

12 **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

21 Anmeldenummer: 89114303.4

51 Int. Cl.4: **B05B 7/18** , **B05B 7/22** ,
B05B 7/14

22 Anmeldetag: 03.08.89

30 Priorität: 04.08.88 DE 8809948 U
07.09.88 DE 8811320 U

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
07.02.90 Patentblatt 90/06

84 Benannte Vertragsstaaten:
DE FR GB IT SE

71 Anmelder: Palas GmbH Partikel-und
Lasermesstechnik
Haid- und Neu-Strasse 7-9
D-7500 Karlsruhe 1(DE)

72 Erfinder: Helsper, Christoph, Dr.
Walther-Bothe-Strasse 2
D-7500 Karlsruhe 41(DE)
Erfinder: Munzinger, Friedrich
Kriegstrasse 79
D-7500 Karlsruhe 1(DE)
Erfinder: Mölter, Leander
Körnerstrasse 7
D-7513 Stutensee 5(DE)
Erfinder: Sturn, Werner
Ludwigsstrasse 97
D-6729 Jockgrim(DE)

74 Vertreter: Dr.-Ing. Hans Lichti Dipl.-Ing. Heiner
Lichti Dipl.-Phys. Dr. Jost Lempert
Postfach 41 07 60 Durlacher Strasse 31
D-7500 Karlsruhe 41(DE)

54 **Vorrichtung und Verfahren zum Erzeugen eines Feststoffaerosols.**

57 Bei einer Vorrichtung zum Erzeugen eines Feststoffaerosols, wie eines Kohlenstoffaerosols, wobei Aerosolteilchen durch Funkenentladung über teilchenabgebende Elektroden erzeugt werden, wird vorgeschlagen, daß die Elektroden parallele benachbarte Stirnflächen aufweisen, daß sie mit einem sie synchron gegeneinanderbewegenden Vorschubantrieb versehen sind, daß die erzeugten Teilchen durch einen Gasstrom fortführbar sind und daß die Elektroden über Spindeln mit gegeneinanderlaufenden Gewinden angetrieben sind.

EP 0 353 746 A2

Vorrichtung und Verfahren zum Erzeugen eines Feststoffaerosols

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zum Erzeugen eines Feststoffaerosols, wie eines Kohlenstoffaerosols, wobei Aerosolteilchen durch Funkenentladung über teilchenabgebende Elektroden erzeugt werden und ein Verfahren zum Erzeugen eines Feststoffaerosols, wie eines Kohlenstoffaerosols, mit hoher Massenkonstanz und mit kleinen reproduzierbaren Partikelgrößen.

Es sind verschiedene Einrichtungen zur Erzeugung eines Feststoffaerosols bekannt, so können Partikel von einer Säule aus verdichteten Kohlenstoffteilchen mittels einer Bürste abgenommen und in einen Gasstrom eingebracht werden, von dem sie ausgetragen werden. Zur Erzeugung eines Kohlenstoffaerosols wurde eine Entladung über zwei mit Abstand zueinander angeordnete Kohlenstoffelektroden vorgeschlagen. Bei der Funkenentladung verdampft das Elektrodenmaterial und im Zwischenraum zwischen den Elektroden kondensieren einzelne Teilchen. Die Elektroden werden von einem Gasstrom umspült, der die kondensierten Teilchen mitnimmt und als Aerosol aus der Vorrichtung austrägt. Bei der letztgenannten Vorrichtung können nur Aerosole mit niedriger Konzentration über eine kurze Zeit im Labormaßstab erzeugt werden, da die Elektroden "abbrennen" und sich damit die Arbeitsbedingungen ändern, damit kein konstanter Betrieb erreichbar ist.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, eine derartige Vorrichtung dahingehend weiterzuentwickeln, daß einstellbar über eine große Zeit - äußerst konstante Partikelkonzentrationen erreicht werden, so daß eine derartige Vorrichtung zur Kalibrierung von Ruß-Meßgeräten, für Filtertests und für Inhalationsexperimente geeignet ist.

Erfindungsgemäß wird die genannte Aufgabe mittels einer Vorrichtung zum Erzeugen eines Feststoffaerosols gelöst, welche dadurch gekennzeichnet ist, daß die Elektroden parallele benachbarte Stirnflächen aufweisen, daß sie mit einem sie synchron gegeneinanderbewegenden Vorschubtrieb versehen sind und daß die erzeugten Teilchen durch einen Gasstrom fortführbar sind. Ein erfindungsgemäßes Verfahren sieht vor, daß einzelne elektrische Funken mit hoher Wiederholungsfrequenz durch an die Elektroden angelegte Hochspannung erzeugt werden, daß durch die Hochspannungsfunkenentladung Material von ebenen, parallel zueinander gerichteten Stirnflächen der Elektroden verdampft wird und durch Kondensation kleinste Feststoffpartikel bildet, daß die Feststoffpartikel durch einen Gasstrom mitgeführt werden und daß die Elektroden geregelt synchron aufeinander zubewegt werden.

Die Erfindung zeichnet sich insbesondere

durch an den Elektroden anliegende Hochspannung mit einzelnen Spannungsspitzen hoher Wiederholungsfrequenz zur Verdampfung des Elektrodenmaterials aus. Das Elektrodenmaterial wird durch wiederholt zwischen den Elektroden überschlagende, einzelne elektrische Funken verdampft und anschließend zu kleinen Teilchen kondensiert.

Durch die erfindungsgemäße Ausgestaltung kann erreicht werden, daß der Abstand zwischen den einander parallel gegenüberliegenden vorderen Stirnseiten der Elektroden über eine lange Zeit automatisch konstant gehalten wird. Es wird so eine konstante Überschlagsspannung und damit ein konstanter Partikelgeneratorbetrieb erreicht. Insbesondere wird durch die erfindungsgemäße Ausgestaltung sichergestellt, daß die Elektroden immer symmetrisch in den Gas- und Partikelführungskanal ragen und damit der Abbrand der Elektroden mittig im Aerosolkanal erfolgt.

In einer bevorzugten Weiterbildung ist vorgesehen, daß die Elektroden über Spindeln mit gegeneinanderlaufenden Gewinden angetrieben sind, wobei insbesondere die Elektroden an Laufblöcken festgelegt sind, die mit den Spindeln im Eingriff stehen und die Spindeln von einem Motor über einen Zahnriemen angetrieben sind. Durch diese Ausgestaltung wird eine gleichmäßige Führung der Elektroden erzielt, was für einen gleichmäßigen Abbrand derselben und die Sicherstellung einer minimalen Veränderung der Überschlagsspannung wichtig ist. In weiterer Ausbildung kann eine Regelungseinrichtung für den Vorschubtrieb der Elektroden vorgesehen sein. Während grundsätzlich die Elektrodenabbrandrate konstant ist, so daß ein gesteuerter Antrieb vorgesehen sein könnte, wird durch diese Ausbildung eine weite Einstellbarkeit der Partikelkonzentrationen ermöglicht, indem die Vorschubregelung - abhängig von jeweils gewünschter Partikelkonzentration - automatisch verriegelt ist und hier nicht verschiedene externe Steuerprogramme vorgesehen sein müssen. In äußerst bevorzugter Ausgestaltung erfolgt die Regelung durch eine Meßeinrichtung für die Überschlagsspannung zwischen den einander gegenüberliegenden Seiten der Elektroden. Durch Messung der Überschlagsspannung wird genau diese, deren Konstanz angestrebt wird, zur Regelung des Elektrodenabstandes und damit der gewünschten Konstanthaltung der Überschlagsspannung selbst als Meßgröße bzw. Istwertvorgabe genommen.

Eine weitere Ausgestaltung der Erfindung sieht vor, daß ein Gasführungskanal für Trägergas und Teilchenstrom in einem PTFE-Körper ausgebildet ist. Durch diese Ausgestaltung wird erreicht, daß möglichst wenig Teilchen im Aerosolkanal haften

bleiben, wodurch die ausgetragene Partikelkonzentration verändert werden könnte.

Insgesamt wird durch die erfindungsgemäße Ausgestaltung ein Aerosolgenerator, insbesondere zum Erzeugen von reinem Kohlenstoffaerosol, aber auch zur Erzeugung von Aerosolen aus Metallen bzw. Inertgas oder Metalloxiden bei Verwendung von entsprechenden Metallelektroden, deren Abbrand im letzten Falle in einer Sauerstoffatmosphäre als Treibgas oxidiert, geschaffen, mit dem Kalibrierungen von Meßgeräten, Filtertests und Inhalationsexperimente bequem und mit hoher Genauigkeit durchgeführt werden können.

Weitere Vorteile und Merkmale der Erfindung ergeben sich aus den Ansprüchen und aus der nachfolgenden Beschreibung, in der ein Ausführungsbeispiel der Erfindung unter Bezugnahme auf die Zeichnung im einzelnen erläutert ist. Dabei zeigt:

Figur 1 Eine schematische Darstellung des Antriebs für die Elektroden in Seitenansicht;

Figur 2 eine Sicht auf die Vorrichtung entsprechend dem Pfeil II der Figur 1;

Figur 3 eine Darstellung des Funktionsblocks mit Elektroden und Gasführungskanal in einem Schnitt senkrecht zu derselben;

Figur 4 einen Schnitt entsprechend IV-IV der Figur 3;

Figur 5 eine konkrete Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Vorrichtung; und

Figur 6 eine Prinzipdarstellung der elektrischen Schaltung.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung 1 zum Erzeugen eines Feststoffaerosols weist einen Funktionsblock 2 aus PTFC oder einem entsprechendes Material mit schlechten Haftigenschaften auf. In dem Funktionsblock 2 ist ein Gasführungskanal 3, vorzugsweise ein inertes Trägergas wie Argon oder dergleichen ausgebildet ist. An den Gasführungskanal 3 schließt sich eine Überschlagskammer 3a an, in die senkrecht zu ihr diagonal in diesen zentral mündend Führungsdurchbrüche 4 für Feststoffelektroden 6 ausgebildet. Die Elektroden 6 sind im dargestellten Ausführungsbeispiel Graphitelektroden. Es können aber grundsätzlich auch andere Elektroden eingesetzt werden, wie beispielsweise einzelne Metallelektroden, wobei das Trägergas dann ein sauerstoffhaltiges Trägergas sein kann, um entsprechende Oxidaerosole zu erzeugen.

Auf den Funktionsblock 2 ist ein Gasführungsflansch 5 befestigt (Fig.3), der mit einem Gaseinlaß 5a (Fig. 4) versehen ist, die über eine Querbohrung 5b und Gaszuführungsbohrungen 5c zu dem Gasführungskanal 3 im Funktions block 2 eine Gasverbindung herstellt. Die mehreren kleinen Gaszuführungsbohrungen 5c ergeben eine gleichmäßige Strömungsverteilung der Gasströmung. Der Gaszu-

führungskanal 3 weist einen im wesentlichen rechteckigen Querschnitt auf. Das Verhältnis von Querschnittsbreite in Erstreckungsrichtung der Elektrode zur Querschnittslänge senkrecht hierzu liegt vorzugsweise unter 1:10, wobei die Breite geringer als 1 mm und geringer als der Elektrodenabstand sein sollte. Vor den Elektroden 6 verbreitert sich der Gaszuführungskanal 3 zur Entladungskammer 3a, deren Querschnittsbreite und -länge etwa in der gleichen Größenordnung liegen. Durch diese Ausgestaltung kann das Trägergas im wesentlichen laminar ohne große Turbulenzbildung zwischen den Elektroden 6 hindurchströmen und nach einer Entladung zwischen den Elektroden 6, wobei sich von diesen Partikel lösen, die die Aerosolteilchen bilden, schnell aus der Überschlagkammer ausräumen, was eine hohe Entladungsfrequenz und damit eine hohe Aerosolteilchenrate ermöglicht.

Die Entladungskammer 3a mündet bei 3b in einen Aerosolauslaßkanal 3c, in dem im Einmündungsbereich 3b eine Verdünnungsgasdüse 10 angeordnet ist. Hierdurch kann unter Beibehaltung die durch die mögliche hohe Entladungsfrequenz erzeugte hohe Teilchenrate die strömende Gasmenge vergrößert werden. Gleichzeitig kann die Konzentration der Aerosolpartikel in der vergrößerten Gasmenge über die gesamte Querschnittsbreite des Auslaßkanals 3a abgesenkt werden, wodurch ein Agglomerieren der Aerosolteilchen zu größeren Gebilden (Ketten, Flocken oder ähnliches) zuverlässig verhindert wird.

Insbesondere kann hier ein anderes Gas zugemischt werden. Beispielsweise ist es möglich Luft zuzumischen, die nicht direkt mit oder statt des Trägergases Argon durch die Entladungskammer geführt werden kann, da die bei der Entladung sich lösenden Teilchen (Kohlenstoff aber auch Metallteilchen bei Metallelektroden, wenn ein entsprechendes Aerosol gewünscht wird) im Entladungspasma oxidieren (verbrennen) würden. Eine spätere Zumischung von Sauerstoff ist insofern problemlos und gegenüber der Verwendung ausschließlich eines inertes Edelgases als Träger preiswerter. Durch die Ausbildung der Zuführung für das Mischgas als Düse 10 wird ein Eindringen des Mischgases in den Bereich zwischen den Elektroden 6 zuverlässig verhindert.

Die Elektroden 6 weisen flache, parallel zueinander gerichtete, einander gegenüberliegende Stirnseiten 7 auf, die einander im geringem Abstand von wenigen mm, vorzugsweise ca. 1,5 mm, gegenüberstehen. Die Elektroden 6 sind in Halteböcken 8 festgehalten. Die Halteböcke 8 weisen Führungsdurchbrüche 9 mit einem Innengewinde 11 auf und sitzen mit diesen Durchbrüchen auf Spindeln 12, die den Funktionsblock 2 frei drehbar durchsetzen, ihn beidseitig überragen und an ihren überragenden Enden mit jeweils entgegengesetz-

ten Gewinden 13,14 versehen sind, wobei im dargestellten Ausführungsbeispiel der Figur 1 die Gewinde 13 links des Funktionsblocks 2 Linksgewinde und die Gewinde 14 rechts des Funktionsblock 2 Rechtsgewinde sind.

Auf beiden Spindeln sitzen Zahnscheiben 16,17, über die gemeinsam ein Zahnriemen 18 geführt ist, der ebenfalls über eine Zahnscheibe 19 eines Antriebsmotors 21 läuft. Die Spindeln sind in ihren inneren und äußeren Endstellungen mittels Endschalter abschaltbar.

Bei der Ausgestaltung der Figur 5 ist der Funktionsblock 2 in einem Gehäuse 15 angeordnet. Die Elektroden 6 werden durch Elektrodenhülsen 6a gehalten, die rückseitig durch Schraubkappen 6b abgedeckt sind, durch die die Hülsen 6a die Elektroden 6 sicher halten.

Die Elektroden 6 sind über ein Speicher-Glied 22 wie beispielsweise ein RC-Glied mit einem Hochspannungsnetzteil 23, das gegebenenfalls einen Transformator T aufweist, verbunden (eine der Elektroden über "Erde", die andere mit dem weiteren Pol des Netzteils über das Speicherglied direkt). Durch die angelegte Hochspannung werden Spannungsspitzen erzeugt, die zu einer Funkenbildung zwischen den Elektroden führen. Es wird mit einer konstanten Hochspannung von mehr als 1000 Volt, beispielsweise von ca. 3000 Volt, gearbeitet. Mittels eines Stromreglers 25 wird der Ausgangsstrom der Hochspannungsversorgung und damit die Funkenfrequenz eingestellt. Die Höhe des Ausgangsstroms bestimmt die Aufladezeit des Speicherglieds 22 und damit die Funkenfrequenz. Diese kann zwischen 3 Hz und ca. 1000 Hz gewählt werden.

Weiter liegt an der direkt mit dem Hochspannungsnetzteil verbundenen Elektrode 6 ein Hochspannungsmeßgerät 24 an, das zu einem Eingang 26 eines Komparators 27 führt, an dessen anderem Eingang 28 eine für den gewünschten (Soll-)Abstand der Elektroden 6 repräsentative Referenzspannung einer Sollspannungsquelle 29 (relativ zur "Erde") anliegt. Der Komperator 27 vergleicht die beiden an seinen Eingängen 26,28 anliegenden Spannungen und regelt entsprechend deren Differenz den Elektrodenantriebsmotor 21. Derart wird die Überschlagnspannung zwischen den Elektroden 6 gemessen und mittels ihres Wertes der Elektrodenabstand zwischen den Stirnseiten 7 der Elektroden 6 automatisch geregelt. Steigt die Überschlagnspannung durch zunehmenden Abstand der Elektroden 6, setzt die Ausgangsspannung des Komparators 27 den Elektrodenantriebsmotor 21 in Betrieb bis der Abstand und damit die Überschlagnspannung wieder ihren Sollwert erreicht haben. Hier durch wird eine konstante Überschlagnspannung und ein konstanter Generatorbetrieb erreicht.

Der GFG 1000 erzeugt kleinste Kohlenstoffpartikel durch Hochspannungsfunken zwischen zwei Graphitelektroden. Um Oxidation des Kohlenstoffs zu vermeiden, wird die Strecke zwischen den Elektroden mit Argon gespült. Der in der Funkenstrecke verdampfte Kohlenstoff wird von dem Argonstrom aus dem Bereich zwischen den Elektroden heraus transportiert und kondensiert zu kleinsten Primärpartikeln, die je nach Konzentration mehr oder weniger große Agglomerate bilden. Über die Stromstärke und damit die Frequenz des Funkens läßt sich der Partikelmassenstrom in weiten Grenzen weitgehend linear variieren, wobei der Massenstrom bevorzugterweise im Bereich von 0 bis ca. 0,1 mg/min. liegt.

Der Elektrodenabbrand wird durch eine automatische Nachführung der Elektroden kompensiert. Damit wird ein sehr konstanter Betrieb des Generators gewährleistet. Durch gezielte Verdünnung des Aerosols direkt nach der Entstehung kann die Agglomeratbildung verringert werden.

Ansprüche

1. Vorrichtung zum Erzeugen eines Feststoffaerosols, wie eines Kohlenstoffaerosols, wobei Aerosolteilchen durch Funkenentladung über teilchenabgebende Elektroden erzeugt werden, dadurch gekennzeichnet, daß die Elektroden (6) parallele benachbarte Stirnflächen (7) aufweisen, daß sie mit einem sie synchron gegeneinanderbewegenden Vorschubantrieb (8,9,11, 12,13, 14,16,17) versehen sind und daß die erzeugten Teilchen durch einen Gasstrom fortführbar sind.

Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Elektroden (6) über Spindeln (12) mit gegeneinanderlaufenden Gewinden (13,14) angetrieben sind.

3. Vorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Elektroden an Laufblöcken (8) festgelegt sind, die mit den Spindeln (12) im Eingriff stehen.

4. Vorrichtung nach Anspruch 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Spindeln (12) von einem Motor (21) über einen Zahnriemen (18) angetrieben sind.

5. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, gekennzeichnet durch eine Regeleinrichtung für den Vorschubantrieb der Elektroden (6).

6. Vorrichtung nach Anspruch 5, gekennzeichnet durch eine Meßeinrichtung für die Überschlagnspannung zwischen den einander gegenüberliegenden Seiten (7) der Elektroden (6).

7. Vorrichtung nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß ein Gasführungskanal (3) für Trägergas und Teilchenstrom in einem PTFE-Körper (2) ausgebildet ist.

8. Vorrichtung nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß hinter den Elektroden (6) im Aerosolauslaß am Kanal (3c) eine Verdünnungsgasdüse (10) angeordnet ist. erfolgt.
9. Vorrichtung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß der Aerosolauslaßkanal (3c) sich quer zum Gasführungskanal (3,3a) im Bereich der Elektroden (6) erstreckt. 5
10. Vorrichtung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Mündung der Verdünnungsgasdüse (10) stromab der Mündung (3b) des Gasführungskanals (3,3a) in den Aerosolauslaßkanal (3c) mündet. 10
11. Vorrichtung nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Gasführungskanal (3) vor den Elektroden (6) als Schlitz mit einer gegenüber dem Abstand der Elektroden (6) geringeren Breite ausgebildet ist. 15
12. Vorrichtung nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß das Verhältnis von Querschnittsbreite zu Querschnittslänge des Gasführungskanals (3) kleiner als 1:10 ist. 20
13. Vorrichtung nach Anspruch 11 oder 12, dadurch gekennzeichnet, daß der Gaszuführungskanal (3) eine Querschnittsbreite in Erstreckungsrichtung der Elektroden (6) von weniger als 1 mm aufweist. 25
14. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 11 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß der Zuführungskanal (3) kontinuierlich vor den Elektroden (6) in eine Entladungskammer (3a), in welche die Elektroden (6) ragen, übergeht. 30
15. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 14, gekennzeichnet durch an den Elektroden (6) anliegende Hochspannung mit einzelnen Spannungsspitzen hoher Wiederholungsfrequenz zur Verdampfung des Elektrodenmaterials. 35
16. Verfahren zum Erzeugen eines Feststoffaerosols, wie eines Kohlenstoffaerosols, mit hoher Massenkonzanz und mit kleinen reproduzierbaren Partikelgrößen, dadurch gekennzeichnet, daß einzelne elektrische Funken mit hoher Wiederholungsfrequenz durch an die Elektroden angelegte Hochspannung erzeugt werden, daß durch die Hochspannungs-Funkenentladung Material von ebenen, parallel zueinander gerichteten Stirnflächen der Elektroden verdampft wird und durch Kondensation kleinste Feststoffpartikel bildet, daß die Feststoffpartikel durch einen Gasstrom mitgeführt werden und daß die Elektroden geregelt synchron aufeinander zubewegt werden. 40 45 50
17. Verfahren nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, daß die einander gegenüberliegenden Stirnseiten der Elektroden trotz ihres Abbrandes auf konstanten Abstand geregelt werden. 55
18. Verfahren nach Anspruch 17, dadurch gekennzeichnet, daß die Regelung durch Messung der Überschlagsspannung zwischen den Elektroden

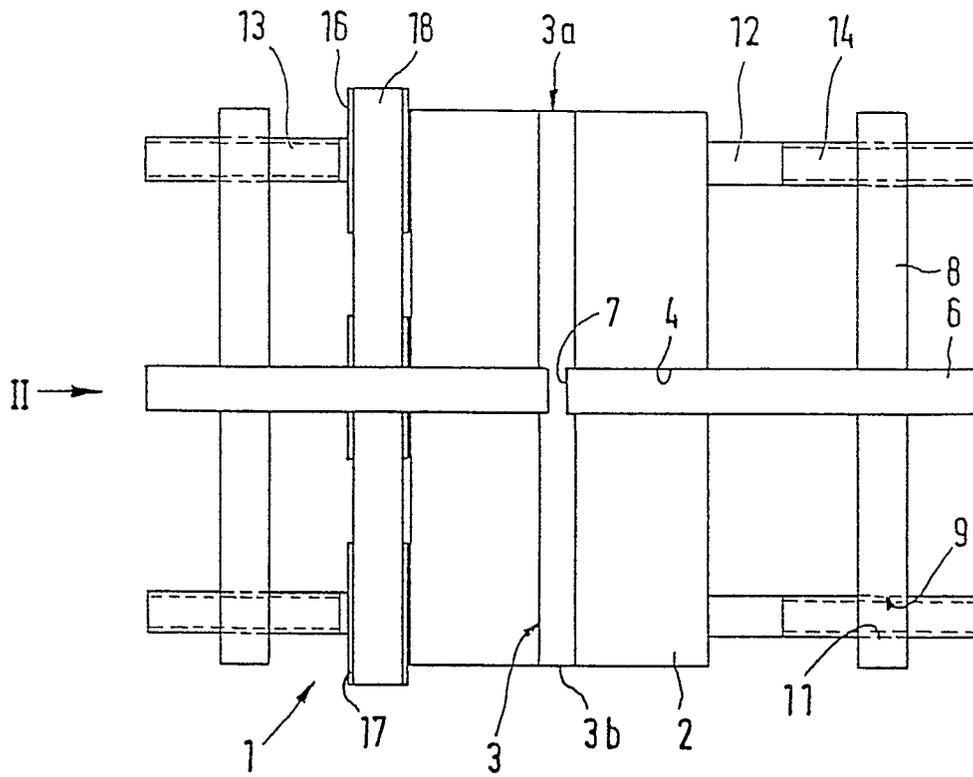


FIG. 1

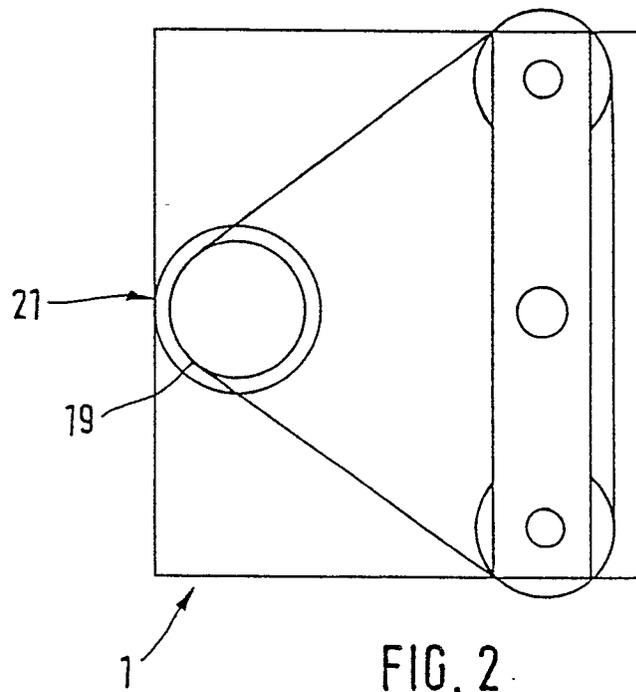


FIG. 2

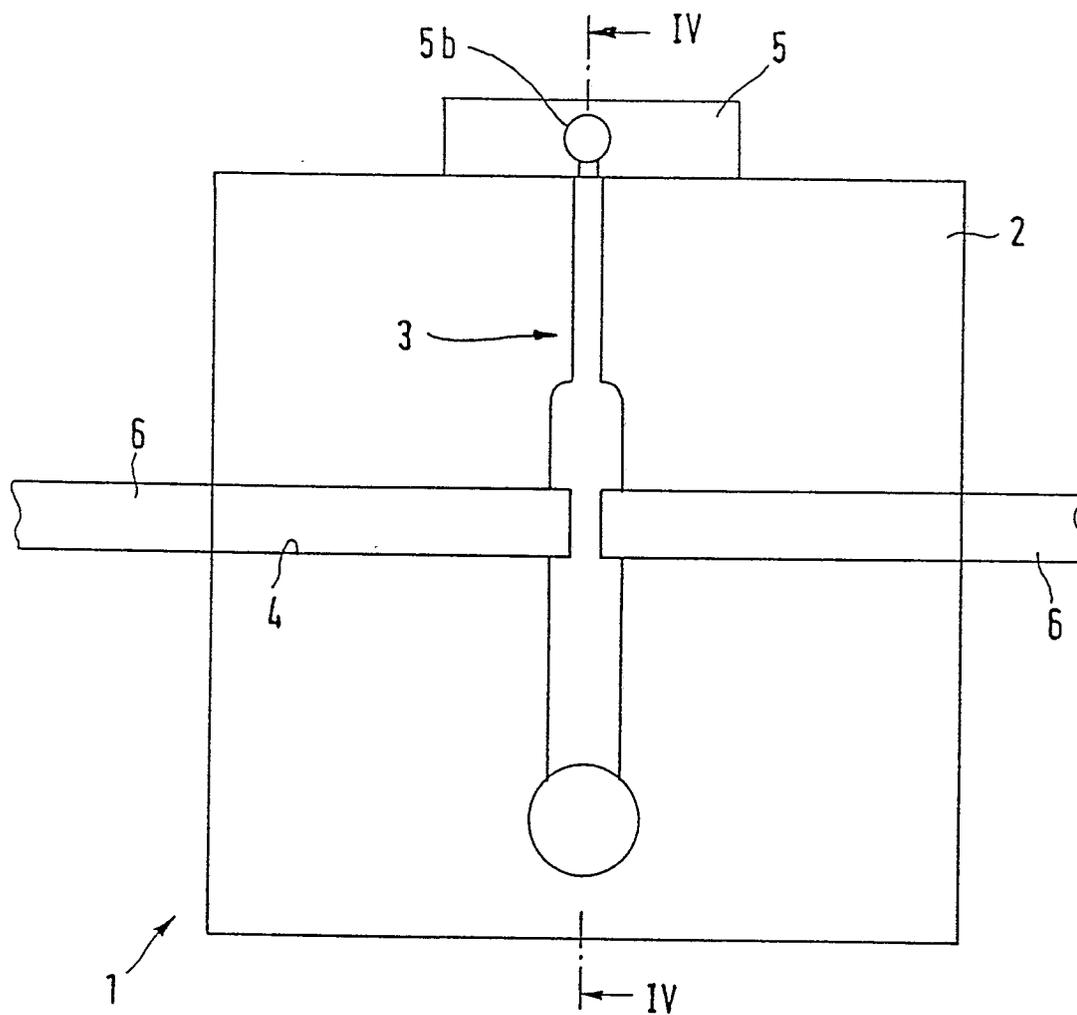


FIG. 3

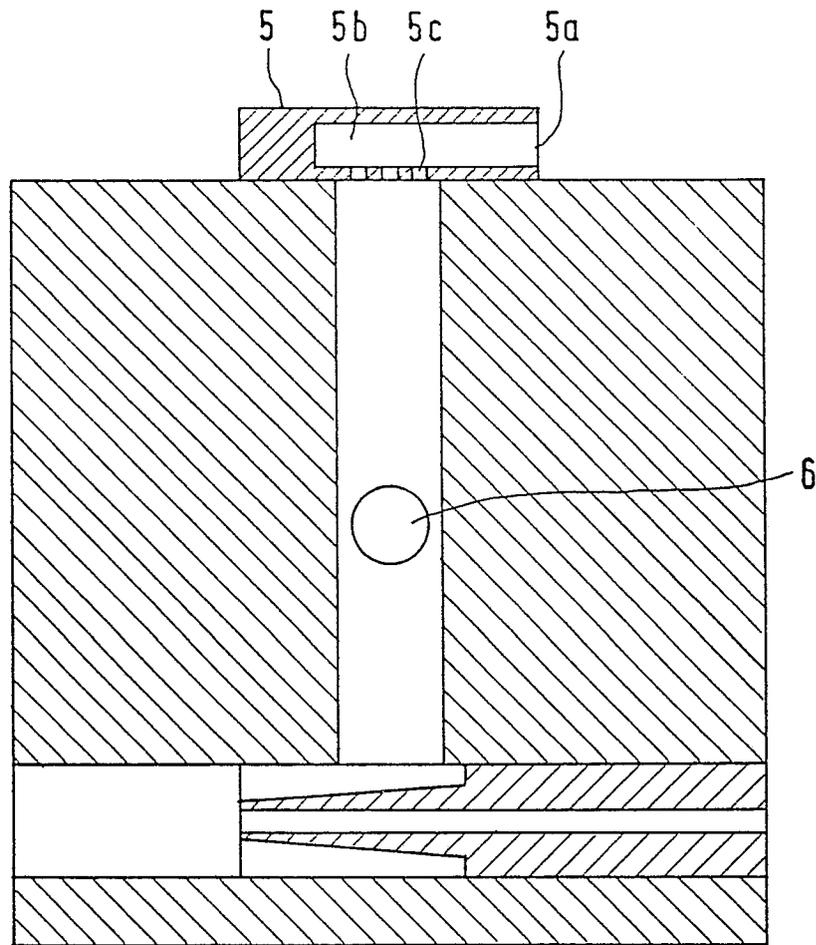


FIG. 4

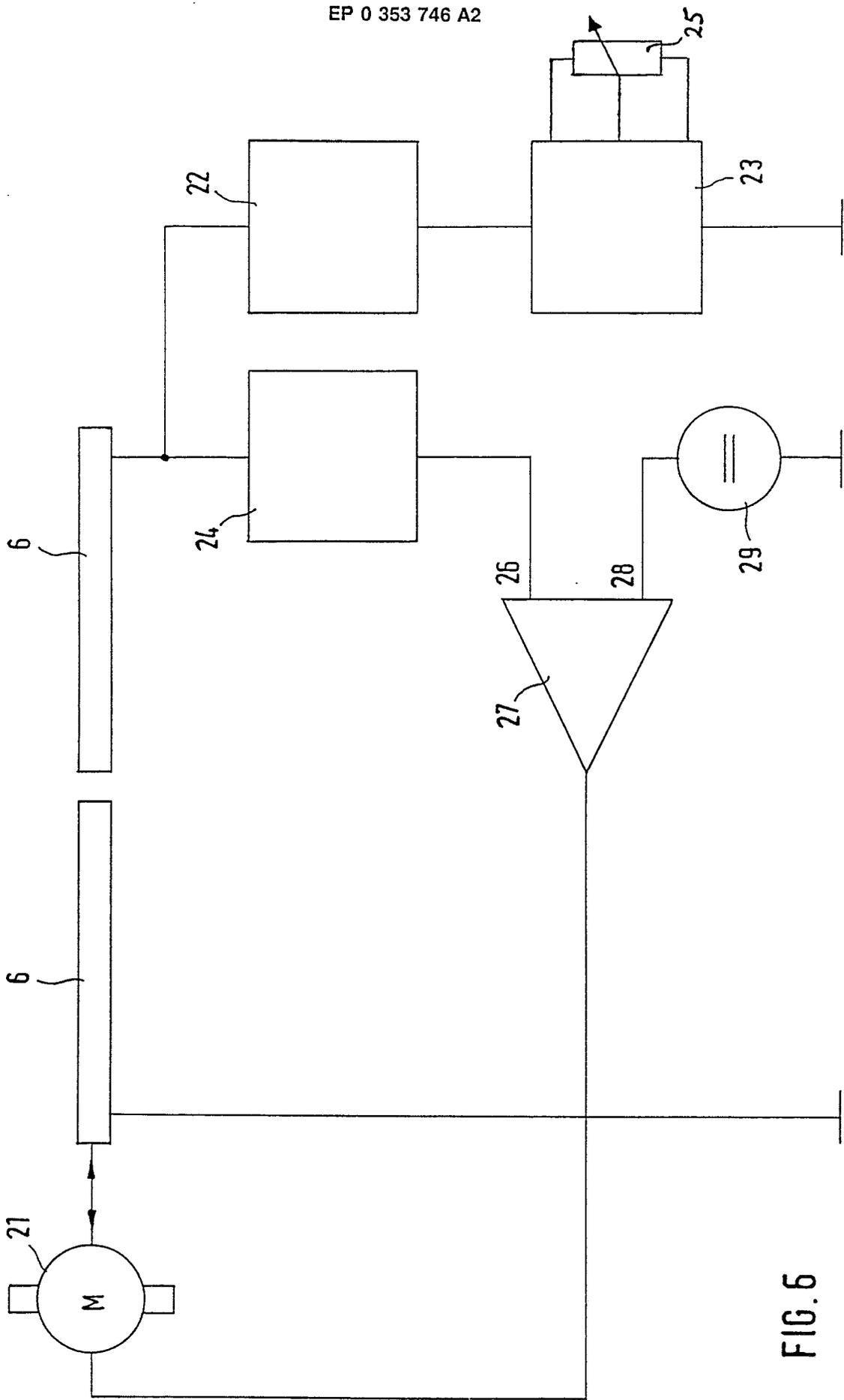


FIG. 6