

Spurenfeuchte von Gasen zuverlässig messen

Die Restfeuchte trockener Gase für technologische Prozesse und medizinische Anwendungen hat eng tolerierte Werte einzuhalten, um optimale Fertigungsergebnisse und therapeutische Wirkungen sicher zu stellen. Zur Messung der Spurenfeuchte im ppb- und ppm-Bereich dienen elektrolytische Feuchtesensoren auf Basis des stark hygroskopischen Phosphorpentoxyds nach einem absoluten Messprinzip mit linearer Wandlungskennlinie. Moderne Konzepte mit Gegenstromverfahren, patentierter Zellenbefeuchtung und Flow-Modulationstechnik zeichnen sich durch höhere Verfügbarkeit, gesteigerte Ansprechbereitschaft und kurze Ansprechzeit aus. Damit arbeiten sie in einem sehr breiten Anwendungsspektrum, von der Halbleiterherstellung über Gasabfüllstationen bis in den medizintechnischen Bereich, wartungsarm und zuverlässig.



► Jeremiah R. Riddle,
Chairman Meeco Inc.

Gase müssen trocken sein

Eigentlich ist Wasser überall. Der größte Teil der Erdoberfläche ist damit bedeckt und ohne Wasser gibt es kein Leben. Dennoch kann Wasser oder Wasserdampf, auch in geringsten Mengen und 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 wie in der US-amerikanischen Pharmakopöe (USP) oder dem europäischen Arzneibuch (EuAB) festgeschrieben. Während in den USA bis zu 200 ppm 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 kom-

men noch Mischungen der beiden Gase, eventuell mit einem geringen Zusatz von Sauerstoff. Der 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 photovoltaischer Solarpaneele ist die Reinheit der eingesetzten Prozess- und Spülgase mitentscheidend für die Prozessausbeute und Langzeitstabilität der Endprodukte. Als häufigste Verunreinigung der Hausgase (Stickstoff, Argon, Sauerstoff und Wasserstoff) gilt Wasserdampf, der langfristig korrodierende Wirkung zeigen kann. Auch hier gelten, je nach Einsatzbereich, bestimmte Mindestanforderungen an die Gasfeuchte, die bis in den ppb-Bereich der Spurenfeuchte reichen können.

Diese stringenten Bedingungen stellen eine starke Herausforderung an Herstellung, Verteilung und Lagerung reiner technischer Gase dar. Nur mit geeigneter Prozessführung und präziser Messtechnik kann man den hohen Qualitätsansprüchen genügen. Bild 1 zeigt den typischen Ablauf der Gasgewinnung aus atmosphärischer Luft durch Vorreinigung, Verflüssigung und Trennung durch thermische Verfahren im CRYO-Block, Mes-

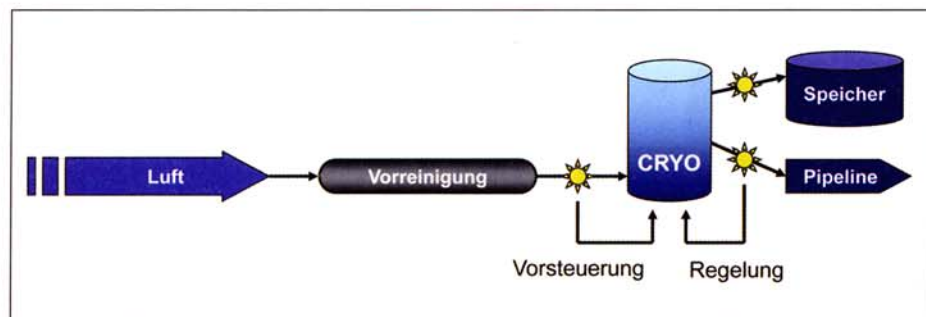


Abb. 1: Prinzip der Herstellung reiner Gase. Mit Grenzwertgebern der Feuchtesensoren lässt sich der Prozess zusätzlich steuern und regeln

sung der Feuchte an drei Messstellen und nachfolgender Speicherung oder direkter Verteilung über eine Pipeline.

Wenn die Feuchtemesser über programmierbare Schaltausgänge verfügen, dann lassen sie sich auch vorteilhaft für eine Vorsteuerung zur Führung des CRYO-Prozesses oder über eine Rückführung der Ausgangsgrößen sogar 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, Aluminiumoxyd-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 für technische Gase maßgeblich ist.

Elektrolytische Feuchtemessung

Bei der elektrolytischen Spurenfeuchtemessung werden sämtliche im Messgasstrom enthaltene Wassermoleküle mittels Elektrolyse in Wasserstoff und Sauerstoff aufgespalten. Eine Messzelle besteht aus einem Glasröhrchen (Bild 2), 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 (Bild 3). Phosphorpentoxid ist stark hygroskopisch und absorbiert die Gasfeuchte vollständig. Eine an die Elektroden gelegte Spannung elektrolysiert dann die aufgenommenen Wasser-

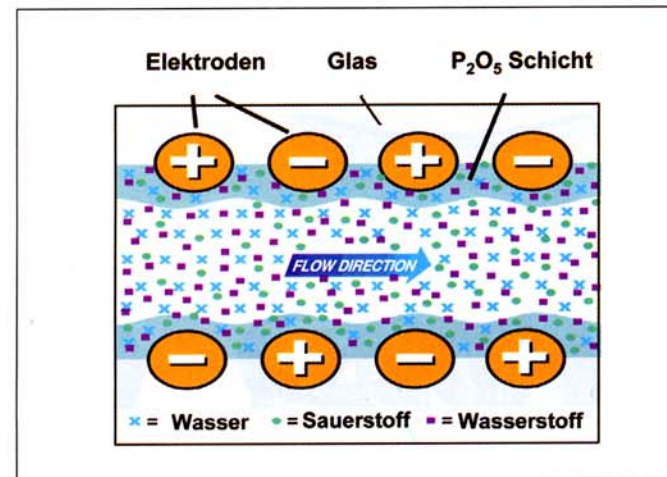


Abb. 2: Messprinzip der elektrolytischen Feuchtemessung mit hygroskopischem Phosphorpentoxid

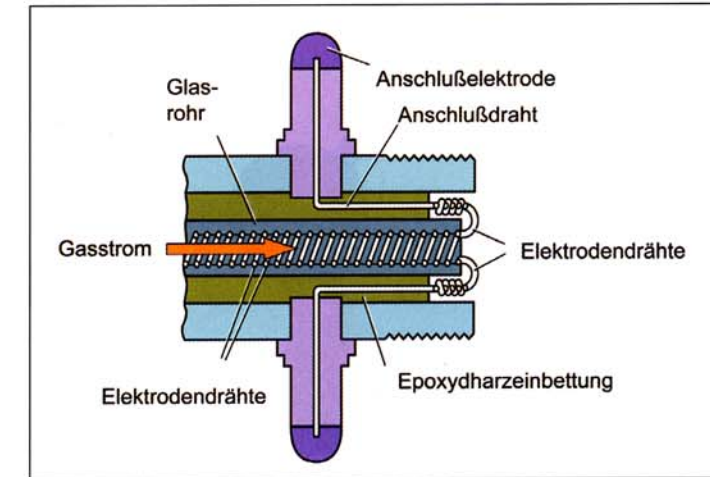


Abb. 3: Robuste Feuchtesensorzelle ist für einfachen Austausch vorbereitet

moleküle. Im eingeschwungenen Zustand werden genauso viele Wassermoleküle elektrolysiert, wie der P_2O_5 -Film aufnimmt. Dazu sind jeweils zwei Elektronen nötig, so dass 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 Kalibriergase 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 Edelgase wie Argon und Helium, inerte Gase wie Stickstoff, Chlor, diverse Kühlmittel (R12, R22) und Erdgas. Problematisch sind dagegen Alkohole, Amine sowie Flüssigkeiten und staubige Gase mit leitfähigen Partikeln.

Damit die Zelle auch bei längerer Messung extrem trockener Gase

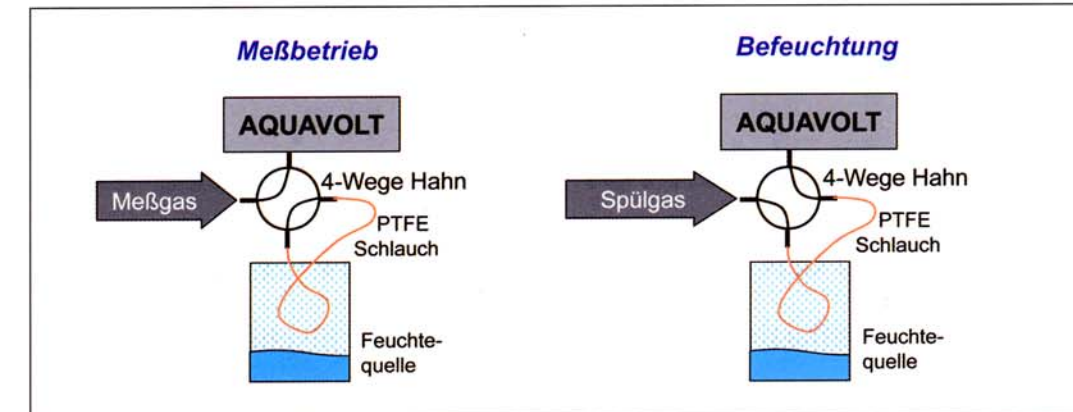


Abb. 4: Regelmäßige Befeuchtung der Sensoren hält sie ansprecherbereit

ihre Funktionsfähigkeit und Genauigkeit behält, sollte sie alle vier bis sechs Wochen befeuchtet werden. Bild 4 zeigt eine dafür geeignete Anordnung, die im normalen Messbetrieb über einen 4-Wege Hahn das Messgas zuführt. Zur Befeuchtung wird ein trockenes Spülgas mit der gezeigten Anordnung befeuchtet und über den 4-Wege Hahn zum Feuchteanalysator geleitet. Diese „Auffrischung“ ist in Spitzenmodellen von Präzisions-Feuchteanalysatoren 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 ansprecherbereit 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 $A100 = A50$.

Bauformen

Zur Abdeckung der unterschiedlichsten Einsatzfälle reicht das Gerätespektrum vom Feuchte-Transmitter 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

+ - 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 vorstellte, weltweit kleinste Handgerät, das auf der bewährten P_2O_5 -Technik von Meeco 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.

KONTAKT

Bernt Messtechnik GmbH
Düsseldorf
Tel.: 0211/631065
info@berntgmbh.de
www.berntgmbh.de