stationären Phase (Verteilung an der Oberfläche des Feststoffes) und in der letzteren die unterschiedliche Löslichkeit der Komponenten des Stoffgemisches in beiden Phasen ausgenutzt. Wegen der größeren Anwendungsbreite, der bequemerer Handhabung und des einfacheren Trennprinzips wird die Verteilungschromatographie in der Gaschromatographie bevorzugt. In dieser Trenntechnik erfolgt der Stofftransport überwiegend in der Gas- oder Dampfphase. Daher können nur solche Substanzen gaschromatographisch getrennt werden, die unzersetzt verdampfen oder deren Zersetzungsprodukte reproduzierbar sind.

Die eigentlichen Vorteile gegenüber anderen chromatographischen Techniken ergeben sich durch den Einsatz eines Gases als mobile Phase. Diese lassen sich im wesentlichen auf die niedrige Viskosität der Gase zurückführen. So sind z.B. die Diffusionsgeschwindigkeiten von Substanzen im gasförmigen Zustand ungleich größer als im flüssigen Zustand. Daraus resultiert eine raschere Einstellung der zur Stofftrennung notwendigen Gleichgewichte zwischen der mobilen und der stationären Phase. Infolge dieser schnellen Gleichgewichtseinstellungen sowie des geringen Strömungswiderstandes kann mit hohen Strömungsgeschwindigkeiten und langen Trennsäulen gearbeitet werden, wodurch kurze Analysenzeiten bei guten Trennleistungen erreicht werden. Die Gaschromatographie ist ein Verfahren, welches nur zur Trennung der Gaskomponenten dient. Deshalb identifiziert bei diesem Versuch ein Wärmeleitfähigkeitsdetektor (WLD) die Komponenten.

Um die Gaskomponenten nun zu identifizieren ist die Kenntnis der relativen Retentionszeit notwendig. Die relative Retentionszeit ist das Verhältnis der Verweilzeit in der stationären Phase einer bestimmten Substanz relativ zu einer Eichsubstanz. Bei diesem Versuch dient die Luft als Eichsubstanz, da der verwendete Feststoff nicht in der Lage ist, diese in ihre Komponenten aufzuteilen. In dem Feuerzeuggas befindet sich immer ein Rest Luft, bzw. in dem Probengeber. Deshalb erhalten wir auch die Komponente Luft in unserem Eluierungsprofil am Säulenende, dieses wird bei diesem Versuch durch einen Wärmeleitfähigkeitsdetektor (WLD) angezeigt. Dabei entspricht die Fläche unter der Konzentrationslinie dem Stoffmengenanteil der betreffenden Komponente.

3.1.2 Versuchsaufbau

Bauelemente:

- Gastrennsäule
- Glasmantel
- Messfühler
- Betriebsgerät

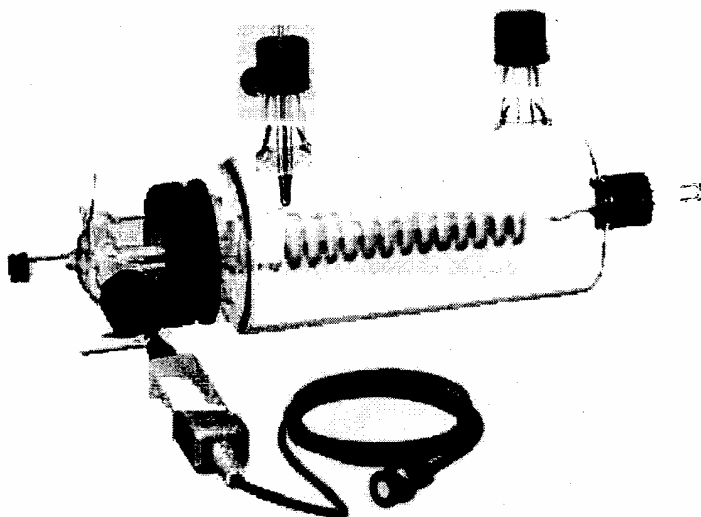


Abb. 17: Praktikumschromatograph Typ 36670.88 der Firma Phywe

Der Gaschromatograph besteht aus einer Trennsäule mit Glasmantel. Die Trenngassäule besteht aus einem ca. 1,5m langen schraubenförmig gewickelten Glasrohr mit einem Innendurchmesser von etwa 4mm, das mit einem Trennmittel gefüllt wird. Das Glasrohr endet in einem Funktionskopf. An diesem befindet sich ein Ansatzstutzen als Gaseinlass für das Trägergas, am anderen Ende des Glasrohres befindet sich ein Ansatzstutzen für die Aufnahme eines Detektors.

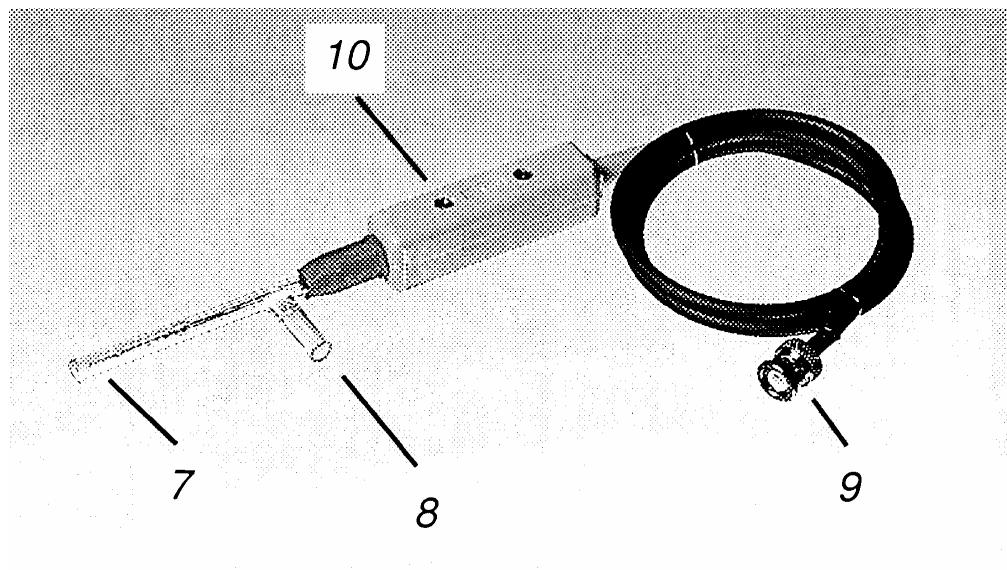


Abb. 18: Ein WLD Detektor wird als Messfühler benutzt

Der Messfühler Modell 36670.10 (Abb. 18) kann für den Gaschromatographen verwendet werden. Wesentlicher Bestandteil dieses Detektors ist ein NTC-Element (Halbleiter mit negativem Temperaturkoeffizienten), dessen elektrischer Widerstand bei einer angelegten Festspannung mit steigender Temperatur kleiner wird. Bei konstanter Temperatur ist der Widerstandswert von dem Wärmeleitvermögen der Umgebung abhängig. Die verschiedenen Komponenten (dampfförmige Fraktionen eines Gemisches) haben andere Wärmeleitfähigkeiten als das Trägergas und verändern somit den elektrischen Widerstand des Detektors. Da sie mit einer vorgegebenen Geschwindigkeit am Detektor vorbeiströmen, sind die Widerstandsänderungen der Menge entsprechend zeitlich begrenzt. Das registrierte Gaschromatogramm gibt diese Abweichungen vom Standardwert wieder. Die höchstzulässige Arbeitstemperatur ist auf etwa 110°C begrenzt ist. Zur Vermeidung mechanischer Beanspruchungen wurde der Halbleiter mit seinen feinen Zuleitungsdrähten in ein dünnwandiges Glaskapillarrohr eingeschmolzen und in ein Glasrohr mit seitlichem Ansatzrohr eingebaut. Die Stromversorgung des Halbleiters erfolgt über ein Koaxialkabel mit BNC-Stecker. Nach dem Anschluss des Messfühlers an das Betriebsgerät muss unbedingt darauf geachtet werden, dass der Detektor vom Trägergas umspült wird, ehe die Stromversorgung eingeschaltet wird. Andernfalls kann der Detektor infolge zu geringer Wärmeableitung aus seiner Umgebung beschädigt werden.

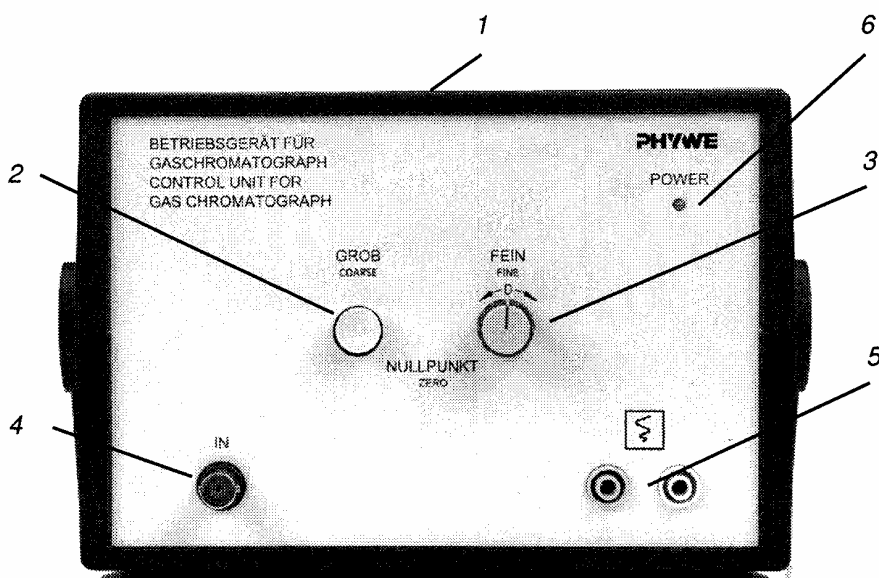


Abb. 19: Betriebsgerät

Das Betriebsgerät (Abb. 19) dient, in Verbindung mit dem Messfühler dem Nachweis gaschromatographisch getrennter Substanzen im Trägergasstrom. Auf der Frontseite des Gerätes sind folgende Funktions- und Bedienelemente angebracht:

- 1 Ein-Aus-Schalter
- 2 Drucktaste »Grob« für den Grobabweich
- 3 Drehknopf »Fein« für den Feinabweich
- 4 BNC-Eingangsbuchse zum Anschluss des Messfühlers
- 5 Schreiberanschluss; zwei 4-mm-Buchsen mit Farbkennzeichnung

Außer der Stromversorgung für den Messfühler befindet sich in diesem Gerät die Messeinrichtung, mit der die Widerstandsänderungen des Detektors erfasst werden. Diese arbeitet nach dem Prinzip der Wheatstone'schen Brückenschaltung. Dabei erfolgt der Nullabgleich der Messbrücke dieses Gerätes in zwei Schritten. Im ersten wird auf Tastendruck ein Grobabgleich elektronisch durchgeführt. Die Brücke ist dann in der Regel stromlos. Es sind jedoch geringe Abweichungen möglich, die als zweiter Schritt mit dem Feinabgleichpotentiometer manuell kompensiert werden können.

Anschließende Änderungen des Detektorwiderstandes bewirken einen Brückenstrom, der als proportionales Spannungssignal an den Ausgang des Betriebsgerätes gelangt. Die Anzeige des Nullabgleichs und der Messsignale kann mit Hilfe eines Messinstrumentes (BNC-2120 Board von National Instruments) beobachtet werden. Berücksichtigt man die unter Umständen sehr kurzen Zeitabstände einzelner Signale, so empfiehlt sich immer ein t,y.Schreiber als kontinuierlich selbstregistrierendes Messinstrument (hier: PC).

Das Gerät ist im allgemeinen nach dem Einschalten betriebsbereit. Da jedoch die Wärmeentwicklung des eingebauten Transformators die Elektronik beeinflusst, sollte das Gerät für optimale Ergebnisse etwa eine halbe Stunde vor Beginn der Messungen eingeschaltet werden, um stationäre Bedingungen im Bereich der Elektronik zu erhalten.

3.1.3 Versuchsdurchführung

Mit Hilfe einer Injektionsspritze (1ml) entnimmt man 1ml Gasmischung (aus Butanbrenner bzw. Gasfeuerzeugampulle). Dann wird das Gas durch die Nadel der Injektionsspritze durch das Dichtungsgummi in die Versuchsapparatur eingespritzt. Mit etwas Druck schiebt man sie durch den Dichtungsring bis in das Trennrohr innerhalb des Glasmantel, drückt mit dem Kolben der Spritze das Gas in das Trennrohr und zieht sofort die Nadel aus Dichtungsring und Schraubverschluss heraus (beachte, dass dabei die Spritze nicht von der Nadel getrennt wird und die Nadel stecken bleibt). Nach mehrmaligem Gebrauch (prüfen auf Dichtheit) ist der Dichtungsring auszuwechseln. Das PC Programm LabView wird gestartet und zeigt nun die gemessenen Daten an. Das Eluierungsprofil (siehe Abb.9) wird nun am PC dargestellt. Nachdem alle 4 Gaskomponenten dargestellt sind und die Spannung auf den Anfangswert zurückgefallen ist kann das Programm angehalten werden.

3.1.4 Versuchsauswertung

Es treten 4 Maxima im Eluierungsprofil auf. Das erste gehört zu dem Anteil Luft, die in der Probe enthalten war. Die anderen 3 sind aus dem Butangasanteil entstanden. Das untersuchte Butangas lässt sich in 3 Fraktionen trennen. Die erste Fraktion ist anteilmäßig die kleinste und die dritte Fraktion die größte. Dies ergibt sich aus dem Eluierungsprofil. Die durch die Strukturuntersuchung erwarteten zwei Butane (Normalbutan $K_p-0,5^{\circ}\text{C}$, Isobutan $K_p-11,7^{\circ}\text{C}$) treten als Fraktion 2, (Isobutan mit dem niedrigeren Kochpunkt) und Fraktion 3 (Normalbutan mit dem höheren Kochpunkt) auf. Die Fraktion 1 ist eine Verunreinigung. Es handelt sich um Propan ($K_p-42,1^{\circ}\text{C}$) wie man sich leicht überzeugen kann, wenn Propan (aus Propanflasche) in der Apparatur in gleicher Weise untersucht wird.

Die Vol-% Anteile der Einzelkomponenten lassen sich durch die Fläche unter der Konzentrationskurve bestimmen, dessen Auswertung mit entsprechenden PC-Programmen durchgeführt werden kann (z.B. Microsoft Excel).

Formel zur Flächenberechnung:

$$=ABS((C2-\$C\$1)*(B2-B1)+0,5*(C2-C1)*(B2-B1))$$

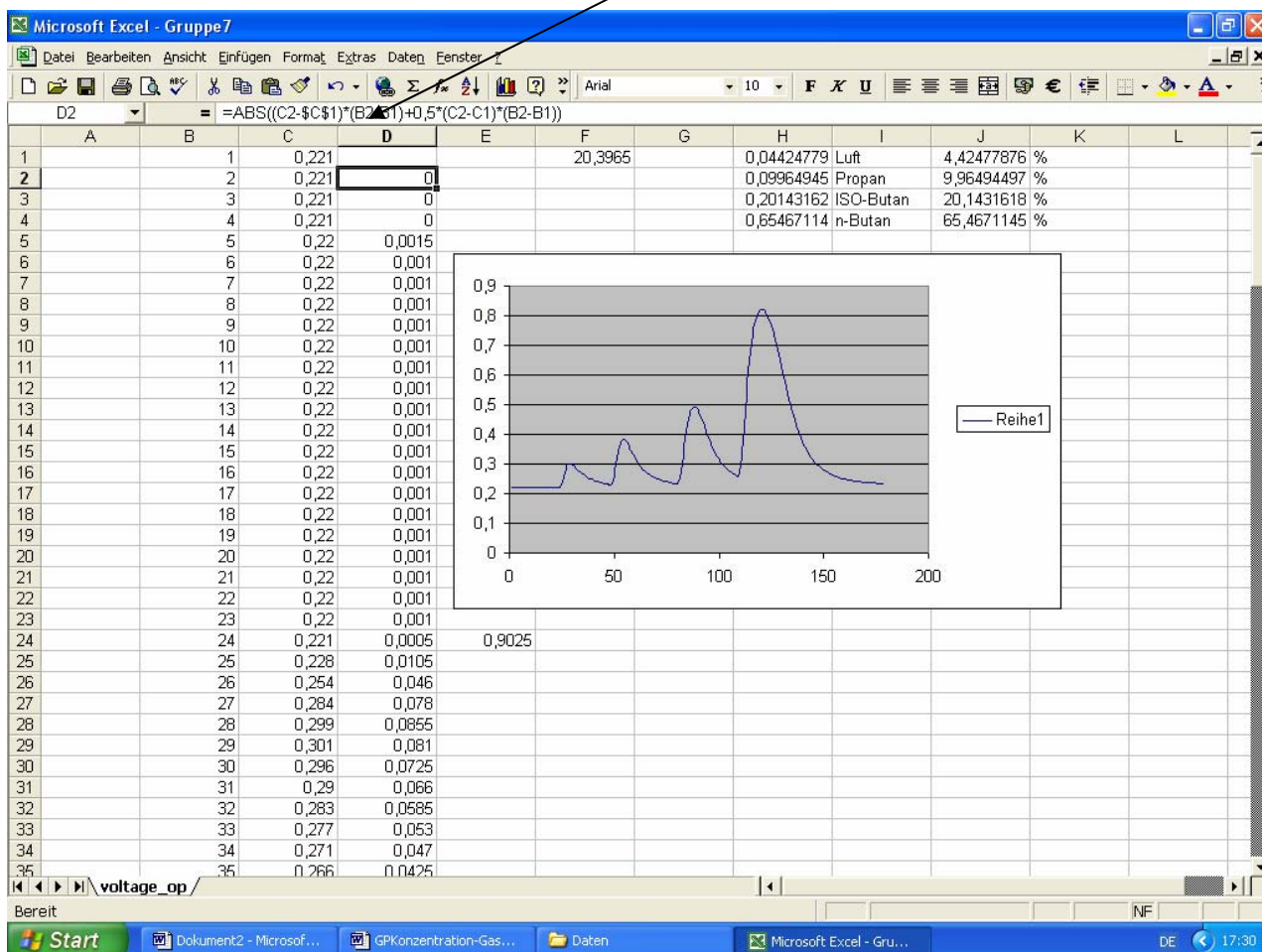
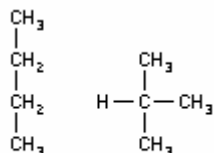


Abb. 20: Auswertung mit Microsoft Excel

Bringt man unter gleichen Bedingungen das Gas aus dem Butanbrenner in den Gaschromatographen, so zeigt sich, dass dieser dieselbe Zusammensetzung besitzt wie das Gas aus dem Gasfeuerzeug.

3.1.5 Erläuterung

Butan, gesättigter Kohlenwasserstoff mit der chemischen Formel C_4H_{10} . Generell lässt sich dieses Alkan in zwei Formen unterscheiden. Beim *n*-Butan (*n* steht für normal) findet man eine gerade, unverzweigte Kohlenstoffkette. Im Gegensatz dazu bildet beim *i*-Butan (*i* bedeutet iso = verzweigt) oder Methylpropan eines der vier Kohlenstoffatome eine Seitenkette.



n-Butan **i-Butan**

Dieser Strukturunterschied führt zu kleinen, aber merklichen Differenzen in den Eigenschaften. *n*-Butan schmilzt bei -135 °C und siedet bei $-0,5\text{ °C}$, während *i*-Butan bei -159 °C schmilzt und bei $-11,7\text{ °C}$ siedet.

Beide Butanformen kommen in Erdgas und Erdöl vor. Butan ist feuergefährlich und zählt zu den flüchtigsten Anteilen im herkömmlichen Benzin. Sowohl *n*- als auch *i*-Butan verbrennen leicht an der Luft oder mit Sauerstoff.

Propan, zur Alkanreihe zählendes farbloses, geruchloses Gas der Formel C_3H_8 . Propan ist Bestandteil von Roherdöl und Erdgas und fällt als Nebenprodukt bei der Erdölraffination an. Bei Raumtemperatur ist dieser gesättigte Kohlenwasserstoff nicht besonders reaktionsfreudig. Reines Propan schmilzt bei $-189,9\text{ °C}$ und siedet bei $-42,1\text{ °C}$.

3.2 Bestimmung der Raumanteile von CO₂ und CO in einem Gasmisch mit den Prüfröhrchen

3.2.1 Kurzbeschreibung

Für die Luftuntersuchung am Arbeitsplatz, die Bestimmung kleiner Konzentrationen giftiger Gase und Dämpfe in der Atemluft (MAK Wert) sowie für die technische Gasanalyse werden die Prüfröhrchen eingesetzt. Sie gehören heute zu den klassischen Messverfahren der Gasanalyse. Ein Prüfröhrchen ist ein Glasröhrchen, das eine chemische Substanz enthält, welche mit dem zu messenden Gas reagiert und eine Farbänderung herbeiführt. Die Röhrchen sind mit einer Skala versehen. Die Länge der Farbzone stellt ein Maß für die Konzentration des zu messenden Stoffes dar.

3.2.2 Der MAK Wert

Grenzwerte haben für den praktischen Arbeitsschutz eine zentrale Bedeutung. Die MAK-Werte (Maximale Arbeitsplatz-Konzentration) sind eine Beurteilungsgrundlage für die Bedenklichkeit oder Unbedenklichkeit der am Arbeitsplatz auftretenden Konzentrationen von Schadstoffen. Neben der Giftigkeit der eingeatmeten Stoffe werden bei der Festlegung der Werte noch andere Faktoren berücksichtigt, u.a. Ätzwirkung, Hautdurchdringungsvermögen, sensibilisierende und ernsthaft beeinträchtigende Eigenschaften.

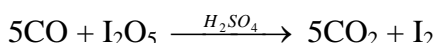
Der MAK-Wert ist die höchstzulässige Konzentration eines Arbeitsstoffes (Gas, Dampf oder Schwebstoff) in der Luft am Arbeitsplatz, die auch bei wiederholter und langfristiger, in der Regel achtstündiger Exposition im Allgemeinen die Gesundheit der Beschäftigten nicht beeinträchtigt und diese nicht unangemessen belästigt.

Der MAK-Wert für Kohlenmonoxid beträgt 33mg/m³. Wir messen in diesem Versuch eine höhere Konzentration im Probengas. Da sich das Probengas aber im Raum verteilt, bleibt es im Ganzen unter dem MAK-Wert.

3.2.3 Chemische Grundlagen

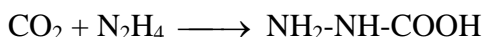
Die Grundlage der Prüfröhrchen sind chemische Reaktionen des zu messenden Stoffes (Gases) mit der chemisch-reagierenden Substanz der Füllschichten. Die Reaktionen sind mit einer Farbänderung verbunden. Die Farbänderung ist ein Maß für den Massenumsatz des reagierenden Gases mit dem Präparat (der chemisch-reagierenden Substanz) im Röhrchen. Meist gelingt es, diesem Stoffumsatz quantitativ in Form einer Färbängenanzeige darzustellen.

Für Kohlenstoffmonoxid kommt die folgende Reaktion zur Anwendung:



Die Umsetzung von Iodpentoxid zu Iod wird unter sauren Bedingungen mit Kohlenstoffmonoxid durchgeführt. Es ist grundsätzlich eine klassenselektive Reaktion zur Messung leicht oxidierbarer Stoffe. Die Selektivität läßt sich durch geeignete Vorsichtigen gezielt steigern.

Die Messung von Kohlenstoffdioxid wird durch Oxidation von Hydrazinhydrat bei Anwesenheit von Kristallviolett als Redoxindikator durchgeführt:



Da die Konzentration von Kohlenstoffdioxid typischerweise im Vergleich zu anderen Schadstoffen höher ist, beeinträchtigt die Querempfindlichkeiten die Selektivität nicht. Unter Querempfindlichkeit versteht man die Eigenschaft eines Stoffes einen anderen im Messverfahren zu beeinflussen und so das Messergebnis zu verfälschen.

3.2.4 Versuchsaufbau

Das Meßsystem besteht aus einem Dräger-Röhrchen und einer Dräger-Gasspürpumpe. Jedes Dräger-Röhrchen enthält ein hochempfindliches Reagenssystem, das immer dann präzise Messergebnisse ermöglicht, wenn die technischen Eigenschaften der verwendeten Gasspürpumpe auf die Reaktionskinetik des Reagenssystems im Röhrchen exakt abgestimmt wird. Deshalb muss bei einer Gasspürpumpe das Fördervolumen und der zeitliche Ablauf des Volumenstromes (Saugcharakteristik), innerhalb geringer Toleranzen auf das Röhrchen abgestimmt sein. Diese Anforderungen sind in internationalen Prüfröhrchen-Standards (Normen) festgelegt, wonach die Verwendung von Prüfröhrchen mit einer dazu passenden Pumpe des gleichen Herstellers gefordert wird.

Für die Messung von Momentankonzentrationen wird Dräger-Gasspürpumpe Modell 31 eingesetzt. Dräger-Gasspürpumpe Modell 31 ist eine handbetätigte Balgpumpe mit ca. 100 cm³ Hubvolumen, d.h. die Pumpe saugt pro Hub 100 cm³ an. Den Aufbau eines solchen Gerätes zeigt Abb. 20.

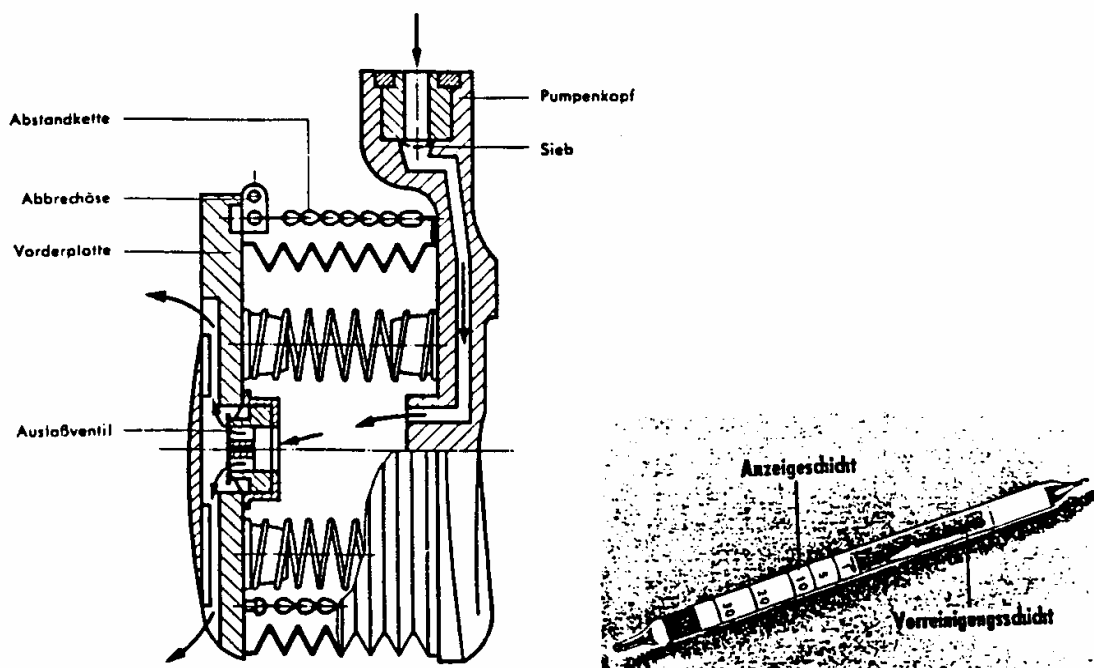


Abb. 20: Die Balgpumpe und das Prüfröhrchen

3.2.5 Versuchsablauf

1. Das Gasgemisch aus der Prüfgasflasche mit einer Entnahmeverrichtung in einen Messbeutel von 1 Liter Inhalt geblasen.
2. Die Gasspürpumpe auf Funktionsfähigkeit prüfen.
Dichtigkeitsprüfung:
 - Pumpe mit ungeöffneten Röhrchen zusammen drücken.
 - Nach Freigabe der Pumpe darf sich die Position des Balges eine Minute lang nicht ändern.Saugleistungsprüfung:
 - Nach Zusammendrücken der Pumpe muß sich der Balg schlagartig öffnen.
3. Beide Spitzen des Träger-Röhrchens in der Abbrechöse (Abb. 21(a)) der Pumpe oder in der Abbrechhülse (Abb. 21(b)) abbrechen.
4. Träger-Röhrchen in den Pumpenkopf dicht einsetzen, so daß der Pfeil zur Pumpe zeigt (Abb. 21(c)).
5. Pumpe in die Hand nehmen, wie Abb. 21(d) zeigt.
6. Die andere Seite des Röhrchens in den Messbeutel einsetzen.
7. Balg bis zum Anschlag zusammendrücken (Abb. 21(e)).
8. Finger strecken. Saugvorgang läuft selbsttätig ab und ist beendet, wenn die Kette gespannt ist. (Abb. 21(f)).
9. Saugvorgang so oft wiederholen, wie es die Gebrauchsanweisung des Träger-Röhrchens vorschreibt. (Auf den Röhrchen ist ein n-Wert aufgedruckt. Dabei gibt n die Anzahl der notwendigen Pumpenhübe an. In unserem Fall ist n meist 1.)
10. Anzeige auswerten. Bei der Auswertung soll nach drei Fällen unterschieden werden:
 - die Farbanzeige endet rechtwinklig zur Röhrchen-Längsachse (Abb. 22(a)),
 - die Farbanzeige ist schräg zur Röhrchen-Längsachse (Abb. 22(b)),
 - die Farbanzeige verläuft nicht gleichmäßig (Abb. 22(c)).

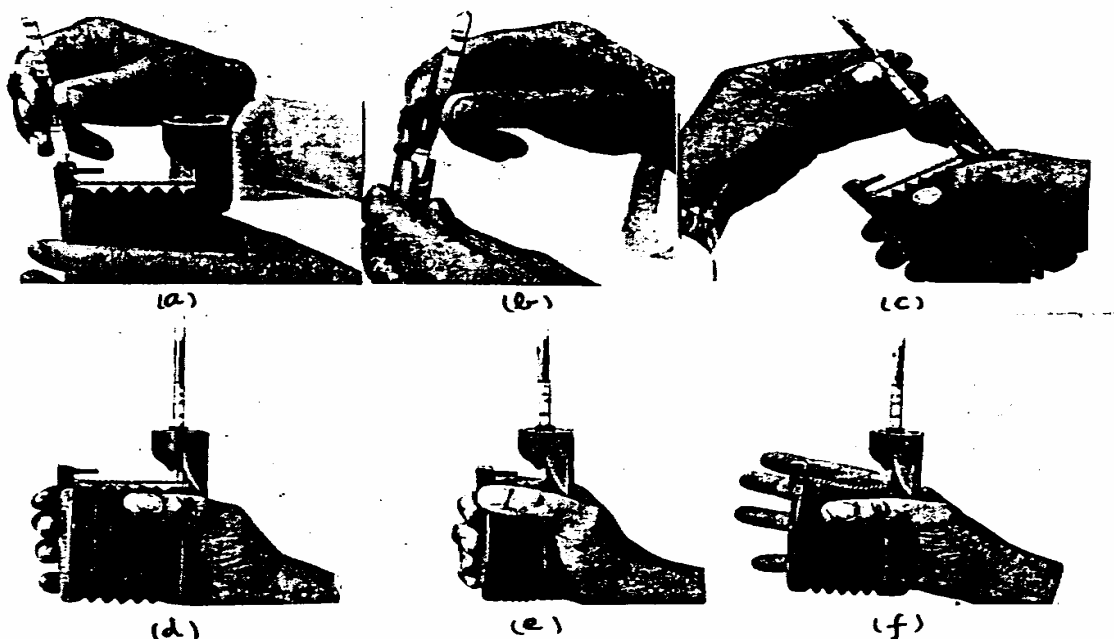


Abb. 11: Versuchsablauf

Abb. 21: Versuchsablauf

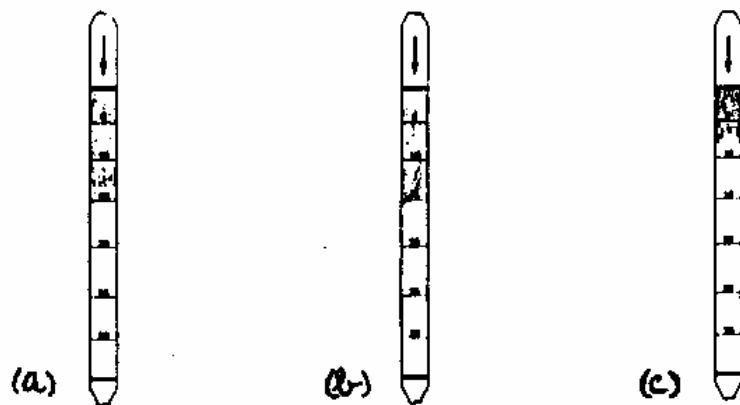


Abb. 22: Drei unterschiedliche Fälle der Farbanzeige

Wenn die Farbanzeige rechtwinklig zur Röhren-Längsachse verläuft, kann die Konzentration direkt an der Skala abgelesen werden. Ist die Farbanzeige verzerrt (verläuft schräg zur Röhren-Längsachse), so ist eine lange und eine kurze Verfärbung zu erkennen. In diesem Fall wird aus den beiden Anzeigen der Mittelwert gebildet. Bei einer nicht einheitlichen Verfärbung ist der Endpunkt dort abzulesen, wo eine noch schwache Verfärbung gerade sichtbar ist.