

KfK 3780
Oktober 1984

Stickstoff-Großflächenzähler mit Gasregeneration

L. Leidner, E. Sadri
Hauptabteilung Sicherheit

Kernforschungszentrum Karlsruhe

Vertical text on the right edge of the page, possibly bleed-through from the reverse side. The text is mostly illegible due to blurring and low contrast.

Faint horizontal text located near the bottom center of the page, likely bleed-through from the reverse side. The text is mostly illegible due to blurring and low contrast.

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE
HAUPTABTEILUNG SICHERHEIT

KfK 3780

STICKSTOFF - GROßFLÄCHENZÄHLER MIT GASREGENERATION

L. Leidner
E. Sadri

Als Manuskript vervielfältigt
Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH
ISSN 0303-4003

Zusammenfassung

In dem Bericht wird ein Stickstoff - Großflächenproportionalzähler mit Gasregeneration zur Messung von Alpha- und Beta- bzw. Gammastrahlung vorgestellt. Im Gegensatz zu den bisher benutzten Durchflußzählern arbeitet der neue Detektor unabhängig von einer externen Gasversorgung. Die Gasverstärkung von Stickstoff bleibt konstant bis zu einer O_2 - Verunreinigung von zwei Prozent. Der durch die unvermeidlichen Leckstellen ins Zählgas eindiffundierende Sauerstoff wird entfernt durch einen aktivierten Katalysator auf Kupferbasis. Eindringende Feuchtigkeit wird an einem Molekularsieb adsorbiert.

Der geschlossene Zähler besteht aus drei Komponenten: dem eigentlichen Detektor, einer Gasreinigungspatrone und einer mechanischen Gasumwälzung.

Der Bericht beschreibt schließlich die Dauerversuche, die mit Prototypen durchgeführt wurden.

NITROGEN LARGE AREA PROPORTIONAL COUNTER WITH GAS REGENERATION

Abstract

In this report a nitrogen large area proportional chamber with gas regeneration is introduced to measure alpha and beta/gamma activities. In contrast to the flow counters used till now the new detector is independent of an external gas supply. The gas amplification factor of nitrogen keeps constant up to an impurity of 2 % of O_2 . Oxygen diffusing through unavoidable leakages into the counting gas is removed by an activated catalyzer using low temperature copper oxidation. Humidity is adsorbed by a molecular sieve.

The closed counter consists of three components: the actual detector, a gas purification cartridge and a gas circulating pump.

Finally the report describes long run experiments being carried out with prototypes.

<u>Inhaltsverzeichnis</u>	<u>Seite</u>
1. Einleitung	1
2. Wahl des Zählgases	1
3. Stickstoff als Zählgas	2
4. Gasreinigung	5
4.1 Sauerstoffabsorption	5
4.2 Eigenschaften des Katalysators R 3-11	5
4.3 Adsorption der Feuchtigkeit	6
5. Diffusionsmessungen	6
6. Detektor	8
7. Gasumwälzung	9
7.1 Minimalkonfiguration	10
7.2 Systeme mit Thermodiffusion	10
7.3 Systeme mit elektromechanischer Gasumwälzung	11
8. Dauerversuche	13
8.1 Kreislauf mit integriertem Ventilator	13
8.2 Kreislauf mit Pumpe	16
8.3 Abschätzung der Sauerstoffdiffusion	16
8.4 Abschätzung der Wasserdampfdiffusion	17
9. Konstruktionsmerkmale des neuentwickelten Stickstoffdetektors	18
10. Literatur	19

Abbildungsverzeichnis

- Abb. 1 Zählrate in Abhängigkeit der Detektorspannung
- Abb. 2 Differentielle Impulshöhenspektren von $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ und ^{14}C
- Abb. 3 Differentielles Impulshöhenspektrum von ^{109}Cd gegen den Nulleffekt
- Abb. 4 Differentielles Impulshöhenspektrum von ^{55}Fe gegen den Nulleffekt
- Abb. 5 Aufnahmekapazität (O_2) als Funktion der Temperatur (2) (Herstellerangaben)
- Abb. 6 Bestimmung der Sauerstoffdurchlässigkeit im Gasdurchfluß
- Abb. 7 Messung im geschlossenen Kreislauf
- Abb. 8 Stickstoffdetektor (von oben)
- Abb. 9 Umwälzung durch Konvektion
- Abb. 10 Gastransport durch Heizung (2. Methode)
- Abb. 11 Gasreinigungspatrone mit integriertem Ventilator
- Abb. 12 Gasumwälzung mit Pumpe
- Abb. 13 Detektor mit Gasreinigungspatrone und Ventilator
- Abb. 14 Zeitliches Verhalten von $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ -Zählrate, Nulleffekt und Gasverstärkung

Tabellenverzeichnis

- Tab. 1 Sauerstoffdurchlässigkeit des Zählers
- Tab. 2 Charakterisierung der Anlage

1. Einleitung

Proportionalzähler haben in der Strahlenschutzmeßtechnik einen großen Anwendungsbereich. Für Kontaminationsmessungen und Bruttoaktivitätsbestimmungen hat sich der Großflächenproportionalzähler durchgesetzt.

Je nach Anwendungsart werden diese Detektoren entweder im Gasdurchfluß oder als dichte, mit einer Gasfüllung versehene Zähler betrieben. Der Nachteil des Durchflußzählers ist seine Abhängigkeit von einer permanenten und in vielen Fällen sehr aufwendigen Gasversorgung. Beim dichten Zähler mit Gasfüllung bestimmen die Leckrate und die Konzentration der auftretenden chemischen Zersetzungsprodukte seine Lebensdauer. Die Gasmultiplikation eines Proportionalzählers hängt stark von der Reinheit des Zählgases ab. Um geringe Leckraten und damit hohe Lebensdauer zu gewährleisten, braucht ein Zähler mit stationärer Füllung so dicke Fenster, daß α -Strahlung nicht mehr gemessen werden kann. Es ist jedoch wünschenswert, von einer Gasversorgung unabhängig zu sein, ohne auf die Nachweismöglichkeit von α -Strahlen verzichten zu müssen.

Ziel des TT-Projektes "Proportionalzähler" war es, einen Detektor zu konstruieren, der über lange Zeiträume wartungsfrei arbeitet. Der entwickelte Detektor ist für den Einsatz als α - und β/γ -Monitor gedacht.

2. Wahl des Zählgases

Da Leckagen des Detektors zwar minimiert, aber nicht grundsätzlich beseitigt werden können, ist eine kontinuierliche Erneuerung des Zählgases notwendig. Füllt man einen Zähler mit einem geeigneten Zählgas, so mischt sich dieses Gas mit Luft infolge der Diffusion durch die unvermeidlichen Leckstellen.

Für ein beliebiges Gas wären deshalb folgende Maßnahmen erforderlich, um die Funktionsfähigkeit des Detektors über lange Zeiträume zu erhalten: Beseitigung der eindiffundierten Luft (Stickstoff, Sauerstoff, Luftfeuchtigkeit) und Ergänzung des durch die Leckstelle teilweise ausgeströmten

Zählgas. Beide Forderungen mit einer einfachen Technologie, aber ohne Flaschengasversorgung zu erfüllen, ist problematisch.

Da Luft praktisch unbegrenzt zur Verfügung steht, ist es naheliegend, sie oder den Stickstoff der Luft als Zählgas zu verwenden. Sauerstoff ist aufgrund seiner elektrochemischen Eigenschaften als Zählgas ungeeignet. Deshalb konzentrierten sich die ersten Arbeiten auf Untersuchungen von Stickstoff-Sauerstoff-Gemischen bis in die Höhe des Luftsauerstoffgehaltes. Dadurch wurde die maximal vertretbare O_2 -Konzentration im Stickstoff für die Benutzung als Zählgas ermittelt; sie liegt bei ca. 2 %.

Daraus entwickelte sich das Konzept eines dichten, mit Stickstoff gefüllten Zählers. Da der in den Detektor eindiffundierende Luftstickstoff das Zählgas erneuert, reduziert sich das Problem auf die Beseitigung des mitediffundierenden Sauerstoffs und der Luftfeuchtigkeit.

3. Stickstoff als Zählgas

Die Abbildung 1 zeigt die Detektorzählrate in Abhängigkeit von der angelegten Hochspannung (integrales IHS), aufgenommen mit einem ^{90}Sr γ/β -Strahler und einem ^{210}Po - α -Präparat.

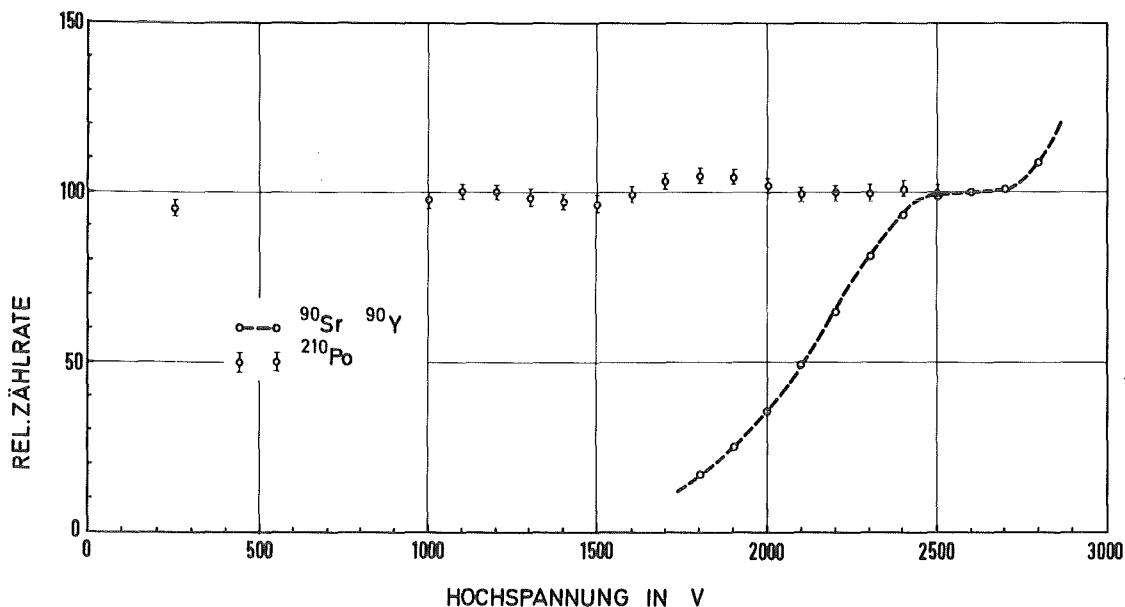


Abb. 1: Zählrate in Abhängigkeit der Detektorspannung

Die α -Zählrate ist über den gesamten Spannungsbereich (angefangen bei 50 V) nahezu konstant, während das β -Plateau bei dem verwendeten Zähler zwischen 2500 V und 2700 V liegt. Der Stickstoffzähler eignet sich also in Kombination mit einem ladungsempfindlichen Vorverstärker sehr gut für eine Energiediskriminierung der Strahlung.

Die Gasverstärkung in Abhängigkeit der Hochspannung wurde früher gemessen (1). Bedingt durch ihren niedrigen, maximal erreichbaren Wert sind ein kapazitätsarmer Aufbau des Detektors und ein leistungsfähiger, rauscharmer Vorverstärker notwendig. Die verwendete Elektronik ist in dem zitierten Primärbericht beschrieben.

Die folgenden Abbildungen zeigen Ausschnitte aus differentiellen Impulshöhenspektren verschiedener Strahler. Das abgebildete Energiefenster entspricht etwa dem linearen Bereich des Vorverstärkers. Der Anstieg rechts in den Spektren von ^{109}Cd , $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ und ^{14}C entspricht der Aufsummierung der übersteuerten Impulse.

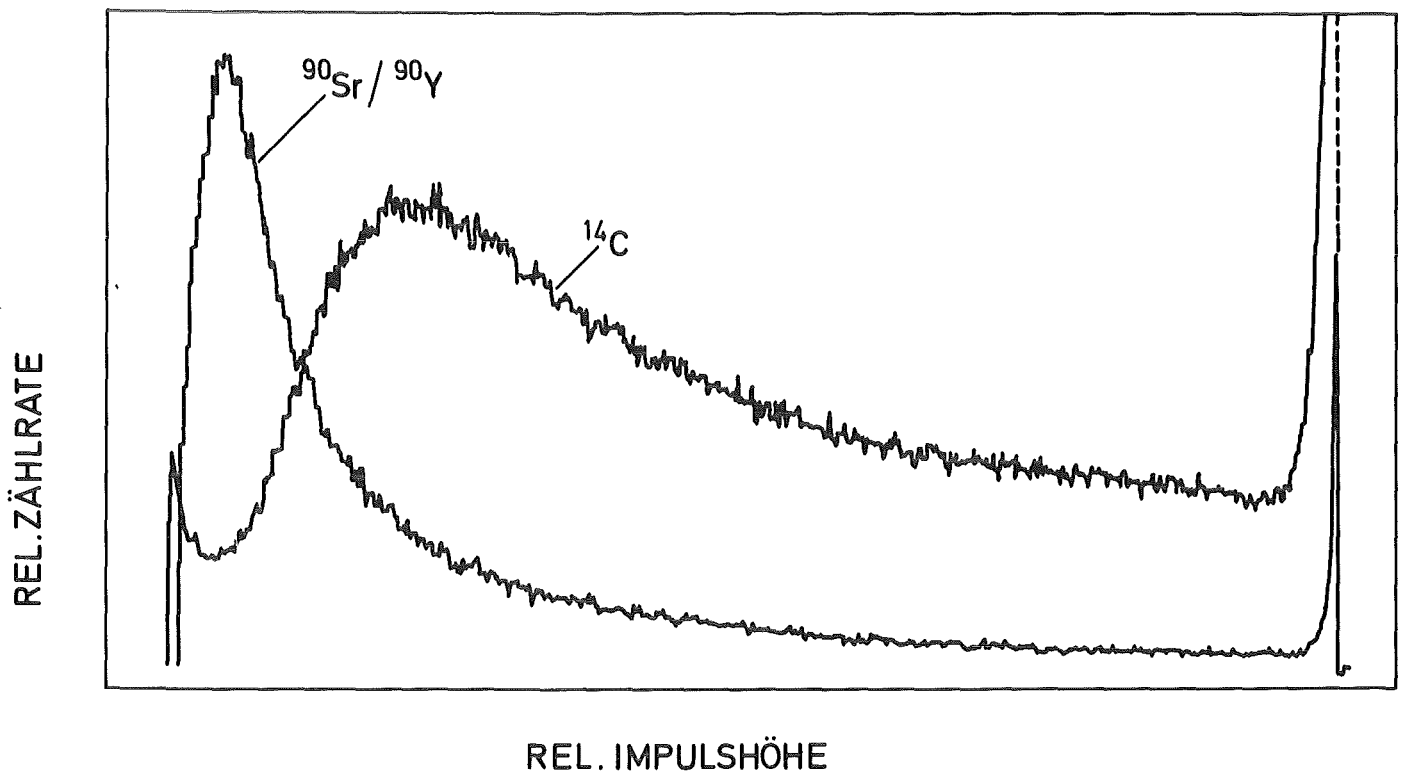


Abb. 2: Differentielle Impulshöhenspektren von $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ und ^{14}C

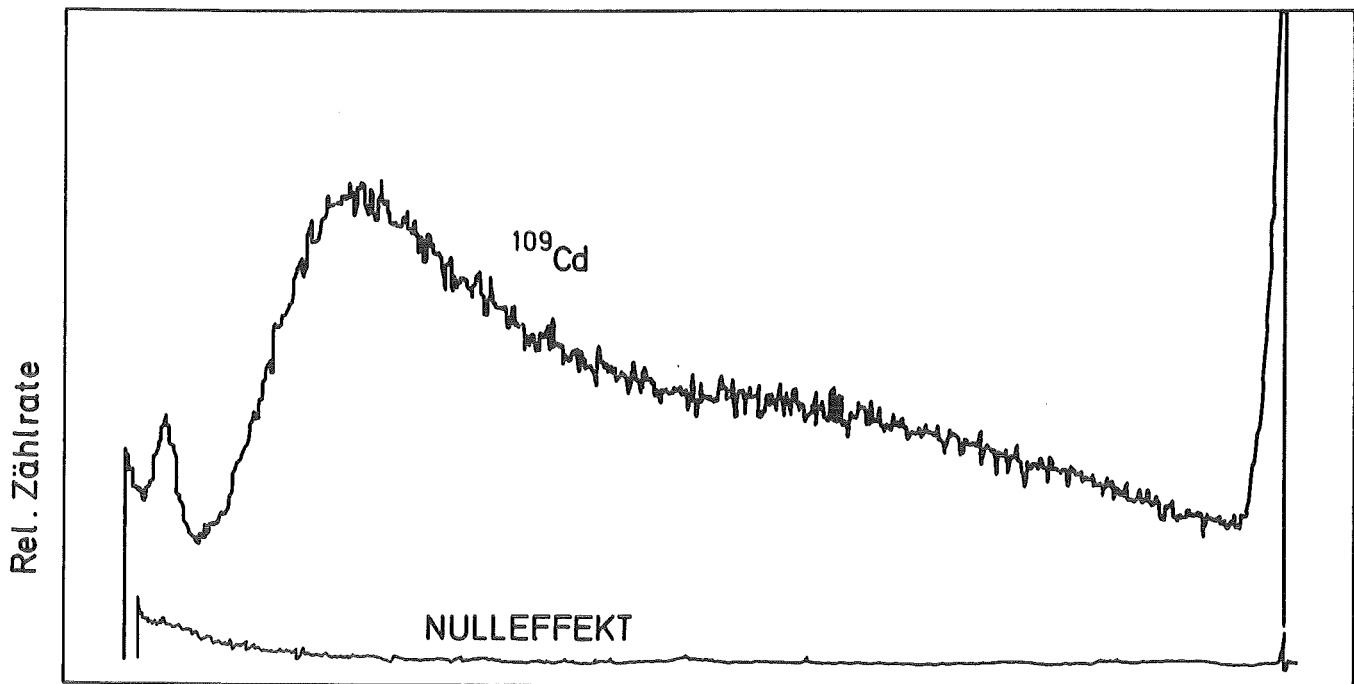


Abb. 3: Differentielles Impulshöhenspektrum von ^{109}Cd gegen den Nulleffekt

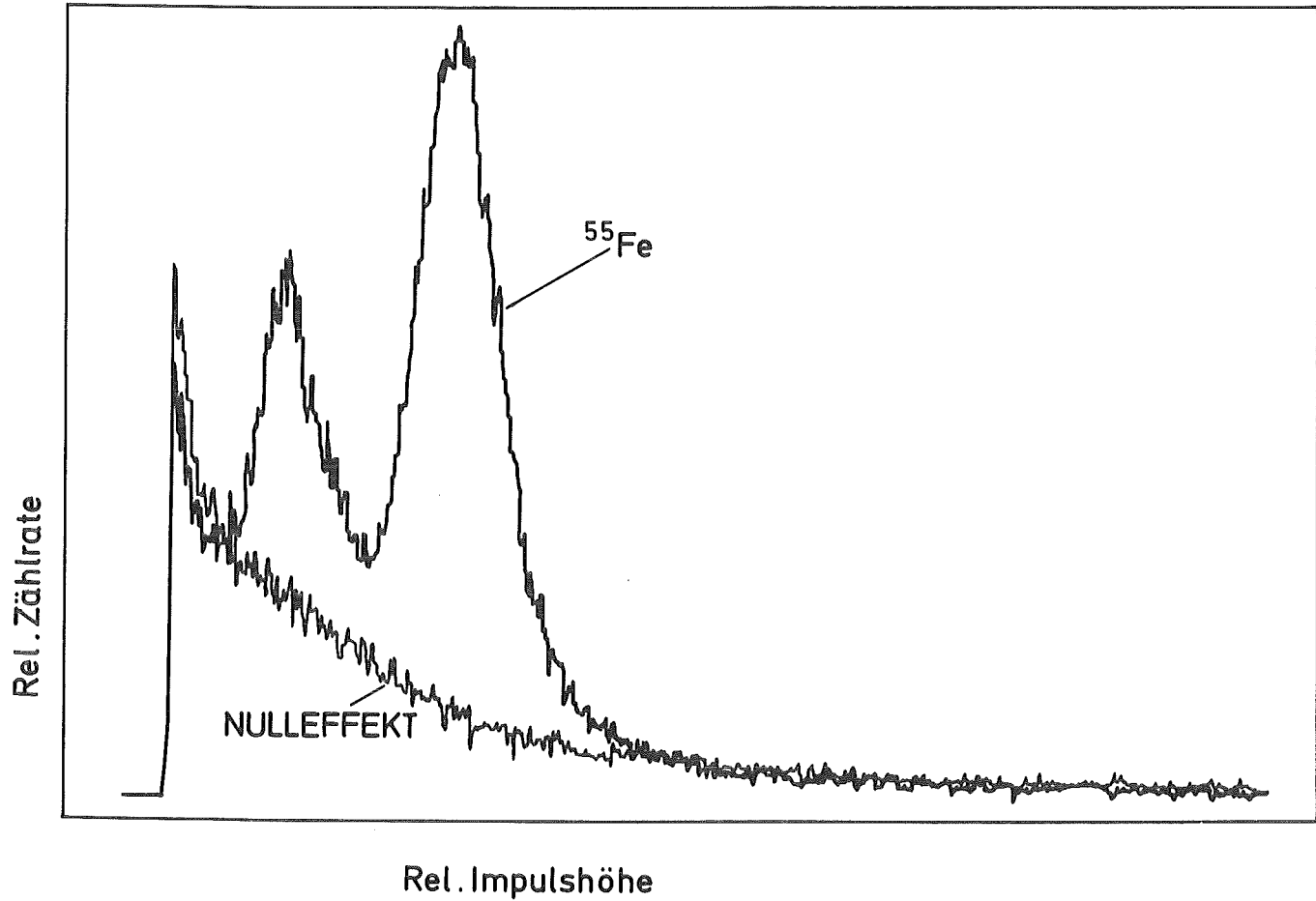


Abb. 4: Differentielles Impulshöhenspektrum von ^{55}Fe gegen den Nulleffekt

4. Gasreinigung

4.1 Sauerstoffabsorption

Bei Verwendung von Stickstoff als Zählgas in einem dichten Zähler müssen eindiffundierender Sauerstoff und die Luftfeuchtigkeit entfernt werden.

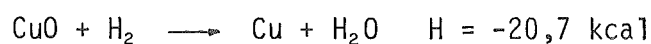
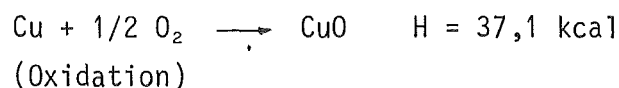
Bei den ersten Experimenten wurden einige Sauerstoffabsorber in Form wäßriger Lösungen getestet (1). Obwohl die Absorptionskapazität ausreichend ist, ist eine feuchte Absorption ungünstig. Ein feuchter Absorber kann nicht permanent an einen Detektor angeschlossen werden, weil er einen störenden Wasserdampf-Partialdruck im Zählgas erzeugt.

Eine Möglichkeit trockener Absorption ist die Bindung des Sauerstoffs an Metalle oder niedrige Metalloxide. Es gibt kommerziell erhältliche Katalysatoren auf Kupferbasis, die nach chemischer Reduktion durch Metall-oxidation den Sauerstoff aus einem inerten Gas entfernen.

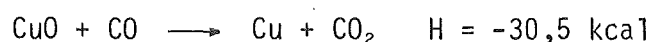
Der BTS-Katalysator der Firma Merck und der R 3-11-Katalysator (BASF) eignen sich hervorragend für die trockene Sauerstoffabsorption. Die Sauerstoffaufnahmekapazität beider Typen ist vergleichbar. Da der R 3-11-Katalysator durch seine Tablettenform sehr gut handhabbar und außerdem preisgünstiger ist als BTS, wurde er nach einigen Vergleichstests bevorzugt.

4.2 Eigenschaften des Katalysators R 3-11

Sauerstoff wird aus Inertgasen entfernt, bis der Kupfergehalt des vorher reduzierten Katalysators oxidiert ist. Die Reaktionsgleichungen lauten (2):



bzw.



(Reduktion mit Kohlenmonoxid oder Wasserstoff)

Die O₂-Aufnahmekapazität ist temperaturabhängig, wie die Graphik der Abbildung 5 zeigt.

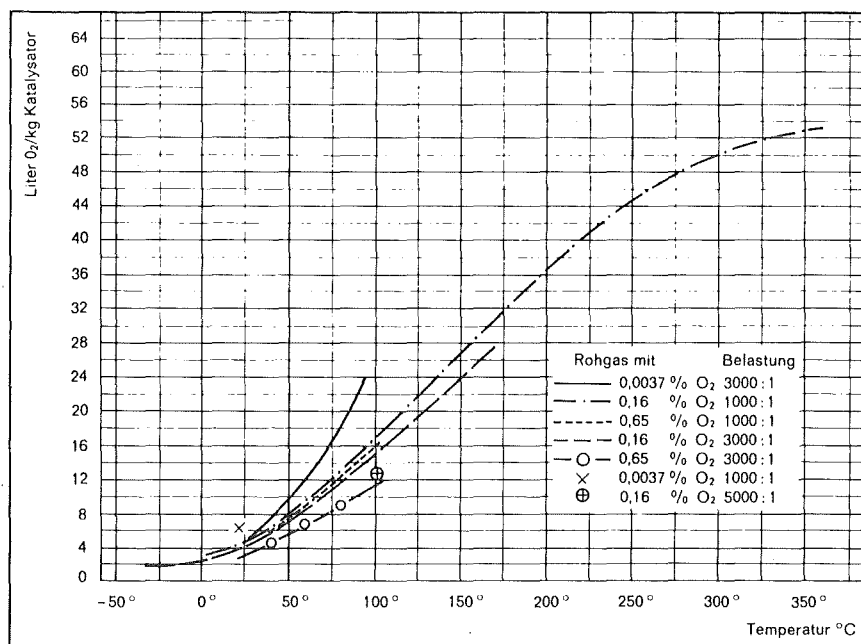


Abb. 5: Aufnahmekapazität (O₂) als Funktion der Temperatur (2) (Herstellerangaben)

Bei Zimmertemperatur beträgt die Aufnahmekapazität 4 l Sauerstoff pro kg Absorber (ca. 20 l Luft). Sie hängt jedoch, wie eigene Untersuchungen ergaben, stark von der "Belastung" des Gases mit Sauerstoff ab. Da die Oxidation stark exotherm verläuft, erhitzt sich der Absorber bei hoher Belastung. Dadurch wird die Aufnahmekapazität erhöht. Der Wert von 4 l O₂/kg Absorber stellt also die Minimalkapazität dar.

4.3 Adsorption der Feuchtigkeit

In den Zähler eindringende Feuchtigkeit wird durch Molekularsiebe 3 Å oder 4 Å beseitigt.

5. Diffusionsmessungen

Um die Anforderungen an den Absorber abschätzen zu können, waren Untersuchungen der Dichtigkeit des Zählers und besonders der Zählerfolie nötig. Mit diesem Problem befassten sich die Diffusionsmessungen.

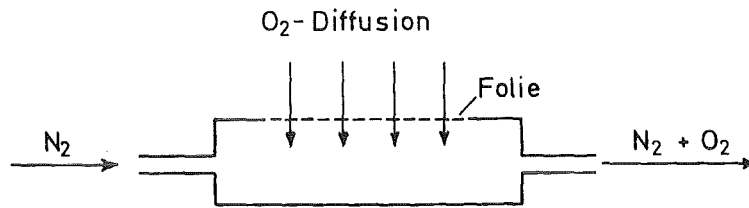


Abb. 6: Bestimmung der Sauerstoffdurchlässigkeit im Gasdurchfluß

Die Abbildung 6 zeigt das Prinzip der Durchflußmessungen. Stickstoff (99,996 %) aus der Flasche strömt durch den Zähler und vermischt sich mit dem in den Zähler eindiffundierenden Sauerstoff. Der Sauerstoffgehalt des ausströmenden Gasgemisches wird mit einem Sauerstoffanalysator (DS 2500 bzw. DS 2000, England) ermittelt.

Die Tabelle 1 zeigt die Ergebnisse der Messungen.

Zähler mit Folie

$$\begin{aligned}\frac{\Delta V_s}{\Delta t} &= 5,4 \cdot 10^{-5} \text{ l/h} \\ \Delta t &= 1,29 \cdot 10^{-3} \text{ l/d} \\ &= 0,039 \quad \text{l/m}\end{aligned}$$

Zähler mit Abdeckplatte

$$\begin{aligned}\frac{\Delta V_s}{\Delta t} &= 4,5 \cdot 10^{-6} \text{ l/h} \\ \Delta t &= 1,8 \cdot 10^{-4} \text{ l/d} \\ &= 3,24 \cdot 10^{-3} \text{ l/m}\end{aligned}$$

Tab. 1: Sauerstoffdurchlässigkeit des Zählers

Für die Foliendurchlässigkeit $V_s/\Delta t \cdot \Delta a$ ergibt sich der Wert von 1,3 l/m² Monat.

Neben dem statistischen Fehler der Messung von ca. 12 % ergibt sich bei dieser Anordnung ein systematischer Fehler. Um die erforderliche Durchfluß-

geschwindigkeit durch den Gasanalysator von 9 l/h zu erreichen, muß der Zähler mit einem Überdruck von rund 100 mb betrieben werden. Dem O_2 -Konzentrationsgradienten ist ein Druckgradient entgegengesetzt.

Genauere Messungen der Sauerstoffaufnahme wären in einem geschlossenen Kreislauf (Abb. 7) möglich. Hierzu benötigt man jedoch eine extrem gasdichte Pumpe. Da in diesem Zusammenhang nur die Größenordnung der Diffusion interessiert, wurde auf den Kauf einer (teuren) Pumpe verzichtet.

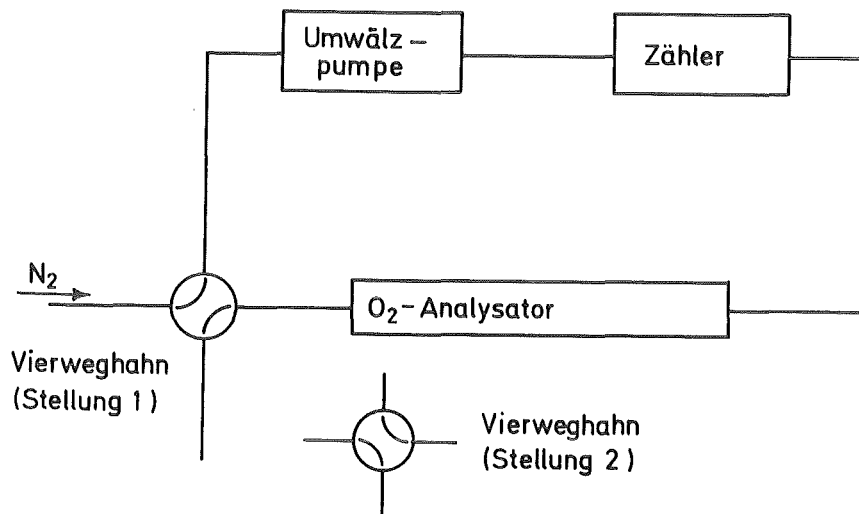


Abb. 7: Messung im geschlossenen Kreislauf

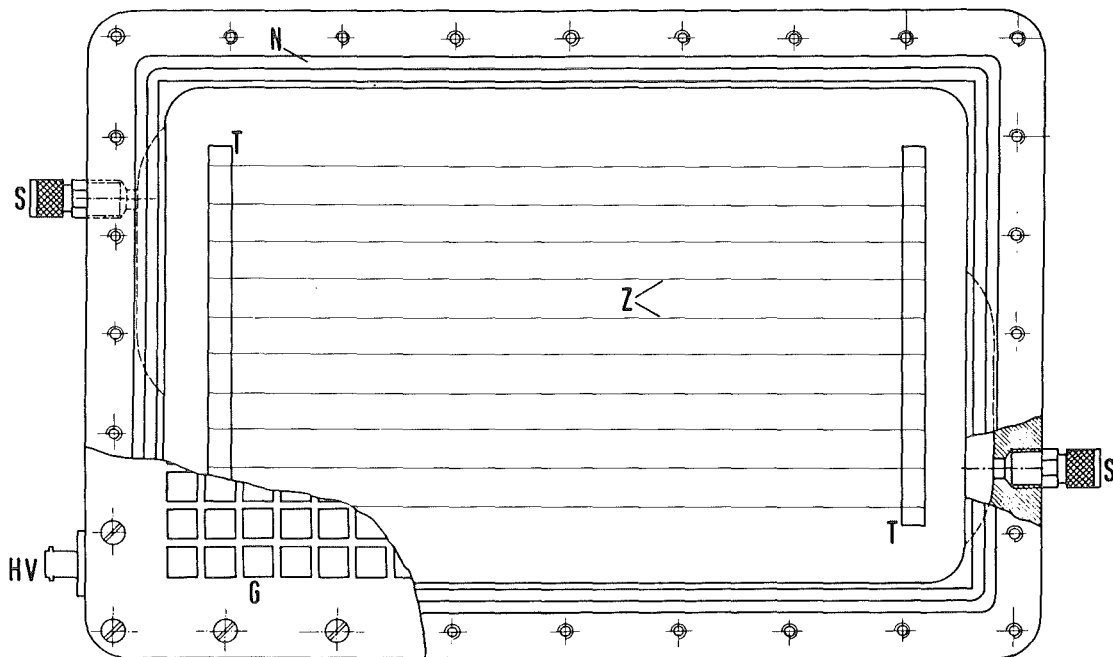
6. Detektor

Der Detektor ist ein Großflächenzähler konventioneller Bauart. Die für den α -Nachweis geeignete Folie geringer Flächendichte ist auf einen Metallrahmen mit Gitter geklebt. Der Zähl draht ist mäanderförmig auf Teflonschienen angeordnet. Da der verwendete Vorverstärker nicht ideal ladungsempfindlich ist - die Impulshöhe hängt von der Kapazität ab - muß auf kapazitätsarme Bauweise, d.h. kurze Zähl drähte, geachtet werden. Dadurch wird der Signal-Rausch-Abstand vergrößert, was beim Nachweis kleinster β -Impulse wichtig ist.

Boden- und Abdeckplatte des Detektors sind mit O-Ringen abgedichtet. Für den Anschluß der Gasspülung und der Absorberpatrone sind selbstabdichtende Schnellkupplungen vorgesehen.

Die Abbildung 8 zeigt einen Prototyp des Zählers. Die Schnellkupplung für den Absorberanschluß ist am Boden angebracht.

Abb. 8: STICKSTOFFDETEKTOR (von oben)



S = SCHNELLKUPPLUNGEN
 T = TEFLONSCHIENEN
 Z = ZÄHLDRAHT
 N = FÜHRUNGSNUT DER O-RINGE

HV = HOCHSPANNUNGSANSCHLUSS
 G = METALLGITTER MIT AUFGEKLEBTER
 FOLIE

Abb. 8: Stickstoffdetektor (von oben)

7. Gasumwälzung

Die nächsten Untersuchungen konzentrierten sich auf das Problem des Gasaustausches zwischen Absorber und Detektor in einem geschlossenen System.

Es wurden 3 Methoden getestet: die einfache Ankoppelung des Absorbers an den Detektor (Minimalconfiguration), Gasumwälzung durch Konvektion und Einsatz von Pumpe oder Ventilator.

7.1 Minimalconfiguration

Als einfachste Lösung wurde der Anschluß einer Absorberpatrone an den Detektor über eine Schnellkupplung getestet. In diesem Fall reicht jedoch die Diffusionsgeschwindigkeit nicht aus, um durch Gasaustausch zwischen Absorber und Detektor den erforderlichen Reinheitsgrad der Gasfüllung zu garantieren.

7.2 Systeme mit Thermodiffusion

Es war nicht möglich, mit einfachen Mitteln eine gerichtete Konvektionsströmung durch den Absorber zu erreichen. Folgende Anordnungen wurden erprobt:

- a) der von unten senkrecht angekoppelte Absorber wird geheizt. Eine Kupferleitung zwischen Detektor und Absorber ermöglicht den Gaskreislauf (Abb. 9)

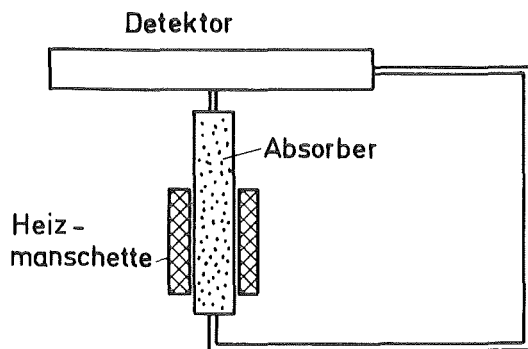
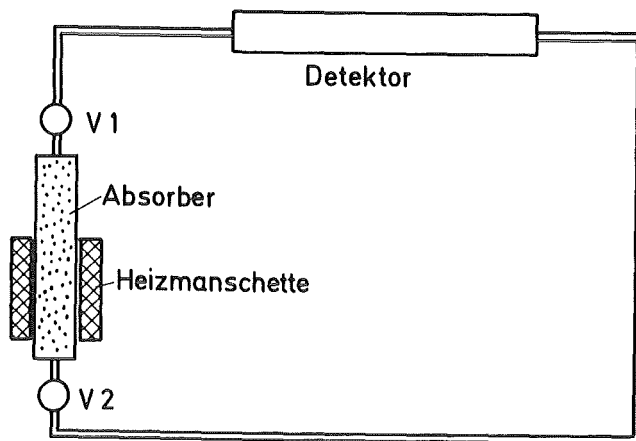


Abb. 9: Umwälzung durch Konvektion

- b) Die Abbildung 10 zeigt den prinzipiellen Aufbau der alternativen Anordnung mit Überdruckventilen. Der Zyklus des Gastransportes besteht aus zwei Schritten.



V1, V2 Überdruckventile $\Delta p = 20 \text{ mb}$

Abb. 10: Gastransport durch Heizung (2. Methode)

1. Schritt: Der Absorber wird aufgeheizt; der Gasdruck steigt. Beim Erreichen des eingestellten Überdrucks öffnet Ventil V 1 kurz, so daß ein Druckausgleich erfolgt.

2. Schritt: Die Heizung wird abgeschaltet; das Gas kühlt sich ab. Dadurch entsteht eine Druckdifferenz zwischen Detektor- und Absorbervolumen, die das Ventil V 2 kurzzeitig öffnet.

Da dieses System zu träge und bei Gasverlusten durch Leckstellen unzuverlässig ist, wurden mechanische Gasumwälzungen (Einsatz von Pumpen und Ventilatoren) bevorzugt.

7.3 Systeme mit elektromechanischer Gasumwälzung

Da billigere, kommerziell erhältliche Gaspumpen nicht genügend dicht, dichte Pumpen aber teuer sind, wurde der Einsatz eines gekapselten Ventilators erprobt. Die Abbildung 11 zeigt eine erfolgreiche Version, bei der der Ventilator in die Gasreinigungspatrone integriert wurde.

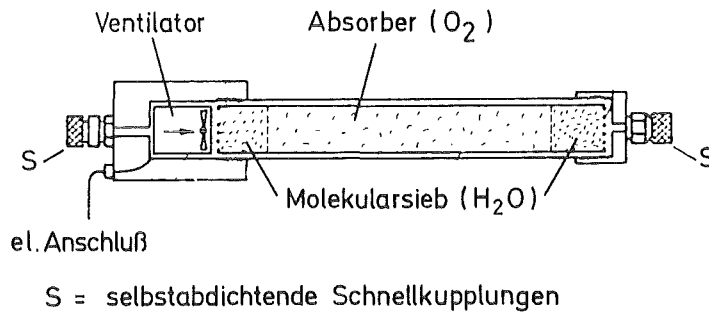


Abb. 11: Gasreinigungspatrone mit integriertem Ventilator

Als Alternative wurden Kreisläufe mit in Stickstoffatmosphäre laufenden Pumpen getestet (Abb. 12). Bei genügender Dichtigkeit des Systems reicht ein intermittierender Pumpenbetrieb aus.

Beide Methoden der Gasumwälzung haben sich bewährt. Während man einen einzelnen Detektor durch einen kleinen, integrierten Ventilator mit gereinigtem Gas versorgen kann, ist für den Betrieb eines größeren Systems mit mehreren Zählern eine Pumpe erforderlich.

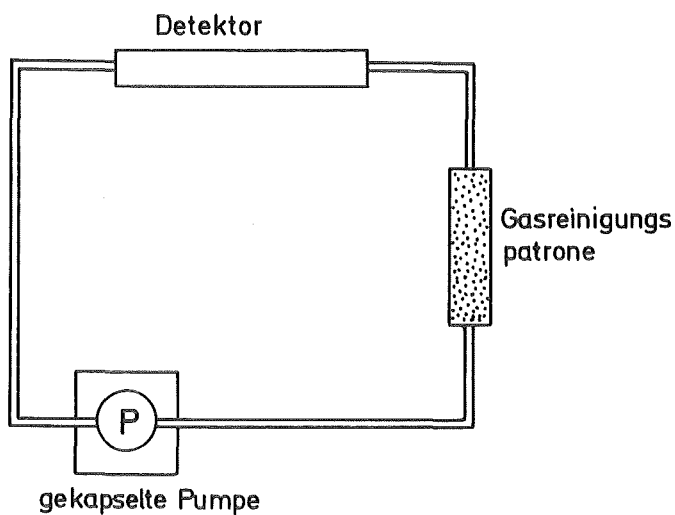


Abb. 12: Gasumwälzung mit Pumpe

8. Dauerversuche

8.1 Kreislauf mit integriertem Ventilator

Zwei Dauerversuche wurden mit der Anordnung nach Abbildung 13 durchgeführt.

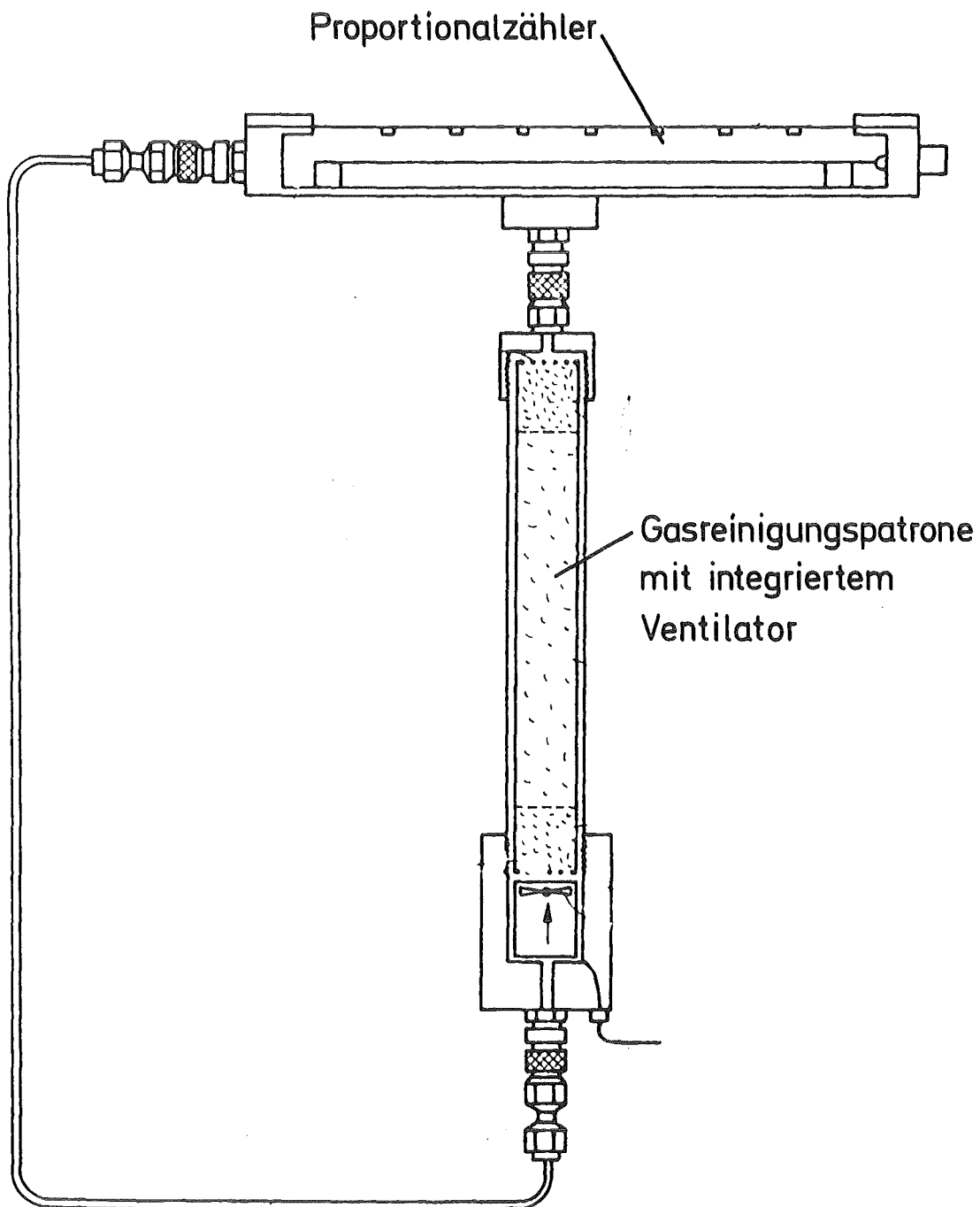


Abb. 13: Detektor mit Gasreinigungspatrone und Ventilator

Die folgende Tabelle beschreibt die Anlage.

- (a) Detektor: 140 x 94 x 13 mm³
(Innenmaße)
Zähl draht: Molybdändraht, 30 µm Durchmesser, mäanderförmige
Wicklung
- (b) Gasreinigungspatrone mit integriertem Ventilator
O₂-Absorber: BASF-Katalysator R 3-11, reduziert (m = 69 g)
H₂O-Adsorption:
Molekularsieb 3 Å bzw. 4 Å (m = 30 g)
Ventilator: 12 V DC, zylindrisch, 14000 min⁻¹, Gleitlager,
Δp = 0,6 mbar
Haltbarkeit: ca. 1000 Stunden (Firma Microne1)

Tab. 2: Charakterisierung der Anlage

Der Detektor wurde mit einer Spannung von 2400 V betrieben. Die Rauschunterdrückungsschwelle liegt bei 0,3 V.

Es wurden 45 Tage lang täglich folgende Größen bestimmt:

- die Zählrate mit einem ⁹⁰Sr/⁹⁰Y-Strahler kleiner aktiver Fläche
- der Nulleffekt
- die Gasverstärkung, berechnet aus dem ⁹⁰Sr/⁹⁰Y-Impulshöhenspektrum

Die Ergebnisse für die Mittelwerte, gemittelt über die ersten 39 Tage, ergaben:

⁹⁰ Sr/ ⁹⁰ Y-Zählrate:	(1903 ± 140) cps
Nulleffekt:	(273 ± 30) cpm
Gasverstärkung:	46 ± 4

Die Diagramme Abb. 14 zeigen die relativen Größen der ⁹⁰Sr/⁹⁰Y-Zählrate, des Nulleffektes und der Gasverstärkung) (Mittelwert = 100).

Der statistische Fehler der Einzelmessungen liegt unter 2 % (⁹⁰Sr/⁹⁰Y-Zählrate, ± 1 %, Nulleffekt: ± 2 %). Der Mittelwert ist mit weiteren, methodischen Fehlern behaftet, die sich jedoch kaum quantitativ abschätzen lassen. Temperaturunterschiede bewirken Druckdifferenzen im Detektor. Die daraus resultierende unterschiedliche Folienspannung kann ein Durchhängen der Folie

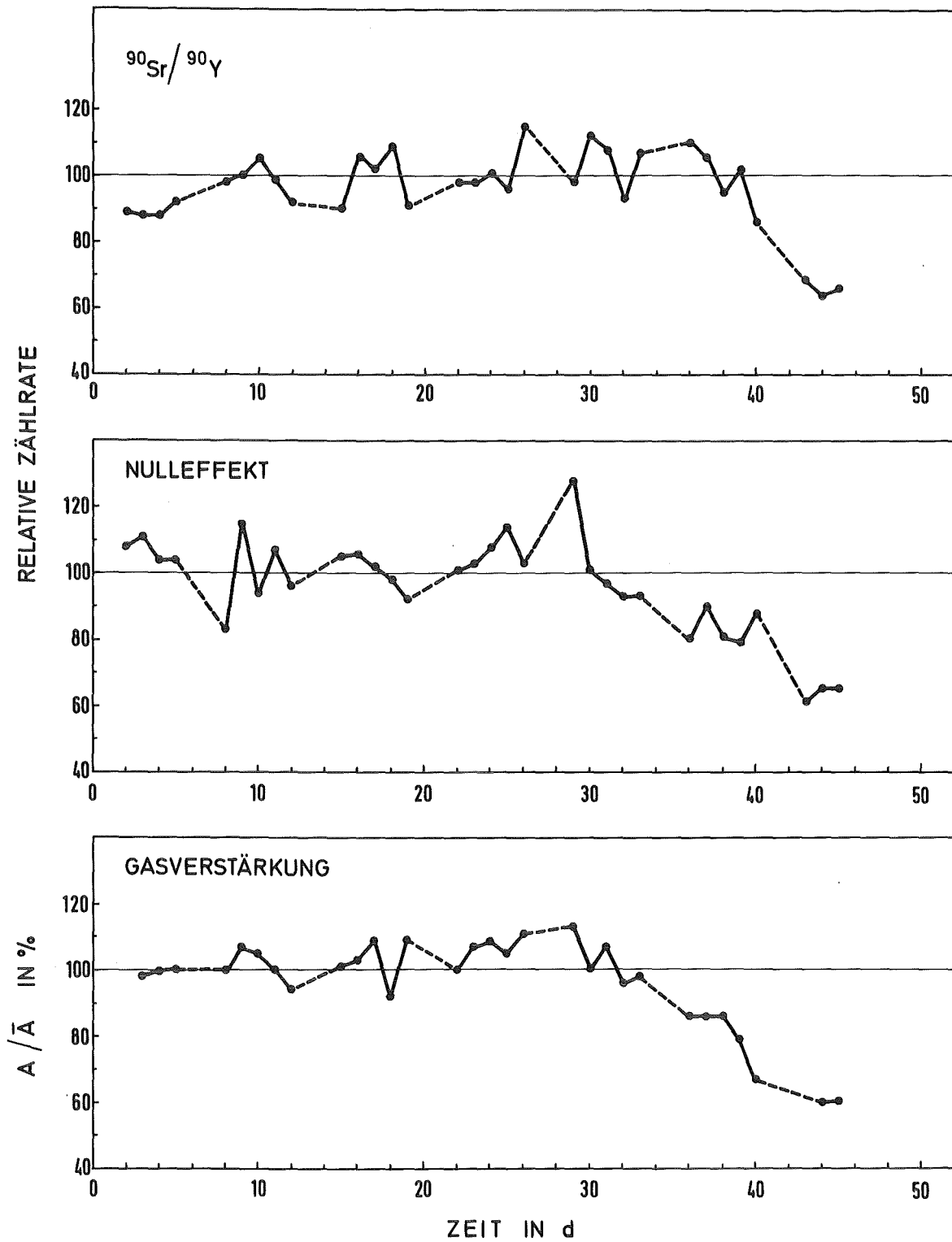


Abb. 14: Zeitliches Verhalten von $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ -Zählrate, Nulleffekt und Gasverstärkung

und damit Verzerrungen des elektrischen Feldes verursachen. Die Gasverstärkung ist ebenfalls druckabhängig. Die ungenaue Positionierung des Präparates hat Einfluß auf die Zählrate (teilweise Abdeckung der Strahlung durch das Foliengitter). Aus diesen Schwankungen resultiert der höhere Fehler des Mittelwertes gegenüber den Einzelmessungen. Die Messungen ergeben keinen Hinweis auf einen zusätzlichen Fehler aufgrund unterschiedlicher Zusammensetzung innerhalb der ersten 35 Tage. Danach sinken Gasverstärkung, Nulleffekt und die $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ -Zählrate mit der Zeit. Das Nachlassen der Ventilatorleistung (Gleichlaufschwankungen) sowie die Erschöpfung des Absorbers können dafür verantwortlich gemacht werden.

8.2 Kreislauf mit Pumpe

Um die Umwälzung durch eine gekapselte Pumpe zu erproben, wurden einige Dauerversuche bis zu zwei Wochen durchgeführt. Die erreichte Dichtigkeit ließ es zu, die Pumpe intermittierend arbeiten zu lassen. Nach einer Pumpzeit von 30 min - kürzere Pumpzeiten konnten mit der zur Verfügung stehenden Schaltuhr nicht realisiert werden - konnten Pausen bis zu 90 min eingelegt werden, ohne daß sich das Verhalten des Detektors änderte. Da die Schaltintervalle von der erreichten Dichtigkeit abhängen, können für den Bau eines Prototyps mit Pumpenumwälzung keine Richtwerte angegeben werden.

8.3 Abschätzung der Sauerstoffdiffusion

Bei einer Arbeitstemperatur von ca. 25 °C nimmt 1 kg Absorber ungefähr 4 Liter Sauerstoff auf. Daraus berechnet sich die Aufnahmekapazität der Patronenfüllung ($m = 69 \text{ g}$) zu 0,276 l Sauerstoff.

Berücksichtigt man, daß der Detektor 35 Tage lang voll funktionsfähig war, d.h. die Sauerstoffkonzentration der Gasfüllung unter 2 % lag, so folgt für die mittlere Diffusion

$$\begin{aligned} D &\cong 3,3 \cdot 10^{-4} \text{ l/h} \\ &\cong 7,9 \cdot 10^{-3} \text{ l/d} \\ &\cong 0,24 \text{ l/m} \end{aligned}$$

Die Abschätzung von D über die Diffusionsmessungen ergab einen Wert von 0,04 l/m. Berücksichtigt man den systematischen Fehler bei den Diffusions-

messungen, so erscheint der über den Dauerversuch gewonnene Wert für D realistischer.

8.4 Abschätzung der Wasserdampfdiffusion

Die Menge des Molekularsiebes betrug bei den Dauerversuchen 30 g. Eine Abschätzung des Bedarfs an Molekularsieben wird unter folgenden Annahmen vorgenommen:

- die O_2 -Aufnahme des Detektor-Absorber-Systems beträgt ca. 0,25 l/m,
- O_2 , N_2 und H_2O diffundieren in dem gleichen Konzentrationsverhältnis in das System ein, in dem sie in der Außenluft vorhanden sind,
- feuchtigkeitsgesättigte Luft von 30 °C (30,3 g H_2O/m^3 Luft (3)).

Daraus ergibt sich eine Feuchtigkeitsaufnahme von 36 mg/Monat. Die Angaben über die Gleichgewichtsadsorptionskapazität von Molekularsieben schwanken. Bei 25 °C liegen sie in jedem Fall über 10 Gew.-%, d.h. zum Beispiel: 30 g Molekularsieb können mehr als 3 g Wasser aufnehmen.

Die Überschlagsrechnung deutet an, daß die vorhandene Molekularsiebkapazität stark überdimensioniert war.

9. Konstruktionsmerkmale des neuentwickelten Stickstoffdetektors

Der Stickstoffzähler besteht aus drei Komponenten:

- dem eigentlichen, mit Stickstoff von 1 atm gefüllten Proportionalzähler,
- einer auswechselbaren Gasreinigungspatrone und
- einer Gasumwälzung (Pumpe, Ventilator).

Das Gas zirkuliert bei den Prototypen durch Kupferrohre, die Zähler, Patrone und Pumpe über Schnellkupplungen miteinander verbinden.

Es ist möglich und unter Umständen sinnvoll, mehrere Detektoren an eine Gasreinigungspatrone anzuschließen. Sowohl der O_2 - Absorber als auch das Molekularsieb können regeneriert werden. Da die verwendeten Absorber relativ preiswert sind, ist auch der Bau von Wegwerfpatronen, z.B. für Handgeräte erwägenswert.

Um den Absorber vor schneller Erschöpfung zu sichern, muß das System hinreichend dicht sein. Problematisch sind vor allem der Detektor (Abdichtung über O-Ringe) und die Pumpe. Obwohl eine gasdichte Pumpe teuer ist, lohnt sich ihr Einsatz für größere Detektorsysteme. Bei Handgeräten wäre die Verwendung eines gekapselten Ventilators sinnvoller.

Da die Haltbarkeit einer Patrone stark von der Dichtheit des Systems abhängt, kann man keine Zahlenangaben machen. Es sollte jedoch möglich sein, einen störungsfreien Betrieb über mehrere Monate mit einer verhältnismäßig kleinen Patrone zu erreichen.

Literatur

- (1) E. Sadri, L. Leidner, unveröffentlichter Bericht, 1981.
- (2) BASF, Technisches Merkblatt, BASF-Katalysator R 3-11, M 5076 d (740), April 1971
- (3) Taschenbuch Technische Gase, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig 1973
G. Drewes
- (4) Molekularsiebe, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften Berlin 1869, O. Grubner, P. Jiru, M. Ralek