Die Durchführung von Adsorptions-Filtertests gemäß DIN EN ISO 10121 – Teil 1: Adsorptionsversuche an Filtermedien

R. Ligotski, U. Sager, F. Schmidt

Zusammenfassung Die adsorptive Reinigung der Gasphase gewinnt aktuell im Bereich der allgemeinen Raumlufttechnik (RLT) immer mehr an Bedeutung. Einer der Gründe für diese Entwicklung ist die Tatsache, dass Menschen viel Zeit in Innenräumen verbringen. Während dieser Zeit können sie einer Vielzahl innenraumspezifischer gasförmiger Schadstoffe ausgesetzt sein, was sich negativ auf die Gesundheit und das Wohlbefinden auswirken kann. Um diesem Problem zu begegnen, können adsorptive Filter in allgemeine Lüftungsanlagen integriert werden. Um eine standardisierte Validierung der adsorptiven RLT-Filter sowie der entsprechenden Filtermedien zu ermöglichen, sind 2013 und 2015 zwei Teile der DIN EN ISO 10121 in Kraft getreten. Die in dieser Norm beschriebenen Prüfprozeduren stellen die Hersteller von Filtern und Filtermedien vor eine neue Herausforderung. In einem Forschungsprojekt wurden die Vorgaben der Norm für die Prüfgase n-Butan, Toluol, SO_2, O_3 und NO_2 für den Medientest umgesetzt. Die Erkenntnisse aus den Versuchen werden in diesem Artikel dargestellt und diskutiert. Ferner wird ein Vergleich der Adsorptionsleistung aus normativen Prüfungen (bei 9 oder 90 ppm) mit dem Verhalten bei innenraumrelevanten Konzentrationen (0,9 und 0,09 ppm) vorgestellt.

Adsorption filter tests carried out in accordance with DIN EN ISO 10121 – Part 1: Adsorption tests on filter media

Abstract The adsorptive purification of the gas phase is currently gaining more and more importance in the field of heating, ventilation and air conditioning (HVAC). One of the reasons for this development is the fact that people spend a lot of time indoors. During this time they can be exposed to a variety of indoor specific gaseous pollutants, which can have a negative effect on health and well-being. To counter this problem, adsorptive HVAC filters can be integrated into general ventilation systems. Two parts of the DIN EN ISO 10121 standard came into force in 2013 and 2015 to enable standard validation of the adsorptive filters and the corresponding filter media. The test procedures described in the relatively new standard with the necessary test benches confront manufacturers of filters and filter media with a new challenge. In a research project, the normative test methods of DIN EN ISO 10121 were validated with various test gases. The practical implementation and the results of the media tests with the test gases n-butane, toluene, SO_2, O_3 and NO_2 are presented and discussed in this article. In addition, a comparison of the adsorption performance from normative tests (at 9 or 90 ppm) with the adsorption behaviour at indoor concentrations (0.9 and 0.09 ppm) is presented.

Roman Ligotski, **Prof. Dr.-Ing. Frank Schmidt**,
Universität Duisburg-Essen, Lehrstuhl für Nanopartikel-Prozesstechnik (NPPT), Duisburg.
Dr.-Ing. Uta Sager,
Institut für Energie- und Umwelttechnik e. V. (IUTA), Duisburg.

1 Einleitung

Standardisierte Filtertests werden zur internen Qualitätssicherung, insbesondere aber zur Demonstration der Leistungsfähigkeit der Filtermedien oder -elemente dem Kunden gegenüber durchgeführt. Allgemein kann man festhalten, dass die diversen Normen, die sich mit der Lüftungstechnik, speziell Filtertechnik, beschäftigen, den nationalen und internationalen Austausch von Waren vereinfachen und daher mittlerweile auch weitgehend international vereinbart werden. Mit der DIN EN ISO 10121 „Methode zur Leistungsermittlung von Medien und Vorrichtungen zur Reinigung der Gasphase für die allgemeine Lüftung“ mit dem Teil 1 „Medien zur Reinigung der Gasphase“ [1] und Teil 2 „Einrichtungen zur Reinigung der Gasphase“ [2] liegt erstmals in Deutschland ein Prüfverfahren für adsorptive Medien und Filter in der allgemeinen Raumlufttechnik vor. Bislang wurden die RLT-Filtermedien (RLT = Raumlufttechnik) teilweise in Anlehnung an die DIN 71460-2 „Straßenfahrzeuge – Luftfilter für Kraftfahrzeuginnenräume – Teil 2: Prüfung der Gasadsorption von Filtern“ [3] geprüft.
Hintergrund der Einführung der DIN EN ISO 10121 ist die zunehmende Bedeutung der adsorptiven Filter für raumlufttechnische Anlagen. Hier ist die kontinuierliche Zunahme der Aufenthaltsdauer von Menschen in Gebäuden (Europäer und Amerikaner verbringen 85 bis 90 % ihrer Zeit in Innenräumen [4]) sowie die Sensibilisierung der Bevölkerung in Deutschland für gute Luftqualität (Überschreitung der Immissionsgrenzwerte für Feinstaub- und Stickstoffdioxid/Umweltweltzonen) wie auch das gestiegene Umweltbewusstsein in Asien zu nennen.
Die Norm beschreibt die notwendigen experimentellen Einrichtungen und die Versuchsdurchführung. Die Tests sind bei gleichbleibenden Umgebungsbedingungen (Luftvolumenstrom, Temperatur und relative Feuchte) durchzuführen, die Prüfgase und -konzentrationen werden vorgeschlagen. Im Vergleich zu den tatsächlich üblichen Schadgaskonzentrationen der allgemeinen Lüftungstechnik sind bei allen Prüfungen nach DIN EN ISO 10121 deutlich höhere Schadgaskonzentrationen vorgesehen. Dadurch werden die Messzeiten erheblich reduziert. Die Messergebnisse dienen dem Vergleich der Medien bzw. Filterelemente untereinander; die Vorhersage des Leistungsvermögens der Filtermedien im realen Betrieb ist zumindest problematisch (Langzeitprüfungen bei Konzentrationen, die bei der Anwendung tatsächlich vorliegen, werden lediglich empfohlen).
Der technische Aufwand inklusive der notwendigen Sicherheitstechnik zur Durchführung der Prüfungen ist recht hoch und konnte bislang nur von wenigen international tätigen Herstellern und einzelnen Prüfinstituten umgesetzt werden. Im Rahmen eines Forschungsprojektes [5] wurde unter anderem die Praxistauglichkeit der DIN EN ISO 10121 untersucht. Die Prüfungen nach Teil 1 wurde an der Uni-

Copyright Springer-VDI-Verlag GmbH & Co. KG, Düsseldorf

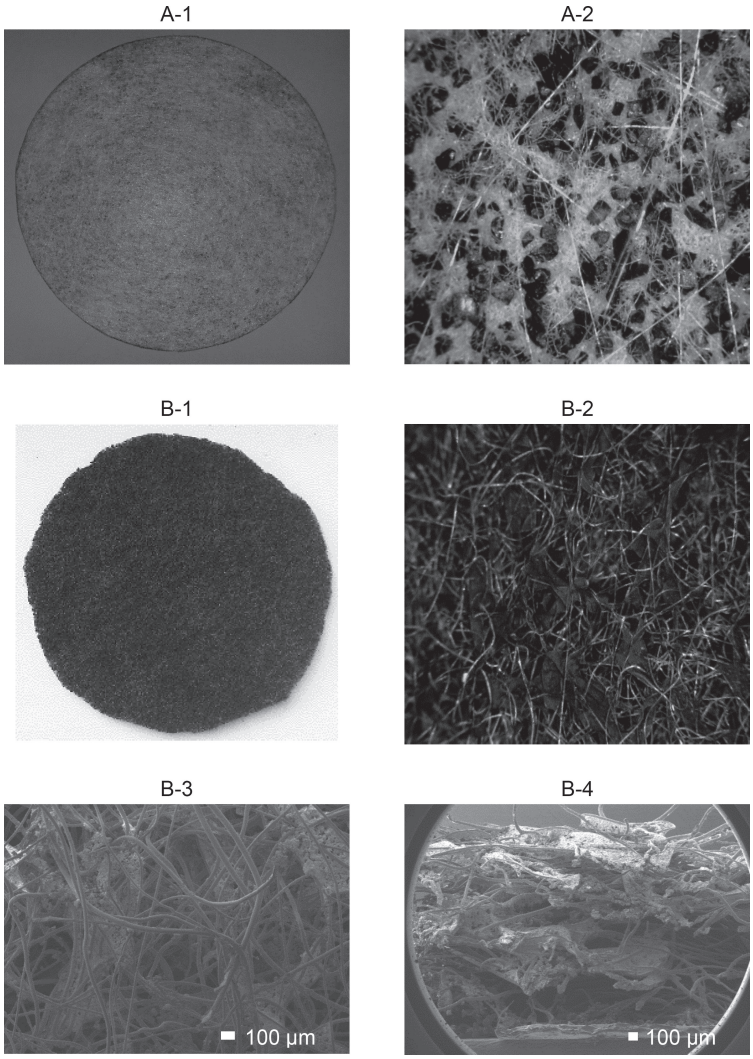


Bild 1. Fotografische Darstellung der adsorptiven Medienronden (A-1, B-1), der Medienstruktur (A-2, B-2) und rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen des Mediums B von der Anströmseite (B-3) und des Querschnittes (B-4).

versität Duisburg-Essen durchgeführt, die Prüfungen nach Teil 2 am Institut für Energie- und Umwelttechnik (IUTA) in Duisburg. In dieser zweiteiligen Studie werden verschiedene Aspekte der praktischen Umsetzung der Vorgaben insbesondere auch im Hinblick auf die sicherheitstechnischen Aspekte und die Durchführbarkeit dargestellt. Im ersten Teil des Artikels werden dabei Adsorptionsversuche an Filtermedien nach Teil 1 betrachtet.

2 Medien zur Reinigung der Gasphase: Experimentelle Umsetzung der DIN EN ISO 10121-1

Die Adsorptionsleistung und -kapazität von Medien zur Reinigung der Gasphase (GPACM: Gas Phase Air Cleaning Media) wird aus Durchbruchsversuchen ermittelt. Der Prüfling in Form einer Ronde wird mit einer definierten Temperatur und relativen Feuchte (23 ± 0,5 °C und 50 ± 3 % r. F.) durchströmt, der Luftvolumenstrom enthält das Prüfgas mit konstanter Konzentration c_{ein} (Rohgasseite). Die Konzentration des Prüfgases wird in Strömungsrichtung sowohl vor (c_{ein}) als auch hinter dem Prüfling c_{aus} (Reingasseite) während der Versuchsdurchführung gemessen. Mithilfe einer Massenbilanz wird die abgeschiedene Masse des Prüfgases berechnet, die bezogen auf die eingesetzte Sorbensmasse die spezifische Kapazität des Prüflings beschreibt. Die Ergebnisse von Durchbruchsversuchen werden üblicherweise als relativer Durchbruch P (c_{aus} bezogen auf c_{ein}) über der Versuchszeit dargestellt. Abweichend davon wird im Prüfbericht nach DIN EN ISO 10121 die Reinigungsleistung E = 1 – P verwendet. Prüfparameter sind die Reinigungskapazität, die Restbeladung nach Desorption und der Druckabfall. Für die vereinfachte Vergleichsprüfung werden als Testsubstanzen Toluol (VOC, flüchtige organische Verbindung), SO_2 (Säure) und NH_3 (Base) vorgegeben. Im Anhang von Teil 1 der DIN EN ISO 10121 werden weitere Prüfgase vorgeschlagen, z. B. n-Butan, Ozon und NO_x. Als Volumenkonzentrationen für allgemeine Vergleichsprüfungen von Medien werden 9 oder 90 ppm in der Gasphase vorgeschlagen. Diese Werte sind um Größenordnungen höher als die Konzentrationen, die üblicherweise in der Innenraumluft tatsächlich vorliegen. Ziel bei der Festlegung der Konzentrationen ist es, die Prüfdauer und damit die Kosten der Filterprüfung deutlich zu verringern. Im Rahmen der Vergleichsprüfung von Medien soll in einem Zeitraum zwischen einer Stunde und zwölf Stunden ein Durchbruch von ≥ 50 % erreicht werden. Zur Bestimmung der Adsorptionskapazität wird insbesondere für die Physisorption (z. B. von Toluol) die niedrigere der beiden Konzentrationen empfohlen.

Nach DIN EN ISO 10121-1 werden drei Typen von adsorptiven Filtermedien festgelegt: GPACM-LF (Partikel verschiedener Form und Größe, z. B. für lose Füllanwendungen), GPACM-FL (Flachfiltermedien) und GPACM-TS (dreidimensionale Strukturen, z. B. Monolithe, die um ein Vielfaches dicker sind als Flachfiltermedien). Die Flachfiltermedien bestehen meist aus Vlies- oder Gewebeschichten, zwischen denen das Sorbens als dünne Granulatschicht vorliegt (**Bild 1**). Als Sorbens wird überwiegend Aktivkohle eingesetzt, die für einige Anwendungen speziell ausgerüstet wird. Des Weiteren sind auch Medien kommerziell erhältlich, die aus Polymerfasern mit Clustern aus Aktivkohle und Bindemittel innerhalb der Fasermatrix bestehen (Bild 1, B-1 bis B-4).

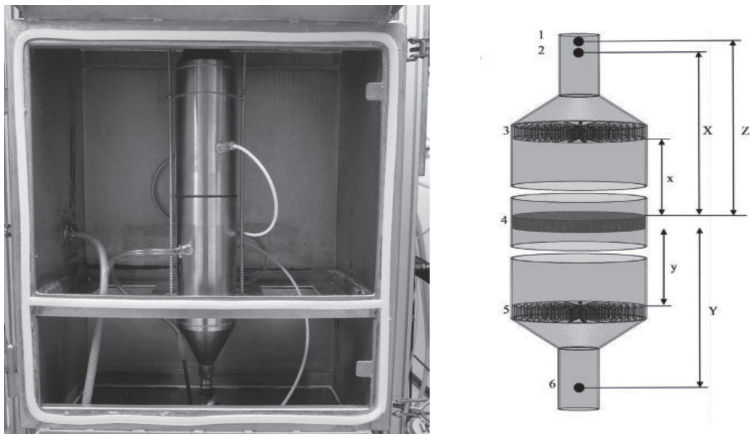


Bild 2. Foto des Adsorbers im Prüfkanal (links) und schematische Darstellung aus der Norm DIN EN ISO 10121-1 (rechts).

Copyright Springer-VDI-Verlag GmbH & Co. KG, Düsseldorf

Bild 3. Medienhalter des Adsorbers.

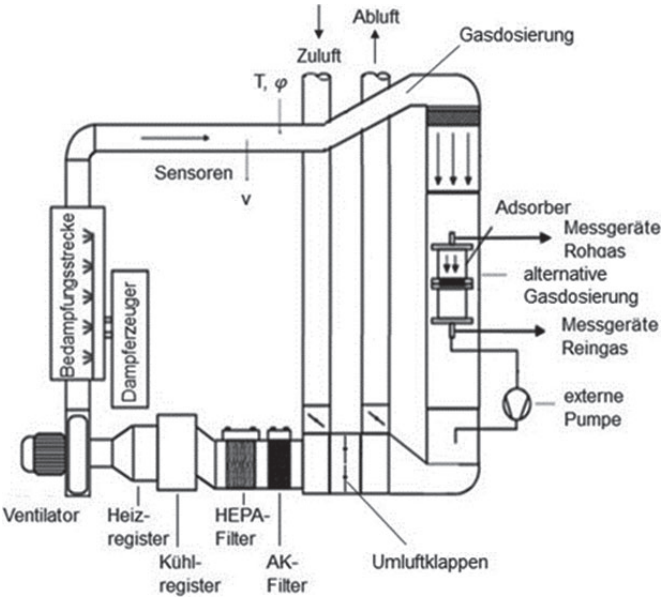


Bild 4. Schematische Darstellung des modifizierten Kfz-Filterprüfstands mit Adsorber in der Prüfkammer, HEPA-Filter: High Efficiency Particulate Air Filter, Hochleistungspartikelfilter.

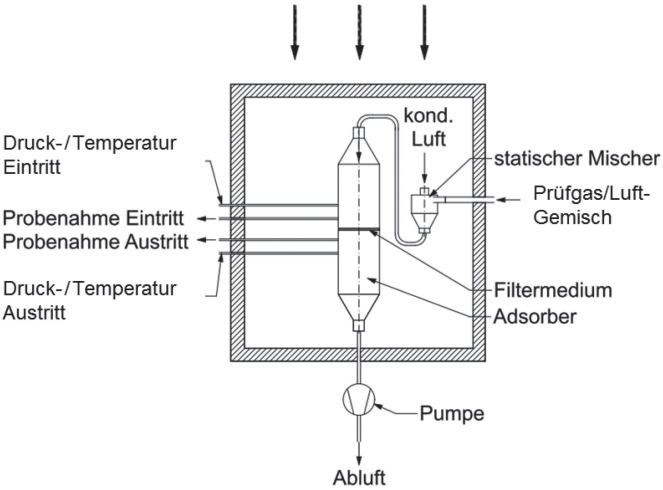


Bild 5. Schematische Darstellung der Prüfgaszufuhr in den statischen Mischer innerhalb der Prüfkammer.

2.1 Versuchsaufbau und Durchführung

Die Durchbruchsversuche an Flachfiltermedien wurden an Ronden mit 100 cm² Filterfläche in einem Adsorber mit 113 mm Innendurchmesser (**Bild 2**) durchgeführt. Die Medienronden waren dabei auf einem Medienhalter fixiert (**Bild 3**). Bei den hier beschriebenen Versuchen war der Adsorber in der Prüfkammer eines erweiterten Prüfstands zum Test von Kfz-Innenraumfiltern platziert (**Bild 4**). Durch diese Vorgehensweise wurden die klimatechnischen Aggregate des Prüfkanals nach DIN 71460 [3] genutzt, d. h., es konnten unterschiedliche Temperaturen und relative Feuchten über einen langen Zeitraum konstant gehalten werden.

Die Prüfgaszufuhr in die Prüfkammer konnte auf zwei Arten erfolgen. Zum einen gab es die Möglichkeit einer Dosierung des Prüfgases in den Kanal an der in Bild 4 gekennzeichneten Stelle („Gasdosierung"). Diese Art der Dosierung eignete sich für Medientests im Adsorber bei geringen Konzentrationen sowie bei Gasen mit geringer Reaktivität bzw. Toxizität (n-Butan). Bei Versuchen mit höheren Konzentrationen sowie mit toxischen (Toluol) und reaktiven Gasen (SO_2, NO_2 und O_3) erfolgte die Prüfgasdosierung in den statischen Mischer unmittelbar vor dem Adsorber („alternative Gasdosierung" in Bild 4). Der schematische Versuchsaufbau bei der Dosierung in den statischen Mischer vor dem Adsorber ist in **Bild 5** dargestellt.

Der Testvolumenstrom für die Medien-Durchbruchstests wurde mit einer Pumpe, die in Strömungsrichtung hinter dem Adsorber platziert war, realisiert. Angesaugt wurden konditionierte Luft aus dem Kfz-Innenraumfilter-Prüfstand sowie das jeweilige Prüfgas oder Prüfgas-Luft-Gemisch über einen statischen Mischer. Die Bereitstellung der jeweiligen Prüfgase war je nach Substanz unterschiedlich und wird in den folgenden Unterabschnitten detailliert erläutert. Sowohl die roh- als auch die reingasseitige Konzentrationsbestimmung der Testsubstanzen erfolgte nach Probenahme vor und hinter der Medienronde mithilfe entsprechender Gasanalysatoren. Vor jedem Versuch wurde eine Kalibrierung der verwendeten Analysengeräte durchgeführt. Der weitere Ablauf der Versuchsvorbereitung und -durchführung ist beispielhaft anhand der Konzentrationsverläufe von n-Butan in **Bild 6** dargestellt. Zunächst erfolgte eine Testdosierung ohne Filtermedium. Diese sollte zum einen dazu dienen, den gewünschten Konzentrationswert einzustellen bzw. zu kontrollieren. Zum anderen wurden die Werte der roh- und reingasseitigen Gasanalysatoren verglichen. Das Konzentrationsverhältnis der Rein- zur Rohgasseite sollte dabei nach der DIN EN ISO 10121 $c_{aus}/c_{ein} = 1 \pm 0{,}02$ betragen.

Normkonform dürfen die Versuche nur bei stationären Bedingungen bezüglich Temperatur (23 ± 0,5 °C) und relativer Feuchte (50 ± 3 % r. F.) durchgeführt werden. Sind diese erreicht, wird der mit einem Filtermedium versehene Adsorber zunächst mit prüfgasfreier, konditionierter Luft durchströmt, bis ein Temperatur- und Feuchtegleichgewicht über dem Medium vorliegt. In Vorversuchen wurde ermittelt, dass für die hier untersuchten Medien eine Konditionierungsdauer von 15 Minuten ausreicht. Im Anschluss wurde mit der Prüfgasdosierung begonnen. Die Tests erfolgten meist bis zum vollständigen Durchbruch (d. h., die reingasseitige Prüfgaskonzentration entspricht der rohgasseitigen) und mithilfe einer Massenbilanz über dem Filtermedium wurde die Kapazität bei der jeweils untersuchten Konzentration bestimmt. Um das Desorptionsverhalten des untersuchten Mediums zu ermitteln, konnte im Anschluss an den Adsorptionsversuch die Prüfgasdosierung

Copyright Springer-VDI-Verlag GmbH & Co. KG, Düsseldorf

abgeschaltet werden, die übrigen Parameter wurden beibehalten.

2.2 Versuche mit den Kohlenwasserstoffen n-Butan und Toluol

Die Bereitstellung des Prüfgases erfolgte je nach Gas auf unterschiedliche Weise. Das Prüfgas n-Butan wurde einer Gasflasche entnommen und mithilfe eines Massenflussreglers in definierter Menge dem Luftvolumenstrom des modifizierten Kfz-Filterprüfstands zugeführt. Da Toluol bei Raumtemperatur in flüssigem Zustand vorliegt, fand die Bereitstellung des Toluols unter Verwendung einer Waschflasche statt, die von Luft durchströmt wurde. Die Luft wurde dabei einer Druckluftleitung entnommen und der Volumenstrom mit einem Massenflussregler reguliert. Um zudem einen konstanten Dampfdruck des Toluols zu gewährleisten, wurde die Waschflasche in einem Wasserbad temperiert. Hierzu wurde ein Thermostat verwendet, das die Temperatur des Wasserbads auf 21,5 °C regelte. Da diese Temperatur unterhalb der Labortemperatur lag, wurde eine Kondensation des Toluols in den Zuleitungen des Prüfkanals vermieden.

Für die Versuche mit Kohlenwasserstoffen wurden zwei Flammenionisationsdetektoren (FIDs) der Fa. Bernath Atomic als Messgeräte verwendet. Diese wurden vom Hersteller gegenüber der Serie modifiziert, um die Untergrenze des Messbereichs auf ca. 0,1 ppm zu verschieben. Das Messprinzip beruht darauf, dass das Messgas einer Wasserstoffflamme zugeführt wird, die sich zwischen zwei Elektroden befindet. Bei der Verbrennung von Kohlenwasserstoffen in dieser Flamme entsteht als Folge der Verbrennung im elektrischen Feld ein Ionenstrom, der messtechnisch erfasst wird. Dieser Strom ist nahezu proportional zur Anzahl der Kohlenstoffatome des verbrannten Moleküls pro Zeiteinheit [6]. Beachtet werden muss, dass bei der Konzentrationsmessung mit einem FID alle Kohlenwasserstoffe im Messsignal erfasst werden und z. B. nicht zwischen n-Butan und Methan differenziert wird.

Wird der FID mit Umgebungsluft als Trägergas des Prüfgases betrieben, muss bei der Prüfgasdosierung berücksichtigt werden, dass die Luft andere Kohlenwasserstoffe, z. B. Methan (CH_4), enthalten kann. Die Konzentration von Methan in der Außenluft liegt relativ konstant zwischen 1,7 und 1,9 ppm. Experimentell überprüft wurde, dass Methan bei den gegebenen Bedingungen und Adsorbentien nicht adsorbiert wird. Daher wurde vor jedem Versuch die Hintergrundbelastung des Trägerluftstromes bestimmt und bei der Dosierung des Testgases durch eine rechnerische Korrektur des Messsignals berücksichtigt. Den Einfluss der Korrektur auf die ermittelte Adsorptionsleistung verdeutlicht **Bild 7**.

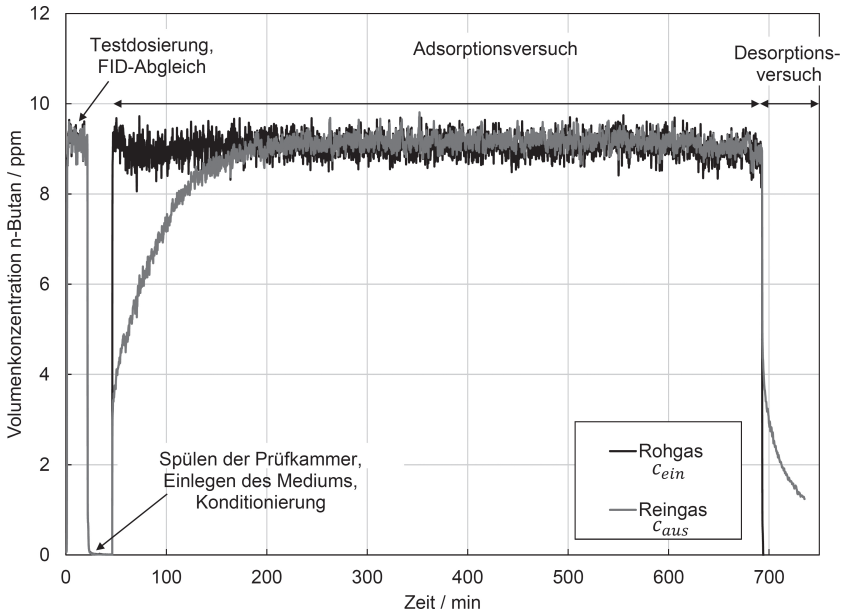


Bild 6. Repräsentative Konzentrationsverläufe von n-Butan auf der Roh- und Reingasseite während der Versuchsvorbereitung und Versuchsdurchführung an einem Aktivkohlefiltermedium (c_{ein} = 9 ppm n-Butan, 23 °C, 50 % r. F.).

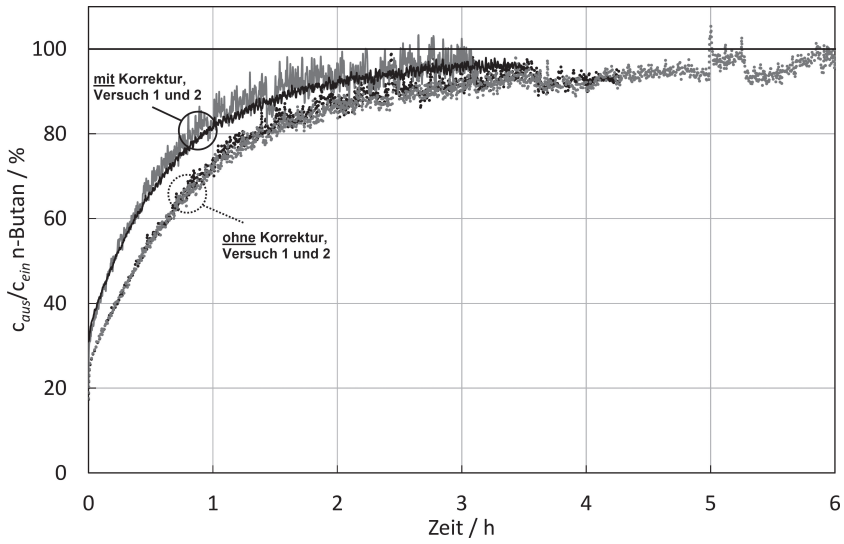


Bild 7. Durchbruchskurven für n-Butan am Medium A mit und ohne Methankorrektur (Sollkonzentration c_{ein} = 9 ppm, 23 °C, 50 % r. F., 5,5 cm/s).

2.3 Versuche mit SO_2

Die Bereitstellung von SO_2 erfolgte in Analogie zur n-Butan-Dosierung aus einer Gasflasche über einen Massenflussregler. Die Dosierung wurde dabei insbesondere bei der höheren Konzentration (90 ppm) über einen statischen Mischer direkt in den Adsorber vorgenommen. Die Messung der Konzentrationen auf der Roh- und Reingasseite fand mit zwei extraktiv arbeitenden Gasanalysatoren der Fa. Environnement S.A. (Typ AF 21M) nach dem Prinzip der Chemilumineszenz statt. Die Probenahme erfolgte identisch zu den Adsorptionsversuchen mit Kohlenwasserstoffen an den entsprechenden Stutzen des Adsorbers.

2.4 Versuche mit Ozon

Die Dosierung von Ozon fand mittels eines Ozongenerators der Fa. Anseros statt. Dabei wurde ein definierter Druckluftvolumenstrom durch eine Kammer geleitet, in der durch eine elektrische Spannung Koronaentladungen her-

Copyright Springer-VDI-Verlag GmbH & Co. KG, Düsseldorf

vorgerufen werden. Diese führen dazu, dass aus dem Sauerstoff (O_2) der Druckluft Ozon (O_3) generiert wird. Da Ozon stark reaktiv ist und Bauteile der Versuchsvorrichtung wie Elastomere (Gummidichtungen) schädigen kann, erfolgte die Ozondosierung direkt in den statischen Mischer vor dem Adsorber. Die Messung der Ozonkonzentration wurde mithilfe zweier Messgeräte der Fa. API (Modell 400) auf der Rohgasseite und eines Messgerätes der Fa. Environnement S.A. (Typ 42M) auf der Reingasseite gemessen. Beide Detektoren basieren auf dem Messprinzip der UV-Absorption.

2.5 Versuche mit NO_2

Bei Versuchen mit NO_2 ist die Gasbereitstellung komplizierter als bei den bisher genannten Prüfgasen. Der schematische Aufbau kann der Veröffentlichung von *Sager* und *Schmidt* [7] entnommen werden. Das NO_2 wurde einer beheizten (etwa 35 °C) Gasflasche entnommen und die Dosierrate über einen Massenflussregler eingestellt. In der Gasflasche befand sich ein Gemisch aus NO_2 und dem Dimer N_2O_4. Durch die Erwärmung der Gasflasche verschob sich zum einen das Gleichgewicht zwischen NO_2 und N_2O_4 in Richtung des NO_2. Des Weiteren wurde der Dampfdruck des Gemisches infolge der Flaschenbeheizung erhöht. Um eine Kondensation des NO_2-N_2O_4-Gemisches in den Rohrleitungen zu vermeiden, wurden diese über die gesamte Länge beheizt, ebenso wie der Massenflussregler. Zwischen dem NO_2-Massenflussregler und der Einspeisung in den Filterprüfstand wurde das NO_2-N_2O_4-Gemisch mittels Druckluft stark verdünnt. Die Regelung des Druckluftmassenstroms erfolgte ebenfalls über einen Massenflussregler. Infolge der starken Verdünnung konnte davon ausgegangen werden, dass nur noch NO_2 und kein N_2O_4 in dem Prüfgas-Luft-Gemisch vorhanden war. Auf eine Beheizung der Rohrleitungen nach der Verdünnung mit Druckluft konnte verzichtet werden. Für die Messung der roh- und reingasseitigen NO_x-Konzentrationen wurden zwei Messgeräte der Fa. Environnement S.A. (Typ 31M) verwendet. Das Messprinzip basiert auf Chemilumineszenz.

2.6 Sicherheitstechnische Gesichtspunkte

Die Dosierung von Gasen unmittelbar in den statischen Mischer vor dem Adsorber hatte den Vorteil, dass bei möglichen Leckagen die aus dem Adsorber und der Versuchsperipherie austretenden Gase durch den Volumenstrom von beispielsweise 300 m³/h im Prüfkanal erheblich verdünnt wurden. Außerhalb des Prüfkanals wurde eine Gaswarnanlage für SO_2, NH_3, NO, NO_2 und H_2S eingerichtet. Hier erfolgt zunächst ein Voralarm beim Überschreiten eines Schwellwertes unterhalb des MAK-Wertes, beim Überschreiten des MAK-Wertes wird automatisch die Prüfgaszufuhr pneumatisch unterbrochen. Bei Versuchen mit Kohlenwasserstoffen wurden die Konzentrationen mit mobilen Sensoren kontrolliert. Das Sicherheitskonzept umfasste weiterhin Alarmleuchten bei einer Unterbrechung der allgemeinen Laborlüftung oder der Zuluft für den Prüfkanal. Die prüfgasbeladene Abluft wurde, um Quervermischungen mit anderen Laboren im gleichen Gebäude zu verhindern, nicht in die allgemeine Abluftanlage des Gebäudes eingeleitet, sondern separat über das Dach des Gebäudes abgeführt. Die Prüfgase wurden in getrennten Gasflaschenschränken für brennbare, brandbeschleunigende und giftige Substanzen vorgehalten, deren Lüftung unabhängig überwacht wurde.

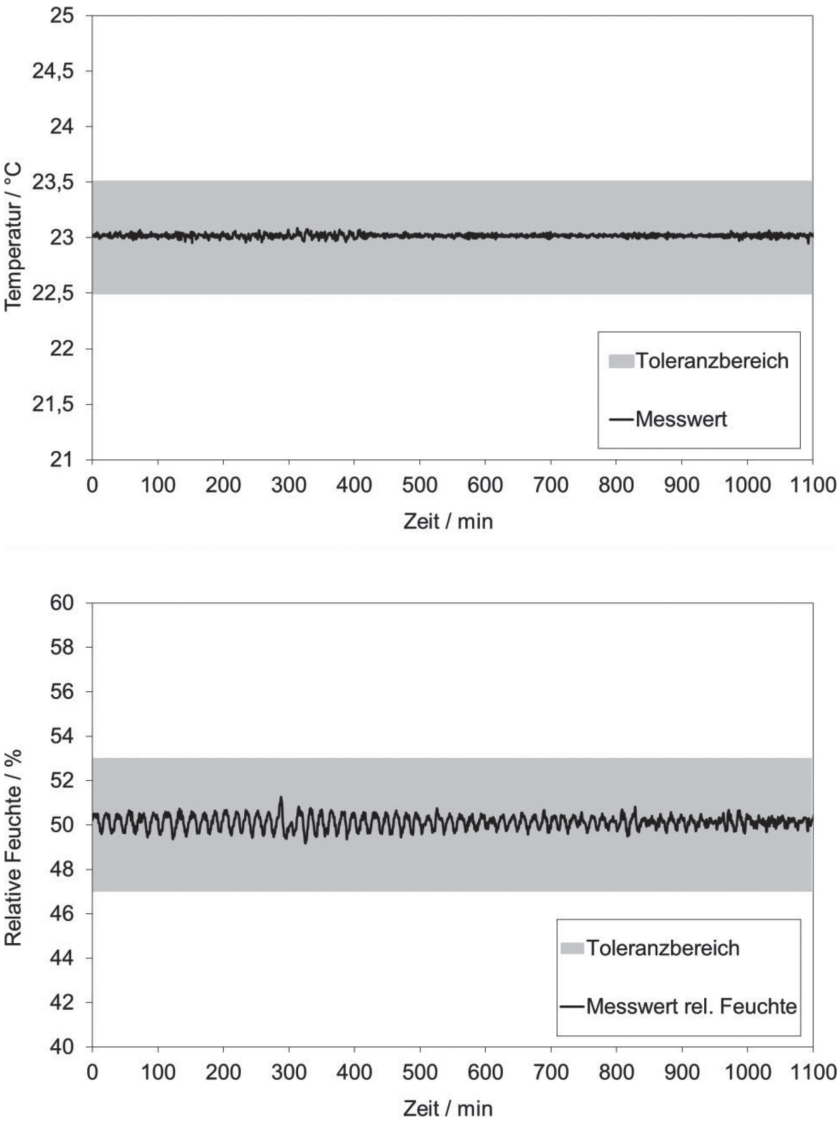


Bild 8. Vergleich der Temperatur (oben) und der relativen Feuchte der konditionierten Luft (unten) mit dem jeweiligen Toleranzbereich laut DIN EN ISO 10121.

3 Ergebnisse und Diskussion der Versuche nach Norm

Exemplarisch werden die Ergebnisse von Versuchen mit fünf verschiedenen Prüfgasen an zwei kommerziell erhältlichen physisorptiven Flachfiltermedien (Medium A und Medium B) sowie einem Filtermedium mit imprägnierter Aktivkohle (Medium C) dargestellt und diskutiert. Zunächst wird jedoch auf die Konstanz der Versuchsbedingungen eingegangen.

Copyright Springer-VDI-Verlag GmbH & Co. KG, Düsseldorf

3.1 Konditionierte Luft

Wie bereits dargestellt, müssen für die Versuchsdurchführung laut DIN EN ISO 10121 konstante Bedingungen bezüglich der Temperatur (23 ± 0,5 °C) und der relativen Feuchte der konditionierten Luft (50 ± 3 % r. F.) gewährleistet sein. Diese Bedingungen sind im Prüfbericht aufzuführen. In **Bild 8** sind repräsentative Verläufe der Temperatur und der relativen Feuchte über der Dauer eines Versuches mit den normativen Vorgaben hinsichtlich der zulässigen Abweichung der beiden Parameter dargestellt. Am modifizierten Prüfstand für Kfz-Innenraumfilter ist die durch die Norm empfohlene Konstanz der Parameter Temperatur und relative Luftfeuchte über die Versuchsdauer zu gewährleisten.

3.2 Dosierung der Prüfgase

Zur Veranschaulichung der Dosierkonstanz ist in **Bild 9** exemplarisch die Rohgaskonzentration des n-Butans über der Versuchsdauer dargestellt. Zu erkennen ist, dass bei einer Rohgaskonzentration von 9 ppm der normativ vorgegebene Toleranzbereich, der ± 5 % unabhängig von der Konzentration beträgt, teilweise geringfügig überschritten wurde. Die Schwankungen der Rohgaskonzentration lassen sich auf zeitliche Änderungen des Volumenstroms im Prüfstand zurückführen (wenn die Dosierung in den Kanal und nicht direkt in den statischen Mischer unmittelbar vor dem Adsorber erfolgt). Zudem kam ein Massenflussregler zum Einsatz, der ursprünglich für Versuche nach DIN 71460-2 (80 ppm Sollkonzentration) eingesetzt wurde. Für die Experimente bei 9 ppm wurde der Massenflussregler unterhalb von 10 % des Regelbereichsendwertes, mit entsprechender Regelabweichung, betrieben.

In **Bild 10** ist der Bereich der Testdosierung aus Bild 9 in zeitlich höherer Auflösung dargestellt. Es ist zu erkennen, dass die mittels der FID gemessenen Konzentrationen auf der Roh- und Reingasseite ohne ein verbautes Filtermedium im relevanten Konzentrationsbereich von 9 ppm nahezu identisch sind. Das Konzentrationsverhältnis von Reingas- zu Rohgasseite c_{aus}/c_{ein}, überschritt jedoch auch einige Male den Bereich von (1 ± 0,02), den die Norm vorgibt.

3.3 Versuchsergebnisse für Kohlenwasserstoffe

In Bild 7 wurden bereits die Durchbruchskurven mit 9 ppm n-Butan am Medium A dargestellt. **Bild 11** zeigt die Messergebnisse mit 9 ppm Toluol an Ronden des gleichen Mediums A und zudem am Medium B. Medium B wurde sowohl in einfacher als auch doppelter Lage getestet. Es wurde eine gute Reproduzierbarkeit der Durchbruchs-

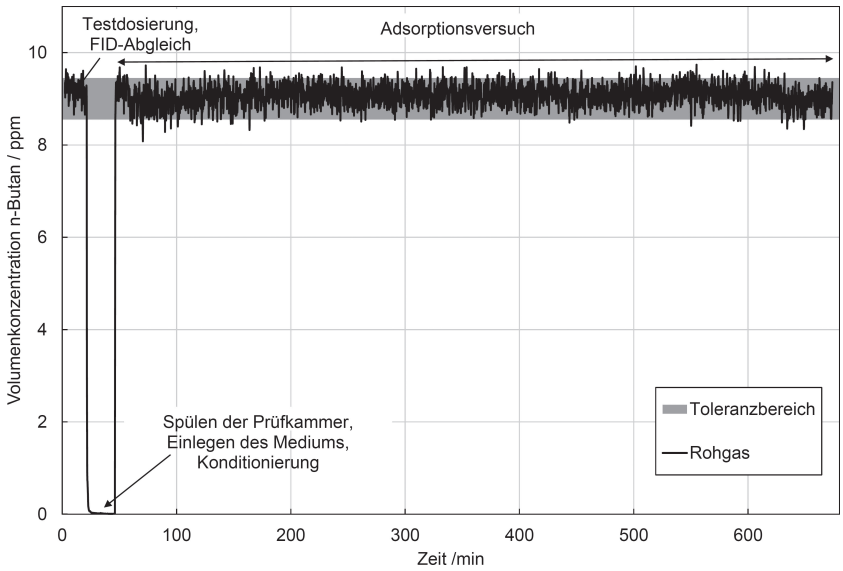


Bild 9. Rohgaskonzentration des n-Butans während der Versuchsvorbereitung und Versuchsdurchführung sowie der Toleranzbereich nach DIN EN ISO 10121.

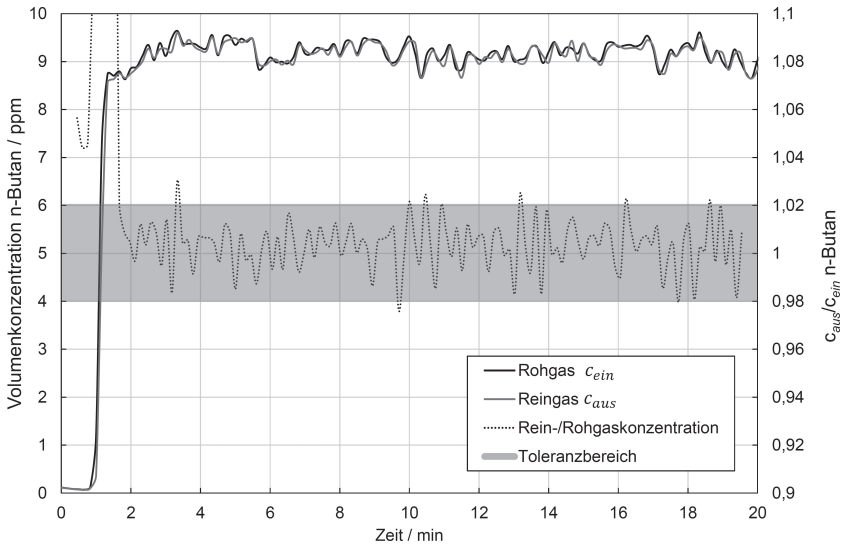


Bild 10. Vergleich der Roh- und Reingaskonzentrationen des n-Butans während der Testdosierung.

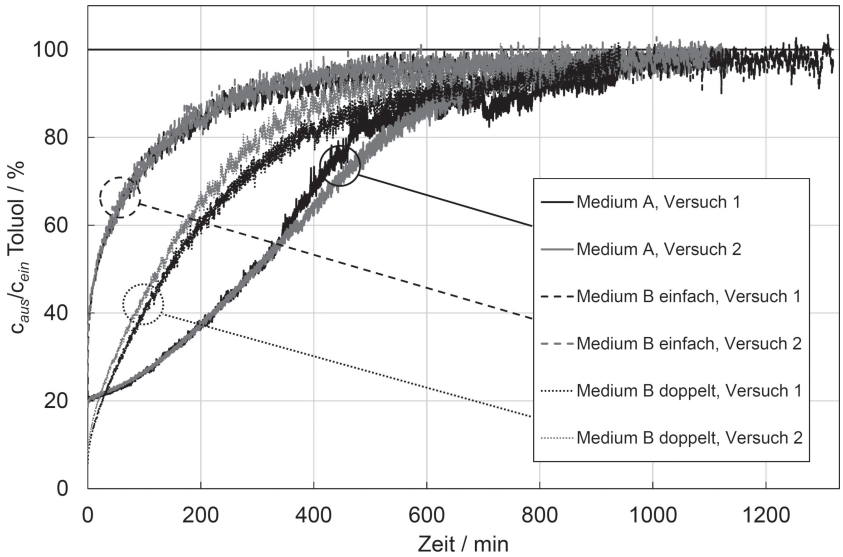


Bild 11. Durchbruchskurven Toluol am Medium A und Medium B (c_{ein} = 9 ppm, 23 °C, 50 % r. F., 5,5 cm/s).

Copyright Springer-VDI-Verlag GmbH & Co. KG, Düsseldorf

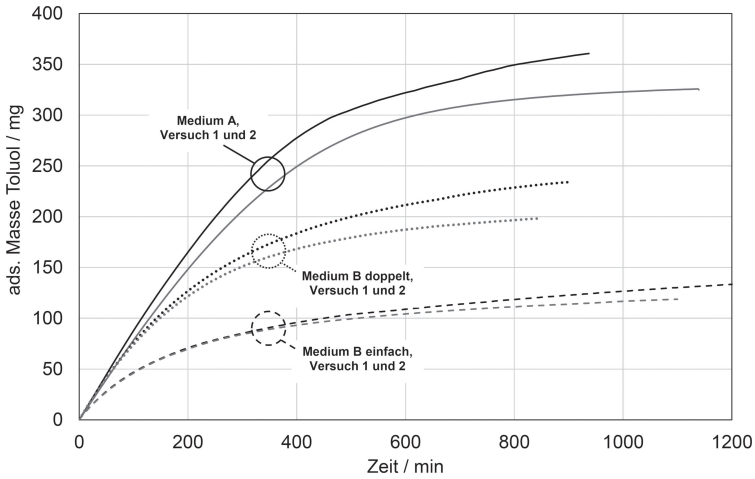


Bild 12. Adsorbierte Toluolmasse bei Versuchen am Medium A und Medium B (c_{ein} = 9 ppm, 23 °C, 50 % r. F., 5,5 cm/s).

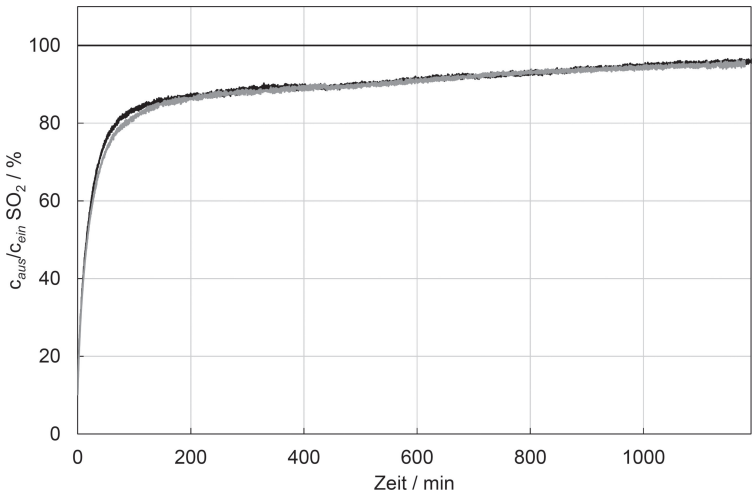


Bild 13. Durchbruchskurven SO_2 am Medium C (c_{ein} = 9 ppm, 23 °C, 50 % r. F., 20 cm/s).

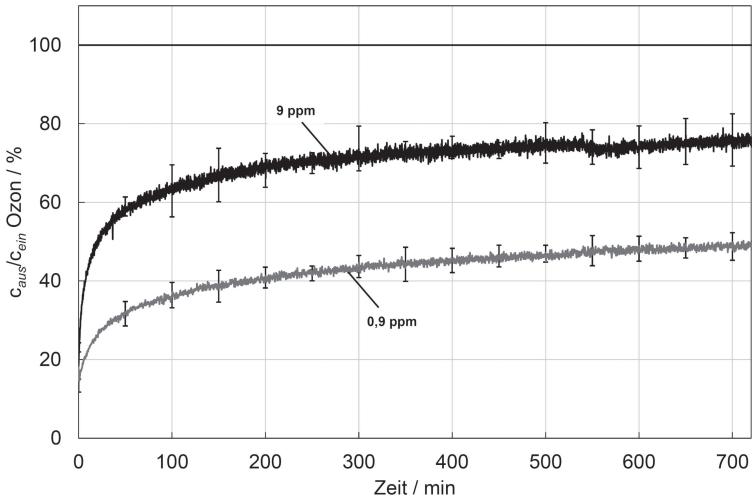


Bild 14. Durchbruchskurven Ozon am Medium A (c_{ein} = 9 und 0,9 ppm, 23 °C, 50 % r. F., 5,5 cm/s).

kurven erzielt, wobei diese wesentlich von der Auswahl geeigneter Medienronden abhängt. Da auch innerhalb einer Charge des Mediums (d. h. einer Rolle) das Adsorbens nicht überall homogen verteilt ist, sollte nach der Medienpräparation überprüft werden, ob die Medienronden annähernd das gleiche Gewicht aufweisen. Im Anhang der DIN EN ISO 10121 wird das Verfahren zur Präparation repräsentativer Medienronden beschrieben.

Bild 11 zeigt den Initialdurchbruch von Toluol durch Medium A von etwas mehr als 20 %, bei Medium B als einfache Lage ist der Initialdurchbruch annähernd doppelt so hoch. Zurückzuführen ist dieser relativ hohe Initialdurchbruch auf die Beschaffenheit der Medien. Sowohl das Medium A als auch B weisen im Vergleich zu einer Schüttung nur eine geringe Dicke und somit eine geringe Verweilzeit des Prüfgases innerhalb des Mediums auf (mittlere Verweilzeiten: $\tau_A = 0{,}03$ s und $\tau_B = 0{,}11$ s) und haben einen hohen Lückengrad. Es liegen somit Bereiche in den Medien vor, in denen sich kein Adsorbens befindet (Bild 1). Beim Durchströmen der Medien kommt folglich ein Teil der Prüfgasmoleküle nicht in Kontakt mit der Aktivkohle, woraus ein gewisser Initialdurchbruch resultiert. Da dieser insbesondere bei Medium B (einfache Lage) ausgeprägt war, wurden zusätzlich Durchbruchsversuche mit dem Medium B als doppelte Lage durchgeführt und der Initialdurchbruch dementsprechend gesenkt.

Mithilfe einer Massenbilanz wurde aus den Durchbruchskurven die adsorbierte Masse als Funktion der Versuchszeit berechnet (**Bild 12**). Durch Bezug auf die Sorbensmasse in der Medienronde kann die massenspezifische Kapazität des Adsorbens ermittelt werden. Werden die Versuche bis zum vollständigen Durchbruch von 100 % durchgeführt, steht die ermittelte Kapazität im Gleichgewicht zur Konzentration des Testgases. Die Medienronden B in einfacher Lage weisen die geringsten absoluten adsorbierten Massen auf und die Medienronden A die höchsten.

3.4 Versuchsergebnisse für SO_2

Die Versuche mit SO_2 wurden an einem hierfür speziell imprägnierten Aktivkohlefiltermedium (Medium C) vorgenommen. Die Ergebnisse sind in **Bild 13** dargestellt. Die Durchbruchskurven zeigen ein typisches Sorptionsverhalten von SO_2 an chemisorptiven Medien mit zwei charakteristischen Bereichen. Auf einen steilen Anstieg der SO_2-Durchbruchskurven folgt ein Anstieg mit geringerer Steigung. Die auftretenden Sorptionsmechanismen sind abhängig von den Eigenschaften der Aktivkohle und des Imprägniermittels. Zudem kommt der Anwesenheit von adsorbiertem Wasser eine Bedeutung im Sorptionsprozess durch mögliche Absorption und Reaktion des gut wasserlöslichen SO_2 (112,7 g/l bei 20 °C [8]) zu schwefliger Säure (H_2SO_3) zu.

3.5 Versuchsergebnisse für Ozon

In **Bild 14** sind die Durchbruchskurven von Ozon bei Testgasvolumenanteilen von 9 ppm (nach Anhang der Norm DIN EN ISO 10121-1 [1]) und 0,9 ppm (nach Anhang der DIN EN ISO 10121-2 [2]) am Medium A dargestellt. Dabei handelt es sich um Mittelwerte aus jeweils drei Versuchen mit entsprechender Streuung. Bei 9 ppm erfolgt der Durchbruch erwartungsgemäß schneller als bei 0,9 ppm. Im Rahmen des Forschungsprojektes wurden die Versuche bei beiden Konzentrationen praktisch umgesetzt und die niedrigere Ozonkonzentration von

Copyright Springer-VDI-Verlag GmbH & Co. KG, Düsseldorf

0,9 ppm für geeigneter im Vergleich zu 9 ppm erachtet. Ein wesentlicher Grund ist die stark oxidative Wirkung des Ozons, die zu einer Schädigung von Elastomeren und anderen Werk- und Dichtstoffen führen kann. Als Beispiel sei die Pumpenmembran eines Ozonanalysators genannt, die im Rahmen der Studie nach einigen Versuchen mit 9 ppm gerissen war und ausgetauscht werden musste. Da alle untersuchten Medien dieser Studie jedoch auch bei 0,9 ppm ausreichend beansprucht wurden, um einen signifikanten Durchbruch zu detektieren, wäre die Wahl der niedrigeren Konzentration nicht nur für Filter- sondern auch für Medienprüfungen gerechtfertigt.

3.6 Versuchsergebnisse für NO_2

Aufgrund der aktuell diskutierten NO_x-Emissionen werden vermehrt Tests adsorptiver Filter gegenüber Stickoxiden gefordert. Typische Versuchsergebnisse wurden sowohl im Kontext der adsorptiven Kfz-Innenraumfilter im der DIN EN ISO 10121 ähnlichen Konzentrationsbereich von *Sager* und *Schmidt* [7] und kürzlich im Rahmen der Betrachtung des Einflusses von Aktivkohleeigenschaften auf die Adsorption des NO_2 von *Ghouma* et al. [9] veröffentlicht. Ein typisches Ergebnis aus Adsorptionsversuchen mit NO_2 an Aktivkohlefiltermedien zeigt **Bild 15**. Die Durchbruchskurven wurden am Medium C aufgenommen. Ein wesentlicher Aspekt, der bei Versuchen mit NO_2 als Prüfgas beachtet werden sollte und anhand Bild 15 deutlich wird, ist die Tatsache, dass ein Teil des NO_2 auf Aktivkohle zu NO reduziert wird. Die NO-Konzentration stieg zu Versuchsbeginn an (< 60 min) und nahm anschließend ab. Dabei lag über der gesamten Versuchsdauer kein NO im Rohgas vor. NO wird zwar als weniger giftig als NO_2 eingestuft, ist jedoch auch toxisch und somit in der Atemluft nicht wünschenswert. Um Aussagen über das Abscheideverhalten von NO_2 machen zu können, sollte der verwendete Gasanalysator somit neben NO_2 auch NO messen können (NO_x-Analysator). Dementsprechend sollte bei der Medienprüfung neben der NO_2- auch die NO-Konzentration dokumentiert werden.

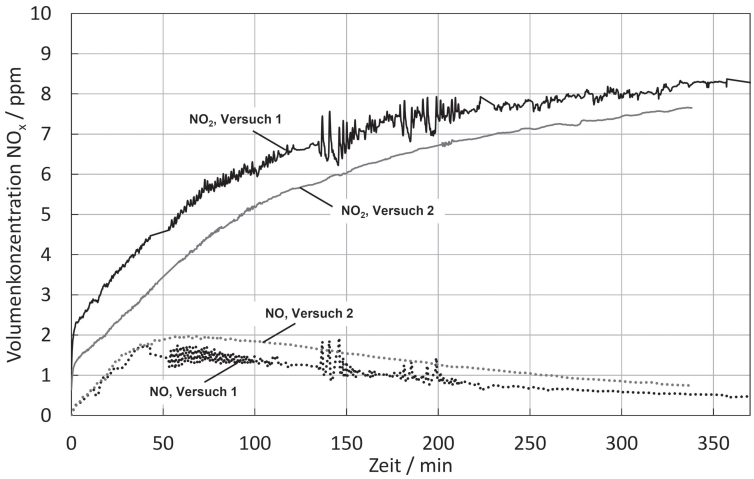
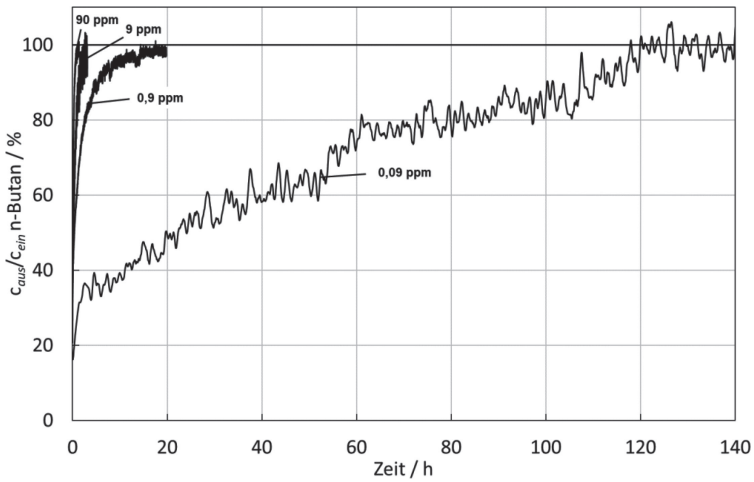


Bild 15. NO_x-Konzentrationsverläufe im Reingas bei Versuchen am Medium C (c_{ein} = 9 ppm NO_2, 23 °C, 50 % r. F., 20 cm/s).



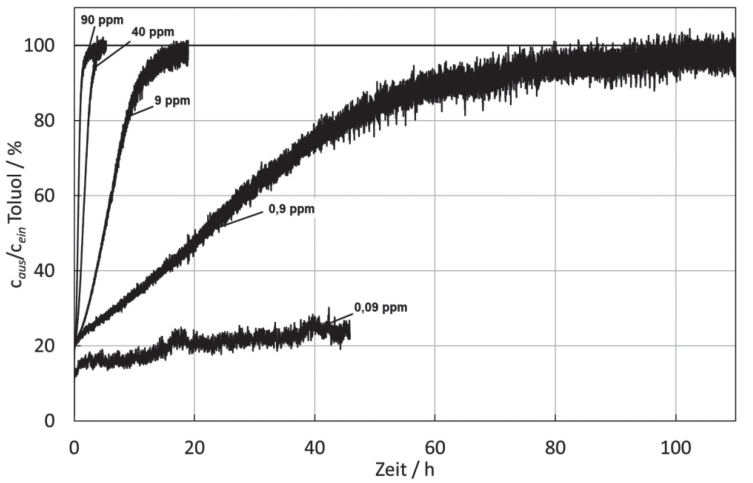


Bild 16. Durchbruchskurven von n-Butan (oben) und Toluol (unten) am Medium A (c_{ein} = 0,09; 0,9; 9; 90 ppm, 23 °C, 50 % r. F., 5,5 cm/s).

4 Versuchsergebnisse bei innenraumrelevanten Konzentrationen

Bild 16 zeigt Durchbruchskurven der Kohlenwasserstoffe n-Butan und Toluol bei normativen (90 und 9 ppm) im Vergleich zu innenraumrelevanten Konzentrationen (0,9 und 0,09 ppm) am Medium A. Zu erkennen ist, dass die Durchbruchskurven mit abnehmender Konzentration erwartungsgemäß flacher werden. Deshalb nimmt die Zeit, um einen bestimmten normierten Durchbruch zu erreichen, mit abnehmender Konzentration zu. Das Erreichen des Gleichgewichtes (vollständiger Durchbruch von 100 %) zur Bestimmung der maximalen Kapazität würde bei Konzentrationen von 0,9 oder 0,09 ppm bei den Experimenten mit Toluol eine hohe Messzeit in Anspruch nehmen. Neben dem zunehmenden zeitlichen Aufwand zur experimentellen Untersuchung im niedrigen Konzentrationsbereich sind entsprechend sensitive Messgeräte erforderlich. So wurden die Durchbruchskurven bei 0,09 ppm am Adsorptionsfilterprüfstand für toxische und nichttoxische Gase und Gasgemische des IUTA in Duisburg mit zwei Protonen-Transfer-Massenspektrometern (PTR-MS) anstelle der FID als Gasanalysatoren gemessen.

Copyright Springer-VDI-Verlag GmbH & Co. KG, Düsseldorf

5 Zusammenfassung, Ausblick und Fazit

In dieser Studie wurde die Vorgaben der DIN EN ISO 10121 (Teil 1) für verschiedene Testgase an Medien praktisch umgesetzt. Hierzu wurden Tests mit den Substanzen Toluol, n-Butan, SO_2, Ozon und NO_2 durchgeführt. Die experimentellen und sicherheitstechnischen Aspekte, die unterschiedliche Bereitstellung der jeweiligen Gase sowie die Messtechnik werden erläutert und diskutiert. Anhand von Durchbruchskurven werden das typische Adsorptionsverhalten unterschiedlicher Substanzen sowie die Bedeutung der Probenauswahl dargestellt. Da die Norm empfiehlt, Medientests bei tatsächlich zu erwartenden Konzentrationen durchzuführen, wird insbesondere auch der Einfluss der Prüfgaskonzentration auf das Testergebnis anhand der Durchbruchskurven von n-Butan und Toluol verdeutlicht.
In der Studie wird gezeigt, dass die DIN EN ISO 10121 sinnvolle und praktisch umsetzbare Vorgaben für die Tests von Filtermedien für raumlufttechnische Anwendungen vorgibt. Es wurde lediglich ein Aspekt ermittelt, der bei der Fortschreibung erneut diskutiert werden sollte: Die Testgaskonzentration von 9 ppm Ozon ist aufgrund der stark oxidierenden Wirkung (Materialschädigung von Dichtungen etc.) problematisch. Eine geringere Prüfgaskonzentration von z. B. 0,9 ppm anstelle der normativ empfohlenen 9 ppm bei Versuchen an Flachfiltermedien würde den technischen Aufwand bei gleicher Aussagekraft reduzieren.
Die Studie zeigt, dass bereits für Medienversuche in kleinem Maßstab ein aufwendiges sicherheitstechnisches Konzept notwendig ist. Die Besonderheiten und Herausforderungen bei Tests von konfektionierten Filtern nach Teil 2 der DIN EN ISO 10121 werden in einer separaten Veröffentlichung dargestellt.
Die beschriebenen Ergebnisse führten zu weiteren Fragen, die zurzeit im Rahmen eines Nachfolgeprojektes untersucht werden. Die Aussagekraft von Tests mit Toluol nach DIN EN ISO 10121 zur Beurteilung der Abscheideleistung gegenüber anderen innenraumrelevanten VOC wird überprüft. Außerdem werden Alterungsvorgänge an Aktivkohlen sowie Möglichkeiten zur Erhöhung der Standzeit von Filtermedien durch In-situ-Regeneration untersucht.

Danksagung

Die IGF-Vorhaben 18516N und 19977N der Forschungsvereinigung Institut für Energie- und Umwelttechnik e. V. (IUTA), Bliersheimer Str. 58-60, 47229 Duisburg werden über die AiF im Rahmen des Programms zur Förderung der industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

Literatur

[1] DIN EN ISO 10121: Methode zur Leistungsermittlung von Medien und Vorrichtungen zur Reinigung der Gasphase für die allgemeine Lüftung – Teil 1: Medien zur Reinigung der Gasphase (GPACM). Berlin: Beuth 2015.
[2] DIN EN ISO 10121: Methode zur Leistungsermittlung von Medien und Vorrichtungen zur Reinigung der Gasphase für die allgemeine Lüftung – Teil 2: Einrichtungen zur Reinigung der Gasphase (GPACD). Berlin: Beuth 2013.
[3] DIN 71460: Straßenfahrzeuge – Luftfilter für Kraftfahrzeuginnenräume – Teil 2: Prüfung der Gasadsorption von Filtern. Berlin: Beuth 2006.
[4] *Adan, O.; Samson, R.*: Fundamentals of mold growth in indoor environments and strategies for healthy living. Utrecht: Wageningen Academic Publishers 2011, S. 283.
[5] „Evaluierung und Optimierung praxisorientierter Prüfprozeduren für adsorptive Filtermedien und Einrichtungen zur Reinigung der Gasphase für die allgemeine Raumlüftung. www.iuta.de/vernetzung/igf-forschungsprojekte/aif-nummer/18516.
[6] *Propos, P.; Pfeifer, T.*: Handbuch der industriellen Meßtechnik. München: R. Oldenbourg 1994, S. 946.
[7] *Sager U.; Schmidt, F.*: Adsorption of nitrogen oxides, water vapour and ozone onto activated carbon. Adsorp. Sci. Technol. 27 (2009) Nr. 2, S. 135-145.
[8] GESTIS-Datenbank: Gefahrstoffinformationssystem der Deutschen Gesetzlichen Unfallversicherung. www.dguv.de/ifa/gestis-stoffdatenbank/index.jsp.
[9] *Ghouma, I.; Jeguirim, M.; Sager, U.; Limousy, L.; Bennici, S.; Däuber, E.; Asbach, C.; Ligotski, R.; Schmidt, F.; Ouederni, A.:* The potential of activated cardbon made of agro-industrial residues in NO_x immissions abatement. Energies 10 (2017) Nr. 10, S. 1508.

Copyright Springer-VDI-Verlag GmbH & Co. KG, Düsseldorf