

Moderne Methoden der Stofftrennung 1

Fachtagung des Schweizerischen Chemiker-Verbandes am 2. Schweizerischen Treffen für Chemie, 12. und 13. September 1968, in Basel

Über spezielle Probleme der meßtechnischen Kennzeichnung von Schwebestoffen*

Von B. BÖHLEN

Technisch-Chemisches Laboratorium ETH, Zürich

Summary

Particle size distribution and concentration are important characteristics of aerosols with respect to their physical, chemical and hygienic properties. In a first part methods are discussed which are adapted for sampling, concentration measurement by weighing or microscopic counting, and particle size determination by microscopic sizing. In a second part light scattering methods for the simultaneous measurement of concentration and particle size are described. The influence of particle scattering properties, non-isokinetic sampling and coincidence loss on the accuracy of measured values is discussed. Finally a device, used for the external dilution of highly concentrated aerosols is described.

1. Einleitung

Mit den nachfolgenden Ausführungen soll versucht werden, spezielle Probleme aufzuzeigen, wie sie bei der meßtechnischen Kennzeichnung von Schwebestoffen in Erscheinung treten. In einem ersten Teil wird das Gebiet näher charakterisiert. Weiter wird in einer allgemein gehaltenen Übersicht auf die wichtigsten Methoden und ihre apparativen Hilfsmittel eingegangen, um schließlich anhand der detaillierten Beschreibung einer speziellen, nach dem Streulichtprinzip arbeitenden Methode einige wesentliche meßtechnische Probleme aufzuzeigen.

Als Schwebestoffe oder Aerosole werden feste oder auch flüssige Stoffe in feinsten Verteilung bezeichnet, die sich in einem gasförmigen Dispersionsmittel im Schwebestoffzustand befinden. Hinsichtlich der Teilchengröße sind Schwebestoffe in den kolloiddispersen Zustand einzuordnen. Eine scharfe Abgrenzung des Größenbereiches ist allerdings oft wenig sinnvoll. In den folgenden Ausführungen sollen auch Teilchengrößen bis zu einigen Mikrometern in den Begriff «Schwebestoffe» einbezogen werden.

Schwebestoffen kommt in zahlreichen Arbeitsbereichen der Technik, der Medizin und Gewerbehygiene,

dann aber auch in der Meteorologie, eine wichtige, wenn auch oft negativ zu bewertende Bedeutung zu. Die physikalischen, chemischen und mechanischen Eigenschaften von Schwebestoffen werden maßgeblich durch die Stoffart, dann aber auch durch die Konzentration, die Teilchengröße bzw. die Teilchengrößenverteilung bestimmt. In den weiteren Betrachtungen soll nun speziell den beiden letzteren Kennwerten Beachtung geschenkt werden. Entsprechend den Erscheinungsformen der Schwebestoffe kommt diesen Kennwerten eine spezifische Bedeutung zu:

Anwendungsgebiet	Spezifische Bedeutung Konzentration	Teilchengröße
Entstaubungstechnik	Staubemission Entstauberwirksamkeit Materialverluste	Abscheidbarkeit Trägheit
Arbeitsplatzhygiene	Schädlichkeit	Lungengängigkeit
Meteorologie	Immission Kondensationsausmaß	Kernwirkung
Reine Räume	Störungsanfälligkeit Verschmutzung	Ausmaß der Störwirkung

Abb. 1. Bedeutung von Schwebestoffkonzentration und Teilchengröße in einzelnen Arbeitsgebieten

- In der Entstaubungstechnik erfolgt die Bewertung der Staubemission und der Wirksamkeit von Entstaubungsmethoden aufgrund der Schwebestoffkonzentration. Die Abscheidbarkeit von Schwebestoffen mit Hilfe von Entstaubern ist im wesentlichen von der Teilchengröße abhängig.
- In der Medizin und Arbeitsplatzhygiene wird die Schädlichkeit eines Schwebestoffes nicht nur aufgrund der Stoffart, sondern auch aufgrund der Schwebestoffkonzentration und der Teilchengröße bewertet. Letztere entscheidet bekanntlich über die sogenannte

* Vorgelesen am 2. Schweizerischen Treffen für Chemie, anlässlich der 4. ILMAC, September 1968, in Basel.

«Lungengängigkeit» von Schwebestoffen, wobei Teilchengrößen von unter $5 \mu\text{m}$ bezogen in die Atemwege gelangen.

- Schwebestoffe in der Atmosphäre können einerseits für schädliche oder belästigende Immissionen verantwortlich sein. Andererseits stellen Schwebestoffteilchen Kerne für Kondensationsvorgänge dar und sind an der Dunst-, Nebel- und Wolkenbildung maßgeblich beteiligt. In beiden Fällen sind die zu erwartenden Erscheinungen sowohl von der Konzentration wie auch von der Teilchengröße abhängig.
- Schließlich muß in verschiedenen Zweigen der Feinmechanik, Elektronik und Chemie das Auftreten von Schwebestoffen in Fabrikations- und Fertigungsräumen in Betracht gezogen werden. In den sogenannten «reinen Räumen» stellen die Schwebestoffkonzentration und die Teilchengröße wichtige Kriterien für die Gewährleistung minimaler Störanfälligkeit höchst empfindlicher Instrumente und Instrumententeile oder für die Reinheit und Qualität von empfindlichen pharmazeutischen, makromolekularen oder photographischen Erzeugnissen dar.

Diese Tatsachen zeigen, daß zur Beurteilung des Zustandes, der Eigenschaften und Auswirkungen von Schwebestoffen eine Kennzeichnung mittels geeigneter Meßmethoden von großer Bedeutung ist.

2. Charakteristische Kenngrößen

Wie eben erwähnt, stellen die Schwebestoffkonzentration und die Teilchengröße wichtige Kennwerte dar:

Konzentrationsmasse

- Massenkonzentration mg m^{-3}
- Anzahlkonzentration Teilchen m^{-3}

Kennzeichnung der Teilchengröße

- a) Hauptabmessungen eines Teilchens
- b) geometrischer Äquivalentdurchmesser
- c) Sinkgeschwindigkeits-Äquivalentdurchmesser
- d) elektrischer Widerstands-Äquivalentdurchmesser
- e) optischer Äquivalentdurchmesser

Kennzeichnung der Teilchengrößenverteilung

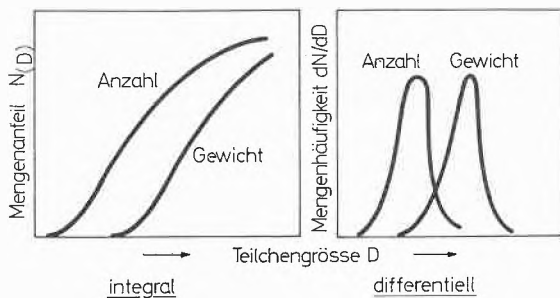


Abb. 2. Charakteristische Kenngrößen disperser Feststoffe

Als Konzentrationsmaß dient üblicherweise die auf die Volumeneinheit bezogene Masse Schwebestoff in mg/m^3

oder aber die Teilchenanzahl pro Volumeneinheit (T/m^3). Die Teilchengröße kann nur für geometrisch definierte Formen exakt charakterisiert werden. Im allgemeinen werden aber unregelmäßig geformte Teilchen auftreten. Brauchbare Maßzahlen bei mikroskopischer Kennzeichnung sind in diesen Fällen statistische Hauptabmessungen, z.B. die Projektionsflächenhalbierende, die Projektionslänge in einer vorgegebenen Richtung oder der Durchmesser des der Teilchenprojektion umschriebenen Kreises.

Wichtige Maßzahlen stellen sodann die sogenannten Äquivalentdurchmesser dar. Äquivalentdurchmesser bedeutet, daß einem beliebigen Teilchen derjenige Durchmesser eines kugelförmigen Teilchens gleicher Stoffart zugeordnet wird, das denselben Meßeffect erzeugen würde wie z.B. gleiche Projektionsfläche, Sinkgeschwindigkeit, elektrische Widerstandsänderung oder Streulichtintensität. Da Schwebestoffe praktisch immer polydispers, d.h. mit mehr oder weniger breitem Teilchengrößenspektrum, auftreten, ist es sinnvoll, die Kennzeichnung durch Häufigkeitsverteilungen vorzunehmen. Es kann dabei eine integrale bzw. Summenverteilung oder eine differentielle bzw. Dichteverteilung gewählt werden.

Als Mengenart kann die Masse oder die Teilchenanzahl verwendet werden. Es genüge der Hinweis, daß Massen- und Anzahlverteilung unterschiedliche Werte aufweisen.

Die Breite der Teilchengrößenspektren ist je nach Schwebestoffart recht verschieden:

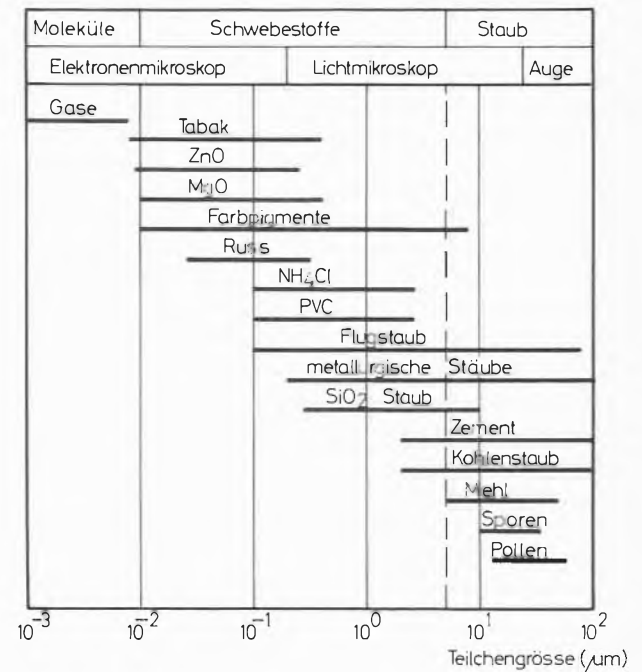


Abb. 3. Teilchengrößenbereich einiger Schwebestoffe

Als Anforderung an eine universell anwendbare Meßmethode müßte definitionsgemäß die Bedingung einer Teilchengrößenerfassung im Bereich von 10 bis $10^{-2} \mu\text{m}$

gestellt werden. Diese Anforderung ist in methodischer Hinsicht aber außerordentlich schwierig zu erfüllen.

Noch viel extremer treten die Anforderungen an eine Universalmethode bei Konzentrationsmessungen in Erscheinung:

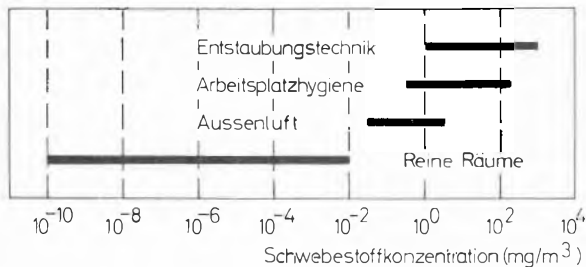


Abb. 4. Bereich von Schwebestoffkonzentrationen für einzelne Anwendungsgebiete

- In der Entstaubungstechnik liegen die interessierenden Konzentrationsbereiche im allgemeinen über 1 mg Schwebestoff/m³ Gas.
- In der Arbeitsplatzhygiene sind Konzentrationen im Bereich von 0,5 bis 200 mg/m³ für eine Beurteilung der Schwebestoffsituation von Interesse.
- Bei Außenluftuntersuchungen sind Konzentrationen zwischen 0,05 und 5 mg/m³ als Richtwerte zu betrachten.
- Die Beurteilung von «Reinen Räumen» schließlich erfordert die Erfassung von Konzentrationswerten zwischen etwa 10⁻² und 10⁻¹⁰ mg/m³ Raumluft.

Diese Anforderungen schließen eine Universalmethode aus. Die heute bekannten Meßmethoden sind zur Erfassung von Teilabschnitten dieser Teilchengrößen- und Konzentrationsbereiche geeignet.

3. Meßmethoden

3.1. Allgemeine Einteilung

Im weiteren soll nun die Meßmethodik allgemein umschrieben werden, wobei nur solche Methoden in Betracht gezogen werden, die nebst einer Konzentrationsbestimmung auch eine Kennzeichnung der Teilchengröße, u. U. unter Zuhilfenahme einer ergänzenden Methode, gestatten.

Die Methoden sind derart mannigfaltig in Meßprinzip, Anwendung und Aufbau, daß eine Detailbeschreibung den Rahmen dieses Aufsatzes sprengen würde. Es sollen deshalb mehr grundsätzliche Erwägungen für eine vergleichende Beurteilung maßgebend sein.

Hinsichtlich der Meßverfahren kann eine erste Aufteilung etwa wie folgt vorgenommen werden:

- Meßverfahren unter Anwendung eines für die Abscheidung des Schwebestoffes aus dem Trägergas geeigneten Trennverfahrens.
- Meßverfahren, die eine direkte Kennzeichnung des dispersen Stoffes im Schwebestoffzustand ermöglichen.

3.2. Meßmethoden mit Schwebestoffabscheidung

Die Verfahren mit vorangehender Schwebestoffabscheidung können weiter unterteilt werden in:

- Methoden, die eine gravimetrische Mengen- bzw. Konzentrationsbestimmung erlauben und bei ausreichender Schwebestoffmenge eine Teilchengrößenerfassung mittels der üblichen Methoden der Korngrößenanalyse gestatten.
- Eine Gruppe von Methoden erfordert eine mikroskopische Teilchenzählung zur Konzentrationsbestimmung. Die Teilchengrößenanalyse erfolgt ebenfalls mikroskopisch.
- Eine letzte Gruppe von Methoden basiert auf den speziellen Eigenschaften von Schwebestoffen in abgedehntem Zustand. So kann die Schwärzung eines Filterpapiers, dessen Reflexionsvermögen vor und nach der Abscheidung, die Absorption von β -Strahlung oder schließlich der Druckabfall eines Filters nach dessen Belegung als Maß für den Schwebestoffgehalt eines Gasstromes herangezogen werden. Es handelt sich durchwegs um indirekte Methoden, die zur Interpretation Eichbeziehungen benötigen, die ihrerseits in erheblichem Ausmaß vom Schwebestoffzustand abhängig sind. Da diese Methoden keine Teilchengrößenanalyse ermöglichen, soll nicht näher auf sie eingetreten werden.

Die Prinzipien, die meßtechnisch für die Abscheidung von Schwebestoffen zur Anwendung gelangen, sind fast durchwegs dieselben wie in der Entstaubungstechnik:

Filtration

Ein erstes Prinzip ist die Abscheidung durch Filtration, wie sie in zahlreichen Typen von Filtergeräten verwirklicht ist. Die Abscheidung von Schwebestoffteilchen geschieht je nach Teilchengrößen entweder durch Diffusions-, Sieb-, Sperr- oder Trägheitseffekte oder durch elektrostatische Kräfte bzw. durch eine Kombination dieser Mechanismen.

Zentrifugalkräfte

Ein weiteres Prinzip benützt die Bewegungsmechanik von Schwebestoffteilchen im Zentrifugalfeld zur Abscheidung:

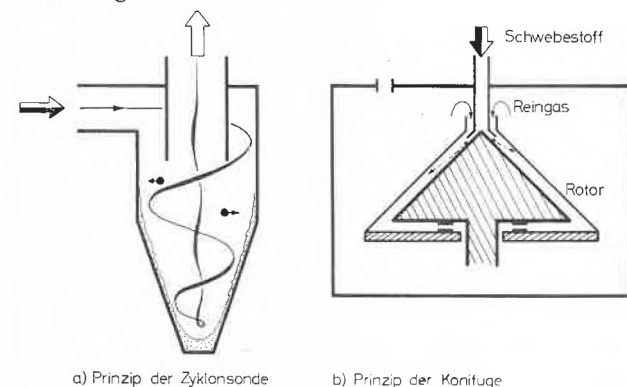


Abb. 5. Abscheidung mittels Zentrifugalkräften

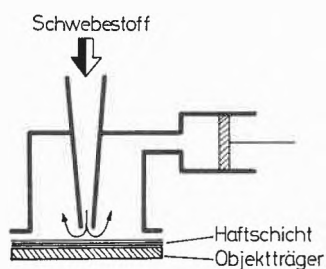
Die wirksamen Zentrifugalkräfte können durch eine Rotationsströmung in einem Kleinzyklon bzw. einer Zyklonsonde oder in einer Zentrifuge erzeugt werden. Beispiele für die letztere Abscheideart sind die Konifuge und das Aerosolspektrometer von Götz.

Bei der Konifuge strömt aerosolfreie Luft in einen rotierenden Konusspalt ein und fließt laminar zur Rotorbasis ab. Das Aerosol wird an der Konusspitze zugesetzt, und die Teilchen werden entlang definierter Bahnen nach Größe getrennt auf einem in der Rotoraußenwand eingebauten Objektträger abgeschieden.

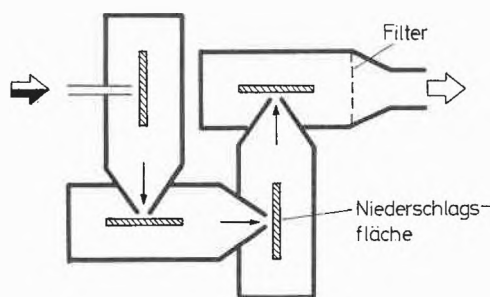
Der Zyklon eignet sich für gravimetrische Messungen, das Prinzip der Konifuge für mikroskopische Teilchenanzahlbestimmungen.

Prallabscheidung

Dem Abscheidemechanismus nach teilweise ähnlich sind die Methoden der Prallabscheidung, wie sie im Konimeter und im Kaskadenimpaktor zur Anwendung gelangen:



a) Prinzip des Konimeters



b) Prinzip des Kaskadenimpaktors

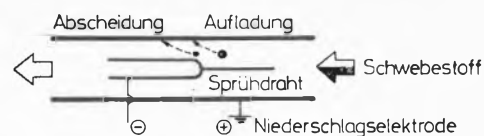
Beim Konimeter wird die schwebestoffhaltige Luft mittels einer Pumpvorrichtung durch eine Düse gesaugt und trifft mit hoher Geschwindigkeit auf eine Niederschlagsfläche, z. B. einen Objektträger. Bei der Umlenkung des Luftstrahles werden die Teilchen zufolge der wirksamen Trägheitskräfte ausgeschleudert und bleiben auf der Niederschlagsfläche haften.

Nach dem gleichen Prinzip arbeitet der Kaskadenimpaktor, wobei ein mehrstufiges System von Düsen zur Anwendung gelangt. Durch sukzessive Verkleinerung des Düsen-Platten-Abstandes kann eine partielle Teilchengrößenfraktionierung erzielt werden.

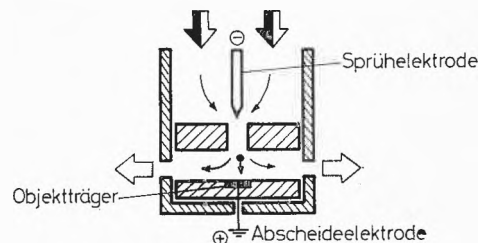
Beide Geräte erfordern eine mikroskopisch durchgeführte Teilchenanzahl- und Teilchengrößenbestimmung.

Elektrostatische Abscheidung

Ein weiteres Abscheideprinzip ist die elektrostatische Abscheidung: Es basiert auf der Wanderung geladener Schwebestoffteilchen im elektrischen Feld. Die Aufladung der Teilchen erfordert eine bei hohen Spannungen erzeugte Koronaentladung. Elektrostatische Abscheider



a) für gravimetrische Bestimmung



b) für Anzahl-Bestimmung

Abb. 7. Elektrostatische Abscheidung

Abb. 6. Abscheidung mittels Trägheitskräften

enthalten deshalb eine draht- oder spitzenförmige Sprühselektrode und eine entgegengesetzt polare Niederschlagsselektrode. Letztere kann, wie in Abb. 7b angedeutet, einen für die Elektronenmikroskopie geeigneten Objektträger aufnehmen, wie dies in elektrostatischen Punktabscheidern verwirklicht ist. In der Staubwaage von GAST befindet sich die Niederschlagsselektrode am Waagebalcken einer Mikrowaage, die eine direkte Wägung erlaubt.

Die elektrostatische Abscheidung eignet sich je nach Anordnung für gravimetrische Konzentrationsbestimmungen oder solche durch mikroskopische Teilchenzählung.

Thermodiffusion

Schließlich können die in einem Temperaturfeld auftretenden Radiometerkräfte in den Thermalpräzipitatorn (Abb. 8) für die Schwebestoffabscheidung ausgenutzt werden. Im Gebiet der mittleren freien Weglänge der Luft werden Teilchen derselben Größenordnung durch die Ungleichheit der Molekelimpulse auf der kälteren und wärmeren Partikelseite in Richtung der kalten

Zone bewegt. Das Prinzip lässt sich so verwirklichen, daß in einer Spaltkammer zwischen zwei Niederschlagsflächen ein aufgespannter Heizdraht die erforderliche Temperaturdifferenz von bis zu 120 °C erzeugt. Es resultieren mittlere Temperaturgradienten von einigen hundert °C/cm. Eine Konzentrationsbestimmung erfolgt durch Teilchenzählung.

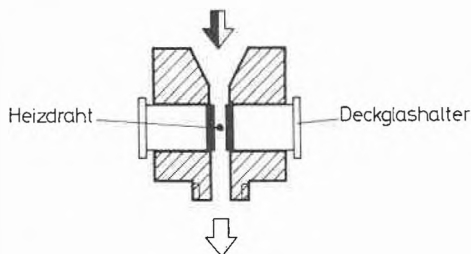


Abb. 8. Schema eines Thermalpräzipitator-Meßkopfes

Bewertung der Methoden

Eine Bewertung der einzelnen Methoden ist, abgesehen von Problemen der repräsentativen Probenahme, aufgrund des erfassbaren Korngrößenbereiches bzw. der Abscheidewirksamkeit sowie der erforderlichen Probenahmedauer möglich.

Abscheideprinzip	Abscheidegeräte	Grenzkorn μm	Art der Konzentrationsmessung
Filtration	Filtergeräte	0,1	Anzahl/Gewicht
Zentrifugalfeld	Zyklon Konifuge Aerosolspektrometer	1,0 0,05	Gewicht Anzahl
Prallabscheider	Konimeter Impaktor	0,5 bis 1,0	Anzahl
Elektrostatisches Feld	Elektrostatische Präzipitatoren	0,01	Anzahl/Gewicht
Thermodiffusion	Thermalpräzipitatoren	0,01	Anzahl

Abb. 9. Abscheidewirksamkeit und Art der Konzentrationsmessung

Das Prinzip der Filtration gestattet mittels hochwirksamer Filterpapiere und Membranfilter eine annähernd quantitative Abscheidung von Teilchengrößen bis hinunter auf 0,1 μm .

Die entsprechenden Erfassungsgrenzen liegen für Meßzyklone bei 1 μm , beim Aerosolspektrometer bei 0,05 μm , für Prallabscheider bei 0,5 bis 1 μm , für elektrostatische Abscheider bei 0,01 μm , ebenso für Thermalpräzipitatoren.

Daraus ist ersichtlich, daß bezüglich der Teilchengrößen mit quantitativer Abscheidung erhebliche Unterschiede bestehen. Angewandt auf Schwebestoffe mit breitem Teilchengrößenspektrum, bedeutet dies, daß die

einzelnen Methoden voneinander abweichende Konzentrations- und Teilchengrößenwerte liefern müssen. Diese Tatsache erschwert vergleichende Untersuchungen über die Eigenschaften, das Verhalten und die Wirkung von Schwebestoffen in erheblichem Ausmaß, sofern nicht ein und dieselbe Methode zur Anwendung gelangt.

Zusätzlich ergeben sich bei der mikroskopischen Auswertung von Präparaten erhebliche Schwierigkeiten. Ist eine Konzentrationsbestimmung durch statistische Auszählung noch einigermaßen sicher, so erschwert sich die Teilchengrößenanalyse durch den Umstand, daß vielfach ein Übergang vom Lichtmikroskop zum Elektronenmikroskop notwendig wird. Die korrekte Überlappung an der Nahtstelle der beiden Mikroskopbereiche ist dabei zumeist mit großen Unsicherheiten behaftet.

Ein weiteres Bewertungskriterium stellt die Probenahmedauer dar. Sie entscheidet in gewissen Fällen darüber, ob kurzzeitig auftretende Änderungen des Schwebestoffzustandes erfaßt werden können.

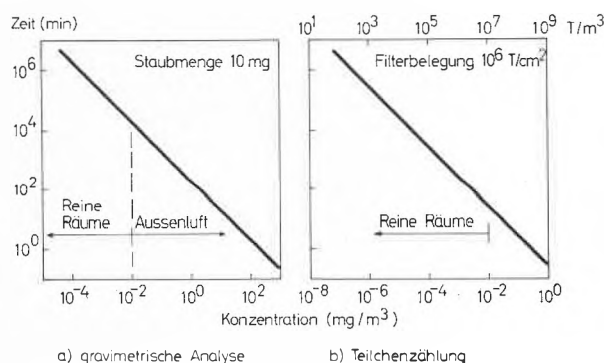


Abb. 10. Beurteilung der Probenahmedauer für ein Filtergerät. Filterdurchsatz 3 m³/h. Wirksame Filterfläche 15 cm². Partikelgröße 1 μm

Es wird dies sofort an einem Beispiel ersichtlich: Ein Filtergerät mit einer wirksamen Filterfläche von 15 cm² und einem Gasdurchsatz von 3 m³/h wird für die Abscheidung eines monodispersen Schwebestoffes der Korngröße 1 μm eingesetzt. Für eine gravimetrische Konzentrationsbestimmung wird eine minimal erforderliche Schwebestoffmenge von 10 mg vorausgesetzt, für eine Konzentrationsbestimmung aufgrund einer Teilchenzählung eine Filterbelegung von 10⁶ T/cm². Bei einer Konzentration von 1 mg/m³ ist bei gravimetrischer Analyse eine Probenahmedauer von 200 Minuten, bei Teilchenzählung eine solche von 0,3 Minuten erforderlich. Eine Konzentration von 10⁻² mg/m³ erfordert bereits Zeiten von 20 000 Minuten für gravimetrische Bestimmung und 30 Minuten bei Teilchenzählung.

Demzufolge ergeben sich unter der Anforderung einer Erfassung kurzzeitiger Konzentrationsschwankungen für die einzelnen Methoden folgende Anwendungsgebiete:

- Gravimetrische Methoden eignen sich praktisch nur auf dem Gebiet der Entstaubungstechnik.

- Meßmethoden mit einer Auswertung auf Anzahlbasis zeigen spezielle Eignung für gewerbehygienische Untersuchungen und Außenluftanalysen.
- Die Kennzeichnung von Schwebestoffen in «Reinen Räumen» ist mit den erwähnten Methoden nicht möglich.

3.3. Meßmethoden ohne Schwebestoffabscheidung

Damit soll auf die zweite Hauptgruppe von Methoden eingegangen werden, die eine Kennzeichnung von Schwebestoffen ohne vorgängige Abscheidung im Schwebestoffzustand gestatten. Es sind dabei zwei Untergruppen zu unterscheiden:

- Eine erste Gruppe von Geräten arbeitet integral, d. h. ein Meßeffect wird mit einer Vielzahl von Teilchen erzeugt. Zur Messung werden dabei wiederum spezifische physikalische Eigenschaften von Schwebestoffteilchen ausgenutzt. Bekannte Meßprinzipien sind die Lichtextinktion bei Rauchdichtmessern, die Streulichtmessung bei Tyndalloskopen und integralen Streulichtphotometern, die Schwächung eines elektrischen Stromes im ionisierten Gas zufolge der Kleinionenlagerung sowie die Erzeugung und Ableitung von Kontaktelektrizität. Die integral arbeitenden Geräte erlauben es, wohl Konzentrationsmessungen durchzuführen, nicht aber eine Teilchengrößenanalyse vorzunehmen.
- Diesbezüglich günstigere Eigenschaften zeigt eine zweite Untergruppe von Methoden, die an Einzelteilchen Meßeffecte erzeugt und auswertet. Diese basieren auf dem Prinzip der Streulichtmessung. Kommerzielle, nach diesem Prinzip arbeitende Geräte sind der ROYCO-Particle-Monitor und das Bausch & Lomb Dust Counting System.

Diese Geräte ermöglichen die gleichzeitige Erfassung der Anzahlkonzentration und der Teilchengrößenverteilung und eignen sich speziell für die Anwendung im Konzentrationsbereich «Reine Räume».

Prinzip

Vorerst soll das Prinzip am Beispiel des ROYCO-Particle-Monitors kurz erläutert werden: Ein gebündelter Lichtstrahl fällt waagrecht auf eine optische Zelle. Die Zelle selbst wird senkrecht zum Lichtstrahl von der zu prüfenden schwebestoffhaltigen Luft mit definierter Volumengeschwindigkeit durchströmt. Befindet sich ein Staubteilchen kurzzeitig innerhalb der Meßzelle, so findet eine Lichtstreuung statt, vergleichbar mit dem Aufblitzen eines Staubteilchens in einem Sonnenstrahl. Das in 90°-Richtung gestreute Licht wird auf einem Photoverstärker aufgefangen, wobei ein Spannungsimpuls erzeugt wird. Die Impulsstärke stellt ein Maß für die Teilchengröße dar. Gleichzeitig wird eine Impulszählung vorgenommen, die einen Wert für die Anzahlkonzentration liefert.

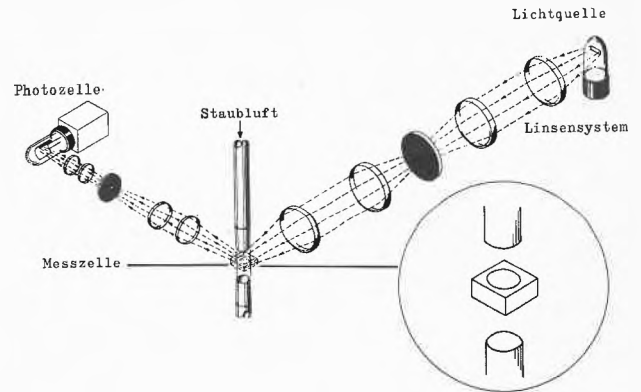


Abb. 11. Aufbau des optischen Meßsystems des ROYCO-Particle-Monitors

Das Meßprinzip ist an sich bestechend und einfach. Hinsichtlich Anwendung und Interpretation ergeben sich allerdings eine ganze Reihe von Problemen.

Streulichtcharakteristika

Ein erstes solches Problem betrifft den Zusammenhang zwischen der Streulichtintensität und der Partikelgröße, Partikelform und der stofflichen Beschaffenheit. Die Lichtstreuung hat ihre Ursache in vier physikalischen Vorgängen: der Beugung, der Oberflächenreflexion, der Brechung und der Reflexion an Innenflächen. Daraus läßt sich bereits ableiten, daß die Streuung von der Größe, Form und Art des Materials sowie von der eingestrahlten Wellenlänge abhängig sein muß. Die die Streuung auslösende Wechselwirkung zwischen Schwebestoffteilchen und Licht kann für drei Größenbereiche, die vom Verhältnis der Teilchengröße D zur Lichtwellenlänge λ bestimmt sind, mathematisch beschrieben werden:

Rayleigh-Streuung:

$$\begin{aligned} \text{Intensität:} & I_{sp} \text{ prop. } D^6/\lambda^4 \\ \text{Gültigkeitsbereich:} & D/\lambda < 0,1 \end{aligned}$$

Mie-Streuung

$$\begin{aligned} \text{Intensität:} & I_{sp} = f(D, \lambda, m, \text{Absorption}) \\ \text{Gültigkeitsbereich:} & 0,1 < D/\lambda < 1/m - 1 \end{aligned}$$

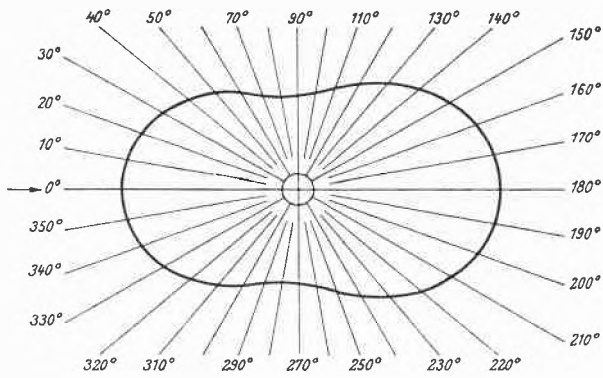
Großpartikelstreuung

$$\begin{aligned} \text{Intensität:} & I_{sp} \text{ prop. } D^2 \\ \text{Gültigkeitsbereich:} & D/\lambda > 1/m - 1 \end{aligned}$$

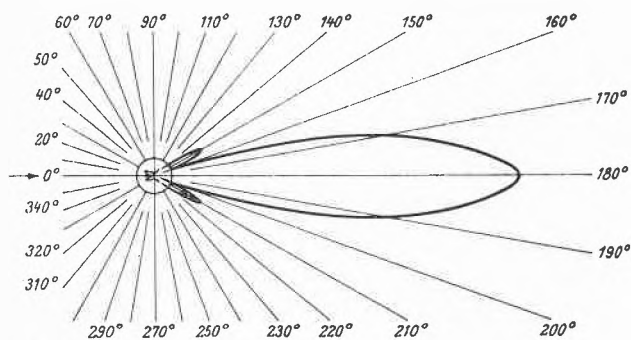
$$\begin{aligned} I_{sp} &= \text{spezifische Streulichtintensität} \\ m &= \text{Brechungsindex} \\ D &= \text{Teilchendurchmesser} \\ \lambda &= \text{Lichtwellenlänge} \end{aligned}$$

Abb. 12. Gesetzmäßigkeiten der Lichtstreuung an Schwebestoffteilchen

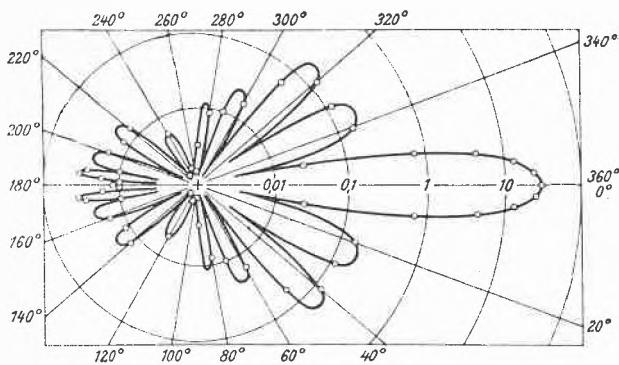
- Die sogenannte *Rayleigh-Streuung* setzt dann ein, wenn die Teilchengröße wesentlich kleiner ist als die Lichtwellenlänge. Die obere Grenze liegt bei einem Durchmesser/Wellenlängen-Verhältnis von $D/\lambda \sim 0,1$. Für eine Wellenlänge von $0,5 \mu\text{m}$ bedeutet dies einen Teilchendurchmesser von $D \sim 0,05 \mu\text{m}$.



a) $D/\lambda = 0,13, m = 1,44$



b) $D/\lambda = 2,6, m = 1,44$



c) $D/\lambda = 8, m = 1,33$

Abb. 13. Strahlungsdiagramme nach J. OLAF, Staub 20 (1960) 40

- Sind Teilchengröße und Wellenlänge des Lichtes von gleicher Größenordnung, so gilt die sogenannte *Mie-Theorie*. Der Gültigkeitsbereich liegt bei $0,1 \leq D/\lambda \leq \frac{1}{m-1}$, wobei m den Brechungsindex bedeutet.
- Ist die Teilchengröße wesentlich größer als die Lichtwellenlänge, so gelten die Gesetzmäßigkeiten der *Großpartikelstreuung* in einem Meßbereich von $D/\lambda \geq \frac{1}{m-1}$.

Im Bereich der *Rayleigh-Streuung* gilt für die Streulichtintensität von Teilchen gleichen Brechungsindex in einer vorgegebenen Richtung Proportionalität zu D^6/λ^4 .

Für die *Mie-Streuung* sind die Zusammenhänge zwischen Streulichtintensität, Teilchendurchmesser und Lichtwellenlänge sehr komplex und unübersichtlich.

Für *Großpartikelstreuung* erweist sich die Streulichtintensität proportional zu D^2 .

Werden diese komplexen Verhältnisse graphisch dargestellt, so ergeben sich Verhältnisse gemäß Abb. 13. In den Strahlungsdiagrammen ist die relative Intensitätsverteilung in Abhängigkeit vom Beobachtungswinkel dargestellt. Abb. a gilt für ein D/λ -Verhältnis von 0,13 bei einem Brechungsindex von 1,44. Die Intensitätsverteilung erweist sich an der oberen Grenze der Rayleigh-Streuung noch als annähernd kugelsymmetrisch.

Mit einem D/λ -Verhältnis von 2,6 wird mit $m = 1,44$ eine ausgeprägte Vorwärtsstreuung erhalten. Mit $D/\lambda \sim 8$, also bei Großpartikelstreuung, ergeben sich eine große Zahl von Nebenmaxima. Es ist zu beachten, daß die kleinen Maxima zufolge logarithmischer Teilung gedehnt sind.

Es geht daraus hervor, daß die Streulichtintensität in komplizierter Art und Weise um das Teilchen herum verteilt ist. Zusätzlich muß für die Ausnutzung des Streulichtphänomens der Einfluß von Brechungsindex und Absorption auf die Lichtstreuung beachtet werden, ebenso - wie das vorangehende Bild gezeigt hat - der Beobachtungswinkel. Entsprechende Darstellungen sind in Abb. 14 zu finden:

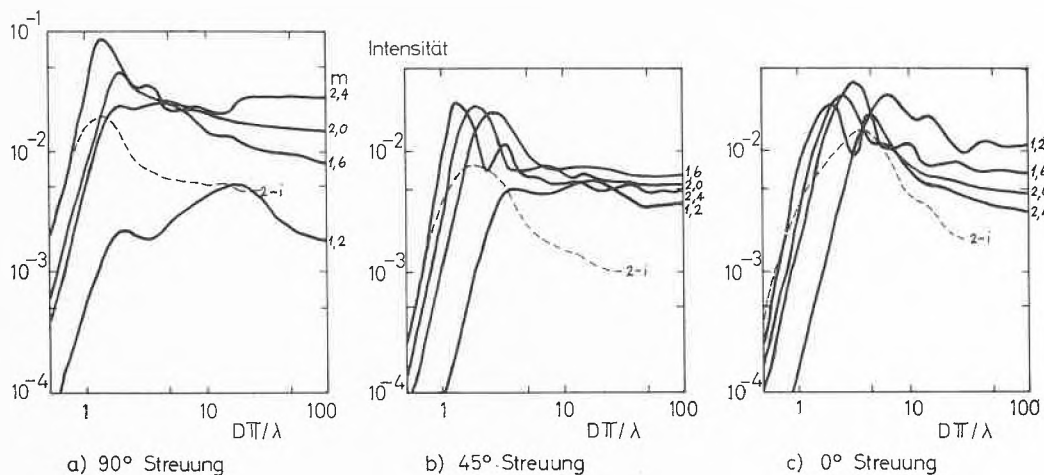


Abb. 14. Streulichtintensität (DAVIES, *Aerosol Science*, Academic Press, 1966)

Dargestellt ist die relative Streulichtintensität pro Einheit Projektionsfläche in Abhängigkeit vom Teilchenparameter $D\pi/\lambda$, und zwar für Beobachtungswinkel von 90, 45 und 0° bzw. Vorwärtsstreuung; aufgrund der Intensitätskurven können folgende Schlüsse gezogen werden:

- Bei Teilchengrößen unter einem $D/\lambda = 1$ entsprechenden Wert nimmt die Streulichtintensität unabhängig vom Beobachtungswinkel sehr stark ab.
- Ist D/λ größer als 1, so durchlaufen die Intensitätskurven verschiedene Maxima. Der Einfluß des Brechungsindex nimmt entsprechend der Bandbreite in der Reihenfolge 90° - 0° - 45°-Streuung ab.
- Der Einfluß der Lichtabsorption, gegeben durch die für Kohlenstoffpartikel gültigen Kurven 2-i, zeigt im Fall der 90°-Streuung Abweichungen von der Größenordnung des Brechungsindexeinflusses. Gegenüber absorptionsfreier Streuung ist bei 0° und speziell bei 45°-Streuung der Absorptionseinfluß je nach Teilchengröße mehr oder weniger erheblich.

Diese grundlegenden Erkenntnisse zeigen, daß die komplexe Abhängigkeit der Streulichtintensität von Teilchendurchmesser, Form, Brechungsindex, Absorptionskoeffizient und Wellenlänge es praktisch verunmöglicht, exakte Korngrößenanalysen durchzuführen, sofern die Geräte nicht mit dem zu messenden Schwebestoff geeicht sind. Die Teilchengrößenbereiche der kommerziellen Geräte sind mit monodispersen Polystyrol-Latex-Aerosolen geeicht, die in Zerstäubern aus den käuflichen Polystyrol-Latex-Hydrosolen leicht hergestellt werden können.

Annähernd korrekte Meßergebnisse sind somit immer dann zu erwarten, wenn der zu messende Schwebestoff einen dem Eichaerosol ähnlichen Brechungsindex aufweist und keine Absorption stattfindet.

Der Einfluß der Materialart geht aus Abb.13 hervor. Es sind die Durchgangssummenkurven von Polystyrol-Latex, Natriumchlorid und Kaliumdichromat dargestellt. Die Durchgangssummenkurven wurden einerseits mittels eines ROYCO-Particle-Counters (Gerät mit 90°-Streuung), andererseits mit Hilfe elektronenmikroskopischer Auswertung bestimmt.

Für das Eichaerosol ist eine weitgehende Übereinstimmung der beiden Methoden festzustellen, während für Natriumchlorid-Aerosol merkbare Abweichungen in Erscheinung treten. Ein deutlicher Unterschied resultiert für absorbierendes Kaliumdichromat. Die mittleren Durchmesser der beiden Häufigkeitsverteilungen differieren mit 0,4 und 0,5 μm bei 50% Durchgang um etwa 20%. Erwartungsgemäß hat eine Absorption eine Verschiebung der Streulichtintensität nach kleineren Werten zur Folge. Die gemessenen Teilchengrößen für Natriumchlorid und Kaliumdichromat haben somit die Bedeutung eines Äquivalentdurchmessers, der diejenige Teilchengröße von Polystyrol angibt, die denselben Streulichtimpuls erzeugt wie das betreffende Schwebestoffteilchen.

Das Problem ist zweifellos für Relativmessungen, z. B. bei Überwachungsaufgaben in «Reinen Räumen», nicht schwerwiegend. Für Entstauberprüfungen im Routinebetrieb ist es andererseits möglich, nach entsprechender Neueichung des Gerätes Absolutmessungen durchzuführen, sofern die Streulichteigenschaften des Prüfaerosols überhaupt eine Eichung erfordern. WHITBY konnte

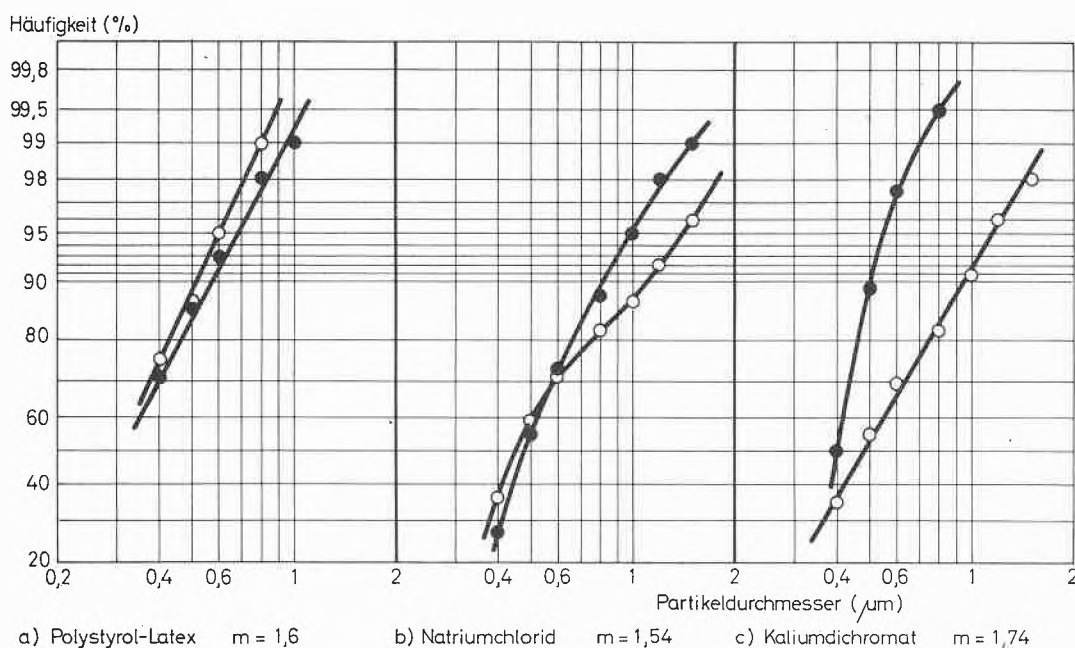


Abb. 15. Durchgangssummenkurven von drei Schwebestoffarten

● ROYCO-Gerät, ○ Elektronenmikroskop

beispielsweise zeigen, daß die in der Filterprüfung oft zur Anwendung gelangenden DOP-Aerosole praktisch gleiche Streulichteigenschaften aufweisen wie Polystyrol-Latex.

Probenahme

Nebst den Streulichtcharakteristika des zu messenden Stoffes beeinflussen auch die Probenahmebedingungen die Meßwerte hinsichtlich Konzentration und Teilchengrößenverteilung. Eine repräsentative Probenahme aus strömenden Gasen ist im allgemeinen nur dann sichergestellt, wenn die Probenahme isokinetisch erfolgt, d.h. die Ansauggeschwindigkeit in der Entnahmesonde dieselbe ist wie im anströmenden Gas.

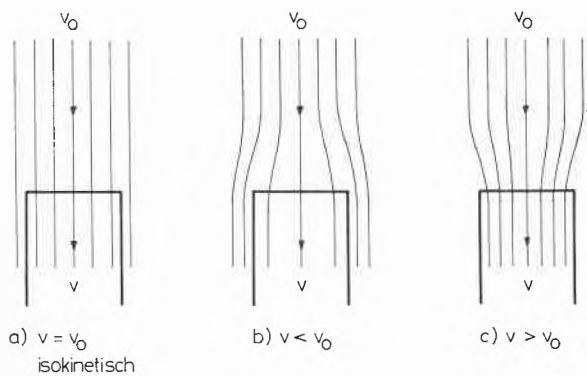


Abb. 16. Stromlinienverlauf bei verschiedenen Absauggeschwindigkeiten

Bei zu niedriger Ansauggeschwindigkeit ergibt sich eine Verringerung der Stromliniendichte am Sondenende. Da feine Partikel den Stromlinien folgen, größere Partikel aber zufolge ihrer Trägheit diese verlassen, ist in diesem Fall ein den tatsächlichen Wert übersteigender Anteil an groben Teilchen zu erwarten.

Bei zu großer Ansauggeschwindigkeit ist ein umgekehrter Effekt zu erwarten. Mit Hilfe von Polystyrol-Latex-Aerosolen definierter Konzentration wurde für ein Streulichtgerät vom Typ ROYCO der Einfluß der nicht-isokinetischen Absaugung auf den Konzentrationsmeßwert in einzelnen Kornklassen für den Teilchengrößenbereich von 0,3 bis 5 μm überprüft (Abb. 17).

Die Probenahme erfolgte mittels zwei Sondentypen, einerseits in Richtung des anströmenden Schwebestoffes, andererseits senkrecht zum Gasstrom. Die Anströmgeschwindigkeit v_0 betrug 90 cm s^{-1} . Wird das Verhältnis von gemessener Konzentration c zur Konzentration c_0 bei isokinetischer Absaugung gegenüber der Teilchengröße dargestellt, so ist folgender Einfluß der Probenahmebedingungen festzustellen:

Je geringer die Absauggeschwindigkeit in Sonde I gegenüber der Anströmgeschwindigkeit v_0 ist, um so stärker tritt die zu erwartende Konzentrationserhöhung bei größeren Teilchen in Erscheinung. Ist das Verhältnis $v/v_0 = 0,25$, so wird der Meßfehler bereits bei Teilchengrößen von etwa 1 μm merkbar und beträgt unter den

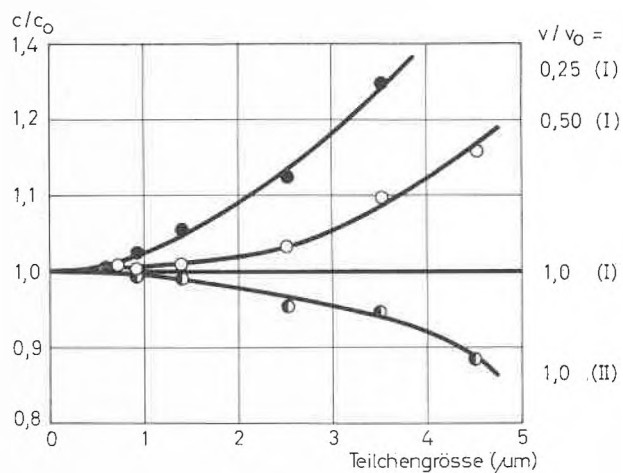
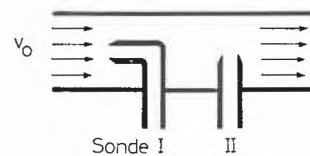


Abb. 17. Meßwertverfälschung bei nicht-isokinetischer Probenahme. Sondendurchmesser 0,2 cm. $v_0 = 90 \text{ cm s}^{-1}$

gegebenen Meßbedingungen bei Teilchengrößen im Bereich von 3 bis 4 μm über 20%.

Bei einer Probenahme senkrecht zum Gasstrom (Sonde II) und bei einem Verhältnis $v/v_0 = 1$ ist bei Teilchengrößen über 2 μm ein merkbarer Fehler festzustellen. Es ist zu erwähnen, daß die Streubreite bei Konzentrationsmessungen geräteabhängig ist, an wohldefinierten Aerosolen aber unter etwa $\pm 5\%$ beträgt. Um zusätzliche Meßfehler möglichst zu vermeiden, ist es erforderlich, möglichst nahe den isokinetischen Bedingungen zu arbeiten, was speziell bei der Überprüfung der Abscheidewirksamkeit von Entstaubereinrichtungen mit hoher Anströmgeschwindigkeit wichtig ist. Zur Überwachung von «Reinen Räumen» wird der Einfluß bei Probenahme senkrecht zum Gasstrom im allgemeinen wegen der geringen Anströmgeschwindigkeiten nicht schwerwiegend sein.

Koinzidenz

Eine korrekte Konzentrations- und Teilchengrößenmessung ist weiter nur dann möglich, wenn die Messung tatsächlich an Einzelteilchen erfolgt. Befinden sich zwei oder mehr Teilchen gleichzeitig in der Meßzelle, so kann eine Verfälschung der Konzentrations- und Teilchengrößenmeßwerte aus folgenden drei Gründen resultieren:

- Die Streulichtbeträge addieren sich und täuschen größere Teilchen vor; zusätzlich werden in einzelnen Größenbereichen falsche Konzentrationswerte gemessen.
- Wird ein kleines Teilchen von einem größeren verdeckt, so resultiert eine Fehlmessung, indem das kleine Teilchen nicht registriert wird.

- Die elektronische Zählvorrichtung hat ein begrenztes Auflösungsvermögen. Wird bei hohen Teilchenkonzentrationen die auswertbare Impulsfrequenz überschritten, so resultiert ein sogenannte Impulsfolgefehler.

$$W_{(n)} = \frac{N!}{n!(N-n)!} \cdot \left(\frac{v}{V}\right)^n \left(1 - \frac{v}{V}\right)^{N-n}$$

$W_{(n)}$ = Wahrscheinlichkeit von Koinzidenzen
 n = an einer Koinzidenz beteiligte Teilchenzahl
 ($n = 2, 3, 4, \dots$)
 N = Gesamtteilchenzahl
 v = Meßvolumen
 V = Probevolumen

Abb.18. Berechnung der Summationswahrscheinlichkeit

Die Wahrscheinlichkeit von Summationseffekten kann aufgrund einer Binomialverteilung berechnet werden. Die Wahrscheinlichkeit W , wonach sich n Teilchen gleichzeitig in einer Meßzelle vom Volumen v befinden, ist abhängig von der Teilchenkonzentration im untersuchten Probevolumen V bzw. von der sich in diesem Volumen befindlichen Gesamtteilchenzahl N . Die kommerziellen Geräte erlauben, durch die erwähnten Effekte begrenzt, Konzentrationsmessungen im Bereich von 10^6 bis 10^8 Teilchen pro m^3 Gas.

Im Bestreben, diesen Bereich auszudehnen, wurden Versuche unternommen, durch eine externe Verdünnung von Schwebestoffen mit reiner Luft eine Erweiterung dieses Meßbereiches zu ermöglichen.

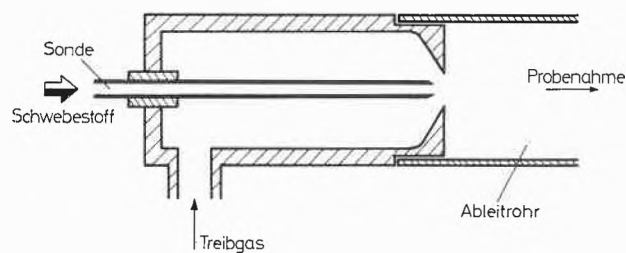


Abb.19. Schema eines Verdünnungssystems

Ein derartiges System kann nach dem Mischdüsenprinzip einfach verwirklicht werden. Das Treibgas bewirkt im Düsenkopf einen geringen Unterdruck, wodurch über die Meßsonde eine Probenahme erfolgt. Durch Veränderung des Abstandes von Düse und Sondenmündung kann das Mischverhältnis aufgrund eines variablen Probevolumens in weiten Grenzen verändert werden. Reproduzierbare Mischverhältnisse können ohne weiteres dann erzeugt werden, wenn Treibgasdruck, Probenahmepressur und Düsen/Sonden-Position konstant gehalten werden.

Anhand von Eichmessungen mittels monodisperser Aerosole konnte am Technisch-Chemischen Institut ETH

gezeigt werden, daß Mischverhältnisse von bis zu 10000 mit 1 mm Sonden ohne weiteres erreichbar sind. Dadurch kann der Meßbereich auf 10^{10} bis 10^{12} T/ m^3 erweitert werden, also bis in den Bereich von Schwebestoffkonzentrationen, wie sie in der Außenluft und in der Arbeitsplatzhygiene auftreten.

Abschließend soll an zwei Beispielen die Empfindlichkeit dieser Streulichtmethode demonstriert werden.

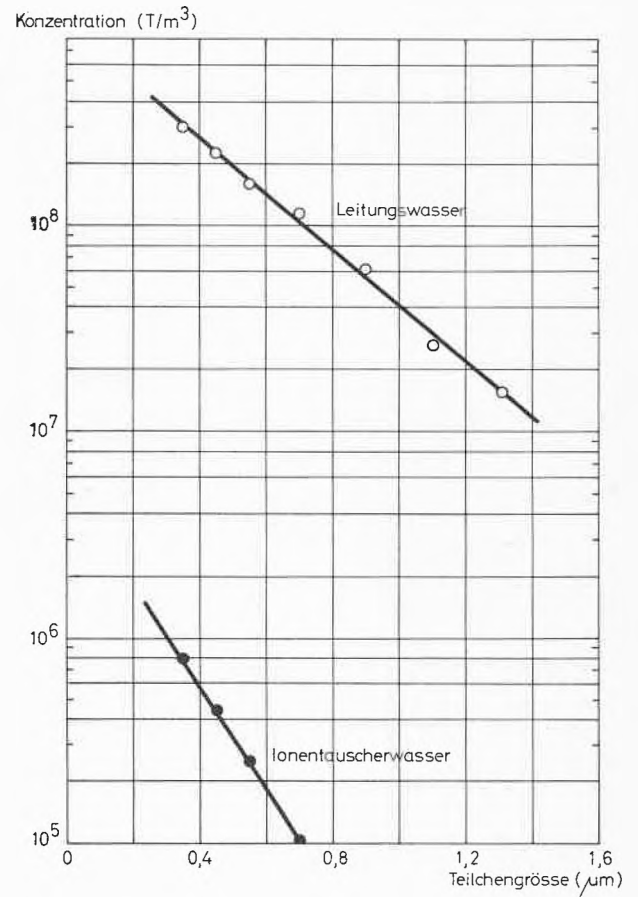


Abb.20. Schwebestoffbildung bei der Wasservernebelung

Werden in einen schwebstofffreien Luftstrom 2 ml Wasser/ m^3 versprüht, so bilden nach Verdunstung des Wassers die gelösten und suspendierten Feststoffe ein Aerosol. Bei Verwendung von nicht-enthärtetem Leitungswasser resultiert eine Schwebestoffkonzentration von annähernd 10^9 T/ m^3 Gas mit Teilchengrößen von über $0,3 \mu m$. Mit enthärtetem Wasser liegt die Schwebestoffkonzentration mit etwa 10^6 T/ m^3 um etwa drei Größenordnungen niedriger. Diese Tatsache muß speziell in Befeuchtungsanlagen berücksichtigt werden.

Eine weitere Darstellung zeigt den Verlauf der Schwebestoffkonzentration für Teilchengrößen $\geq 0,5 \mu m$ in einem «Reinen Raum»:

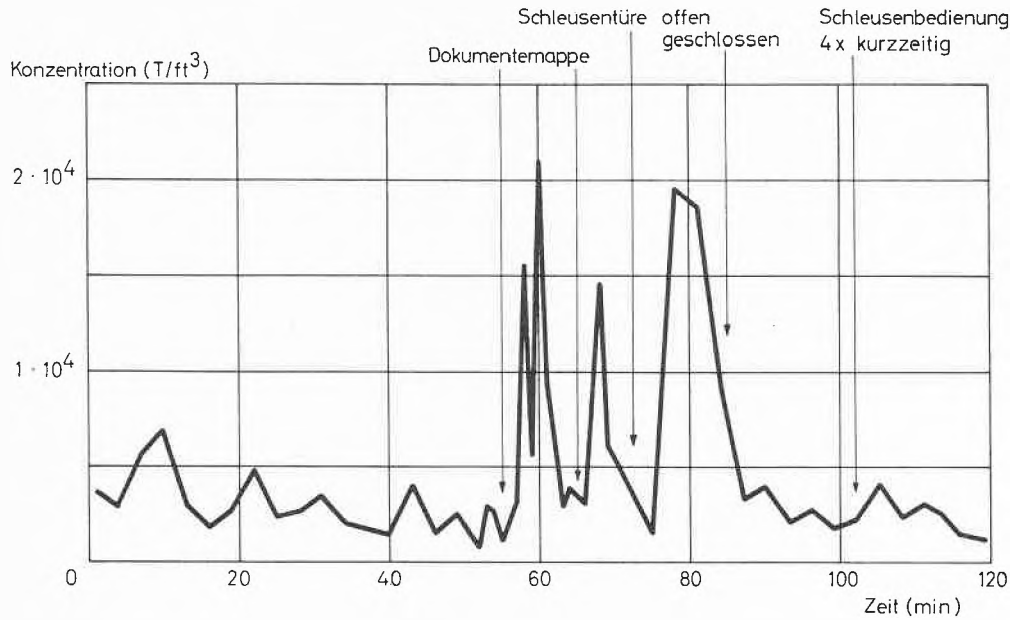


Abb. 21. Zeitlicher Verlauf der Teilchenkonzentration bei verschiedenen Aktivitäten. $D \geq 0,5 \mu m$

Mit Hilfe der Streulichtmethode ist es möglich, kurzzeitige Konzentrationsschwankungen zu messen und eventuell deren Ursache festzustellen. Dies gestattet, u. U. entsprechende Gegenmaßnahmen zu treffen. Bereits das Zuklappen einer Dokumentenmappe in der Nähe des Meßgerätes genügt, um die Konzentration lokal um ein Vielfaches zu erhöhen. Ähnliche Effekte können durch das Öffnen von Türen, durch Lötarbeiten usw. ausgelöst werden. Ohne die Streulichtmethode wären derartige Einflüsse kaum in diesem Ausmaß feststellbar, handelt es sich im erwähnten Beispiel doch um Grundkonzentrationen von etwa 10^{-5} mg/m^3 Luft.

Zusammenfassend sei festgestellt, daß die Kennzeichnung von Schwebstoffen hinsichtlich Konzentration und Teilchengröße in verschiedenen Arbeitsgebieten unumgänglich ist. Die Auswahl an Meßgeräten ist außerordentlich groß. Trotzdem gibt es aber keine vollkommenen Geräte. Die Wahl einer Meßmethode muß den jeweiligen Meßproblemen angepaßt werden. Andererseits erfordert gerade die Unvollkommenheit der Geräte eine präzise Handhabung und genaueste Kenntnisse über deren Anwendungsgrenzen und Eigenschaften.