

SAA APM 05: Vorgehensweise bei Partikelmessungen mit dem Scanning Mobility Particle Sizer (TSI Model 3936)

Datum

14. Juli 2008

Version

1.0 Deutsch

Inhalt

1	Zweck	2
2	Hinweise	2
3	Grundlagen	2
3	Geräte	2
4	Messvorbereitung	2
	4.1 Allgemeines	2
	4.2 Einstellungen der Geräte	3
	4.3 Einstellungen der Software	4
5	Messung	5
6	Auswertung	5
7	Wartung	6
8	Qualitätssicherung	6

SAA APM 05: Vorgehensweise bei Partikelmessungen mit dem Scanning Mobility Particle Sizer (TSI Model 3936)

1 Zweck

Zweck dieser Standardarbeitsanweisung ist die Datenerfassung und –sicherung sowie Qualitätskontrolle der mit dem SMPS (TSI Model 3936) ermittelten und aufgezeichneten Messdaten. Dies umfasst auch die routinemäßig anfallende Gerätewartung. Ziel dieser Standardarbeitsanweisung ist nicht die Einrichtung der Probenahmestation.

2 Hinweise

Diese Standardarbeitsanweisung bezieht sich auf die ISO 15900 *Determination of Particle Size Distribution - Differential Electrical Mobility Analysis for Aerosol Particles* und dient der Sicherstellung der Standardarbeitsanweisung SAA APM 01 *Messung von nano- und ultrafeinen Partikeln an Arbeitsplätzen*.

3 Grundlagen

Mit dem SMPS können Partikel in einem Aerosol hinsichtlich ihrer Größe klassiert und gezählt werden. Dazu werden die Partikel in einen definierten Ladungszustand gebracht und anhand ihrer elektrischen Mobilität in einem elektrischen Feld fraktioniert. Durch eine kontinuierliche Veränderung der angelegten Spannung im elektrischen Feld kann, in Abhängigkeit der verwendeten Hardware (DMA, CPC), der Partikelgrößenbereich von 3 nm bis 1000 nm mit einer Auflösung von bis zu 64 Kanälen/Dekade vermessen werden. Aufgrund der Fraktionierung kann mittels definierter Ladungsverteilung sowie der mechanischen Mobilität die Größenverteilung der Partikel im Aerosol berechnet werden.

4 Geräte

Das SMPS Model 3936 enthält folgende Gerätekomponenten:

- Aerosoleinlass mit Impaktor zur Vorabscheidung grober Partikel
- SMPS Classifier Model 3080 mit Neutralisator Model 3077 (Krypton 85) und DMA (Differential Mobility Analyzer) Model 3081
- CPC (Condensation Particle Counter) z. B. Model 3786 oder Model 3010
- Filtersystem zur Anpassung des Aerosolvolumenstroms, abhängig vom verwendeten CPC
- PC oder Laptop zur Datenaufzeichnung

5 Messvorbereitung

5.1 Allgemeines

Das SMPS System nach Herstellerangaben mit Schläuchen und Datenkabel verbinden und den Impaktor mit dem gewünschten cut-off montieren. Die Prallplatte des Impaktors sollte vorher leicht eingefettet werden. Den CPC (hier Model 3786) nach Herstellerangaben mit destilliertem Wasser (oder Butanol bei Model 3010) befüllen. Zur Messdatenerfassung wird

SAA APM 05: Vorgehensweise bei Partikelmessungen mit dem Scanning Mobility Particle Sizer (TSI Model 3936)

der CPC mit einem PC oder Laptop mittels Datenkabel über die serielle Schnittstelle RS-232 oder den Universal Serial Bus (USB) verbunden. Nach Anschluss an die Stromversorgung werden die Geräte (Plattform, CPC, PC) eingeschaltet. Der CPC Model 3786 benötigt eine Aufheizphase von etwa 15 Minuten. In dieser Zeit sollen folgende Temperaturen (in °C) erreicht werden:

- Optc 75.0 (Optics)
- GT 75.0 (Growth Tube)
- SAT 12.0 (Saturator)

Der Status dieser Temperaturen kann im CPC-Grafikdisplay überwacht werden. Dazu wird die **Display** Taste durch mehrmaliges Drücken bis zum **Status Screen** betätigt. Nach Erreichen der benötigten Temperaturen springt der CPC selbstständig zur Anzeige **Primary Concentration Screen**.

5.2 Einstellungen der Geräte

- Zum Aufzeichnen von Messdaten muss die Spannungskontrolle des SMPS Classifiers auf **Analog Ctrl** eingestellt werden. Dazu wird durch Drehen des schwarzen Kontrollrades das **Ctrl-Feld** (unten links im Classifier LCD Display) angewählt (dunkle Unterlegung) und durch Drücken des Kontrollrades zwischen **Panel Ctrl** und **Analog Ctrl** gewechselt.
- Je nach gewünschtem Partikelgrößenbereich müssen die Volumenströme eingestellt werden. Nach Herstellerangaben soll das Verhältnis von Sheath Flow zu Sample Flow 10:1 betragen. Beispielsweise beträgt der zu vermessende Größenbereich bei Sheath Flow 3,0 l/min und Sample Flow 0,3 l/min 13,5-750 nm Partikeldurchmesser (Mobilitätsdurchmesser).

Einstellen des **Sheath Flows**

- Durch Drehen des schwarzen Kontrollrades **Sheath Flow** im Classifier LCD Display anwählen (dunkle Unterlegung)
- Schwarzes Kontrollrad drücken
- Sheath Flow durch Drehen des schwarzen Kontrollrades einstellen
- Schwarzes Kontrollrad drücken
- Die **Sheath Flow LED** zeigt durch Aufleuchten das Erreichen des Volumenstroms an

Einstellen des **Sample Flows**

- Geeignetes Messgerät zur Volumenstromkontrolle (z. B. Gilibrator) am Aerosol Einlass des DMA anschließen
- Filtersystem zur Anpassung des Aerosolvolumenstroms nach Herstellerangaben an den CPC montieren (bei Einstellung von 0,6 l/min Sample Flow ist dieses Filtersystem beim CPC 3768 nicht nötig, Sheath Flow dann auf 6,0 l/min einstellen)
- Pumpe des CPC durch Drücken der **Pump** Taste einschalten
- Aerosolvolumenstrom durch Verstellen des Ventils am Filtersystem einstellen und mittels Volumenstrommessers kontrollieren

SAA APM 05: Vorgehensweise bei Partikelmessungen mit dem Scanning Mobility Particle Sizer (TSI Model 3936)

5.3 Einstellungen der Software

Zum Aufzeichnen der Messdaten wird die Software **Aerosol Instrument Manager** verwendet. Nach dem Öffnen der Software wird über **File – New** eine neue SMPS Datei (gewünschten Dateinamen eintragen) geöffnet, in der die Daten gespeichert werden. Zur besseren Übersicht werden über **Window – 4-Pane Layout** die Fenster **Size Data Graph**, **Size Data Table**, **SMPS-Sample List** und **Statistics Table** auf dem Desktop angeordnet. Weitere Möglichkeiten sind **2-Pane Layout** mit Size Data Graph und SMPS-Sample List oder eigenhändige Anordnung der gewünschten Anzeigefenster.

Über **File – Properties**, **Run – Properties** oder mit Maustaste rechts auf **New Sample** im Anzeigefenster **SMPS-Sample List** werden die Einstellungen für die Messungen im Pop-up-Fenster **SMPS Properties** vorgenommen. Diese sind:

- **Hardware Setting**
 - Classifier Model: 3080
 - DMA: 3081
 - Impactor Type: Je nach Verwendung
 - CPC: 3786 (oder je nach Verwendung)
 - DMA Flow Rate: Sheath und Aerosol Flow einstellen
 - td: Bei Verwendung eines 25,4 cm langen Verbindungsschlauchs zwischen DMA und CPC vorgeschlagene td-Zeit übernehmen, sonst neue Zeit berechnen.
 - Size Range Bounds: Entweder **Set to Max Range** zur Vermessung des maximal möglichen Größenbereichs drücken oder **Lower** und **Upper Diameter** zur Beschränkung des Größenbereichs einstellen.
 - Scan Time: **Up** von 30 bis 300 s, **Retrace** von 10 bis 300 s einstellbar
- **Scheduling**
 - Sample: **Scans per Sample** und **Number of Samples** falls erforderlich einstellen
 - Scheduled: Bei Reihenmessungen das Startintervall bei **Repeat Every** eintragen
 - Start At Time: Evtl. Zeit des Messstarts eintragen
- **Physical Properties**
 - Gas Properties: Gas Viscosity und Mean Free Path eintragen (Defaulteinstellungen sind für Luft bei 20°C und 1013 mbar)
 - Particle Density: Partikeldichte eintragen, falls bekannt
 - Correction Flags and Values:
 - Multiple Charge Correction: Zur Herausrechnung von mehrfach geladenen Partikeln
 - Diffusion Correction: Zur Herausrechnung der Partikelverluste durch Diffusion im SMPS System
 - Nanoparticle Aggregate Mobility Analysis: Zur Umrechnung der Partikel von Kugeln auf Aggregate

Diese Korrekturen sind mathematischer Art aufgrund der ermittelten Rohdaten und können auch nachträglich ein- und ausgeschaltet werden.

Über **OK** die Eingabe der Properties bestätigen.

SAA APM 05: Vorgehensweise bei Partikelmessungen mit dem Scanning Mobility Particle Sizer (TSI Model 3936)

6 Messung

- Falls erforderlich, Probenahmeschlauch am Aerosol Einlass (Impaktor) anschließen (Bei der Verwendung eines Probenahmeschlauchs entstehen Diffusionsverluste, die bei der Auswertung der Daten zu berücksichtigen sind).
- Um Messdatenverlust durch Drainage des Wasserreservoirs des CPC während einer Messung zu verhindern, sollte vor dem Messstart eine Entleerung des Wasserreservoirs erfolgen. Dazu am CPC **Drain/Prime**-Taste 1 s drücken und durch nochmaliges Drücken die Startoption anwählen, **Drain/Prime**-Taste 2 s drücken und die Drainage beginnt und dauert ca. 1 min.
- Wenn bei **Properties – Scheduling – Start at Time** ein Startzeitpunkt eingetragen wurde, startet die Messung zum eingetragenen Zeitpunkt.
- Über **Run – Start Data Collection** kann eine Messung sofort gestartet werden.
- Über **Run – Finish Current Sample** wird eine Reihemessung nach Beendigung der aktuellen Messung gestoppt.
- Über **Run – Abort Current Sample** wird die aktuelle Messung sofort beendet und die Daten der aktuellen Messung verworfen.

7 Auswertung

- Erste Analysen der Messdaten können im **4-Pane-Layout** durchgeführt werden.
 - Im Fenster **SMPS-Sample List** wird die zu betrachtende Messung mit Mausclick ausgewählt.
 - Im Fenster **Size Data Graph** wird die Partikelgrößenverteilung der ausgewählten Messung angezeigt.
 - Mit dem Mauszeiger und linker gedrückter Maustaste (Mauszeiger wird zur Hand) können die unteren und oberen Messbereichsgrenzen verschoben werden.
 - An jedem beliebigen Datenpunkt der Partikelgrößenverteilung (Mauszeiger wird zur Hand) kann durch Drücken der linken Maustaste der Messwert (Durchmesser und Anzahlkonzentration) des Datenpunkts angezeigt werden.
 - Zum Vergrößern (Zoom) der sichtbaren Partikelgrößenverteilung wird mit dem Mauszeiger und linker gedrückter Maustaste der Vergrößerungsbereich aufgezogen. Über **Format – Undo Zoom** erscheint wieder die Normalansicht.
 - Im Fenster **Size Data Table** werden die aufgezeichneten Messdaten tabellarisch für jeden Größenkanal aufgeführt.
 - Im Fenster **Statistics Table** sind die verschiedenen Durchmesser, Standardabweichungen und Gesamtkonzentrationen angegeben.
- Zur weiteren Auswertung der Messdaten (mit z. B. einer Tabellenkalkulation) können die Daten in eine Datei exportiert werden.

SAA APM 05: Vorgehensweise bei Partikelmessungen mit dem Scanning Mobility Particle Sizer (TSI Model 3936)

- Über **File – Export to File** die **Export Parameters** einstellen. Die Daten werden nach Angabe eines Dateinamens in eine Textdatei exportiert und können weiter verarbeitet werden.

8 **Wartung**

- Befüllen des CPC-Wasservorratsbehälters und Entleeren des CPC-Drainagebehälters je nach Verbrauch und Bedarf
- Reinigung der Prallplatte und Düse des Vorabscheiders (Impaktor) je nach Anwendung und Bedarf
- Reinigung der DMA-Innen- und Außenelektrode je nach Anwendung und Bedarf, bei Dauerbetrieb mindestens halbjährlich, siehe Electrostatic Classifier Instruction Manual
- Wechsel der Sheath Flow HEPA-Filter bei Dauerbetrieb mindestens jährlich, siehe Electrostatic Classifier Instruction Manual
- Reinigung des Sheath Flow Laminators (Dracon Screen) bei Dauerbetrieb mindestens jährlich, siehe Electrostatic Classifier Instruction Manual
- Wechsel der CPC-Filterkassetten bei Dauerbetrieb mindestens jährlich, siehe CPC Operation und Service Manual
- Überprüfung der Kalibrierung mit Kalibrierpartikeln halbjährlich oder je nach Bedarf

9 **Qualitätssicherung**

Maßnahmen zur Qualitätssicherung:

- Nulltests:
 - Routinemäßige Überprüfung bei eingestellten Volumenströmen (Sheath- und Aerosol Flow) und 0 V Spannung im DMA, CPC darf dann keine Partikel detektieren
 - Routinemäßige Dichtigkeitsüberprüfung des SMPS: Messung mit gefilterter Luft (z. B. mit HEPA-Filter) durchführen, CPC darf dann keine oder nur sehr wenige Partikel detektieren
- Routinemäßige Überprüfung der Gerätekalibrierung mit Kalibrierpartikeln
- Durchführung und Protokollierung der Gerätewartungen
- Protokollierung von Auffälligkeiten bei der Probenahme und Gerätewartung und Mitteilung an den Bereichsleiter