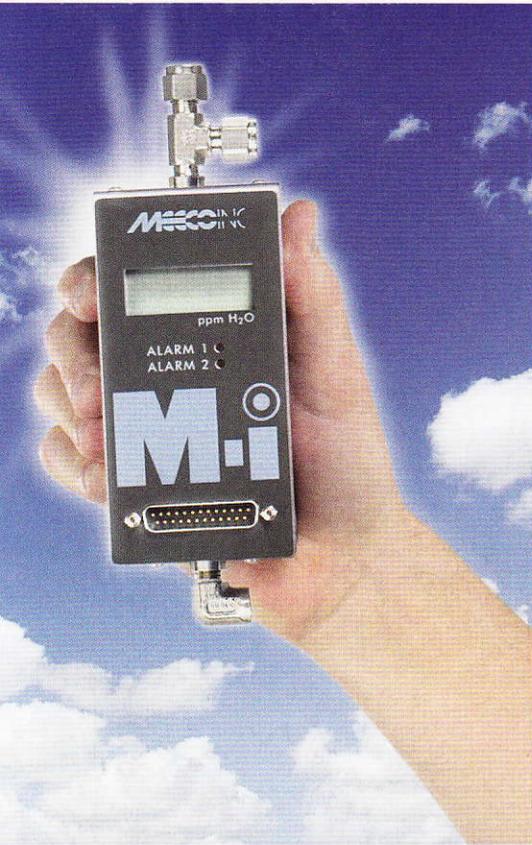


Gase müssen trocken sein

Spurenfeuchte von Gasen zuverlässig messen



Jeremiah R. Riddle

Die Restfeuchte trockener Gase für technologische Prozesse und medizinische Anwendungen hat eng tolerierte Werte einzuhalten, um optimale Fertigungsergebnisse und therapeutische Wirkungen sicherzustellen. Zur Messung der Spurenfeuchte im ppb- und ppm-Bereich dienen elektrolytische Feuchtesensoren auf Basis des stark hygroskopischen Phosphorpentoxids nach einem absoluten Messprinzip mit linearer Wandlungskennlinie.

Autor: Jeremiah R. Riddle, President
MEBCO Inc., Warrington, PA, USA;
Berni Messtechnik GmbH, Düsseldorf

Eigentlich ist Wasser überall: Der größte Teil der Erdoberfläche ist damit bedeckt und ohne es gibt es kein Leben. Dennoch kann Wasser oder Wasserdampf, auch in geringsten Konzentrationen, in manchen Bereichen sehr störend wirken. Ein Beispiel dafür sind technische Gase, die für anspruchsvolle Zwecke eingesetzt werden.

In der Medizin dienen Gase als Arzneimittel, als Medizinprodukt und als Hilfsstoff in der pharmazeutischen Industrie. Ihre zulässige Restfeuchte ist für die meisten industrialisierten Länder in verbindlichen Regelwerken festgeschrieben, wie in der US-amerikanischen Pharmakopöe (USP) oder dem europäischen Arzneibuch (EuAB). Während in den USA bis zu 200 ppm (parts per million) Feuchte zugelassen sind, gelten in Europa wesentlich höhere Anforderungen an Luft, Sauerstoff, Stickstoff und Kohlendioxid für medizinische Zwecke: Hier darf die Restfeuchte nicht mehr als 60 ppm betragen.

Als wichtige Anwendung reiner Gase in der Industrie gilt das Schutzgasschweißen, bei dem der Schweißpunkt gegen atmosphärische Einflüsse abgeschirmt werden muss. Als Schutzgas dienen die inerten Edelgase Argon und Helium, aber auch das semi-inerte Kohlendioxid. Dazu kommen noch Mischungen der beiden Gase, eventuell mit einem geringen Zusatz von Sauerstoff. Dieser Schweißprozess benötigt trockene Gase, die durch ihre Abschirmwirkung Verunreinigungen des Materials vermeiden und für stabile und belastbare Schweißnähte sorgen. Feuchtigkeit hingegen kann die Naht und deren Gefügestruktur nachhaltig schwächen.

In der Halbleiterfertigung und der Herstellung fotovoltaischer Solarpanels ist die Reinheit der eingesetzten Prozess- und Spülgase mit entscheidend für die Prozessausbeute und Langzeitstabilität der Endprodukte. Als hauptsächliche Verunreinigung der Hausgase (Stickstoff, Argon, Sauerstoff und Wasserstoff) gilt der Wasserdampf, der langfristig korrodierende Wirkung zeigen kann. Auch hier gelten, je nach Einsatzbereich, bestimmte Mindestanforderungen an die Gasfeuchte, die bis in den ppb-(parts per billion)-Bereich der Spurenfeuchte reichen können.

Diese stringenten Bedingungen stellen eine starke Herausforderung an Herstellung, Verteilung und Lagerung reiner technischer Gase dar, die nur mit geeigneter Prozessführung und präziser Messtechnik hohen Qualitätsansprüchen genügen kann.

Ein typischer Ablauf der Gasgewinnung aus atmosphärischer Luft besteht aus Vorreinigung, Verflüssigung und Trennung durch thermische Verfahren im Cryo-Block, Messung der Feuchte an drei Messstellen und nachfolgender Speicherung oder direkter Verteilung über eine Pipeline. Wenn die Feuchtemesser über programmierbare Schaltausgänge verfügen, lassen sie sich auch vorteilhaft für eine Vorsteuerung zur Führung des Cryo-Prozesses oder über eine Rückführung der Ausgangsgrößen zur Regelung des Fertigungsvorgangs ausnutzen.

Feuchtemessung in Gasen

Neben dem Druck und der Temperatur eines Gases ist seine Feuchte eine wichtige Prozessgröße, die mit verschiedenen physikalischen Effekten bestimmt werden kann: Absolute Messung des Taupunkts mit Taupunktspiegeln als Referenz für Spurenfeuchte bis Hochfeuchte, Aluminiumoxid-Sensoren für die absolute geringe bis mittlere Feuchte zur Prozessüberwachung, Polymersensoren für die meteorologische Feuchtemessung als relative Größe und schließlich elektrolytische Sensoren, deren Stärke vor allem in der Erfassung der Spurenfeuchte liegt, die für technische Gase maßgeblich ist.

Bei der elektrolytischen Spurenfeuchtemessung werden sämtliche im Messgasstrom enthaltene Wassermoleküle mittels Elektrolyse in Wasserstoff und Sauerstoff aufgespalten. Eine Messzelle besteht aus einem Glasröhrchen, auf dessen Innenwand sich Elektrodenpaare befinden, die von einem Film aus Phosphorpentoxid P_2O_5 bedeckt sind. In der Praxis werden diese Elektrodenpaare durch zwei ineinanderliegende, spiralförmig gewundene und voneinander isolierte Drähte gebildet.

Phosphorpentoxid ist stark hygroskopisch und absorbiert die Gasfeuchte vollständig. Eine an die Elektroden gelegte Spannung elektrolysiert dann die aufgenommenen Wassermoleküle. Im eingeschwungenen Zustand werden genauso viele Wassermoleküle elektrolysiert, wie der P_2O_5 -Film aufnimmt. Dazu sind jeweils zwei Elektronen nötig, sodass sich der fließende Elektrolysestrom linear proportional zum Wassergehalt des Gases und dessen Massendurchfluss verhält. Bei vollständiger Absorption und Elektrolyse sowie einem geregelten Massendurchfluss von beispielsweise 100 ml/min entspricht 1 ppm Feuchte einem Strom von 13,14 μA .

Das absolute und lineare Messprinzip ermöglicht einen problemlosen Betrieb ohne Kalibrier gas oder Gasgeneratoren. Allerdings ist die Lebensdauer des Sensors je nach Anwendung auf zwei bis drei Jahre begrenzt. Seine Funktionsweise kann dafür mit dem Delta-Flow-Verfahren leicht überprüft werden: Bei halbem Durchfluss sollte auch der halbe Elektrolysestrom fließen. Durch angepasste Gestaltung der Sensorzelle lässt sie sich leicht ausbauen und im Rahmen eines Austauschprogramms durch eine überarbeitete Zelle ersetzen.

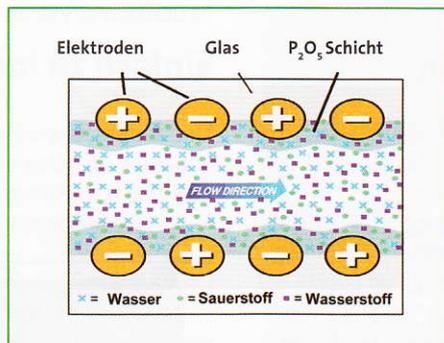
Einsatzbereiche

Die Sensorzellen sind für die Spurenfeuchtemessung einer ganzen Reihe wichtiger Industrie- und Medizingase geeignet: für Edalgase, wie Argon und Helium, inerte Gase wie Stickstoff, Chlor, diverse Kühlmittel (R12, R22) sowie Erdgas. Problematisch sind dagegen Alkohole, Amine sowie Flüssigkeiten und staubige Gase mit leitfähigen Partikeln.

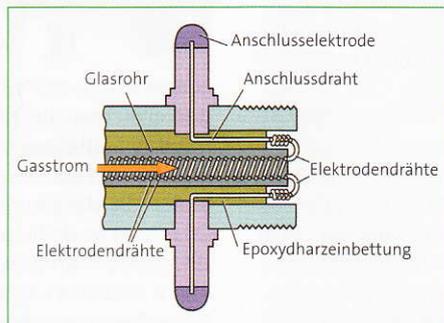
Damit die Zelle auch bei längerer Messung extrem trockener Gase ihre Funktionsfähigkeit und Genauigkeit behält, sollte sie alle vier bis sechs Wochen befeuchtet werden. Eine dafür geeignete Anordnung führt im normalen Messbetrieb über einen 4-Wege-Hahn das Messgas zu. Zur Befeuchtung wird ein trockenes Spülgas mit der gezeigten Anordnung befeuchtet und über den 4-Wege-Hahn zum Feuchteanaly sator geleitet. Diese „Auffrischung“ ist in Spitzenmodelle von Präzisions-Feuchteanaly satoren bereits eingebaut. In regelmäßigen Abständen injiziert sie automatisch einen kleinen Feuchtepuls in die Zelle. Diese Feuchtezugabe hat auf die eigentliche Messung keinen Einfluss, hält die Zelle aber ansprechbereit und verkürzt die Ansprechzeit.

Empfindlichkeitssteigerung

Um die Empfindlichkeit eines Spurenfeuchtesensors bis in den unteren ppb-Bereich z. B. zu einer Detektionsgrenze von 1 ppb zu erweitern, sind ansonsten unkritische, weil kleine Fehlerströme zu eliminieren. Dazu erfolgt nach einer Feuchteinjektion die Umschaltung zwischen zwei Massendurchflussraten von beispielsweise 100 und 50 ml/min. Aus den unterschiedlichen Trocknungsraten lässt sich die Feuchte des Messgases auch bei sehr niedrigen Konzentrationen bestimmen. Für ein vollkommen trockenes Gas gilt $A_{100} = A_{50}$.



Messprinzip der elektrolytischen Feuchtemessung mit hygroroskopischem Phosphor pentoxid



Die robuste Feuchtesensorzelle ist für einen einfachen Austausch vorbereitet

Im Beispiel werden auf diese Weise ca. 7 ppb Hintergrundeffekte eliminiert.

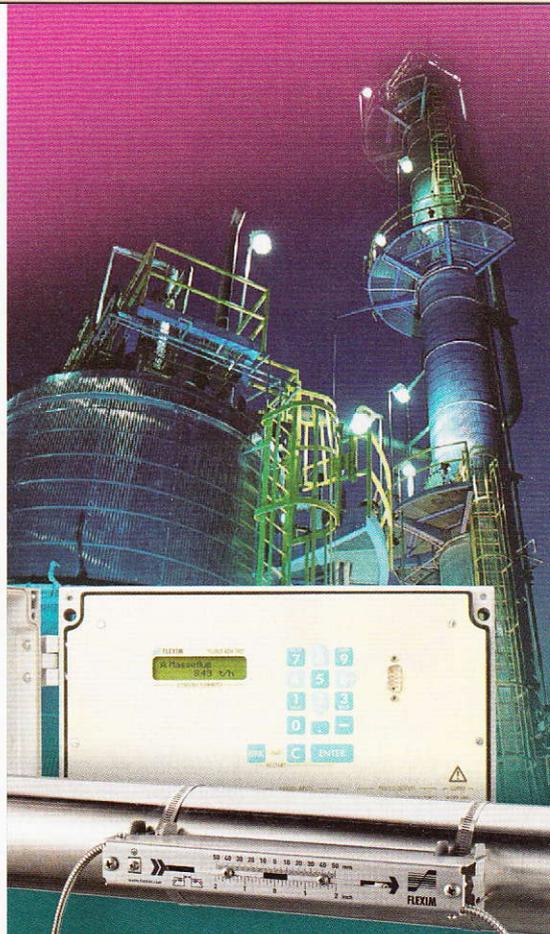
Bauformen

Zur Abdeckung der unterschiedlichsten Einsatzfälle reicht das Gerätespektrum vom Feuchtetransmitter für den Feldeinsatz über 19-Zoll-Einbaugeräte mit jeweils zwei Feuchte-Analysatoren bis zum kostengünstigen Feuchtemonitor für den portablen Einsatz. Alle Geräte sind einfach über benutzerfreundliche Folientastatur zu bedienen, verfügen über ein eigenes Display und sind mit vielfältigen Schnittstellen für die Protokollierung, Datenübertragung und Einbindung in Prozessleitsysteme ausgestattet. Während die empfindlichen Messbereiche des Transmitters und des Aquavolt \pm Analysators durch eine Messzelle mit patentiertem Gegenstromverfahren erreicht werden, steigern automatische Zellenbefeuchtung und die Flow-Modulationstechnik beim Tracer 2-Analysator die Empfindlichkeit noch weiter. Neu im Programm ist das im letzten Jahr vorgestellte, weltweit kleinste Handgerät, das auf der bewährten P_2O_5 -Technik beruht und durch seinen attraktiven Preis neue Anwendungsbereiche erobern dürfte.

Mit diesem Gerätespektrum sind Spurenfeuchtemessungen in der Halbleiterindustrie, der Medizintechnik, der chemischen Industrie und Fertigungstechnik zuverlässig und präzise durchführbar.

BERNT/MEECO 25799700
www.vfv1.de/25799700

Weitere Informationen 25724780 www.vfv1.de/25724780



Eingriffsfreie Durchflussmessung und Prozessanalyse mit Ultraschall

PIOX® S
 Simultane Messung von Konzentration, Volumen- und Massefluss

- Kein Verschleiß
- Kein Leckagerisiko
- Installation im Betrieb
- Ideal für aggressive, korrosive und Reinstmedien

www.flexim.com

