

## 1. Zieldetaillierung:

Druckdosierung für Sorptionsmessgeräte, z. B. für Magnetschwebewaagen

### Musskriterien:

- In erster Linie für Wassersorption, aber auch andere Arbeitsmittel wie z. B. MeOH, EtOH
- Soll Druck im Vakuum bis zum Sättigungsdampfdruck (und zurück) regulieren können  
→ Druckbereich: 0 – 100 mbar (resultiert aus Dampfdrücken der Lösungsmittel)
- Möglichst genaue Druckregulierung ( $\leq 1$  mbar)
- Druck muss gehalten werden können wenn Probe Dampf aufnimmt oder abgibt, entweder durch minimales zu dosieren oder evakuieren

### Sollkriterien:

- Schneller Druckaufbau/-abbau
- Geringes Überschwingen des Druckes

### Optionale Kriterien:

- Integrierter Volumetrischer Messmodus (→ würde das Gerät auch an anderen sorptionsanlagen, die keine integrierte Waage haben, benutzbar machen)
- Sprunghafte Druckanstiege, um evtl. kinetische Daten der Sorptionsmaterialien extrahieren zu können.

## 2. Marktrecherche/Istzustand

Es gibt kein Gerät am Markt, das alle diese Kriterien erfüllt:

- Normale Druckregler, z. B. von Bronkhorst, haben entweder den falschen Regelbereich, oder haben einen zu großen Fehler, vor allem bei niedrigen Dampfdrücken.
- Deshalb wurden in den letzten Jahren teils spezielle Druck-Regelungen entwickelt, die in der Lage sind Drücke entsprechend einzustellen.
- Der Hersteller der Magnetschwebewaagen (Rubotherm) bietet Systeme eines Zulieferers an, die den Druck Regeln können, diese sind jedoch sehr teuer (ca. 100.000 – 120.000 €)
  - Regelung ist relativ ungenau, da System für große Druckbereiche ausgelegt sind (z. B. 0 – 50 bar)
  - Regelung ist Erfahrungen nach langsam
- Es gibt volumetrische Messsysteme, die jedoch nur als eigenständige Messgeräte angeboten werden
  - Diese können nur isotherm Messen und haben meist einen eingeschränkten Temperaturbereich ( $\sim 20 - 60$  °C)
  - Die Probenmengen sind begrenzt (20 – 80 mg)
  - Prinzip bedingt wird der Druck in diesen Geräten in sehr vielen kleinen Schritten langsam geändert, Druckregelung ist mit diesen System nicht möglich.

### 3. Konzeptfindung:

Bei kontinuierlicher Druckregelung:

Es ist nötig, sowohl zur Pumpe als auch zum Verdampfer sowohl normale Ventile als auch parallele Nadel- oder Proportionalventile zu verwenden. Die normalen braucht man, um die Anlage gut evakuieren zu können, die Nadel-/ Proportionalventile dienen zum langsamen dosieren (ohne Probe einzusaugen, oder den Druck geregelt erhöhen zu können).

Für volumetrische Konzepte sind mindestens 3 Ventile + 2 Drucksensoren nötig. Um sanft, ohne Probe einzusaugen, evakuieren zu können, ist ein weiteres Ventil mit vorgeschaltetem Nadelventil nötig.

Das ganze Gerät muss sich für beide Modi in einer beheizten Kammer befinden: einerseits, um Kondensation zu vermeiden, andererseits ist es bei volumetrischen Geräten sehr wichtig, dass alles isotherm ist (Dort wird mit dem Idealen Gasgesetz oder anderen Gaszustandsbeschreibungen gearbeitet, in die die Temperatur eingeht. Aus diesen wird dann die eindosierte Stoffmenge berechnet).

Auch muss für das Erreichen von höheren Dampfdrücken (wenn z. B. die Probe auf 60 °C ist, der Verdampfer aber auf 20 °, können nur niedrige relative Dampfdrücke erreicht werden. )