



forschen.
vernetzen.
anwenden.

Innovationsreport 2024

Industrielle Gemeinschaftsforschung

IGF-Forschungsvorhaben 21857 N

Die Prüfung von Adsorptionsfiltern gegenüber polaren VOC und Bewertung des Leistungsvermögens gegenüber Schadgasen nach ISO 10121-3 (RLT Gasfilter III)

Laufzeit:

01.10.2021 – 30.06.2024

Beteiligte Forschungsstelle(n):

Universität Duisburg Essen
Institut für Verbrennung und Gasdynamik
Lehrstuhl Nanopartikel-Prozeßtechnologie NPPT

Institut für Umwelt & Energie, Technik & Analytik e.V. (IUTA)
Forschungsabteilung Filtration & Aerosolforschung

Max-Planck-Institut für Kohlenforschung
Mülheim

iuta.de

Schlussbericht vom 28.10.2024

zu IGF-Vorhaben Nr. 21857 N / 01IF21857N

Thema

Die Prüfung von Adsorptionsfiltern gegenüber polaren VOC und Bewertung des Leistungsvermögens gegenüber Schadgasen nach ISO 10121-3 (RLT Gasfilter III)

Berichtszeitraum

01.10.2021 - 30.06.2024

Forschungsvereinigung

Institut für Umwelt & Energie, Technik & Analytik e. V

Forschungseinrichtung(en)

FE 1: Universität Duisburg-Essen (IVG; Nanopartikel-Prozesstechnik)

FE 2: Institut für Umwelt & Energie, Technik & Analytik e. V.

FE 3: Max-Planck-Institut für Kohlenforschung, Mülheim



Gefördert durch:



aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages

Forschungseinrichtungen

- 1 Universität Duisburg-Essen, Institut für Verbrennung und Gasdynamik
Lehrstuhl Nanopartikel-Prozesstechnik
Lotharstraße 1
47057 Duisburg

- 2 Institut für Umwelt & Energie, Technik & Analytik e. V. (IUTA)
Bliersheimer Straße 58 - 60
47229 Duisburg

- 3 Max-Planck-Institut für Kohlenforschung
Kaiser-Wilhelm-Platz 1
45470 Mülheim an der Ruhr

Inhalt

1	Forschungsthema	6
2	Zusammenfassung	6
3	Wissenschaftlich-technische und wirtschaftliche Problemstellung	7
3.1	Ausgangssituation	7
3.2	Vorläuferprojekte	8
4	Zielsetzung des Projektes	10
5	Durchgeführte Arbeiten und Ergebnisse	13
5.1	Prüfstände, Messtechnik und Versuchsdurchführung	16
5.1.1	Prüfstände und Messtechnik	16
5.1.2	Versuchsvorbereitung und -durchführung	22
5.1.3	Erweiterung der Messtechnik (Kopplung TPD-GC-MS)	22
5.2	Adsorption einzelner polarer Adsorptive im Vergleich zu unpolaren Prüfsubstanzen an Adsorbentien mit verschiedenen Eigenschaften AP 1 /AS 1.1 (FE 1 +2)	23
5.2.1	Referenzsubstanz Toluol	25
5.2.2	Isopropanol	30
5.2.3	Aceton	33
5.2.4	Formaldehyd	36
5.2.5	Acetaldehyd	39
5.2.6	Isovaleraldehyd	42
5.2.7	Hexanal	44
5.2.8	Unterschiede bei der Adsorption polarer und unpolarer VOC	46
5.3	Adsorption einzelner polarer Adsorptive an modifizierten Adsorbentien mit verschiedenen Eigenschaften / AS 1.1 (FE 1+2)	48
5.3.1	Adsorptionsversuche mit modifizierten kommerziellen Aktivkohlen	51
5.3.2	Adsorptionsversuche mit Xerogelen sowie Kugelkohle	61
5.3.3	Adsorptionsversuche mit modifizierten Xerogelen	71
5.4	Adsorption von Gemischen aus zwei Adsorptiven unterschiedlicher Polarität und Wasserlöslichkeit / AS 1.2 (FE 2)	81
5.4.1	Gemische aus Toluol und Acetaldehyd	81
5.4.2	Gemische aus Toluol und Isovaleraldehyd	84
5.4.3	Fazit zur Gemischadsorption polarer und unpolarer Adsorptive	89
5.5	Berechnung von Durchbruchkurven / AS 1.3 (FE 1)	90
5.6	Evaluierung der ISO 10121-3 zur Filterklassifizierung / AP 2- AS 2.1 (FE 2)	96

5.6.1	Prüfmethode und –parameter nach ISO 10121-3	96
5.6.2	Klassifizierungsergebnisse – Testsubstanz Toluol	101
5.6.3	Klassifizierungsergebnisse – Testsubstanz SO ₂	102
5.6.4	Klassifizierungsergebnisse – Testsubstanz NO ₂	104
5.6.5	Klassifizierungsergebnisse – Testsubstanz Ozon	105
5.6.6	Klassifizierungsergebnisse verschiedener Filtertypen	107
5.6.7	Ergebnis der Evaluierung von ISO 10121-3	109
5.7	Klassifizierung von Filtermedien in Anlehnung an ISO 10121-3 / AS 2.2	111
5.8	Durchführung der Klassifizierung von Filtermedien in Anlehnung an ISO 10121-3 mit weiteren VOC / AS 2.3 (FE 1)	119
5.8.1	Adsorptionsversuche mit Schüttungen	119
5.8.2	Adsorptionsversuche am Taschenfiltermedium	124
5.8.3	Adsorptionsversuche am V-Zellenmedium	126
5.9	Erstellen eines Leitfadens zur Anwendung der ISO 10121-3 / AS 2.4	134
5.10	Charakterisierung und Modifikation von Adsorbentien / AP 3 (FE 1 +3)	135
6	Fazit	154
7	Verwendung der Zuwendung	156
8	Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit	157
9	Wissenschaftlich-technischer und wirtschaftlicher Nutzen der erzielten Ergebnisse	157
10	Plan zum Ergebnistransfer in die Wirtschaft	159
10.1	Durchgeführte Transfermaßnahmen	159
10.2	Geplante Transfermaßnahmen	160
10.3	Einschätzung der Realisierbarkeit des Transferkonzeptes	160
11	Anhang	161
	Leitfaden zur Filterklassifizierung nach ISO 10121-3 (FE 2)	161
11.1	Hintergrund und Ziel der ISO 10121-3	161
11.2	Klassifizierungsparameter nach ISO 10121-3 und experimentelle Bestimmung	162
11.3	Fazit zur Bewertung von Klassifizierungsergebnissen nach ISO 10121-3	171
12	Abbildungsverzeichnis	172
13	Tabellenverzeichnis	179
14	Literaturverzeichnis und Quellenverzeichnis	180

1 Forschungsthema

Die Prüfung von Adsorptionsfiltern gegenüber polaren VOC und Bewertung des Leistungsvermögens gegenüber Schadgasen nach ISO 10121-3

2 Zusammenfassung

Zunehmende Anforderungen an die Luftqualität in Innenräumen führten in den vergangenen Jahren zu einer steigenden Nachfrage von Raumlufffiltern mit adsorptiver Wirkung und zur internationalen Standardisierung einer Prüfmethode für diese Filter (DIN EN ISO 10121, Teile 1 und 2).

In diesem Vorhaben sollten die adsorptiven Eigenschaften von Adsorbentien gegenüber polaren und wasserlöslichen VOC (schwerpunktmäßig aus der Stoffgruppe der Aldehyde) im Kontext der ISO 10121 bewertet werden. Zwar werden in der Norm verschiedene polare und wasserlösliche Substanzen als mögliche Prüfsubstanzen aufgeführt, für die vereinfachte Vergleichsprüfung wird jedoch nur das unpolare und nicht wasserlösliche Toluol als Vertreter der VOC vorgegeben.

Zur Untersuchung der gegenseitigen Beeinflussung von Substanzen verschiedener Polarität und Wasserlöslichkeit in feuchter Luft bei der Mehrkomponentenadsorption sind Versuche mit Stoffgemischen aus Substanzen mit den unterschiedlichen Eigenschaften jeweils in Luft mit verschiedener relativer Feuchte als Trägergas durchgeführt worden.

Zur Klärung der Frage, welche Eigenschaften der Adsorbentien für die Adsorption unter innenraumrelevanten Bedingungen entscheidend sind, wurden die Arbeiten begleitet von umfangreichen Charakterisierungen der Adsorbentien.

Einen weiteren Schwerpunkt des Antrages bildete die Bewertung des Leistungsvermögens von adsorptiven Raumlufffiltern gemäß ISO 10121-3 zur Klassifizierung dieser Filter. Es sollten vertiefte Erkenntnisse zu diesem Teil der Norm gewonnen werden, indem die beschriebenen Testprozeduren durchgeführt wurden.

In enger Zusammenarbeit mit dem PA wurden die Ergebnisse genutzt, um einen Leitfaden zu entwickeln, der betroffenen Firmen und besonders den KMU in kompakter Form eine Hilfestellung für die Umsetzung der Norm gibt.

3 Wissenschaftlich-technische und wirtschaftliche Problemstellung

3.1 Ausgangssituation

Die Anforderungen an die Luftqualität in Innenräumen steigen, da sich die Bevölkerung der Industrieländer mehr als 80 % des Tages in Innenräumen aufhält (Weschler, 2009). Es kommt zu Expositionen gegenüber verschiedenen Luftschadstoffen, die sich in der zugeführten Außenluft selbst befinden oder aber im Innenraum freigesetzt werden. Diese Luftschadstoffe können gesundheitliche Schäden zur Folge haben (R. Montero-Montoya, 2018). Relevant sind neben Feinstaub, Kohlenmonoxid und Stickoxiden insbesondere die flüchtigen organischen Verbindungen (VOC). Unter VOC werden die Stoffe zusammengefasst, die zum Großteil aus Kohlenwasserstoffen bestehen und eine Siedetemperatur zwischen 50 °C und 250 °C aufweisen (Durkee, 2006). Dazu zählen u. a. verschiedene Aldehyde, Ketone, Aromaten, Terpene und Alkohole. Die gesundheitlich relevantesten Vertreter der VOC sind Formaldehyd und Benzol aufgrund ihrer karzinogenen Wirkung ((D.M. Main, 1983), (M.S. Kamal, 2016)). In Innenräumen kann die Konzentration von VOC bedenklich hoch sein, da diese durch Baumaterialien, neue Möbel oder Reinigungsmittel emittiert werden (D.A. Missia, 2010).

Aus einer Studie der Arbeitsgemeinschaft Ökologischer Forschungsinstitute (AGÖF, 2013) geht bspw. hervor, dass insbesondere Formaldehyd und Toluol in Innenräumen in erhöhten Konzentrationen vorkommen. Detektiert wurden darüber hinaus, p-Xylol, Acetaldehyd, Terpene wie α -Pinen und Limonen und viele weitere (H. Hofmann, 2008). Daher ist es ein wichtiges Ziel, die Konzentrationen dieser Substanzen in Innenräumen zu minimieren und damit die Exposition des Menschen zu reduzieren.

Die Anreicherung von gesundheitlich relevanten Substanzen in Bürogebäuden mit zentraler Belüftung wird zusätzlich durch den steigenden Anteil des Umluftbetriebes zur Minimierung der Heiz- bzw. Klimatisierungskosten begünstigt (Weschler, 2009). Diese Problematik führte in den letzten 20 Jahren zu einer steigenden Nachfrage nach Luftreinigungstechnologien und insbesondere zum vermehrten Einsatz adsorptiver Filter in der allgemeinen Raumluftechnik (RLT). Die steigende Nachfrage und Verwendung von Filterelementen mit adsorptiver Wirkung machte eine internationale Standardisierung einer Prüfmethode notwendig, mit der adsorptive RLT-Filter getestet werden können. Die Einführung der Teile 1 und 2 der Norm DIN EN ISO 10121 in den

Jahren 2013 und 2014 stellte Filter- und Filtermedienhersteller zunächst vor Probleme, da es nicht nur an Erfahrung bezüglich der praktischen Umsetzung der Prüfvorgaben, sondern teilweise auch an der technischen Ausstattung beim Umgang mit toxischen Testgasen, mangelte.

3.2 Vorläuferprojekte

An dieser Stelle setzte das Vorhaben „Evaluation und Optimierung praxisorientierter Prüfprozeduren für adsorptive Filter für die allgemeine Raumlüftung zur Fortschreibung der DIN EN ISO 10121“ (FV-Nr. 18516 N, 01.12.2014–30.11.2017) an. In diesem Projekt wurde die praktische Umsetzung der Prüfungen nach Norm mit den ausgewählten Testsubstanzen n-Butan, Toluol, Schwefeldioxid, Stickstoffdioxid, Ammoniak und Ozon sowohl an Medien als auch an Filtern evaluiert. Außerdem wurde der Einfluss der relativen Luftfeuchte und der Testgaskonzentration auf das Testergebnis sowie die Übertragbarkeit von Ergebnissen, die an Medien gewonnen wurden, auf Filter untersucht. Für die Prüfgase Schwefelwasserstoff, Formaldehyd und Naphthalin wurden als mögliche Ersatzstoffe Schwefeldioxid, Acetaldehyd und Methylnaphthalin getestet. Da Durchbruchversuche nach Norm bei geringen Testgaskonzentrationen erheblich Testzeiten in Anspruch nahmen, wurden zusätzlich semiempirische Ansätze zur Vorausberechnung von Durchbruchkurven überprüft.

Aufgrund des großen Interesses der Industrie, das sich durch die Teilnehmerzahlen bei den Sitzungen des Projektbegleitenden Ausschusses widerspiegelte, wurden im Folgeprojekt „Verhalten von Adsorptionsfiltern und -medien für die Raumluftechnik gegenüber innenraumrelevanten Schadstoffen während der Betriebsdauer“ (FV- Nr. 19977 N, 01.02.2018–31.12.2020) bereits drei Fragenstellungen im Zusammenhang mit adsorptiven Raumluftfiltern wissenschaftlich untersucht:

- Wie verhält sich die Adsorption der innenraumrelevanten VOC Benzol, Ethylbenzol, Xylol, Styrol, Limonen sowie α -Pinen an Raumluftfiltern im Vergleich zu der von Toluol?
- Welchen Einfluss hat die Alterung auf die Filter während der Betriebszeit in Hinblick auf die Abscheidung von VOC, SO₂ und NH₃, und ist es möglich, die Alterung künstlich zu erzeugen?
- Inwieweit ist es möglich, die Filter *in situ* zu regenerieren?

Schwerpunkte dieses Vorläuferantrages waren die Überprüfung der Umsetzbarkeit von Labormessungen nach internationalen Normen und die Bewertung der Aussagekraft von Testergebnissen durch zusätzliche Alterungstests in realen Betriebsanlagen. Die Umsetzung erfolgte für unpolare flüchtige VOC als Prüfsubstanzen.

4 Zielsetzung des Projektes

Davon abgegrenzt sollen in diesem Vorhaben die gesammelten praktischen Erfahrungen, insbesondere aber die Vorhersagemethoden zur Adsorption von unpolaren VOC genutzt werden, um die adsorptiven Eigenschaften der Adsorbentien gegenüber polaren und wasserlöslichen VOC zu bewerten. Zwar werden verschiedene polare und wasserlösliche Substanzen in der ISO 10121 auch als mögliche Prüfsubstanzen aufgeführt, für die vereinfachte Vergleichsprüfung wird jedoch nur das unpolare und quasi nicht wasserlösliche Toluol als Vertreter der VOC vorgegeben. Wie im Folgenden dargestellt wird, sind nur wenige Studien zu den Unterschieden bei der Adsorption polarer und unpolarer Stoffe veröffentlicht. Aufgrund der gesundheitlichen Relevanz und der hohen gemessenen Konzentrationen in Innenräumen soll der Fokus bei der geplanten Untersuchung auf der Stoffgruppe der Aldehyde (Form-, Acetaldehyd und Hexanal) liegen. Weiterhin ist vorgesehen, die gegenseitige Beeinflussung von Substanzen verschiedener Polarität und Wasserlöslichkeit in feuchter Luft bei der Mehrkomponentenadsorption zu ermitteln.

Ausgewählt wurden hierzu Stoffgemische aus Toluol (unpolar, nicht wasserlöslich) und Acetaldehyd (polar, wasserlöslich) sowie Toluol und Hexanal (polar, nicht wasserlöslich) jeweils in Luft mit verschiedener relativer Feuchte als Trägergas. Als Versuchsmethode ist geplant, die Konzentration von Toluol in der Mischung konstant zu halten und die der zweiten Testsubstanz zu variieren. Zum Vergleich stehen die Ergebnisse der vorangehenden Untersuchungen mit den einzelnen Substanzen zur Verfügung.

Es sind zwei Versuchsreihen vorgesehen, eine mit Luft von 50 % r. F. als Trägergas und eine mit Luft von 90 % r. F. Bei 50 % r. F. ist bei den in der RLT-Adsorption eingesetzten Aktivkohlen nur mit geringer Kapillarkondensation des Wassers in der Aktivkohle zu rechnen. Bei 90 % r. F. dagegen wird ein erheblicher Anteil des Porensystems von Wasser gefüllt, die innere Oberfläche ist zumindest partiell nicht mehr für die Adsorption zugänglich und die maßgebliche Abscheidung der VOC-Komponente erfolgt durch Absorption im Porenwasser. Die Ergebnisse sollen exemplarisch aufzeigen, inwieweit es zur gegenseitigen Beeinflussung bei der Abscheidung von Substanzen mit unterschiedlicher Polarität und Wasserlöslichkeit bei mäßiger und höherer

Luftfeuchte kommen kann, und in kommende Überarbeitungen und Erweiterungen der ISO 10121 einfließen.

Des Weiteren kam während der Zusammenarbeit mit dem PA die Frage auf, welche Eigenschaften der Adsorbentien für die Adsorption unter den innenraumrelevanten Bedingungen entscheidend sind. Aus diesem Grund übernimmt eine weitere Forschungseinrichtung (FE 3: MPI- Mülheim) die umfangreiche Charakterisierung der Adsorbentien, die bisher so nicht zur Verfügung stand. Hier werden zunächst kommerziell verfügbare Aktivkohlen untersucht, die bereits in den Vorläuferprojekten verwendet wurden. Um den Einfluss der Oberflächeneigenschaften von Adsorbentien zu bestimmen, wird ein Teil der verwendeten Aktivkohlen hinsichtlich der Oberflächenpolarität gezielt modifiziert und anschließend Adsorptionstests unterworfen. Die Modifikation kann durch eine Veränderung der funktionellen Gruppen (C-OH, CHO, COOH, C=O, C-NO₂, etc.) auf der Oberfläche z. B. durch Behandlungen mit Ozon oder Wasserstoffperoxid erfolgen. Als wohldefinierten Standard zur Charakterisierung der Oberflächeneigenschaften werden dabei kommerziell verfügbare synthetische Kugelkohlen wie auch Kohlenstoff-Xerogele verwendet.

Einen weiteren Schwerpunkt des Vorhabens bildet die Bewertung des Leistungsvermögens der adsorptiven Filter gemäß ISO 10121-3 (von Oktober 2022). In Teil 3 der Norm wird erstmals ein Klassifizierungssystem zur Bewertung des Leistungsvermögens adsorptiver RLT-Filter normativ vorgegeben. Während des Forschungsvorhabens werden die Versuche zu diesem Teil der Norm praktisch durchgeführt und ggf. offene Punkte mit den PA-Mitgliedern diskutiert werden.

In enger Zusammenarbeit mit dem PA sollen die Ergebnisse genutzt werden, um einen Leitfaden zu entwickeln, der betroffenen Firmen und besonders den KMU in kompakter Form eine Hilfestellung für die Umsetzung der Norm gibt. Außerdem ist geplant, auch diese Ergebnisse dem VDMA (bzw. deutschen Spiegelausschuss) vorzustellen, um bestehende internationale Normen weiterzuentwickeln.

Die Ziele des Vorhabens lassen sich im wesentlichen in folgenden Fragen zusammenfassen:

- Sollen Polarität und Wasserlöslichkeit der Prüfsubstanzen bei Prüfungen nach ISO 10121 in der Form stärker berücksichtigt werden, dass auch eine polare und wasserlösliche Prüfsubstanz für die vereinfachte Vergleichsprüfung vorgegeben wird?
- Welchen Einfluss haben Polarität und Wasserlöslichkeit von Substanzen auf deren Adsorption aus einem Gemisch? Führen Tests mit Gasgemischen zu einer praxisnahen und damit besseren Bewertung der Filterelemente und –medien?
- Welche Oberflächeneigenschaften (strukturell/ chemisch) der AK und welche Eigenschaften des Adsorptivs beeinflussen die Adsorption von polaren bzw. wasserlöslichen Substanzen in Anwesenheit von feuchter Luft? Können die Aussagen dazu durch Versuche mit synthetisch hergestellten Adsorbentien bestätigt werden.
- Können die semiempirischen Ansätze zur Berechnung von VOC-Durchbruchskurven, die bisher nur für unpolare Substanzen verifiziert wurden, auch auf polare Schadgase angewandt werden?
- Ist der Teil 3 der ISO 10121 zur Klassifizierung von adsorptiven RLT-Filterelemente praktisch umsetzbar und zielführend? Können dazu auch Tests an Filtermedien alternativ eingesetzt werden?

5 Durchgeführte Arbeiten und Ergebnisse

Im Folgenden werden die Ergebnisse des Forschungsvorhabens in der Reihenfolge der im Antrag beschriebenen Arbeitspakete dargestellt.

Zur Erreichung des Forschungsziels waren drei Forschungseinrichtungen beteiligt, die sich mit ihrer unterschiedlichen Ausstattung und ihren jeweiligen Arbeitsschwerpunkten zur Zielerreichung eingebracht haben:

- NPPT/ UDE: Adsorptionsversuche an Schüttungen und Flachfiltermedien im Bypass am Kfz-Filterprüfstand, verschiedene Modifikationsmöglichkeiten der Aktivkohlen in Gas- und Flüssigphase
- IUTA: RLT-Filterprüfstand nach ISO 10121-2, Adsorptionsprüfstand für Filtermedien nach ISO 10121-1
- MPI: physikochemische Charakterisierungsmöglichkeiten, unterschiedliche Modifikationsmöglichkeiten in Gas- und Flüssigphase

Nachfolgende Abbildung 5-1 zeigt die angestrebten Ziele des Forschungsvorhabens in Arbeitspakete (AP) bzw. -schritte (AS) unterteilt mit Zuordnung zu den FE. **Tabelle 5-1** zeigt tabellarisch die Ziele und die Ergebnisse des Forschungsvorhabens.

AP 1	Untersuchung der Unterschiede bei der Adsorption polarer und unpolarer Prüfsubstanzen an Adsorbentien unterschiedlicher Struktur und Oberflächenchemie vor dem Hintergrund der DIN EN ISO 10121	
AS 1.1	Adsorption einzelner polarer Adsorptive im Vergleich zu unpolaren Prüfsubstanzen an Adsorbentien mit verschiedenen Eigenschaften	UDE/IUTA
AS 1.2	Adsorption von Gemischen aus zwei Adsorptiven unterschiedlicher Polarität und Wasserlöslichkeit an Adsorbentien mit verschiedenen Eigenschaften	IUTA
AS 1.3	Berechnung von Durchbruchkurven	UDE
AP 2	Evaluierung der ISO 10121-3 zur Filterklassifizierung	
AS 2.1	Filterklassifizierungen gemäß ISO 10121-3	IUTA
AS 2.2	Klassifizierungen gemäß ISO 10121-3 an Filtermedien	UDE/IUTA
AS 2.3	Klassierung mit weiteren Substanzen in Bezug auf die VOC	UDE
AS 2.4	Erstellung Leitfaden zur Anwendung der ISO 10121-3	UDE/IUTA/MPI
AP 3	Charakterisierung und Modifikation von Adsorbentien	MPI/UDE

Abbildung 5-1: Arbeitspakete der Forschungseinrichtungen im Projekt

Tabelle 5-1: Ziele und Ergebnisse des Forschungsvorhabens

AP	Ziele	Ergebnisdarstellung
1.1	Adsorption einzelner polarer Adsorptive im Vergleich zu unpolaren Prüfsubstanzen an Adsorbentien mit verschiedenen Eigenschaften	Es wurde die Adsorption von sechs verschiedenen polaren VOC an kommerziell verfügbaren Aktivkohlegranulaten und Flachfiltermedien untersucht (Isopropanol, Aceton, Formaldehyd, Acetaldehyd, Isovaleraldehyd und Hexanal). Als Vergleichssubstanz wurde das unpolare Toluol gewählt. (siehe 5.2)
1.2	Adsorption von Gemischen aus zwei Adsorptiven unterschiedlicher Polarität und Wasserlöslichkeit an	Als Testsubstanzen wurden Gemische aus Toluol (unpolar + nicht wasserlöslich) und Acetaldehyd (polar + wasserlöslich), sowie Gemische aus Toluol und Isovaleraldehyd

AP	Ziele	Ergebnisdarstellung
	Adsorbentien mit verschiedenen Eigenschaften	<p>(polar + schwer wasserlöslich) verwendet. Zunächst wurde die Toluolkonzentration konstant gehalten und nur die Konzentration der zweiten Testsubstanz variiert, in späteren Versuchen wurde auch die Toluolkonzentration verändert. Als Adsorbentien dienten wiederum kommerziell verfügbaren Aktivkohlegranulaten und Flachfiltermedien.</p> <p>(siehe 5.4)</p>
1.3	Berechnung von Durchbruchskurven	<p>In diesem Arbeitspaket wurde der Verlauf der Durchbruchskurve, ausgehend von experimentellen Werten bis zum 50%-Durchbruch nach der Methode von Yoon-Nelson, berechnet und die Berechnungen durch Messungen bis zum 100%-Durchbruch überprüft. Ziel ist es, durch die semiempirische Voraussage, die Versuchsdauer zu reduzieren.</p> <p>(siehe 5.5)</p>
2.1	Filterklassifizierung gemäß ISO 10121-3	<p>An drei unterschiedlichen RLT-Filterbauformen (V-Zelle, Kartuschenfilter, Taschenfilter) wurden die in der Norm geforderten Durchbruchstests mit den vier vorgegebenen Prüfgasen (Toluol, Schwefeldioxid, Stickstoffdioxid, Ozon) durchgeführt und evaluiert.</p> <p>(siehe 5.6 Fehler! Verweisquelle konnte nicht gefunden werden.)</p>
2.2	Klassifizierungen gemäß ISO 10121-3 an Filtermedien	<p>Aufgrund des großen Aufwandes und der damit verbundenen hohen Kosten bei der normkonformen Prüfung der RLT-Filter wurde in diesem Arbeitspaket untersucht, ob die Möglichkeit besteht, bereits aus der Prüfung der verwendeten/eingebauten Filtermedien aussagekräftige Ergebnisse</p>

AP	Ziele	Ergebnisdarstellung
		<p>bezüglich des Durchbruchverhalten für die konfektionierten Filter zu ermitteln.</p> <p>(siehe 5.7)</p>
2.3	Klassierung mit weiteren Substanzen in Bezug auf die VOC	<p>Die in Kapitel 5.7 durchgeführten Versuchen wurden zusätzlich mit 5.7 mit den Testsubstanzen Aceton und Isopropanol durchgeführt.</p> <p>(siehe 5.8)</p>
2.4	Erstellung Leitfaden zur Anwendung der ISO 10121-3	<p>Es wurde ein Leitfaden erstellt, der folgende Punkte beinhaltet:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Erläuterung des Ziels der Norm • Beschreibung der Prüfparameter • Erläuterung von Klassifizierungsergebnissen anhand von Beispielen • Erläuterungen zu praktischen Fragestellungen (Kosten, Prüfdauer, etc.) <p>(siehe 5.9)</p>
3	Charakterisierung und Modifikation von Adsorbentien	(siehe 5.3 und 5.10)

5.1 Prüfstände, Messtechnik und Versuchsdurchführung

Die experimentellen Arbeiten an den Forschungseinrichtungen (FE) 1 und 2 wurden an drei Filterprüfständen durchgeführt, die in den Abschlussberichten der vorangegangenen Forschungsvorhaben ausführlich beschrieben wurden. Auch die Einrichtungen zur Dosierung der Prüfsubstanzen und die Messgeräte waren überwiegend dieselben. Deshalb erfolgt an dieser Stelle jeweils nur eine kurze Beschreibung.

5.1.1 Prüfstände und Messtechnik

Prüfstand für Kfz-Innenraumfilter an FE 1

Mit Hilfe eines Bypass- Adsorbers und einer separaten Pumpe (s. Abbildung 5-2) können in dem Prüfstand nicht nur Filterelemente mit Einbauquerschnitten kleiner als 300 mm x 600 mm getestet werden, sondern auch Filtermedienproben sowie Schüttungen.

In dem Prüfstand wird mit Hilfe des Ventilators Luft aus einer Frischluftleitung angesaugt, optional mit Hilfe von Filtern gereinigt und mittels Wärmeübertragern und eines Dampferzeugers entsprechend der gewählten Prüfbedingungen konditioniert. Das zu prüfende Filtermedium wird im Adsorber, dessen Geometrie der Empfehlung in der DIN EN ISO 10121-1 entspricht, fixiert und mithilfe einer externen Pumpe durchströmt. Der Volumenstrom durch den Adsorber wird in den Kfz-Filterprüfstand zurückgeführt und anschließend über dessen Abgasleitung abgeführt. Die Dosierung des jeweiligen Prüfgases erfolgt entweder in den Prüfkanal oder über einen statischen Mischer direkt in den Adsorber. Die Dosierung des Prüfgases in den Prüfkanal wird gewählt für Medientests im Adsorber mit geringen Prüfgaskonzentrationen sowie Prüfgasen mit geringer Reaktivität bzw. Toxizität, wie z. B. Toluol. Bei Versuchen mit höheren Konzentrationen sowie mit toxischen und reaktiven Gasen, wie z. B. Schwefeldioxid oder Ozon, erfolgt die Prüfgasdosierung direkt in den Adsorber über einen statischen Mischer. Die Bereitstellung der Prüfgase erfolgt, wie nachfolgend beschrieben wird, je nach Gas auf unterschiedliche Weise. An, vor der Einbauebene des Prüflings befindlichen, Stutzen am Adsorber erfolgt jeweils eine Probenahme und die Zuleitung der Probevolumina an die Messgeräte. Die verwendeten Messgeräte werden ebenfalls nachfolgend beschrieben.

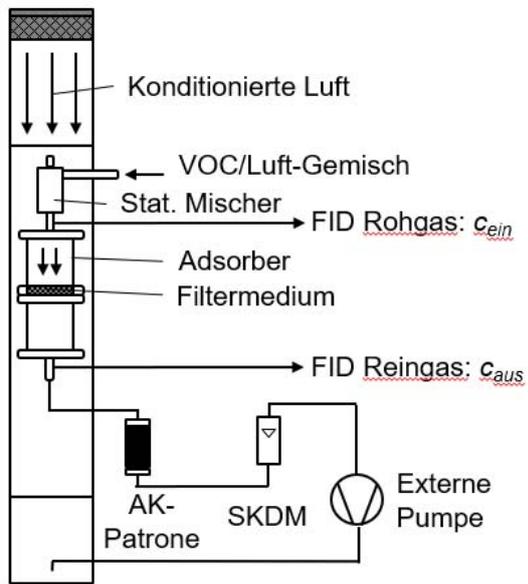


Abbildung 5-2: Schematische Darstellung des modifizierten Kfz-Filterprüfstandes und Foto des Prüfstandes

Adsorptionsprüfstand für Filtermedien nach ISO 10121-1 an FE 2

An dem Prüfstand für Filtermedien nach ISO 10121-1 (Medien-Prüfstand) der FE 2 können Adsorptionsversuche an Flachfiltermedienproben und Schüttungen bei Temperaturen von 10 °C bis 50 °C, relativen Feuchten von 0 % bis 90 % und Volumenströmen von 1 m³/h bis 25 m³/h durchgeführt werden. Hierfür stehen Adsorber mit Innendurchmessern von 50 mm, 100 mm und 113 mm zur Verfügung, sodass Anströmgeschwindigkeiten zwischen 0,03 m/s bis 3,5 m/s realisiert werden können. Abbildung 5-3 zeigt das Funktionsschema des Medien-Prüfstandes, das prinzipiell mit dem des Prüfstandes für Kfz-Innenraumfilter an FE 1 übereinstimmt. Der jeweilige Adsorber einschließlich der Probenahmestellen auf Roh- und Reingasseite ist im Medien-Prüfstand in einem temperierbaren Klimaschrank positioniert und über beheizbare Probenahmeleitungen mit den entsprechenden Messgeräten verbunden.

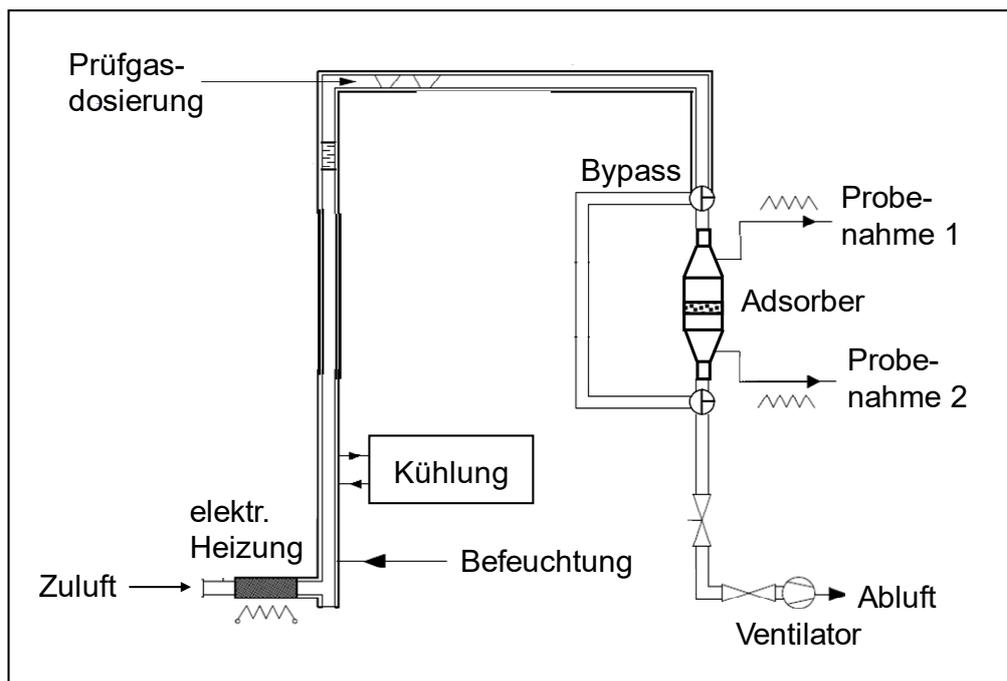


Abbildung 5-3: Prinzipskizze des Adsorptionsprüfstandes für Filtermedien nach ISO 10121-1

Filterprüfstand für RLT-Filter nach ISO 10121-2 an FE 2

An dem Prüfstand für konfektionierte Raumlufffilter nach ISO 10121-2 der FE 2 können RLT-Filter mit nominellen Einbauquerschnitten bis 610 mm x 610 mm und mit Volumenströmen von 800 – 5000 m³/h getestet werden. Der Prüfvolumenstrom kann an diesem Prüfstand auf Temperaturen zwischen 15 °C und 40 °C sowie relative Feuchten von 15 % bis 95 % konditioniert werden. Als Prüfgase stehen u. a. die von der Norm für die Vergleichsprüfung vorgegebenen Substanzen Toluol, Schwefeldioxid, Stickstoffdioxid, Ammoniak und Ozon zur Verfügung. Abbildung 5-4 zeigt eine Prinzipskizze des Prüfstands.

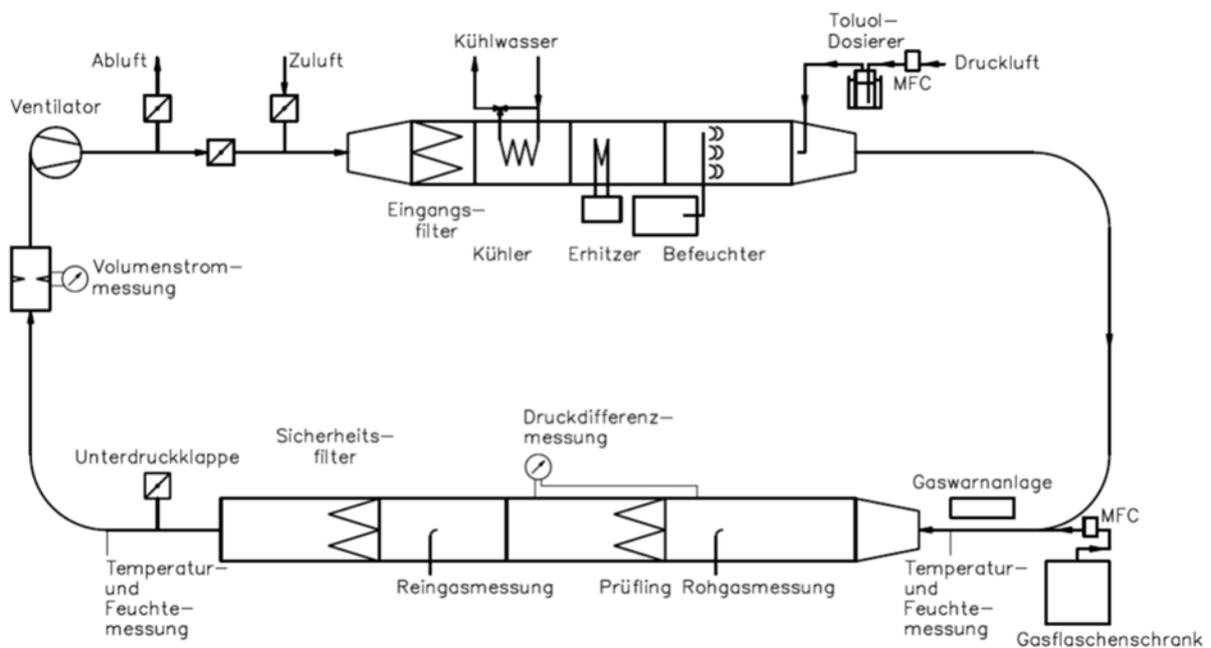


Abbildung 5-4: Prinzipskizze des Prüfstandes für RLT-Filter nach ISO 10121-2

Prüfgasdosierung

Als Prüfgase wurden in diesem Vorhaben folgende Substanzen verwendet: Acetaldehyd, Aceton, Formaldehyd, Hexanal, Isopropanol, Isovaleraldehyd und Toluol. Von diesen liegen Hexanal, Isovaleraldehyd, Aceton, Isopropanol und Toluol bei Raumtemperatur flüssig vor und wurden zur Dosierung in einer Waschflasche, die in einem Wasserbad temperiert wird, vorgelegt und mittels Massenflussregler mit Druckluft oder Stickstoff durchströmt. In Strömungsrichtung hinter der Waschflasche lag somit ein idealerweise mit der jeweiligen Prüfsubstanz gesättigter Druckluft- oder Stickstoffstrom vor, der der Versuchsanlage zugeführt wurde. Zur Dosierung von Toluol, Aceton und Isopropanol wurde ein Stickstoffstrom verwendet, da es im Vorgängerprojekt bei Versuchen mit Limonen und Pinen zu einer (Auto-)Oxidation kam. Zur Dosierung von Prüfgaskonzentrationen im zweistelligen ppb-Bereich wurden Gemische des Prüfgases mit Stickstoff verwendet, welche aus Druckgasflaschen mit Hilfe eines Massenflussreglers dosiert wurden. Die Dosierung von Acetaldehyd erfolgte bei allen Versuchen aus Druckgasflaschen mit Acetaldehyd-Stickstoff-Mischungen. Ozon wurde mit elektrischen Ozongeneratoren erzeugt. Zur Dosierung von Formaldehyd wurde die in dem Vorläuferprojekt RLT-Adsorption (FV-Nr. 18516 N) erarbeitete Methode verwendet. Dabei wird eine temperierte, methanolfreie Formaldehyd-Lösung in Wasser mit Druckluft durchströmt.

Gasanalytoren

Zur Konzentrationsbestimmung der organischen Prüfsubstanzen wurden Protonen-Transfer-Reaktions-Massenspektrometer (PTR-MS,) Typ Compact-PTR-MS, Ionicon, Innsbruck, Österreich) sowie Flammenionisations-Detektoren (FID, Modell 3002, Bernath Atomic) verwendet. Zur Überwachung der Ozon-Konzentration wurden Ozon-Messgeräte (Messprinzip basierend auf UV-Absorption) eingesetzt. Die Formaldehyd-Konzentrationen wurden mit einem Formaldehyd-Analysator für Immissionsmessungen (AL 4021, Aero-Laser, Garmisch-Partenkirchen) mit einem Messbereich zwischen 0,1 ppb und 3 ppm bestimmt. Bei diesem Messgerät erfolgt die Analyse auf Basis der Hantzsch-Reaktion von Acetylaceton und Ammoniumacetat mit Formaldehyd und der Fluoreszenzmessung des Farbkomplexes bei 510 nm.

5.1.2 Versuchsvorbereitung und -durchführung

Bei Adsorptionstests nach ISO 10121, Teil 1 und 2, wird der Prüfling, das Filtermedium oder der Filter, in den entsprechenden Prüfstand eingesetzt. Anschließend wird er für die Dauer von 15 Minuten zunächst mit prüfgasfreier, konditionierter Luft durchströmt. Die Norm gibt für die vereinfachte Vergleichsprüfung als Werte für die Konditionierung der Luft eine Temperatur von 23 °C ($\pm 0,5$ °C) und die relative Feuchte von 50 % (± 3 % r. F.) vor. Im Anschluss an die Konditionierung wird mit dem Durchbruchversuch begonnen und die Prüfgasdosierung gestartet.

Zur Bestimmung der Gleichgewichtskapazität des Sorbens erfolgt die Versuchsdurchführung so lange, bis ein vollständiger Durchbruch erreicht wird, also die reingasseitige Prüfgaskonzentration der rohgasseitigen entspricht. Die Prüfungen zur Klassifizierung von adsorptiven RLT-Filtern nach ISO 10121-3 erfolgen bis der Durchbruch 50 % überschritten hat.

Generell wird das Ergebnis eines Adsorptionstests als relativer Durchbruch in Abhängigkeit von der Versuchszeit dargestellt. Im Zusammenhang mit der ISO 10121 wird jedoch die Effizienz anstelle des Durchbruchs verwendet. Mit Hilfe einer Massenbilanz und den gemessenen Konzentrationen wird die während des Versuches adsorbierte Masse berechnet. Wenn der Versuch bis zum Gleichgewichtszustand durchgeführt wurde, stellt die adsorbierte Masse bezogen auf die Aktivkohlemasse des Prüflings die Gleichgewichtskapazität bei der jeweils untersuchten Konzentration dar.

5.1.3 Erweiterung der Messtechnik (Kopplung TPD-GC-MS)

An FE 1 erfolgte die Erweiterung der Messtechnik durch die Beschaffung einer TGA-FTIR-TPD-GC-MS-Kopplung. Für die Vermessung von Gemischen stellt diese eine deutlichere Erweiterung der Analysemöglichkeiten von VOC im Vergleich zur sonst üblichen FID-Analyse dar. Das Messprinzip der FID basiert auf der Bestimmung von Summensignalen von ionisierten Kohlenwasserstoffen. Hier soll auf die Kopplung der TPD-GC-MS eingegangen werden. Die temperaturprogrammierbare Desorption (TPD) dient der Probenaufgabe in den eigentlichen Analyseprozess, der mit einer gaschromatographischen Auftrennung und der anschließenden Untersuchung mit der Massenspektrometrie durchgeführt wird. Eine genauere Berechnung der Messtechnik, der Probennahme und Kalibration erfolgt im Anhang.

5.2 Adsorption einzelner polarer Adsorptive im Vergleich zu unpolaren Prüfsubstanzen an Adsorbentien mit verschiedenen Eigenschaften AP 1 /AS 1.1 (FE 1 +2)

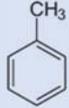
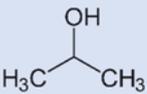
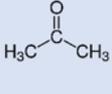
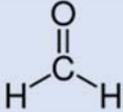
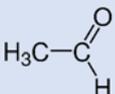
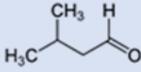
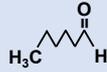
In dem Arbeitspaket 1.1 wurde die Adsorption der sechs verschiedenen polaren VOC Isopropanol, Aceton, Formaldehyd, Acetaldehyd, Isovaleraldehyd und Hexanal im Vergleich zu dem Adsorptionsverhalten des unpolaren Toluols untersucht. Isopropanol gehört zu der Stoffgruppe der Alkohole, Aceton zu den Ketonen und der Rest der polaren Substanzen zu den Aldehyden. Von den Aldehyden wurden mit Ausnahme von Propanal und Butanal die Vertreter der homologen Reihe als Testgase verwendet.

Tabelle 5-2 gibt einen Überblick über die Eigenschaften der untersuchten Substanzen. Die angegebenen Werte für den Dampfdruck und die Löslichkeit gelten für 20 °C. Hexanal wurde als Testsubstanz nach einigen Vorversuchen ausgeschlossen, da sich aufgrund des hohen Siedepunktes und des geringen Dampfdrucks keine ausreichend konstante Dosierung bei den Durchbruchversuchen realisieren ließ.

Die Adsorption der polaren Substanzen sowie von Toluol wurde schwerpunktmäßig an kommerziell verfügbaren Aktivkohlegranulaten und Flachfiltermedien untersucht, die auch in RLT-Filtern verarbeitet sind. Darüber hinaus wurde die Adsorption an Xerogelen getestet, die hochgradig reproduzierbare Eigenschaften besitzen und deshalb besonders geeignet sind, um den Einfluss von Modifikationen des Materials zu ermitteln.

Die zu untersuchenden polaren Adsorptive weisen unterschiedliche Wasserlöslichkeiten auf. So sind Acetaldehyd, Formaldehyd, Aceton und Isopropanol wasserlöslich, während Isovaleraldehyd und Hexanal eher eine schlechte Wasserlöslichkeit aufweisen. Auch wurde bei der Auswahl der Adsorptive auf eine unterschiedliche Kettenlänge und verschiedene Polaritäten geachtet. So sollte untersucht werden, ob der Polaritätsindex oder die Kettenlänge einen großen Einfluss auf die adsorptive Bindung auf der Aktivkohle hat. Die verwendeten Adsorbentien wurden umfangreich charakterisiert (bspw. Porenvolumen und BET-Oberfläche) siehe Kapitel 5.9 (AP3).

Tabelle 5-2: Eigenschaften der untersuchten Adsorptive

Eigen-schaft	Toluol	Iso-propanol	Aceton	Form-aldehyd	Acet-aldehyd	Isovaler-aldehyd	Hexanal
Summen-formel	C ₇ H ₈	C ₃ H ₈ O	C ₃ H ₆ O	CH ₂ O	C ₂ H ₄ O	C ₅ H ₁₀ O	C ₆ H ₁₂ O
Struktur							
Mol-masse [g mol ⁻¹]	92,14	60,10	58,08	30,03	44,10	86,13	100,16
Schmpkt [°C]	-95	-88	-95	-117	-123	-51	-56
Sdpkt [°C]	111	82	56	-19	20	92	129
ρ [g cm ⁻³]	0,87	0,78	0,91	0,82	0,78	0,80	0,81
Dampf-druck [hPa]	29,1	42,6	246	4350	1006	61	12
Löslich-keit [mg l ⁻¹]	520	mischbar mit Wasser	mischbar mit Wasser	leicht löslich in Wasser	mischbar mit Wasser	20.000	6.000

Die Durchbruchversuche mit den polaren Adsorptiven wurden bei 23°C durchgeführt. Der überwiegende Teil der Versuche erfolgte bei 50 % relativer Feuchte. Zur Untersuchung des Einflusses der Wasserdampfadsorption sind jedoch auch Durchbruchversuche mit trockener Luft sowie bei hohen relativen Feuchten von 90 % durchgeführt worden. Die Adsorptionskapazitäten wurden für die überwiegende Anzahl der Testsubstanzen mit Testgaskonzentrationen zwischen 9 ppm und 90 ppm ermittelt. Bei den Versuchen mit Formaldehyd wurde wegen des begrenzten Messbereiches des Messgerätes und der geringen Adsorptionskapazitäten von unbehandelten Aktivkohlen für Formaldehyd mit Konzentrationen zwischen 0,5 ppm und 2 ppm gearbeitet. Bei den Versuchen mit Acetaldehyd an einem Medium wurde ein Konzentrationsbereich von 3 ppm bis 9 ppm gewählt, weil bei dem Einstiegsversuch

mit 9 ppm der Durchbruch so schnell erfolgte, dass vorauszusehen war, dass bei der Bestimmung der adsorbierten Masse bei höheren Konzentrationen und noch schnelleren Durchbrüchen große Unsicherheiten auftreten würden.

Die Versuche an den verschiedenen Sorbentien wurden mit unterschiedlichen Anströmgeschwindigkeiten zwischen 0,055 m/s und 0,25 m/s durchgeführt. Bei den Filtermedien, die auch in RLT-Filtern verarbeitet sind, wurde die mittlere Anströmgeschwindigkeit, die sich an dem Filtermedium im Filter einstellt, ausgewählt.

Im Folgenden werden die Ergebnisse der Durchbruchversuche zunächst für die einzelnen VOC separat beschrieben. Für jedes Adsorptiv werden die an den verschiedenen Medien ermittelten Ergebnisse in Form von Durchbruchkurven und daraus ermittelten adsorbierten Massen, Isothermenwerten und Isothermengleichungen dargestellt. Die Freundlich-Isothermengleichung

$$X = k_F * c^{1/n}$$

wurde an die Isothermenwerte der jeweiligen Substanzen angepasst und die beiden Parameter k_F und n der Gleichung zur Beschreibung des Zusammenhanges zwischen der Beladung X des Sorbens und der Gasphasenkonzentration c bestimmt.

5.2.1 Referenzsubstanz Toluol

Wie im vorherigen Abschnitt erwähnt, wurden im Vorgängerprojekt bereits Versuche an den Medien B und D durchgeführt. Diese Ergebnisse werden im vorliegenden Projekt zu Vergleichszwecken verwendet. So werden zunächst Versuche zur Reproduzierbarkeit anhand der Toluoladsorption durchgeführt.

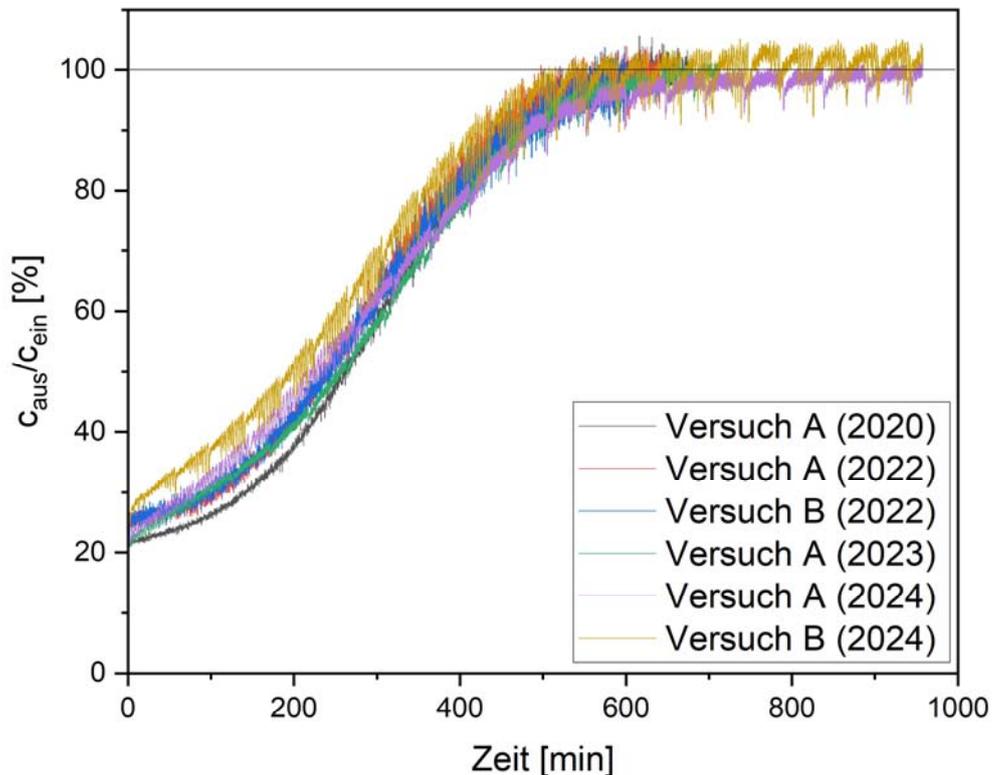


Abbildung 5-5: Vergleichbarkeitsstudie Adsorption von Toluol (40 ppm, 50% r.F.)

In Abbildung 5-5 ist die Durchbruchkurve von sechs Versuchen (40 ppm Toluol, 50 % r.F.) zu sechs verschiedenen Zeitpunkten dargestellt. Fünf Einzelversuche (2022 bis 2024) wurden im vorliegenden Projekt aufgenommen, während der Einzelversuch A (2020) im Vorgängerprojekt im Jahr 2020 aufgenommen wurde.

Auf der Abszisse ist die Zeit in Minuten dargestellt, während die Ordinate den prozentualen Anteil des Verhältnisses von Ausgangs- und Eingangskonzentration darstellt. Die Versuche wurden bis zum vollständigen Durchbruch durchgeführt. Zu erkennen ist, dass die s-förmige Durchbruchkurve im Vergleich zu der Messung im Jahr 2020 während des Vorgängerprojektes hinreichend gut abgebildet wird. Der Initialdurchbruch liegt etwa 5 %-Punkte niedriger, aber die Durchbruchzeit als auch die errechnete adsorbierte Masse stimmen mit hoher Genauigkeit überein. Ein Grund hierfür könnte, die eine natürliche Alterung der Adsorbentien mit der Zeit sein. Eine vollkommene inerte Atmosphäre, in welchen die Aktivkohlen aufbewahrt werden, konnte nicht sichergestellt werden. Die Laborluft, welche eine Vielzahl an flüchtigen

Stoffen, wenn auch in geringen Konzentrationen enthält, kann diesen Vorgang noch beschleunigen und verstärken.

Zur Untersuchung des Einflusses der relativen Feuchte soll im Folgenden ein Vergleich der spezifisch adsorbierten Massen in g Adsorptiv pro g Adsorbens für Toluol bei den zu untersuchenden Medien durchgeführt werden.

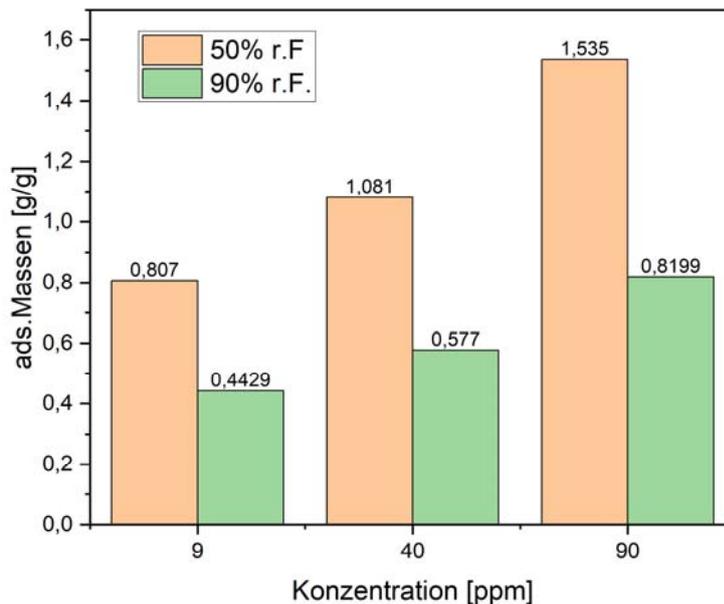


Abbildung 5-6: Spezifisch adsorbierte Massen Toluol an Medium MD

In Abbildung 5-6 ist ein Vergleich der spezifisch adsorbierten Massen für das Adsorptiv Toluol für das Adsorbens MD dargestellt. Auf der x-Achse sind die im Versuchsplan festgehaltenen Konzentrationen von 9, 40 und 90 ppm dargestellt. Auf der y-Achse hingegen sind die spezifisch adsorbierten Massen in g Adsorptiv pro g Adsorbens dargestellt. In Orange sind die Messungen, welche bei einer relativen Feuchte von 50% durchgeführt wurden, gezeigt. In Grün hingegen sind die spezifisch adsorbierten Massen bei einer relativen Feuchte von 90% dargestellt.

Durchweg zu beobachten ist, dass an Medium MD eine gesteigerte Adsorptionsfähigkeit bei steigenden Konzentrationen der Adsorptive zu erkennen ist. Dies lässt sich durch ein höheres Gefälle der Konzentrationsunterschiede zwischen dem unbeladenen Adsorbens und der Umgebung erklären. Bei höheren relativen Feuchten ist das Adsorptionsvermögen des Mediums MD durchweg geringer. Ein Einfluss ist hier die kompetitive Adsorption und der damit einhergehende

Verdrängungseffekt durch den erhöhten Wassergehalt. So kann mithilfe der Kelvin-Gleichung beschrieben werden, dass bei erhöhten Feuchten ein Volllaufen der Poren mit Wasser durch Kapillarkondensation beobachtet werden kann. Die Mikroporen, welche das höchste Adsorptionspotenzial aufweisen, werden als erstes durch das eintretende Wasser belegt.

In Abbildung 5-7 ist der Vergleich der spezifisch adsorbierten Massen an Medium MB für Toluol dargestellt. Analog zu Abbildung 5-6 ist auch hier eine steigende Adsorptionsleistung für steigenden Konzentrationen des Adsorptivs zu erkennen.

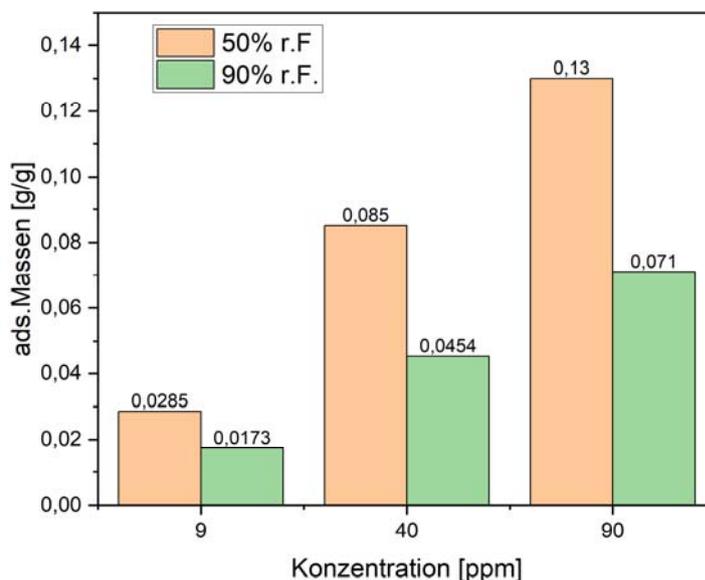


Abbildung 5-7: Spezifisch adsorbierte Massen Toluol an Medium MB

Einerseits ist bei den Adsorptionstests an Medium MB zu erkennen, dass hier eine deutlich geringere Kapazität des Mediums vorliegt. Grund hierfür ist die geringe Aktivkohleauflage von 220 g/m^2 und die verringerte Oberfläche der Aktivkohle nach BET. Bei Medium MD ist die ermittelte BET-Oberfläche $952 \text{ m}^2/\text{g}$, während Medium MB eine BET-Oberfläche von $546 \text{ m}^2/\text{g}$ gemessen wurde. Analog zu den oben beschriebenen Gedanken lässt sich auch hier der Effekt der kompetitiven Adsorption zwischen dem Adsorptiv und Wasser erkennen.

Aus den spezifisch adsorbierten Massen der Adsorbentien lassen sich auch die Isothermen ermitteln, welche im Folgenden dargestellt werden. In Abbildung 5-8 ist die Isotherme für Toluol an Medium MD bei relativen Feuchten von 50% und 90%

dargestellt. Auf der x-Achse ist die Konzentration in ppm, bei der die jeweilige Messung durchgeführt wurde, dargestellt. Auf der y-Achse hingegen ist die spezifisch adsorbierte Masse in g Adsorptiv pro g Adsorbens aufgetragen. Die durchgezogenen Linien sind hier die daraus resultierenden Freundlich-Isothermen, welche mit der Software OriginPro 2022b erstellt wurden, dargestellt. Im Anhang sind die genutzten Gleichungen sowie sich ergebenden Fitparameter und R^2 für die Isothermen tabelliert.

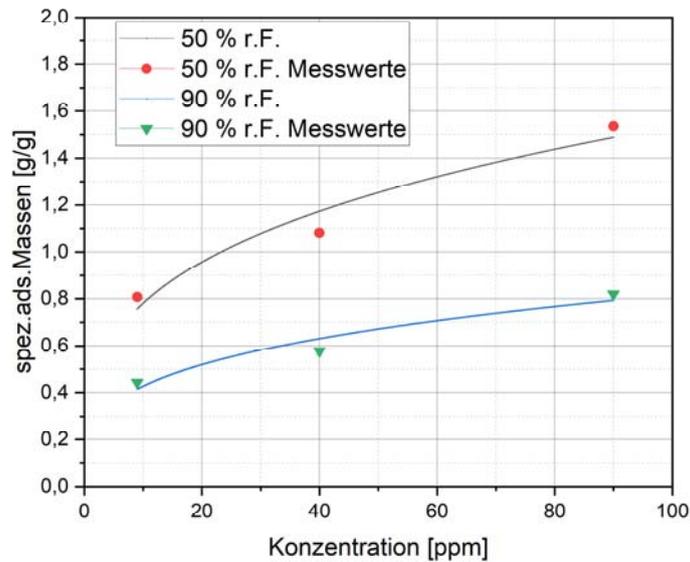


Abbildung 5-8: Freundlich-Isothermen Toluol an Medium MD

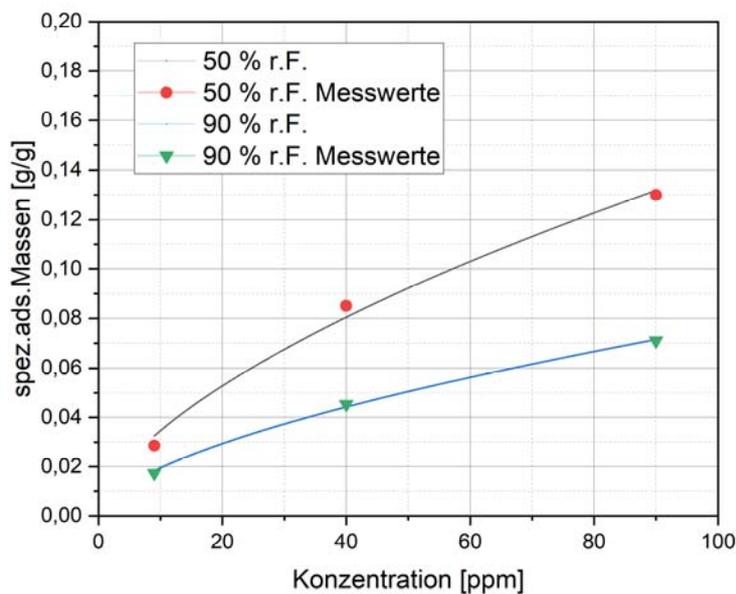


Abbildung 5-9: Freundlich-Isothermen Toluol an Medium MB

5.2.2 Isopropanol

Als weiterer Teil des Arbeitspaketes 1 folgte die Betrachtung von polaren Adsorptiven an primär unpolaren Adsorbentien. Zu Beginn wird auf Isopropanol eingegangen. Hierbei wurden analog zu den oben beschriebenen Versuchsbedingungen die spezifisch adsorbierten Massen bei Konzentrationen von 9, 40, 90 ppm bei relativen Feuchten von 50 % und 90 % bestimmt.

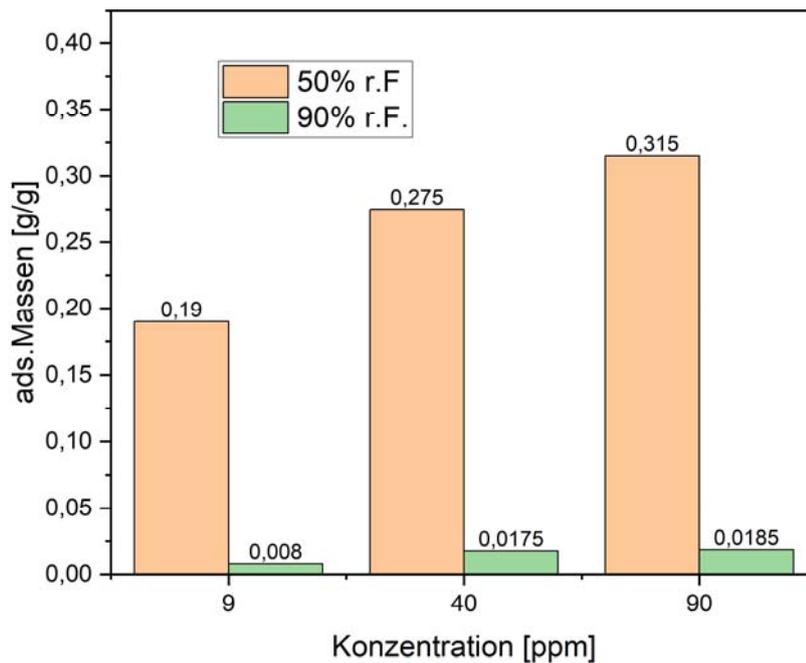


Abbildung 5-10: Spezifisch adsorbierte Massen Isopropanol an Medium MD

Bei dem polaren Adsorptiv Isopropanol lässt sich aufgrund des oben beschriebenen Konzentrationsgefälles ein ähnlicher Trend der steigenden adsorptiven Leistung feststellen. Bei der erhöhten Feuchte von 90 % ist ein deutlicher Rückgang der Kapazität des Adsorbens festzustellen. Bei einer relativen Feuchte von 90% liegt die spezifische Gleichgewichtsbeladung um etwa einer Zehnerpotenz niedriger als bei gleichen Bedingungen bei relativen Feuchten von 50%.

In der folgenden Abbildung 5-11 sind die spezifisch adsorbierten Massen des Mediums MB bei der Adsorption des polaren Isopropanols dargestellt.

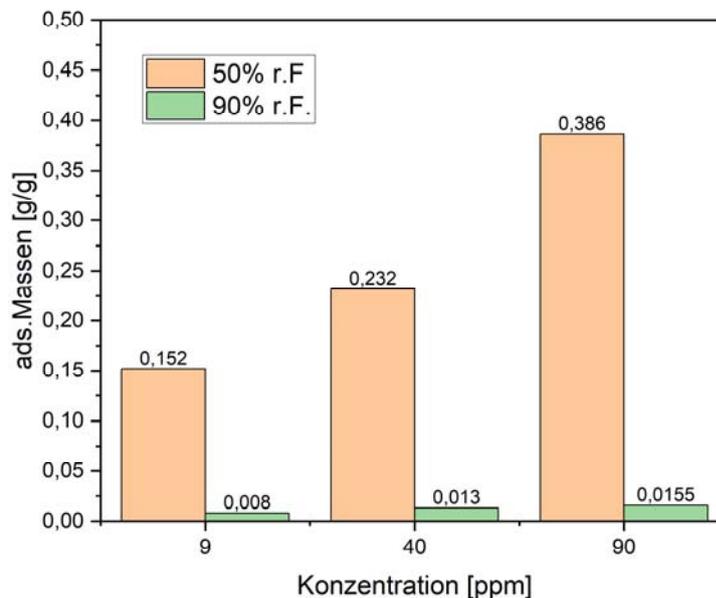


Abbildung 5-11: Spezifisch adsorbierte Massen Isopropanol an Medium MB

Bei den Versuchen an Medium MB lässt sich im Fall eines polaren Adsorptivs keine signifikante Verringerung der adsorptiven Leistungsfähigkeit in Form der adsorbierten Massen trotz der verringerten BET-Oberfläche oder des spezifischen Porenvolumens feststellen. Bei geringeren relativen Feuchten kann es im Falle des polaren Wassers und des polaren Adsorptivs zu einer primären Bindung im Mikroporenbereich der Aktivkohlen kommen. Durch den Wegfall des Kapillarkondensationseffektes bei einer relativen Feuchte von 50 % ist hier nicht das Mikroporenvolumen durch Wasser belegt, welches zu einer Verminderung der adsorptiven Leistung führt. Dennoch ist die adsorptive Kapazität im Gegensatz zu der Adsorption des unpolaren Toluols deutlich verringert.

Ein Grund hierfür ist die konkurrierende Adsorption der unpolaren Aktivkohle mit dem polaren Adsorptiv Isopropanol und dem polaren Wasser im Trägergasstrom. Der erhöhte Anteil an Wasser führt zu einer Verdrängung des ebenso polaren Isopropanols. Auch denkbar ist eine Bindung des Isopropanols bei hohen Feuchten in den, durch Kapillarkondensation mit Wasser gefüllten, Mikroporen der Aktivkohle. Diese würden dann dem Bindungsmechanismus der Absorption entsprechen.

Freundlich-Isothermen Isopropanol

Analog zu den oben beschriebenen Versuchsbedingungen wurden Durchbruchskurven bei Konzentrationen von 9, 40 und 90 ppm Isopropanol bei relativen Feuchten von 50 % r.F. und 90 % r.F. ermittelt. Diese wurden mithilfe der Freundlich-Isotherme beschrieben und sind in den nachfolgenden Abbildungen dargestellt.

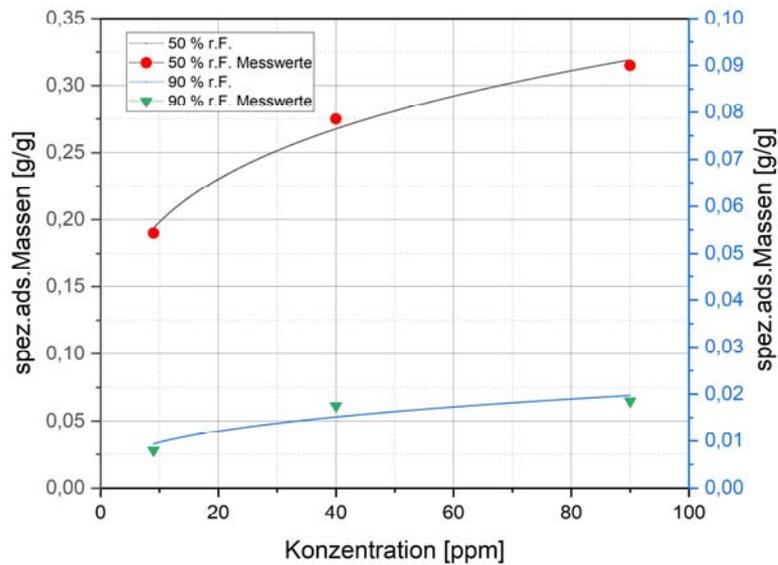


Abbildung 5-12: Freundlich-Isotherme Isopropanol Medium MD bei 50% r.F. und 90 % r.F.

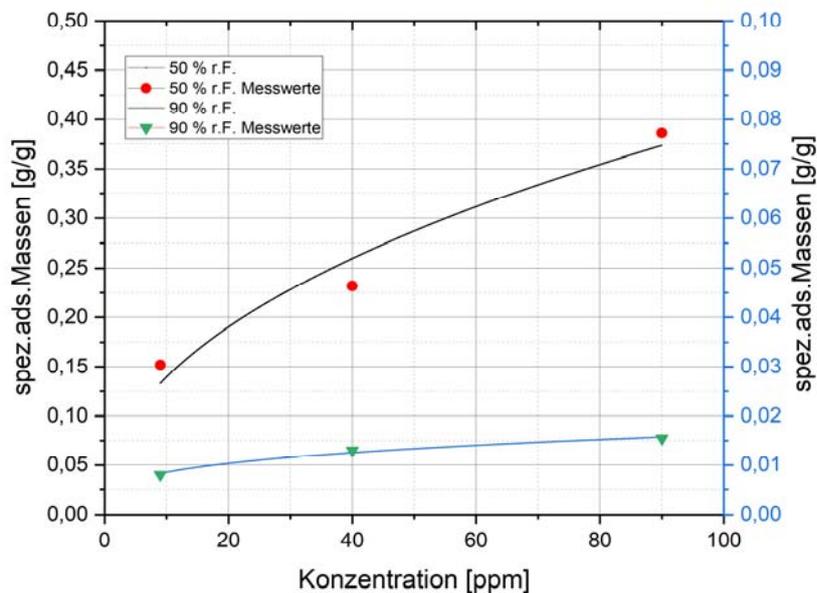


Abbildung 5-13: Freundlich-Isotherme Isopropanol Medium MB bei 50% r.F. (links) und 90 % r.F. (rechts)

5.2.3 Aceton

Im nächsten Schritt wird als weiteres polares Adsorptiv Aceton in die experimentelle Untersuchung eingebunden. Hier wurden analog zu Toluol und Isopropanol Versuche mit Konzentrationen von 9, 40 und 90 ppm bei den bekannten relativen Feuchten von 50 % und 90 % durchgeführt. Abbildung 5-14 zeigt die bei relativen Feuchten von 50 % und 90 % spezifischen adsorbierten Aceton-Massen an Medium B.

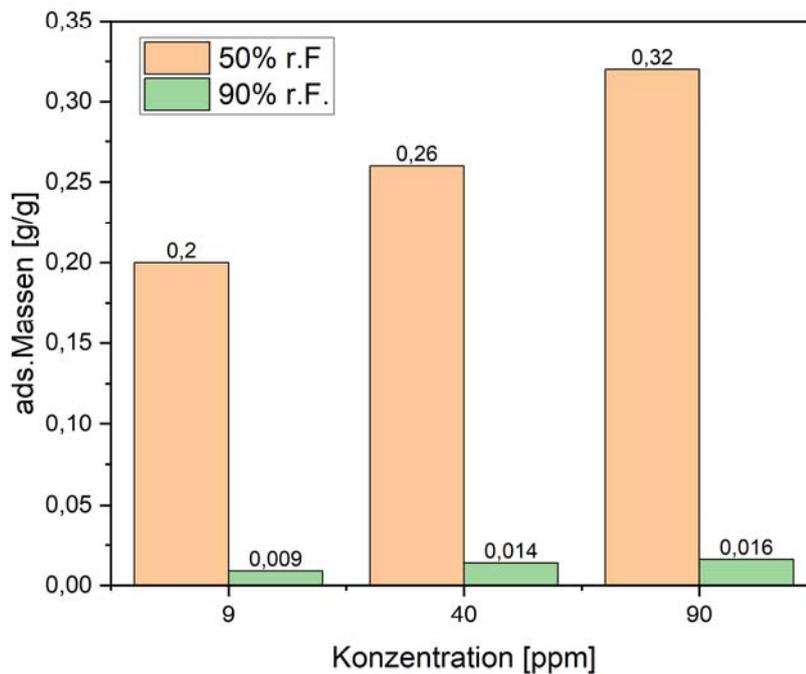


Abbildung 5-14: Spezifisch adsorbierte Massen Aceton an Medium MD

Bei den spezifisch adsorbierten Massen an Medium MD lässt sich ein ähnliches Verhalten im Vergleich zum ebenso polaren Isopropanol erkennen. Auch die Verringerung der adsorptiven Kapazität um eine Zehnerpotenz bei einer relativen Feuchte ist hier zu beobachten. Dies lässt sich analog zu den oben genannten Beobachtungen erklären.

In der folgenden Abbildung 5-15 sind die spezifisch adsorbierten Massen dargestellt, welche bei der Adsorption von Aceton bei relativen Feuchten von 50 % und 90 % an Medium MB ermittelt wurden.

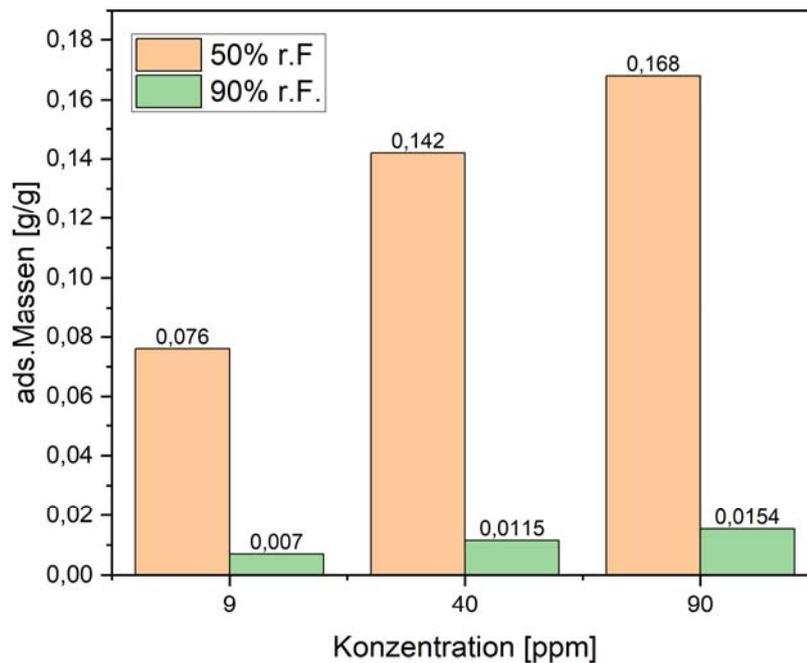


Abbildung 5-15: Spezifisch adsorbierte Massen Aceton an Medium MB

Hier zeigt sich eine geringere Adsorptionskapazität von Aceton an Medium MB, welche durch das verringerte zugängliche Mikroporenvolumen hervorgerufen wird. Auch ist die konkurrierende Adsorption mit den beiden polaren Stoffen Wasser und Aceton festzustellen.

Freundlich-Isothermen Aceton

Aus den ermittelten spezifisch adsorbierten Massen lassen sich die in Abbildung 5-16 und Abbildung 5-17 Aceton-Isothermenwerte für die Medien MB und MD bei relativen Feuchten von 50 % und 90 % ermitteln, welche mithilfe der Freundlich-Isothermen angepasst wurden.

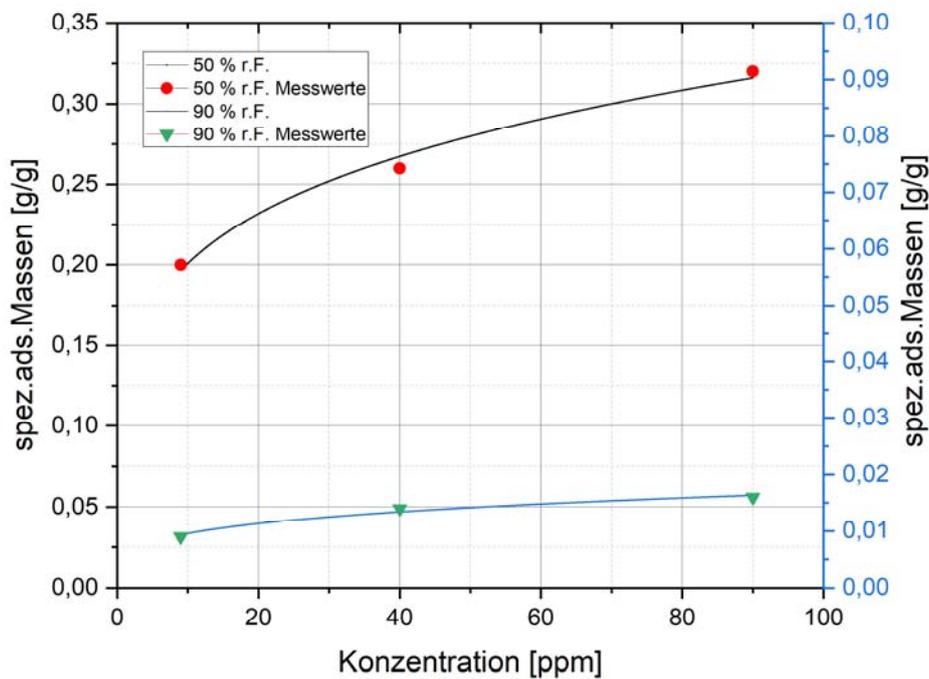


Abbildung 5-16: Freundlich-Isotherme Aceton Medium MD bei 50% r.F. (links) und 90 % r.F. (rechts)

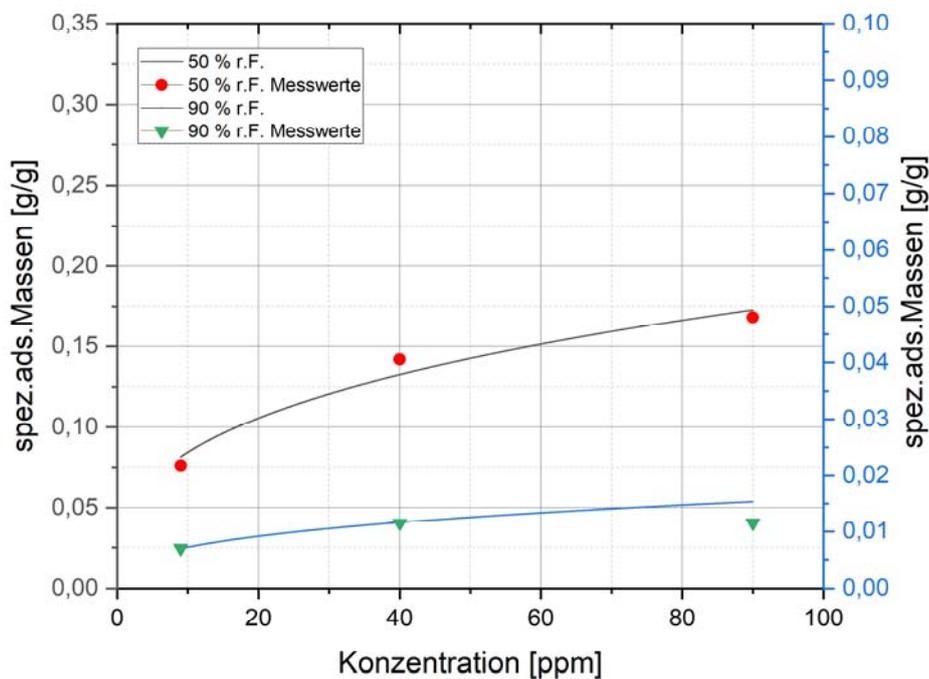


Abbildung 5-17: Freundlich-Isotherme Aceton Medium MB bei 50% r.F. (links) und 90 % r.F. (rechts)

5.2.4 Formaldehyd

Formaldehyd ist der einfachste Vertreter aus der Stoffgruppe der Aldehyde und hochgradig flüchtig. Es wird an unbehandelter Aktivkohle generell nur in geringem Maße abgeschieden, wie auch die nachfolgend dargestellten Ergebnisse zeigen. Zur Dosierung von Formaldehyd für die Durchbruchstests wurde die in Abschnitt 5.1.1 beschriebene Methode der Durchströmung einer methanolfreien Formaldehyd-Wasser-Lösung verwendet, zur Konzentrationsbestimmung wurde der Formaldehyd-Analysator (AL 4021, Aero-Laser, Garmisch-Partenkirchen) mit einem Messbereich zwischen 0,1 ppb und 3 ppm eingesetzt. Maßgeblich aufgrund dieses Messbereiches wurden die Durchbruchversuche mit Formaldehyd bei Konzentrationen von 0,5 ppm, 1 ppm und 2 ppm durchgeführt.

Formaldehyd - Medium D

Proben von Medium D wurden mit Formaldehyd bei 23 °C mit Anströmgeschwindigkeiten von 0,25 m/s und bei relativen Feuchten von 50 % und 90 % sowie mit annähernd trockener Luft getestet.

Abbildung 5-18 zeigt die ermittelten Isothermenwerte (Punkte) und Freundlich-Isothermengleichungen (Kurven) von Formaldehyd an Medium D bei 23 °C. Die Gleichgewichtskapazitäten von Medium D für Formaldehyd sind verschwindend gering, sie liegen deutlich unterhalb von 0,1 %. Hinsichtlich des Einflusses der relativen Feuchte, scheint es zwar, dass bei 90 % Feuchte die Kapazität höher ist als bei geringerer Feuchte. Bei derart geringen Gleichgewichtsbeladungen liegt die Gesamtunsicherheit bei der Bestimmung jedoch im Bereich der Kapazitätsunterschiede, so dass eine sinnvolle Bewertung ausgeschlossen ist. Das Ergebnis der Durchbruchversuche mit Formaldehyd an Medium D ist, dass die Aktivkohle quasi keinerlei Kapazität zur Abscheidung von Formaldehyd aufweist. Von Wiederholungsversuchen und der Bestimmung von Adsorptionsisothermengleichungen wurde daher auch Abstand genommen.

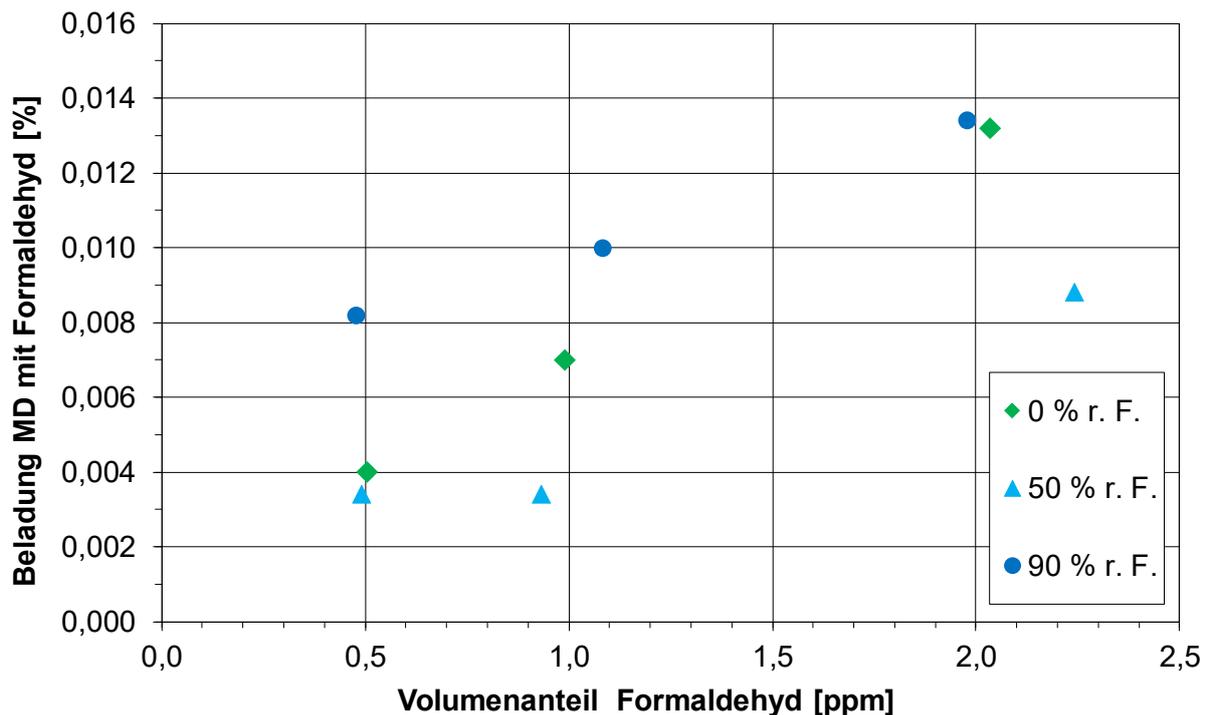


Abbildung 5-18: Isothermenwerte von Formaldehyd an Medium D bei 23 °C

Formaldehyd - Medium B

Medium B wurde mit Formaldehyd bei 23 °C, bei relativen Feuchten von 50 % und 90 % sowie mit annähernd trockener Luft und einer Anströmgeschwindigkeit von 0,055 m/s getestet. In Abbildung 5-19 sind die ermittelten Isothermenwerte (Punkte) und Freundlich-Isothermengleichungen (Kurven) von Formaldehyd an Medium B bei 23 °C dargestellt. Wie Medium D besitzt auch Medium B für die Formaldehyd-Abscheidung quasi keine Kapazität. Daher gelten dieselben Überlegungen bei der Betrachtung des Feuchteinflusses auf die Gleichgewichtsbeladung, und auch bei Medium B wurde deshalb auf Wiederholungsversuche und die Bestimmung der Adsorptionsisothermengleichungen verzichtet.

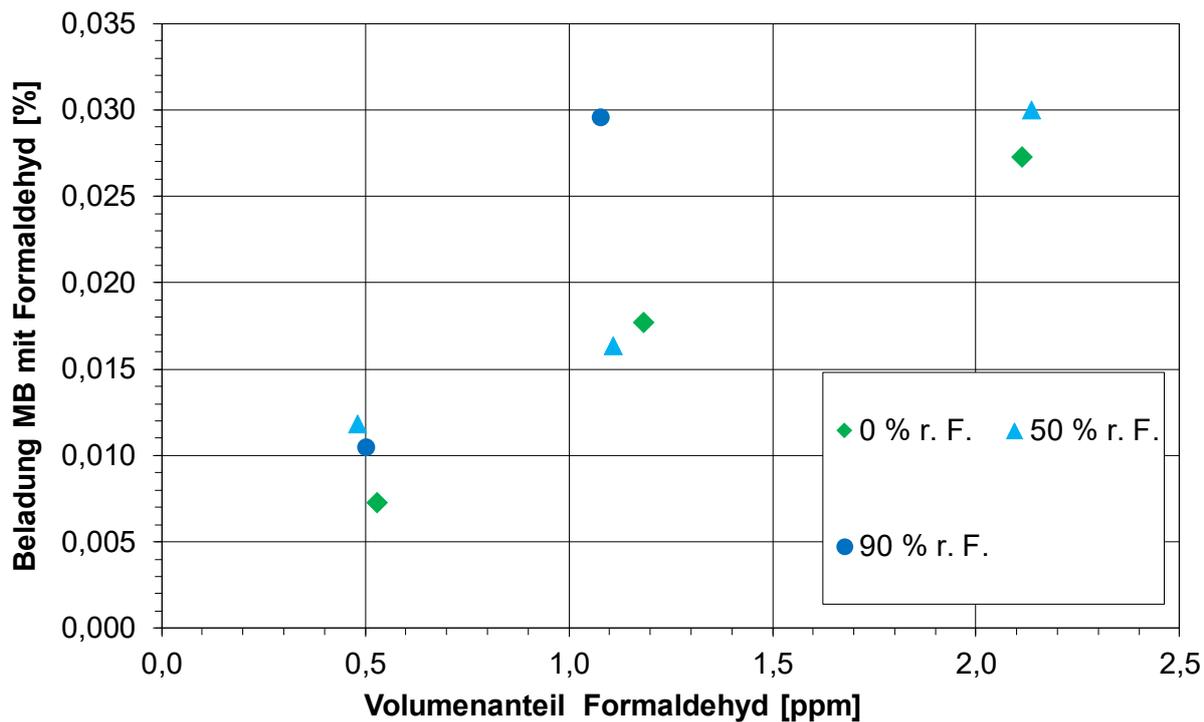


Abbildung 5-19: Isothermenwerte von Formaldehyd an Medium B bei 23 °C

Die Untersuchungen zur Formaldehyd-Abscheidung an zwei Aktivkohlemedien für die RLT-Anwendung haben bestätigt, dass an nicht modifizierter oder speziell ausgerüsteter Aktivkohle keine signifikante Formaldehyd-Adsorption stattfindet.

5.2.5 Acetaldehyd

Acetaldehyd hat eine Methylgruppe mehr als Formaldehyd und ist damit das nächst höhere Aldehyd in der homologen Reihe. Es ist versuchstechnisch einfacher handzuhaben als Formaldehyd, da es wie beschrieben aus Druckgasflaschen mit Acetaldehyd-Stickstoff-Mischungen dosiert werden kann und die Konzentrationsbestimmung mit FID oder PTR-MS etabliert ist.

Acetaldehyd - Medium D

Mit Acetaldehyd wurde wie mit den anderen polaren Testsubstanzen bei den Versuchsbedingungen mit 0,9, 9, 40 sowie 90 ppm bei den zwei relativen Feuchten von 50 % und 90 % r. F. an Medium D mit einer Anströmgeschwindigkeit von 0,25 m/s getestet. Zusätzlich wurden Tests mit 90 ppm Acetaldehyd und weitgehend trockener Luft sowie mit 0,9 ppm und 50 % relativer Feuchte durchgeführt.

Abbildung 5-20 zeigt ermittelten Isothermenwerte von Acetaldehyd an Medium D bei 23 °C. Die Beladung des Sorbens ist wegen der geringen Zahlenwerte in Prozentwerten angegeben. Geringe Kapazitäten von Aktivkohlen sind kennzeichnend bei der Adsorption von Acetaldehyd an diesen Sorbentien. Deutlich ersichtlich ist jedoch der zusätzliche negative Einfluss von Wasserdampf auf die Adsorptionskapazität von Acetaldehyd. Die ohnehin schon geringe Gleichgewichtskapazität von MB für 90 ppm Acetaldehyd in quasi trockener Luft sinkt um mehr als 50 %, wenn bei dem Versuch der Trägerluftstrom eine relative Feuchte von 90 % aufweist. Die Kurven in Abbildung 5-18 geben den Verlauf der Freundlich-Isothermen wieder, die durch Anpassung an die aus den Experimenten abgeleiteten Isothermenwerten gewonnen wurden. Die dabei ermittelten Parameter k_F und n der Freundlich-Isothermengleichung sind:

Acetaldehyd – 23 °C	k_F	n
MD – 50 % r. F.	0,0109	1,159
MD – 90 % r. F.	0,0021	0,918

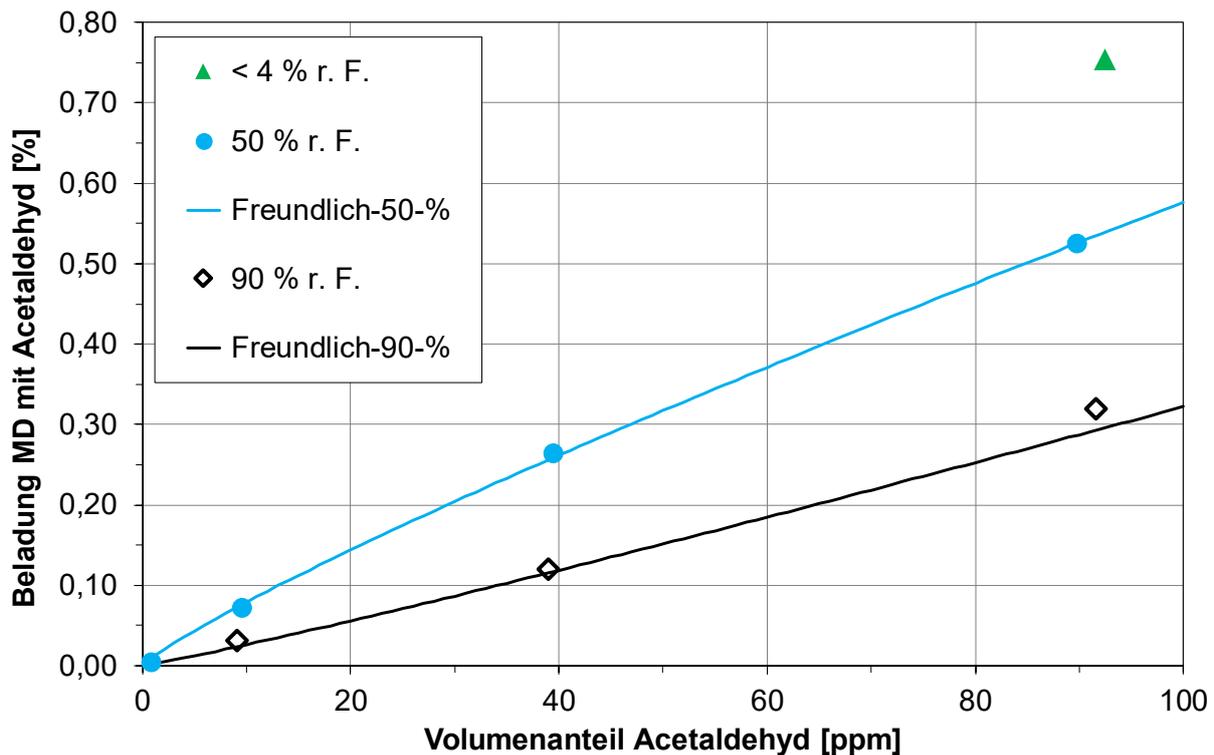


Abbildung 5-20: Isothermenwerte von Acetaldehyd an Medium D bei 23 °C

Acetaldehyd - Medium B

Die Versuche mit Acetaldehyd an Medium B wurden bei den zwei relativen Feuchten von 50 % und 90 % r. F., mit einer Anströmgeschwindigkeit von 0,055 m/s jedoch mit geringeren Konzentrationen von 3, 6 und 9 ppm durchgeführt. Der Grund hierfür war, dass bei dem Versuch mit 9 ppm der vollständige Durchbruch in weniger als 5 Minuten Versuchszeit erfolgte und absehbar war, dass Versuche mit höherer Konzentration bei der Auswertung zu erheblichen Unsicherheiten bei den Ergebnissen führen würden. In Abbildung 5-21 sind die ermittelten Isothermenwerte und Isothermen von Acetaldehyd an Medium B bei 23 °C dargestellt. Die Beladung ist erneut als Prozentwert angegeben, es ist jedoch zu beachten, dass der Maximalwert der y-Achse nur 0,2 % beträgt. Die Kapazität von Medium B für Acetaldehyd ist noch geringer als die von Medium D. Der Einfluss von Wasserdampf auf die Adsorptionskapazität von Acetaldehyd ist auch bei Medium B deutlich. Die Anwesenheit von 90 % relativer Feuchte in der Luft führt bei der Adsorption von Acetaldehyd bei Medium B zu einem Absinken der Kapazität um mehr als 80 %. Die Parameter k_F und n der Freundlich-Isothermengleichung sind:

Acetaldehyd – 23 °C	k _F	n
MB – 50 % r. F.	0,00673	1,71
MB – 90 % r. F.	0,00192	1,09

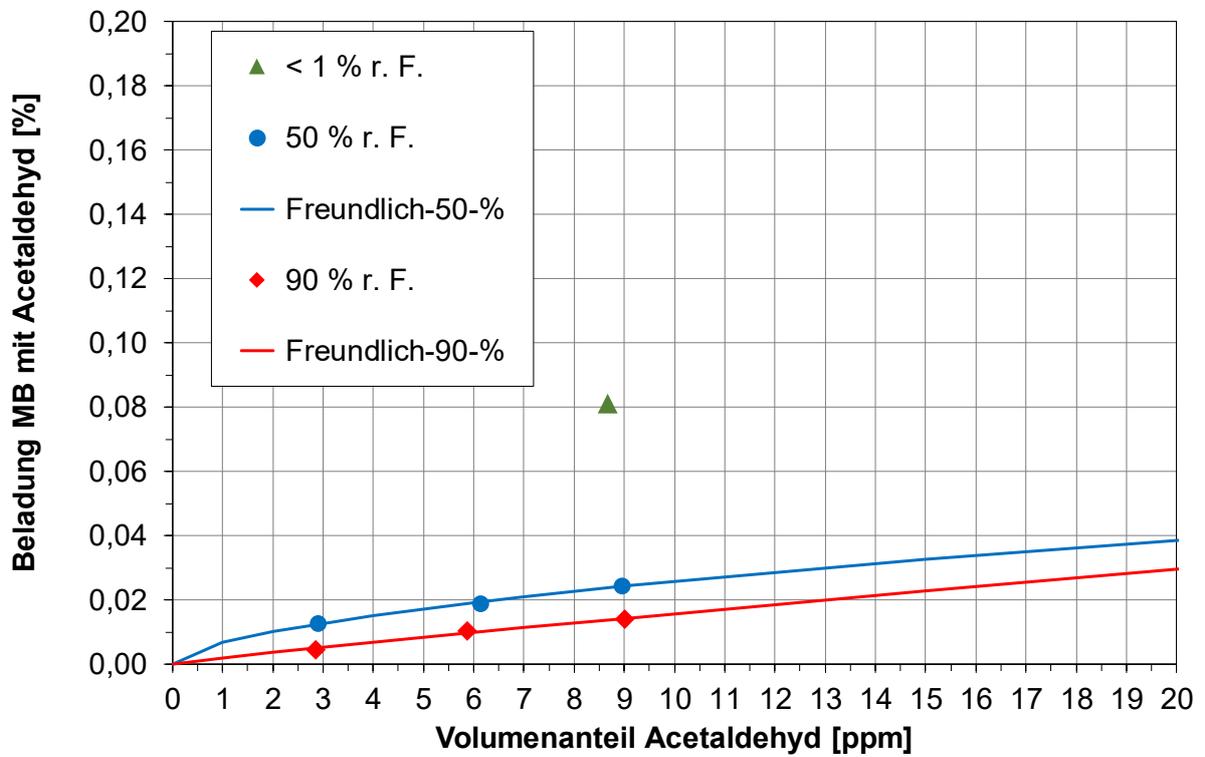


Abbildung 5-21: Isothermenwerte von Acetaldehyd an Medium B bei 23 °C

5.2.6 Isovaleraldehyd

Isovaleraldehyd hat einen Siedepunkt von 92 °C und liegt bei Raumtemperatur flüssig vor. Es wurde per Vorlage in einer Waschflasche und Durchströmung mit Druckluft dosiert. Die Konzentrationsbestimmung erfolgte mit PTR-MS.

Das Medium D wurde mit Isovaleraldehyd nicht nur bei 50 % und 90 %, sondern zusätzlich auch mit 70 % relativer Feuchte sowie mit annähernd trockener Luft bei 23 °C und der Anströmgeschwindigkeit von 0,25 m/s getestet. Dafür wurde auf die Versuche an Medium B verzichtet.

Abbildung 5-22 zeigt ermittelten Isothermenwerte von Isovaleraldehyd an Medium D bei 23 °C und die Kurven der daran angepassten Freundlich-Isothermengleichungen.

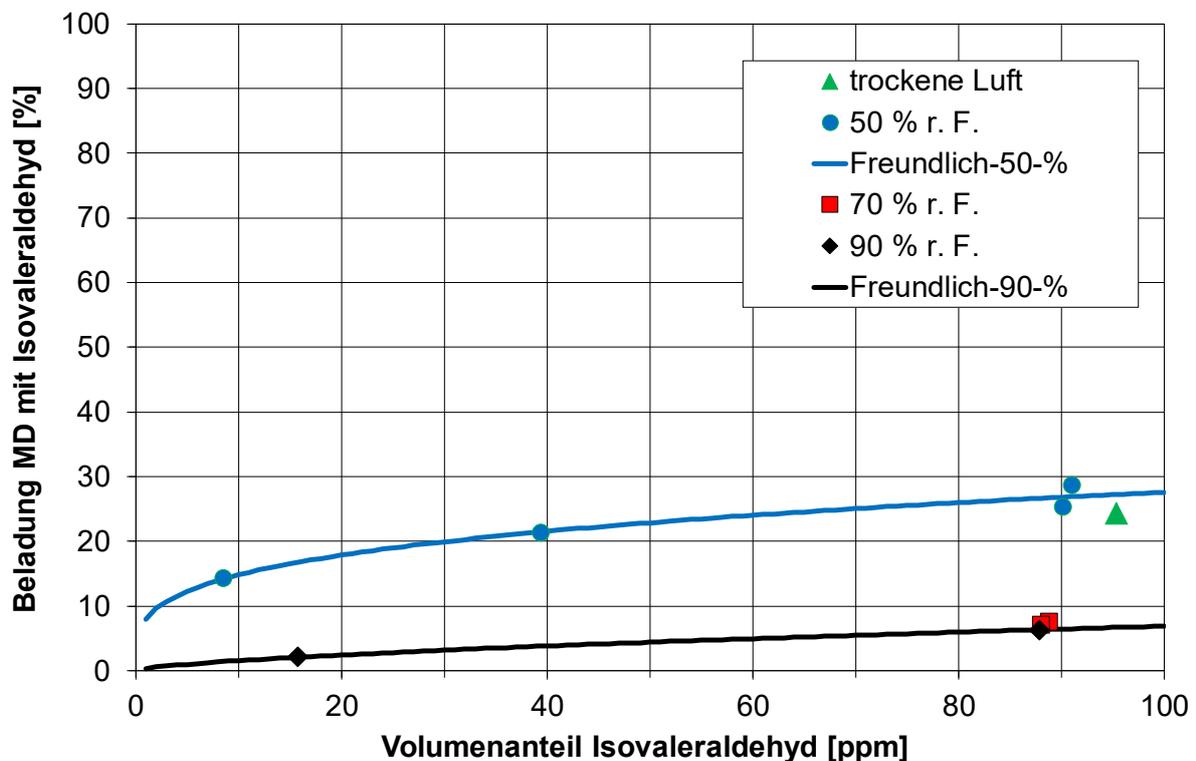


Abbildung 5-22: Isothermenwerte von Isovaleraldehyd an Medium D bei 23 °C

Die ermittelten Parameter k_F und n der Freundlich-Isothermengleichung sind:

Isovaleraldehyd – 23 °C	k_F	n
MD – 50 % r. F.	7,96	3,70
MD – 90 % r. F.	0,37	1,57

In Abbildung 5-22 ist zu erkennen, dass die Gleichgewichtsbeladung von Medium D für Isovaleraldehyd bei Koadsorption mit 50 % r. F. im untersuchten Konzentrationsbereich fast einen Wert von 30 % erreicht. Es ist ein deutlicher Einfluss der Luftfeuchte auf die Adsorption festzustellen. Bei höherer relativer Luftfeuchte als 50 %, also bei 70 % und 90 %, sinkt die Kapazität bei 90 ppm ungefähr um den Faktor 3,5 ab, jedoch unterscheiden sich die Werte bei 70 % und 90 % r. F. kaum. Anders als bei den zuvor beschriebenen polaren Substanzen können die Isothermen von Isovaleraldehyd bei 50 % und 90 % r. F. aber in einem Diagramm mit einer gemeinsamen Achsenskalierung dargestellt werden. Das bedeutet, dass der Einfluss der Feuchte auf die Kapazität bei Isovaleraldehyd deutlich geringer ist als bei den anderen polaren VOC.

5.2.7 Hexanal

Hexanal hat einen Siedepunkt von 129 °C und liegt dementsprechend bei Raumtemperatur flüssig vor. Der Dampfdruck bei 20 °C ist mit 12 hPa um den Faktor 5 geringer als der von Isovaleraldehyd bei gleicher Temperatur. Hexanal wurde wie die anderen flüssig vorliegenden Testsubstanzen per Vorlage in einer Waschflasche und Durchströmung mit Druckluft dosiert. Die Konzentrationsbestimmung erfolgte mit PTR-MS.

Die Dosierung erwies sich als ausgesprochen schwierig. Es gelang nicht, die Rohgaskonzentration über die erforderlichen Versuchszeiten stabil einzustellen. In Abbildung 5-23 ist in dem Diagramm auf der linken Seite der Rohgasverlauf während des Durchbruchversuches bei 23 °C, 50 %r. F. mit 0,25 m/s Anströmgeschwindigkeit an Medium D mit dem angestrebten Hexanal-Rohgasvolumenanteil von 9 ppm abgebildet. Die erheblichen Schwankungen führten zu einem entsprechend ungleichmäßigen Verlauf der Durchbruchkurve, die in dem Diagramm auf der rechten Seite der Abbildung dargestellt ist. Wegen der starken Schwankungen der Rohgaskonzentration, die bei der Bestimmung der Isothermenwerte auch die Zuordnung des Beladungswertes zu der relevanten mittleren Gasphasenkonzentration erschwerten, wurde Hexanal nach den Durchbruchversuchen mit ca. 9 ppm als Testsubstanz ausgeschlossen. Abbildung 5-24 zeigt die ermittelten Isothermenwerte von Hexanal an den Medien B und D bei 23 °C und Luftfeuchten von 50 % und 90 %. Die Kapazitäten beider Medien für Hexanal sind sehr gering mit Werten unter 2 %, sie unterscheiden sich jedoch nicht gravierend voneinander.

Auch der negative Einfluss der höheren Feuchte auf die Kapazität ist bei beiden Medien fast identisch. Die Kapazität beider Medien bei ca. 9 ppm Hexanal sinkt ungefähr um den Faktor 5, wenn die Versuche mit 90 % statt mit 50 % relativer Feuchte durchgeführt werden.

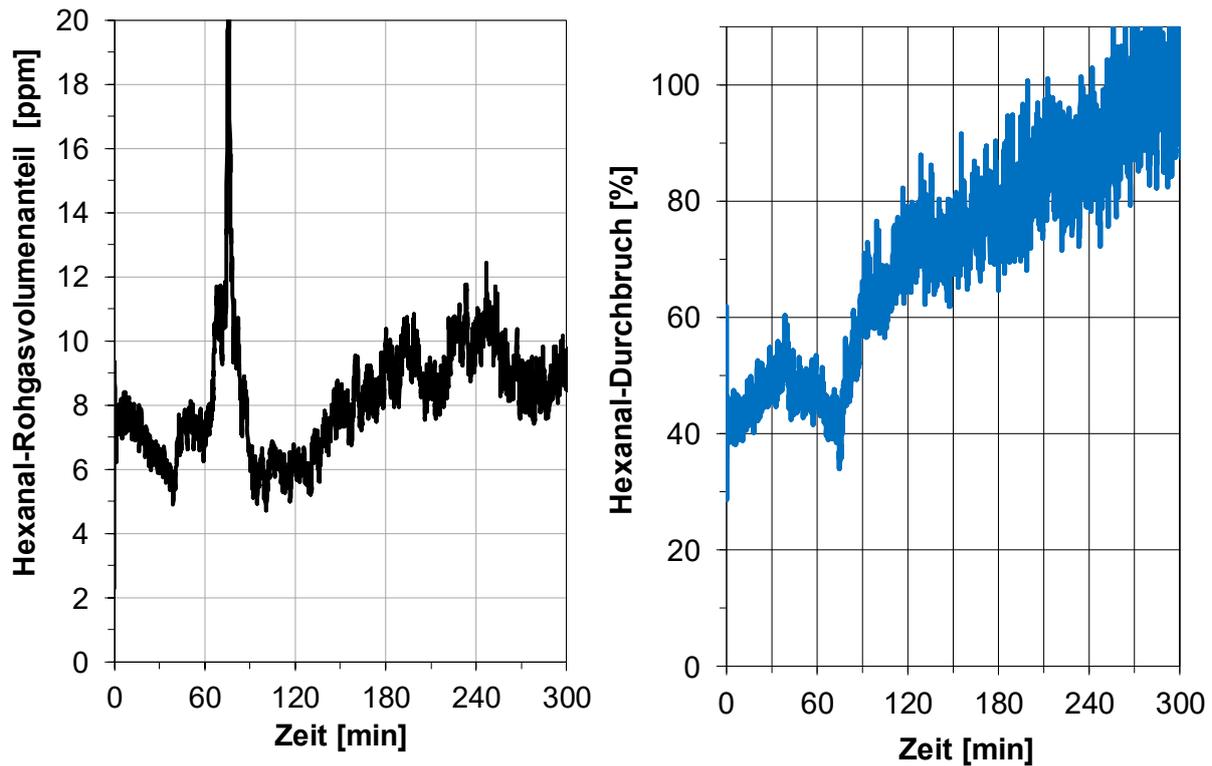


Abbildung 5-23: Hexanal-Rohgasverlauf und -Durchbruchskurve beim Test von MD bei 23 °C, 50 % r. F. und angestrebtem Rohgasvolumenanteil von 9 ppm

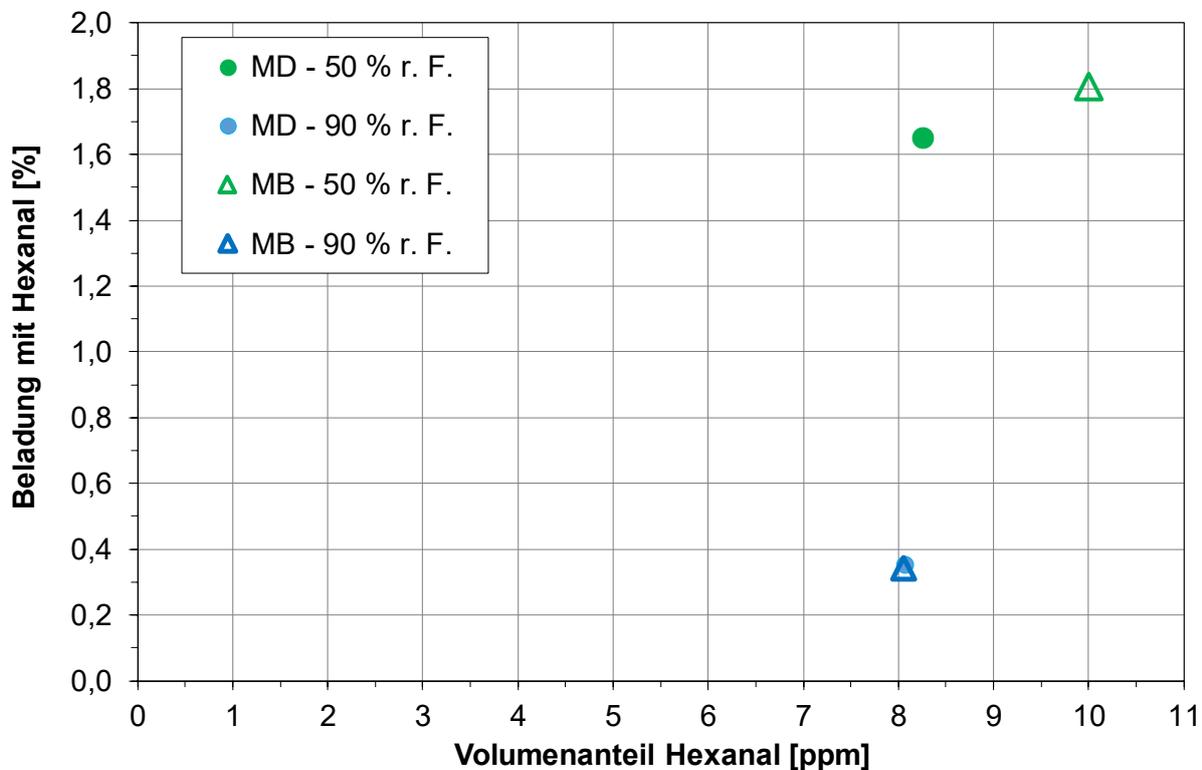


Abbildung 5-24: Isothermenwerte von Hexanal an Medium B und D bei 23 °C

5.2.8 Unterschiede bei der Adsorption polarer und unpolarer VOC

In Abbildung 5-25 **Fehler! Verweisquelle konnte nicht gefunden werden.** sind die Isothermenwerte der untersuchten polaren VOC und von Toluol an Medium D bei 23 °C und 50 % Luftfeuchte abgebildet. Die polaren VOC Formaldehyd und Acetaldehyd werden an Medium D kaum abgeschieden, die Kapazität ist vernachlässigbar. Die Gleichgewichtsbeladungen von Isopropanol und Aceton sind deutlich höher und für beide Substanzen bei 9 ppm, 40 ppm und 90 ppm ungefähr gleich groß. Die Kapazität des Mediums für Isovaleraldehyd ist vergleichbar mit der für Toluol.

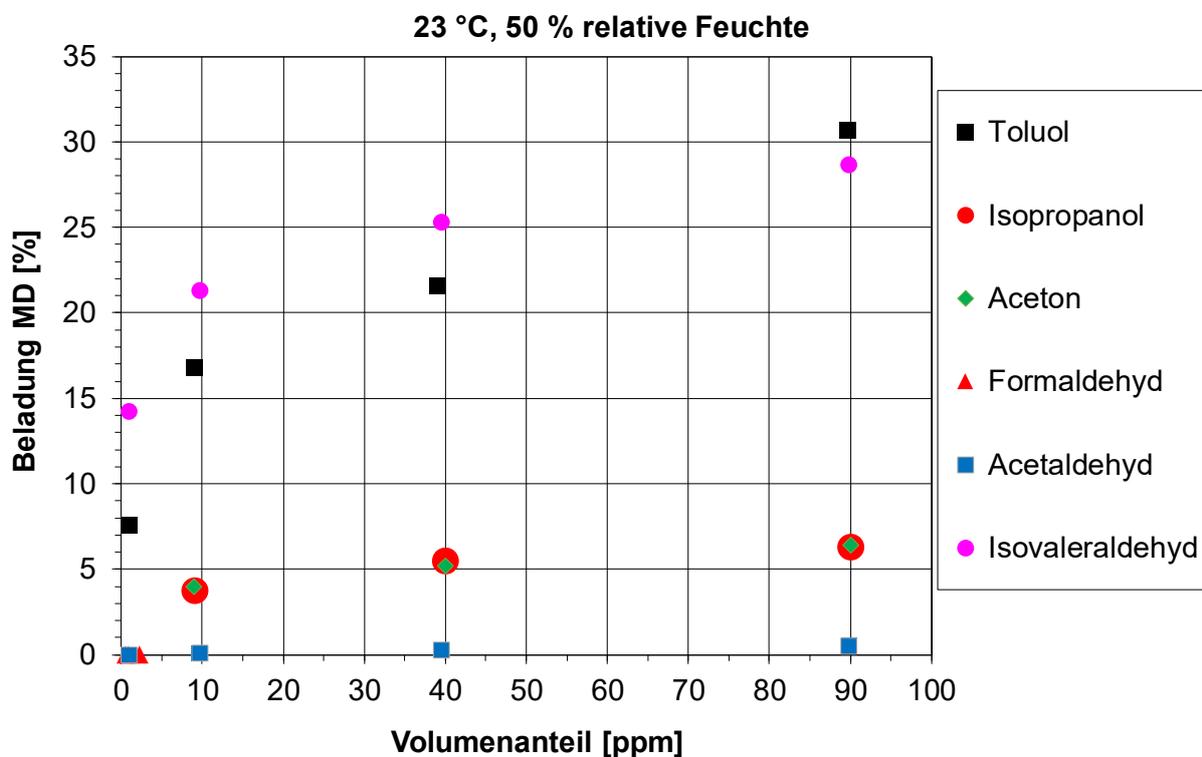


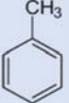
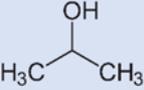
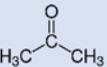
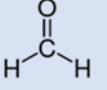
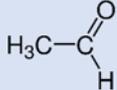
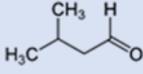
Abbildung 5-25: Vergleich der Isothermenwerte polarer VOC und von Toluol (Medium D, 23 °C)

Um die unterschiedlichen Faktoren, die das Abscheideverhalten der Aktivkohle für die verschiedenen Adsorptive beeinflussen, zu verdeutlichen, sind in Tabelle 5-3 erneut die Stoffeigenschaften der VOC zusammengestellt. Darüber hinaus sind die in der Literatur verfügbaren Werte für das Dipolmoment der Substanzen aufgeführt [D'Ans Lax 1970]. Die bei den Werten für die Dipolmomente angegebenen Temperaturwerte geben an, bei welcher Temperatur das Dipolmoment ermittelt wurde. Die Angaben Gas und Bzl. bedeuten, dass das Dipolmoment entweder in der Gasphase oder in

Lösung mit Benzol bestimmt wurde. Am Ende der Tabelle sind die erzielten Gleichgewichtsbeladungen von den verschiedenen Adsorptiven bei 23 °C und bei einem Volumenanteil von 9 ppm in der Gasphase aufgeführt.

Anhand von Tabelle 5-3 wird deutlich, dass die Kapazitätsunterschiede des Mediums für die verschiedenen VOC nicht auf eine einzelne Stoffeigenschaften zurückzuführen sind. So korreliert die Gleichgewichtsbeladung beispielsweise nicht allein mit dem Dampfdruck, wie beispielsweise der Vergleich der Daten von Isopropanol und Aceton zeigt. Beide Substanzen weisen eine nahezu gleiche Gleichgewichtsbeladung auf, der Dampfdruck von Aceton ist jedoch mehr als fünfmal so groß wie der von Isopropanol.

Tabelle 5-3: Stoffeigenschaften der Adsorptive und von Medium D

Eigen-schaft	Toluol	Iso-propanol	Aceton	Form-aldehyd	Acet-aldehyd	Isovaler-aldehyd
Summen-formel	C ₇ H ₈	C ₃ H ₈ O	C ₃ H ₆ O	CH ₂ O	C ₂ H ₄ O	C ₅ H ₁₀ O
Struktur						
Molmasse [g mol ⁻¹]	92,14	60,10	58,08	30,03	44,10	86,13
Schmpkt [°C]	-95	-88	-95	-117	-123	-51
Sdpkt [°C]	111	82	56	-19	20	92
ρ [g cm ⁻³]	0,87	0,78	0,91	0,82	0,78	0,80
Dampfdruck [hPa]	29,10	42,6	246	4350	1006	61
Löslich-keit [mg l ⁻¹]	520	mischbar mit Wasser	mischbar mit Wasser	leicht löslich in Wasser	mischbar mit Wasser	20.000
Dipol-moment [D]	0,34 25°C Bzl.	1,66 22°C Bzl.	2,81 20-180°C Gas	2,27 147- 247°C Gas	2,68 27- 182°C Gas	2,6 20°C Bzl.
Gleich-gewichts-beladung 9 ppm/23°C [%]	16,82	3,80	4,00	-	0,07	21,31

5.3 Adsorption einzelner polarer Adsorptive an modifizierten Adsorbentien mit verschiedenen Eigenschaften / AS 1.1 (FE 1+2)

Im vorherigen Unterkapitel wurden bereits die Ergebnisse zur Adsorption von unpolaren Kohlenwasserstoffen an verschiedenen Adsorbentien untersucht. In diesem Abschnitt erfolgen diese Versuche an modifizierten Aktivkohlen, sowie an Xerogelen. Die Referenzsubstanz ist wieder Toluol. Insbesondere der Einfluss der Polarität und Wasserlöslichkeit des Adsorptivs stand im Focus.

Als Versuchsbedingungen wurden durchweg 90 ppm des VOC, 23°C, 50% bzw. 90% rel. Feuchte gewählt. Vor der Durchführung dieser Versuche kam es zu einem Personalwechsel, aber auch zu erheblichen Änderungen der Feuchteregelung sowie einer umfangreichen Instandsetzung des Reingas- FID. Nach Wechsel des Personals und einer Reparatur / Wartung der Messtechnik wurden zunächst Wiederholungsversuche durchgeführt. In Abbildung 5-26 und Abbildung 5-27 sind zunächst die Durchbruchskurven (90 ppm Toluol) bei 50% bzw. 90% relativer Feuchte dargestellt. Die Kurven zeigen eine gute Übereinstimmung, wobei die DBK bei 90% rel. F. erheblich durch die Feuchteschwankungen beeinflusst wurde. In der

Abbildung 5-28 sind die dazugehörigen spezifisch adsorbierten Massen (Toluol) dargestellt, welche bei 90% erwartungsgemäß erheblich niedriger ausfällt.

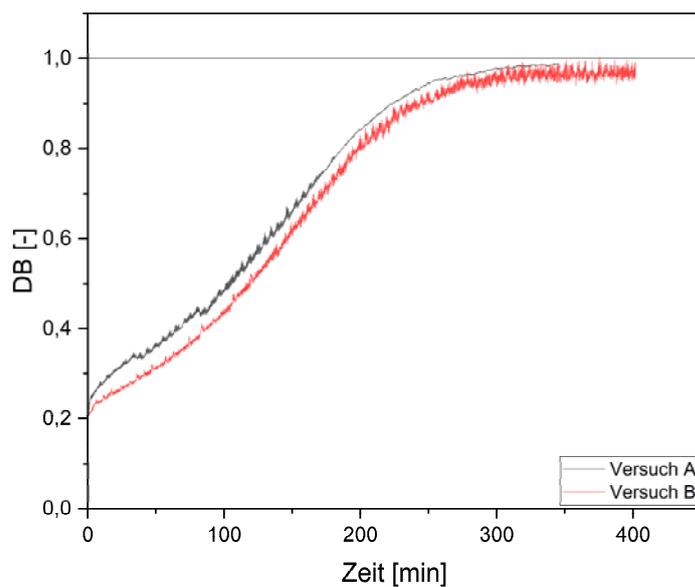


Abbildung 5-26: Durchbruchskurve für Toluol am Medium B (neu) bei 50%

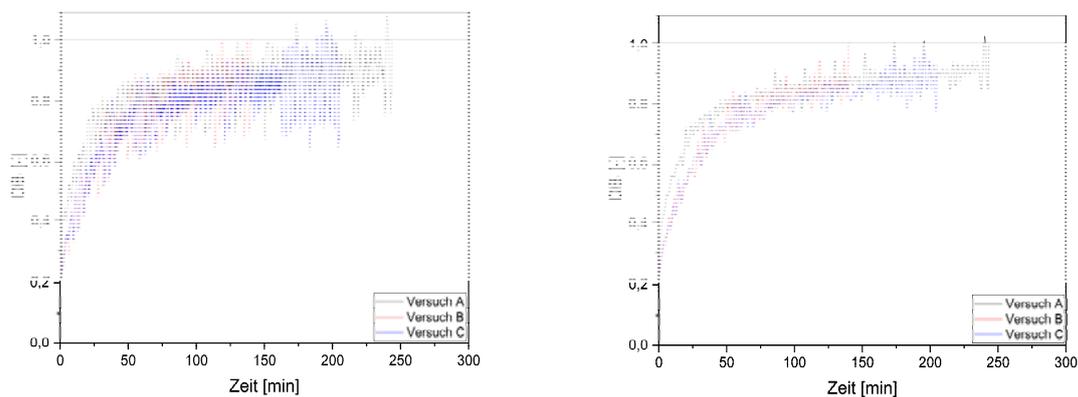


Abbildung 5-27: Durchbruchskurve für Toluol am Medium MB (neu) bei 90% rel. Feuchte (links: Originaldaten; rechts: geglättet)

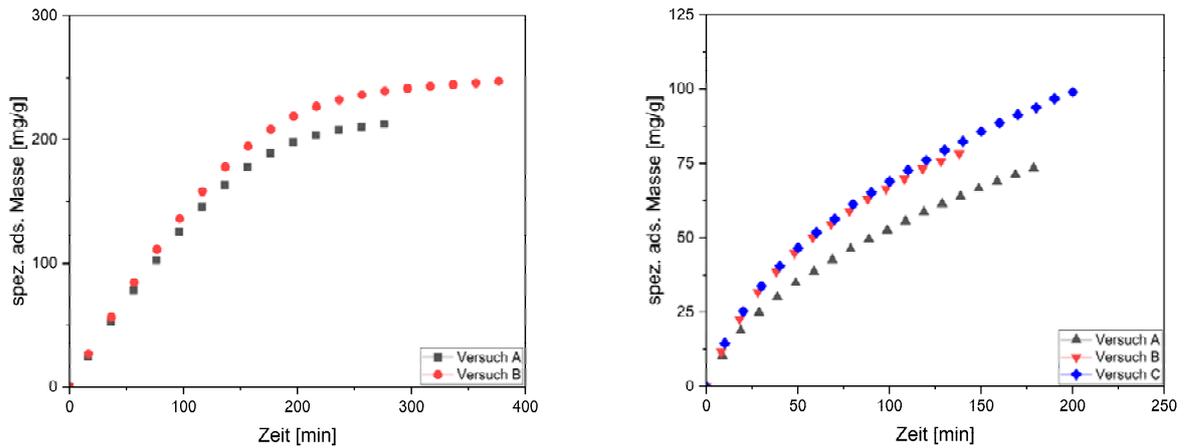


Abbildung 5-28: Spezifische adsorbierte Masse an Toluol (links 50% und rechts 90%)

Um die Aufnahme von VOC mit der Wasseraufnahme vergleichen zu können, wurden bei relativen von 50%, 70% und 90% die Wasseraufnahme gravimetrisch bestimmt. In Abbildung 5-29 ist die spezifisch adsorbierte Wassermasse pro Gramm Aktivkohle als Funktion der Zeit dargestellt. Die AK wurde 2 bzw. 8 Stunden bei 80°C ausgeheizt, im Kanal bei der entsprechenden Feuchte und Temperatur konditioniert und jeweils nach 15 bzw. 30 min. herausgenommen und gewogen.

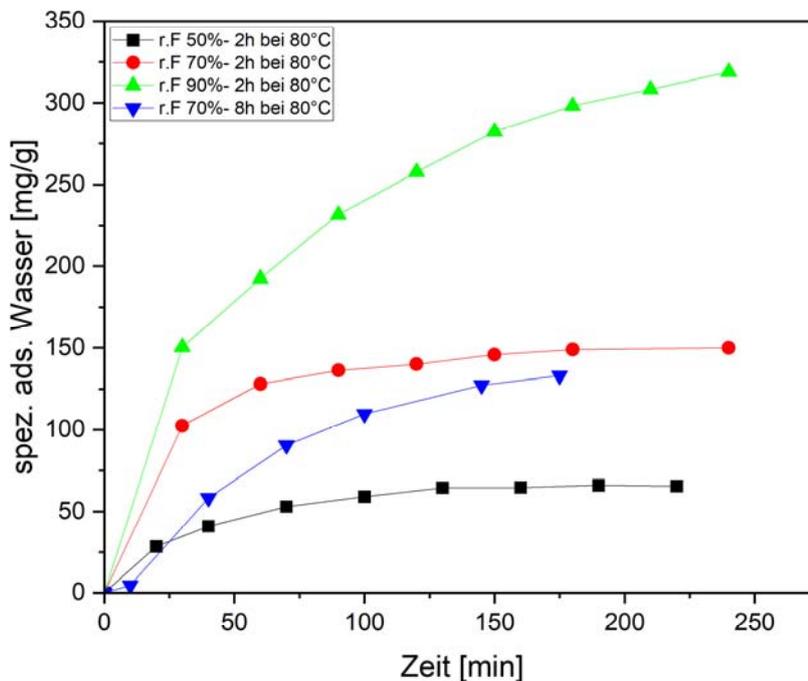


Abbildung 5-29: Spezifische adsorbierte Wassermasse der AK bei 50 bis 90%

5.3.1 Adsorptionsversuche mit modifizierten kommerziellen Aktivkohlen

Die mit Salpetersäure (HNO_3) modifizierte Aktivkohle zeigt deutlich kürzere Durchbruchzeiten (s. Abbildung 5-30 und Abbildung 5-31) und reduzierte spezifische Adsorptionsleistung (s. Abbildung 5-32 und Abbildung 5-33). Allerdings hat die auch Behandlung mit Wasserstoffperoxid (H_2O_2) zu keiner relevanten Verbesserung geführt (s. Abbildung 5-34 bis Abbildung 5-37).

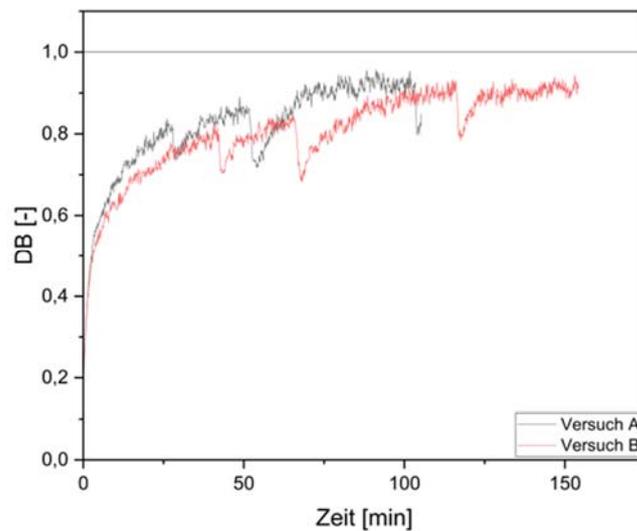


Abbildung 5-30: Vergleich der DBK für Toluol (AK modifiziert mit HNO_3) bei 50%

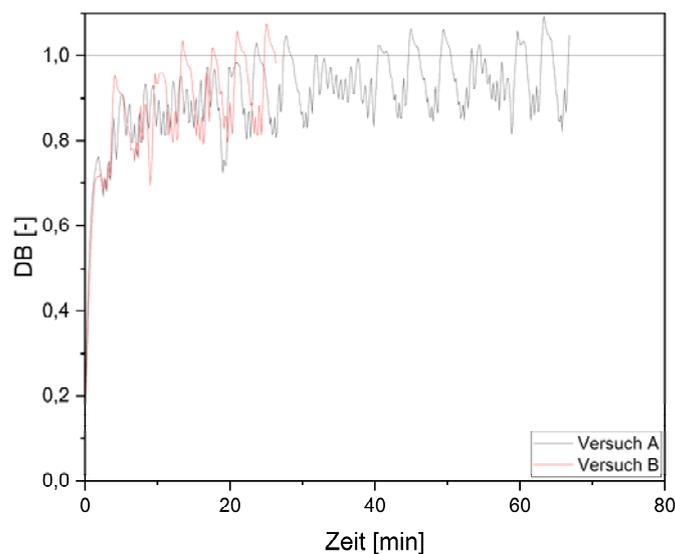


Abbildung 5-31: Vergleich der DBK für Toluol (AK modifiziert mit HNO_3) bei 90%

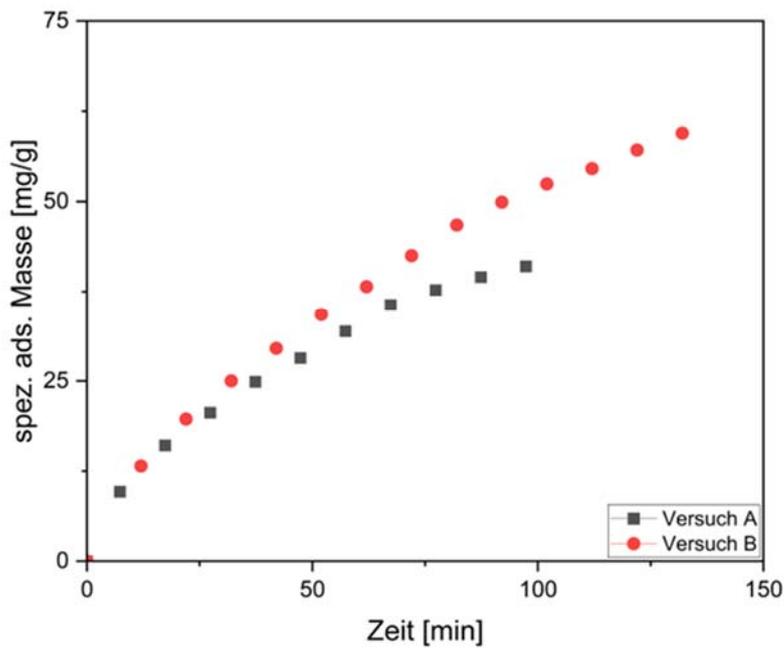


Abbildung 5-32: Spezifische adsorbierte Masse an Toluol (50% Feuchte) (AK modifiziert mit HNO₃)

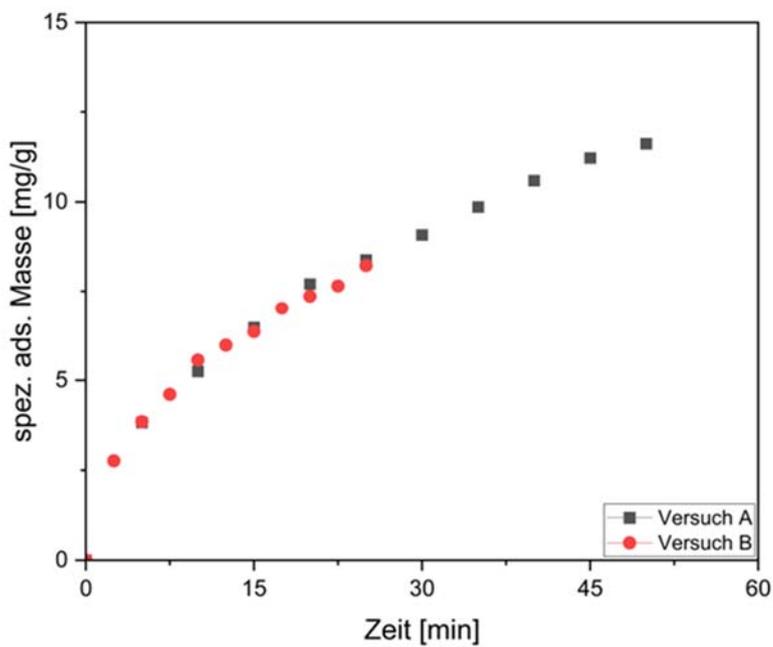


Abbildung 5-33: Spezifische adsorbierte Masse an Toluol (90% Feuchte) von (AK modifiziert mit HNO₃)

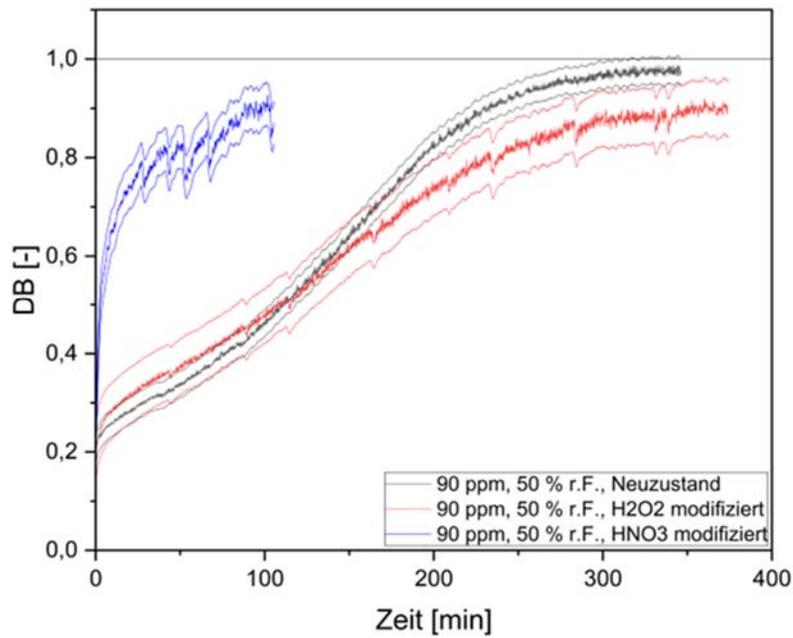


Abbildung 5-34: Vergleich der DBK für Toluol am Medium MD bei 50%

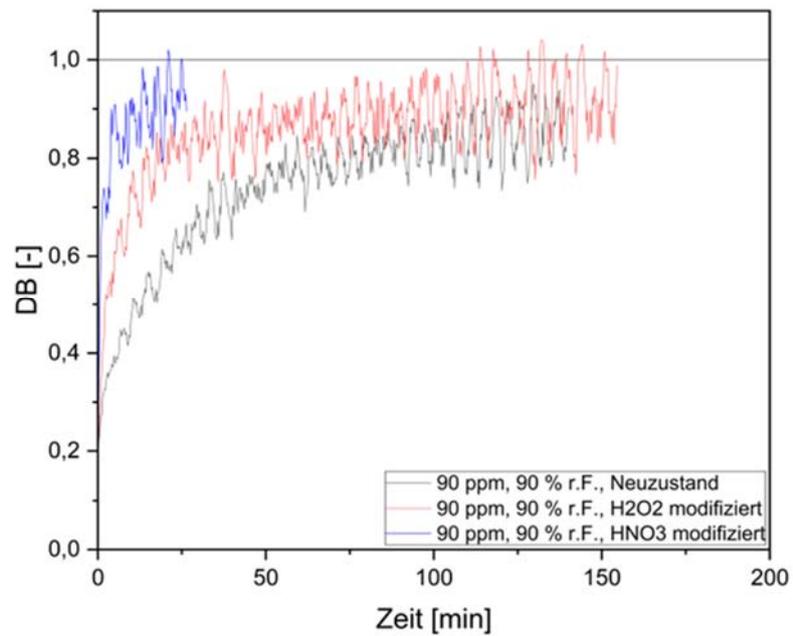


Abbildung 5-35: Vergleich der DBK für Toluol am Medium MD bei 90%

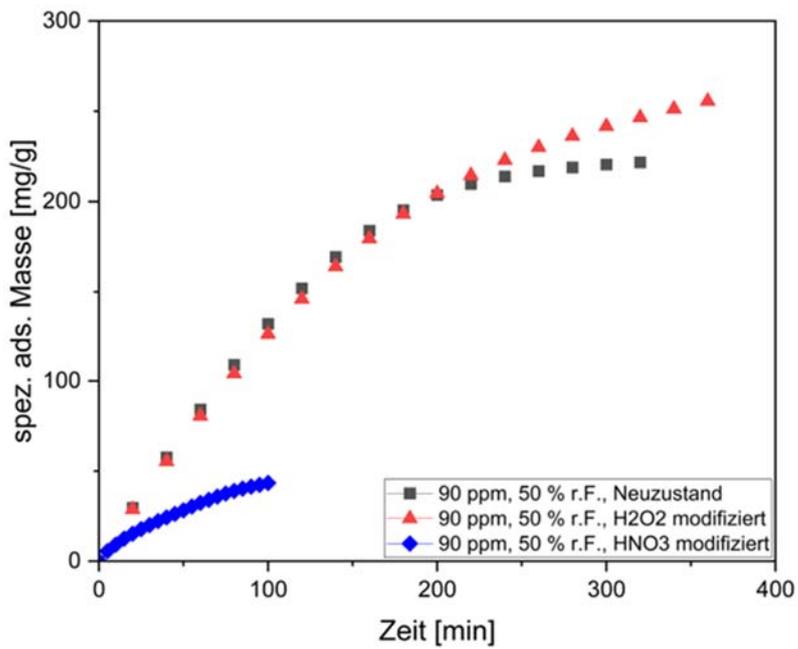


Abbildung 5-36: Spezifische adsorbierte Masse an Toluol bei 50% rel. Feuchte

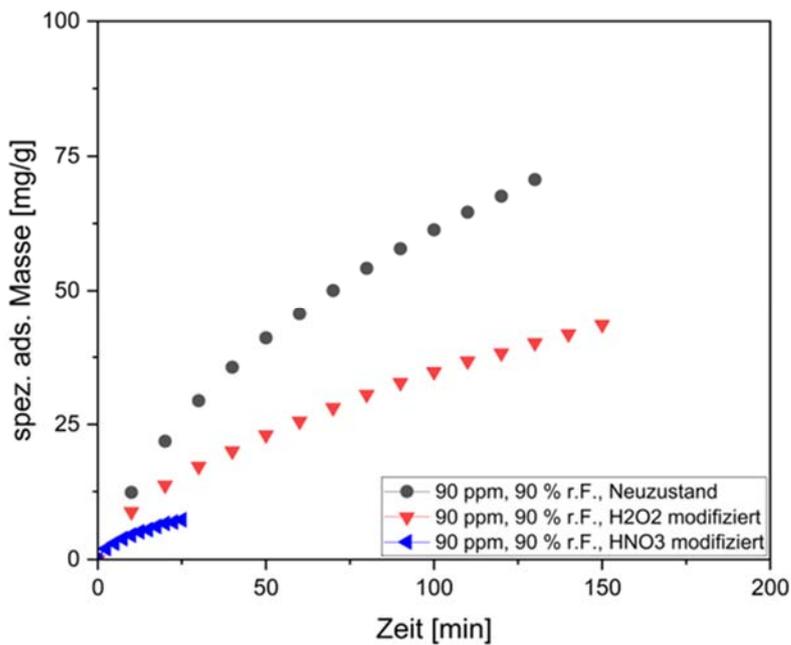


Abbildung 5-37: Spezifische adsorbierte Masse an Toluol bei 90% rel. Feuchte

Mit unbehandelter (Abbildung 5-38 bis Abbildung 5-41) und den beiden modifizierten Aktivkohlen (Abbildung 5-42 und Abbildung 5-43) wurden anschließend Adsorptionsversuche mit Isopropanol (90 ppm IPA) durchgeführt. Auch beim polaren IPA zeigt sich im direkten Vergleich keine Verbesserung (H_2O_2) bzw. sogar eine Verschlechterung (HNO_3) der Adsorptionseigenschaften durch die Modifikation.

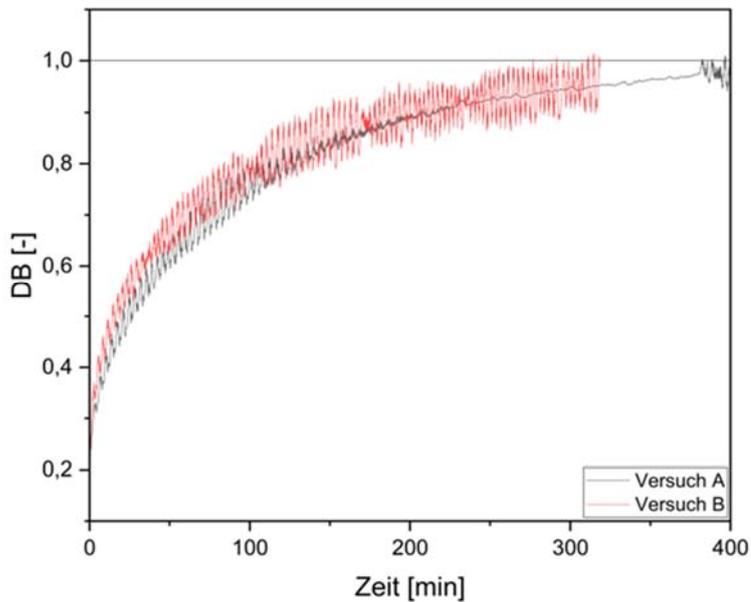


Abbildung 5-38: DBK für IPA am Medium MD (neu) bei 50% rel. Feuchte

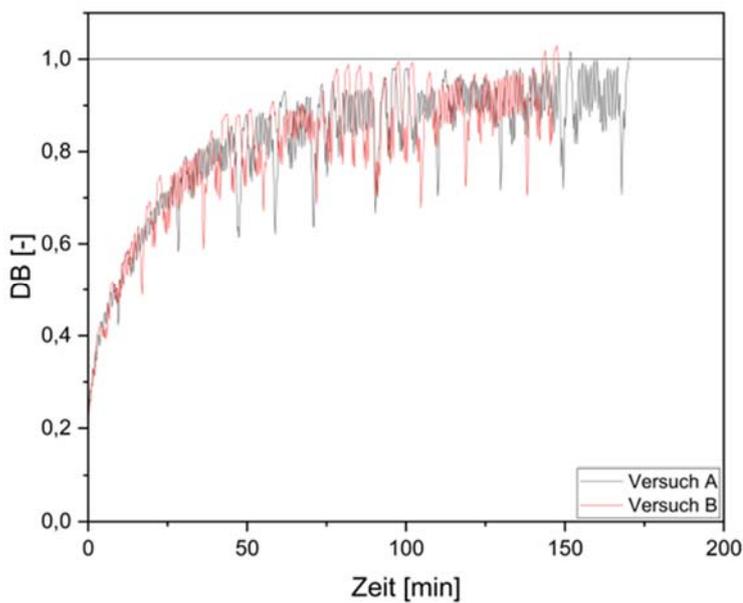


Abbildung 5-39: DBK für IPA am Medium MD (neu) bei 90% rel. Feuchte

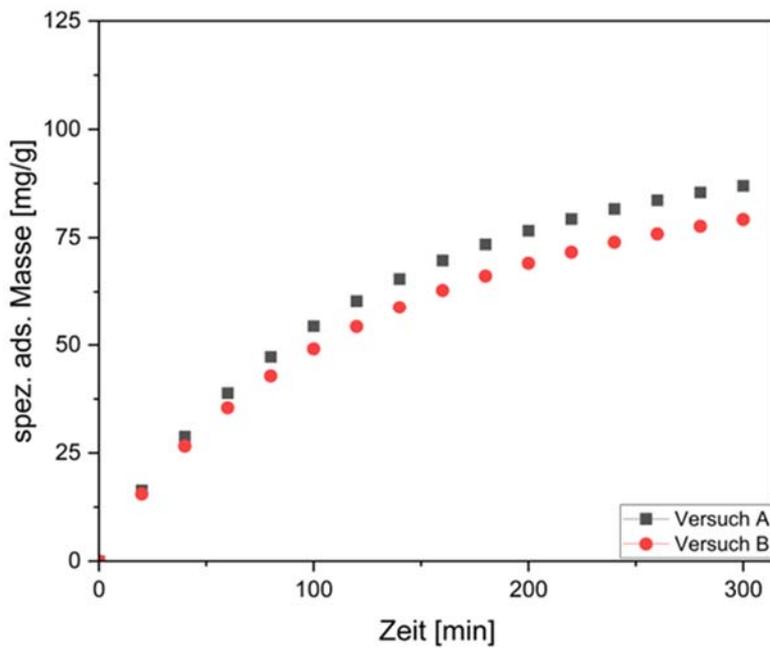


Abbildung 5-40: Spezifische adsorbierte Masse an IPA bei 50% rel. Feuchte

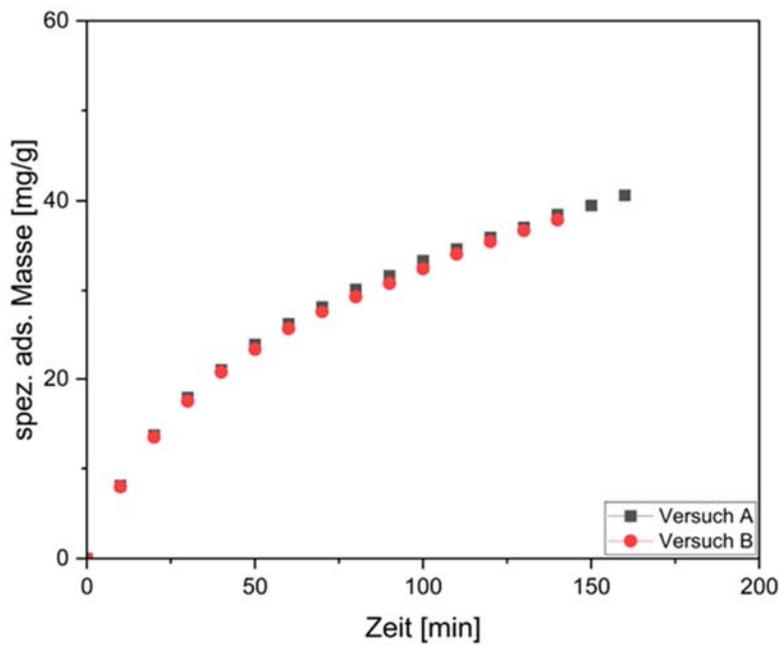


Abbildung 5-41: Spezifische adsorbierte Masse an Isopropanol bei 90% rel. Feuchte

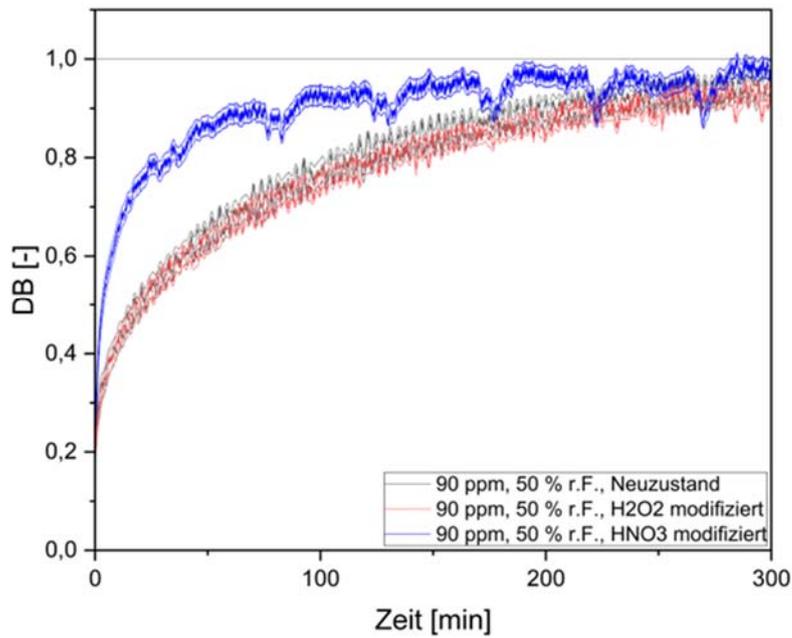


Abbildung 5-42: DBK für Isopropanol am Medium MD (neu bzw. modifiziert) bei 50%

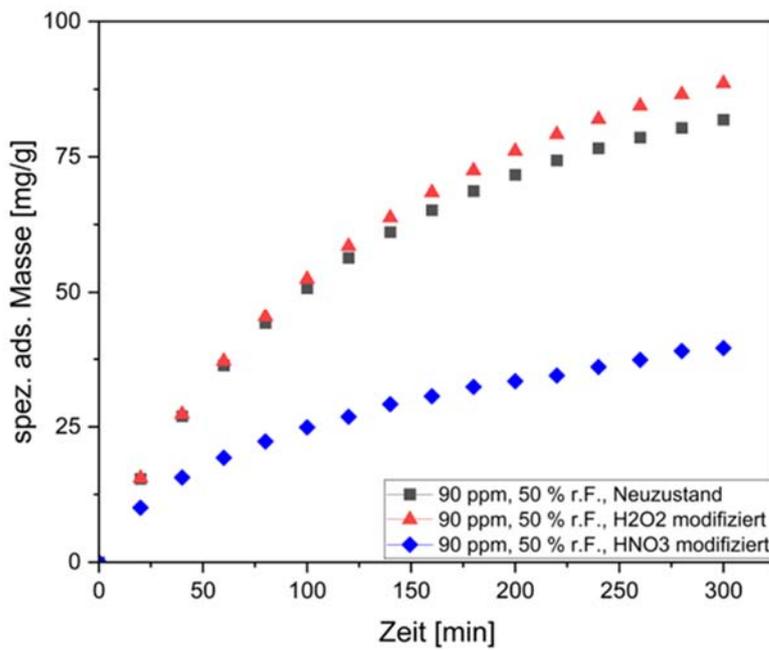


Abbildung 5-43: Spezifische adsorbierte Masse an IPA bei 50% rel. Feuchte

Nachdem die bisherigen Modifikationen keine signifikante Verbesserung der Adsorptionseigenschaften bewirken konnten, wurde als letzte Modifikation eine Hitzebehandlung bei hoher Temperatur an der FE3 durchgeführt (Defunktionalisierung). Im Anschluss wurden die behandelten Aktivkohlen (Medium MD und Kugelskohle) erneut an der FE1 vermessen und mit den Ergebnissen im Neuzustand verglichen.

Abbildung 5-44 zeigt, dass sich das Adsorptionsvermögen für Isopropanol bei der Kugelskohle nach der Hitzebehandlung geringfügig verbessert hat. Der Durchbruch erfolgt deutlich später als im Neuzustand.

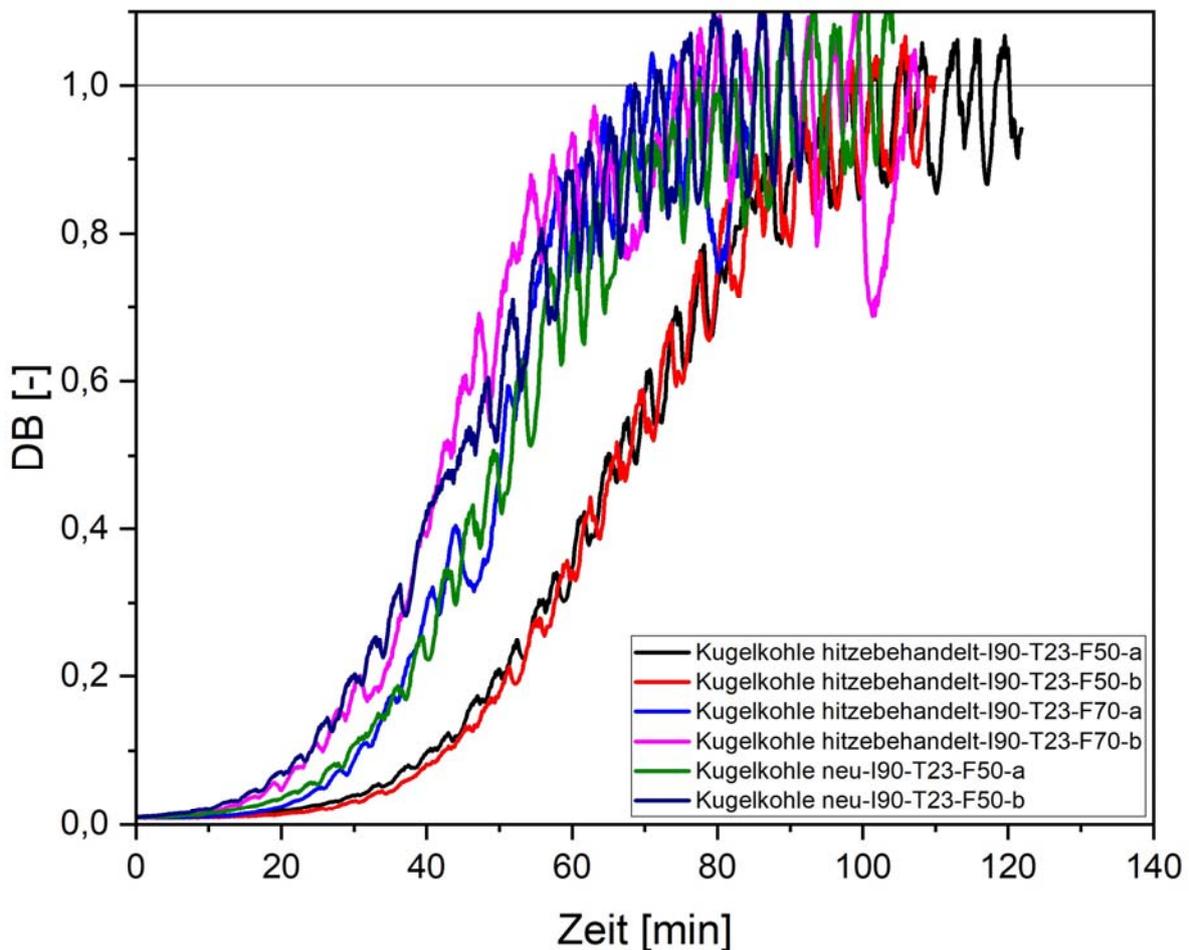


Abbildung 5-44: Vergleich der DBK für Isopropanol (90ppm) an Kugelskohle im Neuzustand (50% r.F.) und an der mit Hitze modifizierten Kugelskohle (50% und 70% r. F.)

Für Toluol bewirkt die Hitzebehandlung hingegen eine leichte Verschlechterung der Adsorptionseigenschaften (Abbildung 5-45).

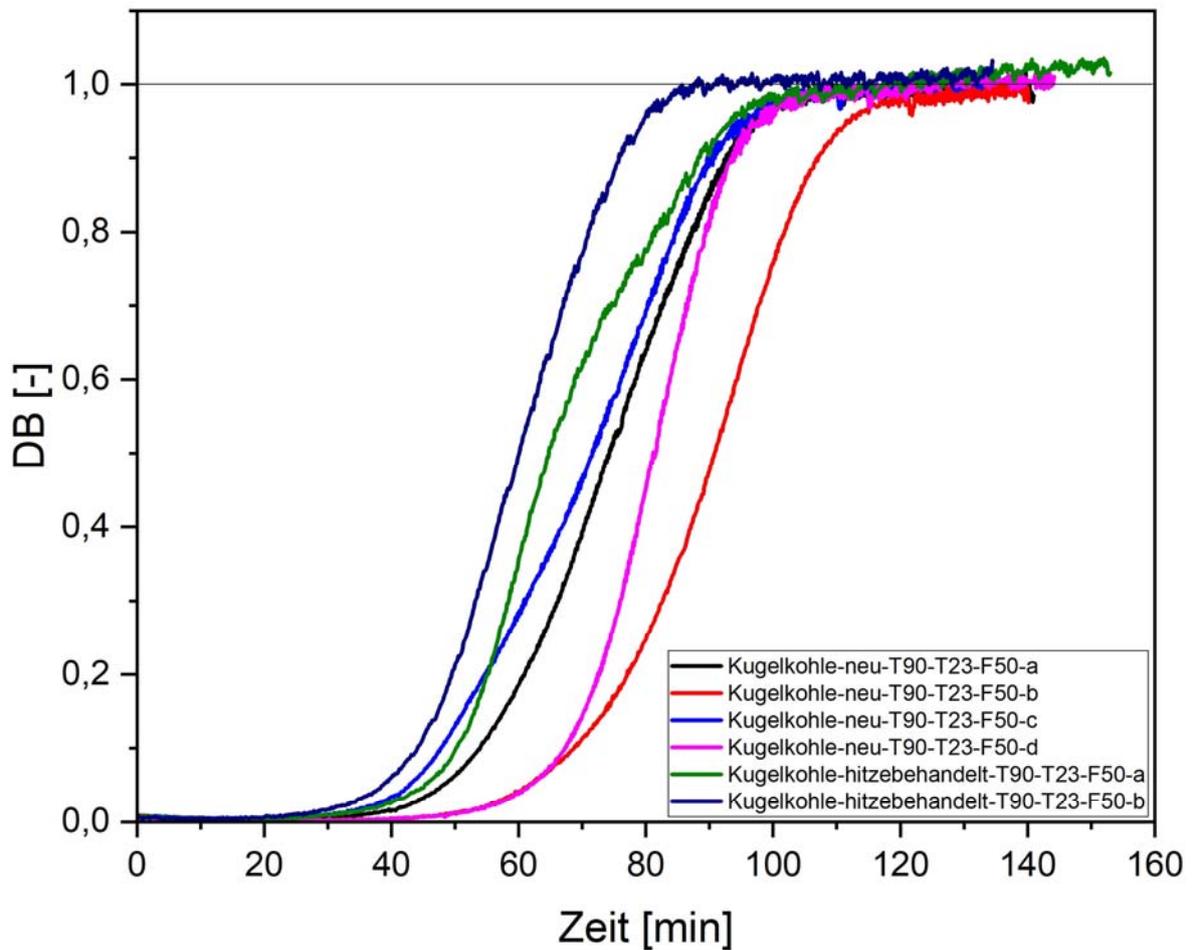


Abbildung 5-45: Vergleich der DBK für Toluol (90ppm) an Kugelkohle im Neuzustand (50% r.F.) und an der mit Hitze modifizierten Kugelkohle (50% r. F.)

Bei Medium MD ist durch die Hitzebehandlung weder bei Isopropanol noch bei Toluol eine Änderung der Adsorptionsfähigkeit festzustellen. Die Kurvenverläufe sind nahezu identisch (Abbildung 5-46 und Abbildung 5-47).

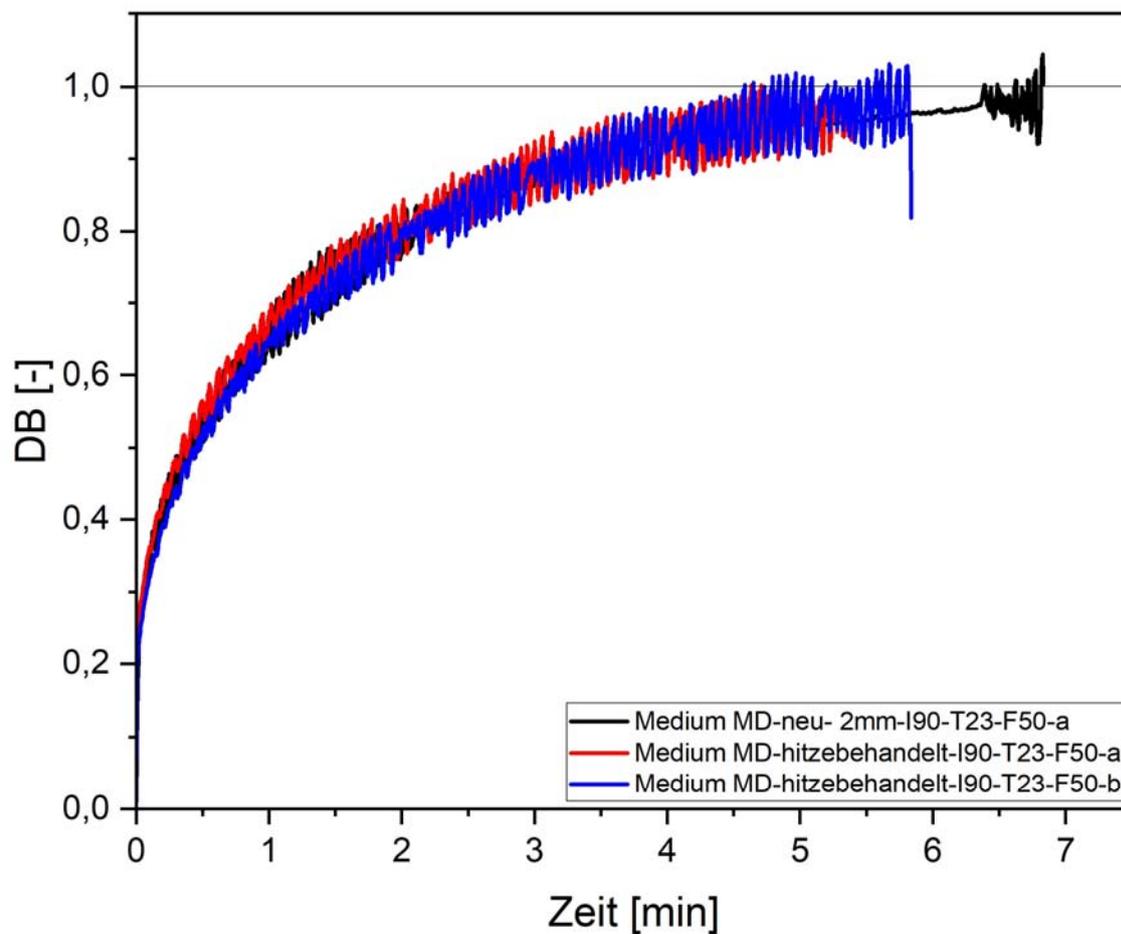


Abbildung 5-46: Vergleich der DBK für Isopropanol (90ppm) an Medium MD im Neuzustand (50% r.F.) und an dem mit Hitze modifizierten Medium MD (50% r. F.)

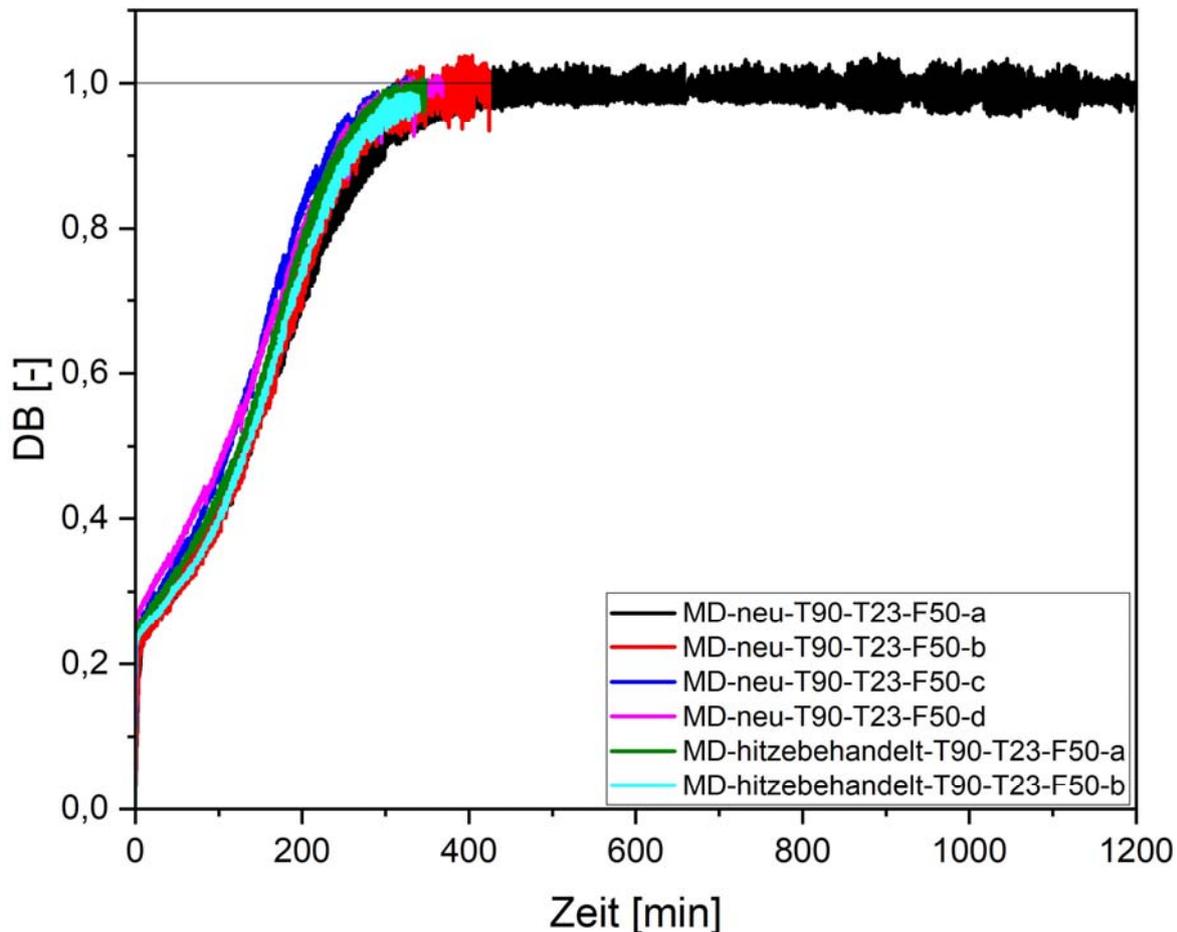


Abbildung 5-47: Vergleich der DBK für Toluol (90ppm) an Medium MD im Neuzustand (50% r.F.) und an dem mit Hitze modifizierten Medium MD (50% r. F.)

5.3.2 Adsorptionsversuche mit Xerogelen sowie Kugelkohle

Für die nachfolgenden Versuche wurden an der FE 3 Xerogele hergestellt und teilweise modifiziert (siehe 5.10). Beide Varianten wurden der FE 1 und 2 für Adsorptionsversuche mit unterschiedlichen Adsorptiven zur Verfügung gestellt. Zunächst wurden Adsorptionsversuche mit 90 ppm Toluol bei 50% rel. Feuchte durchgeführt (Abbildung 5-48). Da nur sehr wenig Ausgangsmaterial zur Verfügung stand, wurde die verwendete Masse von zunächst $m = 2\text{g}$ auf ca. 1g reduziert. Damit konnte immer noch eine recht gleichmäßige Schüttschicht auf dem Siebboden des Adsorbers erzielt werden und gleichzeitig waren Wiederholungsversuche möglich.

Die spezifisch adsorbierte Masse ist in Abbildung 5-49 dargestellt. Im direkten Vergleich zu den Messwerten bei den kommerziellen Aktivkohlen werden mit dem Xerogel höhere Werte erreicht (350 - 500 mg (Toluol)/ g(AK)).

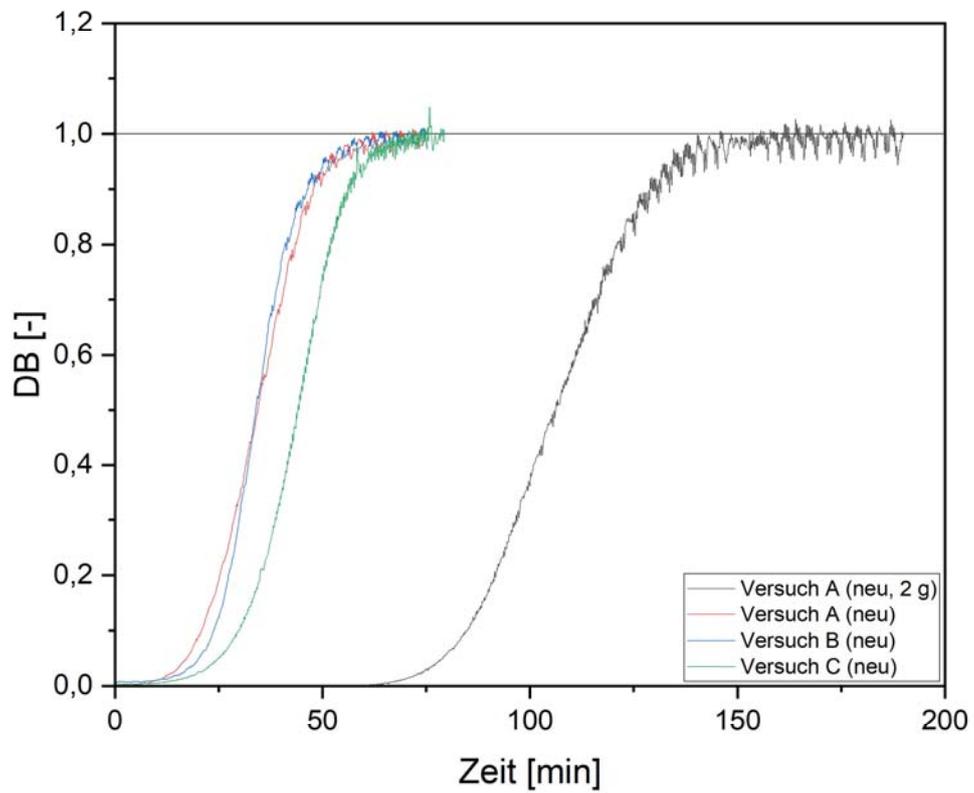


Abbildung 5-48: DBK für Toluol (90ppm) am Xerogel bei 50% rel. Feuchte

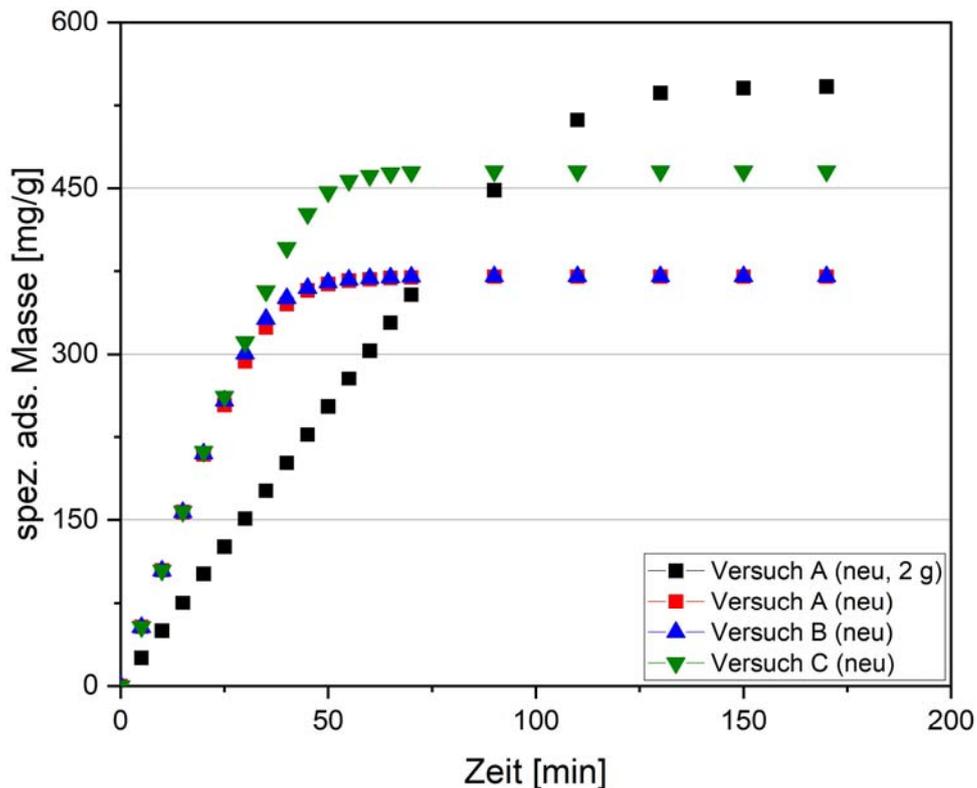


Abbildung 5-49: spez. adsorbierte Masse DBK für Toluol (90ppm) am Xerogel bei 50% rel. Feuchte

Im weiteren Verlauf des Projekts wurden Adsorptionsversuche mit IPA (90ppm) bei unterschiedenen rel. Feuchten (50%, 70% und 90%) durchgeführt.

Im Vergleich zu den Versuchen mit Toluol ist die spezifische adsorbierte Masse stark reduziert (Abbildung 5-50).

Bei den Versuchen mit unterschiedlicher Feuchte konnte lediglich bei einer relativen Feuchte von 90% eine geringfügig kürzere Durchbruchzeit bzw. eine minimal reduzierte spezifische adsorbierte Masse festgestellt werden (Abbildung 5-51 und Abbildung 5-52). Das Adsorptionsvermögen dieses Xerogels scheint für IPA somit weitestgehend unabhängig von der rel. Feuchte zu sein.

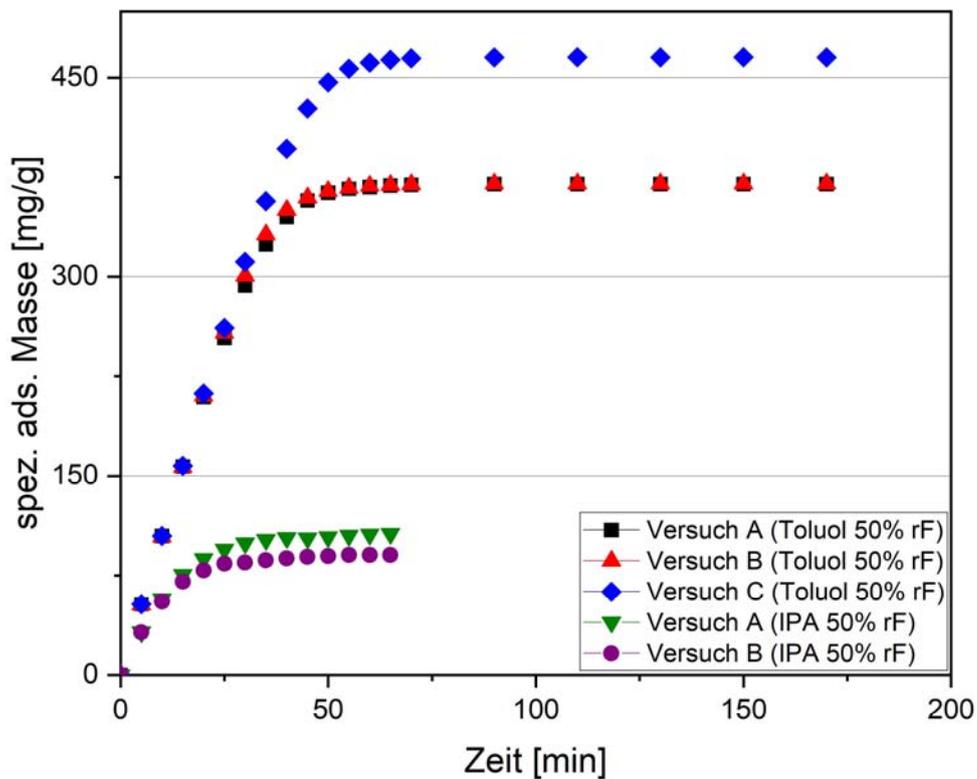


Abbildung 5-50: Vergleich der spez. ads. Masse für IPA (90ppm) und Toluol (90ppm) am Xerogel (Neuzustand) bei 50% rel. Feuchte

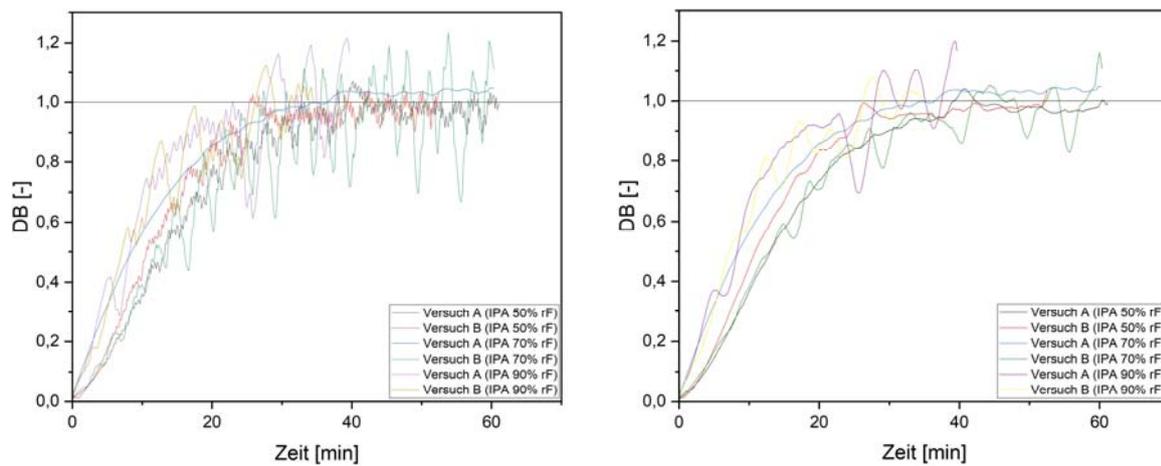


Abbildung 5-51: Vergleich der DBK für IPA (90ppm) am Xerogel (Neuzustand) bei 50 - 90% rel. Feuchte (links: Messdaten, rechts: geglättet)

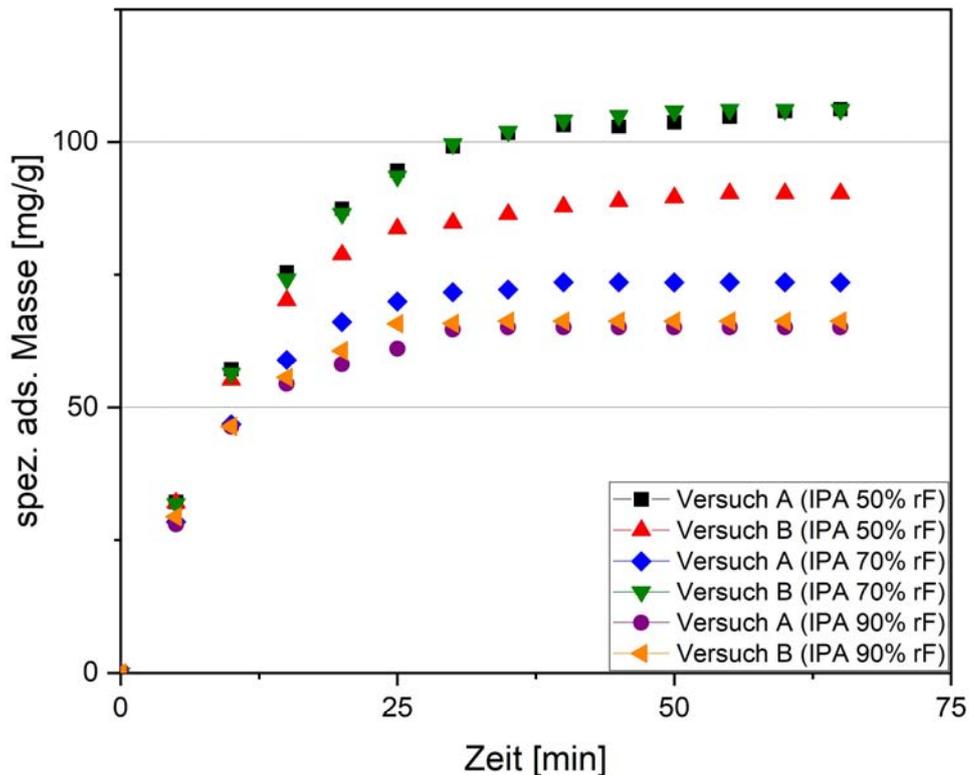


Abbildung 5-52: Vergleich der spez. ads. Masse für IPA (90ppm) am Xerogel (Neuzustand) bei 50%, 70% und 90 % rel. Feuchte

Des Weiteren wurden Adsorptionsversuche mit einer aus einem Ionenaustauscherharz hergestellten Kugelnkohle bei unterschiedlichen rel. Feuchten (50%, 70% und 90%) durchgeführt und diese Ergebnisse mit denen an Xerogel verglichen. Bei gleicher Einwaage von 2 g (und sonst gleichen Randbedingungen) erfolgt der Durchbruch für das Xerogel später (s. Abbildung 5-55), es ist also besser geeignet, um das unpolare Toluol abzuscheiden als die Kugelnkohle.

Die nächste Abbildung 5-56 zeigt die Versuchsergebnisse von jeweils 4 Versuchen bei 50 % und bei 70 %; es ergeben sich nur geringe Unterschiede in Abhängigkeit von der relativen Feuchte im Rahmen der Messgenauigkeit. In Abbildung 5-57 sind die Mittelwerte für die 4 Messungen bei 50 % und bei 70 % sowie der Mittelwert von 2 Messungen bei 90% dargestellt. Wie erwartet erfolgt der Durchbruch bei 90 % schneller, die Schwankungen in der DBK ergeben sich aus den Feuchteschwankungen.

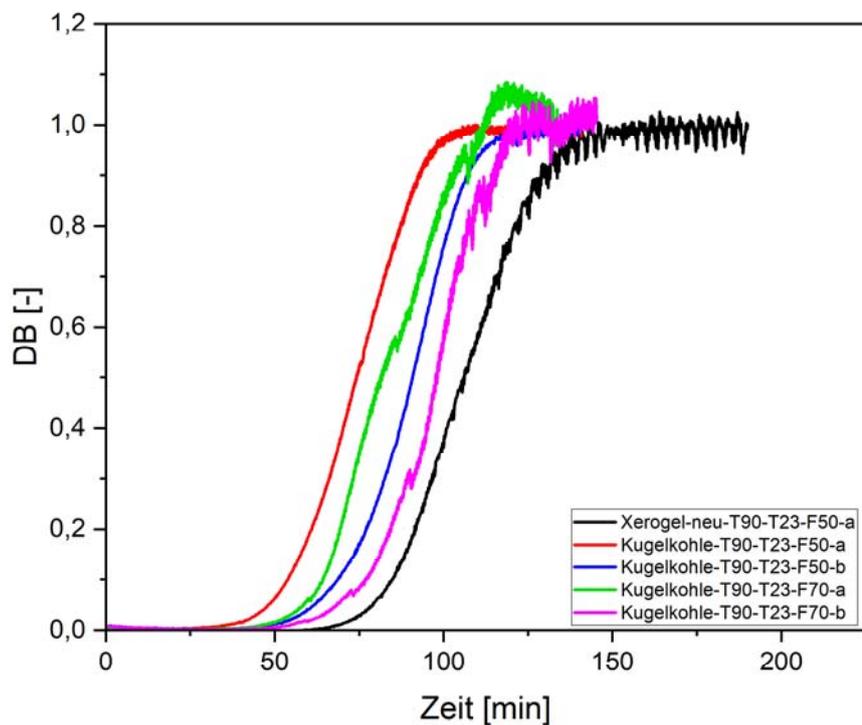


Abbildung 5-53: Vergleich der DKV für 90 ppm Toluol bei 50% und 70% rel. Feuchte

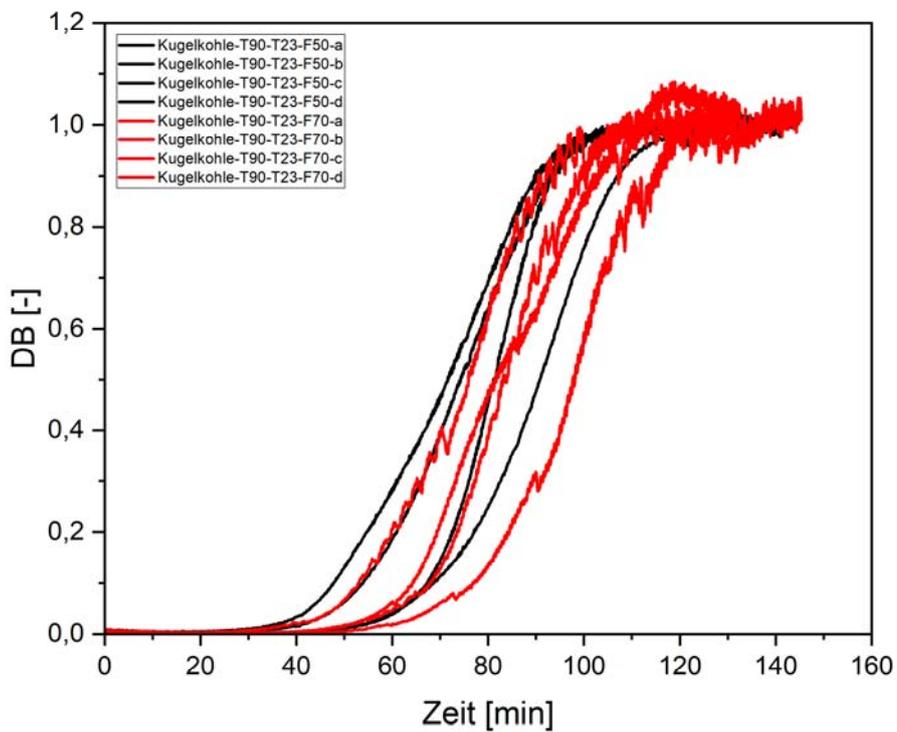


Abbildung 5-54: Vergleich der DKV für 90 ppm Toluol bei 50% und 70% rel. Feuchte

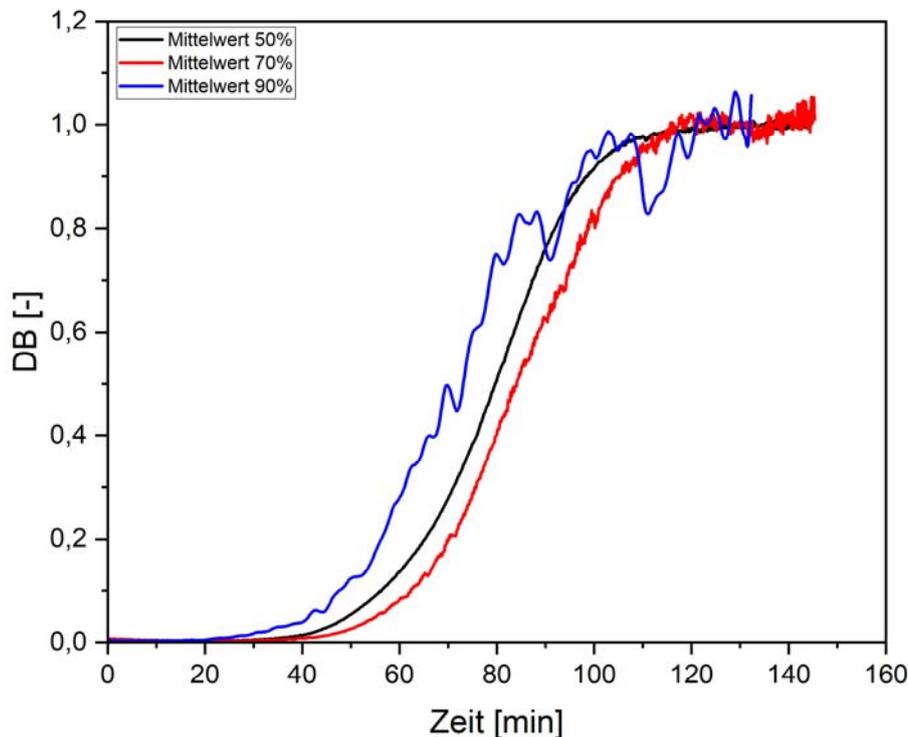


Abbildung 5-55: Vergleich der DKV für Toluol bei 50% bis 90% rel. Feuchte

Darüber hinaus wurden Adsorptionsversuche mit Isopropanol und Aceton an Kugelskohle bei unterschiedlichen rel. Feuchten (50%, 70% und 90%) durchgeführt.

Bei Isopropanol wie auch bei Aceton ergeben sich kaum Unterschiede zwischen 50 % und 70 % relativer Feuchte (s. Abbildung 5-61 und Abbildung 5-62). Bei 90% erfolgt der Durchbruch mit Isopropanol schneller, die Poren der Kugelskohle sind vermutlich zu einem erheblichen Anteil mit Wasser gefüllt.

In Abbildung 5-63 werden die DBK für Aceton des Xerogels mit der Kugelskohle verglichen. Die KK hat einen späteren Durchbruch und ist damit besser geeignet als das Xerogel für das polare VOC Aceton.

In den Abbildung 5-64 und Abbildung 5-65 sind die spezifisch adsorbierten Massen für die VOC Toluol, Isopropanol und Aceton für die Kugelskohle und für das Xerogel dargestellt. Bei der Kugelskohle ergeben sich deutliche Unterschiede. Während die spezifisch adsorbierte Masse für Toluol bei ca. 375 mg/g sind es beim IPA ca. 140 mg/g und beim Aceton nur ca. 75 mg/g. Bei den Versuchen mit dem Xerogel sind es zum Vergleich (Toluol ca. 450 mg/g; IPA ca. 80mg/g; Aceton ca. 30 mg/g). Im Fazit ist

das Xerogel weniger gut geeignet um polare VOC abzuscheiden als eine bereits verfügbare Kohle.

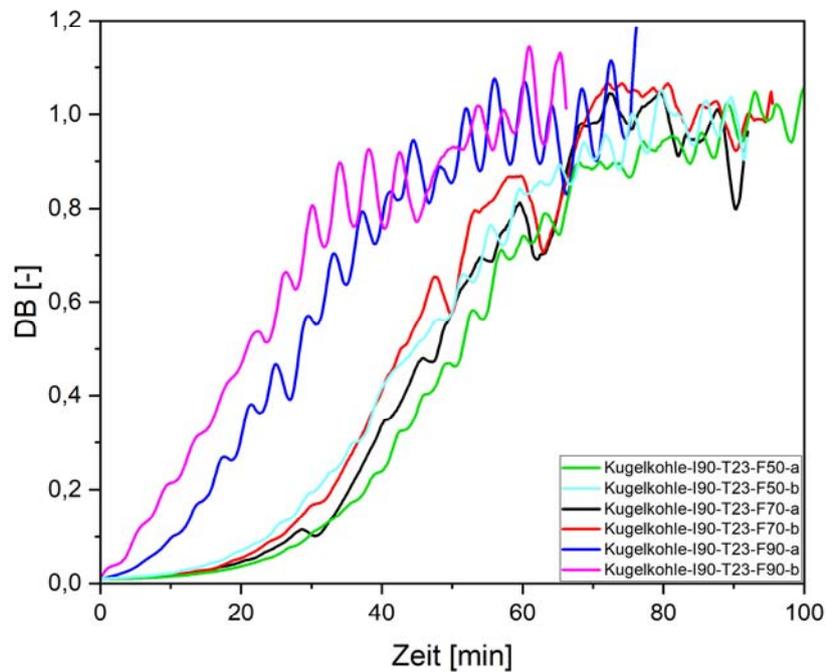


Abbildung 5-56: Vergleich der DKV für 90 ppm Isopropanol bei 50% bis 70% rel. Feuchte

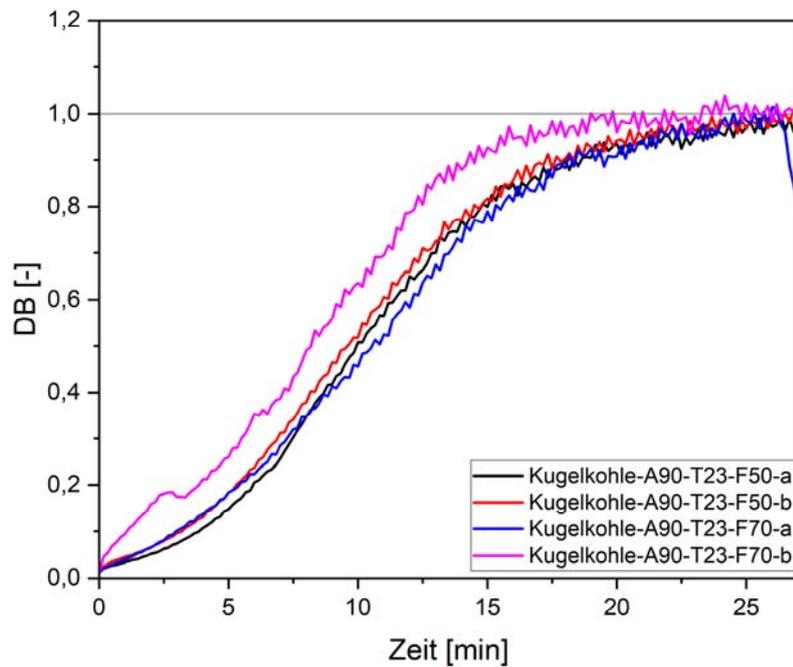


Abbildung 5-57: Vergleich der DKV für 90 ppm Aceton bei 50% und 70% rel. Feuchte

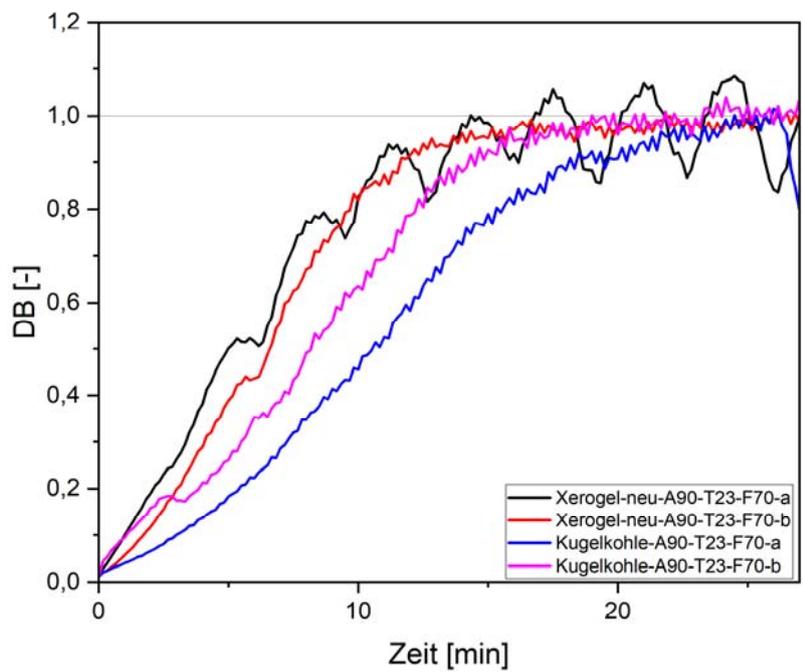


Abbildung 5-58: Vergleich der DKV für 90 ppm Aceton bei 50% und 70% rel. Feuchte

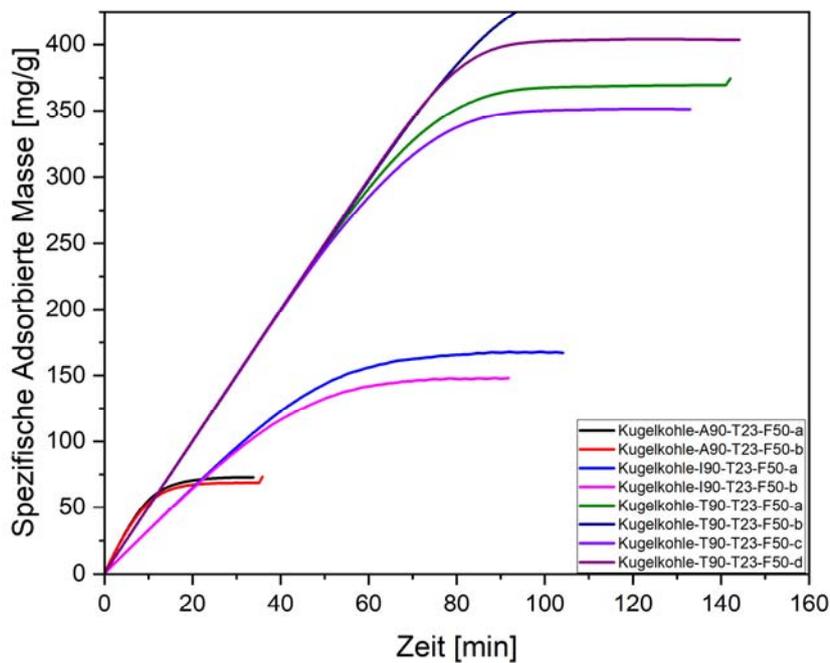


Abbildung 5-59: Vergleich der spezifisch adsorbierte Massen Aceton, IPA und Toluol

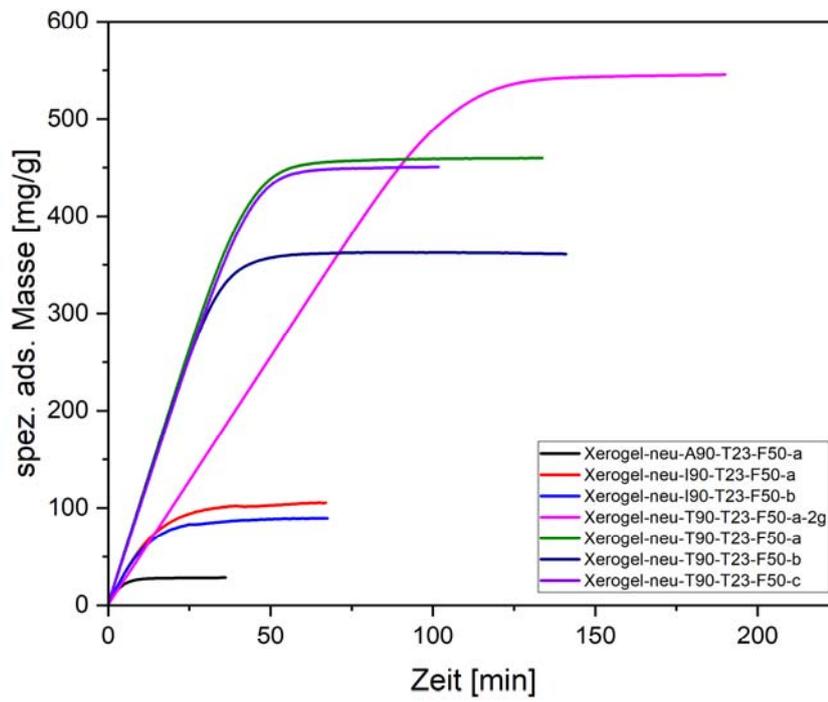


Abbildung 5-60: Vergleich der spezifisch adsorbierten Massen für das Xerogel

5.3.3 Adsorptionsversuche mit modifizierten Xerogelen

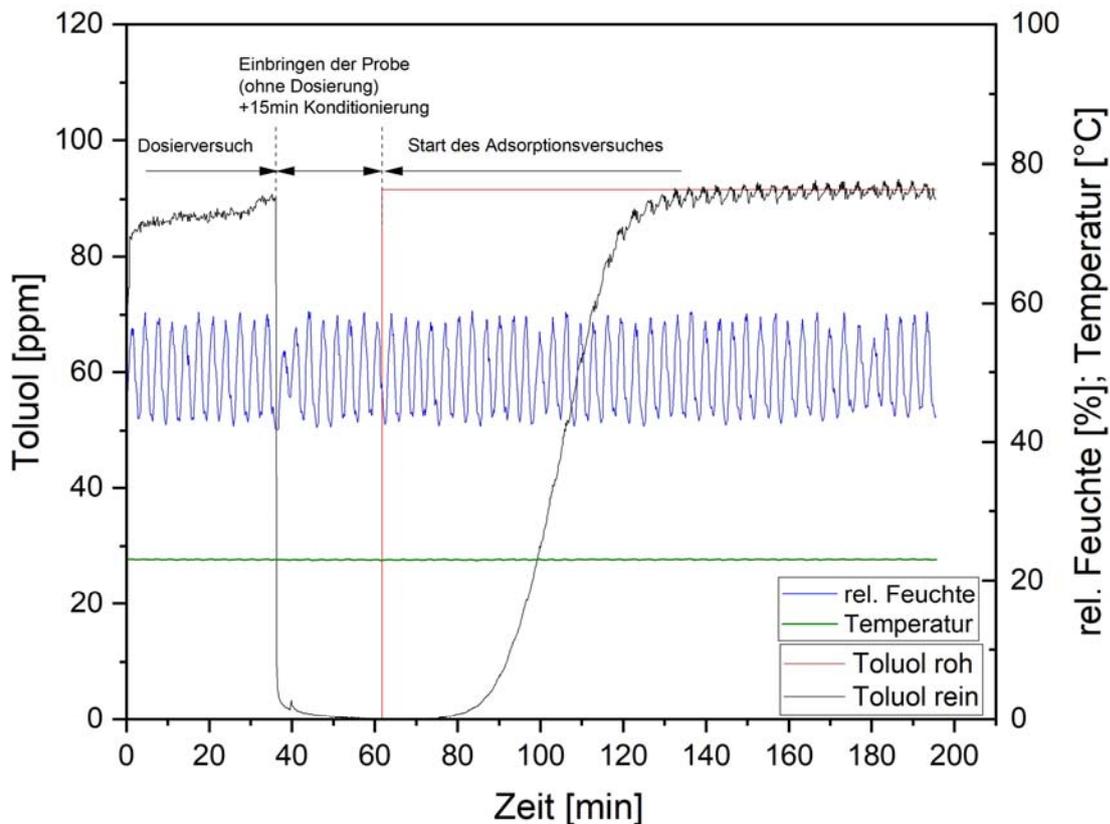


Abbildung 5-61: Darstellung der Feuchte, Temperatur und der VOC-Konzentration (Xerogelneu-Toluol 90ppm)

In Abbildung 5-61 ist der sehr konstante Verlauf der Temperatur (Sollwert 23°C) und die Schwankungen der rel. Feuchte (Sollwert 50%) dargestellt. Außerdem ist der Verlauf der Reingaskonzentration ab Dosierung aufgezeichnet. Während der Einstellung der gewünschten VOC-Konzentration ist keine Probe im Bypass. Die Dosierung wird unterbrochen, die Probe eingesetzt und 15 min konditioniert und dann startet die Dosierung mit den zuvor ermittelten Einstellungen. Der gemessene Anfangsdurchbruch ist Null, ca. 30 min nach Versuchsbeginn steigt die Toluolkonzentration schnell auf 90 ppm an.

Bei den modifizierten Xerogelen kommt es unerwarteterweise während der Konditionierung zu einer erheblichen VOC-Freisetzung (Markierung in Abbildung 5-62 und Abbildung 5-63). Bei den mit Wasserstoffperoxid (H_2O_2) modifizierten Xerogelen fällt eine leicht verkürzte Durchbruchzeit für Toluol (90ppm, 50% rel. Feuchte) im Vergleich zum unbehandelten Xerogel auf (Abbildung 5-64 und Abbildung 5-66). Die spezifisch adsorbierte Masse ist dementsprechend auch geringfügig reduziert (siehe Abbildung 5-65 und Abbildung 5-67).

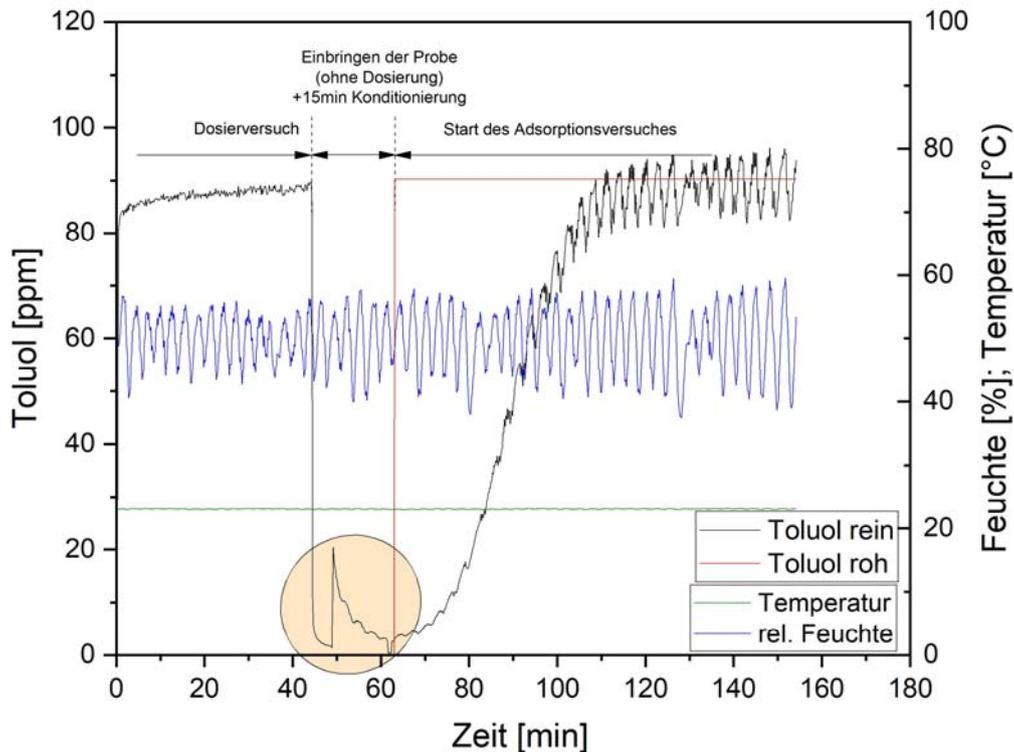


Abbildung 5-62: Darstellung der Feuchte, Temperatur und der VOC- Konzentration (Xerogel-H2O2-Toluol 90ppm)

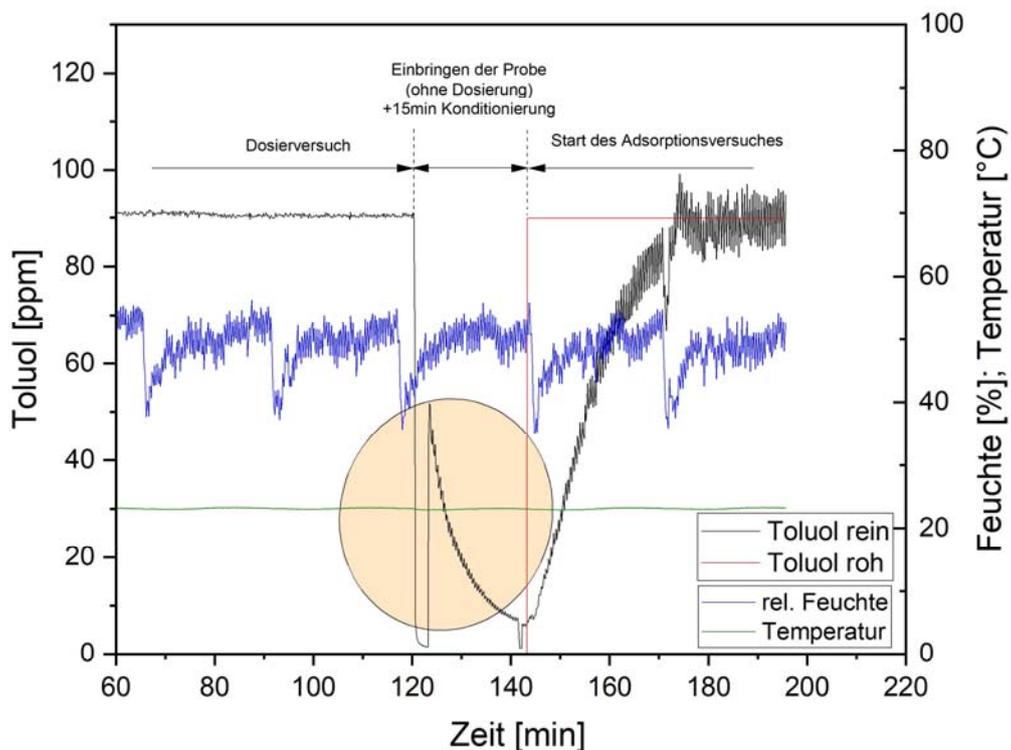


Abbildung 5-63: Darstellung der Feuchte, Temperatur und der VOC- Konzentration (Xerogel-H2O2-IPA 90ppm)

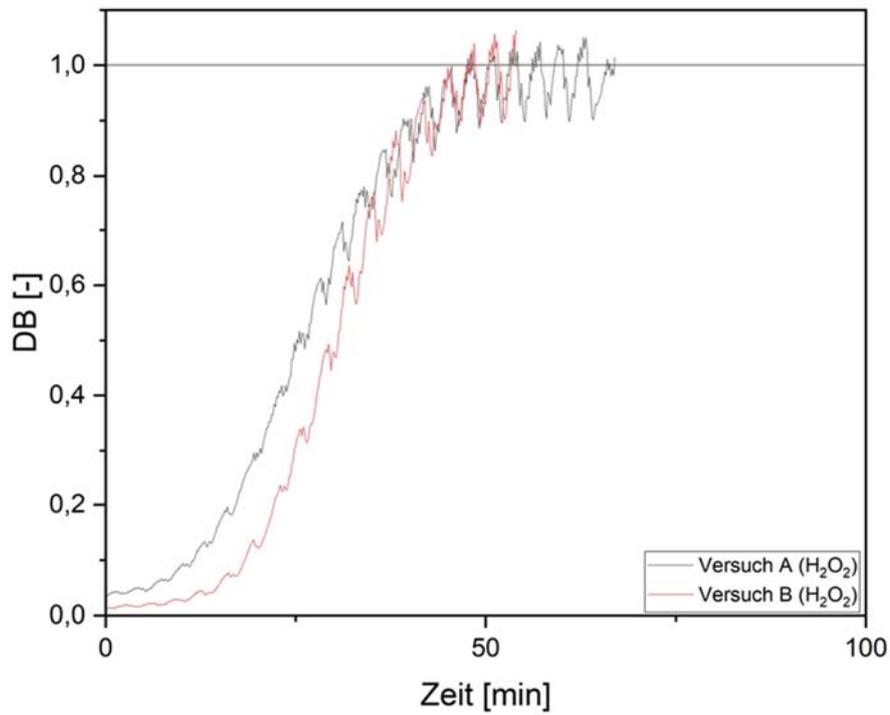


Abbildung 5-64: DBK für Toluol (90ppm) am modifizierten Xerogel (H₂O₂) bei 50% rel. Feuchte

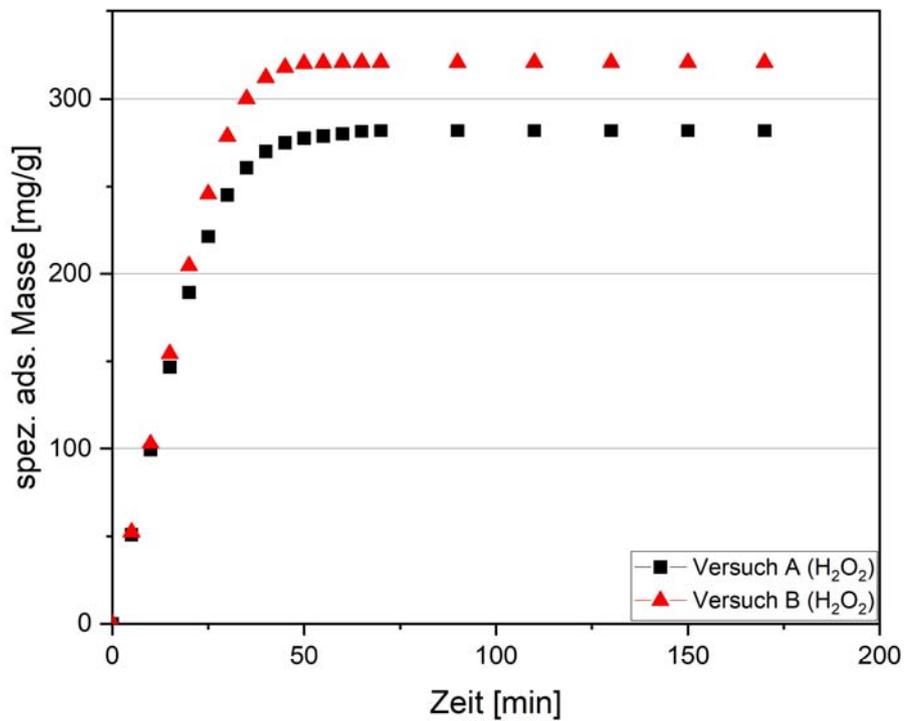


Abbildung 5-65: spez. adsorbierte Masse für Toluol (90ppm) am modifizierten Xerogel (H₂O₂) bei 50% rel. Feuchte

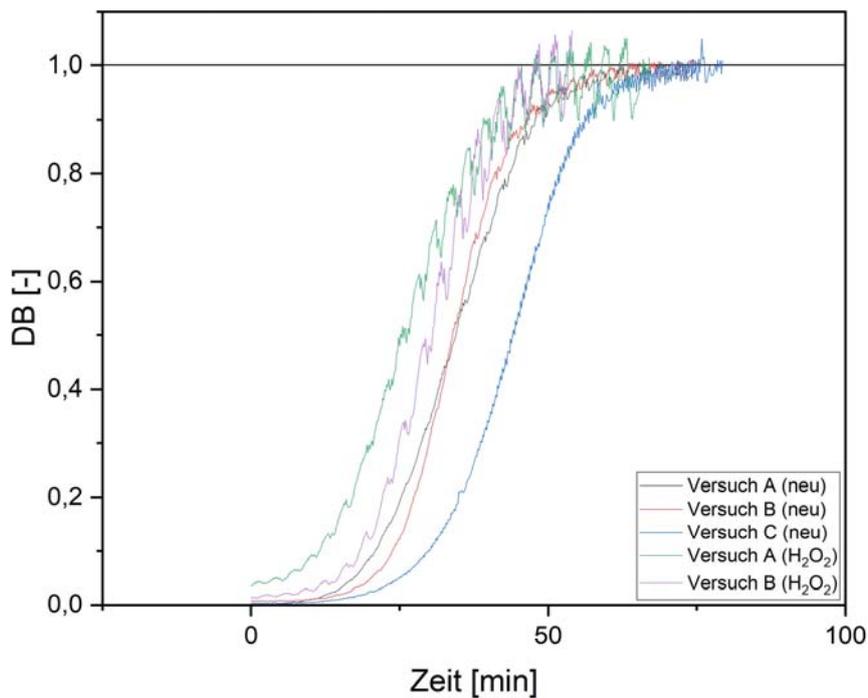


Abbildung 5-66: Vergleich der DBK für Toluol (90ppm) am Xerogel (Neuzustand und modifiziert mit H₂O₂) bei 50% rel. Feuchte

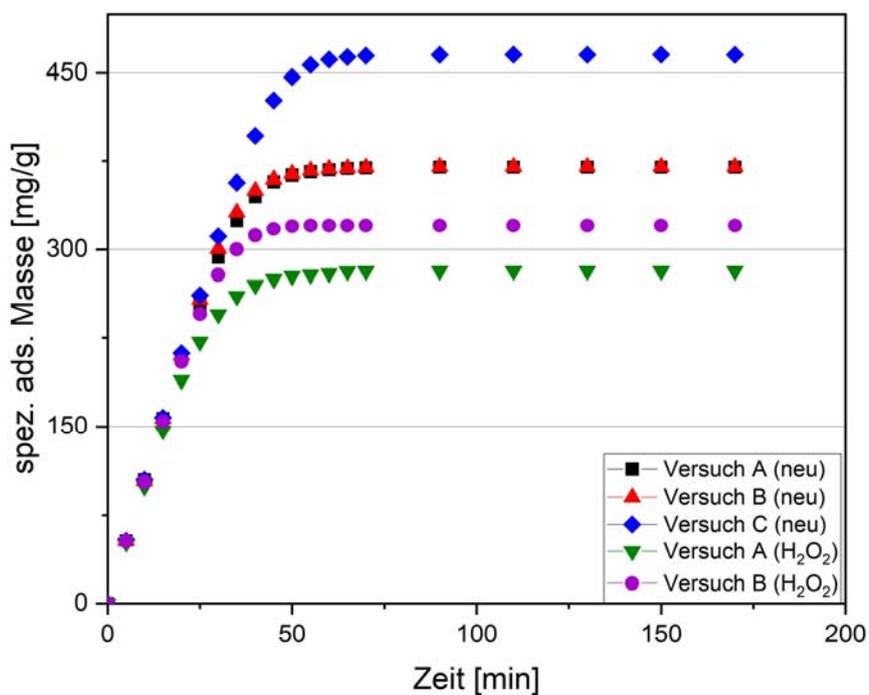


Abbildung 5-67: Vergleich der spez. ads. Masse für Toluol (90ppm) am Xerogel (Neuzustand und modifiziert mit H₂O₂) bei 50% rel. Feuchte

Auch mit den mit Wasserstoffperoxid (H_2O_2) modifizierten Xerogelen wurden Versuche mit IPA (90ppm) bei unterschiedenen rel. Feuchten (50%, 70% und 90%) durchgeführt.

Wie bei den Versuchen mit den Xerogelen im Neuzustand (Kapitel 5.3.2) konnte lediglich bei einer relativen Feuchte von 90% eine geringfügig reduzierte Durchbruchzeit (Abbildung 5-68) und eine minimal geringere spezifische adsorbierte Masse festgestellt werden (Abbildung 5-71). Dies bestätigt die Vermutung, dass die rel. Feuchte das Adsorptionsvermögen dieses Xerogels für IPA erst bei hohen Werten beeinflusst.

Abbildung 5-68 zeigt deutlich, dass die am Xerogel vorgenommene Modifizierung mit Wasserstoffperoxid (H_2O_2) im Hinblick auf die Adsorption von IPA keine Veränderung bewirkt hat.

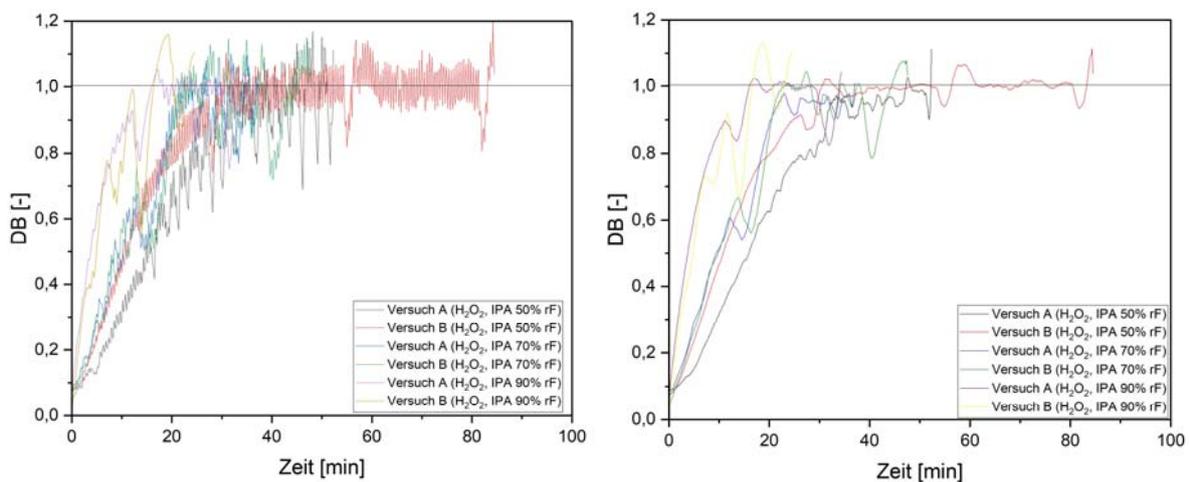


Abbildung 5-68: Vergleich der DBK für IPA (90ppm) am modifizierten Xerogel (H_2O_2) bei 50 - 90% rel. Feuchte (links: Messdaten, rechts: geglättet)

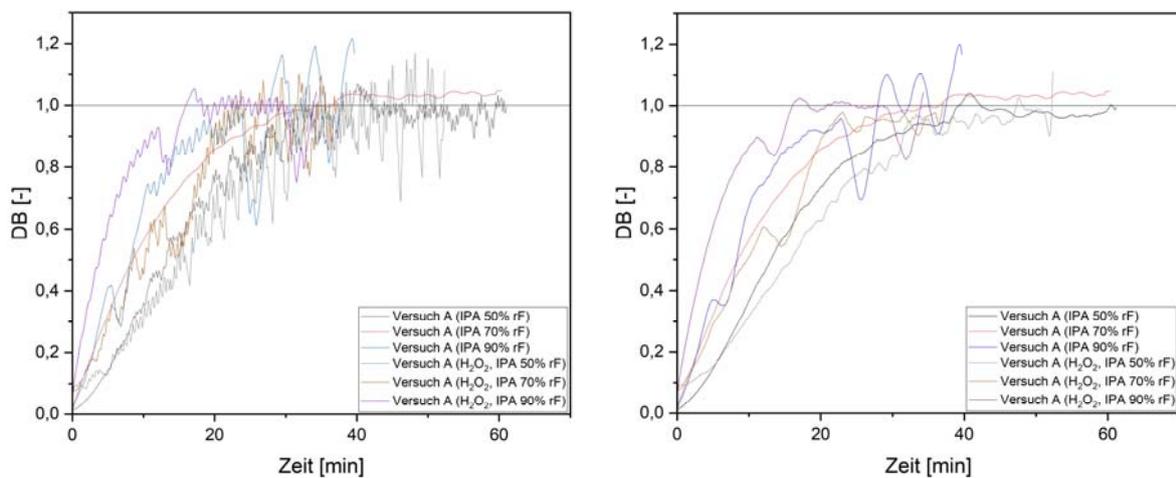


Abbildung 5-69: Vergleich der DBK für IPA (90ppm) am Xerogel im Neuzustand und am modifizierten Xerogel (H_2O_2) bei 50 - 90% rel. Feuchte (links: Messdaten, rechts: geglättet)

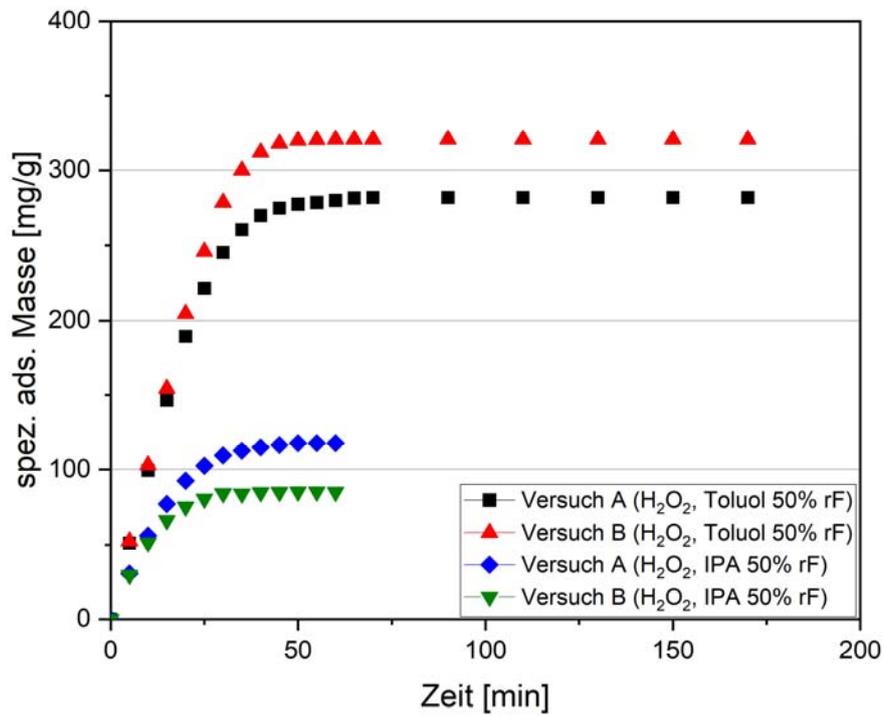


Abbildung 5-70: Vergleich der spez. ads. Masse für IPA (90ppm) und Toluol (90ppm) am modifizierten Xerogel (H₂O₂) bei 50% rel. Feuchte

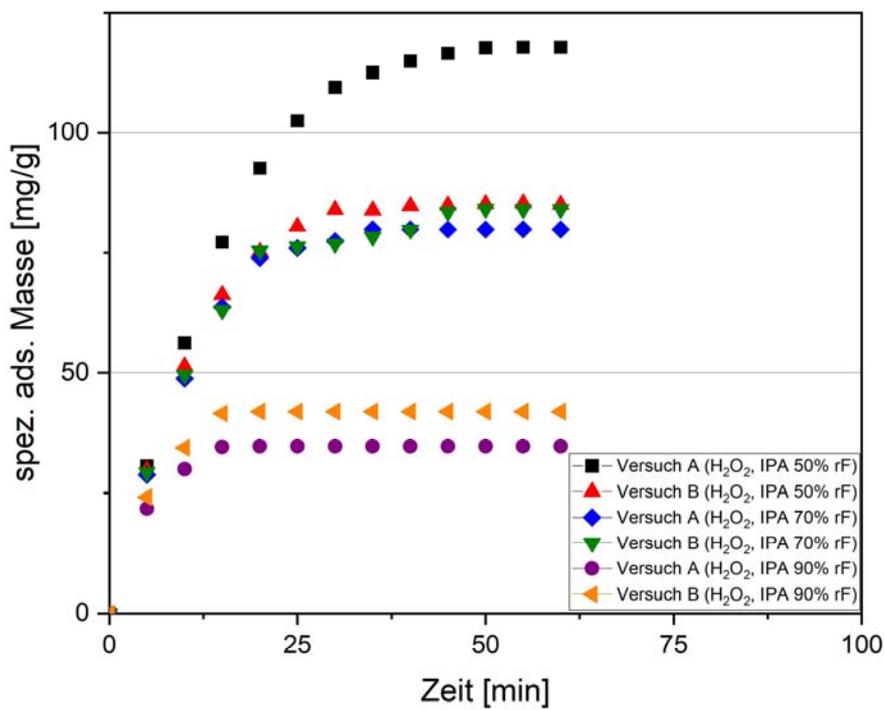


Abbildung 5-71: Vergleich der spez. ads. Masse für IPA (90ppm) am modifizierten Xerogel (H₂O₂) bei 50%, 70% und 90 % rel. Feuchte

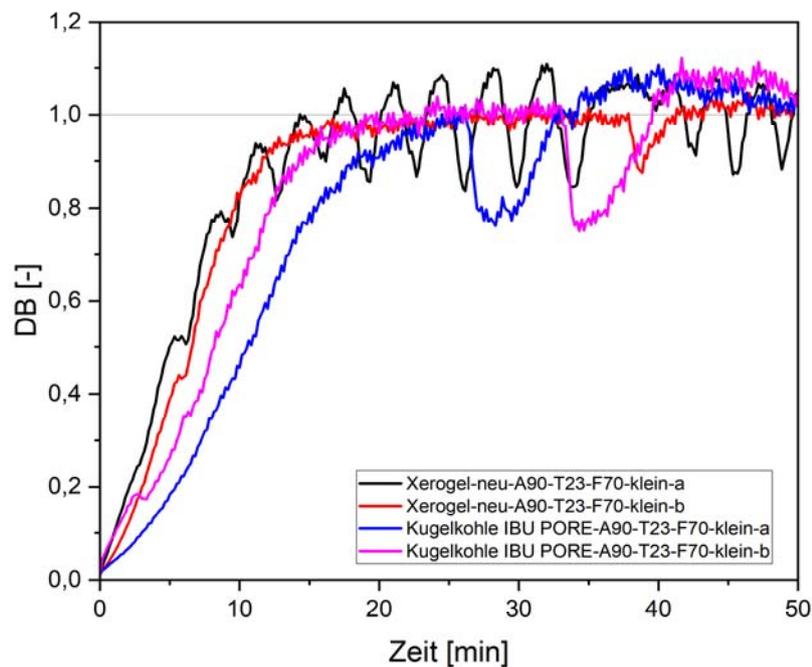


Abbildung 5-72: Vergleich der DBK für Aceton (90ppm) am Xerogel im Neuzustand und zum Vergleich an einer Kugelmohle bei 70% rel. Feuchte

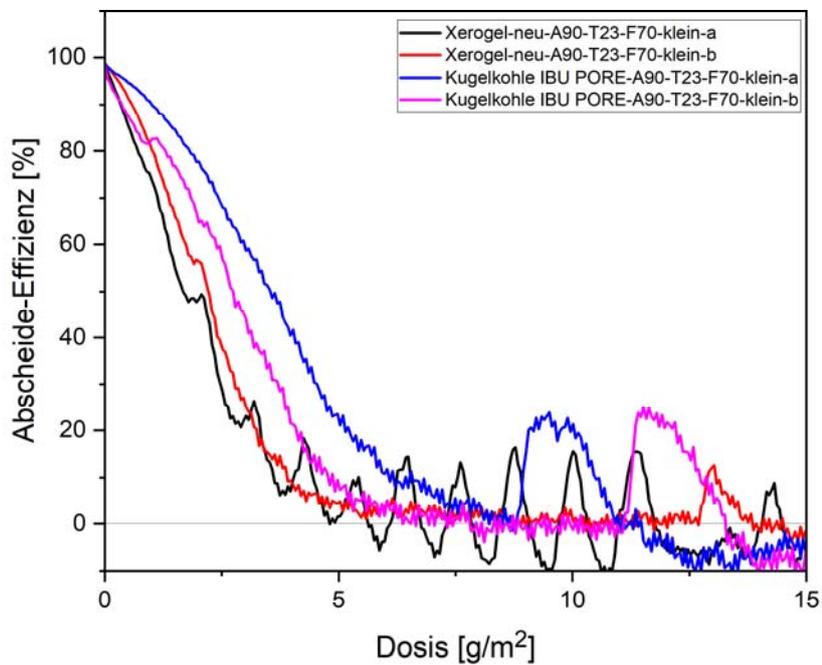


Abbildung 5-73: Vergleich der spez. ads. Masse für Aceton (90ppm) / Vergleich: Xerogel und Kugelmohle bei 70% rel. Feuchte

Nach diesen ersten Ergebnissen wurden die Modifikationen an den Xerogelen verändert. Die Temperatur bei der Behandlung und die Behandlungsdauer wurden geringfügig reduziert.

Zunächst wurden die angepassten mit Salpetersäure modifizierten Xerogele bei einer relativen Feuchte von 50 % und einer Isopropanolkonzentration von 90ppm untersucht und mit den unbehandelten Xerogelen bei gleichen Messbedingungen verglichen.

Wie Abbildung 5-74 und Abbildung 5-75 zeigen hat auch die geänderte Modifikation mit Salpetersäure nicht zu einer Verbesserung der Adsorption am Xerogel geführt, sondern sie geringfügig verschlechtert.

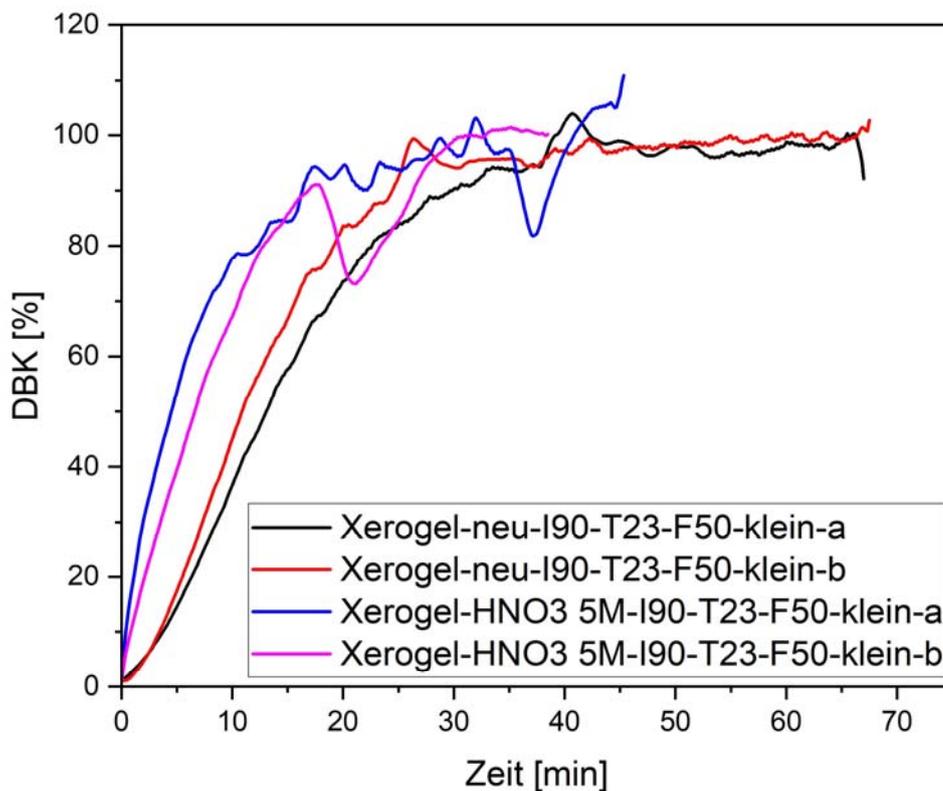


Abbildung 5-74: Vergleich der DBK für Isopropanol (90ppm) am Xerogel im Neuzustand und an dem mit HNO₃ modifizierten Xerogel (geänderte Modifikation) bei 50% rel. Feuchte

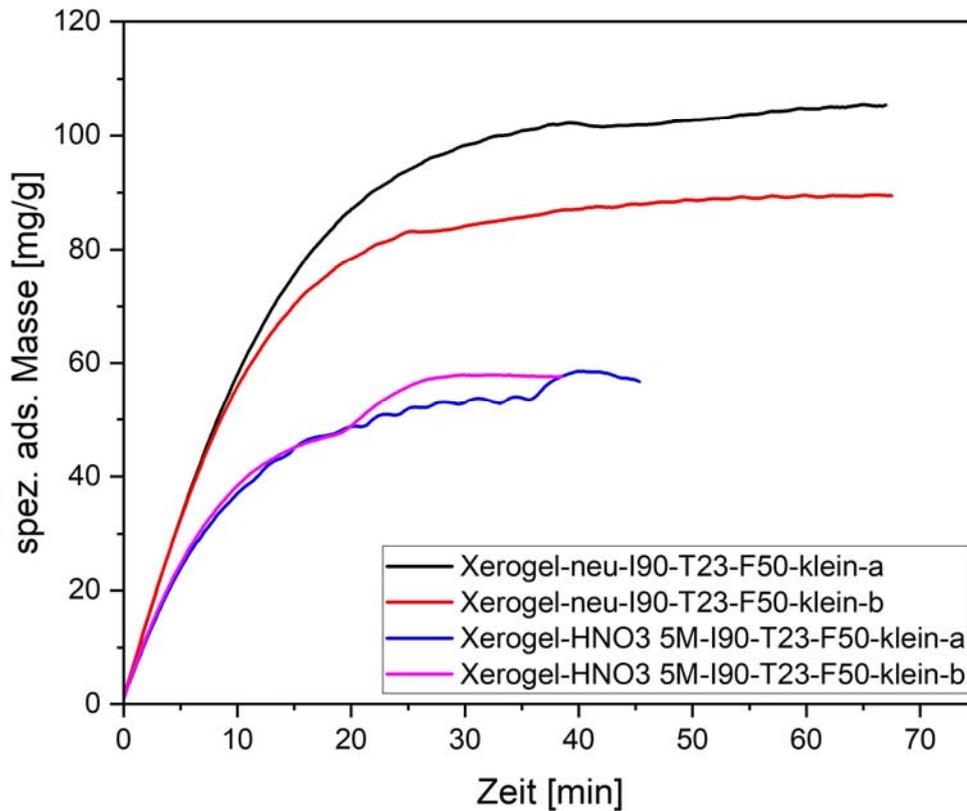


Abbildung 5-75: Vergleich der spez. ads. Masse für Isopropanol (90ppm) am Xerogel im Neuzustand und an dem mit HNO₃ modifizierten Xerogel (geänderte Modifikation) bei 50% rel. Feuchte

Abbildung 5-76 und **Abbildung 5-77** zeigen den Vergleich des Xerogels im Neuzustand und mit zwei unterschiedlichen Modifikationen mit Wasserstoffperoxid. Es ist eine relativ hohe Schwankungsbreite zu erkennen, in der alle aufgenommenen Kurven liegen. Durch die Modifikationen ist keine eindeutige Veränderung festzustellen.

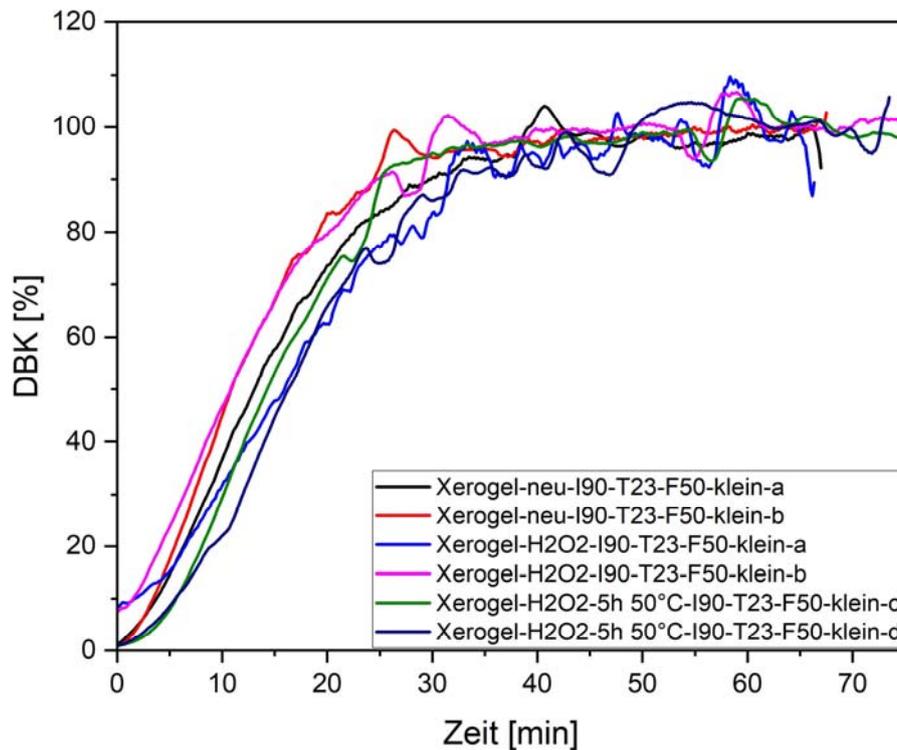


Abbildung 5-76: Vergleich der DBK für Isopropanol (90ppm) am Xerogel im Neuzustand und an dem mit H₂O₂ auf unterschiedliche Weise modifiziertem Xerogel bei 50% rel. Feuchte

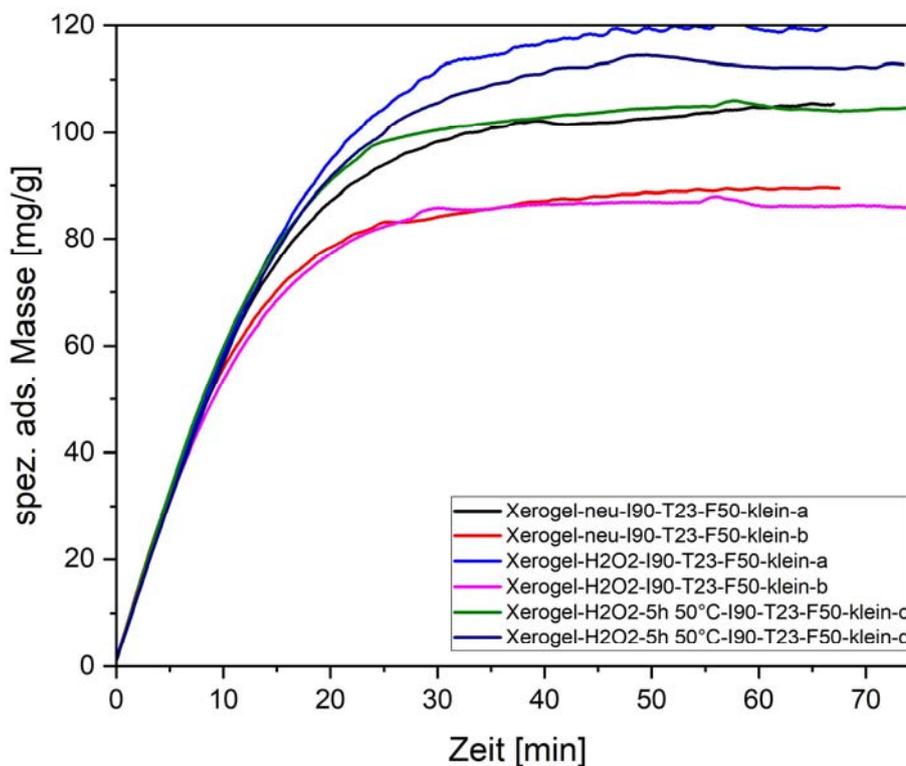


Abbildung 5-77: Vergleich der spez. ads. Masse für Isopropanol (90ppm) am Xerogel im Neuzustand und an dem mit H₂O₂ auf unterschiedliche Weise modifiziertem Xerogel bei 50% rel. Feuchte

5.4 Adsorption von Gemischen aus zwei Adsorptiven unterschiedlicher Polarität und Wasserlöslichkeit / AS 1.2 (FE 2)

Um die gegenseitige Beeinflussung bei der Adsorption von VOC mit verschiedener Polarität und Wasserlöslichkeit in feuchter Luft zu ermitteln, wurden Untersuchungen mit zwei Gemischen durchgeführt, dem aus Toluol und Acetaldehyd sowie dem aus Toluol und Isovaleraldehyd. Die Substanz Toluol ist unpolar und nicht wasserlöslich. Acetaldehyd dagegen ist polar und wasserlöslich und Isovaleraldehyd ist polar und wird als schwer in Wasser lösbar eingeordnet. Die Löslichkeit von Isovaleraldehyd in Wasser bei 20 °C ist jedoch mehr als um den Faktor 38 größer als die von Toluol.

Als Versuchsmethode war zunächst vorgesehen, die Konzentration von Toluol in der Mischung konstant zu halten und nur die der zweiten Testsubstanz zu variieren. Der Versuchsplan wurde jedoch dahingehend erweitert, dass auch die Toluolkonzentration variiert wurde. Es wurden VOC-Konzentrationen von 0,9 ppm, 9 ppm und 90 ppm verwendet.

Die Bewertung des Adsorptionsverhaltens im Gemisch erfolgte mit Hilfe der Ergebnisse der vorangegangenen Untersuchungen mit den Einzelsubstanzen. Ursprünglich war vorgesehen, die Gemische mit unterschiedlich feuchter Luft als Trägergas durchzuführen. Auf die Versuche mit Luft von 90 % r. F. wurde jedoch verzichtet, da die Versuche mit den polaren Einzelsubstanzen gezeigt hatten, dass bei hoher relativer Feuchte das Adsorptionsvermögen der Adsorbentien für die polaren VOC stark vermindert wird. Die Isothermenwerte der einzelnen polaren Substanzen bei 90 % r. F. werden jedoch für einen Vergleich verwendet.

5.4.1 Gemische aus Toluol und Acetaldehyd

Es wurden zwei verschiedene Zusammensetzungen bei den Gemischversuchen mit Toluol und Acetaldehyd an Medium D getestet:

Gemisch 1: 9 ppm Toluol und 9 ppm Acetaldehyd,

Gemisch 2: 9 ppm Toluol und 0,9 ppm Acetaldehyd.

Die weiteren Versuchsbedingungen waren 23 °C, 50 % r. F. und 0,25 m/s Anströmgeschwindigkeit.

Abbildung 5-78 zeigt die Durchbruchkurven von Toluol und Acetaldehyd, die bei den Einzel- und den Gemischversuchen der Komponenten von Gemisch 1, mit jeweils 9 ppm beider Substanzen, ermittelt wurden. Es wird deutlich, dass die im Vergleich zur Toluolabscheidung sehr viel geringere Acetaldehydabscheidung im Gemisch nicht signifikant verschlechtert wird. Der Durchbruch erfolgt so schnell, dass die Differenzierung und Auflösung der Durchbruchkurven schwierig ist. Der Toluoldurchbruch nimmt jedoch durch das gleichzeitige Vorliegen von 9 ppm Acetaldehyd in der Anströmung deutlich zu. Zu beobachten sind nach 3 Stunden Versuchszeit Durchbrüche von 25 % bei dem Test mit Toluol allein und von 40 % beim Gemischversuch mit 9 ppm Acetaldehyd.

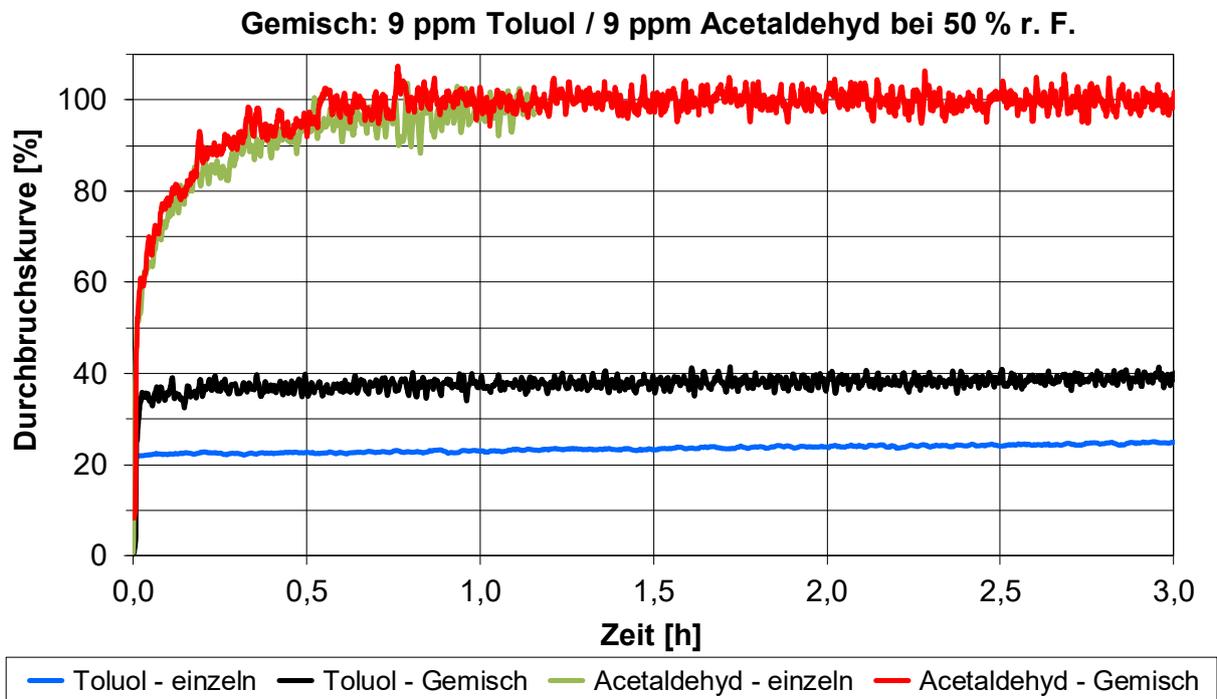


Abbildung 5-78: Vergleich der Toluol- und Acetaldehyddurchbrüche bei Einkomponenten- und Gemischadsorption (9 ppm Toluol, 9 ppm Acetaldehyd, MD, 23 °C, 50 % r. F., 0,25 m/s)

Bei Gemisch 2, bei dem Acetaldehyd nur mit 0,9 ppm im Rohgas vorlag, war die Beeinträchtigung der Toluoladsorption durch die zweite Komponente nachvollziehbar geringer. Aus Abbildung 5-79 ist abzulesen, dass nach 3 Stunden Versuchszeit der Anstieg des Toluol-Durchbruchs beim Gemischversuch mit auf 0,9 ppm reduzierter Acetaldehydkonzentration im Vergleich zum Einzelkomponentenversuch deutlich

geringer ist. Das Durchbruchverhalten von Acetaldehyd wird auch bei dem Test mit Gemisch 2 nicht signifikant durch die Gegenwart des Toluols beeinflusst.

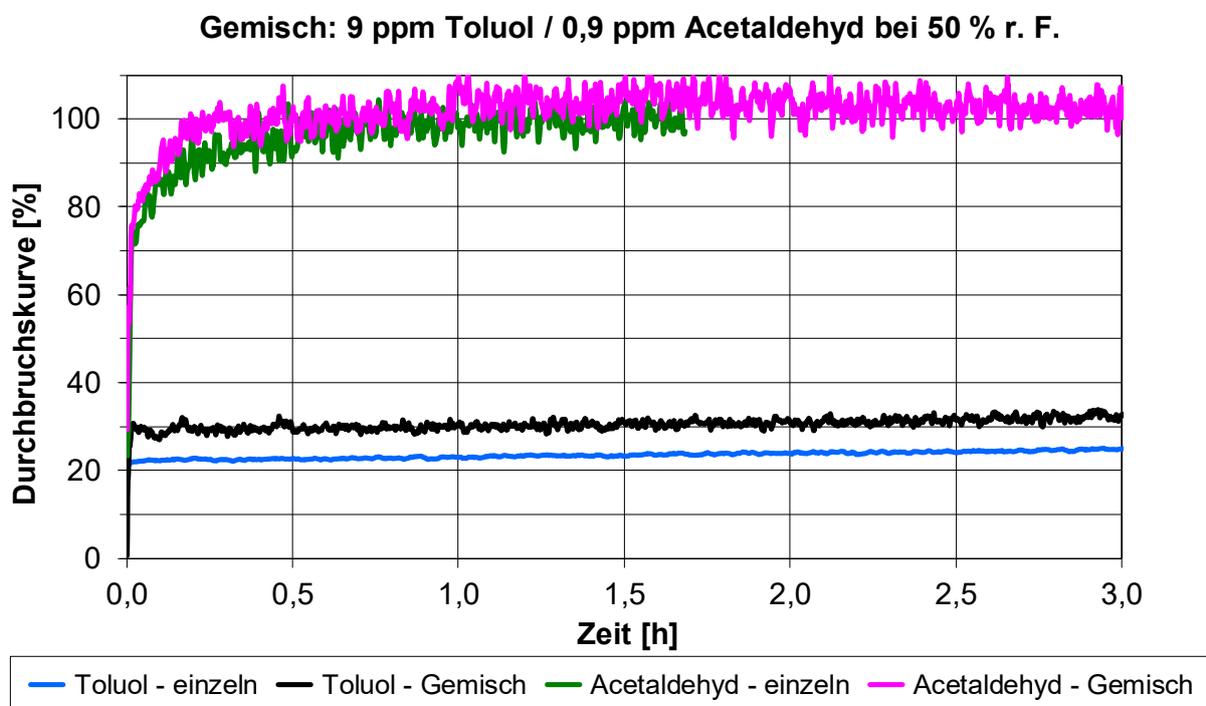


Abbildung 5-79: Vergleich der Toluol- und Acetaldehyddurchbrüche bei Einkomponenten- und Gemischadsorption (9 ppm Toluol, 0,9 ppm Acetaldehyd, MD, 23 °C, 50 % r. F., 0,25 m/s)

Abbildung 5-80 gibt die Isothermenwerte von Acetaldehyd an Medium D bei 23 °C bei der Einzelkomponentenadsorption bei verschiedenen Feuchten und bei der Gemischadsorption bei 50 % r. F. wieder. Bei der Bewertung der Veränderung der Gleichgewichtswerte durch die Gemischadsorption ist der, bei den äußerst geringen Acetaldehyd-Kapazitäten, erhöhte Einfluss von Messunsicherheit und Streuung auf das Testergebnis zu berücksichtigen. In Abbildung 5-80 ist zu erkennen, dass die Isothermenwerte von Acetaldehyd durch 9 ppm Toluol allenfalls geringfügig beeinflusst werden, der Einfluss der höheren relativen Luftfeuchte ist weitaus stärker. Dieses Ergebnis ist aus zwei Gründen nachvollziehbar. Zum einen bedeutet die Erhöhung der relativen Luftfeuchte von 50 % auf 90 % bei 23 °C einen Anstieg des Wasserdampf-Volumenanteils von ca. 14000 ppm auf ungefähr 25700 ppm. Zum anderen verläuft der Anstieg der s-förmigen Wasserdampf-Isotherme von Medium D (siehe Abbildung 5-138) genau in dem Bereich zwischen 50 % und 90 % relativer

Feuchte. Aufgrund der geringen Kapazität des Mediums D für Acetaldehyd und die damit verbundenen Schwierigkeiten wurde auf Untersuchungen mit weiteren Toluol-Acetaldehyd-Gemischen verzichtet.

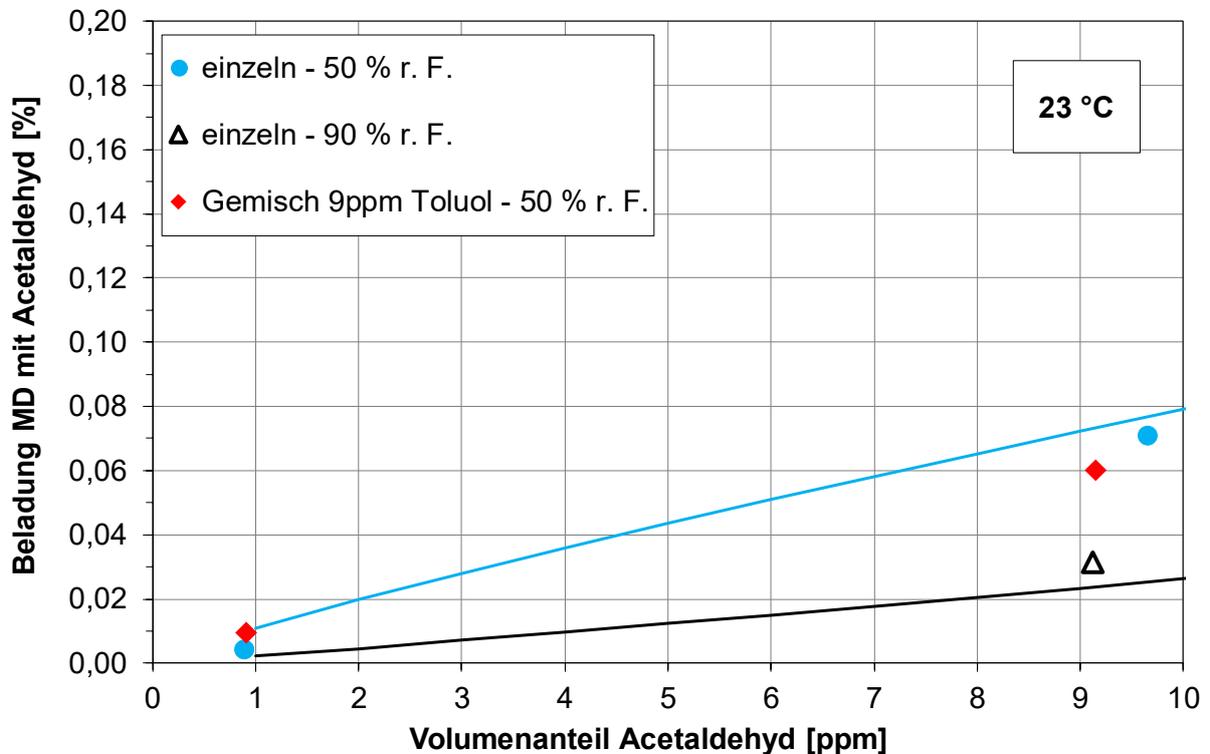


Abbildung 5-80: Isothermenwerte von Acetaldehyd – einzeln und im Gemisch mit Toluol – an MD bei 23 °C

5.4.2 Gemische aus Toluol und Isovaleraldehyd

Die Gemischadsorption von Toluol und Isovaleraldehyd wurden bei 23 °C, 50 % r. F., 0,25 m/s Anströmgeschwindigkeit und fünf verschiedenen Gemischzusammensetzungen an Medium D getestet:

Gemisch 1: 9 ppm Isovaleraldehyd und 0,9 ppm Toluol,

Gemisch 2: 9 ppm Isovaleraldehyd und 9 ppm Toluol,

Gemisch 3: 9 ppm Isovaleraldehyd und 90 ppm Toluol,

Gemisch 4: 90 ppm Isovaleraldehyd und 9 ppm Toluol,

Gemisch 5: 90 ppm Isovaleraldehyd und 90 ppm Toluol.

Zur Einordnung der Adsorptionsfähigkeit der beiden einzelnen Substanzen, sind in Abbildung 5-81 die Durchbruchkurven der Einzelkomponenten Isovaleraldehyd und Toluol, jeweils mit einer Rohgaskonzentration von 9 ppm, durch Medium D dargestellt.

Die Kapazität des Mediums für die beiden Substanzen ist vergleichbar, sie beträgt 14,3 % für Isovaleraldehyd und 15,7 % für Toluol.

Um die Ergebnisse der Gemischversuche übersichtlicher zu gestalten, werden die Ergebnisse für die beiden Komponenten getrennt voneinander erläutert.

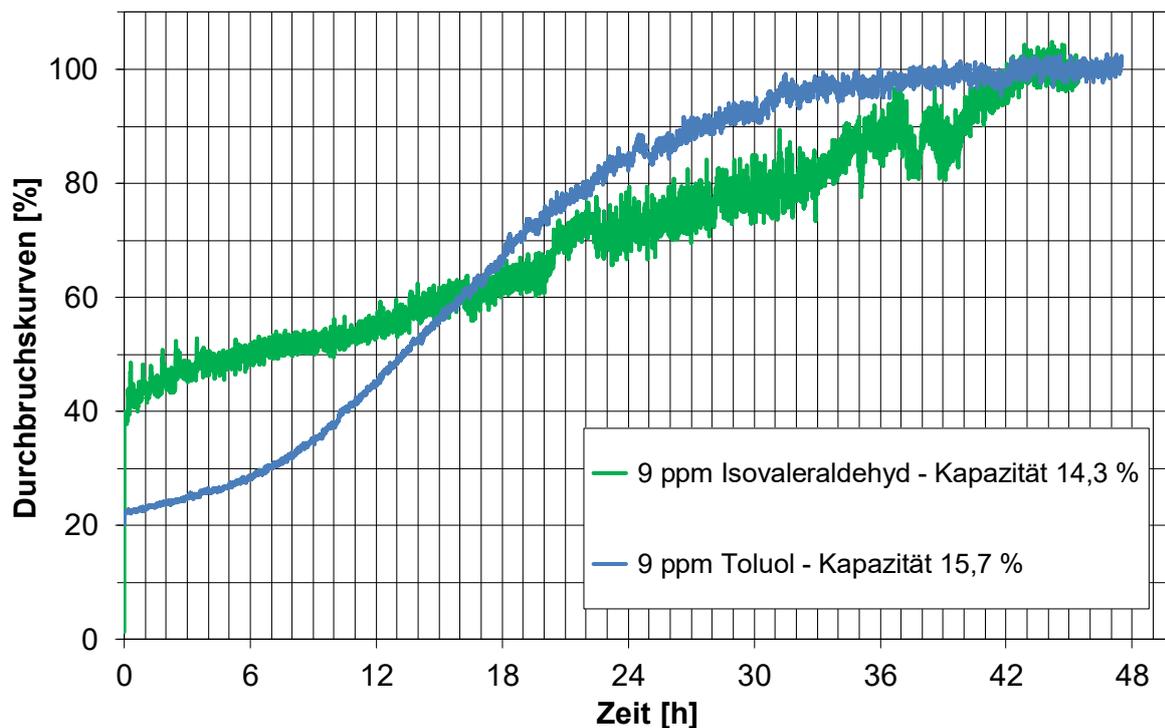


Abbildung 5-81: Vergleich der Durchbrüche von Toluol und Isovaleraldehyd als Einzelkomponenten (jeweils 9 ppm, Medium D, 23 °C, 50 % r. F., 0,25 m/s)

Isovaleraldehyd

Zur einfacheren Übersicht werden die Ergebnisse zum Einfluss von Toluol auf die Isovaleraldehyd-Adsorption mit einer Ausnahme anhand der ermittelten Isothermenwerte von Isovaleraldehyd dargestellt. Da der Versuch mit Gemisch 1 (9 ppm Isovaleraldehyd und 0,9 ppm Toluol) nach einem Tag Versuchsdauer bei einem Isovaleraldehyd-Durchbruch von ca. 60 % abgebrochen wurde, liegt für dieses Gemisch kein Isothermenwert vor. Der Vergleich der Isovaleraldehyd-Durchbruchskurve dieses Gemischversuches mit der aus dem Einkomponentenversuch (siehe Abbildung 5-82) unter

sonst gleichen Bedingungen zeigt jedoch, dass 0,9 ppm Toluol im Rohgas den Durchbruch von Isovaleraldehyd nicht negativ beeinflusst. Daraus ist abzuleiten, dass die Kapazität der Aktivkohle (Medium D) für Isovaleraldehyd bei der Gemischadsorption nicht beeinträchtigt wird, wenn Toluol mit einer um den Faktor 10 geringeren Konzentration vorliegt. Dieses Ergebnis für 9 ppm Isovaleraldehyd wird bestätigt durch die Ergebnisse mit Gemischen mit 90 ppm des Aldehyds, siehe Abbildung 5-83.

Darin sind die Isothermenwerte von Isovaleraldehyd bei der Einzelkomponentenadsorption und der Gemischadsorption mit Toluol dargestellt. Außerdem zeigt Abbildung 5-83 die Gleichgewichtskapazität von Medium D für die einzelne VOC-Komponente Isovaleraldehyd jedoch in Luft mit einer relativen Feuchte von 90 %.

Aus den Isothermenwerten in Abbildung 5-83 geht hervor, dass die Isovaleraldehyd-Adsorption durch die Anwesenheit von Toluol nur dann signifikant beeinträchtigt wird, wenn die Toluolkonzentration genauso groß oder größer ist, als die von Isovaleraldehyd. Außerdem ist zu erkennen, dass der Einfluss der relativen Luftfeuchte von 90 % auf die Einzelkomponenten-Kapazität für Isovaleraldehyd wesentlich größer ist als der Einfluss von Toluol bei den betrachteten Toluol-Konzentrationen. Dieses Ergebnis ist, wie zuvor unter 5.4.1 für das Gemisch aus Toluol und Acetaldehyd beschrieben, nachvollziehbar bei Berücksichtigung der Wasserdampfvolumenanteile und des s-förmigen Verlaufes der Wasserdampfisotherme.

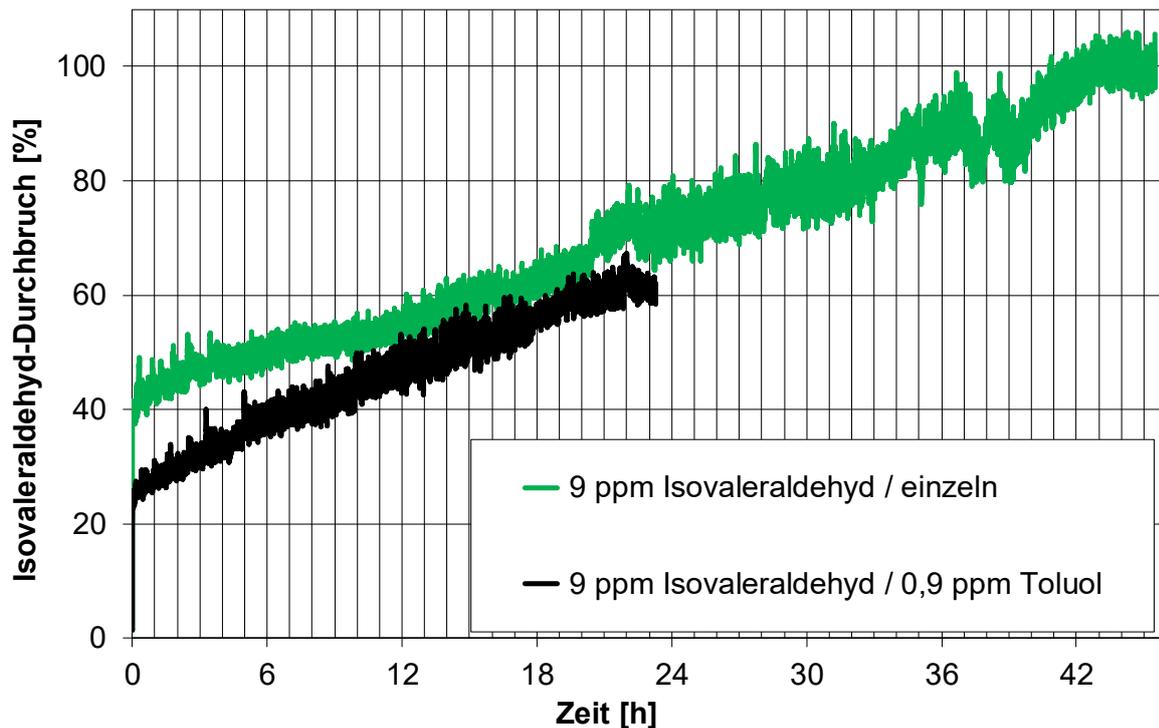


Abbildung 5-82: Vergleich der Durchbrüche von Isovoraldehyd (jeweils 9 ppm) beim Test als Einzelkomponente oder im Gemisch mit 0,9 ppm Toluol (Medium D, 23 °C, 50 % r. F., 0,25 m/s)

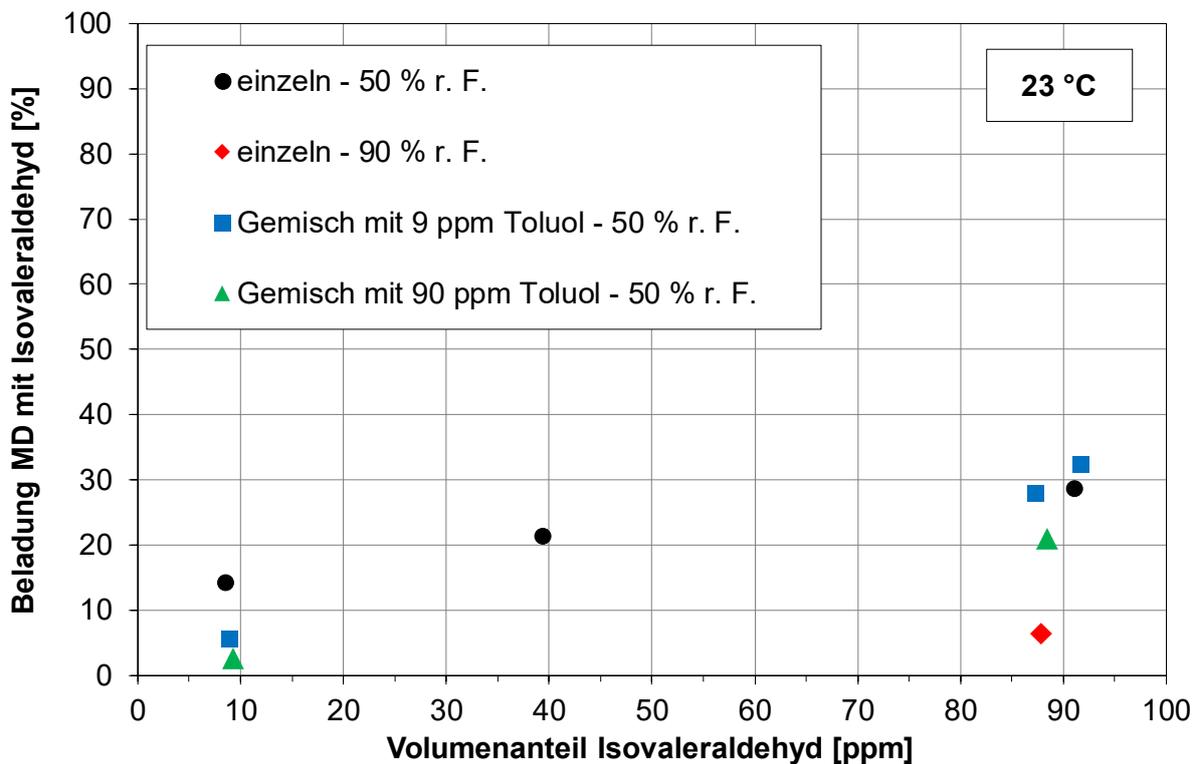


Abbildung 5-83: Isothermenwerte von Isovoraldehyd – einzeln und im Gemisch mit Toluol – an MD bei 23 °C

Toluol

In Abbildung 5-84 sind die Isothermenwerte von Toluol an Medium D bei der Einkomponenten- und bei der Gemischadsorption mit Isovaleraldehyd dargestellt. Für die Einkomponentenadsorption von Toluol sind die Isothermenwerte bei 50 % und bei 90 % relativer Feuchte abgebildet.

Bei einem Volumenanteil von 90 ppm Toluol wird die Toluolkapazität des Mediums nicht negativ dadurch beeinflusst, wenn gleichzeitig 9 ppm oder 90 ppm Isovaleraldehyd in der Gasphase vorliegen. Bei einem Volumenanteil von 9 ppm Toluol dagegen führt das gleichzeitige Vorliegen von 9 ppm oder 90 ppm Isovaleraldehyd zu einem Kapazitätsrückgang. Dieser ist vergleichbar mit dem Absinken der Gleichgewichtsbeladung der Einzelkomponente Toluol bei einer Erhöhung der relativen Feuchte von 50 % auf 90 %. Der Einfluss der Feuchte auf die Toluolkapazität ist zwar deutlich, jedoch geringer als bei der Adsorption von Isovaleraldehyd.

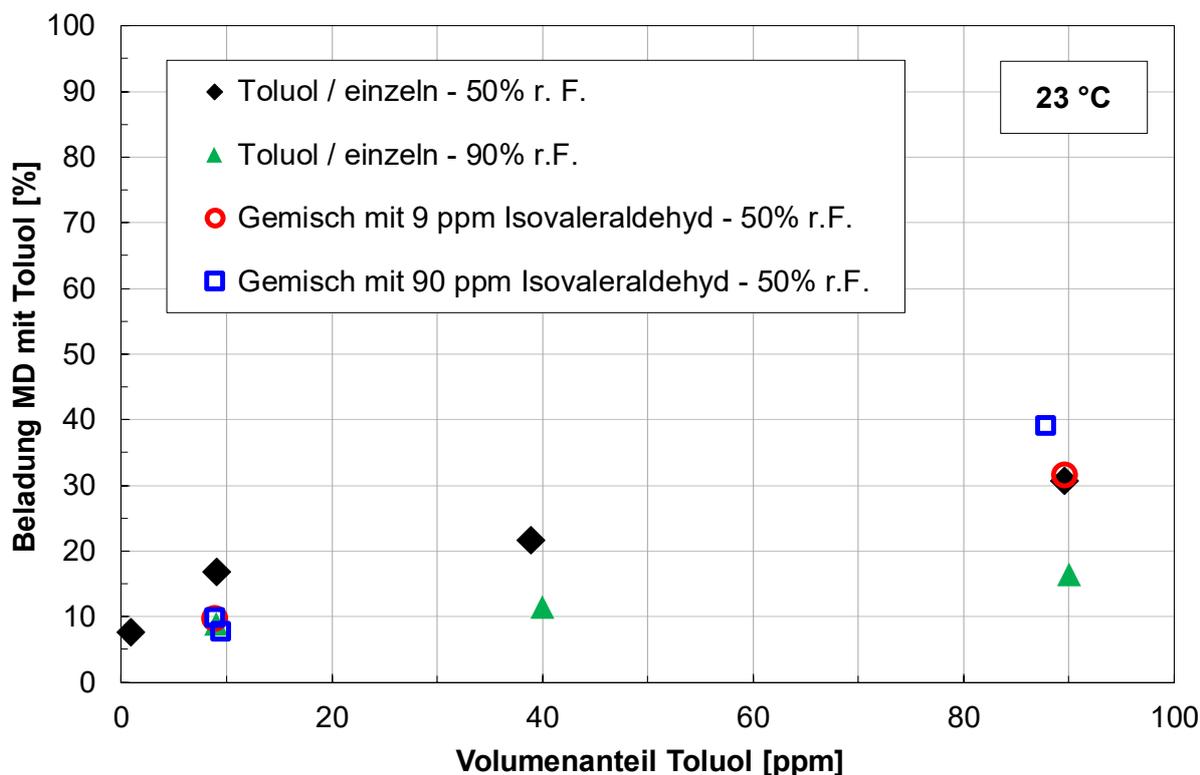


Abbildung 5-84: Isothermenwerte von Toluol – einzeln und im Gemisch mit Isovaleraldehyd – an MD bei 23 °C

5.4.3 Fazit zur Gemischadsorption polarer und unpolarer Adsorptive

Die Ergebnisse von Medienprüfungen mit Gemischen aus polaren und unpolaren Substanzen mit verschiedener Wasserlöslichkeit zeigen, dass das Vorliegen eines weiteren VOC die jeweilige Adsorptionskapazität durch konkurrierende Adsorption beeinflussen kann. Der Einfluss der relativen Luftfeuchte auf die Gleichgewichtsbeladung ist insbesondere bei polaren VOC jedoch als erheblich größer einzustufen. Daher spricht nichts für eine Erweiterung der DIN EN ISO 10121, Teil 1 und Teil 2, um zusätzliche optionale Prüfungen von Filtern und -medien mit VOC-Gemischen. Der deutlich größere Aufwand bei der Durchführung von Gemischversuchen wird durch den Erkenntnisgewinn durch die Gemischversuche nicht aufgewogen.

5.5 Berechnung von Durchbruchskurven / AS 1.3 (FE 1)

In Arbeitspaket 1.3 wird die Vorhersage der DBK bis zum vollständigen Durchbruch ausgehend von experimentellen Werten bis zum 50%-igen Durchbruch geprüft. Ziel ist die Reduzierung der Versuchsdauer. Verwendet wird erneut, wie im Vorgängerprojekt, die Methode nach Yoon-Nelson. Grundlage dieser semi-empirischen Vorhersage ist eine Massenbilanz über einen Festbettreaktor für eine chemische Reaktion erster Ordnung. Diese Massenbilanz wurde für die Anwendung bei der Adsorption angepasst.

$$t_{DB} = \frac{m_{AK} \cdot X_{GGW}}{\dot{V} \cdot c_{ein}} - \frac{\rho_s \cdot X_{GGW}}{k_{YN} \cdot c_{ein}} \cdot \ln\left(\frac{1 - \frac{c_{aus}}{c_{ein}}}{\frac{c_{aus}}{c_{ein}}}\right)$$

Hierbei ist t_{DB} die Zeit zu einem bestimmten normierten Durchbruch, m_{AK} die Adsorbensmasse (Aktivkohle), \dot{V} der Volumenstrom, ρ_s die Schüttdichte und k_{YN} der Massentransferkoeffizient der Yoon-Nelson-Gleichung. Der erste Term auf der rechten Seite ist das Verhältnis der Festbettkapazität bezogen auf den zugeführten Massenstrom einer Substanz. Dieser Term ist thermodynamisch konsistent und wird auch als stöchiometrische Zeit t_s bezeichnet. Wenn der zweite Term der rechten Seite null wäre, würde die DBK ausgehend von einer idealen, unendlich schnellen Kinetik sowie vernachlässigbarer Dispersion der Form einer Sprungfunktion aufweisen. Dies bedeutet, dass im Festbett zunächst eine vollständige Abscheidung des Adsorptivs stattfinden würde, bis die Kapazität zum Zeitpunkt t_s erschöpft wäre und dadurch ein sofortiger, vollständiger Durchbruch stattfinden würde. Über den zweiten empirischen Term der rechten Seite wird der Einfluss der Adsorptionsdynamik über den Massentransferkoeffizienten k_{YN} berücksichtigt. Dabei werden punktsymmetrische, s-förmige Durchbruchskurven mit einem Wendepunkt bei der Zeit t_s und dem normierten Durchbruch von $c_{aus}/c_{ein}=50\%$ modelliert. Die stöchiometrische Zeit t_s wird somit als die Zeit bis zu einem Durchbruch von 50% angenommen.

Zur Durchführung der Vorhersage sind folgende drei Schritte notwendig:

Schritt 1

Im ersten Schritt wird eine Messung der Durchbruchskurve bis zu einem normierten Durchbruch von 50% durchgeführt. Aus diesem lässt sich die stöchiometrische Zeit $t_s=t_{0,5}$ bestimmen.

Schritt 2

Die Ermittlung des Massentransferkoeffizienten k_{YN} erfolgt anhand einer nichtlinearen Anpassung der YN-Gleichung an die Messdaten mit dem Levenberg-Marquardt-Algorithmus nach dem Prinzip der kleinsten Fehlerquadrate. Dabei wird die in Schritt 1 bestimmte stöchiometrische Zeit in die YN-Gleichung eingesetzt, sodass k_{YN} der einzige Anpassungsparameter ist.

Schritt 3

Unter Verwendung der beiden in Schritt 1 und 2 ermittelten Parameter erfolgt die Berechnung des Weiteren DBK-Verlaufs ($t_{DB}(C_{aus}/C_{ein})$) mit der YN-Gleichung.

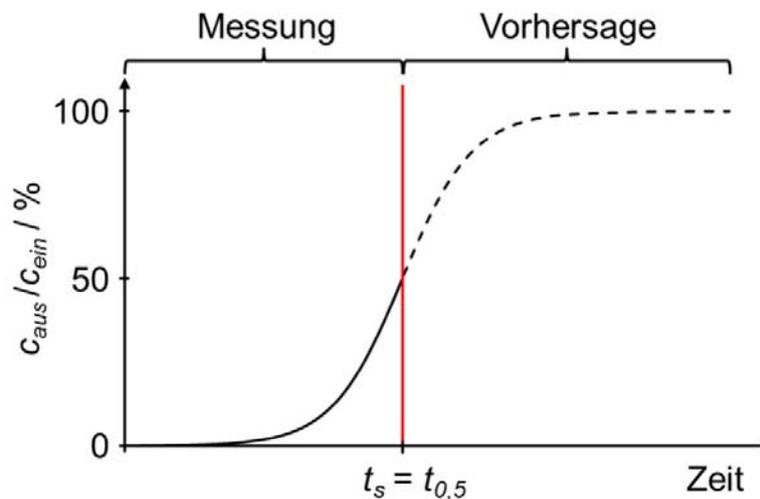


Abbildung 5-85: Veranschaulichung der Vorhersage von DBK-Abschnitten nach Yoon-Nelson

Im Folgenden sollen die Ergebnisse der Vorhersage der Yoon-Nelson-Ansätze für die polaren VOC Aceton und Isopropanol dargestellt werden.

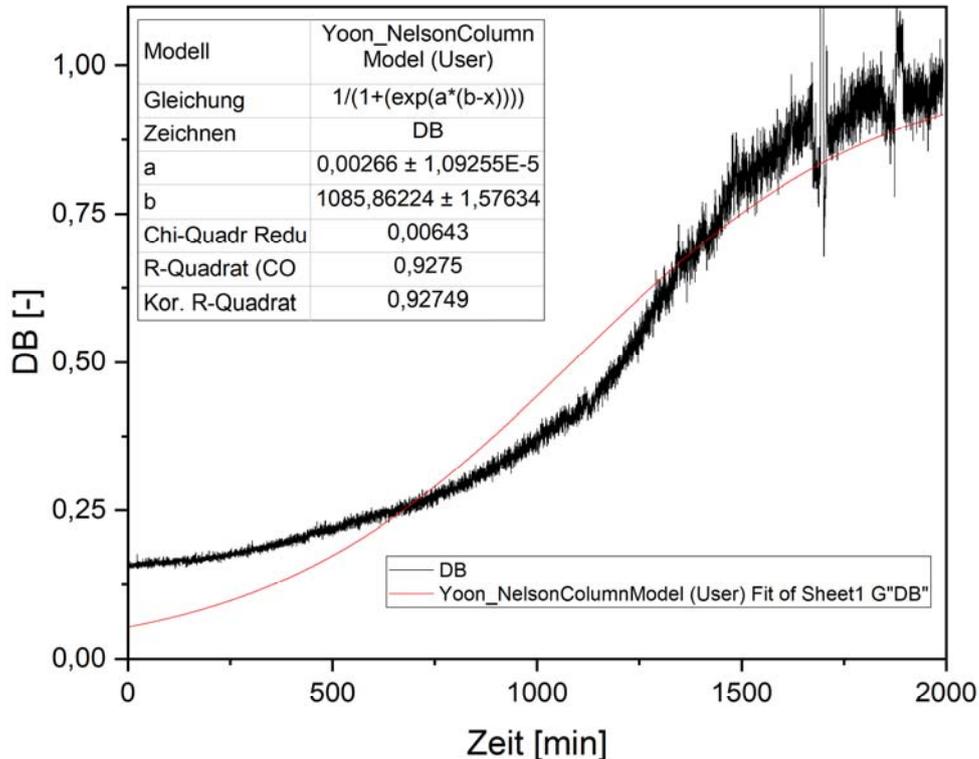


Abbildung 5-86: Modellierte DBK nach Yoon-Nelson: Aceton an Medium MD, 9 ppm, 50 % r. F.

Auf der x-Achse ist die Zeit bis zum vollständigen Durchbruch in Minuten dargestellt, während auf der y-Achse das Verhältnis der Ausgangs- und Eingangskonzentration dargestellt ist. Zu erkennen ist ein s-förmiger Verlauf der Durchbruchkurve, welche in Schwarz dargestellt ist. In Rot ist die mittels Yoon-Nelson ermittelte Durchbruchkurve dargestellt. Zu erkennen, ist ein Unterschätzen des Initialdurchbruches und eine Verschiebung des Verlaufes nach links in Richtung eines schnelleren Durchbruches. Dies kann durch die Asymmetrie der Durchbruchkurve trotz des s-förmigen Verlaufs beschrieben werden, da die Modellierung nach Yoon-Nelson eine punktsymmetrische Spiegelung der Kurve im Wendepunkt bei der stöchiometrischen Durchbruchzeit voraussetzt. Trotzdem ist das Gütemaß R^2 mit 0,9275 recht hoch und zeugt von der guten Beschreibung auch bei Adsorption von polaren Stoffen.

In Abbildung 5-87 ist das Durchbruchkurvenfeld mit den jeweiligen Yoon-Nelson-Vorhersagen für Aceton an Medium MD bei 9, 40, 90 ppm und den relativen Feuchten von 50 % und 90 % dargestellt.

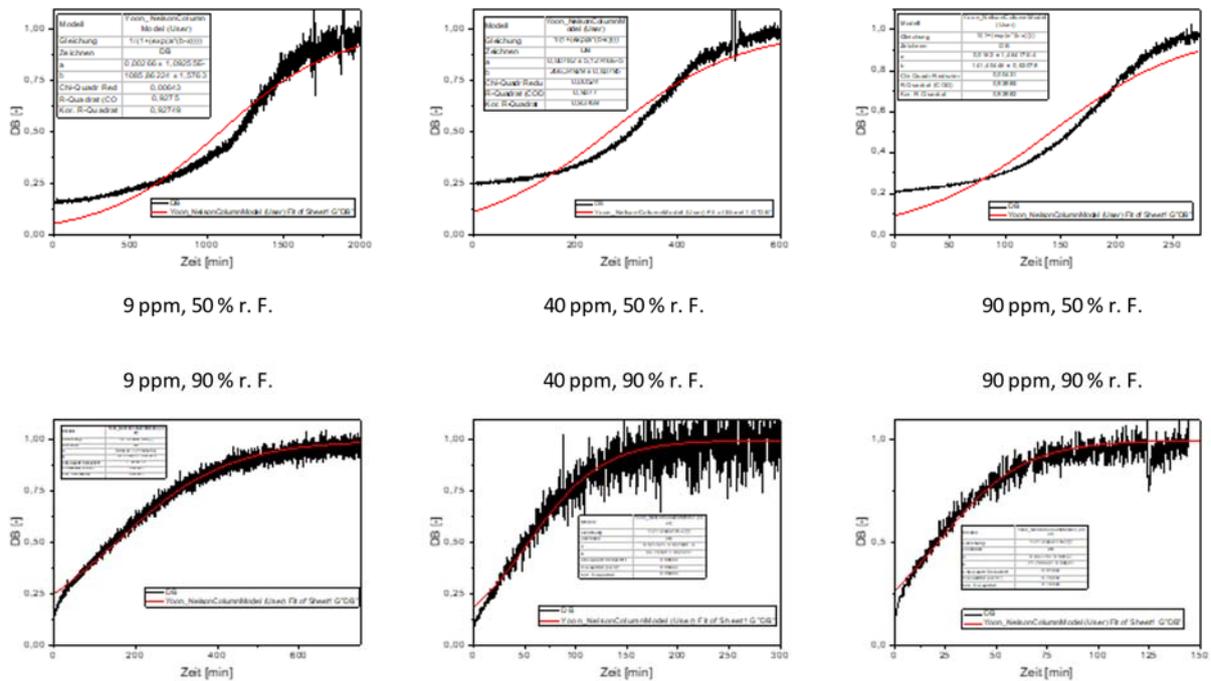


Abbildung 5-87: Durchbruchkurvenfeld Aceton an Medium MD mit YN-DBK-Vorhersagen

In Tabelle 5-4 sind die jeweiligen Gütemaße R^2 der Anpassungen für Aceton an Medium D dargestellt.

Tabelle 5-4: Gütemaße R^2 der YN-Vorhersage für Aceton an Medium MD

Versuch	R^2
9 ppm, 50 % r. F.	0,9275
40 ppm, 50 % r. F.	0,9377
90 ppm, 50 % r. F.	0,9398
9 ppm, 90 % r. F.	0,9855
40 ppm, 90 % r. F.	0,8899
90 ppm, 90 % r. F.	0,7652

Zu erkennen ist bei den Werten für R^2 , dass die Güten für hohe Feuchten und hohe Konzentrationen abnehmen. Dies liegt einerseits am konvexen Verlauf der DBKs bei Feuchten von 90 % als auch an einem hohen Signal-Rausch-Verhältnis, welches sich aus der Versuchsdurchführung bei hohen Feuchten ergibt.

Zur Verbesserung ist es hier denkbar eine weitere Glättung der Datenpunkte durchzuführen, um die Ausschläge im Verhältnis von Roh- zu Reingaz zu verringern.

Analog dazu wurden Anpassung nach Yoon-Nelson mit Isopropanol an Medium MD durchgeführt. In Abbildung 5-88 sind die jeweiligen Durchbruchkurven in Schwarz und die ermittelten Verläufe der DBKs nach Yoon-Nelson in Rot dargestellt.

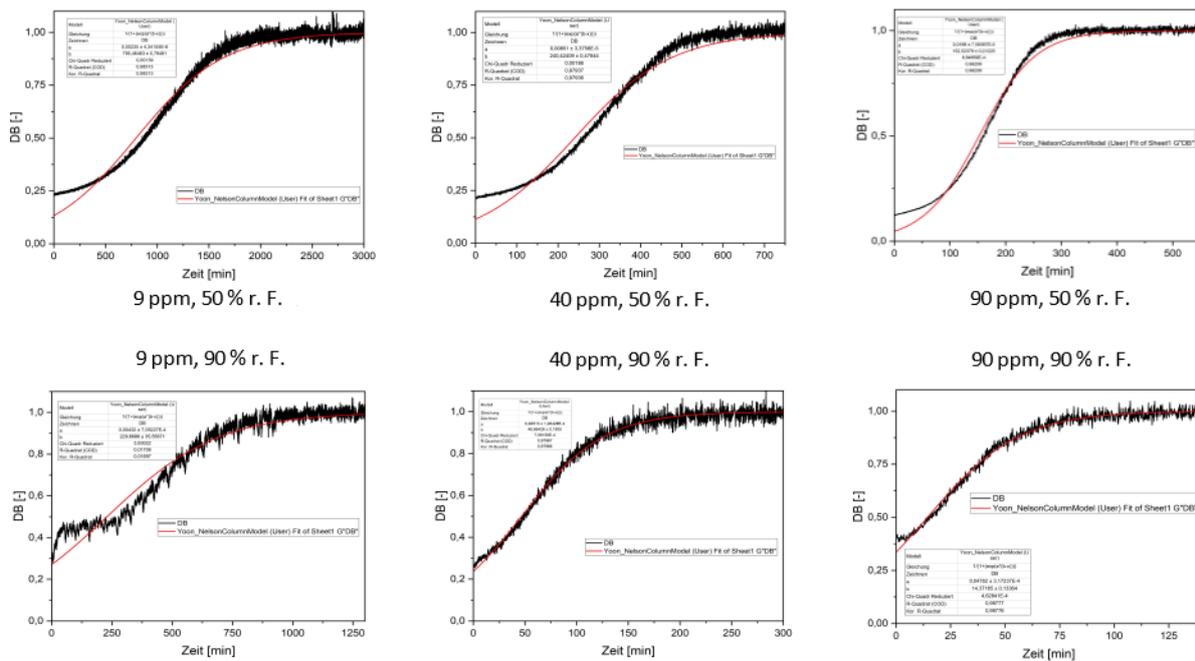


Abbildung 5-88: Durchbruchkurvenfeld Isopropanol an Medium B mit YN-DBK-Vorhersagen

Auch hier soll wieder ein Vergleich mit R^2 erfolgen, was in nachfolgender Tabelle 5-5 dargestellt ist.

Tabelle 5-5: Gütemaße R^2 der YN-Vorhersage für Isopropanol an Medium MB

Versuch	R^2
9 ppm, 50 % r. F.	0,9831
40 ppm, 50 % r. F.	0,9794
90 ppm, 50 % r. F.	0,9921
9 ppm, 90 % r. F.	0,0171
40 ppm, 90 % r. F.	0,9797
90 ppm, 90 % r. F.	0,9878

Bei dem Versuch von 9 ppm zeigt sich ein stark abweichendes R^2 . Bei dem Verlauf der DBK ist hier ein Plateau zu erkennen bei einem Durchbruch von etwa 50 %. Hier kommt der semi-empirische Ansatz nach Yoon-Nelson an seine Grenzen. Wie oben beschrieben setzt dieser eine Nähe zum Wendepunkt im Bereich der stöchiometrischen Zeit t_{50} voraus. Durch das Plateau, welches vermutlich durch Schwankungen in der Feuchte eine Verschiebung des dynamischen Gleichgewichts zwischen Ad- und Desorption hervorgerufen hat, ist keine scharfe Trennung um diesen Punkt möglich.

5.6 Evaluierung der ISO 10121-3 zur Filterklassifizierung / AP 2-AS 2.1 (FE 2)

Das Ziel des Arbeitspaketes war es, die praktische Durchführung der Klassifizierung von Raumlufffiltern nach Teil 3 der ISO 10121 zu erproben und einen Leitfaden mit Hilfestellungen für die Umsetzung dieses Teils der Norm zu entwickeln. Vor der Präsentation der Klassifizierungs-Ergebnisse von Filtern unterschiedlicher Bauform werden Prüfmethode und –parameter erläutert. Im Anschluss werden zunächst die Klassifizierungsergebnisse von unterschiedlichen Filtertypen mit den einzelnen Prüfgasen miteinander verglichen. Auf diese Weise wird die Bandbreite der Klassifizierungsergebnisse für jedes Prüfgas verdeutlicht. Dann werden die Unterschiede bei der Adsorption der vier verschiedenen Prüfgase an den verschiedenen untersuchten Filtertypen dargestellt.

5.6.1 Prüfmethode und –parameter nach ISO 10121-3

Der maßgebliche Teil der Klassifizierungsprüfung nach ISO 10121-3 besteht aus einem Durchbruchtest zur Bestimmung der Aufnahmefähigkeit des Prüflings für eines der vorgegebenen vier Prüfgase, Toluol, Schwefeldioxid (SO₂), Stickstoffdioxid (NO₂) und Ozon. Als Prüfgaskonzentrationen sind 3 ppm für Ozon und 9 ppm für die anderen Prüfgase vorgegeben. Für die vollständige Klassifizierung eines Filters werden die Prüfungen mit den vier einzelnen Prüfgasen jeweils an neuwertigen Prüflingen des gleichen Filtertyps durchgeführt, weil vorausgehende Tests mit anderen Prüfsubstanzen das Prüfergebnis beeinflussen können.

Das Ergebnis eines Durchbruchversuches ist eine Durchbruchkurve, die den Verlauf des Quotienten aus Reingas- zu Rohgaskonzentration über die Prüfdauer, dargestellt. Bei der Prüfung von RLT-Filtern nach ISO 10121 wird jedoch nicht der Durchbruch D sondern die Effizienz $E = 1 - D$ als Parameter betrachtet. Ein direkter Vergleich der Effizienzkurven in Abhängigkeit von der Testdauer ist aber zur Leistungsbeurteilung von Filtern mit unterschiedlichen Nennvolumenströmen und/oder Einbauquerschnitten nicht zielführend, weil die Filter in diesem Fall unterschiedlicher Belastung ausgesetzt sein können. Für einen aussagekräftigen Vergleich wird nach ISO10121-3 die Filtereffizienz in Abhängigkeit von der als normierte Dosis D_N bezeichneten

Prüfgasmenge, mit welcher der nominelle Filtereinbauquerschnitt A_N während der Prüfdauer t durchströmt wird, betrachtet. Die Dosis kann als Masse pro Quadratmeter Einbauquerschnittsfläche in g/m^2 oder als Stoffmenge pro Quadratmeter Einbauquerschnittsfläche in mol/m^2 angegeben oder verwendet werden.

Aus der Effizienz-Dosis-Kurve werden die beiden maßgeblichen Klassifizierungsparameter bestimmt, der Leistungsbeanspruchungsgrad und die zugehörige integrierte Reinigungsleistung.

Der Leistungsbeanspruchungsgrad wird festgelegt durch die Dosis, bei der die Filtereffizienz 50 % unterschreitet. Dieser Dosiswert wird mit den drei in der Norm vorgegebenen Dosis-Grenzwerten zur Einstufung verglichen. Der letzte überschrittene Dosis-Grenzwert bestimmt den Beanspruchungsgrad. Die Norm gibt für alle Testgase die gleichen drei molaren Dosis-Grenzwerte $1,5 \text{ mol/m}^2$, 6 mol/m^2 und 24 mol/m^2 vor, für die Beanspruchungsgrade leicht (light duty – LD), mittel (medium duty – MD) und schwer (heavy duty – HD). Filtern, bei denen die Effizienz 50 % schon vor Erreichen des Dosis-Grenzwertes für LD unterschreitet, wird der Beanspruchungsgrad „sehr leicht“ (very light duty – vLD) zugewiesen.

Die Dosis-Grenzwerte steigen mit zunehmender Leistungsklasse um den Faktor 4. Aufgrund der unterschiedlichen molaren Massen sind die entsprechenden massenbezogenen Dosis-Grenzwerte für die vier Prüfgase unterschiedlich. Eine Dosis von 6 mol/m^2 entspricht 553 g/m^2 Toluol, 384 g/m^2 SO_2 , 276 g/m^2 NO_2 und 288 g/m^2 Ozon.

Abbildung 5-89 zeigt als Beispiel den Effizienzverlauf eines Filters der Bauform V-Zelle für Toluol in Abhängigkeit von der Dosis. Dieser Filter erreicht den Leistungsbeanspruchungsgrad LD für die Toluolabscheidung.

Die integrierte Effizienz wird bestimmt durch Integration der Effizienzkurve von Beginn der Filterprüfung bis zum letzten überschrittenen Dosis-Grenzwert. Bei dem Beispielfilter aus Abbildung 5-89 entspricht die integrierte Effizienz der Fläche unter der roten Effizienzkurve bis zu dem Grenzwert der Dosis von $1,5 \text{ mol/m}^2$, der durch die grüne Linie gekennzeichnet ist. Die integrierte Effizienz des Beispielfilters für Toluol beträgt 75,7 %. Zur Klassifizierung von adsorptiven RLT-Filtern wird der Beanspruchungsgrad angegeben, gefolgt vom numerischen Wert der integrierten Effizienz, abgerundet auf

das nächste Vielfache von 5 %. Damit ergibt sich für die Beispiel-V-Zelle eine Klassifizierung von LD 75.

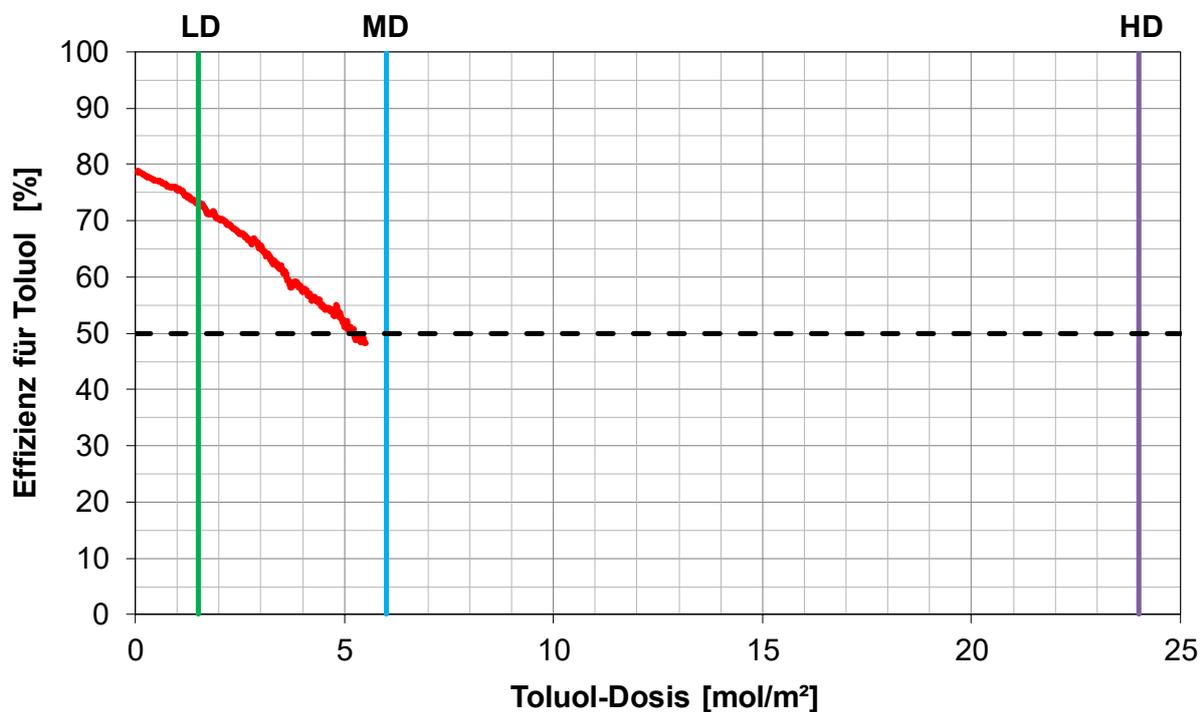


Abbildung 5-89: Effizienzverlauf eines RLT-Filters bei der Abscheidung von Toluol in Abhängigkeit von der Dosis (9 ppmv Toluol, 23 °C, 50 % r. F., 3.400 m³/h)

Das Abrunden der integrierten Effizienz auf das nächste Vielfache von 5 % kann dazu führen, dass bei der Prüfung verschiedener Filter desselben Typs mit demselben Prüf-gas, selbst wenn sich die Prüfergebnisse für den integrierten Wirkungsgrad nur um 0,1 % unterscheiden, die Werte für die resultierenden integrierten Effizienzen um 5 % differieren können. Zwei Prüffilter der LD-Klasse mit integrierten Wirkungsgraden von 74,9 % und 75,0 % würden einmal als LD 70 und einmal als LD 75 eingestuft werden.

Neben dem Leistungsbeanspruchungsgrad und der integrierten Effizienz ist die Anfangseffizienz ein weiterer Vergleichsparameter für Filter. Die Bestimmung erfolgt ebenfalls mit einem Durchbruchtest, jedoch mit deutlich geringeren Prüfgaskonzentrationen als bei der Bestimmung des Beanspruchungsgrades. Die Norm schreibt zur Bestimmung dieses Parameters für Toluol 0,9 ppm, für SO₂ und NO₂ 0,45 ppm und für Ozon 0,15 ppm als Prüfgaskonzentrationen vor. Das Ergebnis ist die mittlere Effizienz, die über die Prüfdauer mit dieser niedrigen Prüfgaskonzentration ermittelt wird. Der Zweck der Bestimmung des Anfangswirkungsgrades ist es, einen Eindruck von der Filtereffizienz zu Beginn der Betriebszeit im realen Einsatz zu erhalten, wo deutlich

niedrigere Konzentrationen als bei den Klassifizierungstests vorliegen. Wird die Durchbruchprüfung zur Bestimmung des Anfangswirkungsgrades vor derjenigen zur Bestimmung des Beanspruchungsgrades an ein und demselben Prüffilter durchgeführt, so ist dies im Prüfbericht zusammen mit dem Wert der während der Prüfung zur Bestimmung des Anfangswirkungsgrades angewandten Dosis zu vermerken. Als Beispiel zeigt Abbildung 5-90 den Verlauf der Anfangseffizienz eines Kartuschenfilters in Abhängigkeit von der Versuchszeit.

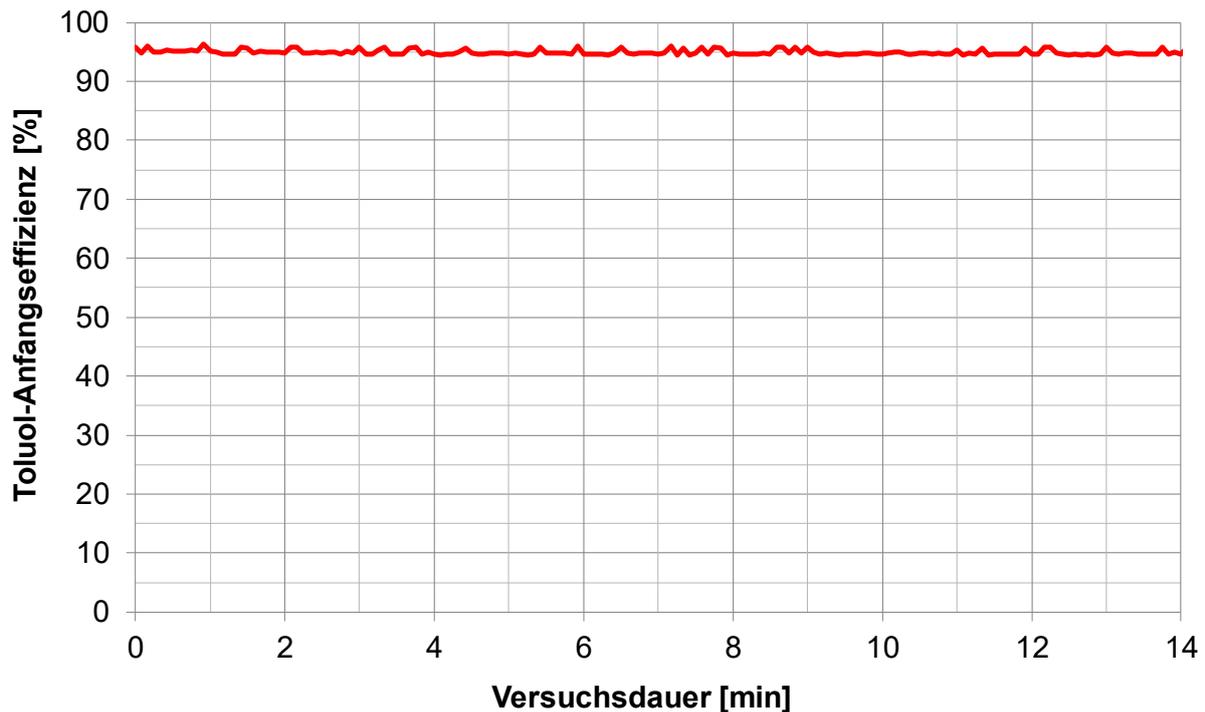


Abbildung 5-90: Anfangseffizienzverlauf eines RLT-Filters bei der Abscheidung von Toluol (0,9 ppmv Toluol, 23 °C, 50 % r. F., 800 m³/h)

Ein weiterer in ISO 10121-3 vorgegebener Vergleichsparameter ist das Rückhaltevermögen des Filters nach der Desorption, die sogenannte Retentivität des Filters. Die Bestimmung ist obligatorisch für Prüfungen mit den Prüfgasen Toluol, SO₂ und NO₂ an Filtern, die mindestens die LD-Klasse für das entsprechende Prüfgas erreichen. Das Rückhaltevermögen wird im Anschluss an den Durchbruchversuch zur Bestimmung des Beanspruchungsgrades mit einem Desorptionstest ermittelt. Hierfür wird die Prüfgasdosierung eingestellt, der Filter weiter mit dem konditionierten Luftstrom durchströmt und die Prüfgaskonzentrationen aufgezeichnet. Die Desorptionprüfung ist so lange durchzuführen bis die Reingaskonzentration weniger als 5 % der Prüfgaskonzentration während der Durchbruchprüfung beträgt, jedoch höchstens 6

Stunden lang. Eine signifikante Desorption tritt in der Regel nur bei dem Prüfgas Toluol auf, das durch Physisorption abgeschieden wird und dessen Kapazität von Aktivkohlen von seiner Konzentration in der Gasphase abhängt. Als Beispiel zeigt Abbildung 5-91 die während der Desorptionsversuche an einer V-Zelle gemessenen Reingaskonzentrationen von Toluol und SO₂ in Abhängigkeit von der Zeit. Die SO₂-Konzentration im Reingas fällt nach Beginn des Desorptionstests innerhalb von drei Minuten unter den Wert von 0,45 ppm, das Abbruchkriterium für den Desorptionstest. Die Toluolkonzentration im Reingas erreicht diesen Wert erst nach mehr als zwei Stunden.

Das Rückhaltevermögen R wird berechnet, indem die Masse m_{des} , die während des Desorptionstests desorbiert wurde, von der Masse m_{ads} , die während des Adsorptionstests adsorbiert wurde, subtrahiert wird und diese vom Filter zurückgehaltene Gesamtmasse auf die nominale Filterfläche A_N bezogen wird:

$$R = (m_{ads} - m_{des}) / A_N.$$

Adsorbierte und desorbierte Masse werden mit Hilfe von Massenbilanzen mit den während Ad- und Desorptionstest gemessenen Konzentrationswerten berechnet.

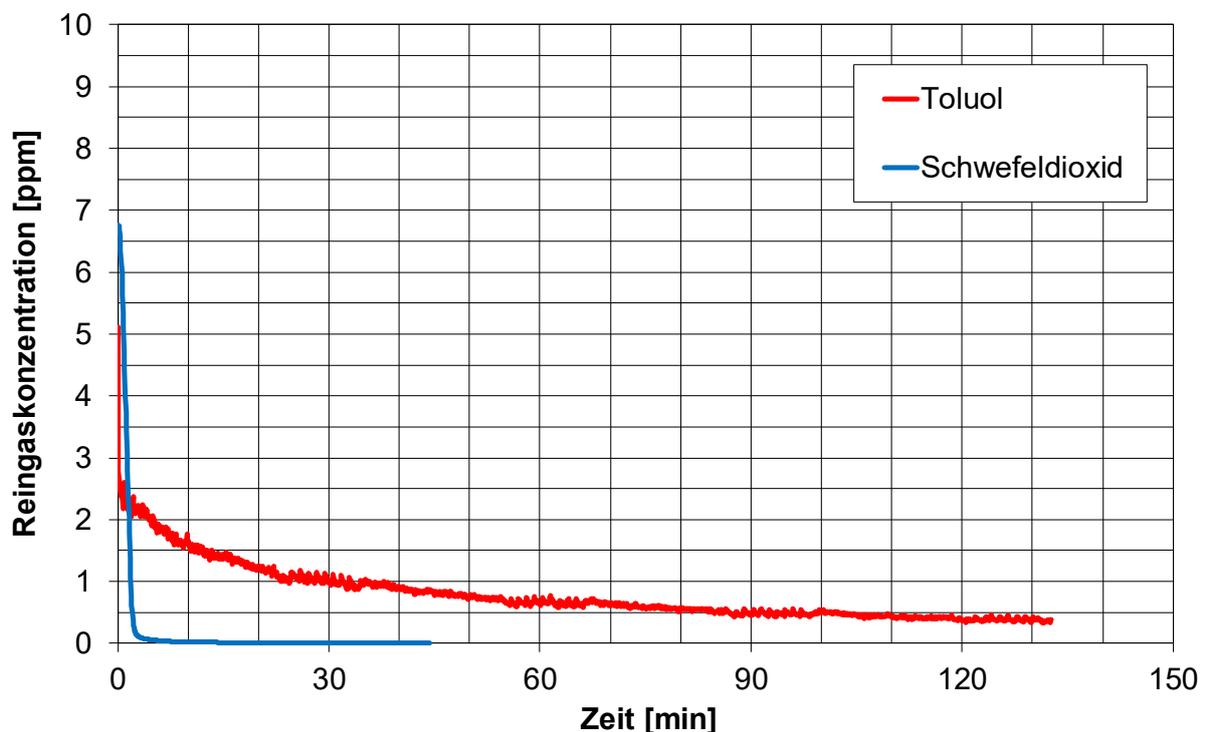


Abbildung 5-91: Verlauf der Reingaskonzentrationen von Toluol und SO₂ bei der Desorption durch Spülen mit prüfsubstanzfreier Luft (V-Zelle, 23 °C, 50 % r. F., 3.400 m³/h)

5.6.2 Klassifizierungsergebnisse – Testsubstanz Toluol

Die Klassifizierungsprüfungen mit Toluol als Testsubstanz wurden an den drei RLT-Filter-Bauformen V-Zelle (VZ), Kartuschenfilter (KF) und Taschenfilter (TF) durchgeführt. Es wurden zwei verschiedene Filtertypen der Bauform V-Zelle getestet. Taschenfilter und V-Zellen haben nominelle Einbauflächen in Standardgröße (610 mm x 610 mm) und einen Nennvolumenstrom von 3.400 m³/h. Der Kartuschenfilter hat eine nominelle Einbaufläche von 305 mm x 305 mm und einen Nennvolumenstrom von 800 m³/h. Die Aktivkohlemenge im Kartuschenfilter ist mindestens doppelt so groß wie die der V-Zelle und mehr als 30-mal so groß wie die des Taschenfilters.

Abbildung 5-92 zeigt Beispiele für die Effizienzverläufe von den drei verschiedenen Filtertypen in Abhängigkeit von der Toluol-Dosis. In der Legende sind die Klassifizierungsergebnisse einschließlich der Anfangseffizienz E_i und der Retentivität R aufgeführt. Angesichts der gravierenden Unterschiede bei den Aktivkohlemengen in den verschiedenen Filtern sind die unterschiedlichen Klassifizierungsergebnisse nachvollziehbar.

Die Evaluierung zur Durchführbarkeit der Prüfungen zur Filterklassifizierung nach ISO 10121-3 mit Toluol führte zu einem positiven Ergebnis.

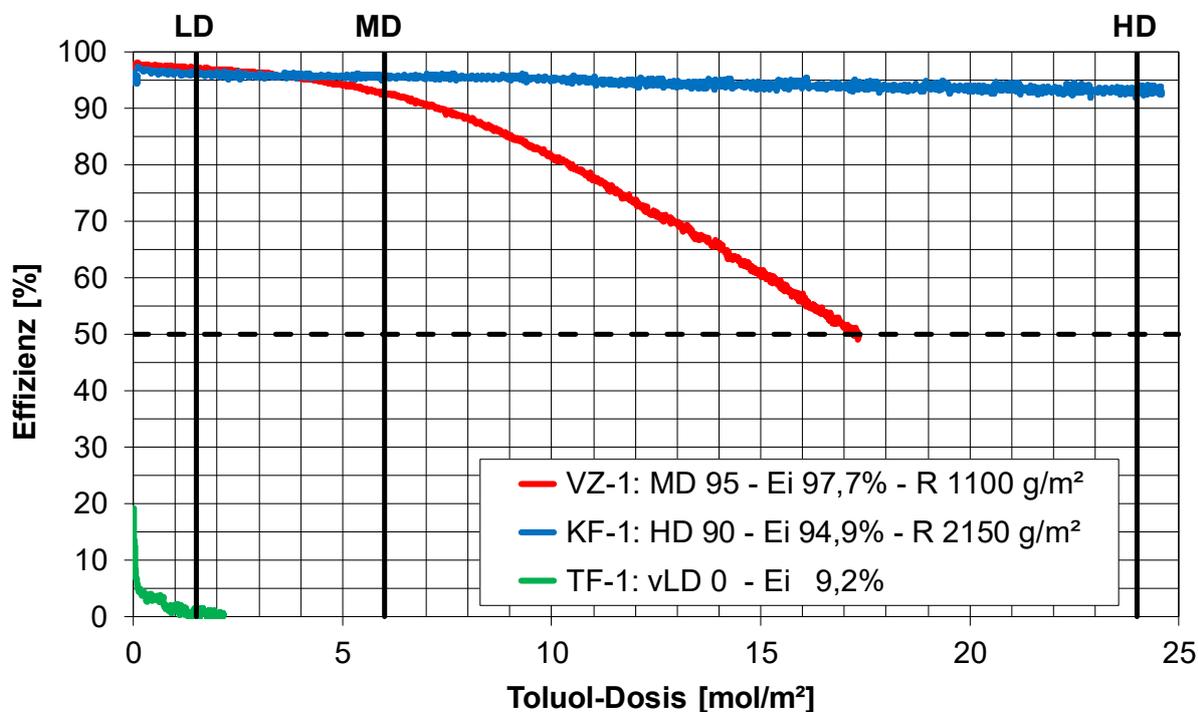


Abbildung 5-92: Effizienzverläufe in Abhängigkeit von der Toluol-Dosis von drei verschiedenen Raumluftfiltertypen

5.6.3 Klassifizierungsergebnisse – Testsubstanz SO₂

Die Klassifizierungsprüfungen mit der Testsubstanz SO₂, die hauptsächlich durch Chemisorptionsprozesse und nur zu einem geringen Anteil durch Physisorption abgeschieden wird, wurden an Filtern derselben Typen durchgeführt, die auch mit Toluol getestet wurden. Es ist zu vermuten, dass keiner der untersuchten Filtertypen mit Aktivkohle ausgestattet ist, die speziell für die SO₂-Abscheidung imprägniert ist.

Abbildung 5-93 zeigt als Beispiele die Effizienzverläufe von den Filtertypen V-Zelle (VZ-1), Kartuschen- (KF-1) und Taschenfilter (TF-1) in Abhängigkeit von der SO₂-Dosis. Die Klassifizierungen einschließlich Anfangseffizienz E_i und Retentivität R sind in der Legende angegeben. Der Leistungsbeanspruchungsgrad HD des Kartuschenfilters für SO₂ wird auf die große absolute Menge an Aktivkohle in Verbindung mit dem klassischen Verlauf von SO₂-Durchbrüchen auf einen Plateauwert zurückgeführt. Die V-Zelle, die deutlich weniger Sorbens enthält, wird für die SO₂-Abscheidung nur als LD klassifiziert, also schlechter als für die Toluol-Abscheidung mit MD. Der Taschenfilter erzielt auch für die Abscheidung von SO₂ nur eine vLD-Klassifizierung.

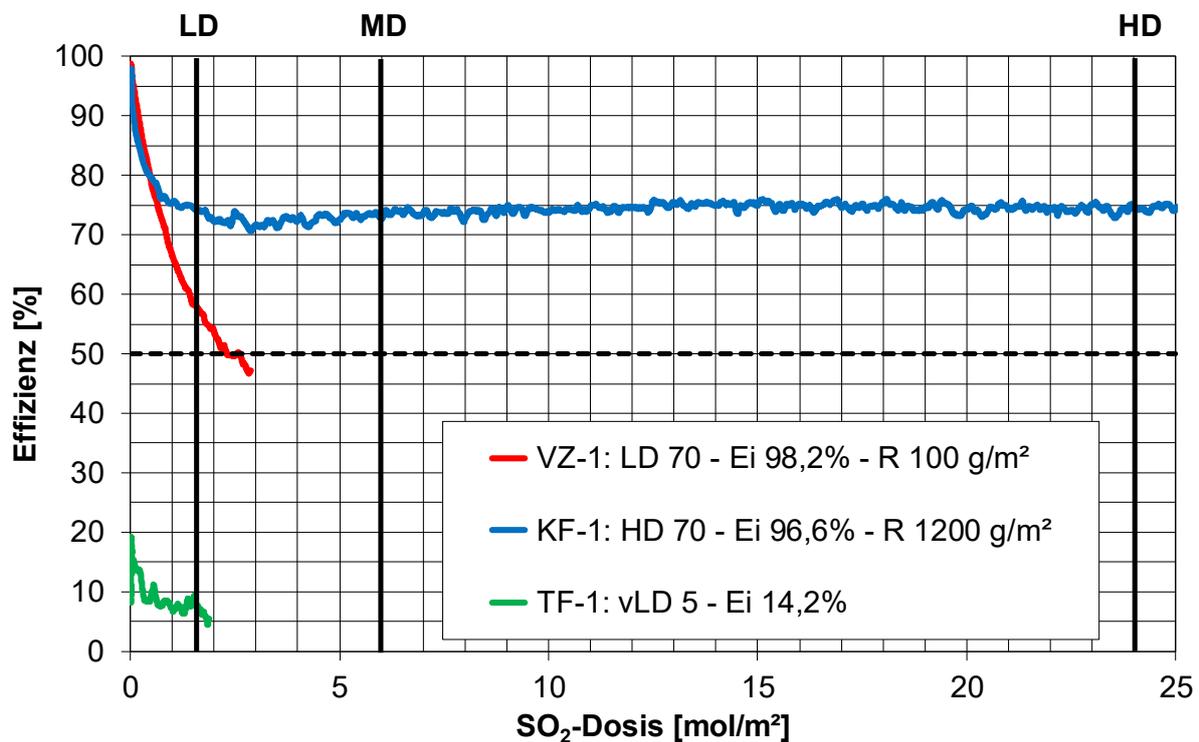


Abbildung 5-93: Effizienzverläufe in Abhängigkeit von der SO₂-Dosis von drei verschiedenen Raumluftfiltertypen

Die Prüfungen zur Filterklassifizierung nach ISO 10121-3 mit SO₂ weisen eine Schwierigkeit auf. Für die Dosierung von SO₂ bei dem Durchbruchversuch zur Bestimmung der Anfangseffizienz (Rohgaskonzentration 0,45 ppm) muss normalerweise ein Massenflussregler mit geringerem Durchfluss eingesetzt werden als bei der nachfolgenden Hauptprüfung (Rohgaskonzentration 9 ppm). Das führt zu zusätzlichem apparativem Aufwand und eventuell höherem Zeitaufwand für den Ein- und Ausbau des zweiten Massenflussreglers, sofern dieser nicht dauerhaft in einer Parallelschaltung im Dosierpanel des Prüfstandes eingebaut ist.

5.6.4 Klassifizierungsergebnisse – Testsubstanz NO₂

Auch die Prüfungen zur Klassifizierung mit der Testsubstanz NO₂, die quasi ausschließlich durch Chemisorptionsprozesse abgeschieden wird, wurden an Filtern derselben Typen durchgeführt, die auch mit Toluol und SO₂ getestet wurden. Es ist davon auszugehen, dass keiner der untersuchten Filter Aktivkohle enthält, die speziell für die NO₂-Abscheidung modifiziert wurde.

Abbildung 5-94 zeigt als Beispiele die Effizienzverläufe in Abhängigkeit von der NO₂-Dosis der Filtertypen VZ-1, KF-1 und TF-1 und die Klassifizierungen, die Anfangseffizienz E_i und die Retentivität R . Die Beanspruchungsgrade des Kartuschenfilters und der V-Zelle sind für NO₂ jeweils um eine Klasse geringer als für Toluol, die Klassifizierung des Taschenfilters führt wie für Toluol zu vLD 0. Die Ergebnisse sind nachvollziehbar, wenn die Filter nicht-modifizierte Aktivkohlen enthalten.

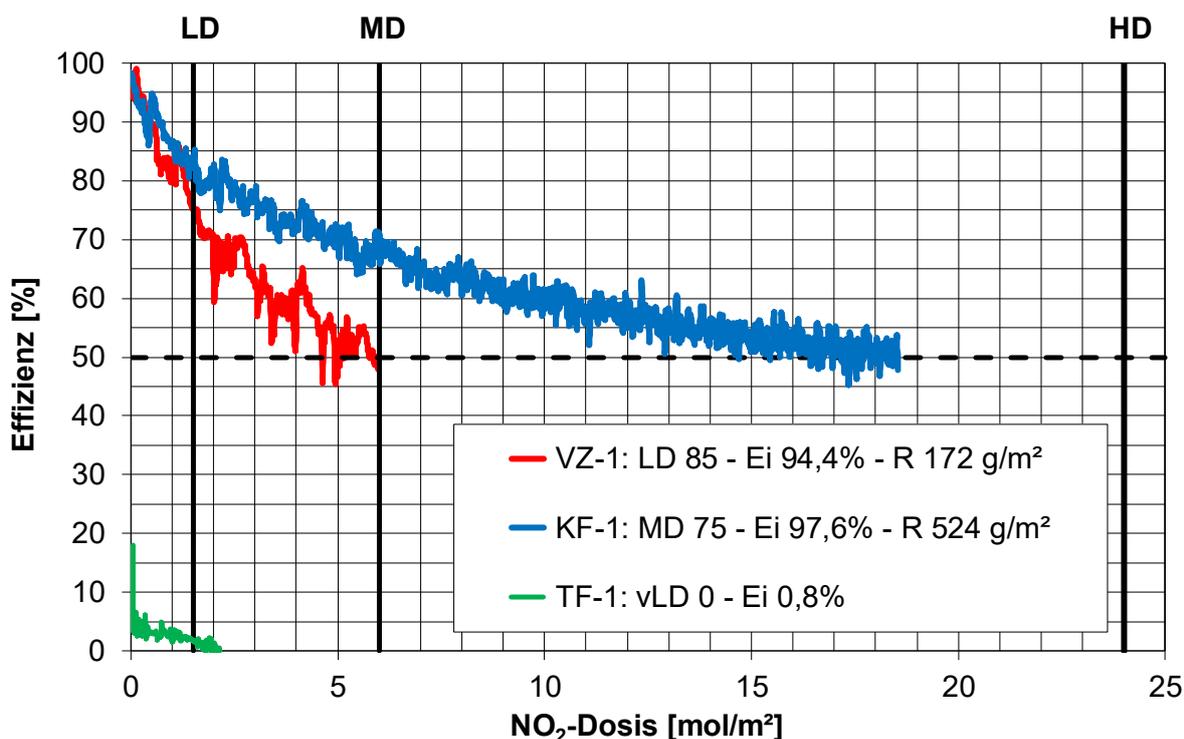


Abbildung 5-94: Effizienzverläufe in Abhängigkeit von der NO₂-Dosis von drei verschiedenen Raumluftfiltertypen

Die Prüfungen zur Filterklassifizierung nach ISO 10121-3 mit NO₂ weisen dieselbe Schwierigkeit wie die mit SO₂ auf. Auch bei der Dosierung von NO₂ zur Bestimmung der Anfangseffizienz des Filters muss ein Massenflussregler mit geringerem Durchfluss als bei der Hauptprüfung eingesetzt werden mit den gleichen Konsequenzen, zusätzlichem apparativen und eventuell zeitlichen Aufwand.

5.6.5 Klassifizierungsergebnisse – Testsubstanz Ozon

Ozon wird durch reaktive Prozesse an Aktivkohle abgeschieden. Daher findet keine Desorption statt, wenn Aktivkohlefilter nach dem Durchbruchversuch mit unbelasteter Luft durchströmt werden. Aus diesem Grund ist nach ISO 10121-ö3 auch kein Desorptionstest zur Ermittlung des Rückhaltevermögens vorgesehen.

Vor der Darstellung der Ergebnisse zur Filter-Klassifizierung bezüglich der Ozonabscheidung wird darauf hingewiesen, dass an FE 2 Prüfungen mit Ozon am RLT-Filterprüfstand aus Sicherheitsgründen nicht über Nacht durchgeführt werden dürfen. Dieser Umstand ist gerade bei den Prüfungen mit Ozon von Bedeutung, weil die Dosis-Grenzwerte für alle Prüfgase gleich groß sind, aber die Prüfgaskonzentration von Ozon um den Faktor drei kleiner ist als für die anderen Gase. Das heißt, dass die Dauer der Prüfungen mit Ozon bis zum Erreichen der Dosis-Grenzwerte entsprechend länger ist.

Geprüft wurden auch mit Ozon Filter derselben Typen, die zuvor mit den anderen drei Testsubstanzen getestet wurden. In Abbildung 5-95 sind aber zusätzlich die Ozon-Dosis-Effizienzverläufe sowie Anfangseffizienzen von einer weiteren V-Zelle (VZ-2) und einem weiteren Kartuschenfilter (KF-2) abgebildet. Der Grund hierfür ist, dass die Prüfungen von VZ-1 und KF-1 abgebrochen wurden, bevor die Effizienz 50 % unterschritten hatte.

Die Leistungsfähigkeit von VZ-1 zur Ozonabscheidung war nämlich so groß, dass die Effizienz nach einer Versuchsdauer von 8 Stunden und einer Dosis von $8,5 \text{ mol/m}^2$ gerade erst unterhalb von 90 % lag. Der Versuch wurde daher abgebrochen und eine vollständige Klassifizierung, die die reale Leistung beschreibt, war nicht durchführbar.

Bei VZ-2 handelt es sich ebenfalls um eine V-Zelle mit nomineller Standard-Einbaufläche und einem Nennvolumenstrom von $3.400 \text{ m}^3/\text{h}$. Die Versuchsdauer zur Ermittlung der Klassifizierung von MD 60 betrug 10 Stunden.

Der Durchbruchtest von KF-1 mit Ozon wurde nach einer Versuchszeit von ca. 5 Stunden und einer Ozon-Dosis von ungefähr 5 mol/m^2 durch einen Ausfall eines Druckluftkompressors beendet, bevor die Effizienz von KF-1 50 % unterschritt. Da kein weiterer Prüfling dieses Filtertyps mehr vorlag, wurde ein anderer Kartuschenfiltertyp (KF-2) getestet. Die Leistungsfähigkeit dieses Filters zur Ozonabscheidung war jedoch

so groß, dass nach knapp 9 Stunden Versuchszeit die Effizienz immer noch oberhalb von 77 % lag und der Versuch daher abgebrochen wurde.

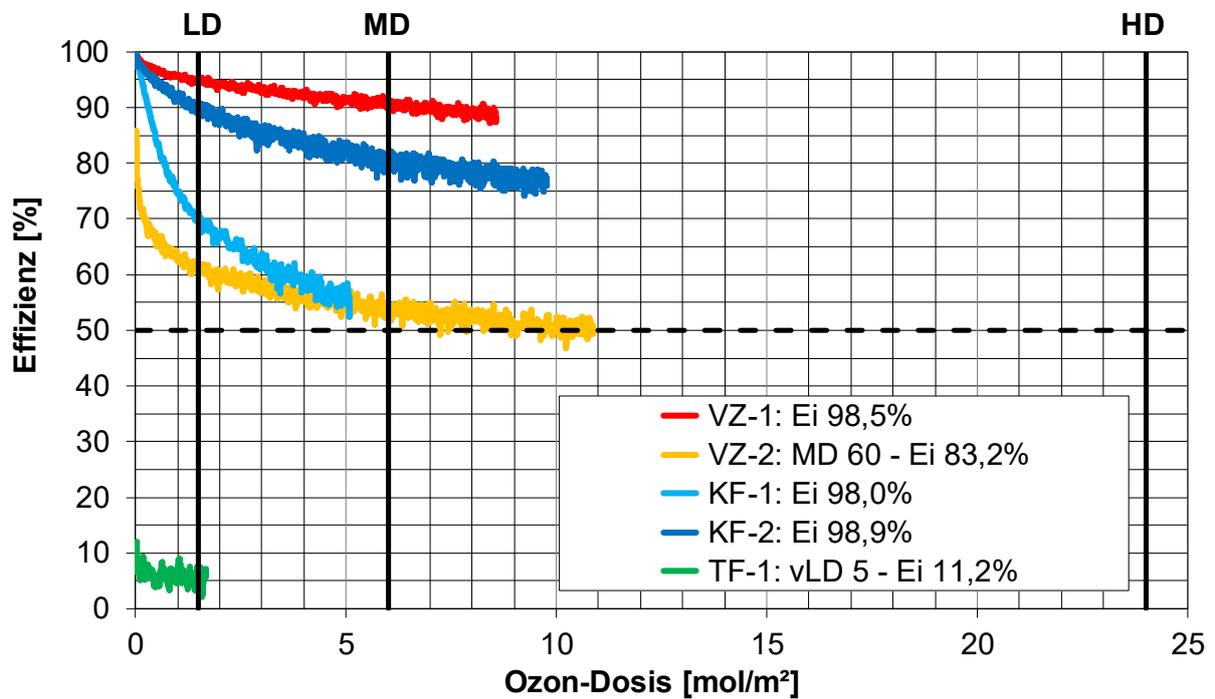


Abbildung 5-95: Effizienzverläufe in Abhängigkeit von der Ozon-Dosis von fünf verschiedenen Raumluftfiltertypen

Bei den Klassifizierungsprüfungen nach ISO 10121-3 mit Ozon kann die Prüfdauer bei Filtern, die die LD-Klasse überschreiten, problematisch sein. Auch bei Prüfeinrichtungen, die über Nacht betrieben werden können, führt die längere Prüfdauer zu höheren Kosten.

5.6.6 Klassifizierungsergebnisse verschiedener Filtertypen

Die Abbildung 5-96, Abbildung 5-97 und Abbildung 5-98 zeigen die Effizienzverläufe aller vier Prüfsubstanzen nach ISO 10121-3 und die daraus resultierenden Klassifizierungen jeweils für die drei verschiedenen Filtertypen, V-Zelle, Kartuschenfilter und Taschenfilter. Diese Zusammenstellung der Prüfergebnisse für jeweils einen Filtertyp verdeutlicht, dass das Klassifizierungsergebnis stark substanzabhängig sein kann.

In Abbildung 5-96 sind die Klassifizierungsergebnisse von einer V-Zelle (VZ-2) dargestellt. Die Klassifizierungen für die Abscheidung von SO_2 und NO_2 liegen deutlich unterhalb derjenigen für Toluol und Ozon. Das weist darauf hin, dass die V-Zelle mit nicht speziell für die Abscheidung von SO_2 oder NO_2 modifizierter Aktivkohle ausgestattet ist. Der Kartuschenfilter (KF-1), siehe Abbildung 5-97, der aus vier Kartuschen mit einer Aktivkohlemasse von ca. 15 kg besteht, weist eine sehr hohe Effizienz bei der Toluolabscheidung auf. Auch die Abscheidekapazität für SO_2 ist aus den unter 5.6.5 beschriebenen Gründen auf HD-Niveau. Die Effizienz bei der NO_2 - und Ozonabscheidung ist dagegen geringer. Der Taschenfilter (TF-1) erreicht für alle Substanzen lediglich die vLD-Klasse.

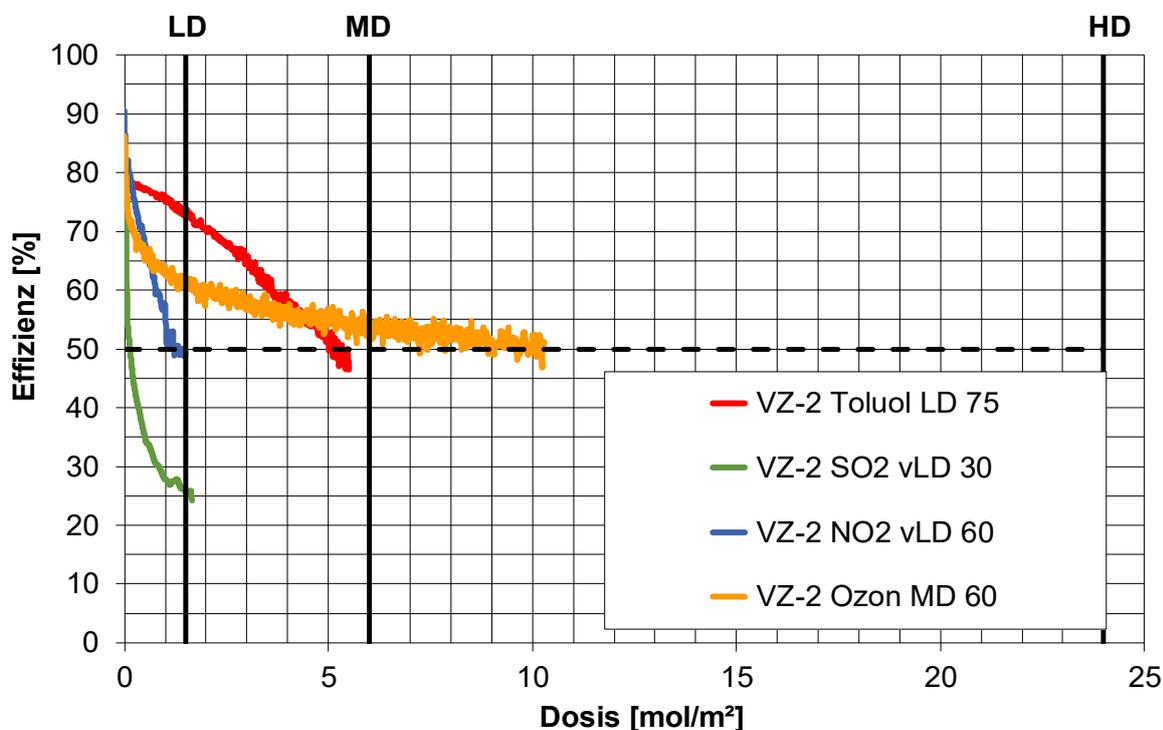


Abbildung 5-96: Effizienzverläufe aller Prüfsubstanzen nach ISO 10121-3 in Abhängigkeit von der Dosis an einer V-Zelle (VZ-2)

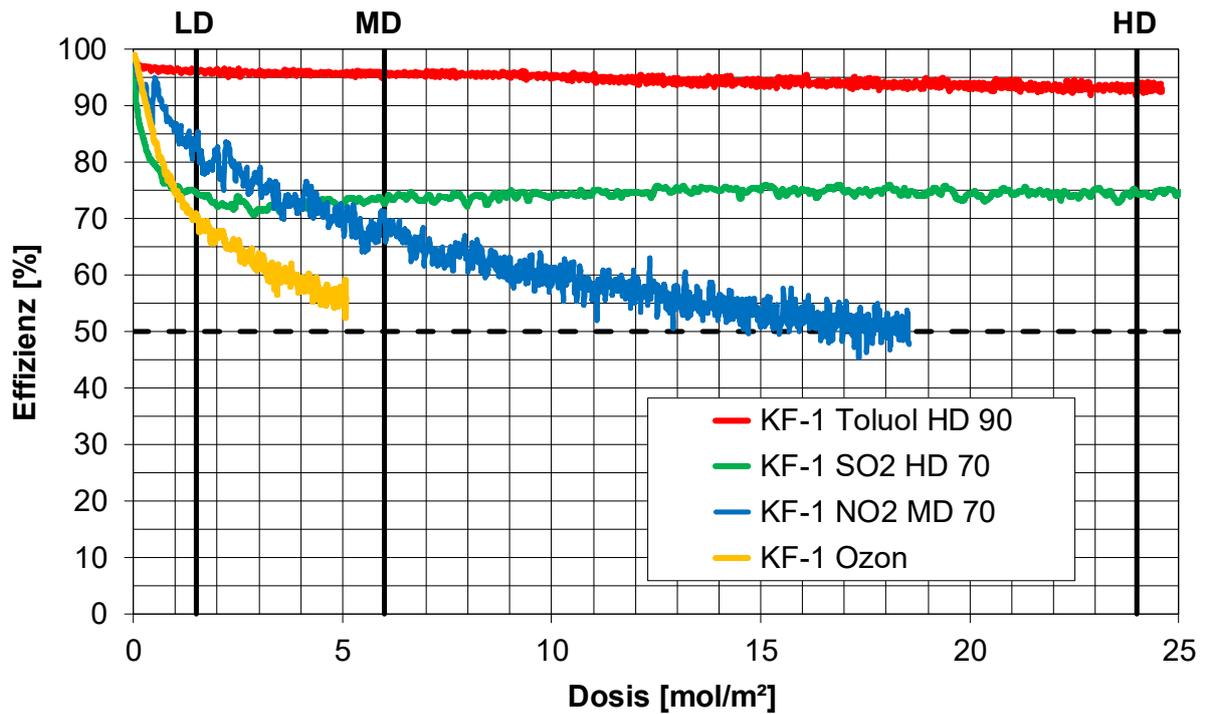


Abbildung 5-97: Effizienzverläufe aller Prüfsubstanzen nach ISO 10121-3 in Abhängigkeit von der Dosis an einem Kartuschenfilter (KF-1)

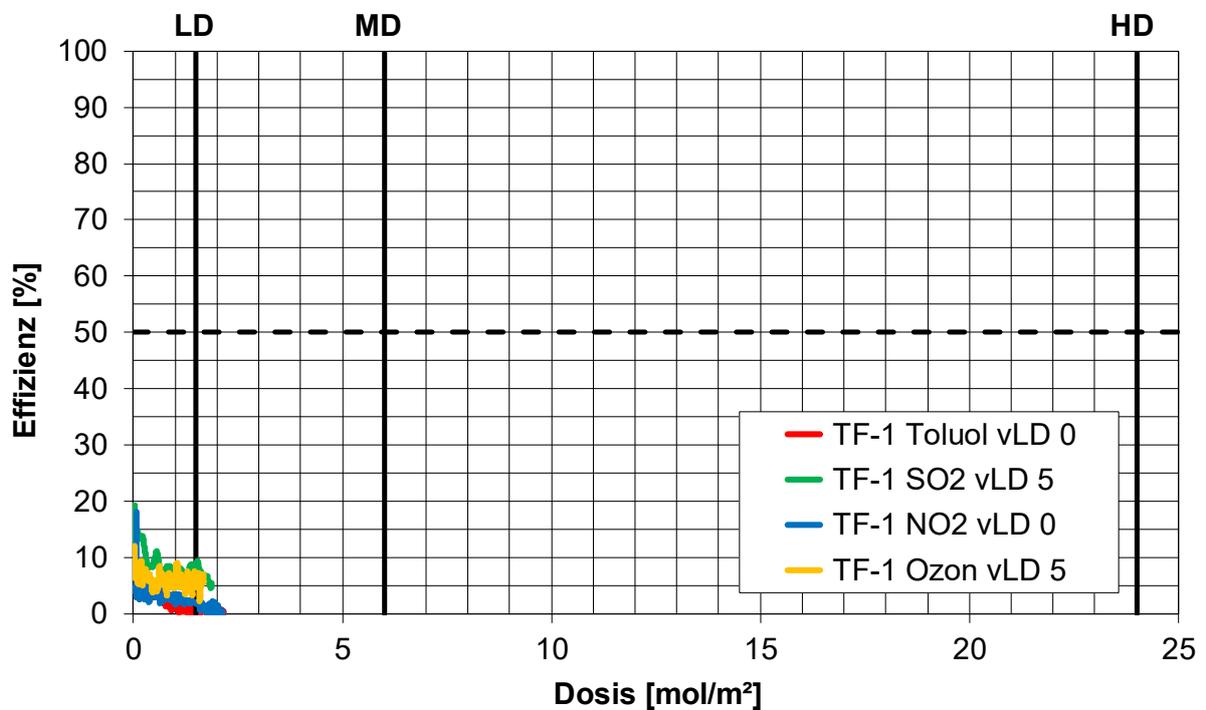


Abbildung 5-98: Effizienzverläufe aller Prüfsubstanzen nach ISO 10121-3 in Abhängigkeit von der Dosis an einem Taschenfilter (TF-1)

5.6.7 Ergebnis der Evaluierung von ISO 10121-3

Bei der Evaluierung der ISO 10121-3 hinsichtlich der praktischen Durchführbarkeit der darin vorgegebenen Prüfungen für die Filter-Klassifizierung wurden nur wenige Herausforderungen festgestellt, die nachfolgend beschrieben werden.

Grundsätzlich ist die Prüfung von RLT-Filtern aufgrund der Filterabmessungen und der höheren Nennvolumenströme aufwändiger als die von Filtermedien oder Kfz-Innenraumfiltern. Die Prüfstände sind größer und die höheren Volumenströme, häufig 3.400 m³/h, machen die Bereitstellung der Prüfgase nicht nur unter dem Gesichtspunkt der Arbeitssicherheit komplexer. Hohe Volumenströme, die konditioniert werden müssen, führen, bezogen auf die gesamte Prüfanlage, zu höheren Investitionskosten für die Klimatisierungsgeräte und entsprechend höheren Betriebskosten. Die Anzahl der Prüfstände für die Prüfung von RLT-Filtern ist daher weltweit gering und dementsprechend begrenzt sind die verfügbaren Prüfkapazitäten.

Eine kleinere praktische Schwierigkeit bei den Prüfungen für die Klassifizierung ergibt sich im Zusammenhang mit der Dosierung von SO₂ und NO₂ durch die um den Faktor 20 unterschiedlichen Prüfgaskonzentrationen bei der Bestimmung der Anfangseffizienz (150 ppb) und der Bestimmung der Leistungsklasse (9 ppm). Um diesen Konzentrationsbereich bei der Dosierung von SO₂ und NO₂ abdecken zu können, sind zwei Massendurchflussregler mit unterschiedlichen Leistungen erforderlich.

Die größten Herausforderungen bei der Durchführung von Tests zur Klassifizierung nach ISO 10121-3 sind jedoch mit dem Prüfgas Ozon verbunden. Den Schwierigkeiten bei der Erzeugung einer ausreichenden Ozonmenge wurde in der Norm teilweise Rechnung getragen, indem die Prüfgaskonzentration von Ozon im Gegensatz zu den anderen drei Prüfgasen auf nur 3 ppm statt 9 ppm festgelegt wurde. Für die Prüfung eines Filters mit einem Nennvolumenstrom von 3.400 m³/h bedeutet dies aber immer noch, dass etwas mehr als 20 g Ozon pro Stunde bereitgestellt werden müssen. Ozongeneratoren mit dieser Leistung sind zwar im Handel erhältlich, doch gerade bei Produktionsleistungen ab ca. 20 g/h werden die Generatoren überwiegend mit einer aufwendigeren Kühltechnik ausgestattet, mit entsprechenden Auswirkungen auf den Anschaffungspreis. Eine Alternative ist der parallele Einsatz mehrerer Ozongeneratoren mit geringerer Leistung. Dadurch wird jedoch der Installationsaufwand größer

und eventuell steigt das Risiko einer Ozon-Freisetzung, z. B. aus den Anschlussstellen der Verbindungsleitungen.

Eine weitere Schwierigkeit bei den Ozontests ist die längere Testdauer. Wie bereits beschrieben, sind die Grenzwerte für die molare Dosis, die den Leistungsbeanspruchungsgrad bestimmen, für alle vier Prüfsubstanzen gleich. Da die ISO 10121-3 aber für Ozon eine dreimal niedrigere Prüfgaskonzentration als für die anderen Prüfgase vorschreibt, ist die Dauer der Filterprüfung mit Ozon entsprechend länger. Die Prüfzeiten für Filter mit hohem Ozonabscheidegrad und/oder geringen Volumenströmen können weit über einen Arbeitstag hinausgehen, was aufgrund der besonderen Sicherheitsanforderungen im Umgang mit Ozon nur schwer zu realisieren ist. Auch bei Filtern mit geringem Ozonabscheidevermögen wirken sich die längeren Prüfzeiten negativ auf die Kosten der Prüfung aus.

Die festgestellten Schwierigkeiten bei der Umsetzung der Klassifizierungsprüfungen nach ISO 10121-3 sind alle mit einem höheren apparativen, zeitlichen oder personellem Aufwand zu meistern. Sie beeinträchtigen auch nicht den Nutzen des in der Norm vorgegebenen Klassifizierungssystems zum Vergleich der Abscheideleistung von Filtern verschiedener Bauarten mit unterschiedlichen Aktivkohlemengen, Nennvolumenströmen und Einbauquerschnitten. Dennoch sollten die beschriebenen Herausforderungen bei der Fortschreibung der Norm berücksichtigt werden. Daher ist als Transfermaßnahme im Anschluss an das Vorhaben (siehe 10.2) geplant, die Ergebnisse der Evaluierung dem Normausschuss Maschinenbau (NAM) im DIN, Fachbereich: Allgemeine Lufttechnik (NA 060) vorzustellen.

5.7 Klassifizierung von Filtermedien in Anlehnung an ISO 10121-3 / AS 2.2

Der Aufwand bei der Prüfung eines konfektionierten adsorptiven RLT-Filters und die geringe Verfügbarkeit von Prüfständen führten zu der Überlegung, ob die Klassifizierung von Filtern auch anhand der in den Filtern eingebauten bzw. verwendeten Filtermedien möglich ist. Zur Untersuchung dieser Fragestellung wurden die Filtermedien von untersuchten RLT-Filtern beschafft und unter vergleichbaren Bedingungen wie die Filter getestet.

Vor Prüfungen von Filtermedienproben zum Vergleich der Ergebnisse mit denen der Filter muss zunächst die mittlere Anströmgeschwindigkeit des Mediums im eingebauten Zustand des Filters ermittelt werden. Bei Taschenfiltern und V-Zellen wird diese mittlere Anströmgeschwindigkeit über den Quotienten aus dem Nennvolumenstrom des Filters und der Fläche des im Filter eingebauten Flachfiltermediums berechnet. Für Kartuschenfiltern, die mit Aktivkohlegranulat oder -pellets gefüllt sind, muss eine charakteristische durchströmte Fläche ermittelt werden. Bei geometrisch einfachen rechteckigen kassettenförmigen Filterkartuschen entspricht diese der Anströmfläche. Bei Aktivkohlekartuschen mit einem hohlzylinderförmigen Sorbensvolumen wird die durchströmte Medienfläche berechnet über die Mantelfläche eines Zylinders mit dem Durchmesser, der zwischen dem Innendurchmesser und dem Außendurchmesser des Ringspaltes liegt und die Ringfläche in zwei gleich große Flächen teilt.

Wenn das Filtermedium eine Schüttung ist, sollte beim Medientest die Schütthöhe genauso groß sein wie die der durchströmten Schicht im Filter. Bei Hohlzylinder-Kartuschenfiltern wird die Schütthöhe aus der Differenz zwischen Außen- und Innenradius der Ringfläche ermittelt.

Die Prüfung von Flachfiltermedienproben und Schüttungen erfolgt, wie in ISO 10121-1 beschrieben, an Prüfständen für Filtermedien in Adsorbern. Für die Auswertung von Testergebnissen, die an Medien ermittelt wurden, im Sinne einer Klassifizierung ist zur Berechnung der normierten Dosis die Ermittlung einer geeigneten Referenzfläche für die Medienprobe erforderlich. Wie unter 5.6 dargestellt, entspricht die Bezugsfläche bei Filtern dem nominalen Filtereinbauquerschnitt. Der stimmt aber normalerweise nicht mit der im Filter eingebauten bzw. durchströmten Medienfläche überein. Die

folgende Vorgehensweise zur Bestimmung der Bezugsfläche für Medienproben führte zu einem zufriedenstellenden Ergebnis, wie die folgenden Beispiele zeigen werden. Ausgangspunkt ist das Verhältnis zwischen dem nominalen Filtereinbauquerschnitt des Filters und der im Filter durchströmten Medienfläche, die zuvor zur Berechnung der mittleren Anströmgeschwindigkeit der Medienprobe ermittelt wurde. Das gleiche Verhältnis wird für den Quotienten aus der erforderlichen Medienbezugsfläche und der bekannten Querschnittsfläche der Medienprobe im Adsorber angenommen und daraus die Referenzfläche berechnet.

Die folgenden Abbildungen zeigen Effizienzkurven, die bei Prüfungen an Medienproben ermittelt wurden, im Vergleich zu denen, die an den entsprechenden Filtern bestimmt wurden. Beispielhaft werden Vergleiche von Tests mit den vier Testgasen an Filtern verschiedener Bauform dargestellt.

Die Abbildung 5-99 und Abbildung 5-100 zeigen zwei Vergleiche für die Testsubstanz Toluol.

In Abbildung 5-99 wird die Effizienz des Katuschenfilters KF-1 mit der der Medienprobe, einer Schüttung aus Aktivkohlepellets, verglichen. Die Effizienz der Medienprobe ist geringfügig höher die des Filters. Der grundsätzliche Kurvenverlauf ist aber bei beiden Prüfungen gleich. Es ergibt sich ganz klar für beide Prüflinge eine HD-Klasse. Obwohl die Werte für die integrierte Effizienz bei dem HD-Dosisgrenzwert von 24 mol/m^2 mit 94,7 % für den Filter und 96,4 % für die Medienprobe nur gering voneinander abweichen, ergeben sich durch das Abrunden der integrierten Effizienz auf das nächste vielfache von 5 jedoch Klassifizierungsergebnisse von HD 90 für den Filter und HD 95 für die Medienprobe.

Der Vergleich des Klassifizierungsergebnisses der V-Zelle VZ-1 mit dem der zugehörigen Flachfiltermedienprobe zeigt Abbildung 5-100. Obwohl sich die Effizienzverläufe von Filter und Medienproben kreuzen und Abweichungen erkennbar sind, ist der Kurvenverlauf bei beiden Prüfungen vergleichbar und es ergeben sich für alle Prüflinge MD-Klassen. Die Werte für die integrierte Effizienz liegen ebenfalls dicht beieinander, durch das Abrunden ergeben sich jedoch Klassifizierungsergebnisse von MD 95 für den Filter und MD 90 für die Medienproben.

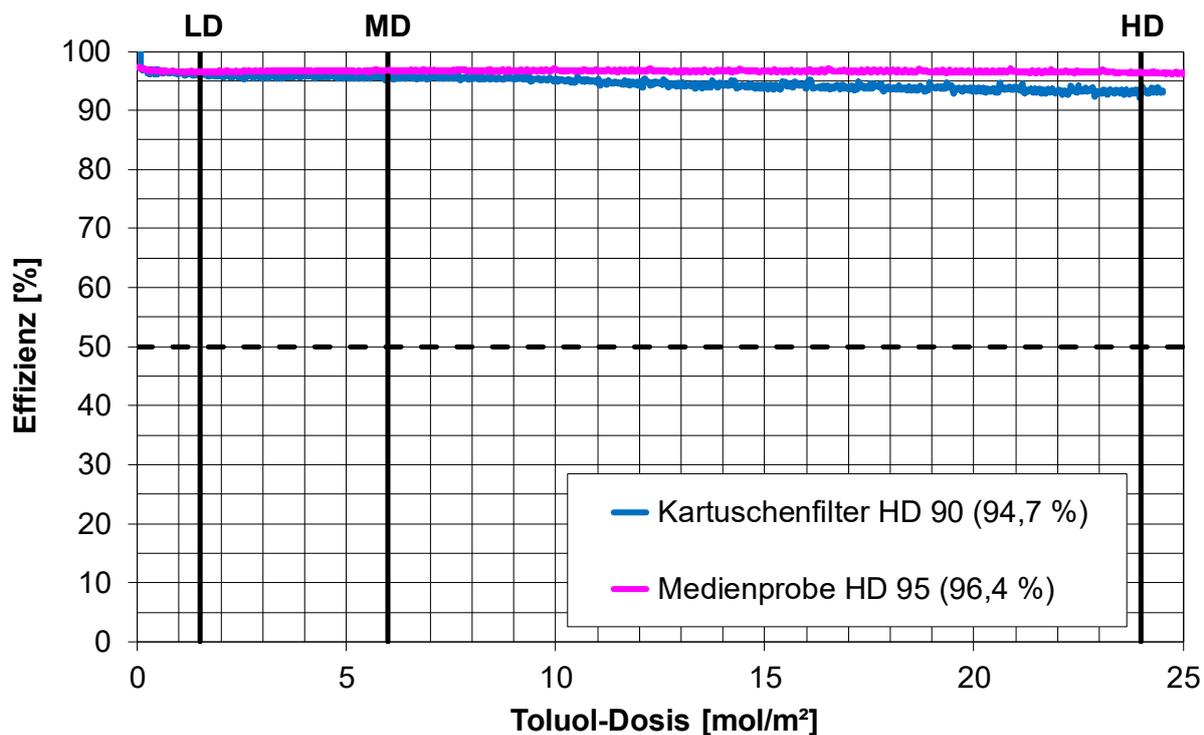


Abbildung 5-99: Vergleich der an Kartuschenfilter KF-1 und zugehöriger Medienprobe gewonnenen Effizienzverläufe bei der Abscheidung von Toluol

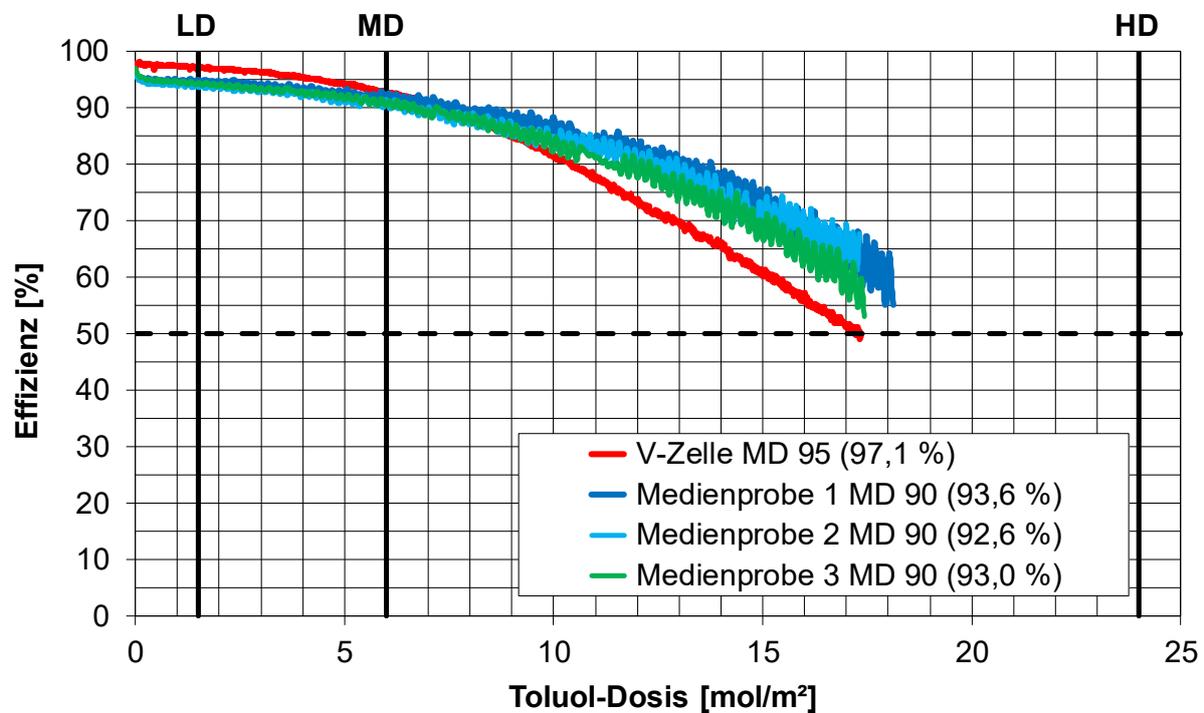


Abbildung 5-100: Vergleich der an V-Zelle VZ-1 und zugehörigen Medienproben gewonnenen Effizienzverläufe bei der Abscheidung von Toluol

Abbildung 5-101 zeigt den Vergleich der an V-Zellen des Typs VZ-1 und einer entsprechenden Medienprobe ermittelten Effizienzverläufe sowie die daraus resultierenden Klassifizierungsergebnisse. Die Kurve des Effizienzverlaufes der Medienprobe liegt erkennbar höher als die der Filter. Es ist nicht abschätzbar, wann die Effizienz der Medienprobe die 50 % unterschreitet. Die angegebene Klassifizierung von MD 65 für die Medienprobe gilt unter der Annahme, dass der 50-%-Effizienzwert bei einer Dosis unterhalb des HD-Grenzwertes erfolgt. An dem Beispiel aus Abbildung 5-101 wird deutlich, dass der für die SO₂-Abscheidung typische Kurvenverlauf mit Ausprägung eines Plateauwertes, insbesondere wenn dieser in der Nähe des 50-%-Wertes liegt, zu größeren Unsicherheiten und Variationen bei der Klassifizierung führen kann. Wenn die Medienprobe als LD klassifiziert worden wäre, lautete die Gesamtklassifizierung LD 80 mit einer integrierten Effizienz von 83,5 %.

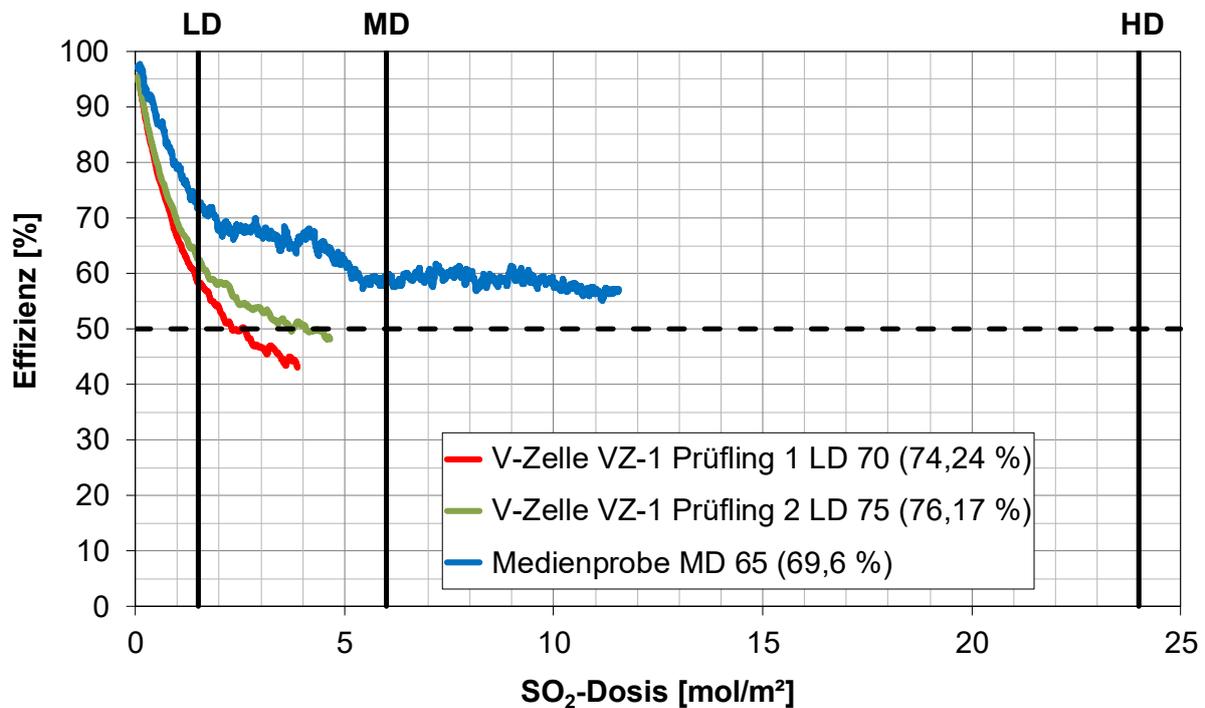


Abbildung 5-101: Vergleich der an V-Zellen VZ-1 und zugehöriger Medienprobe gewonnenen Effizienzverläufe bei der Abscheidung von SO₂

Als Beispiel für die Klassifizierung mit der Prüfsubstanz NO_2 zeigt Abbildung 5-102 die Effizienzverläufe, die bei der Prüfung einer V-Zelle, Typ VZ-1, und einer zugehörigen Medienprobe ermittelt wurden. Die NO_x -Effizienzverläufe unterscheiden sich nur sehr wenig. Beide Kurven unterschreiten die 50%-Effizienz in unmittelbarer Nähe des Dosis-Grenzwertes von 6 mol/m^2 , die Effizienzkurve der V-Zelle bei $5,9 \text{ mol/m}^2$ und die der Medienprobe bei $6,1 \text{ mol/m}^2$. Dieser geringfügige Unterschied führt jedoch zu einer LD-Klassifizierung für die V-Zelle LD 85 und einer MD-Klassifizierung für die Medienprobe MD 65. Die integrierte Effizienz der Medienprobe bei der Grenzdosis für die LD-Klasse von $1,5 \text{ mol/m}^2$ beträgt $83,78 \%$, sodass sich eine theoretische LD-80-Klassifizierung ergeben würde. Umgekehrt beträgt die integrierte Effizienz der V-Zelle bei der Grenzdosis für die MD-Klasse von 6 mol/m^2 $66,6 \%$, was bei einer MD-Klassifizierung von MD 65 führen würde. Das Beispiel zeigt die Bedeutung des Effizienzverlaufes als Testergebnis zusätzlich zur Klasseneinteilung und dem Wert der integrierten Effizienz.

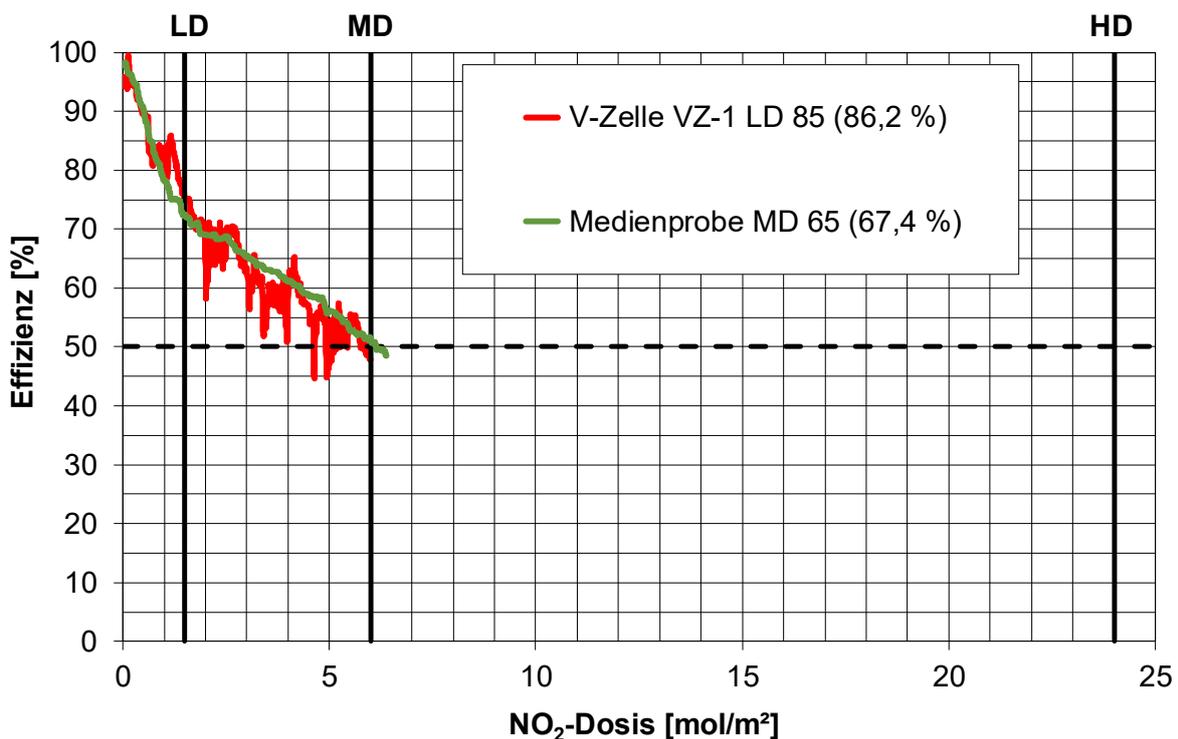


Abbildung 5-102: Vergleich der an V-Zelle VZ-1 und zugehöriger Medienprobe gewonnenen Effizienzverläufe bei der Abscheidung von NO_2 (9 ppm NO_2 , $23 \text{ }^\circ\text{C}$, 50 % r. F., $3.400 \text{ m}^3/\text{h}$ bzw. $0,155 \text{ m/s}$)

Die Abbildung 5-103 und Abbildung 5-104 zeigen für die Testsubstanz Ozon wieder Vergleiche der Effizienzkurven, die an Filtern und Medien ermittelt wurden, für die beiden Filterbauarten Kartuschenfilter und V-Zelle.

Anders als bei der Testsubstanz Toluol nimmt die Ozon-Effizienz des Kartuschenfilters KF-1 bzw. der Aktivkohleschüttung mit steigender Dosis erkennbar ab, siehe Abbildung 5-103. Die Effizienzkurve des Filters wurde extrapoliert, dieser Teil ist ebenfalls blau, aber gestrichelt dargestellt. Die Effizienz des Filters ist etwas höher als die der Medienproben. Der grundsätzliche Kurvenverlauf ist aber bei allen Prüfungen gleich. Trotzdem ergeben sich unterschiedliche Klassen aus der Filter- und den Medienprüfungen, da die Effizienzkurven der Medienproben die 50-%-Effizienz vor dem MD-Dosis-Grenzwert von 6 mol/m^2 unterschreiten und die extrapolierte Effizienzkurve des Kartuschenfilters erst bei ungefähr $7,5 \text{ mol/m}^2$.

Abbildung 5-104 zeigt den Vergleich des Klassifizierungsergebnisses der V-Zelle VZ-1 für Ozon mit denen der zugehörigen Flachfiltermedienproben. Erneut wurde die Effizienzkurve des Filters extrapoliert und dieser Teil der Kurve gepunktet dargestellt. Die Effizienzverläufe von Filter und Medienproben in Abbildung 5-104 sind grundsätzlich vergleichbar. Die Graphen der Medienprobe 2 und des Filters sowie der Extrapolation stimmen sehr gut überein. Der Test der Medienprobe 2 und des Filters inklusive der Extrapolation führen zu einer HD-85-Klassifizierung. Die Effizienz der zweiten Medienprobe nimmt ab der MD-Grenzdosis erkennbar höhere Werte an, was ebenfalls zu einer HD-Klassifizierung führen würde, jedoch mit einem höheren Wert für die integrierte Effizienz. Die Unterschiede bei den Effizienzkurven der beiden Medienproben verdeutlichen ein mögliches Problem bei dem Test von Medien- und insbesondere von Flachfiltermedienproben. Inhomogenitäten im Medium können zu abweichenden Testergebnissen bei Tests an Medienproben beitragen. Im Filter können Inhomogenitäten des Mediums über die deutlich größere Gesamtfläche eher ausgeglichen werden. In einem Adsorber mit $0,01 \text{ m}^2$ durchströmter Fläche ist der Einfluss von z. B. ungleichmäßig verteilten Aktivkohlepartikeln größer. Der Versuch an Medienprobe 2, der bis zum Überschreiten des HD-Grenzwertes geführt wurde, dauerte mehr als 19 Stunden.

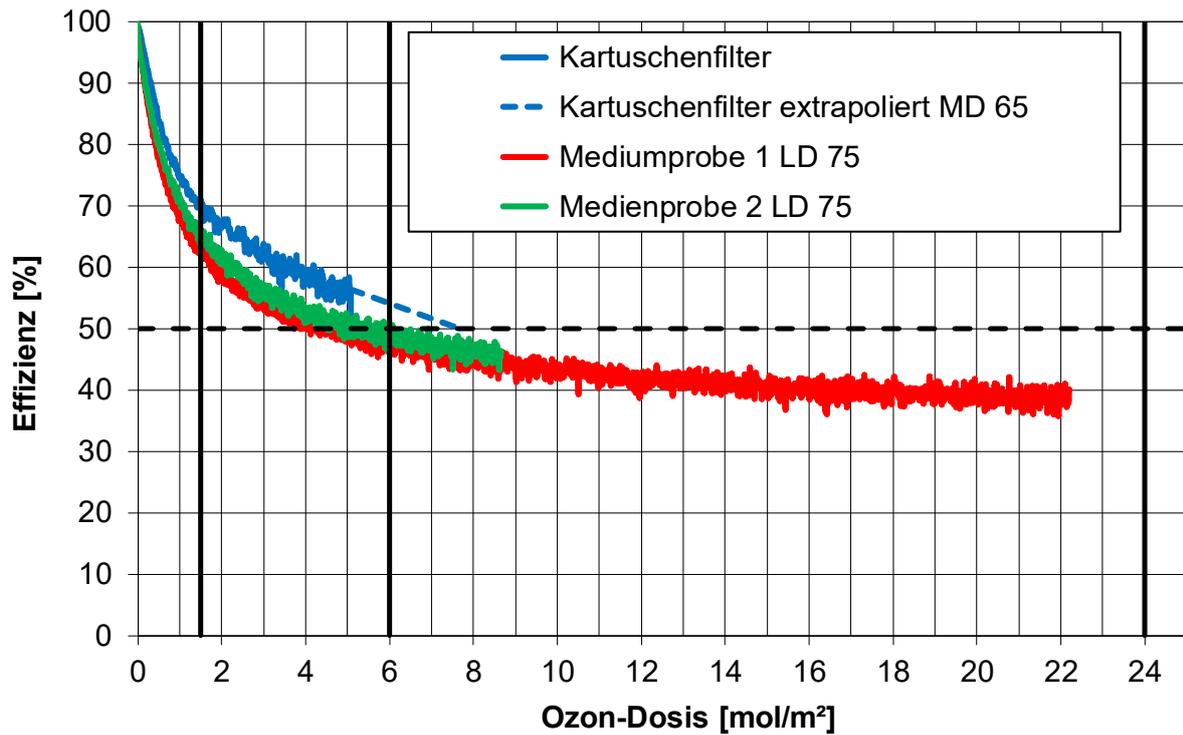


Abbildung 5-103: Vergleich der an Kartuschenfilter KF-1 und zugehöriger Medienprobe gewonnenen Effizienzverläufe bei der Abscheidung von Ozon

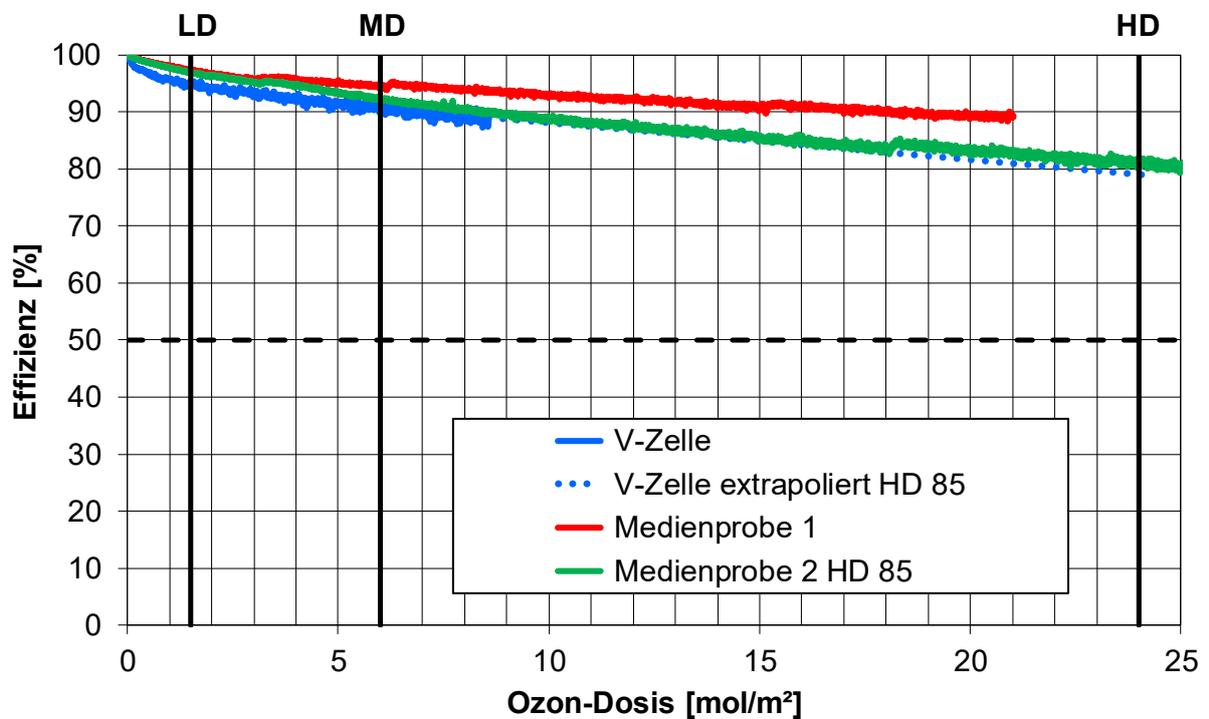


Abbildung 5-104: Vergleich der an V-Zelle VZ-1 und zugehörigen Medienproben gewonnenen Effizienzverläufe bei der Abscheidung von Ozon

Die Untersuchung dazu, ob eine Klassifizierung von adsorptiven RLT-Filtern nach ISO 10121-3 auch anhand von Tests an Medienproben aus diesen Filtern möglich ist, führte zu den nachfolgend aufgeführten Ergebnissen:

- Grundsätzlich stimmte die Form der Effizienz-Kurvenverläufe, die an Filtern und dazugehörigen Medienproben ermittelt wurden, überein.
- Bis auf eine Ausnahme war die an Medienproben bestimmte Effizienz geringfügig höher als die der entsprechenden Filter.
- Nicht immer wurde die gleiche Klasse an Filter und Medienprobe ermittelt. Teilweise wurde die 50-%-Effizienz bei Dosiswerten dicht bei den Dosis-Grenzwerten unterschritten. Bei charakteristischen SO₂-Effizienzverläufen können Differenzen bei den Plateau-Effizienzen zu unterschiedlichen Klassifizierungen führen.
- Die integrierten Effizienzen wichen häufig voneinander ab, was auf das Abrunden der Zahlenwerte auf das nächsttiefere Vielfache von 5 % zurückzuführen ist.

Das Fazit der Untersuchung ist, dass, wenn keine Möglichkeit besteht, einen Filter nach ISO 10121-3 klassifizieren zu lassen, die Ergebnisse von Tests an Filtermedienproben zumindest einen qualifizierten Eindruck von der zu erwartenden Klassifizierung für den Filter geben. Zur Bewertung des reinen Klassifizierungsergebnisses ist es jedoch im Hinblick auf die vorgestellten Untersuchungsergebnisse zu empfehlen, auch die Effizienzkurve in Abhängigkeit von der Dosis zu betrachten.

5.8 Durchführung der Klassifizierung von Filtermedien in Anlehnung an ISO 10121-3 mit weiteren VOC / AS 2.3 (FE 1)

Für 3 Filtertypen sollte die Übertragbarkeit von Filtermedientest auf die Klassierung der Filterelemente getestet werden.

5.8.1 Adsorptionsversuche mit Schüttungen

In der Versuchsreihe wurden zunächst die zwei verwendeten Schüttungen MD und MT (siehe Abbildung 5-105) verglichen. Die Anströmgeschwindigkeit betrug 26 cm/s, die Toluolkonzentration 40 ppm bei 23°C und 50 % rel. Feuchte. Es ergaben aufgrund der unterschiedlichen Größe der Pellets (Medium MD: $d=2\text{mm}$, $L= 2$ bis $6,5$ mm; Medium MT: $d=3,1\text{mm}$, $L= 3$ bis 12 mm) deutlich unterschiedliche Anfangsdurchbrüche. Die AK-Einwaage betrug 5 g, entsprechend ca. 1 bis 1,5 Lagen Pellets.

Im zweiten Schritt wurden das Medium MT mit einer Schütthöhe von 26 mm mit 9 ppm Toluol (analog zum Test des ganzen Filterelementes) beaufschlagt. Der 50 % -tige Durchbruch wird bei Toluol nach ca. 72,5 h und bspw. bei Isopropanol bereits nach ca. 13 h erreicht (siehe Abbildung 5-106).

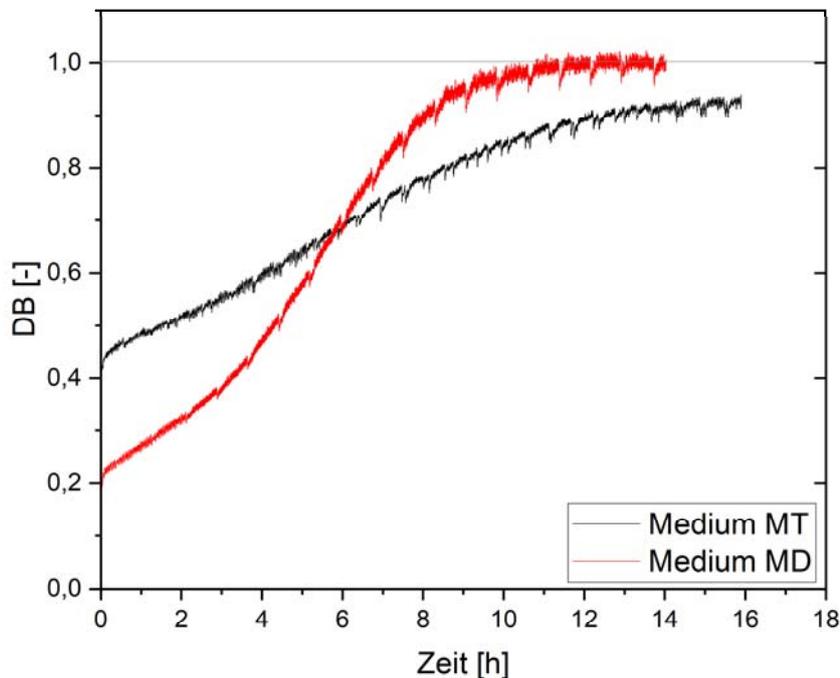


Abbildung 5-105: Vergleich der DBK für 40 ppm Toluol bei 23°C und 50% rel. F.

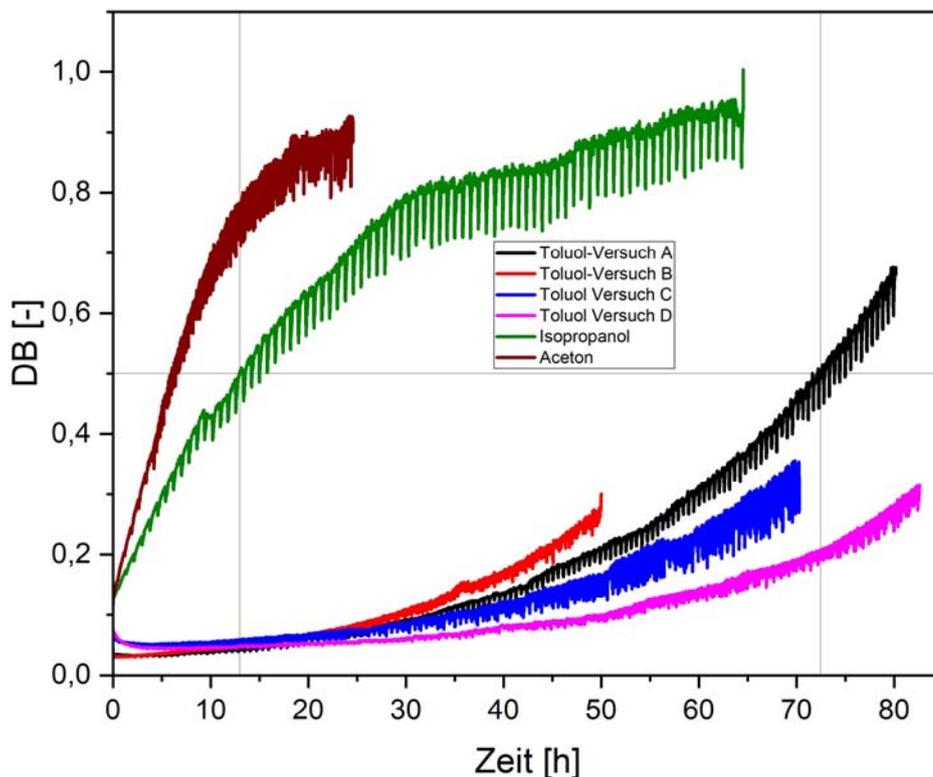


Abbildung 5-106: DBK (Medium MT) für 9 ppm Toluol, IPA und Aceton bei 23°C und 50% rel. F.

Um die Filtermedien klassifizieren zu können, wird analog zu dem Teil 3 der Norm die Abscheideeffizienz (1- Durchbruchwert) in Prozent als Funktion der zudosierten Molmenge bezogen auf die Filterfläche aufgetragen (Abbildung 5-107). Bei der Messung A ist die Abscheideeffizienz größer als 50 % bei 24 mol/m²; bei Versuch B unterschreitet die extrapolierte Kurve die 50 % Marke. Die Unterschiede bei nur zwei Messungen sind zu groß um eine exakte Einstufung als MD oder HD vorzunehmen. In Abbildung 5-108 ist der gleiche Sachverhalt als Funktion der zugeführten Masse dargestellt.

Bei gleicher Auftragung wie in den Abbildung 5-107 und Abbildung 5-108 sind in den Abbildung 5-110 und Abbildung 5-111 die Abscheideeffizienz für Isopropanol und Aceton dargestellt. Die Zahlenwerte sind signifikant niedriger. Die Darstellung als Funktion der spezifischen Molbelastung ist unabhängig von der Molmasse der jeweiligen Substanz. Die zudosierte Menge ist in Abbildung 5-107, Abbildung 5-108, Abbildung 5-110 und Abbildung 5-111 auf 1 m² normiert. Diese soll laut DIN EN ISO

10121-3 auf die GPACD-Normanströmfläche von 610 x 610 mm bezogen werden. Dies wurde in Abbildung 5-109 und Abbildung 5-112 durchgeführt. Dadurch folgt eine eindeutige Einstufung als HD 95 im Falle von Toluol. Bei Isopropanol und Aceton liegt die Schüttung im LD Bereich.

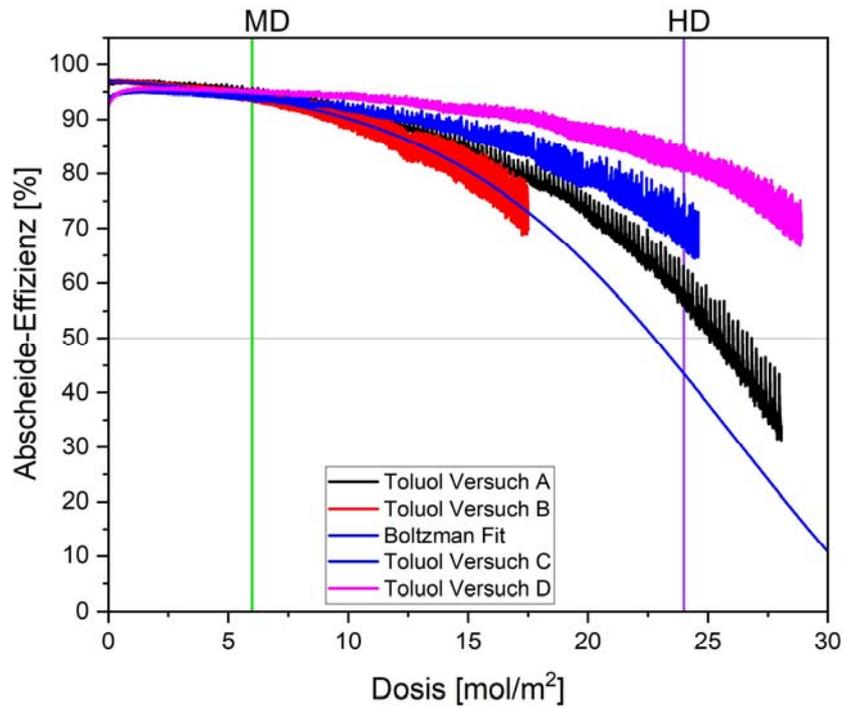


Abbildung 5-107: Vergleich der Abscheideeffizienz für 9 ppm Toluol bei 23°C und 50% rel. F.

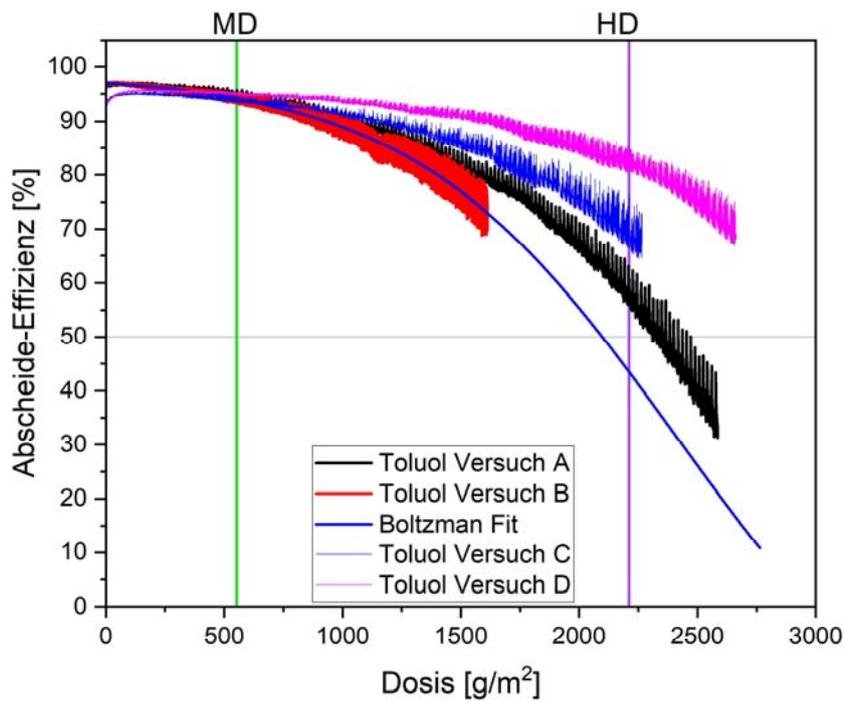


Abbildung 5-108: Vergleich der Abscheideeffizienz für 9 ppm Toluol bei 23°C und 50% rel. F.

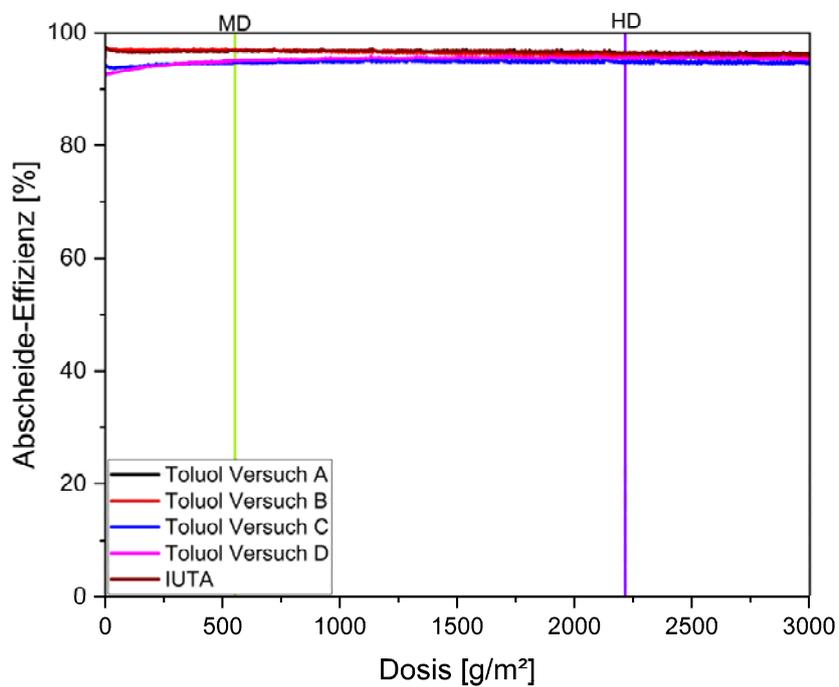


Abbildung 5-109: Vergleich der Abscheideeffizienz für 9 ppm Toluol bei 23°C und 50 % rel. F. bez. Normfläche

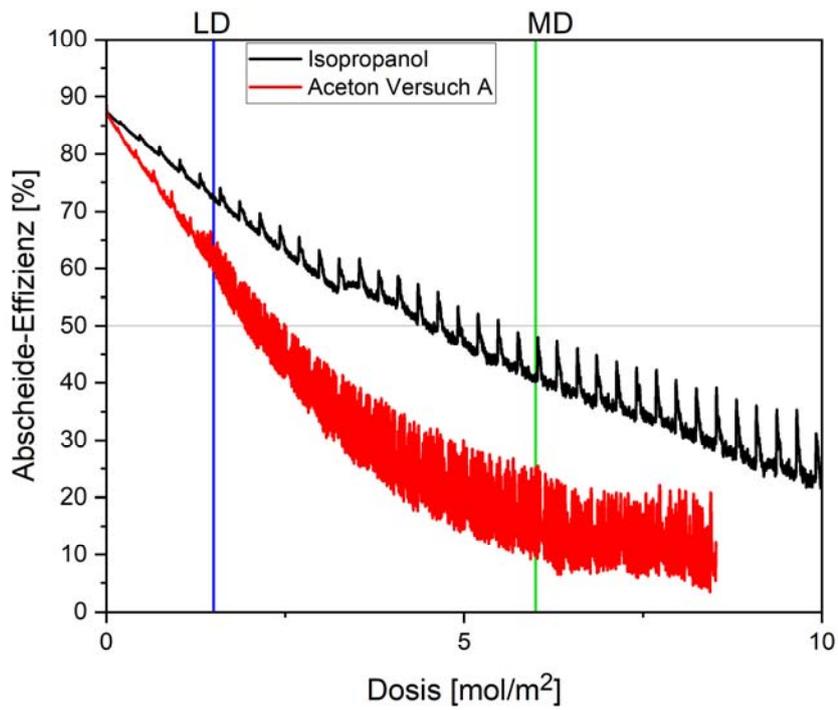


Abbildung 5-110: Vergleich der Abscheideeffizienz für 9 ppm IPA bzw. Aceton (23°C, 50% rel. F.)

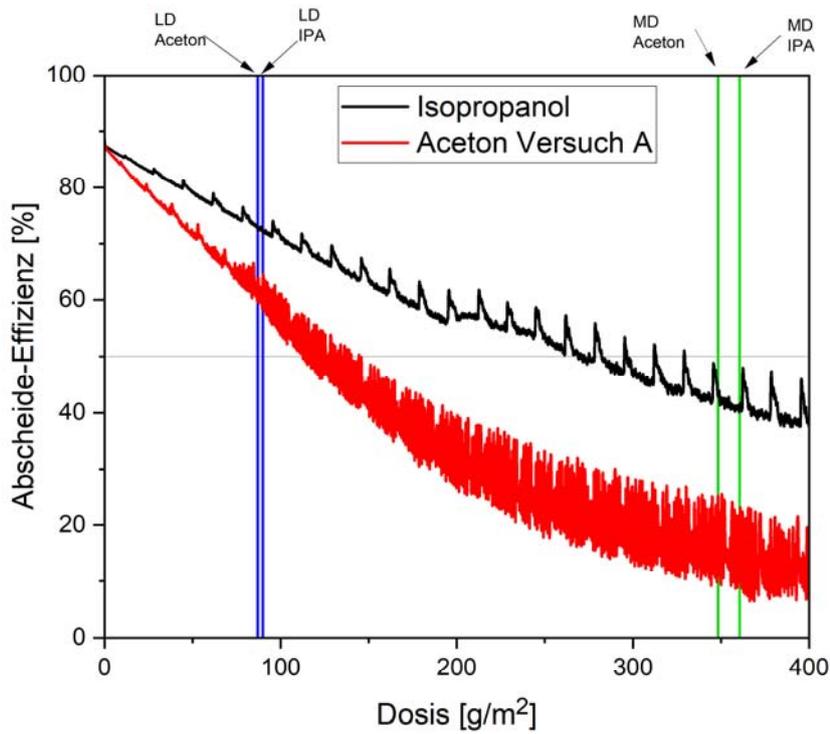


Abbildung 5-111: Vergleich der Abscheideeffizienz für 9 ppm IPA bzw. Aceton (23°C; 50% rel. F.)

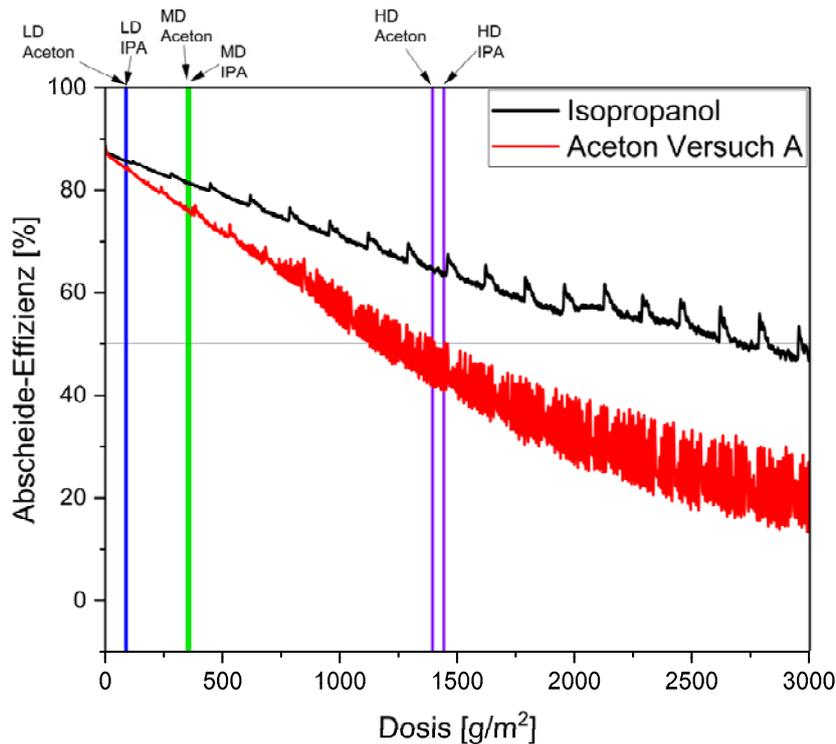


Abbildung 5-112: Vergleich der Abscheideeffizienz für 9 ppm IPA bzw. Aceton (23°C; 50 % rel. F.) bez. Normfläche

5.8.2 Adsorptionsversuche am Taschenfiltermedium

Bei der Versuchsreihe wurde das Filtermedium eines RLT- Taschenfilter mit einer geringen Grammatr von 50 g AK/ m² verwendet. Die Versuche fanden bei 23°C und 50 % rel. Feuchte statt. Die Anströmgeschwindigkeit (15 cm/s) wurde aus dem Nennvolumenstrom sowie der verbauten Filterfläche berechnet. Der Anfangsdurchbruch lag über 50% (siehe Abbildung 5-113). Die Filterklasse kann somit nur vLD werden.

Zum Vergleich wurde in Abbildung 5-114 der Mittelwert der drei Messungen für Toluol mit den DBK für Isopropanol und Aceton dargestellt. Versuche bei höheren rel. Feuchte sind nicht sinnvoll.

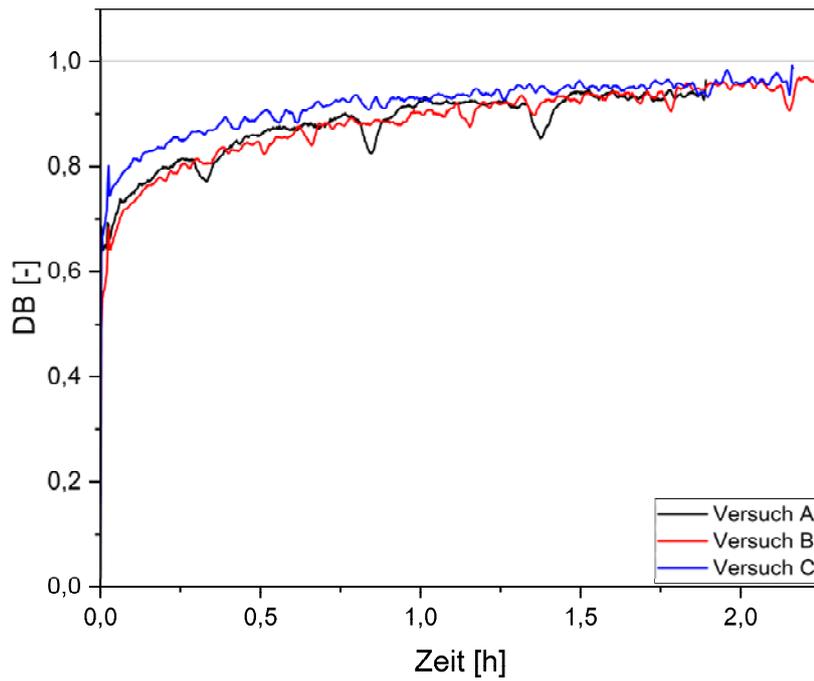


Abbildung 5-113: Durchbruchkurven für 9ppm Toluol bei 23°C und 50% rel. F.

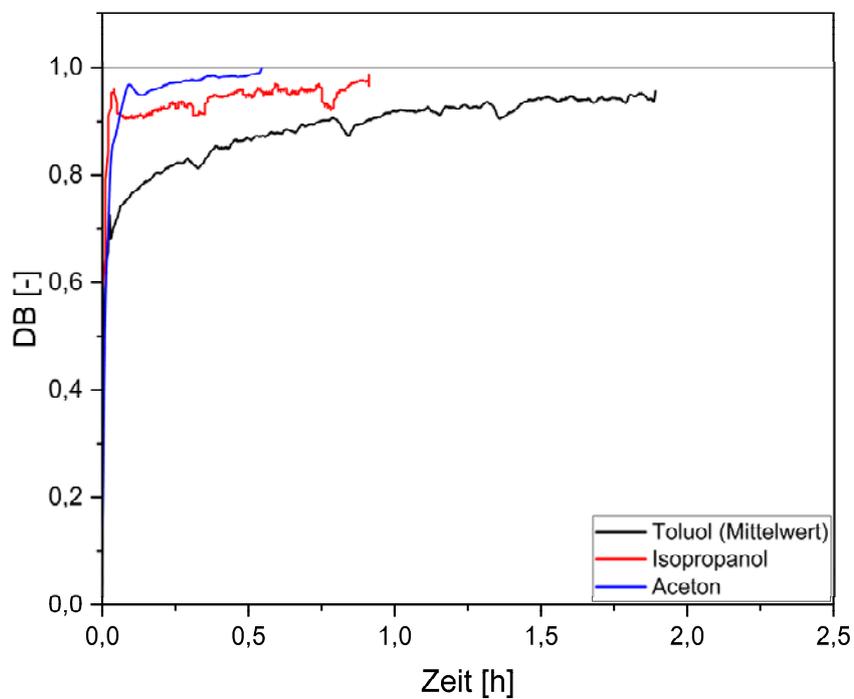


Abbildung 5-114: DBK für 9 ppm Toluol, Isopropanol bzw. Aceton bei 23°C und 50% rel. F.

5.8.3 Adsorptionsversuche am V-Zellenmedium

Bei der Versuchsreihe wurde das Filtermedium eines V- Zellenfilter mit einer deutlich höheren Grammaturn doppellagig (wie im Filterelement) verwendet. Die Versuche fanden bei 23°C und 50% rel. Feuchte (teilweise zusätzlich bei 70 % sowie 90%) statt. Die Anströmgeschwindigkeit von 15,5 cm/s wurde aus dem Nennvolumenstrom sowie der verbauten Filterfläche berechnet.

In Abbildung 5-115 ist die Durchbruchkurve als Funktion der Zeit dargestellt. Aufgrund der erheblich höheren Grammaturn ist der Anfangsdurchbruch bei diesem Medium bei 5 %. Die Versuche wurden bis zum 50 %-tigen Durchbruch durchgeführt. Dann erfolgt in Übereinstimmung mit Teil 3 die Desorption, d. h. die Durchströmung ohne Gaszufuhr (siehe Abbildung 5-116). Der Zahlenwert sinkt bei diesem Versuch relativ schnell von 0,5 auf 0,1 und dann langsam weiter auf 0,05. Die Abscheideeffizienz in g/m² bzw. mol/m² ist in Abbildung 5-117 und Abbildung 5-118 dargestellt. Die Klassifizierung ist LD. Auch hier wurde die Dosierung ebenfalls bezüglich der Normanströmfläche bestimmt und in Abbildung 5-119 dargestellt. Hierbei ist die Klassifizierung MD 90.

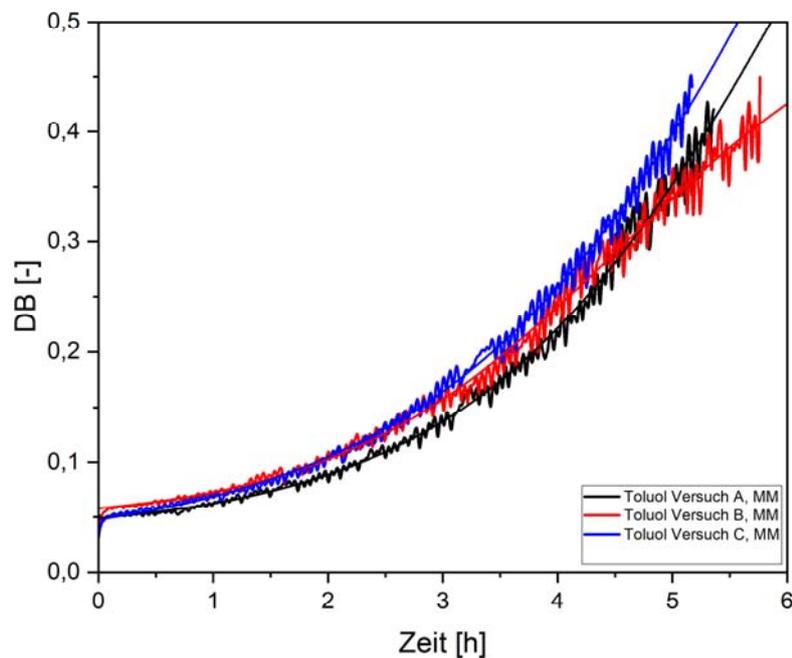


Abbildung 5-115: Durchbruchkurve für 9ppm Toluol bei 23°C und 50% rel. F.

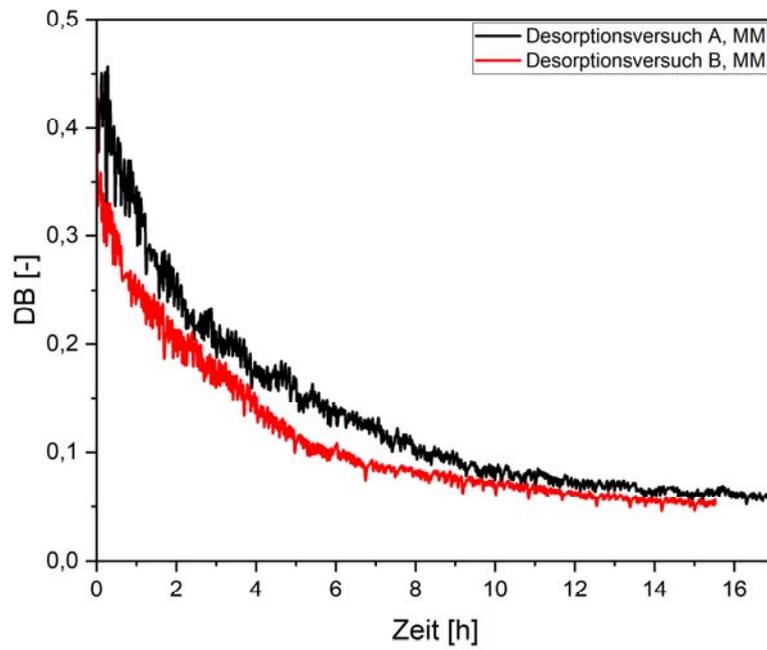


Abbildung 5-116: DBK – Desorptionskurve ohne Toluoldosierung bei 23°C und 50% rel. F.

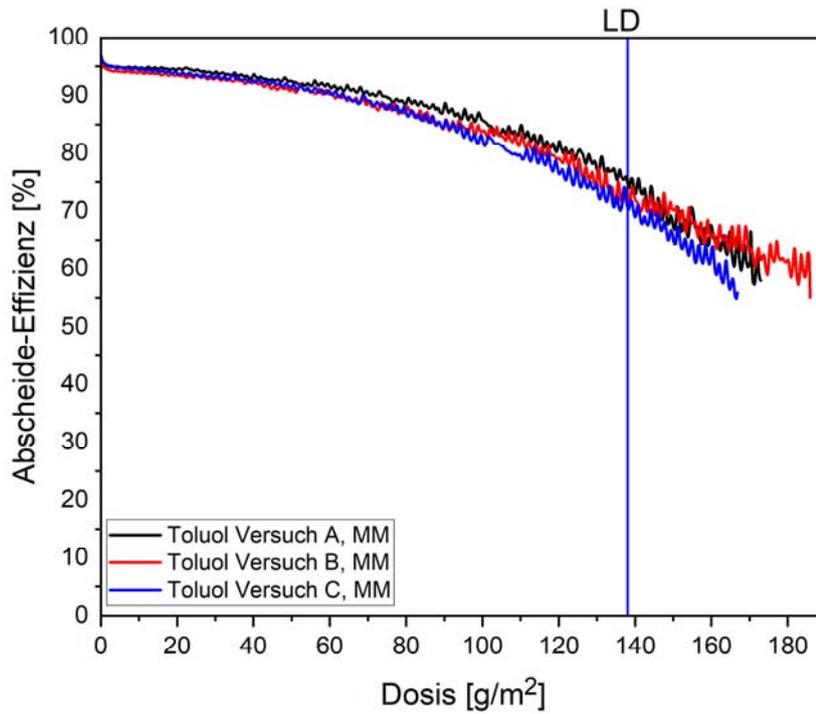


Abbildung 5-117: Abscheideeffizienz für 9 ppm Toluol bei 23°C und 50% rel. F.

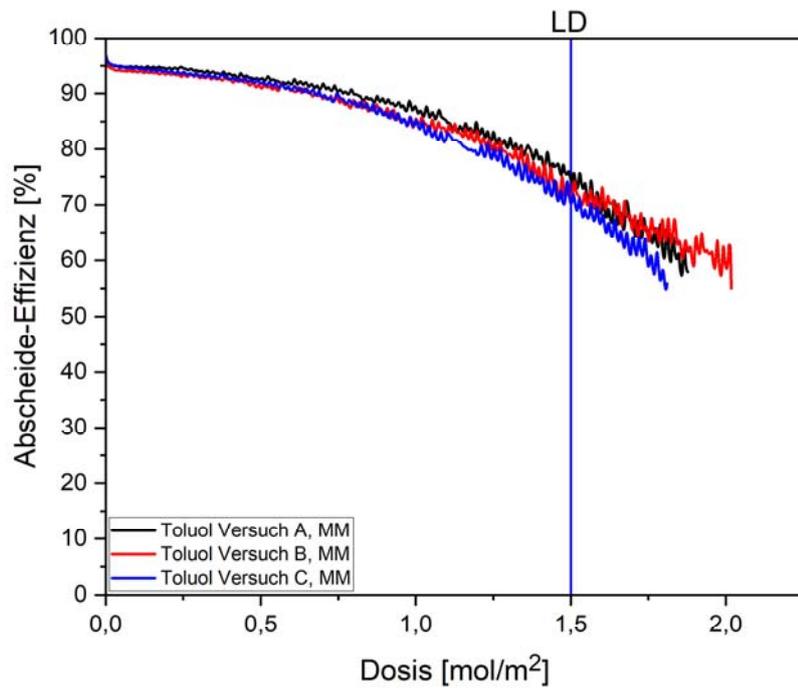


Abbildung 5-118: Abscheideeffizienz für 9 ppm Toluol bei 23°C und 50% rel. F.

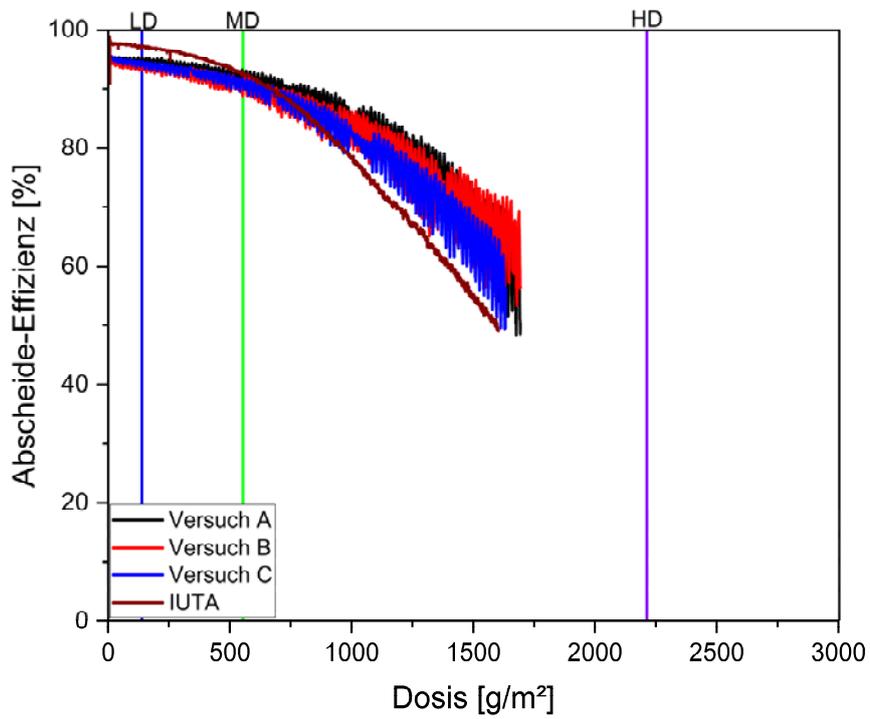


Abbildung 5-119: Abscheideeffizienz für 9 ppm Toluol bei 23°C und 50 % rel. F. bez. Normfläche

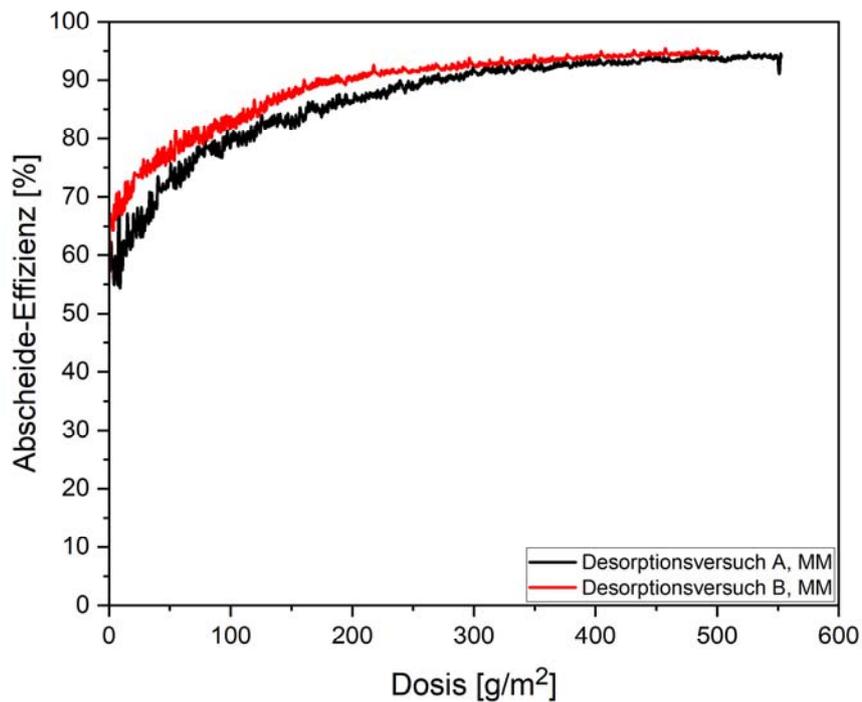


Abbildung 5-120: Desorptionsversuch- Rückhaltevermögen von Toluol bei 23°C und 50% rel. F.

Bei gleichen Randbedingungen wurden auch Versuche mit Isopropanol und Aceton durchgeführt. Die Versuche fanden bei 23°C und 50% rel. Feuchte (teilweise zusätzlich bei 70 % sowie 90%) statt.

In Abbildung 5-121 sind die Durchbruchkurven für 9 ppm IPA bei 3 relativen Feuchten eingetragen. Die Durchbruchzeiten reduzieren sich erwartungsgemäß bei höheren Feuchtwerten. Abbildung 5-122 zeigt den ebenfalls durchgeführten Desorptionsversuch.

Abbildung 5-125 ist Abscheideeffizienz für Isopropanol bei unterschiedlichen Feuchten und in Abbildung 5-126 die Abscheideeffizienz für die unterschiedlichen VOC im Vergleich gezeichnet. Die Klassifizierung ist für IPA sowie Aceton im Bereich vLD.

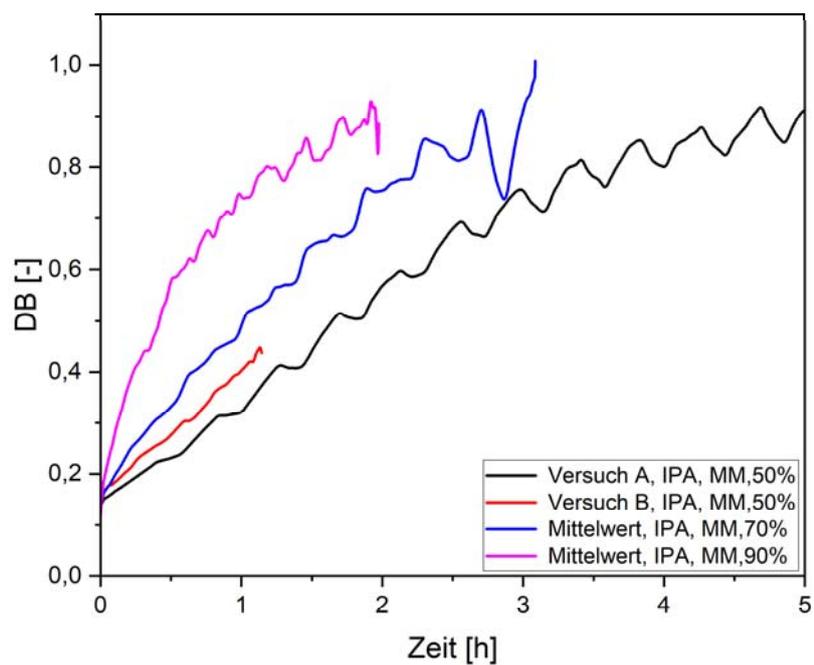


Abbildung 5-121: DBK von Isopropanol bei rel. Feuchten von 50 %, 70 % und 90 %.

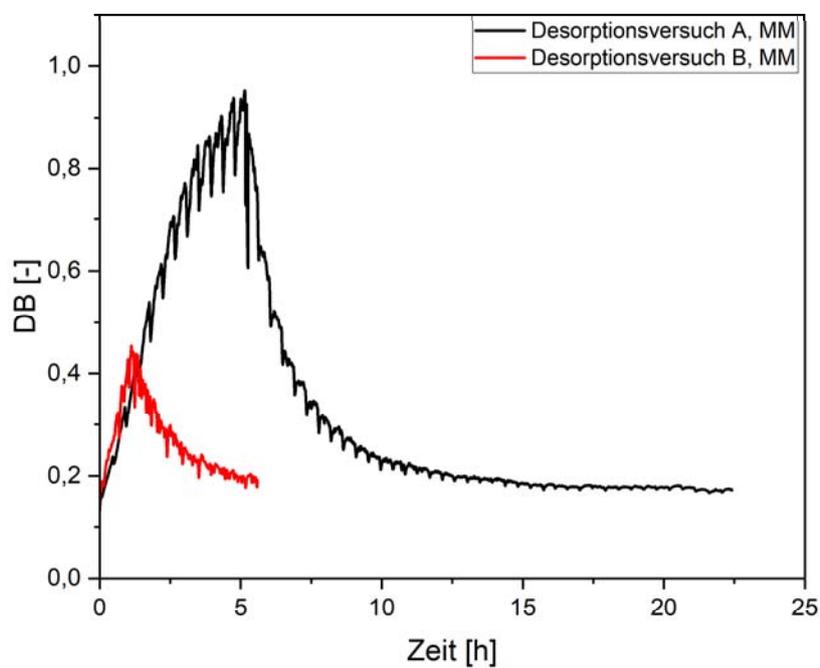


Abbildung 5-122: Desorptionsversuche von Isopropanol bei 50 % rel. Feuchte

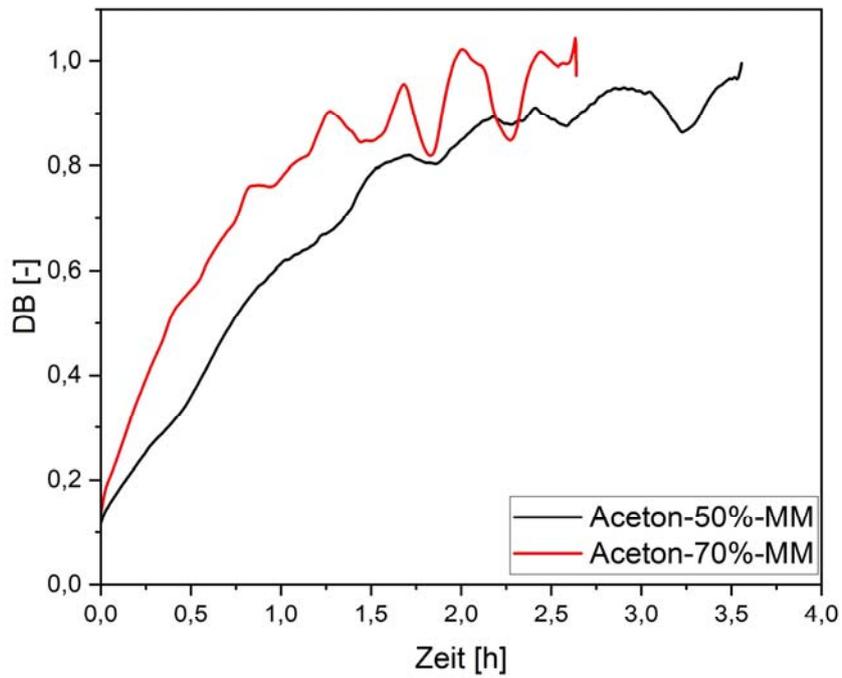


Abbildung 5-123: DBK von Aceton bei rel. Feuchten von 50 % und 70 %

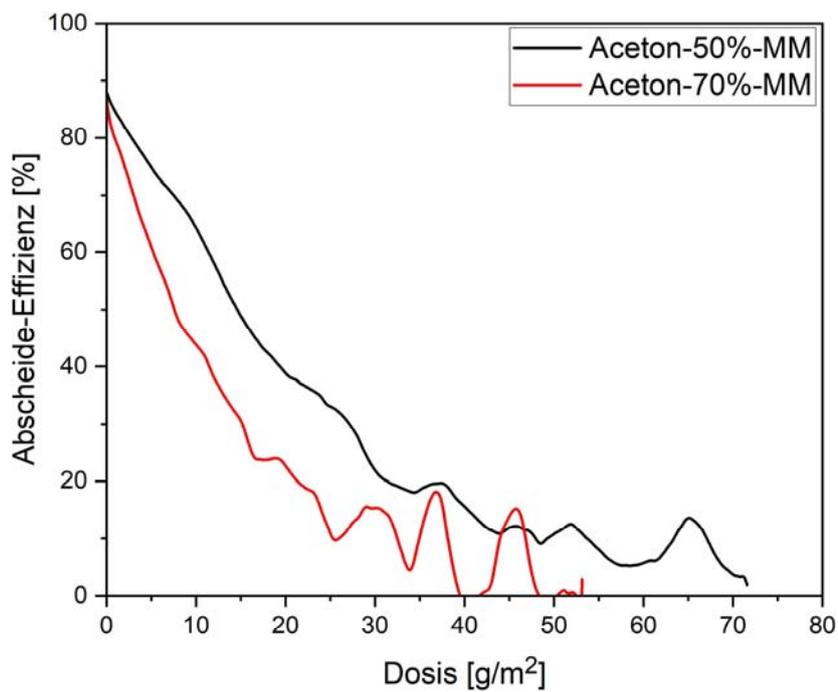


Abbildung 5-124: Abscheideeffizienz Aceton bei rel. Feuchten von 50 % und 70 %

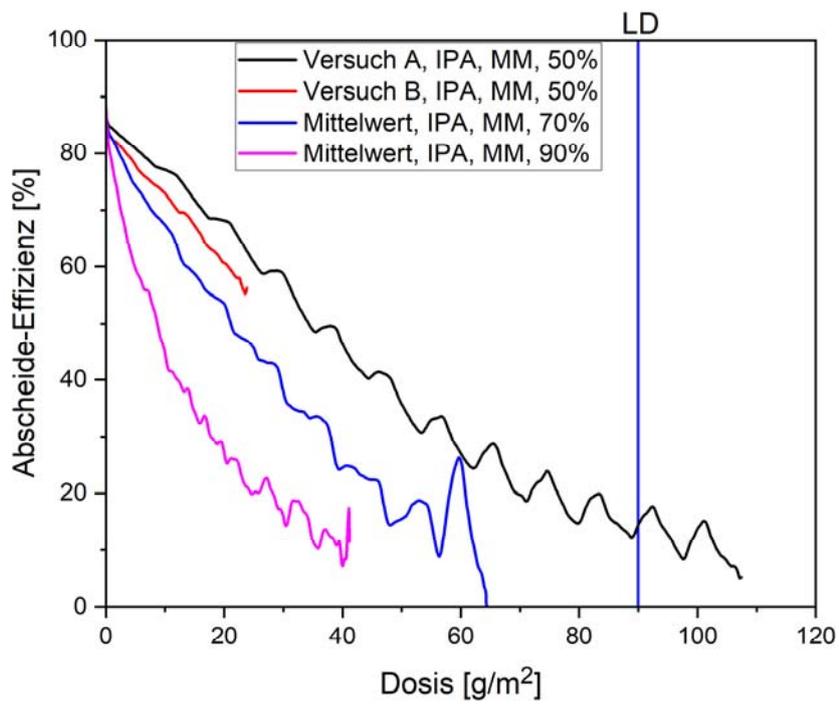


Abbildung 5-125: Abscheideeffizienz von Isopropanol bei rel. Feuchten von 50 %, 70 %, 90 %.

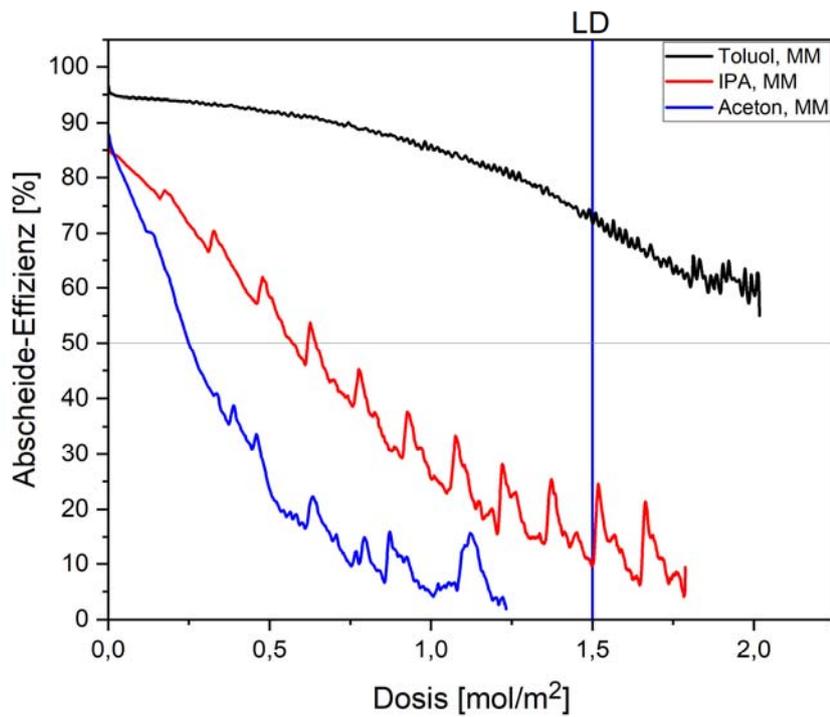


Abbildung 5-126: Abscheideeffizienz von Toluol, IPA, Aceton bei einer rel. Feuchten von 50 %

Zum Abschluss dieser Versuchsreihe wurde die Anströmgeschwindigkeit variiert.

Abbildung 5-127 zeigt den Vergleich der Durchbruchkurven bei den beiden Anströmgeschwindigkeiten $v = 5,5 \text{ cm/s}$ und $V = 15 \text{ cm/s}$. Deutlich zu erkennen ist der schnellere Durchbruch bei der höheren Anströmgeschwindigkeit.

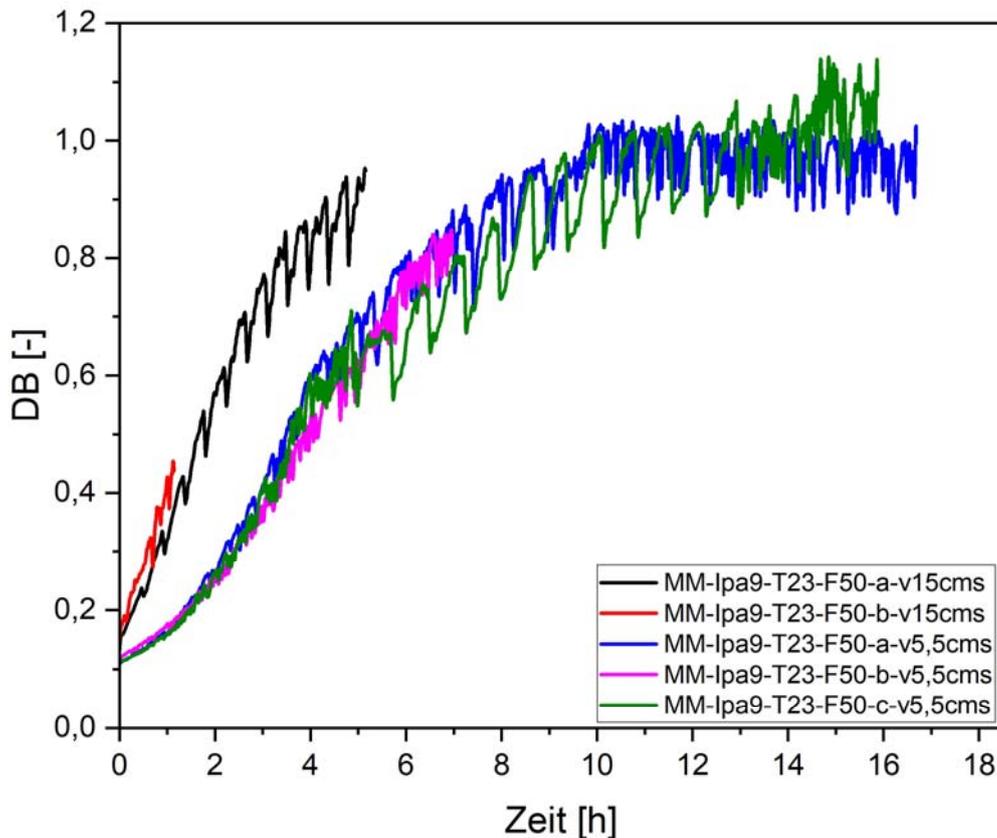


Abbildung 5-127: DBK von Isopropanol (9ppm) bei rel. Feuchten von 50 % und zwei unterschiedlichen Anströmgeschwindigkeiten

Aufgrund der verschiedenen Umbaumaßnahmen am Messplatz der FE 1 war es nicht mehr möglich geplante Versuche mit einem größeren Adsorberdurchmesser durchzuführen. Der Volumenstrom ließ sich nicht mehr soweit erhöhen, dass die geforderte Anströmgeschwindigkeit $v = 5,5 \text{ cm/s}$ für einem Adsorberdurchmesser von 113mm erreicht wird.

In einem der Vorgängerprojekte konnte jedoch bereits gezeigt werden, dass die Durchbruchkurven zweier unterschiedlicher Medien bei einer Toluolkonzentration von 9 ppm ($T = 23^\circ\text{C}$, r.F. 50%) und einer Anströmgeschwindigkeit von 5,5 cm/s gut übereinstimmen.

5.9 Erstellen eines Leitfadens zur Anwendung der ISO 10121-3 / AS 2.4

Es wurde ein Leitfaden zu ISO 10121-3 erstellt. Er ist dem Anhang dieses Sachberichtes, siehe Kapitel 11, zu entnehmen. Darüber hinaus ist er als separates Dokument auf den Internetseiten der FE 2 auf der Projektseite zugänglich. In dem Leitfaden werden zunächst das Ziel der Norm und die einzelnen Prüfparameter beschrieben. Dann werden Klassifizierungsergebnisse anhand von Beispielen erläutert. Dabei wird auch auf praktische Fragestellungen eingegangen, beispielsweise wie sich die Filterklasse auf die Prüfdauer und damit auf die Kosten auswirkt.

5.10 Charakterisierung und Modifikation von Adsorbentien / AP 3 (FE 1 +3)

Modifikation der Eigenschaften von kommerziellen Filtermedien

Bereits Im Rahmen durchgeführter Vorgängerarbeiten wurde eine kommerzielle Aktivkohle mithilfe verschiedener Verfahren funktionalisiert. Im Rahmen dieses Projektes wurden dieselben erfolgreichen Verfahren angewandt. Zur Optimierung der adsorptiven Eigenschaften wurden Adsorbentien sowohl nasschemisch als auch physikalisch modifiziert. Die nasschemische Behandlung sollte die Oberflächenpolarität der Kohlenstoffmaterialien erhöhen, um die Adsorption von polaren Adsorptiven zu verbessern. Hierzu wurden die kohlenstoffbasierten Adsorbentien mit 5M Salpetersäure (HNO_3) oder 5M Wasserstoffperoxid (H_2O_2) behandelt, um durch partielle Oxidation der Kohlenstoffmaterialien funktionelle Gruppen auf deren Oberflächen zu generieren. Die physikalische Behandlung sollte die Oberflächenpolarität erniedrigen, um die Adsorption von unpolaren Adsorptiven zu verbessern. Hierzu wurden die Kohlenstoffmaterialien unter Schutzgas bei $1000\text{ }^\circ\text{C}$ thermisch behandelt, um funktionelle Gruppen von den Oberflächen zu entfernen. Frühere Arbeiten hatten gezeigt, dass die Konzentration von Heteroatomen wie Sauerstoff und Stickstoff, die den größten Anteil der funktionellen Gruppen auf Kohlenstoffoberflächen ausmachen, durch entsprechende Temperaturbehandlung signifikant reduziert werden kann.

Die Modifikationen durch Ozonbehandlung, Wasserdampf-Aktivierung und Imprägnierung mit sauren (H_2SO_4) bzw. basischen Komponenten (NaOH , NH_4OH) wurden aus folgenden Gründen nicht weiterverfolgt: bei der Ozonbehandlung traten Skalierungsprobleme auf, bei der Wasserdampfaktivierung war die Reproduzierbarkeit unzureichend und die Imprägnierung mit sauren oder basischen Komponenten führte eher zu einer Verschlechterung der Adsorptionseigenschaften für polare VOC.

Modifikation der Eigenschaften von Kohlenstoff-Xerogelen

Als Alternativen zu Aktivkohlen wurden an der FE 3 Kohlenstoff-Xerogele im Labormaßstab hergestellt. Auf die Modifikation der adsorptiven Eigenschaften dieser Materialien konnte bereits bei der Herstellung gezielt Einfluss genommen werden. Hierzu wurden Syntheseparameter gezielt variiert und deren Einfluss auf spezifische Oberflächen, Porengrößen und Porenvolumina der erhaltenen Kohlenstoff-Xerogele untersucht.

Zur Herstellung von Kohlenstoff-Xerogelen wurden zunächst organische Hydrogele (RF-Gele) hergestellt, welche in einem zweiten Schritt nach Trocknung bei 800 °C karbonisiert werden. Die RF-Gele wurden aus Resorcinol (ACS reagent ≥ 99%, Sigma Aldrich) und wässriger Formaldehyd-Lösung (36,5-38,0%, stab. mit 10-15% Methanol) unter Zugabe eines basischen Katalysators hergestellt. Das molare Resorcinol-Formaldehyd-Verhältnis (R/F) wurde bei R/F = 1:2 festgehalten. Durch Zugabe von Wasser wurde dann die variable Massenkonzentration (M%) der Edukte eingestellt (m_{gesamt} = Gesamtmasse der Reaktionslösung).

$$M\% = \frac{m_{Resorcinol} + m_{Formaldehyd}}{m_{gesamt}} \quad (1)$$

Als weiterer variabler Parameter wurde die Menge an basischem Katalysator (Na₂CO₃, Titripur ®, Merck KGaA Germany) gewählt. Hierzu wurde das molare Resorcinol-Katalysator-Verhältnis (RB) zwischen 250 und 1000 variiert, wobei die Massenkonzentration bei M% = 30 gleich gehalten wurde.

$$RB = \frac{n_{Resorcinol}}{n_{Na_2CO_3}} \quad (2)$$

Um den Einfluss von M% auf die adsorptiven Eigenschaften der Kohlenstoff-Xerogele zu untersuchen, wurden Xerogele bei einem fixierten RB-Wert von 750 und variablem M% hergestellt. M% variierte dabei zwischen 30% und 50%. Die RF-Gele wurden subhydrothermal über einen Zeitraum von 48 Stunden bei festgelegten Temperaturen hergestellt. Die anschließende Trocknung erfolgte bei 80 °C für 24 Stunden. Abschließend wurden die getrockneten RF-Gele für 2 Stunden bei 1000 °C unter einem Stickstoff-Strom karbonisiert.

Physikochemische Charakterisierungsmethoden

Gas/Dampf-Sorptionsmessungen

Für Gas-Sorptionsmessungen (Adsorption und Desorption) wurde ein 3Flex Sorptionsgerät der Firma Micromeritics verwendet (Abbildung 5-128 a). An diesem Gerät können drei Proben simultan vermessen werden. Die Probenaufnahmen aus Glas wurden bei der Messung in einem Dewar auf 77 K für Stickstoff-Sorptionsmessungen und auf 87 K für Argon-Sorptionsmessungen thermostatisiert.

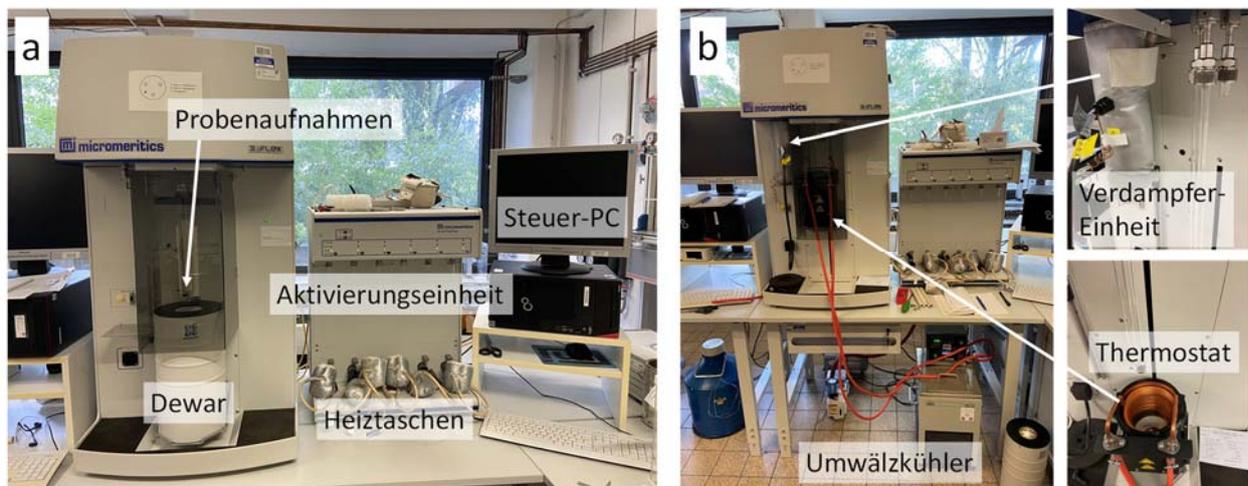


Abbildung 5-128: Micromeritics 3Flex - Sorptionsgerät für a) Gas-Adsorptionsmessungen und b) mit Modifikation für Dampf-Adsorptionsmessungen

Vor der Messung wurden die Proben in einer Aktivierungseinheit (Smart VacPrep, Micromeritics) aktiviert, um adsorbierte Spezies von der Oberfläche zu entfernen. Die Aktivierungseinheit kann über eine Rotationspumpe evakuiert werden und die Proben in den Probenaufnahmen können mittels Heiztaschen auf definierte Temperaturen geheizt werden. Die Steuerung der Messung mit der Sorptionseinheit und die Aktivierung in der Aktivierungseinheit erfolgte über einen Steuer-PC mittels des 3Flex-Softwarepakets, das auch für die Datenevaluierung verwendet wurde. Zur Berechnung der spezifischen Oberflächen wurde die Methode nach Brunauer, Emmett und Teller (BET) verwendet, das Gesamtporenvolumen wurde nach Gurvich nahe des Sättigungsdampfdrucks ermittelt, das Mikroporenvolumen mittels der t-Plot-Methode und die Porengrößenverteilungen nach der Methode von Barrett, Joyner und Halenda (BJH). Mesoporenvolumen ergeben sich aus der Differenz zwischen dem Gesamtporenvolumen und dem Mikroporenvolumen.

Für Dampf-Adsorptionsmessungen wurde das Gerät modifiziert und mit einem Dampferzeuger (Abbildung 5-128 b) ausgestattet. Die Thermostatisierung der Probenahmen erfolgte in einem Thermostaten, dessen Temperatur mittels eines Wärmetauschers und eines Umwälzkühlers geregelt wurde.

Röntgenphotoelektronen-Spektroskopie (XPS)

Die kinetische Energie von Photoelektronen, die durch Bestrahlung von Proben mit Röntgenstrahlung erhalten werden, ist charakteristisch für bestimmte Elemente und kann zur chemischen Analyse von Oberflächen verwendet werden. Die Methode ist oberflächenspezifisch, da nur oberflächennahe Elektronen die Probe verlassen können. XPS-Messungen wurden im Rahmen des Projektes an einem Spektrometer von Specs gemessen, das mit einem hemisphärischen Phoibos 150 1D-DLD Analytator ausgestattet ist (Abbildung 5-129 links).

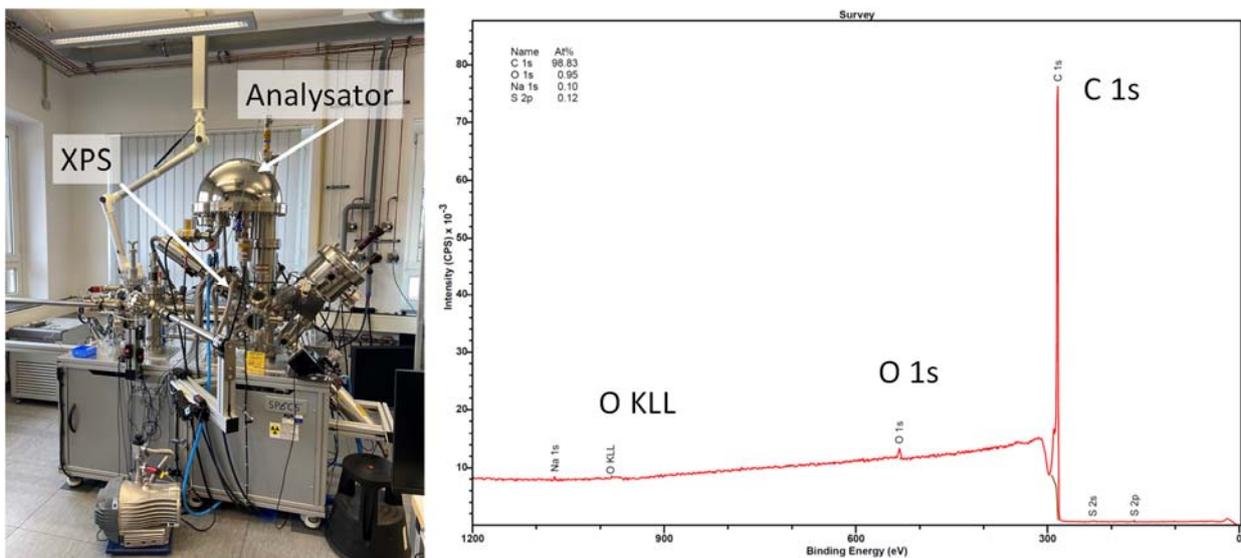


Abbildung 5-129: Specs XPS-Gerät mit hemisphärischem Analysator und XPS Survey Scan eines Kohlenstoff-Adsorbents

Die Proben wurden auf einem Probenträger präpariert und bei 10^{-9} mbar vermessen. Die Datenevaluation erfolgte mit dem CasaXPS-Softwarepaket. Zur Normalisierung und Kalibrierung der C1s-Spektren wurde die Referenz-Energie von 284,5 eV verwendet.

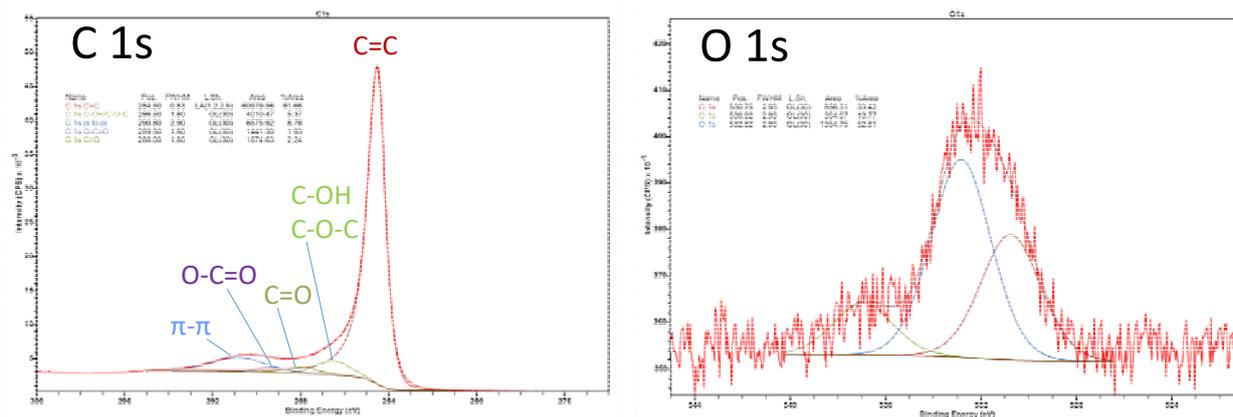


Abbildung 5-130: XPS Narrow Scans der C1s und O1s – Regionen des oben gezeigten XP-Spektrums

Abbildung 5-129 zeigt rechts ein typisches XP-Spektrum eines kohlenstoffbasierten Adsorbents. Dieser sogenannte Survey Scan zeigt alle auf der Oberfläche detektierten Elemente. Aus den Intensitäten der einzelnen Signale lässt sich die chemische Zusammensetzung der Oberfläche bestimmen. Hochaufgelöste Narrow Scans im Bereich der jeweiligen Signale, wie in Abbildung 5-130 gezeigt, erlauben eine relative gute Zuordnung der C1s-Kohlenstoff-Signale zu bestimmten Gruppen auf der Oberfläche. Das vorliegende Material besteht aus Kohlenstoff mit typischen C=C-Bindungen, die sp^2 -hybridisiertem Kohlenstoff zugeordnet werden können. Daneben sind sauerstoffhaltige funktionelle Gruppen vorhanden. Die Signale können phenolischen (C-OH), carbonylischen (C=O) und carboxylischen (O=C-OH) Gruppen zugeordnet werden. Die Zuordnung von O1s wird hingegen sehr kontrovers diskutiert. Der O1s Narrow Scan zeigt 3 unterschiedliche Signale. Auf eine eindeutige Zuordnung zu bestimmten Gruppen wird deshalb verzichtet.

Thermogravimetrie gekoppelt mit Differenzkalometrie und Massenspektroskopie (TG/DSC-MS)

Zur Bestimmung von Wassergehalten und zur Identifikation von adsorbierten Spezies wurden ausgewählte Proben in einem Netzsch Jupiter STA 449 TG/DSC-Gerät (Abbildung 5-131) unter definierten Gasströmen (Luft, Ar, N_2) aufgeheizt. Die gleichzeitige Messung von Wärmeströmen über Differenz-Kalorimetrie erlaubt die Unterscheidung von endothermen und exothermen Prozessen. Ein Teil des Abgasstroms kann über eine beheizte Transferleitung in ein Netzsch Aeolos-QMS-

403D-Massenspektrometer eingekoppelt werden. Dies erlaubt die massenspektrometrische Analyse der entweichenden Gasmoleküle.



Abbildung 5-131: TG/DSC-Gerät mit angekoppeltem Massenspektrometer

Charakterisierung von kommerziellen Filtermedien

Die adsorptiven Eigenschaften ausgewählter Filtermedien, die im Projekt verwendet wurden, wurden an der FE 3 untersucht. Abbildung 5-132 zeigt Stickstoff-Sorptionsisothermen der Filtermedien MB, MD, MT und einer Kugelkohle (KK). Die Proben wurden vor der Messung für 10 Stunden bei 200 °C unter Vakuum aktiviert.

Die Filtermedien MD und MT zeigen Typ I Sorptionsisothermen und sind daher vorwiegend mikroporös. Beide Filtermedien weisen sehr ähnliche Isothermen wohingegen das Filtermedium MB deutlich geringere Gasaufnahme bei niedrigeren Relativdrücken und auch ein offensichtlich geringeres Gesamtporenvolumen aufweist. Die Isotherme des Mediums MB zeigt auch eine Hysterese zwischen Adsorptionsast und Desorptionsast. Die Hysterese ist reproduzierbar und schließt auch nicht unterhalb des kritischen Relativdrucks von 0,42, was auf irreversible Adsorption von Stickstoff in diesem Material hinweist. Dies ist gelegentlich bei Adsorbentien zu beobachten, deren Gerüststruktur nicht ausreichend quervernetzt ist, wie etwa in Polymeren oder Biochars. Die Auswertung der Sorptionsdaten nach Gurvich (V_{tot}), BET (S_{BET}), t-Plot (V_{mic} , S_{ext}) und BJH (D_{MP}) liefert die in Tabelle 5-6 aufgeführten Werte.

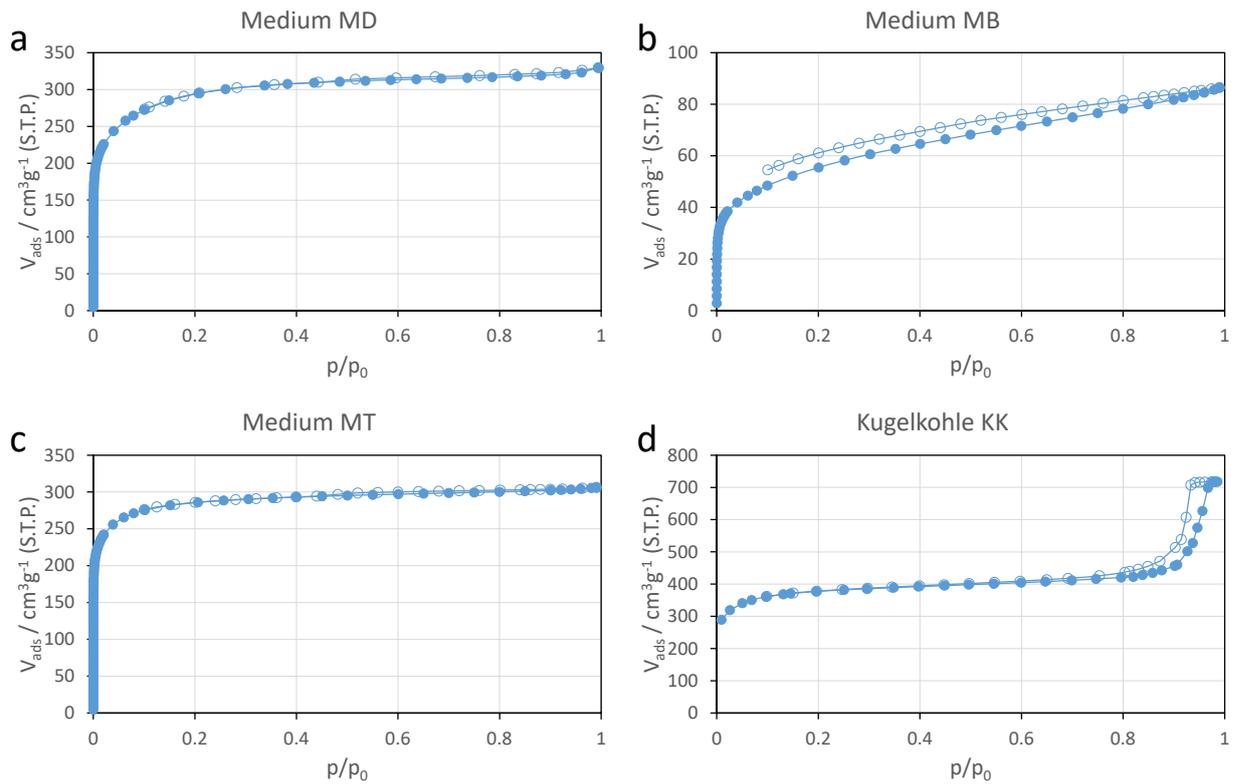


Abbildung 5-132: Stickstoff-Sorptionsisothermen von a) Filtermedium MD, b) Filtermedium MB, c) Filtermedium MT und d) Kugelnkohle (KK). Die geschlossenen Symbole zeigen den Adsorptionsast, die offenen Symbole den Desorptionsast der Isothermen

Tabelle 5-6: Eigenschaften der kommerziellen Filtermedien

Medium	S _{BET} m ² g ⁻¹	V _{mic} cm ³ g ⁻¹	V _{mes} cm ³ g ⁻¹	V _{tot} cm ³ g ⁻¹	DMP nm
MB	198	0,068	0,062	0,130	-
MD	1080	0,482	0,049	0,531	-
MT	1086	0,436	0,068	0,504	-
KK	1466	0,545	0,570	1,115	27

Die Daten in Tabelle 5-6 bestätigen die große Ähnlichkeit der Filtermedien MD und MT, die spezifischen Oberflächen (S_{BET}), Mikroporenvolumina (V_{mic}) und Gesamtporenvolumen (V_{tot}) liegen für beiden Filtermedien im gleichen Größenbereich. Das Filtermedium weist deutlich geringere Werte für die spezifische Oberfläche, Mikroporenvolumen und Gesamtporenvolumen auf. Die Mesoporenvolumina (V_{mes})

der drei Filtermedien MB, MD und MT, berechnet aus der Differenz von V_{tot} und V_{mic} , sind hingegen mehr oder weniger vergleichbar.

Zur Bestimmung der Wassergehalte der Filtermedien wurde eine kleine Menge Kohlenstoffkörner im Mörser gemahlen und anschließend eine Menge von ca. 10 mg mittels TG/DSC gemessen. Hierbei fiel auf, dass der Wassergehalt der Proben in einem Bereich von etwa 2,5 – 4,5 Gew% variierte, dies auch bei Wiederholungsmessungen eines Filtermediums. Als Grund für diese Unterschiede wurden zunächst unterschiedliche Feuchtigkeiten der Raumluft an den jeweiligen Messtagen betrachtet.

Ergebnisse der Modifikation von Kohlenstoff-Xerogelen durch Variation von Syntheseparametern

Abbildung 5-133 zeigt den Einfluss der Syntheseparameter M% und RB auf die Porenvolumina (V), spezifischen Oberflächen (S_{BET}) und Mesoporenweiten (D_{MP}). Die Porenvolumina können gezielt zwischen $0,2$ und $1,5 \text{ cm}^3\text{g}^{-1}$ variiert werden, die spezifischen Oberflächen zwischen 510 und $670 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ und die Mesoporenweiten zwischen 2 und 50 nm .

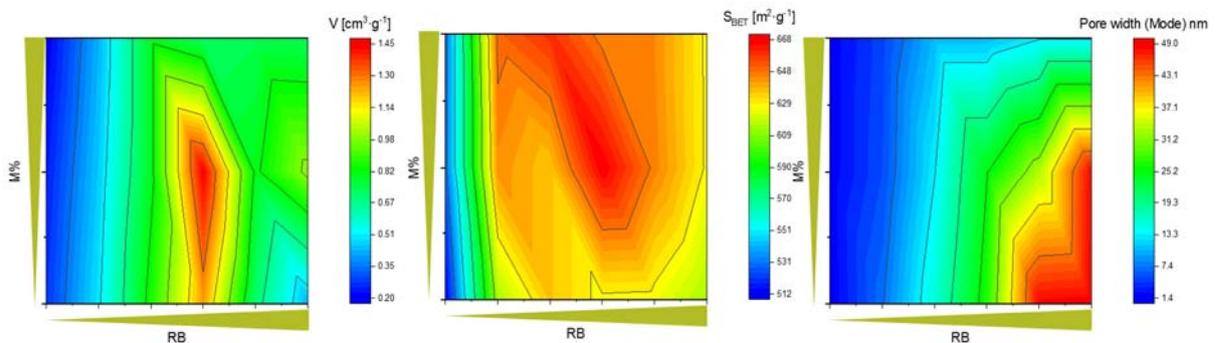


Abbildung 5-133 : Einfluss der Syntheseparameter auf das spezifische Porenvolumen, die spezifische Oberfläche und die mittlere Porenweite von Kohlenstoff-Xerogelen (RB = Verhältnis von Resorcinol zu Base, M% = Gewichtsprozent der Edukte in der Reaktionsmischung)

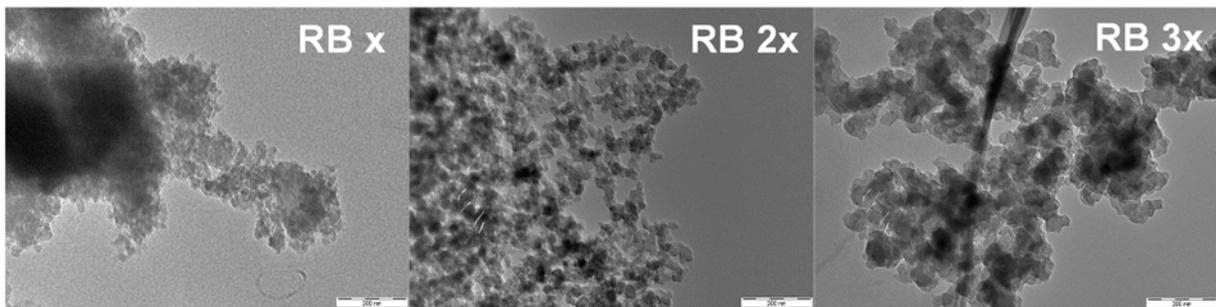


Abbildung 5-134: TEM-Aufnahmen von Kohlenstoff-Xerogelen

Abbildung 5-134 zeigt beispielhaft den Einfluss der Verdoppelung (RB 2x) und der Verdreifachung (RB 3x) des RB-Wertes auf die Primärpartikelgröße der Kohlenstoff-Xerogele bei identischem M%. Die Primärpartikel werden mit steigendem RB-Wert signifikant größer.

Mit der Vergrößerung der Primärpartikel geht eine Verkleinerung der Oberfläche dieser Partikel einher. Die Oberfläche der Primärpartikel ist im Wesentlichen die externe Oberfläche, die man mittels t-Plot aus den Sorptionsisothermen erhält. Abbildung 5-135 bestätigt die Verringerung der externen Oberfläche S_{ext} mit steigendem RB-Wert. Die Abbildung zeigt Stickstoffsorptionsisothermen (links) und die Porengrößenverteilungen (rechts) der drei Kohlenstoff-Xerogelen, die auch in Abbildung 5-134 gezeigt sind sowie die charakteristischen Daten für spezifische Oberfläche (S_{BET}), Gesamtporenvolumen (V_{tot}), Mikroporenvolumen (V_{mic}), Mesoporenvolumen (V_{mes}) und den Wert für das Maximum der Mesoporengrößenverteilung (D_{MP}). Mit der Vergrößerung der Primärpartikelgrößen geht auch eine signifikante Vergrößerung der Mesoporengrößen einher. Letzteres ergibt sich aus der Tatsache, dass die Mesoporen im Wesentlichen die Volumina zwischen den Primärpartikeln darstellen. Die Leervolumina entstehen aufgrund der Packung der Partikel. Eine Vergrößerung der Primärpartikelgröße geht daher zwangsläufig mit einer Vergrößerung der Porengrößen einher. Die Mikroporenvolumina ändern sich nicht wesentlich mit steigendem RB-Wert. Durch die Variation von Syntheseparametern lassen sich die Eigenschaften von Kohlenstoff-Xerogelen sehr gezielt modifizieren. Die Materialeigenschaften können somit nach Bedarf eingestellt werden.

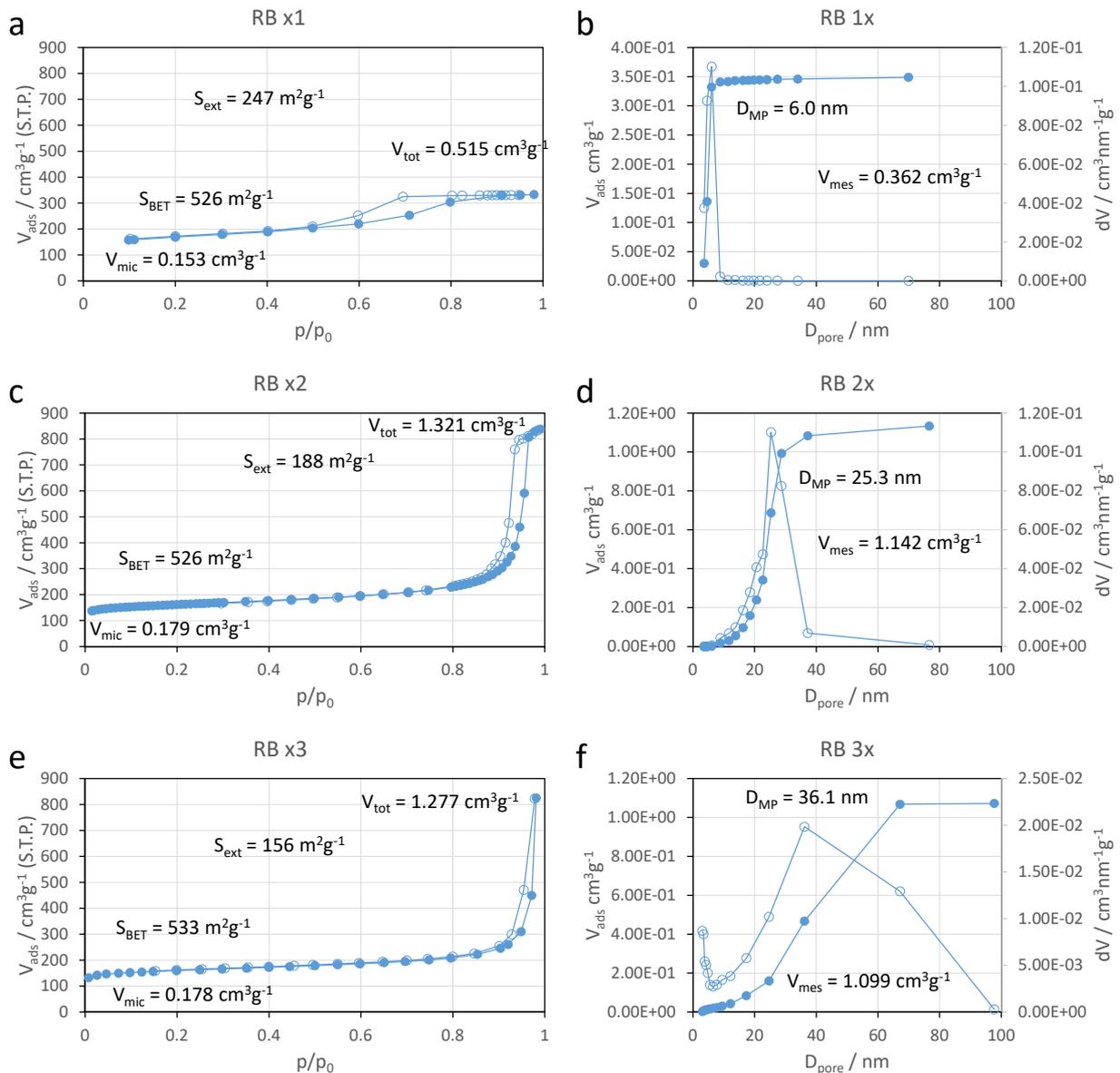


Abbildung 5-135: a), c), e) Stickstoffsorptionsisothermen und b), d), f) die entsprechenden BJH Porengrößenverteilungen von Kohlenstoff-Xerogelen. a) und b) zeigen Daten für einfachen RB-Wert, c) und d) für doppelten RB-Wert und e) und f) für dreifachen RB-Wert.

Validierung von Wasser-Adsorptionsexperimenten zur Charakterisierung modifizierter Kohlenstoffmaterialien

Wassermoleküle sind polar und ihre Adsorption auf Kohlenstoffmaterialien wird sehr stark von den polaren Eigenschaften der Oberflächen der Adsorbentien bestimmt. Aus diesem Grund können vergleichende Untersuchungen von Wasserdampf-Adsorptionsisothermen wertvolle Hinweise auf erfolgreiche oder nicht erfolgreiche Modifikation von Kohlenstoffmaterialien liefern. Da an der FE 3 vor Projektbeginn noch keine Erfahrung mit Wasseradsorptionsmessungen vorlagen, wurden Vorexperimente

zur Validierung entsprechender Messungen durchgeführt. Die Experimente erfolgten mit dem Filtermedium MT, wobei jeweils etwa 0,1 – 0,15 g des Materials pro Messung verwendet wurde.

Erste Messungen zeigten eine große Varianz der Messdaten, wie in Abbildung 5-136 gezeigt ist. Die Probenmenge von ca. 0,1 g entsprach etwa 2-3 Körnern (Durchmesser 2 mm) des Filtermediums. Vor allem die Menge an adsorbiertem Wasser variiert bei den drei Messungen erheblich.

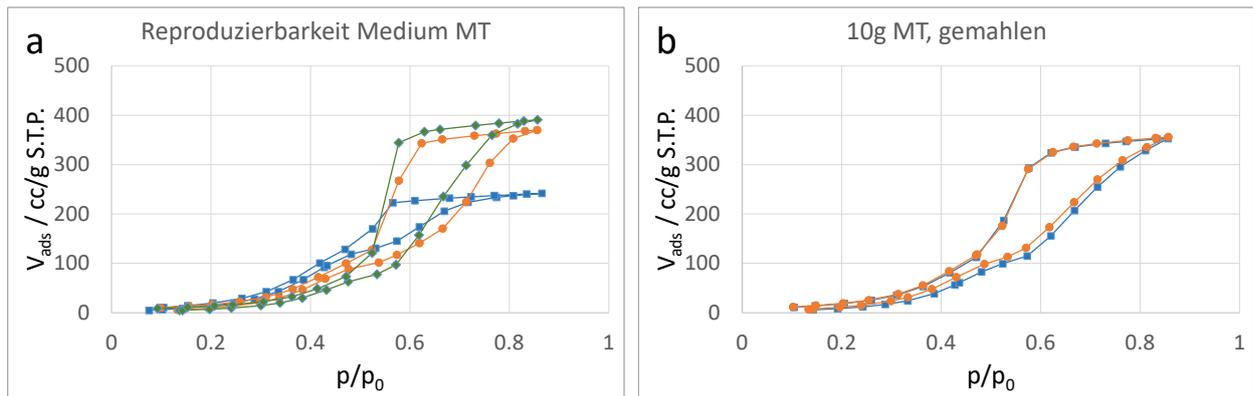


Abbildung 5-136: Reproduzierbarkeit von Wasser-Sorptionsisothermen (25°C) des Filtermediums MT. a) gemessen an 2 mm Körnern mit Einwaagen von 0,1676 g (Quadrate) 0,1082 g (Kreise) und 0,0931 g (Rauten). b) 10 g des Mediums vermahlen und homogenisiert mit Einwaagen von 0,1321 g (Quadrate) und 0,1177 g (Kreise). Die Proben wurden vor den Messungen für je 2 Stunden bei 80°C aktiviert

Die starke Varianz der Messdaten ließ eine gewisse signifikante Varianz der Oberflächenpolarität in unterschiedlichen Körnern des Filtermediums vermuten. Um den Effekt der Probennahme zu minimieren, wurden daraufhin jeweils 10 g des Filtermediums vermahlen und homogenisiert. Das erhaltene Pulver wurde daraufhin erneut vermessen. Die Isothermen der vermahlenden Probe zeigte eine deutlich verbesserte Reproduzierbarkeit der Daten auf. In der Folge wurden daraufhin alle Proben für Wasser-Sorptionsmessungen entsprechend vorbehandelt.

Die Probleme bei der Probennahme sind auf Inhomogenitäten zwischen individuellen Körnern des Filtermediums zurückzuführen. Über die Gründe hierfür kann an dieser Stelle lediglich spekuliert werden. Ein Grund könnte die Position individueller Körner im Reaktor bei der Carbonisierung oder Unterschiede beim Grad der Imprägnierung vor der Pyrolyse der Aktivkohlen sein. Entsprechend unzureichende Probennahme

könnte auch der Grund für die unterschiedlichen Werte bei der Bestimmung der Wassergehalte der Filtermedien mittels TG/DSC sein.

Um Effekte bei der Aktivierung der Proben vor den Sorptionsmessungen auszuschließen, wurde überprüft, ob eine Verlängerung der Aktivierungszeit Einfluss auf die Wasser-Sorptionsisothermen hat. Abbildung 5-137 a zeigt die Reproduzierbarkeit der Messungen nach Aktivierung für 8 Stunden bei 80°C und den Vergleich der Messungen nach Aktivierung für 2 bzw. 8 Stunden bei 80°C (Abbildung 5-137 b). Die Isothermen weisen keine signifikanten Unterschiede auf.

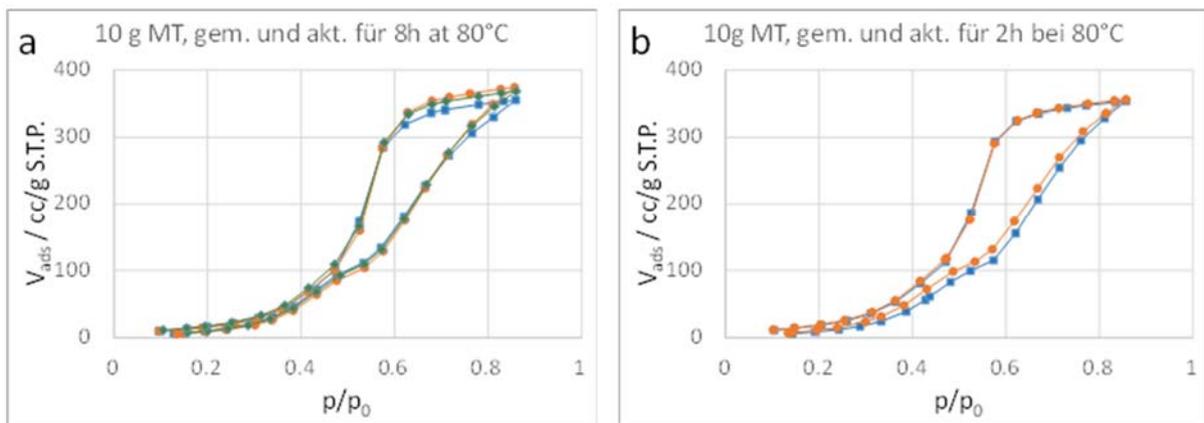


Abbildung 5-137: Wasser-Sorptionsisothermen (25°C) von gemahlenem und homogenisiertem Filtermedium MT. a) aktiviert für 8 Stunden bei 80°C, b) Vergleich Aktivierung bei 80°C für 2 und 8 Stunden

Ergebnisse der Modifikation von kommerziellen Filtermedien durch nasschemische Behandlung

Das kommerzielle Filtermedium TD wurde nasschemisch mit 5M Lösungen von HNO_3 und H_2O_2 modifiziert. Die Ergebnisse der XPS-Analysen in Tabelle 5-7 zeigen, dass das atomare Verhältnis von Kohlenstoff zu Sauerstoff (C/O) nach Behandlungen mit HNO_3 und H_2O_2 im Vergleich zur Probe ohne Behandlung signifikant kleiner ist. Die Konzentration der Sauerstoff auf der Oberfläche der Kohle wurde von 5,6 % (C/O = 16,7) auf 22,0 % (C/O = 3,54) bzw. 22,7 % (C/O = 3,41) erhöht.

Tabelle 5-7 : Atomare C/O – Verhältnisse vor und nach Modifikationen aus XPS-Analysen

Medium	Modifikation	C/O
MD	keine	13,51
MD	HNO ₃	3,54
MD	H ₂ O ₂	3,41

Die Erhöhung der Sauerstofffunktionalität auf der Oberfläche des Filtermedium MD hat einen signifikanten Einfluss auf die Wasser-Adsorptionseigenschaften der Kohlenstoffmaterialien. Abbildung 5-138 zeigt die Wasser-Sorptionsisothermen von Filtermedium MD vor und nach oxidativer Behandlung. Alle Isothermen weisen eine Hysterese zwischen dem Adsorptions-Ast (bei höherem Relativdruck p/p_0) und Desorptions-Ast (bei niedrigerem Relativdruck p/p_0) auf. Die gezeigte Adsorption erfolgt in den Mikroporen der Materialien. Die meisten Kohlenstoffmaterialien weisen eine geringe Oberflächen-Polarität auf, weshalb die Adsorption von polaren Molekülen, wie z. B. Wasser, auch in Mikroporen erst bei relativ hohen Relativdrücken stattfindet. Für das unbehandelte Filtermedium findet die Adsorption bei Relativdrücken zwischen 0,4 und 0,8 statt. Nach Behandlung mit H₂O₂ finden Adsorption und Desorption von Wasser bei signifikant niedrigeren Drücken statt und bei Behandlung mit HNO₃ bei nochmals niedrigeren Relativdrücken. Dies weist auf eine stärkere Wechselwirkung der Mikroporen-Oberfläche dieser beiden Proben mit dem Adsorptiv hin. Die Funktionalisierung mit Sauerstoff führt somit zu einer deutlich erhöhten Wechselwirkung mit polaren Molekülen.

Die Funktionalisierung wurde auch mit höher konzentrierten H₂O₂- bzw. HNO₃-Lösungen durchgeführt. Durch diese Behandlungen wurden die Oberflächen des Filtermediums so weit oxidiert, dass eine teilweise Auflösung des Kohlenstoffmaterials unter starker Freisetzung von CO₂ (Totaloxidation) die Folge war. Durch diese Behandlung wurden die Porensysteme der Kohlenstoffmaterialien irreparabel zerstört. Eine Beschränkung der Konzentration auf 5 mol/L (= 5 M) ist somit vorteilhaft.

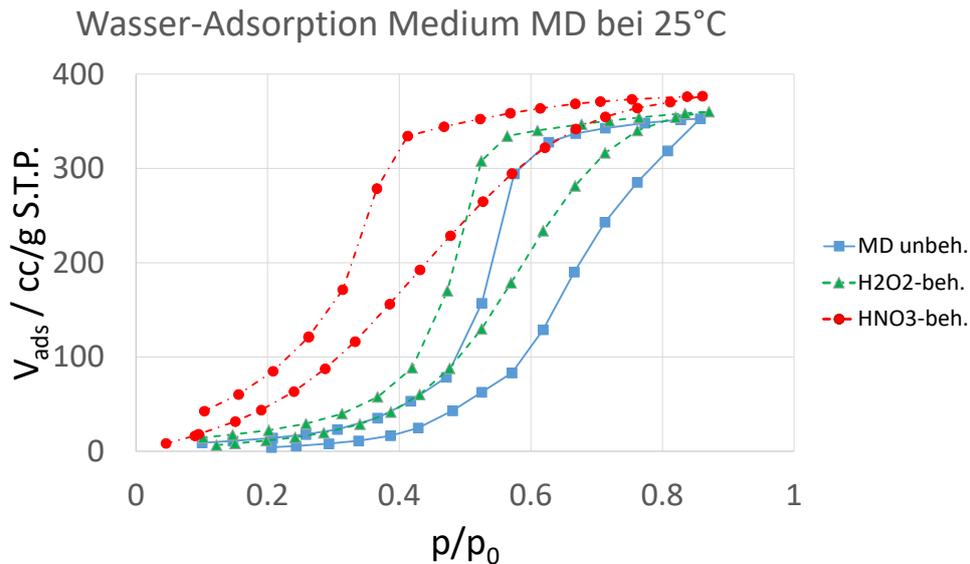


Abbildung 5-138: Wasser-Sorptionsisothermen des Filtermediums MD vor und nach Behandlung mit HNO₃ bzw. H₂O₂

Ergebnisse der Modifikation von kommerziellen Filtermedien durch thermische Behandlung

Die thermische Behandlung bei 800 °C führe beim Filtermedium MD zu keiner nennenswerten Reduzierung der Sauerstoffkonzentration auf der Kohlenstoffoberfläche. Das mittels XPS gemessene C/O-Verhältnis bleibt im Vergleich zum Ausgangsmaterial nahezu gleich, wie Tabelle 5-8 zeigt. Bei der Kugelkohle kann eine leichte Erhöhung des C/O-Verhältnisses festgestellt werden, was auf eine Defunktionalisierung der Oberfläche dieses Materials hinweist.

Tabelle 5-8 : Atomare C/O – Verhältnisse vor und nach Modifikationen aus XPS-Analysen

Medium	Modifikation	C/O
MD	Keine	13,51
MD	800°C	13,06
KK	Keine	27,17
KK	800°C	36,74

Die thermische Behandlung war somit nur in Teilen erfolgreich. Ein möglicher Grund hierfür könnte eine Carbonisierungstemperatur bei der Herstellung der Kohlenstoffmaterialien sein, die wesentlich höher als die hier gewählten 800 °C war. Eine wesentliche Defunktionalisierung wäre in einem solchen Fall kaum zu erwarten.

Die Wasser-Sorptionsisothermen beider Materialien vor und nach der Temperaturbehandlung sind in Abbildung 5-139 gezeigt. Die Isothermen bestätigen, dass sich das Filtermedium MD durch die Behandlung nicht wesentlich verändert hat. Lediglich bei kleinen Relativdrücken unter $p/p_0 = 0,5$ sind Abweichungen zu beobachten. Funktionelle Gruppen mit sehr hoher Affinität zu Wassermolekülen könnten hier gegebenenfalls entfernt worden sein.

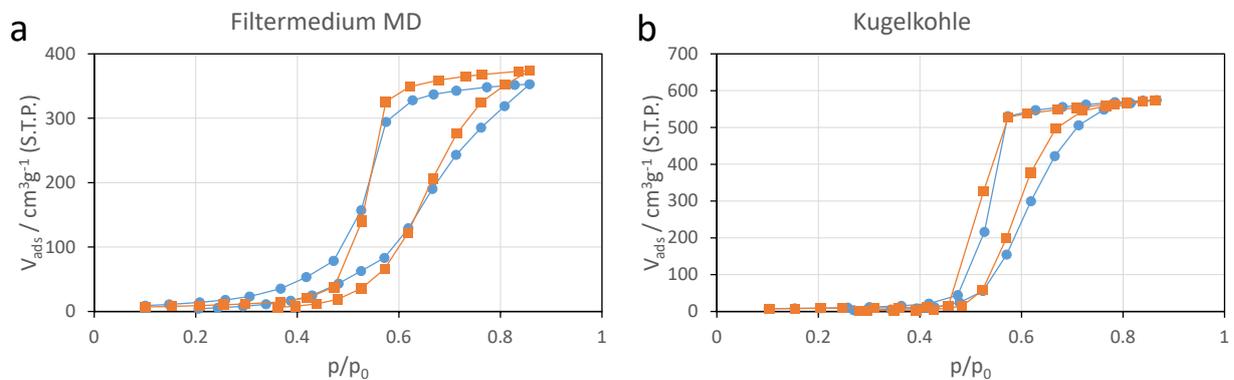


Abbildung 5-139: Wasser-Sorptionsisothermen der Filtermedien a) MD und b) Kugelkohle vor und nach thermischer Behandlung bei 800°C

Trotz der leichten Erhöhung des C/O-Verhältnisses nach thermischer Behandlung zeigen die Wasser-Sorptionsisothermen der Kugelkohle ebenfalls nur geringfügige Unterschiede vor und nach der thermischen Behandlung.

Ergebnisse der Modifikation von Kohlenstoff-Xerogelen durch nasschemische Behandlung

Ein geeignetes Kohlenstoff-Xerogel (CX) wurde für nasschemische Modifikationen ausgewählt modifiziert, um den Einfluss von Oberflächenmodifizierungen zu untersuchen. Hierzu wurde das Xerogel mit wässriger Wasserstoffperoxid-Lösung und wässriger Salpetersäure bei erhöhter Temperatur behandelt, um die Polarität in den Poren und auf der Oberfläche der Kohlenstoff-Xerogele zu erhöhen. Stickstoff-

Sorptionsisothermen des Xerogels vor und nach der Behandlung weisen bei der Behandlung mit H_2O_2 keine wesentlichen Unterschiede auf, wie Abbildung 5-140 und Tabelle 5-9 zeigen.

Tabelle 5-9: Texturparameter des Xerogels vor und nach Modifikation

Medium	Modifikation	V_{tot} cm^3g^{-1}	V_{mic} cm^3g^{-1}	V_{mes} cm^3g^{-1}	S_{BET} m^2g^{-1}	S_{ext} m^2g^{-1}	D_{MP} nm
KK	keine	2,550	0,518	2,032	1675	462	31
KK	H_2O_2	2,608	0,557	2,051	1833	535	33
KK	HNO_3	-	-	-	-	-	-

Die Isotherme des mit HNO_3 behandelten Xerogels weist hingegen keine wesentliche Adsorption von Stickstoff auf. Die Behandlung mit HNO_3 führte hier offensichtlich zu einer vollständigen Zerstörung des Porensystems des Materials.

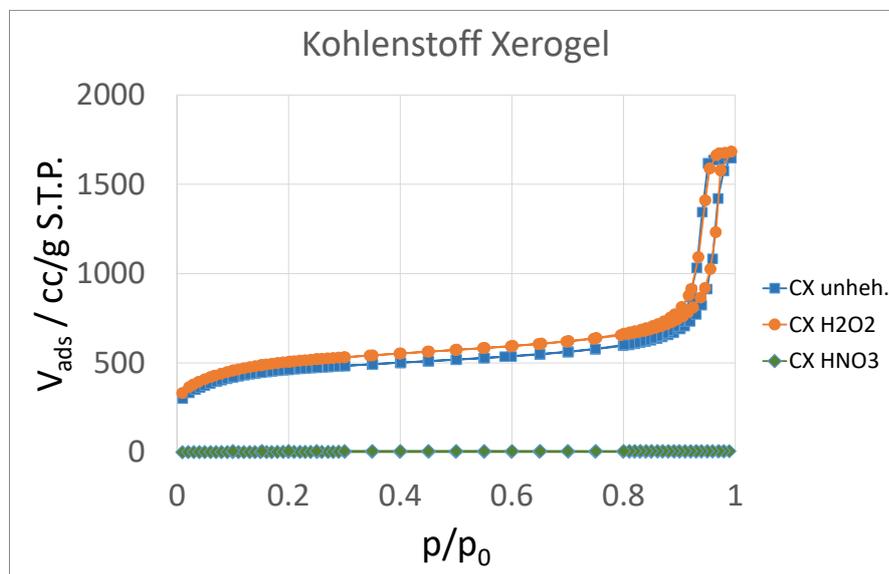


Abbildung 5-140: N_2 -Sorptionsisothermen des Xerogels vor und nach der Behandlung mit H_2O_2 und HNO_3

Die chemischen Zusammensetzungen der Oberflächen der Materialien sind in Tabelle 5-10 aufgeführt. Die XPS-Daten zeigen, dass das C/O-Verhältnis durch die Behandlungen signifikant erhöht wurde.

Tabelle 5-10: Atomare C/O – Verhältnisse vor und nach Modifikationen aus XPS-Analysen

Medium	Modifikation	C/O
CX	Keine	104,03
CX	H ₂ O ₂	12,35
CX	HNO ₃	3,37

Da die Behandlung mit HNO₃ bei dem Kohlenstoff-Xerogel zu einer Zerstörung des Porensystems führte, wurden Wasser-Sorptionsuntersuchungen lediglich mit dem unbehandelten Xerogel und dem mit H₂O₂ behandelten Xerogel durchgeführt.

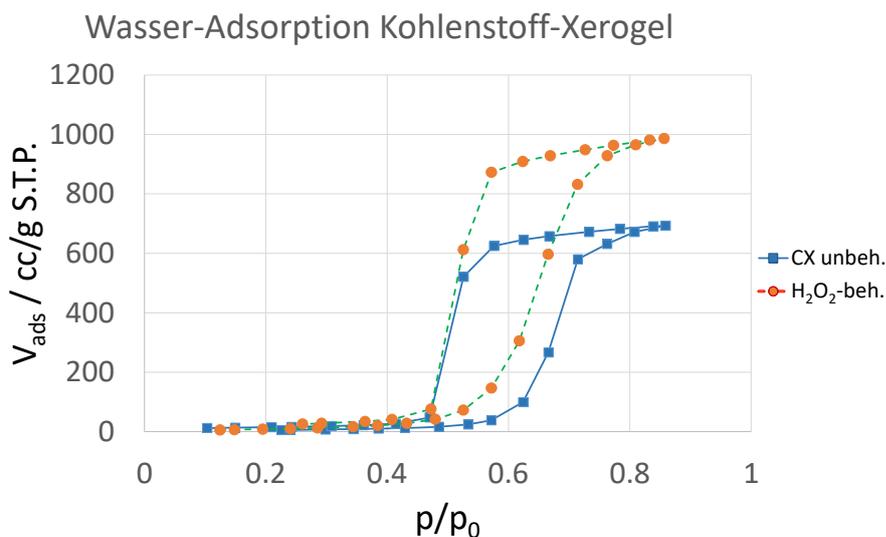


Abbildung 5-141: Wasser-Sorptionsisothermen von CX vor und nach Behandlung mit H₂O₂

Die Wasser-Sorptionsisothermen in Abbildung 5-141 zeigen einen signifikanten Einfluss der Behandlung mit H₂O₂. Die Menge an adsorbiertem Wasser wird signifikant erhöht und die Wasserradsorption beginnt bereits bei niedrigeren Temperaturen. Die Behandlung hat somit einen positiven Einfluss auf die Adsorption von polaren Molekülen.

An dieser Stelle muss angemerkt werden, dass das Volumen an adsorbiertem Wasser nicht zwangsläufig mit dem Mikroporenvolumen gleichzusetzen ist. Nach dem gängigen Modell, erfolgt die Adsorption von Wasser auf Kohlenstoffmaterialien an polaren Oberflächengruppen, wie etwa C-OH, O=C-OH, C=O, C-O-C. Um diese polaren Gruppen bilden sich Cluster von adsorbiertem Wasser und die Menge an Wasser, die adsorbiert wird hängt stark von der Polarität der jeweiligen funktionellen Gruppen statt. Es kommt somit nicht zwangsläufig zu einer vollständigen Füllung der Mikroporen.

Bei Adsorptionsexperimenten an der FE 1 wurde die Desorption von organischen Molekülen aus dem Kohlenstoff-Xerogel beim Aktivierungsprozess vor der eigentlichen Adsorptionsmessung festgestellt. TG/DSC-MS-Untersuchungen zeigen, dass es sich bei dem desorbierenden Molekül um Aceton ($\text{H}_3\text{C-CO-CH}_3$) handelt. Wasser wird im Massenspektrometer mit $m/z = 18$ detektiert, Aceton mit $m/z = 58$. Beim Ionisierungsprozess im Massenspektrometer findet eine teilweise Fragmentierung von Molekülen statt, so dass für Aceton auch die Fragmente mit $m/z = 43$ und $m/z = 15$ gemessen werden. Die Fragmentierung ist charakteristisch für bestimmte Moleküle und kann daher zur Identifizierung der Moleküle beitragen.

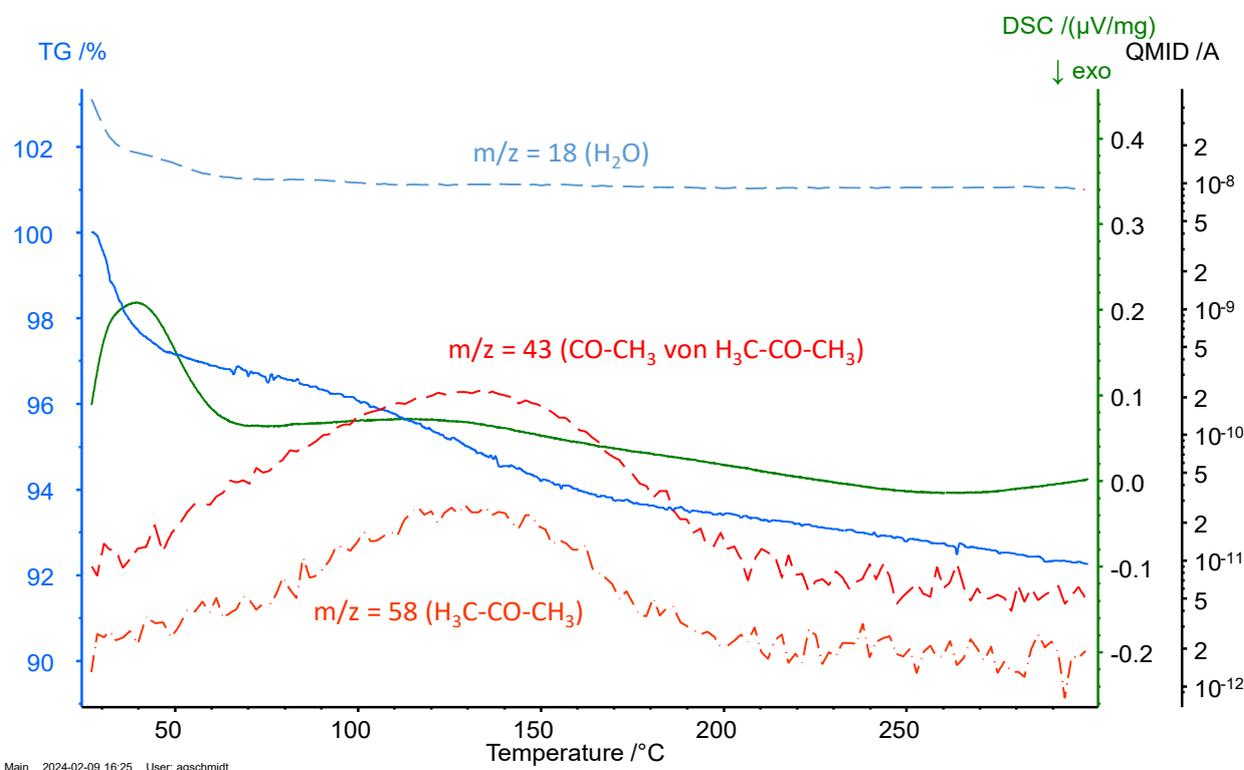


Abbildung 5-142: TG/DSC-MS Untersuchung von adsorbierten Spezies auf dem Kohlenstoff-Xerogel

Im Experiment wurde das Kohlenstoff-Xerogel kontinuierlich mit einer Heizrate von $10\text{ °C}\cdot\text{min}^{-1}$ aufgeheizt. Die Desorption von Wasser (ca. 3,2 Gew%) erfolgt dabei in einem endothermen Prozess bis zu einer Temperatur von ca. 80 °C , Argon (ca. 3,5 Gew%) desorbiert im Temperaturbereich von $50\text{-}220\text{ °C}$.

Das Kohlenstoff-Xerogel enthielt somit adsorbiertes Aceton, das vermutlich bei der Lagerung im Labor aus der Laborluft adsorbiert wurde.

Modifikation von Kohlenstoff-Xerogelen durch thermische Behandlung

Das Kohlenstoff-Xerogel wies bereits im Ausgangsmaterial ein C/O-Verhältnis von 104,03 auf, was nur sehr geringe Mengen an Sauerstoff auf der Oberfläche bedeutet. Eine signifikante Defunktionalisierung durch Behandlung bei 800 °C war somit nicht zu erwarten. Aus diesem Grund wurde auf entsprechende Experimente verzichtet.

Charakterisierung der modifizierten Adsorbentien (FE3)

Im letzten Schritt der vorliegenden Arbeit erfolgte eine Untersuchung der adsorptiven Eigenschaften durch die Adsorption von Toluol und Isopropanol bzw. Aceton an der Uni DUE. Die Ergebnisse sind in Kapitel 5.3.1 und 5.3.3 dargestellt.

6 Fazit

Untersucht werden sollten Unterschiede bei der Adsorption polarer und unpolarer Prüfsubstanzen an Adsorbentien unterschiedlicher Struktur und Oberflächenchemie vor dem Hintergrund der ISO 10121. Durchgeführt wurden Versuchsreihen zur systematischen Ermittlung von Durchbruchkurven von 6 polaren VOC und dem unpolaren Toluol als Referenz bei verschiedenen Konzentrationen und Feuchten an einer Auswahl von Aktivkohlen und an Xerogel sowie Modifikationen der Sorbentien. Aus den Versuchsergebnissen wurden Isothermenwerte und -gleichungen abgeleitet und auf dieser Basis Vorausberechnungen von Durchbruchkurven von polaren VOC mit dem semi-empirischen Ansatz nach Yoon-Nelson durchgeführt. Die Ergebnisse verdeutlichen den Einfluss der Polarität des Adsorptivs bei der Adsorption an Aktivkohle in feuchter Luft als Trägergas. Die Kapazität von Aktivkohlen ist für polare VOC tendenziell geringer als für unpolare Substanzen. Ein Anstieg der Luftfeuchte wirkt sich stärker auf die Kapazität von Aktivkohle für polare VOC aus als das Vorliegen eines unpolaren VOC mit ähnlichen Konzentrationen wie die polare Komponente. Die Optimierung von Aktivkohlen durch Modifikation zur Steigerung der Oberflächenpolarität des Sorbens führte nicht wie angestrebt zu einer Erhöhung der Sorptionskapazität der polaren VOC, sondern zu einer weiteren Reduzierung aufgrund der überproportional gesteigerten Adsorption von Wasserdampf. Die Untersuchung zur Adsorption von polaren VOC ergab, dass zumindest die untersuchten Substanzen als zusätzliche oder alternative Standard-Prüfsubstanzen zu keinem erkennbaren Vorteil bei Prüfungen und Klassifizierungen nach Norm führen.

Ein weiterer Punkt war die Evaluierung der ISO 10121-3 zur Filterklassifizierung. Die ISO 10121-3 wurde evaluiert, indem verschiedene Filtertypen von drei verbreiteten Filterbauformen gemäß Norm für die vier Normprüfgase klassifiziert wurden. Als maßgebliche Herausforderungen bei der Umsetzung von ISO 10121-3 wurden bezüglich des Prüfgases Ozon dessen Bereitstellung und die teilweise lange Versuchsdauer bei leistungsfähigeren Filtern identifiziert. Grundsätzlich sind die mit der Umsetzung der Norm verbundenen Herausforderungen aber überwindbar und stehen dem Nutzen der Klassifizierungsmethode nicht entgegen.

Weil bisher in der Normenreihe der ISO 10121 eine Klassifizierung nur für konfektionierte Filter vorgesehen ist, wurde zusätzlich untersucht, ob die Klassifizierungsergebnisse für Filter auch an Medienproben ermittelt werden können. Dazu

wurde an Filtermedien aus den zuvor klassifizierten Filtern eine Klassifizierung in Anlehnung an die Norm durchgeführt. Das Fazit der Untersuchung ist, dass, wenn keine Möglichkeit besteht, einen Filter nach ISO 10121-3 klassifizieren zu lassen, die Ergebnisse von Tests an Filtermedienproben zumindest einen qualifizierten Eindruck von der zu erwartenden Klassifizierung für den Filter geben.

Die Klassifizierung von Medienproben mit den polaren VOC Isopropanol und Aceton anstelle von Toluol wurde der Vollständigkeit halber durchgeführt. Vergleichbar mit den Ergebnissen aus AP1 ergab die Untersuchung jedoch, dass eine Klassifizierung mit den ausgewählten polaren VOC keinen Vorteil erkennen lässt.

Als dritter Punkt wurde die Charakterisierung und Modifikation der Adsorbentien bearbeitet. Im Rahmen des Projektes wurden eine kommerzielle Aktivkohle und mithilfe verschiedener Verfahren funktionalisiert. Hierzu wurden verschiedene Verfahren sowohl in der Flüssig- als auch Gasphase gewählt.

7 Verwendung der Zuwendung

Forschungseinrichtung 1 (UDE)

- wissenschaftlich-technisches Personal (Einzelansatz A.1 des Finanzierungsplans)
Es wurden 29,66 Personenmonate für wissenschaftlich-technisches Personal eingesetzt, genehmigt waren 27,6 Personenmonate. Die Überschreitung der Personenmonate des wissenschaftlich-technischen Personals wurde im Laufe des Projektes dem Projektträger gemeldet.
- Geräte (Einzelansatz B des Finanzierungsplans)
Es wurden keine Geräte angeschafft.
- Leistungen Dritter (Einzelansatz C des Finanzierungsplans)
Es wurden keine Dienstleistungen Dritter beauftragt.

Forschungseinrichtung 2 (IUTA)

- wissenschaftlich-technisches Personal (Einzelansatz A.1 des Finanzierungsplans)
Es wurden wie geplant und genehmigt 14,4 Personenmonate für wissenschaftlich-technisches Personal eingesetzt.
- Geräte (Einzelansatz B des Finanzierungsplans)
Es wurden keine Geräte angeschafft.
- Leistungen Dritter (Einzelansatz C des Finanzierungsplans)
Es wurden keine Dienstleistungen Dritter beauftragt.

Forschungseinrichtung 3 (MPI)

- wissenschaftlich-technisches Personal (Einzelansatz A.1 des Finanzierungsplans)
Es wurde wie geplant wissenschaftliches Personal für 12 Personenmonate eingesetzt.
- Geräte (Einzelansatz B des Finanzierungsplans)
Es wurden keine Geräte angeschafft.
- Leistungen Dritter (Einzelansatz C des Finanzierungsplans)
Es wurden keine Dienstleistungen Dritter beauftragt.

8 Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit

Die durchgeführten Arbeiten stellen die Umsetzung der im Forschungsantrag vorgesehenen Arbeitsschritte dar und waren für die Erreichung des Forschungsziels wichtig. Das wissenschaftlich-technische Personal wurde entsprechend der im Antrag vorgesehenen Arbeitsschritte eingesetzt. Der Personaleinsatz war für die Durchführung der geleisteten Arbeiten angemessen und notwendig.

Eine kostenneutrale Verlängerung war 2022 aufgrund zeitlicher Verzögerungen bei der Neueinstellung von Personal an FE 1 notwendig geworden und seitens der AiF genehmigt worden. Die kostenneutrale Verlängerung ermöglichte den erfolgreichen Abschluss des Projektes.

9 Wissenschaftlich-technischer und wirtschaftlicher Nutzen der erzielten Ergebnisse

Die Forschungsergebnisse haben zu einem umfangreichen Erkenntnisgewinn bezüglich der Charakterisierung und Leistungsbeurteilung von adsorptiven Raumluftfiltern und Filtermedien geführt. Als wissenschaftlicher Nutzen sind die umfangreichen Ergebnisse der systematischen Untersuchungen zur Abscheideleistung von Filtern gegenüber polaren und unpolaren VOC zu betrachten. Daraus ergibt sich ein technischer Nutzen für Filtermedien- und Filterhersteller für die Filterauslegung bei spezifischen Anwendungen. Über den Bereich der Innenraumluftfiltration hinaus können die Ergebnisse auch bei der Prozessgasreinigung genutzt werden.

Die Evaluierung der ISO 10121-3 zur Filterklassifizierung stieß bei allen Veröffentlichungen der Ergebnisse (beispielsweise auf der Filtech 2024) auf großes Interesse. Die Klassifizierung der Filter bietet Filterherstellern die Möglichkeit, die Qualität ihrer Produkte nachvollziehbar zu belegen, was einen Vorteil bei der Vermarktung darstellen kann. Adsorptive Filter stellen aktuell, angestoßen durch die zunehmende Sensibilisierung der Bevölkerung für die Luftverschmutzung bei gleichzeitig wachsendem Wohlstand einen großen Wachstumsmarkt dar. Der Nutzen der Forschungsergebnisse für den Personenkreis, der über die Beschaffung von adsorptiven Filtern entscheidet, liegt auf der Hand. Durch die Klassifizierung wird ein

Produktvergleich möglich, der zu einer gezielteren und dadurch mutmaßlich nachhaltigeren Beschaffung führt.

10 Plan zum Ergebnistransfer in die Wirtschaft

10.1 Durchgeführte Transfermaßnahmen

Maßnahme	Ziel	Zeitraum
1. Sitzung des PA (online)	Erläuterungen, Diskussion detaillierter Projektplanung, Anregungen aus der Industrie	04.11.2021
2. Sitzung des PA (online)	Präsentation bisheriger Ergebnisse, Diskussion, Abstimmung weiteres Vorgehen	03.11.2022
3. Sitzung des PA (online)	Präsentation der bisherigen Ergebnisse	13.12.2023
4. Sitzung des PA (hybrid)	Abschlusspräsentation und -diskussion	18.06.2024
wiss. Publikationen	Sager et al. 2023. Filtrieren und Separieren 01:26-33	1/2023
Vorträge und Poster	ISH 2023 Messe in Frankfurt; Vortrag im Rahmen der HTx-Reihe: Genormt! Gasphasenfilter in der allgemeinen RLT als Ergänzung zur Partikelfiltration. F.Schmidt	13.03.2023
Übernahme Ergebnisse in akademische Lehre	Vorlesungen Universität Duisburg-Essen: „Reaktionstechnik“ Prof. Dr. F. Schmidt „Adsorptionstechnik“ Prof. Dr. D. Bathen “Air pollution control”; Dr. S. Haep „Umweltmesstechnik“ Prof Dr. C. Asbach	seit SS 2022 seit WS 2022/23 seit WS 2022/23 seit SS 2022
Übernahme Ergebnisse in technische Regelwerke und Normen	durch Mitarbeit in den Arbeitsgruppen: • DIN-Normenausschuss Maschinenbau, Fachbereich: Allgemeine Lufttechnik (NA 060) • Arbeitskreis „Kabinenluftfilter“ des Normenausschusses Kraftfahrzeuge (FAKRA) des Verbandes der Automobilindustrie (VDA) • Richtlinienausschuss VDI 6032 Blatt 2 “	während des Projektes fortlaufend
Beratung von Filter- und Filtermedienherstellern		während des Projektes fortlaufend
Internetpräsentation	Präsentation des Projektes auf den Internetseiten des IUTA: www.iuta.de/igf/igf-forschungsprojekte/aif-nummer/21857/	während des Projektes fortlaufend

10.2 Geplante Transfermaßnahmen

Maßnahme	Ziel	Zeitraum
wiss. Publikationen	in Fachzeitschrift Adsorpt. Sci. Technol.: Influence of sorbent characteristics on the adsorption of polar VOC. in Fachzeitschrift Adsorption: Differences in the adsorption of polar and non-polar VOCs on activated carbon.	Frühjahr 2025
Ergebnisvorstellung bei FILTECH 2024 durch Vortrag	Information des Fachpublikums durch angenommenen Vortrag: The classification of adsorptive HVAC filters according to ISO 10121-3—challenges and benefits. Sager et al.	12.11.2024
Übernahme Ergebnisse in akademische Lehre	Vorlesungen Universität Duisburg-Essen: „Reaktionstechnik“ Prof. Dr. F. Schmidt „Adsorptionstechnik“ Prof. Dr. D. Bathen “Air pollution control”; Dr. S. Haep „Umweltmesstechnik“ Prof Dr. C. Asbach	ab WS 2024/25
Übernahme Ergebnisse in technische Regelwerke und Normen	durch bestehende Mitarbeit in den unter 10.1 aufgeführten Arbeitsgruppen	ab Projektende
Beratung von Filter- und Medienherstellern		ab Projektende
Internetpräsentation	Präsentation der Projekt-Ergebnisse und des Leitfadens zur ISO 10121-3 auf den Internetseiten des IUTA: www.iuta.de/igf/igf-forschungsprojekte/aif-nummer/21857/	ab Projektende

10.3 Einschätzung der Realisierbarkeit des Transferkonzeptes

Die geplanten Maßnahmen zum Ergebnistransfer während des Vorhabens wurden zu Beginn des Projektes noch durch die Auswirkungen der Corona-Pandemie beeinträchtigt, konnten aber im weiteren Projektverlauf größtenteils nachgeholt werden. Mit Hilfe der bereits durchgeführten Transfermaßnahmen wurden Kontakte mit Unternehmen, die im Bereich der Filtration tätig sind, gepflegt und ausgebaut. So erfolgte die bereits getätigte Publikation in Zusammenarbeit mit einem Teilnehmer des PA. Zwei weitere Veröffentlichungen zu den umfangreichen Ergebnissen sind in Vorbereitung. Darüber hinaus werden die im Projekt gewonnenen Erkenntnisse auch nach dem Projektende durch den Projektleiter von FE 1 unmittelbar in die angegebenen Normungsgremien eingebracht. Die Realisierbarkeit der nach Abschluss des Forschungsvorhabens geplanten Maßnahmen wird daher als hoch angesehen.

11 Anhang

Leitfaden zur Filterklassifizierung nach ISO 10121-3 (FE 2)

Das Ziel bei der Erstellung des Leitfadens war es, den Hintergrund von ISO 10121-3 und die darin festgeschriebenen Methoden zu erläutern und eine Anleitung zur Bewertung der Klassifizierungsergebnisse von Raumlufffiltern zu geben.

11.1 Hintergrund und Ziel der ISO 10121-3

Die Normenreihe der ISO 10121 besteht aktuell aus drei Teilen. Die ersten beiden Teile der Norm beinhalten Testmethoden. Teil 1 beschreibt die Prüfungen an Filtermedien für Raumlufffilter, z. B. Flachfilter-Kombi-Medien oder Aktivkohleschüttungen. In Teil 2 sind die Prüfungen für konfektionierte Raumlufffilter vorgegeben. Das Testprinzip ist sowohl für Filter als auch für Medienproben dasselbe. Das Abscheidevermögen wird mit Hilfe von Durchbruchversuchen mit konstanter Konzentration der Prüfsubstanz in der Anströmung bestimmt. Lediglich die Prüfstände, an denen die jeweiligen Durchbruchversuche durchgeführt werden, unterscheiden sich für Medienproben- und Filtertests. Die Testergebnisse von Prüfungen nach den ersten beiden Teilen von ISO 10121 sind aber häufig nicht direkt miteinander vergleichbar, was im Folgenden erläutert wird.

Hier setzt Teil 3 der ISO 10121 an; für konfektionierte Raumlufffilter wird eine Klassifizierungsmethode spezifiziert. Sie basiert auf Prüfergebnissen nach Teil 2 der Norm unter Testbedingungen, die in Teil 3 festgelegt sind, sowie daraus abgeleiteten Werten für vier Klassifizierungsparameter. Mit den Klassifizierungsparametern ist es möglich, die Leistungsfähigkeit adsorptiver Raumlufffilter mit unterschiedlichen Einbauquerschnitten und verschiedenen Nennvolumenströmen einfach miteinander zu vergleichen.

11.2 Klassifizierungsparameter nach ISO 10121-3 und experimentelle Bestimmung

Zur Klassifizierung von Raumlufffiltern gibt die ISO 10121-3 vier Parameter vor:

1. den Leistungsbeanspruchungsgrad,
2. die integrierte Effizienz E_{\square} ,
3. die Anfangseffizienz E_i und
4. die Retentivität R .

Die maßgeblichen Klassifizierungsparameter sind der Leistungsbeanspruchungsgrad und die integrierte Effizienz, denn sie bestimmen die Filterklasse eines Filters. Sie werden ermittelt mit Hilfe von Durchbruchtests zur Bestimmung der Aufnahmefähigkeit des Prüflings für jeweils eines der vorgegebenen vier Prüfgase, Toluol, Schwefeldioxid (SO_2), Stickstoffdioxid (NO_2) und Ozon. Als Prüfgaskonzentrationen sind 3 ppm für Ozon und 9 ppm für die anderen Prüfgase vorgegeben. Für die vollständige Klassifizierung eines Filters werden die Prüfungen mit den vier einzelnen Prüfgasen jeweils an neuwertigen Prüflingen des gleichen Filtertyps durchgeführt, weil vorausgehende Tests mit anderen Prüfsubstanzen das Prüfergebnis beeinflussen können. Als weitere Testbedingungen gibt ISO 10121-3 für Klassifizierungstests 23 °C, 50 % relative Luftfeuchte und als Prüfvolumenstrom den Nennvolumenstrom des Filters vor.

Das Ergebnis eines Durchbruchversuches ist eine Durchbruchkurve, die den Verlauf des Quotienten aus Reingas- zu Rohgaskonzentration über die Prüfdauer oder Versuchszeit, dargestellt, siehe Abbildung A1, links. Bei der Prüfung von RLT-Filtern nach ISO 10121 wird jedoch nicht der Durchbruch D sondern die Effizienz $E = 1 - D$ als Parameter betrachtet, siehe Abbildung A1, rechts.

Ein direkter Vergleich der Effizienzkurven in Abhängigkeit von der Testdauer ist aber zur Leistungsbeurteilung von Filtern mit unterschiedlichen Nennvolumenströmen und/oder Einbauquerschnitten nicht zielführend, weil die Filter in diesem Fall unterschiedlicher Belastung ausgesetzt sein können.

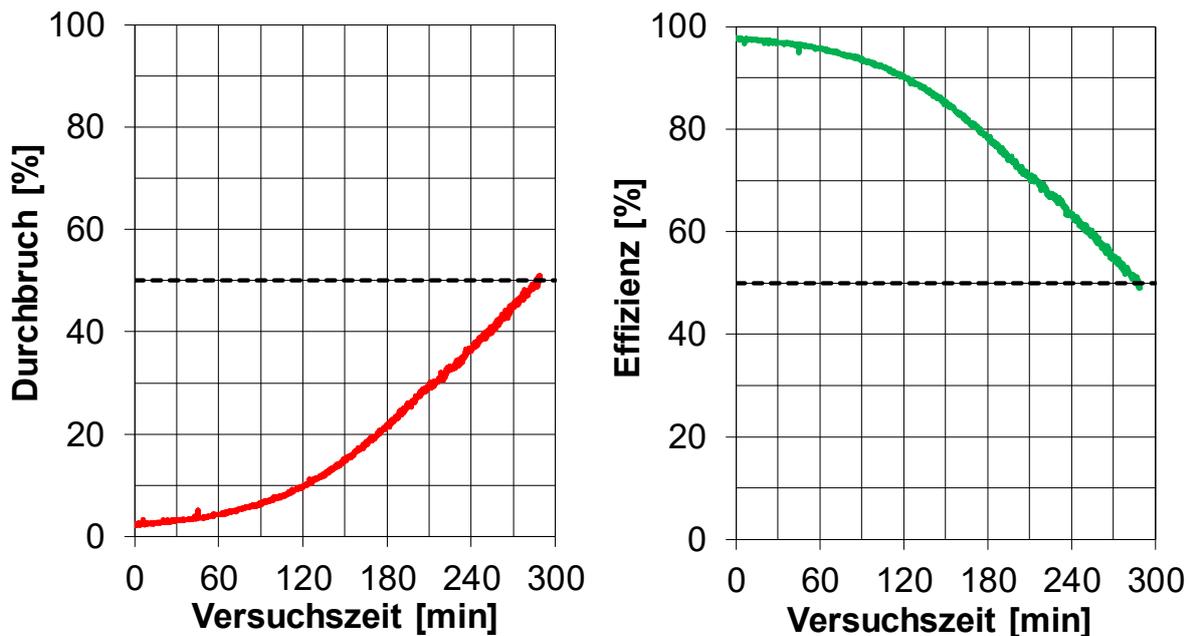


Abb. A1: Durchbruchkurve und Effizienzkurve in Abhängigkeit von der Prüfdauer

Um die Abscheideeffizienz von Filtern mit unterschiedlichen Nennvolumenströmen und Dimensionen vergleichbar zu machen, werden gemäß ISO 10121-3 die Effizienzverläufe nicht in Abhängigkeit von der Versuchszeit, sondern von einer normierten Dosis D_N betrachtet. Das ist die Prüfgasmenge, mit welcher der Filter während der Prüfdauer t durchströmt wird, bezogen auf den nominellen Einbauquerschnitt des Filters. Dieser ist eine Art idealisierte Einbaufläche, die für Filter mit Standard-Full-Size-Größe als 610 mm × 610 mm angenommen wird, auch wenn die realen Einbaumaße z. B. nur 595 mm × 595 mm betragen. Die nominellen Einbauquerschnitte für Filter mit Halb- oder Viertelmaß sind entsprechend kleiner.

Die Formel zur Berechnung der normierten Dosis, die im Folgenden nur noch als Dosis bezeichnet wird, lautet:

$$D_N = (c \cdot t \cdot \dot{V}) / A_N$$

Dabei sind c die Prüfgaskonzentration im Rohgas, t die Versuchszeit, \dot{V} der Nennvolumenstrom und A_N der nominelle Einbauquerschnitt. Die Versuchszeit und der Volumenstrom werden beide in der Formel für die Dosis berücksichtigt. Die Dosis kann als Masse pro Quadratmeter Einbauquerschnittsfläche in g/m^2 oder als Stoffmenge pro Quadratmeter Einbauquerschnittsfläche in mol/m^2 angegeben oder verwendet werden.

Anhand von Effizienzkurven, die in Abhängigkeit von der Dosis aufgetragen sind, lässt sich auch das Abscheideverhalten von Filtern mit unterschiedlichen Nennvolumenströmen oder Abmaßen vergleichen. Die beiden maßgeblichen Klassifizierungsparameter, Leistungsbeanspruchungsgrad und integrierte Effizienz, werden mit Hilfe der Effizienz-Dosis-Kurve des Filters bestimmt.

Bestimmung des Leistungsbeanspruchungsgrades eines adsorptiven Raumluftfilters

Der Leistungsbeanspruchungsgrad wird festgelegt durch die Dosis, bei der die Filtereffizienz 50 % unterschreitet. Dieser Dosiswert wird mit den drei in der Norm vorgegebenen Dosis-Grenzwerten zur Einstufung verglichen. Der letzte überschrittene Dosis-Grenzwert bestimmt den Beanspruchungsgrad.

Die Norm gibt für alle Testgase die gleichen drei molaren Dosis-Grenzwerte 1,5 mol/m², 6 mol/m² und 24 mol/m² vor, für die Beanspruchungsgrade leicht (light duty – LD), mittel (medium duty – MD) und schwer (heavy duty – HD). Filtern, bei denen die Effizienz 50 % schon vor Erreichen des Dosis-Grenzwertes für LD unterschreitet, wird der Beanspruchungsgrad „sehr leicht“ (very light duty – vLD) zugewiesen.

Die Dosis-Grenzwerte steigen mit zunehmender Leistungsklasse um den Faktor 4. Aufgrund der unterschiedlichen molaren Massen sind die entsprechenden massenbezogenen Dosis-Grenzwerte für die vier Prüfgase unterschiedlich. Eine Dosis von 6 mol/m² entspricht 553 g/m² Toluol, 384 g/m² SO₂, 276 g/m² NO₂ und 288 g/m² Ozon.

Abbildung 5-89A2 zeigt als Beispiel den Effizienzverlauf eines Filters der Bauform V-Zelle für Toluol in Abhängigkeit von der Dosis. Dieser Filter erreicht den Leistungsbeanspruchungsgrad LD für die Toluolabscheidung, weil die Effizienz den Wert von 50 % bei einer Dosis von ca. 5,3 mol/m² unterschreitet. Der letzte überschrittene Dosis-Grenzwert war 1,5 mol/m² für den Beanspruchungsgrad LD.

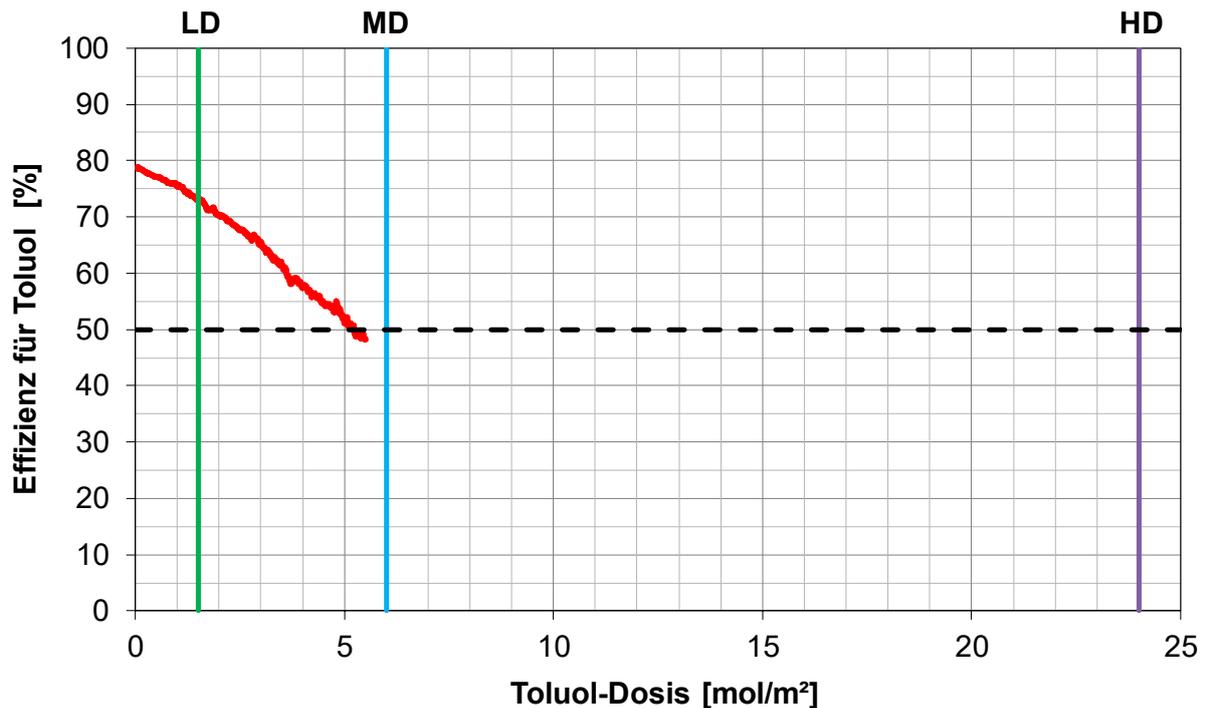


Abb. A2: Effizienzverlauf eines RLT-Filters bei der Abscheidung von Toluol in Abhängigkeit von der Dosis (9 ppm_v Toluol, 23 °C, 50 % r. F., 3.400 m³/h)

Bestimmung der integrierten Effizienz

Der Parameter der integrierten Effizienz ist ein Maß für den Anteil des zudosierten Prüfgases, der vom Filter bis zum Erreichen des Dosis-Wertes, der den Leistungsbeanspruchungsgrad bestimmt, abgeschieden wird.

Er kann durch Integration der Effizienz-Dosis-Kurve von Beginn der Filterprüfung bis zum letzten überschrittenen Dosis-Grenzwert bestimmt werden. Bei dem Beispielfilter, dessen Effizienz-Dosis-Kurve für das Prüfgas Toluol in Abbildung A3 dargestellt ist, entspricht die integrierte Effizienz der hellblau markierten Fläche unter der roten Effizienzkurve bis zu dem Grenzwert der Dosis von 1,5 mol/m², der durch die grüne Linie gekennzeichnet ist. Die integrierte Effizienz des Beispielfilters für Toluol beträgt 75,6 %.

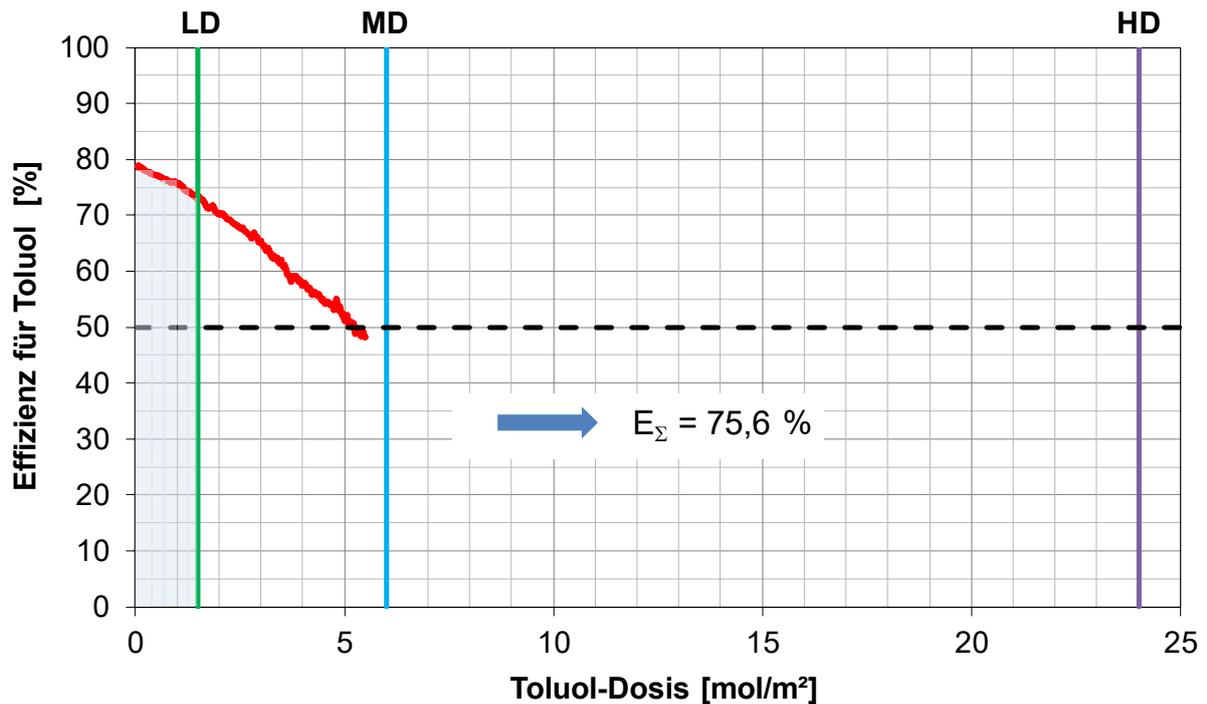


Abb. A3: Bestimmung der integrierten Effizienz eines RLT-Filters für Toluol aus der Effizienz-Dosis-Kurve (9 ppm_v Toluol, 23 °C, 50 % r. F., 3.400 m³/h)

Zur Klassifizierung von adsorptiven RLT-Filtern wird der Beanspruchungsgrad angegeben, gefolgt vom numerischen Wert der integrierten Effizienz, abgerundet auf das nächste Vielfache von 5 %. Damit ergibt sich für die Beispiel-V-Zelle eine Klassifizierung von LD 75.

Das Abrunden der integrierten Effizienz auf das nächste Vielfache von 5 % kann dazu führen, dass bei der Prüfung verschiedener Filter desselben Typs mit demselben Prüf-gas, selbst wenn sich die Prüfergebnisse für den integrierten Wirkungsgrad nur um 0,1 % unterscheiden, die Werte für die resultierenden integrierten Effizienzen um 5 % differieren können. Zwei Prüffilter der LD-Klasse mit integrierten Wirkungsgraden von 74,9 % und 75,0 % würden einmal als LD 70 und einmal als LD 75 eingestuft werden.

Bestimmung der Anfangseffizienz

Der Zweck der Bestimmung des Anfangswirkungsgrades ist es, einen Eindruck von der Filtereffizienz zu Beginn der Betriebszeit im realen Einsatz zu erhalten, wo deutlich niedrigere Konzentrationen als bei den Klassifizierungstests vorliegen und zunächst keine wahrnehmbare Beladung des Filters stattfindet.

Die Bestimmung der Anfangseffizienz erfolgt ebenfalls mit einem Durchbruchstest, jedoch mit deutlich geringeren Prüfgaskonzentrationen als bei der Bestimmung des Beanspruchungsgrades. Die Norm schreibt zur Bestimmung dieses Parameters für Toluol 0,9 ppm, für SO₂ und NO₂ 0,45 ppm und für Ozon 0,15 ppm als Prüfgaskonzentrationen vor. Auch diese Konzentrationen sind noch höher als die Konzentrationswerte unter realen Bedingungen, aber sie stellen einen Kompromiss dar zwischen dem angestrebten Testergebnis und den Grenzen der experimentellen Umsetzbarkeit. Die weiteren Testbedingungen sind wie bei dem Durchbruchstest zur Ermittlung von Leistungsbeanspruchungsgrad und integrierter Effizienz 23 °C, 50 % relative Luftfeuchte und ein Prüfvolumenstrom der dem Nennvolumenstrom des Filters entspricht. Die Prüfdauer sollte auf jeden Fall so kurz sein, dass kein Rückgang der Effizienz wahrnehmbar ist, aber lange genug, um einen stabilen Wert zu erhalten. Das Ergebnis für die Anfangseffizienz ist die mittlere Effizienz, die über die kurze Prüfdauer mit der niedrigen Prüfgaskonzentration ermittelt wird.

Wenn die Durchbruchprüfung zur Bestimmung der Anfangseffizienz, um Filterprüflinge einzusparen, vor dem Test zur Ermittlung des Beanspruchungsgrades am selben Prüfling erfolgt, ist das im Prüfbericht zu vermerken. Außerdem muss die während der Prüfung zur Bestimmung des Anfangswirkungsgrades zugeführte Dosis des Prüfgases angegeben werden.

Als Beispiel zeigt Abbildung 5-90A4 den Verlauf der Anfangseffizienz eines Kartuschenfilters in Abhängigkeit von der Versuchszeit. Der Filter besitzt eine Anfangseffizienz von 94,9 %.

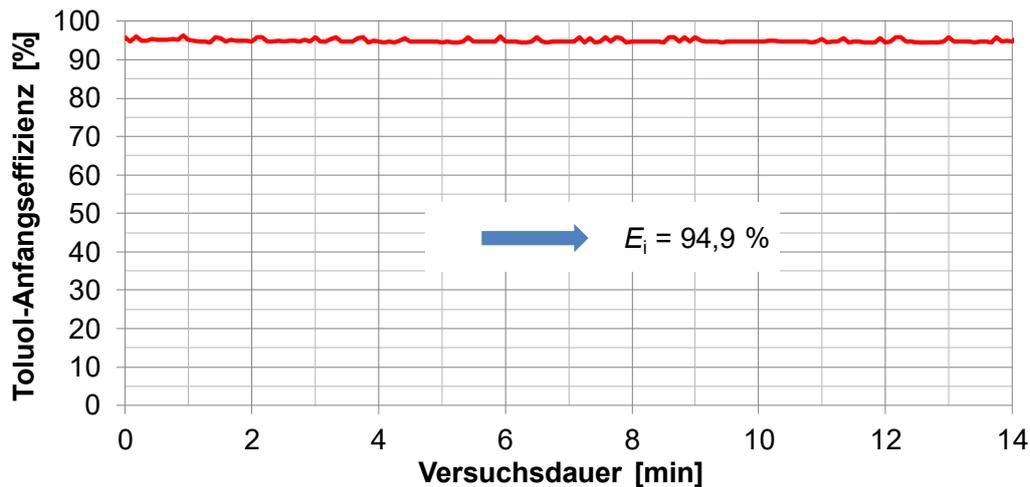


Abb. A4: Anfangseffizienzverlauf eines RLT-Filters bei der Abscheidung von Toluol (0,9 ppmv Toluol, 23 °C, 50 % r. F., 800 m³/h)

Bestimmung der Retentivität

Als Retentivität des Filters wird dessen Rückhaltevermögen einer abgeschiedenen Testsubstanz nach einer Desorption bezeichnet; je höher der Wert ist, desto besser. Die Bestimmung dieses Klassifizierungsparameters ist, da Ozon an Aktivkohle reaktiv abgeschieden wird und eine Desorption auszuschließen ist, nur obligatorisch für Prüfungen mit den Prüfgasen Toluol, SO₂ und NO₂. Die Retentivität muss außerdem nur von Filtern ermittelt werden, die mindestens die LD-Klasse für das entsprechende Prüfgas erreichen.

Das Rückhaltevermögen wird im Anschluss an den Durchbruchversuch zur Bestimmung des Beanspruchungsgrades mit einem Desorptionstest ermittelt. Hierfür wird die Prüfgasdosierung eingestellt, der Filter weiter mit dem konditionierten Luftstrom durchströmt und die Prüfgaskonzentrationen aufgezeichnet. Die Desorptionsprüfung ist so lange durchzuführen bis die Reingaskonzentration weniger als 5 % der Prüfgaskonzentration während der Durchbruchprüfung beträgt, jedoch höchstens 6 Stunden lang.

Eine signifikante Desorption tritt in der Regel nur bei dem Prüfgas Toluol auf, das durch Physisorption abgeschieden wird und dessen Kapazität von Aktivkohlen von seiner Konzentration in der Gasphase abhängt. Als Beispiel zeigt Abbildung 5-91A5 die Verläufe der während der Durchbruchs- und der Desorptionsversuche an einer V-Zelle zurückgehaltenen Massen von Toluol, SO₂ und NO₂ in Abhängigkeit von der Zeit.

Bei dem Desorptionstest, der sich an den Durchbruchtest mit Toluol anschließt, ist eine Desorption von ca. 10 % zu erkennen. Die Toluol-Konzentration im Reingas sinkt nach ungefähr zwei Stunden unter den Wert von 0,45 ppm, und das Abbruchkriterium für den Desorptionstest ist erreicht. SO₂, das hauptsächlich durch Chemisorption abgeschieden wird, wird dagegen quasi nicht desorbiert. Die SO₂-Konzentration im Reingas fällt nach Beginn des Desorptionstests innerhalb von drei Minuten unter 0,45 ppm. Auch NO₂ wird fast gar nicht desorbiert. Die sehr geringe Abnahme der Masse beim NO₂-Test während der Desorption ist eher auf die Trägheit des Messgeräts zurückzuführen.

Das Rückhaltevermögen R wird berechnet, indem die Masse m_{des} , die während des Desorptionstests desorbiert wurde, von der Masse m_{ads} , die während des Adsorptionstests adsorbiert wurde, subtrahiert wird und diese vom Filter zurückgehaltene Gesamtmasse auf die nominale Filterfläche A_N bezogen wird:

$$R = (m_{ads} - m_{des}) / A_N.$$

Adsorbierte und desorbierte Masse werden mit Hilfe von Massenbilanzen mit den während Ad- und Desorptionstest gemessenen Konzentrationswerten berechnet. Für den Beispielfilter aus Abbildung A5 ergeben sich Retentivitäten von 1090 g/m² für Toluol, von 147 g/m² für SO₂ und von 228 g/m² für NO_x.

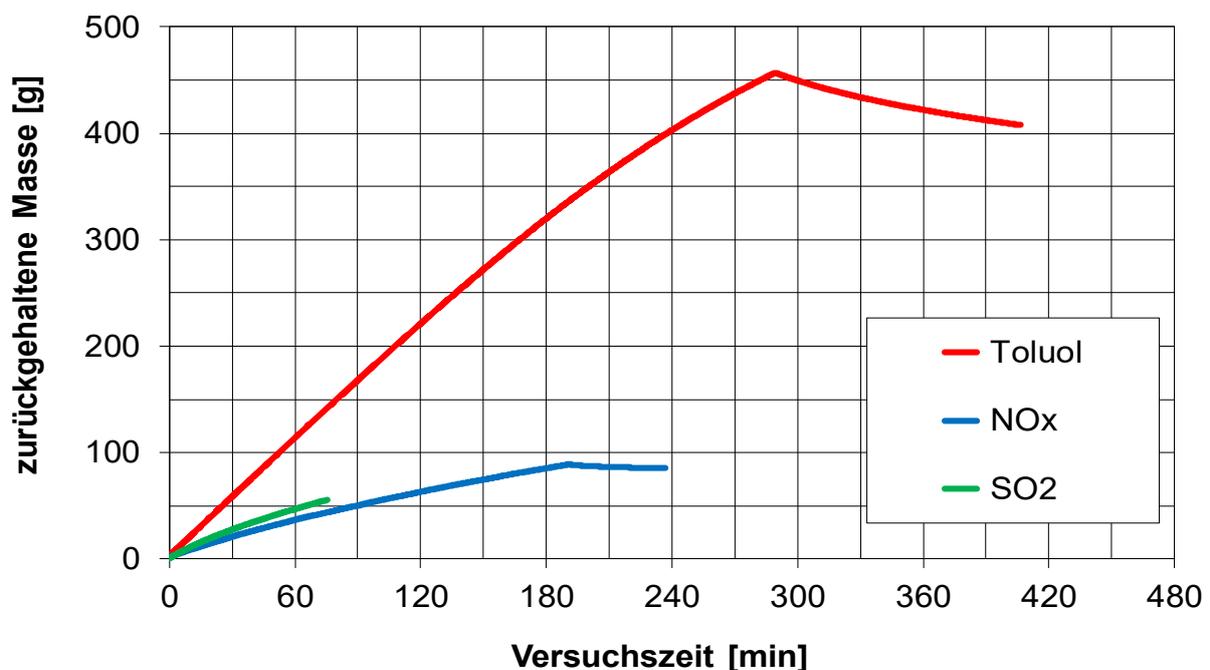


Abb. A5: Verläufe der abgeschiedenen Massen von Toluol, SO₂ und NO_x während der Durchbruchs- und Desorptionstests an einem Kompaktfilter

11.3 Fazit zur Bewertung von Klassifizierungsergebnissen nach ISO 10121-3

Die Klassenspezifikation von adsorptiven Raumlufffiltern hinsichtlich Beanspruchungsgrad und integrierter Effizienz liefert auch Fachfremden die Möglichkeit, die Leistungsfähigkeit verschiedener Filtertypen miteinander zu vergleichen.

Dabei ist es wichtig zu beachten, dass Klassifizierungsergebnisse nur für die jeweilige Testsubstanz, also Toluol, Schwefeldioxid, Stickstoffdioxid oder Ozon, gelten und für den gleichen Filter durchaus stark voneinander abweichen können.

Weiterhin ist zu berücksichtigen, dass es sich bei den angegebenen Werten für die integrierte Effizienz um auf das nächste Vielfache von 5 % abgerundete Werte handelt und die integrierte Effizienz beispielsweise eines MD-90-Filters nicht zwangsläufig 5 % geringer ist als die eines MD-95-Filters.

Eine genauere Bewertung des Filtertyps ist möglich, wenn neben der reinen Klassenspezifikation auch die Effizienz-Dosis-Kurve zur Verfügung steht.

12 Abbildungsverzeichnis

Abbildung 5-1: Arbeitspakete der Forschungseinrichtungen im Projekt	14
Abbildung 5-2: Schematische Darstellung des modifizierten Kfz-Filterprüfstandes und Foto des Prüfstandes	18
Abbildung 5-3: Prinzipskizze des Adsorptionsprüfstandes für Filtermedien nach ISO 10121-1	19
Abbildung 5-4: Prinzipskizze des Prüfstandes für RLT-Filter nach ISO 10121-2	20
Abbildung 5-5: Vergleichbarkeitsstudie Adsorption von Toluol (40 ppm, 50% r.F.)	26
Abbildung 5-6: Spezifisch adsorbierte Massen Toluol an Medium MD	27
Abbildung 5-7: Spezifisch adsorbierte Massen Toluol an Medium MB	28
Abbildung 5-8: Freundlich-Isothermen Toluol an Medium MD	29
Abbildung 5-9: Freundlich-Isothermen Toluol an Medium MB	29
Abbildung 5-10: Spezifisch adsorbierte Massen Isopropanol an Medium MD	30
Abbildung 5-11: Spezifisch adsorbierte Massen Isopropanol an Medium MB	31
Abbildung 5-12: Freundlich-Isotherme Isopropanol Medium MD bei 50% r.F. und 90 % r.F.	32
Abbildung 5-13: Freundlich-Isotherme Isopropanol Medium MB bei 50% r.F. (links) und 90 % r.F. (rechts)	32
Abbildung 5-14: Spezifisch adsorbierte Massen Aceton an Medium MD	33
Abbildung 5-15: Spezifisch adsorbierte Massen Aceton an Medium MB	34
Abbildung 5-16: Freundlich-Isotherme Aceton Medium MD bei 50% r.F. (links) und 90 % r.F. (rechts)	35
Abbildung 5-17: Freundlich-Isotherme Aceton Medium MB bei 50% r.F. (links) und 90 % r.F. (rechts)	35
Abbildung 5-18: Isothermenwerte von Formaldehyd an Medium D bei 23 °C	37
Abbildung 5-19: Isothermenwerte von Formaldehyd an Medium B bei 23 °C	38
Abbildung 5-20: Isothermenwerte von Acetaldehyd an Medium D bei 23 °C	40
Abbildung 5-21: Isothermenwerte von Acetaldehyd an Medium B bei 23 °C	41
Abbildung 5-22: Isothermenwerte von Isovaleraldehyd an Medium D bei 23 °C	42
Abbildung 5-23: Hexanal-Rohgasverlauf und -Durchbruchskurve beim Test von MD bei 23 °C, 50 % r. F. und angestrebtem Rohgasvolumenanteil von 9 ppm	45
Abbildung 5-24: Isothermenwerte von Hexanal an Medium B und D bei 23 °C	45
Abbildung 5-25: Vergleich der Isothermenwerte polarer VOC und von Toluol (Medium D, 23 °C)	46
Abbildung 5-26: Durchbruchskurve für Toluol am Medium B (neu) bei 50%	49
Abbildung 5-27: Durchbruchskurve für Toluol am Medium MB (neu) bei 90% rel. Feuchte (links: Originaldaten; rechts: geglättet)	49
Abbildung 5-28: Spezifische adsorbierte Masse an Toluol (links 50% und rechts 90%)	50
Abbildung 5-29: Spezifische adsorbierte Wassermasse der AK bei 50 bis 90%	50
Abbildung 5-30: Vergleich der DBK für Toluol (AK modifiziert mit HNO ₃) bei 50%	51

Abbildung 5-31: Vergleich der DBK für Toluol (AK modifiziert mit HNO ₃) bei 90%	51
Abbildung 5-32: Spezifische adsorbierte Masse an Toluol (50% Feuchte) (AK modifiziert mit HNO ₃)	52
Abbildung 5-33: Spezifische adsorbierte Masse an Toluol (90% Feuchte) von (AK modifiziert mit HNO ₃)	52
Abbildung 5-34: Vergleich der DBK für Toluol am Medium MD bei 50%	53
Abbildung 5-35: Vergleich der DBK für Toluol am Medium MD bei 90%	53
Abbildung 5-36: Spezifische adsorbierte Masse an Toluol bei 50% rel. Feuchte	54
Abbildung 5-37: Spezifische adsorbierte Masse an Toluol bei 90% rel. Feuchte	54
Abbildung 5-38: DBK für IPA am Medium MD (neu) bei 50% rel. Feuchte	55
Abbildung 5-39: DBK für IPA am Medium MD (neu) bei 90% rel. Feuchte	55
Abbildung 5-40: Spezifische adsorbierte Masse an IPA bei 50% rel. Feuchte	56
Abbildung 5-41: Spezifische adsorbierte Masse an Isopropanol bei 90% rel. Feuchte	56
Abbildung 5-42: DBK für Isopropanol am Medium MD (neu bzw. modifiziert) bei 50%	57
Abbildung 5-43: Spezifische adsorbierte Masse an IPA bei 50% rel. Feuchte	57
Abbildung 5-44: Vergleich der DBK für Isopropanol (90ppm) an Kugelnkohle im Neuzustand (50% r.F.) und an der mit Hitze modifizierten Kugelnkohle (50% und 70% r. F.)	58
Abbildung 5-45: Vergleich der DBK für Toluol (90ppm) an Kugelnkohle im Neuzustand (50% r.F.) und an der mit Hitze modifizierten Kugelnkohle (50% r. F.)	59
Abbildung 5-46: Vergleich der DBK für Isopropanol (90ppm) an Medium MD im Neuzustand (50% r.F.) und an dem mit Hitze modifizierten Medium MD (50% r. F.)	60
Abbildung 5-47: Vergleich der DBK für Toluol (90ppm) an Medium MD im Neuzustand (50% r.F.) und an dem mit Hitze modifizierten Medium MD (50% r. F.)	61
Abbildung 5-48: DBK für Toluol (90ppm) am Xerogel bei 50% rel. Feuchte	62
Abbildung 5-49: spez. adsorbierte Masse DBK für Toluol (90ppm) am Xerogel bei 50% rel. Feuchte	63
Abbildung 5-50: Vergleich der spez. ads. Masse für IPA (90ppm) und Toluol (90ppm) am Xerogel (Neuzustand) bei 50% rel. Feuchte	64
Abbildung 5-51: Vergleich der DBK für IPA (90ppm) am Xerogel (Neuzustand) bei 50 - 90% rel. Feuchte (links: Messdaten, rechts: geglättet)	64
Abbildung 5-52: Vergleich der spez. ads. Masse für IPA (90ppm) am Xerogel (Neuzustand) bei 50%, 70% und 90 % rel. Feuchte	65
Abbildung 5-53: Vergleich der DKV für 90 ppm Toluol bei 50% und 70% rel. Feuchte	66
Abbildung 5-54: Vergleich der DKV für 90 ppm Toluol bei 50% und 70% rel. Feuchte	66
Abbildung 5-55: Vergleich der DKV für Toluol bei 50% bis 90% rel. Feuchte	67
Abbildung 5-56: Vergleich der DKV für 90 ppm Isopropanol bei 50% bis 70% rel. Feuchte	68

Abbildung 5-57: Vergleich der DKV für 90 ppm Aceton bei 50% und 70% rel. Feuchte	68
Abbildung 5-58: Vergleich der DKV für 90 ppm Aceton bei 50% und 70% rel. Feuchte	69
Abbildung 5-59: Vergleich der spezifisch adsorbierte Massen Aceton, IPA und Toluol	69
Abbildung 5-60: Vergleich der spezifisch adsorbierten Massen für das Xerogel	70
Abbildung 5-61: Darstellung der Feuchte, Temperatur und der VOC-Konzentration (Xerogel-neu-Toluol 90ppm)	71
Abbildung 5-62: Darstellung der Feuchte, Temperatur und der VOC-Konzentration (Xerogel-H ₂ O ₂ -Toluol 90ppm)	72
Abbildung 5-63: Darstellung der Feuchte, Temperatur und der VOC-Konzentration (Xerogel-H ₂ O ₂ -IPA 90ppm)	72
Abbildung 5-64: DBK für Toluol (90ppm) am modifizierten Xerogel (H ₂ O ₂) bei 50% rel. Feuchte	73
Abbildung 5-65: spez. adsorbierte Masse für Toluol (90ppm) am modifizierten Xerogel (H ₂ O ₂) bei 50% rel. Feuchte	73
Abbildung 5-66: Vergleich der DBK für Toluol (90ppm) am Xerogel (Neuzustand und modifiziert mit H ₂ O ₂) bei 50% rel. Feuchte	74
Abbildung 5-67: Vergleich der spez. ads. Masse für Toluol (90ppm) am Xerogel (Neuzustand und modifiziert mit H ₂ O ₂) bei 50% rel. Feuchte	74
Abbildung 5-68: Vergleich der DBK für IPA (90ppm) am modifizierten Xerogel (H ₂ O ₂) bei 50 - 90% rel. Feuchte (links: Messdaten, rechts: geglättet)	75
Abbildung 5-69: Vergleich der DBK für IPA (90ppm) am Xerogel im Neuzustand und am modifizierten Xerogel (H ₂ O ₂) bei 50 - 90% rel. Feuchte (links: Messdaten, rechts: geglättet)	75
Abbildung 5-70: Vergleich der spez. ads. Masse für IPA (90ppm) und Toluol (90ppm) am modifizierten Xerogel (H ₂ O ₂) bei 50% rel. Feuchte	76
Abbildung 5-71: Vergleich der spez. ads. Masse für IPA (90ppm) am modifizierten Xerogel (H ₂ O ₂) bei 50%, 70% und 90 % rel. Feuchte	76
Abbildung 5-72: Vergleich der DBK für Aceton (90ppm) am Xerogel im Neuzustand und zum Vergleich an einer Kugelkohle bei 70% rel. Feuchte	77
Abbildung 5-73: Vergleich der spez. ads. Masse für Aceton (90ppm) / Vergleich: Xerogel und Kugelkohle bei 70% rel. Feuchte	77
Abbildung 5-74: Vergleich der DBK für Isopropanol (90ppm) am Xerogel im Neuzustand und an dem mit HNO ₃ modifizierten Xerogel (geänderte Modifikation) bei 50% rel. Feuchte	78
Abbildung 5-75: Vergleich der spez. ads. Masse für Isopropanol (90ppm) am Xerogel im Neuzustand und an dem mit HNO ₃ modifizierten Xerogel (geänderte Modifikation) bei 50% rel. Feuchte	79
Abbildung 5-76: Vergleich der DBK für Isopropanol (90ppm) am Xerogel im Neuzustand und an dem mit H ₂ O ₂ auf unterschiedliche Weise modifiziertem Xerogel bei 50% rel. Feuchte	80

Abbildung 5-77: Vergleich der spez. ads. Masse für Isopropanol (90ppm) am Xerogel im Neuzustand und an dem mit H ₂ O ₂ auf unterschiedliche Weise modifiziertem Xerogel bei 50% rel. Feuchte	80
Abbildung 5-78: Vergleich der Toluol- und Acetaldehyddurchbrüche bei Einkomponenten- und Gemischadsorption (9 ppm Toluol, 9 ppm Acetaldehyd, MD, 23 °C, 50 % r. F., 0,25 m/s)	82
Abbildung 5-79: Vergleich der Toluol- und Acetaldehyddurchbrüche bei Einkomponenten- und Gemischadsorption (9 ppm Toluol, 0,9 ppm Acetaldehyd, MD, 23 °C, 50 % r. F., 0,25 m/s)	83
Abbildung 5-80: Isothermenwerte von Acetaldehyd – einzeln und im Gemisch mit Toluol – an MD bei 23 °C	84
Abbildung 5-81: Vergleich der Durchbrüche von Toluol und Isovaleraldehyd als Einzelkomponenten (jeweils 9 ppm, Medium D, 23 °C, 50 % r. F., 0,25 m/s)	85
Abbildung 5-82: Vergleich der Durchbrüche von Isovaleraldehyd (jeweils 9 ppm) beim Test als Einzelkomponente oder im Gemisch mit 0,9 ppm Toluol (Medium D, 23 °C, 50 % r. F., 0,25 m/s)	87
Abbildung 5-83: Isothermenwerte von Isovaleraldehyd – einzeln und im Gemisch mit Toluol – an MD bei 23 °C	87
Abbildung 5-84: Isothermenwerte von Toluol – einzeln und im Gemisch mit Isovaleraldehyd – an MD bei 23 °C	88
Abbildung 5-85: Veranschaulichung der Vorhersage von DBK-Abschnitten nach Yoon-Nelson	91
Abbildung 5-86: Modellierte DBK nach Yoon-Nelson: Aceton an Medium MD, 9 ppm, 50 % r. F.	92
Abbildung 5-87: Durchbruchkurvenfeld Aceton an Medium MD mit YN-DBK-Vorhersagen	93
Abbildung 5-88: Durchbruchkurvenfeld Isopropanol an Medium B mit YN-DBK-Vorhersagen	94
Abbildung 5-89: Effizienzverlauf eines RLT-Filters bei der Abscheidung von Toluol in Abhängigkeit von der Dosis (9 ppm _v Toluol, 23 °C, 50 % r. F., 3.400 m ³ /h)	98
Abbildung 5-90: Anfangseffizienzverlauf eines RLT-Filters bei der Abscheidung von Toluol (0,9 ppm _v Toluol, 23 °C, 50 % r. F., 800 m ³ /h)	99
Abbildung 5-91: Verlauf der Reingaskonzentrationen von Toluol und SO ₂ bei der Desorption durch Spülen mit prüfsubstanzfreier Luft (V-Zelle, 23 °C, 50 % r. F., 3.400 m ³ /h)	100
Abbildung 5-92: Effizienzverläufe in Abhängigkeit von der Toluol-Dosis von drei verschiedenen Raumlufffiltertypen	101
Abbildung 5-93: Effizienzverläufe in Abhängigkeit von der SO ₂ -Dosis von drei verschiedenen Raumlufffiltertypen	102
Abbildung 5-94: Effizienzverläufe in Abhängigkeit von der NO ₂ -Dosis von drei verschiedenen Raumlufffiltertypen	104
Abbildung 5-95: Effizienzverläufe in Abhängigkeit von der Ozon-Dosis von fünf verschiedenen Raumlufffiltertypen	106

Abbildung 5-96: Effizienzverläufe aller Prüfsubstanzen nach ISO 10121-3 in Abhängigkeit von der Dosis an einer V-Zelle (VZ-2)	107
Abbildung 5-97: Effizienzverläufe aller Prüfsubstanzen nach ISO 10121-3 in Abhängigkeit von der Dosis an einem Kartuschenfilter (KF-1)	108
Abbildung 5-98: Effizienzverläufe aller Prüfsubstanzen nach ISO 10121-3 in Abhängigkeit von der Dosis an einem Taschenfilter (TF-1)	108
Abbildung 5-99: Vergleich der an Kartuschenfilter KF-1 und zugehöriger Medienprobe gewonnenen Effizienzverläufe bei der Abscheidung von Toluol	113
Abbildung 5-100: Vergleich der an V-Zelle VZ-1 und zugehörigen Medienproben gewonnenen Effizienzverläufe bei der Abscheidung von Toluol	113
Abbildung 5-101: Vergleich der an V-Zellen VZ-1 und zugehöriger Medienprobe gewonnenen Effizienzverläufe bei der Abscheidung von SO ₂	114
Abbildung 5-102: Vergleich der an V-Zelle VZ-1 und zugehöriger Medienprobe gewonnenen Effizienzverläufe bei der Abscheidung von NO ₂ (9 ppm NO ₂ , 23 °C, 50 % r. F., 3.400 m ³ /h bzw. 0,155 m/s)	115
Abbildung 5-103: Vergleich der an Kartuschenfilter KF-1 und zugehöriger Medienprobe gewonnenen Effizienzverläufe bei der Abscheidung von Ozon	117
Abbildung 5-104: Vergleich der an V-Zelle VZ-1 und zugehörigen Medienproben gewonnenen Effizienzverläufe bei der Abscheidung von Ozon	117
Abbildung 5-105: Vergleich der DBK für 40 ppm Toluol bei 23°C und 50% rel. F.	119
Abbildung 5-106: DBK (Medium MT) für 9 ppm Toluol, IPA und Aceton bei 23°C und 50% rel. F.	120
Abbildung 5-107: Vergleich der Abscheideeffizienz für 9 ppm Toluol bei 23°C und 50% rel. F.	121
Abbildung 5-108: Vergleich der Abscheideeffizienz für 9 ppm Toluol bei 23°C und 50% rel. F.	122
Abbildung 5-109: Vergleich der Abscheideeffizienz für 9 ppm Toluol bei 23°C und 50 % rel. F. bez. Normfläche	122
Abbildung 5-110: Vergleich der Abscheideeffizienz für 9 ppm IPA bzw. Aceton (23°C, 50% rel. F.)	123
Abbildung 5-111: Vergleich der Abscheideeffizienz für 9 ppm IPA bzw. Aceton (23°C; 50% rel. F.)	123
Abbildung 5-112: Vergleich der Abscheideeffizienz für 9 ppm IPA bzw. Aceton (23°C; 50 % rel. F.) bez. Normfläche	124
Abbildung 5-113: Durchbruchkurven für 9ppm Toluol bei 23°C und 50% rel. F.	125
Abbildung 5-114: DBK für 9 ppm Toluol, Isopropanol bzw. Aceton bei 23°C und 50% rel. F.	125
Abbildung 5-115: Durchbruchkurve für 9ppm Toluol bei 23°C und 50% rel. F.	126
Abbildung 5-116: DBK – Desorptionskurve ohne Toluoldosierung bei 23°C und 50% rel. F.	127
Abbildung 5-117: Abscheideeffizienz für 9 ppm Toluol bei 23°C und 50% rel. F.	127
Abbildung 5-118: Abscheideeffizienz für 9 ppm Toluol bei 23°C und 50% rel. F.	128
Abbildung 5-119: Abscheideeffizienz für 9 ppm Toluol bei 23°C und 50 % rel. F. bez. Normfläche	128

Abbildung 5-120: Desorptionsversuch- Rückhaltevermögen von Toluol bei 23°C und 50% rel. F.	129
Abbildung 5-121: DBK von Isopropanol bei rel. Feuchten von 50 %, 70 % und 90 %.	130
Abbildung 5-122: Desorptionsversuche von Isopropanol bei 50 % rel. Feuchte	130
Abbildung 5-123: DBK von Aceton bei rel. Feuchten von 50 % und 70 %	131
Abbildung 5-124: Abscheideeffizienz Aceton bei rel. Feuchten von 50 % und 70 %	131
Abbildung 5-125: Abscheideeffizienz von Isopropanol bei rel. Feuchten von 50 %, 70 %, 90 %.	132
Abbildung 5-126: Abscheideeffizienz von Toluol, IPA, Aceton bei einer rel. Feuchten von 50 %	132
Abbildung 5-127: DBK von Isopropanol (9ppm) bei rel. Feuchten von 50 % und zwei unterschiedlichen Anströmgeschwindigkeiten	133
Abbildung 5-128: Micromeritics 3Flex - Sorptionsgerät für a) Gas-Adsorptionsmessungen und b) mit Modifikation für Dampf-Adsorptionsmessungen	137
Abbildung 5-129: Specs XPS-Gerät mit hemisphärischem Analysator und XPS Survey Scan eines Kohlenstoff-Adsorbents	138
Abbildung 5-130: XPS Narrow Scans der C1s und O1s – Regionen des oben gezeigten XP-Spektrums	139
Abbildung 5-131: TG/DSC-Gerät mit angekoppeltem Massenspektrometer	140
Abbildung 5-132: Stickstoff-Sorptionsisothermen von a) Filtermedium MD, b) Filtermedium MB, c) Filtermedium MT und d) Kugelnkohle (KK). Die geschlossenen Symbole zeigen den Adsorptionsast, die offenen Symbole den Desorptionsast der Isothermen	141
Abbildung 5-133 : Einfluss der Syntheseparameter auf das spezifische Porenvolumen, die spezifische Oberfläche und die mittlere Porenweite von Kohlenstoff-Xerogelen (RB = Verhältnis von Resorcinol zu Base, M% = Gewichtsprozent der Edukte in der Reaktionsmischung)	142
Abbildung 5-134: TEM-Aufnahmen von Kohlenstoff-Xerogelen	143
Abbildung 5-135: a), c), e) Stickstoffsorptionsisothermen und b), d), f) die entsprechenden BJH Porengrößenverteilungen von Kohlenstoff-Xerogelen. a) und b) zeigen Daten für einfachen RB-Wert, c) und d) für doppelten RB-Wert und e) und f) für dreifachen RB-Wert.	144
Abbildung 5-136: Reproduzierbarkeit von Wasser-Sorptionsisothermen (25°C) des Filtermediums MT. a) gemessen an 2 mm Körnern mit Einwaagen von 0,1676 g (Quadrate) 0,1082 g (Kreise) und 0,0931 g (Rauten). b) 10 g des Mediums vermahlen und homogenisiert mit Einwaagen von 0,1321 g (Quadrate) und 0,1177 g (Kreise). Die Proben wurden vor den Messungen für je 2 Stunden bei 80°C aktiviert	145
Abbildung 5-137: Wasser-Sorptionsisothermen (25°C) von gemahlenem und homogenisiertem Filtermedium MT. a) aktiviert für 8 Stunden bei 80°C, b) Vergleich Aktivierung bei 80°C für 2 und 8 Stunden	146

Abbildung 5-138: Wasser-Sorptionsisothermen des Filtermediums MD vor und nach Behandlung mit HNO_3 bzw. H_2O_2	148
Abbildung 5-139: Wasser-Sorptionsisothermen der Filtermedien a) MD und b) Kugelmohle vor und nach thermischer Behandlung bei 800°C	149
Abbildung 5-140: N_2 -Sorptionsisothermen des Xerogels vor und nach der Behandlung mit H_2O_2 und HNO_3	150
Abbildung 5-141: Wasser-Sorptionsisothermen von CX vor und nach Behandlung mit H_2O_2	151
Abbildung 5-142: TG/DSC-MS Untersuchung von adsorbierten Spezies auf dem Kohlenstoff-Xerogel	152

13 Tabellenverzeichnis

Tabelle 5-1: Ziele und Ergebnisse des Forschungsvorhabens	14
Tabelle 5-2: Eigenschaften der untersuchten Adsorptive	24
Tabelle 5-3: Stoffeigenschaften der Adsorptive und von Medium D	47
Tabelle 5-4: Gütemaße R^2 der YN-Vorhersage für Aceton an Medium MD	93
Tabelle 5-5: Gütemaße R^2 der YN-Vorhersage für Isopropanol an Medium MB	94
Tabelle 5-6: Eigenschaften der kommerziellen Filtermedien	141
Tabelle 5-7 : Atomare C/O – Verhältnisse vor und nach Modifikationen aus XPS-Analysen	147
Tabelle 5-8 : Atomare C/O – Verhältnisse vor und nach Modifikationen aus XPS-Analysen	148
Tabelle 5-9: Texturparameter des Xerogels vor und nach Modifikation	150
Tabelle 5-10: Atomare C/O – Verhältnisse vor und nach Modifikationen aus XPS-Analysen	151

14 Literaturverzeichnis und Quellenverzeichnis

- AGÖF, A. Ö. (2013). *Orientierungswerte für flüchtige organische Verbindungen (VOC) in der Raumluft*.
- D.A. Missia, E. D. (2010). Indoor exposure from building materials. A field study. *Atmospheric Environment* 44 (35), 4388-4395.
- D.M. Main, T. H. (1983). Health Effects of low-level exposure to formaldehyde. *Journal of Occupational Medicine* 25 (12), 896-900.
- Durkee, J. (2006). *Management of industrial cleaning technology and processes*. Amsterdam: 1st ed., Elsevier.
- H. Hofmann, P. P. (2008). Aktualisierte Fassung "AGÖF-Orientierungswerte für flüchtige organische Verbindungen in der Raumluft" (2013) ausgehend aus: "Abschlussbericht: "Bereitstellung einer Datenbank zum Vorkommen von flüchtigen organischen Verbindungen". *WaBoLu-Hefte*.
- Lax, D. (1970). *Taschenbuch für Chemiker und Physiker Band III, Eigenschaften von Atomen und Molekülen*. Berlin, Heidelberg, New York: Springer-Verlag.
- M.S. Kamal, S. R. (2016). Catalytic Oxidation of Volatile Organic Compounds (VOCs) - A review. *Atmospheric Environment* 140, 117-134.
- R. Montero-Montoya, R. L.-V.-A. (2018). Volatile Organic Compounds in Air: Sources, Distribution, Exposure and Associated Illnesses in Children. *Annals of Global Health* 84 (2), 225-238.
- Weschler, C. (2009). Changes in indoor pollutants since the 1950s. *Atmos. Environ.* 43, 153-169.