Konzept für die Heliumreinigung des Mu3e-Experiments

Bachelor-Thesis

Fachhochschule Nordwestschweiz, Hochschule für Technik



Institut für Thermo und Fluid Engineering Bachelor of Science - Maschinenbau Vertiefungsrichtung Energietechnik

AutorChristoph SennStudiengang Maschinenbau5MeVertiefungsrichtung Energietechnik

| Projektbetreuung | Prof. Dr. Beat Ribi |
|------------------|-----------------------------|
| Experte | Dr. Ralf Greim |
| Auftraggeber | Dr. Frank Meier Aeschbacher |

Datum 24.03.2022

Nomenklatur

| Symbol: | Einheit: | Beschreibung: | |
|------------------|--|--|--|
| Α | [<i>m</i> ²] | Fläche | |
| b | $\left[\frac{1}{s}\right]$ | Zeitkonstante | |
| С | $\left[\frac{mol}{m^3}\right]$ | Konzentration | |
| D | $\left[\frac{m^2}{s}\right]$ | Diffusionskoeffizient | |
| d | [<i>m</i>] | Durchmesser | |
| d _{kin} | $[\text{Å}] = 10^{-10}[m]$ | Kinetischer Durchmesser (kleinster möglicher Durchmesser, welcher vom Molekül erreicht wird.) | |
| F _{ers} | [N] | Kraft | |
| j | $\left[\frac{mol}{m^2 \cdot s}\right]$ | Diffusionsfluss | |
| k | [-] | Erweiterungsfaktor | |
| k _B | $\left[\frac{W}{m^2 \cdot K^4}\right]$ | Boltzmann-Konstante | |
| Ī | [<i>m</i>] | mittlere freie Weglänge | |
| М | $\left[\frac{Kg}{mol}\right]$ | Molmasse | |
| 'n | $\left[\frac{Kg}{s}\right]$ | Massestrom | |
| m | [Kg] | Masse | |
| n | [mol] | Stoffmenge | |
| 'n | $\left[\frac{mol}{s}\right]$ | Stoffmengenstrom | |
| Р | $\left[\frac{Kg}{m^2 \cdot s}\right]$ | Permeabilitätskonstante | |



| p | [<i>Pa</i>] | Druck | | |
|------------|---------------------------------------|--|--|--|
| p_i | [<i>Pa</i>] | Partialdruck | | |
| Q | $\left[\frac{Pa \cdot m^3}{s}\right]$ | Leckrate | | |
| R | $\left[\frac{J}{mol \cdot K}\right]$ | Universelle Gaskonstante | | |
| S | $\left[\frac{m\cdot s^2}{kg}\right]$ | Sorptionskonstante | | |
| Т | [K] | Temperatur | | |
| t | [<i>s</i>] | Zeit | | |
| U | [-] | erweiterter Fehlertoleranz | | |
| u | [-] | Fehlertoleranz | | |
| Ϋ́ | $\left[\frac{m^3}{s}\right]$ | Volumenstrom | | |
| V | [<i>m</i> ³] | Energie für Gittersprünge (Permeation) | | |
| x | [m] Membrandicke | | | |
| у | [%] Konzentration in Volumenprozent | | | |
| | Grie | chische Symbole | | |
| α | [-] | Selektivität | | |
| ρ | $\left[\frac{Kg}{m^3}\right]$ | Dichte | | |
| Indizes | | | | |
| Не | Helium | | | |
| М | Messung | | | |
| 02 | Sauerstoff | | | |
| <i>p</i> 1 | Druck Hochdruckseite | | | |



| <i>p</i> 2 | Druck Niederdruckseite |
|------------|--|
| y1 | Heliumanteil Hochdruckseite |
| y2 | Heliumanteil Niederdruckseite |
| 0 | Anfangswerte |
| 1,2,2 | Fortlaufende Nummerierung |
| | Abkürzungen |
| BGA | Binary Gas Analyzer |
| FHNW | Fachhochschule Nordwestschweiz |
| GUM | Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement |
| MMM | Mixed Matrix Membran |
| PAN | PolyacryInitril |
| PEEK | Polyetheretherketon |
| PET | Polyethylenterephthalat |
| PM-Dossier | Projekt Management Dossier (Pflichtenheft für Projektarbeit) |
| PLA | Polylactid |
| PSA | Pressure-Swing-Adsorption |
| PSI | Paul-Scherrer-Institut |
| P6 | Bachelor-Thesis |
| TSA | Temperatur-Swing-Adsorption |

Tabelle 1: Nomenklatur

Zusammenfassung

Im Projekt Heliumreinigung für das Mu3e-Experiment des Paul-Scherer-Institut (PSI) wird ein Weg gesucht, die aufwändige und kostenintensive Reinigung des Heliums im Kreislauf zu verbessern.

Das Mu3e-Experiment sucht nach dem Zerfall eines Myons. Für die Kühlung der Detektoren wird gasförmiges Helium genutzt. In den Kühlkreislauf dringt von aussen kontinuierlich Luft ein. Das Experiment muss ab einem gewissen Luftanteil (2 *Vol.*%) im Helium, mit reinem Helium gespült werden. Um das Experiment längere Zeiten am Stück zu betreiben, wird ein Konzept zur Reinigung des Massenstrom (50 $\frac{g}{s}$ / 280 $\frac{l}{s}$) gesucht.

Zweck der Arbeiten ist die Auswahl eines Konzeptes für eine experimentelle Betrachtung. Es werden verschiedene Konzepte für die Reinigung von Heliumgas betrachtet. Als Verunreinigung wird Umgebungsluft angenommen. Das bedeutet, es geht um die Entfernung der Luft (O₂, N₂) aus Heliumgas. Die verschiedenen Konzepte sind bewertet und beurteilt.

Im weiteren Verlauf entschied man sich für die Untersuchung der Membrantechnologie, da die Kosten im Betrieb gering sind und nicht mit vielen Wartungszyklen zu rechnen ist. Zusätzlich braucht dieses System nur einen Druck, der aufgebaut werden muss.

Mit den Resultaten des Prüfstands lässt sich ein Material beurteilen mit Fokus auf Volumenstrom und erreichte Reinheit. Die Permeabilitätskonstante kann nur für hohe Werte

 $(100 \ barrer / 7.5 \cdot 10^{-16} \ \frac{m^3 \cdot s}{kg})$ bestimmt werden. In diesem Bericht sind zwei Membrane

ausgemessen und ausgewertet (PET, Polyimid (Kapton)). Weitere Materialien sind bis jetzt nicht angekommen oder die Firmen wollen sie nicht in die Schweiz schicken. Gemäss den Ergebnissen der Berechnungen ist das beste Material 6fda-Polyimid. Eine Messung mit PEEK wäre noch interessant. Für dieses Material sind in der Literatur noch keine Werte vorhanden. Nach den Kriterien müsste PEEK im mittleren Feld angesiedelt sein. Weitere Materialien sind

PLA und PAN. Die maximale Reinheit ist abhängig vom Verhältnis $\left(\frac{V_2}{V_1}\right)$ der beiden beteiligten

Volumen, links und rechts der Membran, und der angelegten Druckdifferenz über der Membran. Dieses Projekt zeigt, dass selbst bei niedrigem Druck (3 - 4 bar), das verunreinigte Helium gereinigt wird. Es hat sich gezeigt, dass die Dicke der Membran den grössten Einfluss auf den Massenstrom darstellt. Danach kommen Druck und Temperatur.

Für das Konzept am Mu3e-Experiment wird ein Filtersystem mit geringer Dicke ($\geq 0.05 mm$) der Membran und einer grossen Kontaktfläche mit dem Gas empfohlen. Die Temperatur müsste für eine zusätzliche Beschleunigung des Vorgangs erhöht werden, ist jedoch in einem Kühlkreislauf nicht ideal und belastet den Wärmetauscher. Es könnte aber die Abwärme des Experiments genutzt werden. Erhöht man den Druck, geht die Permeation schneller. Dies bedeutet jedoch, dass eventuell eine kostspielige Pumpe gebraucht wird für die Erzeugung des Drucks.

Die weiteren Schritte bestehen in weiteren Messungen, aus denen das beste Material gesucht wird. Ist die Suche erfolgreich, kann die Planung des Membransystems und dessen Fertigung in die Wege geleitet werden.

Summary

In the project, Helium purification for the Mu3e-experiment, the Paul-Scherer-Institute (PSI) is looking for a way to improve the complex and cost-intensive purification of helium in the cycle.

The Mu3e experiment is looking for the decay of a muon. Gaseous helium is used to cool the detectors. Air continuously enters the cooling circuit from the outside. The experiment must be purged with pure helium when a certain amount of air (2 *Vol.*%) is present in the helium. To operate the experiment for longer periods at a time, a concept for purifying the mass flow $(50 \frac{g}{a} / 280 \frac{l}{a})$ is necessary.

The purpose of this work is to select the concepts for experimental observation. Various concepts for the purification of helium gas are considered. Ambient air is assumed as an impurity. That means it is about the removal of air (O_2, N_2) from helium gas. The different concepts are evaluated and assessed.

In the further course, it was decided to investigate the membrane technology, because the costs in operation are low and less maintenance cycles are to be expected. Furthermore, this system only needs one pressure level to be built up.

With the test rig results, a material can be evaluated with a focus on volume flow and achieved purity. The permeability constant can only be found for high values $(100 \ barrer / 7.5 \cdot 10^{-16} \ \frac{m^3 \cdot s}{kg})$. In this report, two membranes are measured and evaluated (PET, polyimide (Kapton)). Other materials have not arrived yet or the companies do not want to send them to Switzerland. Judging from the results of the calculations, the best material is 6fds-polyimide. A measurement with PEEK would still be interesting. There are no values for this material in the literature yet. According to the criteria, PEEK should be in the middle of the field. Other materials are PLA and PAN. The maximum purity depends on the ratio $\left(\frac{V_2}{V_1}\right)$ of the two volumes involved, left and right of the greatest influence on the mass flow is the thickness of the membrane. This project shows that the greatest influence on the mass flow is the thickness of the membrane. This is followed by pressure and temperature.

For the concept at the Mu3e-experiment, a filter system with a small membrane thickness ($\geq 0.05 \text{ }mm$) and a large contact area with the gas is recommended. The temperature would have to be increased for additional acceleration of the process but is not ideal in a cooling circuit and puts a strain on the heat exchanger. However, the waste heat from the experiment could be used. If the pressure is increased, permeation is faster. This means that a costly pump might be needed to generate the pressure.

The next steps consist of further measurements to find the best material. If the search is successful, the planning of the membrane system and its production can be initiated.

Inhaltsverzeichnis

| Nomenkla | Nomenklaturi | | | |
|--------------------|--|----|--|--|
| Zusamme | nfassung | iv | | |
| Summary. | | .v | | |
| 1. Einleit | tung | .1 | | |
| 2. Arten | der Reinigung und Gewinnung von Helium | .1 | | |
| 3. Adsor | rption/ Filtern | .2 | | |
| 3.1. Mol | sieb | .3 | | |
| 3.2. Mixe | ed-Matrix-Membran (MMM) | .4 | | |
| 4. Diffus | ion | .4 | | |
| 4.1. Men | nbran | .5 | | |
| 5. Temp | eratur | .6 | | |
| 5.1. Küh | Ifalle | .8 | | |
| 5.2. Hea | ted Getter | .9 | | |
| 6. Indust | trielle Lösungen1 | 0 | | |
| 6.1. Pres | ssure-Swing-Adsorption (PSA)1 | 0 | | |
| 6.2. Terr | nperatur-Swing-Adsorption (TSA)1 | 1 | | |
| 7. Zusan | nmenstellung der Konzepte für den Prüfstand1 | 2 | | |
| 7.1. Küh | Ifalle1 | 2 | | |
| 7.2. Getter12 | | | | |
| 7.3. Kun | ststoff Membran1 | 2 | | |
| 7.4. Mixe | ed-Matrix-Membran (MMM)1 | 3 | | |
| 7.5. Mol | siebabsorber1 | 4 | | |
| 8. Auswa | ahlkriterien1 | 4 | | |
| 9. Auswe | ertung1 | 6 | | |
| 10. Disku | ssion1 | 7 | | |
| 11. Konze | eptentscheid1 | 8 | | |
| 12. Model | II und Theorie1 | 9 | | |
| 12.1. | Annahmen1 | 9 | | |
| 12.2. | Modelgleichung1 | 9 | | |
| 12.3. | Weitere Möglichkeiten zur Messung der Permeabilität2 | 21 | | |
| 12.4. Simulation21 | | | | |
| 13. Prüfstand25 | | | | |
| 13.1. | Membran Werkstoff | 26 | | |



| 13 | .2. | Folienhersteller | 27 | | |
|--------------|-----------------------|--|----|--|--|
| 13 | .3. | Membrankammer | 27 | | |
| 13 | .4. | Messinstrumente | 28 | | |
| 13 | .5. | Kalibrierung der Sensoren | 31 | | |
| 14. | Berec | hnung und Abschätzungen Randbedingungen | 32 | | |
| 14 | .1. | Temperatur | 32 | | |
| 14 | .2. | Volumen | 32 | | |
| 14 | .3. | Leckage Überwachung | 35 | | |
| 14 | .4. | Unsicherheitsanalyse Massenströme | 35 | | |
| 14 | .5. | Gasmischung | 37 | | |
| 14 | .6. | Batch-Betrieb | 37 | | |
| 14 | .7. | kontinuierlicher Betrieb | 37 | | |
| 14 | .8. | Simulation der Messung | 38 | | |
| 15. / | Ablau | f der Messungen | 40 | | |
| 15 | .1. | Berechnungen der Gasmischung nach dem Partialdruck Prinzip | 42 | | |
| 16. | Messu | ung | 43 | | |
| 16 | .1. | PET | 44 | | |
| 16 | .2. | Fit's PET | 47 | | |
| 16 | .3. | Polyimid (Kapton) | 48 | | |
| 16 | .4. | Fits Kapton | 51 | | |
| 17. | Validi | erung mit Simulation | 52 | | |
| 18. | Erken | ntnisse | 54 | | |
| 19. 3 | Syste | m-Konzept für Mu3E | 55 | | |
| 19 | .1. | Empfehlungen | 56 | | |
| 20. | Ablau | f des Projekts | 58 | | |
| 20 | .1. | Eingetroffene Risiken | 58 | | |
| 20 | .2. | Überblick der Ziele | 60 | | |
| 20 | .3. | Ausblick | 61 | | |
| 21. | Bestä | tigung | 62 | | |
| 22. | 22. Danksagung62 | | | | |
| Liter | Literaturverzeichnis | | | | |
| Abbi | Abbildungsverzeichnis | | | | |
| Tabe | Tabellenverzeichnis | | | | |
| Anha | AnhangXVII | | | | |



1. EINLEITUNG

Im Rahmen der Bachelor-Thesis (P6) wird ein Konzept für die Heliumkühlung des Experiments Mu3e des PSI gesucht. Im Mu3e wird der Zerfall eines Myons untersucht. Die Apparatur, mit der der Zerfall gemessen wird, arbeitet mit dem Medium Helium zur Kühlung. Im Verlauf der Messung wurde beobachtet, dass die Reinheit des Heliums sinkt. Durch Schwachstellen können Sauerstoff und Stickstoff in das System gelangen. Dies erhöht die Dichte des Kühlgases, was u.a. zu einem anderen Betriebspunkt des Kompressors führt. Dabei sinkt die Kühlleistung drastisch. Bisher wurden die Fremdgase mit einer Kühlfalle ausgefroren. Dieses Konzept benötigt flüssigen Stickstoff und muss regelmässig entleert werden. Nun soll ein kostengünstigeres Konzept gefunden werden, welches auch weniger wartungsintensiv ist. Dazu wird eine Recherche für das weitere Vorgehen auf einem Prüfstand benötigt. Durch diesen soll in erster Linie das Reinigungskonzept getestet werden. Dies wird für die Entscheidungen im weiteren Verlauf des Projektes benötigt. Mit dem Versuchsaufbau werden die Parameter des Vorgangs verifiziert. Die Parameter kommen aus dem Teilziel (b im PM-Dossier [1]. Der wichtigste Punkt ist die Reinheit (min. 99.5 Vol. % Helium), die mit diesem Konzept erreicht wird. Als zweites Ziel ist, den möglichen Massenstrom oder die Masse eines Vorgangs bei Batchbetrieb für den geforderten Massenfluss richtig zu skalieren. Weiter ist die Druckdifferenz möglichst gering zu halten. Dadurch wird verhindert, dass eine teure Pumpe oder ein Kompressor benötigt wird. Dazu werden verschiedene Arten der Heliumreinigung gesucht. Diese Konzepte werden im Folgenden gesucht, beurteilt und bewertet, um die beste Lösung zu finden.

2. ARTEN DER REINIGUNG UND GEWINNUNG VON HELIUM

Helium hat einen kleinen kinetischen Durchmesser (2.6 Å) und ist deshalb sehr flüchtig. Es hat einen tiefen Siedepunkt (4.15 *K*), und ist diamagnetisch [2]. Helium reagiert nicht weiter mit anderen Elementen, da es ein Edelgas ist. Die Dichte beträgt 0.179 $\frac{kg}{m^3}$ bei Umgebungsbedingungen. In Tabelle 2 sind weiter kinetische Durchmesser von einigen Gasen aufgelistet [3].

| Molecule | Molecular weight | Kinetic diameter (Å) |
|------------------|------------------|----------------------|
| CO ₂ | 44 | 3.3 |
| O ₂ | 32 | 3.46 |
| N ₂ | 28 | 3.64 |
| H ₂ O | 18 | 2.65 |
| CH ₄ | 16 | 3.8 |
| H ₂ | 2 | 2.89 |

Tabelle 2 Molekulargewicht und kinetische Durchmesser verschiedener Gase [1]

In der Industrie gibt es verschiedene Möglichkeiten, Helium zu reinigen. Diese Verfahren stammen unter anderem auch aus den möglichen Produktionsarten für Helium. Da Helium nur ein kleiner Bestandteilt der Luft (0.0005 *Vol.* %) ist, wird es aus Erdgas (0.2 *Vol.* %) gewonnen. Dazu muss ein grosses Volumen verarbeitet werden. Dies wird, in der Industrie mit Parallelschaltungen mehrerer Anlagen ermöglicht. Die Reinheit des Gases wird bei Bedarf mit Serienschaltungen realisiert. Helium ist also ein Nebenprodukt bei der Erdgasgewinnung. Es haben sich verschiedene Arten der Helium-Abscheidung/Gewinnung durchgesetzt. Diese werden vor allem durch die erreichbare Reinheit eingestuft. Zusätzlich sind die Selektivitäten und der mögliche



Volumenfluss ein wichtiges Kriterium der Konzepte. Die physikalischen Einstufungen der Reinigung sind nachfolgend aufgelistet.

- mittels Filterung
- mittels Diffusion
- über Temperatur

3. ADSORPTION/ FILTERN

Die bekannteste Methode, etwas zu trennen, ist die Filterung. Für ein Gas ist dies eine Frage der Porengrösse des Siebs. Da Helium einen der kleinsten kinetischen Durchmesser hat, müsste das Sieb eine Porengrösse \geq 2.6 Å vorweisen. Um den Sauerstoff ($d_{kin} = 3.46$ Å) zurückzuhalten, müssen die Poren \leq 3 Å sein. Stickstoff hat einen grösseren kinetischen Durchmesser und wird daher auch getrennt, wenn Sauerstoff nicht mehr durch das Sieb kommt. Die getrennten Moleküle müssen aber abgeführt werden, um die Diffusion durch das Konzentrationsgefälle zu verhindern.

Im Filtermaterial können die unerwünschten Moleküle auch adsorbiert werden. Dabei wird das Molekül an der Oberfläche des Filters oder innerhalb des Filtermaterials zurückgehalten. Es ist dann jedoch eine Reinigung des Filters nach einer gewissen Betriebszeit nötig. In Abbildung 1 ist ein Konzept der Firma Zeochem dargestellt, welches beide Arten der Trennung verwendet [4]. So können Poren der Grösse 4 - 5 Å Sauerstoff und Stickstoff aufnehmen. Mit 3 Å Porengrössen werden beide Moleküle nicht aufgenommen; sie können nicht in die Poren eindringen, Abbildung 2.



Abbildung 1 Adsorption und Filter Kombination [4]



Abbildung 2 Poren und dynamische Durchmesser einiger Moleküle [6]



3.1. Molsieb

Ein Molsieb besteht aus einem Material, welches genau definierte Porengrössen besitzt. Mit Zeolithen werden Siebe bis zu einer Porengrösse von 3 Å hergestellt. Diese Siebe werden durch Einbringen von Kationen verengt. Zur Modifizierung der Porengrösse werden einzelne Atome durch chemische Reaktionen aus der kristallinen Struktur gelöst und durch andere Atome ersetzt. Bei Bedarf werden die Strukturen noch chemisch stabilisiert. Grosse Atome verengen die Porengrösse, kleinere vergrössern die Poren. Die anfängliche Porengrösse, ersichtlich in Abbildung 3, beträgt 5 Å. Auf dem Markt sind Molekularsiebe als Kugeln erhältlich. Diese Kugeln funktionieren nach dem Prinzip der Adsorption. Es werden Moleküle in den Poren der Kugeln





gefangen. Die genaue Porengrösse zur Adsorption verschiedener Moleküle ist ein Erfahrungswert. Für Stickstofftrennung aus Umgebungsluft wird z. B. eine Sodium-Form (Sodium bzw. Natrium, vergleichsweise kleines Element, welches in der Struktur gebunden ist) des Zeolith X verwendet [5]. Dieses Molekularsieb besitzt eine Porengrösse von 10 Å. Hier spielen die Bewegungen der Moleküle eine grosse Rolle. Da Wärme mit einer Vibration der Moleküle einhergeht, können sich mit steigender Temperatur die Poren verkleinern. Die mittlere Weglänge der Gase ist ebenfalls nicht ausser Acht zu lassen. Sie ist über Druck und Temperatur definiert wie in Formel (1) ersichtlich. Für Luft findet sich bei Umgebungsbedingungen eine mittlere freie Weglänge von 6 nm. Diese ermöglichen eine gewisse Steuerung der Porengrössen im Zeolith und der mittleren Weglänge der Gase über die Temperatur.

$$\bar{l} = \frac{k_B \cdot T}{\sqrt{2} \cdot \pi \cdot p \cdot d_{kin}^2} \tag{1}$$

Neben Zeolithen werden, für die Herstellung von reinem Sauerstoff, Calcium und Lithium verwendet. Calcium wird auch für die Wasserstoffgewinnung verwendet. Mit der Erhitzung des Materials werden die Poren wieder frei. Um den Prozess nicht anzuhalten, werden Molsiebe oft mit dem Arbeitsgas gespült (siehe Kapitel 6).



3.2. Mixed-Matrix-Membran (MMM)

Mit der molekularen Filtermembran ist das Filtern, wie man es klassisch kennt, möglich. Dieses Produkt wird aber nur von zwei Firmen auf der Welt produziert [6] und ist deshalb auch dementsprechend teuer und selten im Gebrauch. Der Abtransport der Verunreinigungen ist hier zwingend notwendig. Meistens werden Kombinationen mit Stützmaterialien und eine Mischung aus Membran und Filter verwendet. Diese können dem Druck besser standhalten im Vergleich zu reinem Zeolithen oder sonstigen Materialien. Die Filtermembran weist daher neben dem Siebeffekt häufig auch eine Diffusion der Moleküle auf. Eine Mischung aus Membran und Molsieb ergibt sich, wenn in das Membranmaterial Zeolith eingefügt wird. Den höchsten Durchsatz, bei der Variation der Membrandicke erzielt man, wenn auf beiden Seiten der Membran die Partikel aus dem Trägermaterial kommen. Es ergibt sich so wieder ein Siebeffekt, wie in Kapitel 3.1 beschrieben, mit einem Anteil an Diffusion (Kapitel 4). Die Permeabilität durch die Membran hängt vom Verhältnis des Binder-Massenanteil zum Zeolith-Massenanteil ab. Es gibt in diesem Feld noch viele verschiedene Mischungen der Materialien mit Palladium, Uran usw. (siehe Kapitel 5.2). Dieses Gebiet ist praktisch eine Wissenschaft für sich.

4. **DIFFUSION**

Weiter kann infolge der hohen Flüchtigkeit von Helium die Reinigung durch eine Diffusion bewerkstelligt werden. Für diese Art der Reinigung sind der Permeabilitätskoeffizient und die Selektivität wichtig. Diese Werte definieren die Durchlässigkeit des Festkörpers. Es sind jedoch grosse Flächen für geeignete Massenströme nötig. In Abbildung 4 sind die verschiedenen Diffusionsvorgänge veranschaulicht. Die grössenbeschränkte Diffusion hat die gleiche Wirkungsweise wie ein Molsieb und wird nicht näher erläutert. Bei der porösen Membran werden die Verunreinigungen zu einem Teil durchgelassen. Die Membran wird auf die mittlere Weglänge der Moleküle abgestimmt. Die so erzielbaren Reinheiten liegen im Bereich von < 99.5 Vol. % und erfüllen knapp den hier geforderten Reinheitsgrad. Diffusion durch attraktive Wechsel-Wirkung ist mit Helium schwer zu erzielen, da es inert ist und kein Bedürfnis hat, zu reagieren. Es bleibt noch die Lösungsdiffusion durch eine dichte Membrane. Diese Methode braucht viel Platz, umso grösser der benötigte Volumenstrom ist und wird deshalb häufig nur im Bypass in einem System angebracht. Diese Membran dient dazu, geringe Verunreinigungen aus dem Arbeitsgas auszuscheiden (Reinheit, 99.95 Vol.%). Der Massenstrom hängt in allen Varianten von der Partialdruckdifferenz über der Membrane ab. Weitere Einflüsse sind Temperatur, freies Volumen und Dicke des Membranen-Materials. Bei Kunststoffen lässt sich die Diffusion beschleunigen, indem das Material in die Nähe der Glastemperatur gebracht wird. Eine Erhöhung der Temperatur erhöht jedoch in einem Kühlsystem den Energieverbrauch des Wärmetauschers.





Abbildung 4 Diffusionsvorgänge [6]

4.1. Membran

Membrane gibt es in vielen Formen. Bei Gasen haben sich Kunststoff und Metalle und deren Kombinationen als Lösungen etabliert. Die treibende Kraft ist dabei die Druckdifferenz über der Membran. In der Formel (2) ist dieser Zusammenhang ersichtlich [7]. Mit der steigenden Temperatur wird das Totvolumen im Kunststoff grösser und alle Gaspartikel, die klein genug sind, wandern durch die Membrane. Für die Geschwindigkeit ist nach Ficks-Law auch die Dicke der Membran wichtig (Formel 2).

$$j = \frac{\dot{n}}{A} = -D \cdot \frac{\partial c}{\partial x} \tag{2}$$

Der Diffusionskoeffizient ist bei Membranen abhängig vom Werkstoff und dessen Herstellungsverfahren. Zusammen mit dem Sorptionskoeffizienten ergibt sich der Permeationskoeffizient (Formel (4)). Der Vorteil ist, dass Helium bei den meisten Werkstoffen schneller durchgeht im Vergleich zu anderen Molekülen. In Abbildung 5 ist dieser Effekt bei Elastomeren und Thermoplasten ersichtlich [1]. Es zeigt sich, dass amorphe Kunststoffe eine höhere Selektivität aufweisen. Die Elastomere lassen jedoch grössere Volumenströme durch. Diese Volumenströme werden über den Flux berechnet (Formeln (5),(6)). Diese Formeln entstehen aus der Kombination von Formel (2), Formel (3) und Formel (4). Bei der Selektivität ist die grössere Permeabilität im Nenner und die tiefere Konstante im Zähler (Formel (7)).

$$c_i = \frac{n_i}{V} = \frac{p_i}{R \cdot T} = S \cdot p_i \tag{3}$$

$$P = D \cdot S \tag{4}$$



$$j = -D \cdot S \cdot \frac{\partial p}{\partial x} \tag{5}$$

$$\frac{\dot{V}}{A} = -P \cdot \frac{\partial p}{\partial x} \tag{6}$$

$$\alpha_{A/B} = \frac{P_A}{P_B} \tag{7}$$



Abbildung 5 Permeabilität bei Elastomeren und Thermoplaste [6]

5. TEMPERATUR

Helium wird erst unterhalb 4.15 *K* flüssig. Somit können mit der Temperatur die beiden Moleküle Sauerstoff (90.15 *K*) und Stickstoff (77.15 *K*) effektiv getrennt werden. Häufig wird dazu flüssiger Stickstoff verwendet. Mit einer Temperatur unter 77.15 *K* wird damit sicher Sauerstoff ausgefroren und teilweise Stickstoff. Es ist zu beachten, dass die Flüssigkeiten, die entstehen, entfernt oder absorbiert werden.

Weiter kann man mit der Zugabe von Wärme die unerwünschten Moleküle absorbieren. Dies wird durch verschiedene reaktive Materialien realisiert, an denen sich die Verunreinigungen ablagern und chemische Verbindungen eingehen. In Tabelle 3 sind die Metalle aufgelistet, die bei höheren Temperaturen verschiedene Moleküle aus Gasen binden.



| Inert gases | Impurities | Metallic getter | Temperatur range (°C) |
|-------------|--|-----------------|-----------------------|
| Inert gases | H ₂ , O ₂ , CO ₂ , N ₂ , CO, NO etc. | U | 200 ~250 |
| | | | 500~1000 |
| Ar | N ₂ , O ₂ | Ti | 850 |
| Ar, He | N ₂ | Ti | 900~1000 |
| Inert gases | 02 | Cu | 550 |
| Ar | O ₂ , N ₂ | Ba, Zn | 200 ~400 |
| | | Са | 600 ~700 |
| | | Cu | 200 ~600 |
| | | Ti | 600 ~1000 |
| | | U etc. | 175 ~900 |
| Inert gases | 02 | Cu | 550~600 |
| Ar | 0 ₂ , H ₂ 0 | Al – MG. K – Na | 800~1000 |
| Ar | CO, CO ₂ | U | 100 ~930 |
| | 02 | | 0~740 |
| | H ₂ 0 | | 0~800 |
| Inert gases | N ₂ , O ₂ | Ti | 815~875 |
| | H ₂ | Cu | 600 |
| | | Ti | 205 ~430 |
| Inert gases | 0 ₂ , H ₂ 0, N ₂ | Са | 430 ~705 |
| | CO_2 , H_2 , CO , etc. | Ti | 760~815 |
| | | Cr | 260 ~370 |

| | | Mn | 205~260 |
|-------------|---------------------------------|--------------|----------|
| Ar | 02 | MnO | 150 |
| Ar | N ₂ | Ti | 900 |
| Ar | N ₂ , O ₂ | 50 % Ti — Zr | 900 |
| Inert gases | 02 | Ti, Ta, Nb | 700~1050 |
| | N ₂ | Zr, Hf | 800~1050 |
| | H ₂ | | 350~500 |
| | H ₂ 0, | | 700~1050 |

 Tabelle 3 Tabelle der Metallische Getter-Materialien [4]

5.1. Kühlfalle

In der Kühlfalle wird der Gasstrom heruntergekühlt. Durch die tiefe Temperatur kondensieren die Gase. Bei Helium, welches einen tiefen Siedepunkt hat (4.15 K), wird mit flüssigem Stickstoff bei 77 K gekühlt. Dadurch kondensieren der Sauerstoff bei 90.15 K und ein grosser Teil des Stickstoffs. Das Kondensat wird in einem Bett aus Aktivkohle zurückgehalten, wie bei einem Molsieb. Die Kühlfalle wird nach Gebrauch regeneriert, indem sie erhitzt wird. Durch den Phasenübergang zum Gas können die Verunreinigungen abgepumpt werden. Die Kühlfalle des PSI in Abbildung 6 erreicht einen Volumenstrom bis zu 10 $\frac{l}{s}$. Für die etwas grössere Kühlfalle des PSI sind die Daten nicht bekannt und es existiert kein Heizelement.



Abbildung 6 Kühlfalle des PSI mit Heizelement



5.2. Heated Getter

Der Heated Getter ist nach dem Prinzip der chemischen Reaktionen aufgebaut. Die Temperatur wird erhöht, um Energie in das System zu bringen. Die Moleküle befinden sich auf einem höheren energetischen Zustand. Sie geben Wärme ab, indem sie mit dem Getter-Material eine chemische Bindung eingehen. Die Reaktionen mit den Getter-Materialien läuft so lange, bis die überschüssige Energie durch die chemischen Bindungen abgebaut ist. Die Zellen werden deshalb konstant geheizt, um die Reaktionen am Laufen zu halten. Diese Materialien können legiert oder sektionsweise verbaut werden. Die gasumströmte Oberfläche ist dabei eine entscheidende Grösse. Sie bestimmt die Reinheit und die Dauer der Funktion, bevor die Materialien zu ersetzen sind. Dieses System ist vor allem für kleinere Verunreinigungen eine kostengünstige Lösung. Bei starkem Gebrauch muss das Getter-Material häufiger gewechselt werden.

Diese Getter sind auf dem Markt etabliert. Eine der Firmen, die solche Getter für Helium herstellen, ist Entegris [7]. Der von Entegris hergestellte Getter (Abbildung 7) kann einen Volumenstrom bis zu 2.5 $\frac{l}{s}$ reinigen. Die Firma bietet grössere Systeme spezifisch für Helium mit 97 $\frac{l}{s}$ maximalem Volumenstrom an. Die Geräte der Firma nehmen das Gas auf bei Temperaturen von 0 – 35 °C. Das Getter-Material arbeitet bei etwa 400 °C. Die Gastemperatur beträgt nach dem Durchlauf noch etwa 50 °C.



Abbildung 7 Entegris Heated Getter Purifier [7]



6. INDUSTRIELLE LÖSUNGEN

In der Industrie haben sich zwei Konzepte für eine kontinuierliche Reinigung von Gasen etabliert. Diese sind ähnlich aufgebaut unterscheiden sich jedoch durch den Gebrauch des Drucks oder der Temperatur. Es können auch beide Systeme kombiniert verbaut werden.

6.1. Pressure-Swing-Adsorption (PSA)

Im PSA [9] werden durch Filter, Membrane und Getter-Materialien die Unreinheiten adsorbiert. Das System besitzt zwei Volumina, die dies bewerkstelligen. Es wird ein Volumen zur Gasreinigung mit dem Betriebsgas durchspült, während das zweite Volumen mit dem Betriebsgas gespült wird [9]. In Abbildung 8 ist der Vorgang schematisch dargestellt. Ein Teil des gereinigten Gases (hier Stickstoff) wird abgezweigt und läuft über den inaktiven Druckbehälter aus dem System. Durch dieses Ausblasen werden aus dem inaktiven Druckbehälter die Fremdgase, welche sich durch die Filterung im Inneren befinden, aus dem System geführt. Dieser Vorgang bleibt bestehen, bis der aktive Filter gesättigt ist. Nun werden beide Behälter bezüglich des Drucks ausgeglichen. Als letzter Schritt wird das System umgestellt. Die Reinigung findet nun im ausgeblasenem Druckbehälter statt. Daneben wird mit einem Teil des gereinigten Gases der erste Druckbehälter ausgeblasen. Dieser Vorgang kann beliebig oft wiederholt werden und verlängert die Zeit bis zur Regeneration oder Austausch der Filter.



Abbildung 8 PSA-System [7]



6.2. Temperatur-Swing-Adsorption (TSA)

Temperatur-Swing-Adsorption (TSA) Die hat Ähnlichkeiten mit dem PSA-Verfahren. Der grosse Unterschied ist die Art der Reinigung des Gases. Im TSA-Verfahren werden die Unreinheiten im heissen Volumen gereinigt. Das kalte Volumen wird regeneriert (ausgeblasen) [10]. Innerhalb der Volumina sind Getter-Materialien angebracht mit möglichst grosser Fläche. Diese binden die Verunreinigungen chemisch. Bei tiefen Temperaturen kondensieren die Verunreinigungen, werden durch das Arbeitsgas ausgeblasen und abgeschieden. Oft wird eine Kombination aus TSA und PSA verwendet. In Abbildung 8 sind TSA und PSA schematisch dargestellt.



Abbildung 9 Unterschied Graphisch PSA/TSA [8]

7. ZUSAMMENSTELLUNG DER KONZEPTE FÜR DEN PRÜFSTAND

In den folgenden Kapiteln werden die Konzepte, die für einen Prüfstand realisierbar sind, ausführlich beschrieben. Die Konzepte können kombiniert werden, um die Anforderungen zu erfüllen.

7.1. Kühlfalle

Die Kühlfalle ist ein Prinzip, welches hohe Reinheit erlaubt. Der Betrieb ist aufgrund der Kühlung mit flüssigem Stickstoff kostenintensiv. Die Infrastruktur ist im PSI jedoch schon vorhanden. Bei einem Entscheid für ein weiteres Konzept würde die Kühlfalle zum Vergleich herangezogen werden, da mit diesem Konzept die Anforderungen klar erfüllt werden.



Abbildung 10 Kühlfalle des PSI

7.2. Getter

Der Heated-Getter kann eine Reinheit des Gases in Parts per Billion erreichen. Er ist daher schon fast überqualifiziert. Mit diesem Prinzip wäre es möglich, Wärme aus dem Experiment noch weiter zu nutzen. Diese Wärme kommt vom Detektor, der im Mu3e-Experiment eingesetzt wird. Das Reinigungssystem soll das Helium aufbereiten, welches zur Kühlung des Myonen-Detektors benötigt wird. Dies könnte bei einem Getter die Heizleistung reduzieren. Einer der grossen Vorteile ist die Industriereife des Produkts. Es kann optimal an den Kreislauf angepasst werden. Der grosse Nachteil ist die Irreversibilität der Bindungen. Es kann nur die Patrone gewechselt werden [11]. Regeneration ist nicht möglich, es werden lediglich die Getter-Materialien ausgetauscht.

7.3. Kunststoff Membran

Membrane sind schwierig herzustellen und leicht zu betreiben. Es bedarf jedoch für die richtige Auswahl einer näheren Untersuchung verschiedener Materialien. Es empfiehlt sich, einen amorphen Thermoplasten (z.B. PMMA, PET, usw.) zu verwenden. Bei dieser Lösung macht es Sinn, verschiedene Kunststoffe auszuwerten. Die Membrane müssten jedoch im Bereich von $10 - 100 \ \mu m$ Dicke sein, um einen brauchbaren Volumenstrom zu erreichen. Dieses Konzept kann nur im Bypass betrieben werden. Das grosse Problem ist der kleine Massenstrom durch die Membran.



Dieser kann mit Wärme und Druck vergrössert werden. Dieses Hilfsmittel ist mit Vorsicht zu gebrauchen, da mit der Erhöhung von Druck oder Temperatur alle Gase schneller diffundieren.

7.4. Mixed-Matrix-Membran (MMM)

Die Membrane kann auch mit Zeolith-Partikel gemischt werden, um einen höheren Volumenstrom zu erreichen [3]. Die Membran dient in diesem Fall als Trägerstruktur für das Molsieb (Zeolith 3 Å). Die Diffusion wird zweitrangig. Wichtig ist die richtige Dicke der Membran, um das Molekularsieb nicht zu verstopfen. Bei einem Durchmesser der Zeolith-Kugeln von 1 *mm* könnte z. B. eine stabile Molekularsieb-Membran mit Acryl-Harz (PMMA) als Trägerstruktur verwendet werden. Diese Membran wird auf beiden Seiten bearbeitet. So wird sichergestellt, dass die Kugeln auf beiden Seiten der Membrane offen sind. Es lassen sich unkompliziert verschieden dünne Membrane aus diesem Material testen. Zusätzlich lassen sich mit kontrollierter Erwärmung die Poren praktisch einstellen, um die optimale Ausnutzung des möglichen Volumenflusses zu finden. Die Verunreinigungen könnten wie in Kapitel 3.1 absorbiert werden.

Eine verfügbare Lösung ist der Sepuran Noble der Firma Evonik [12]. Dieser ist mit einer Hohlfaserwicklung und einer Membrane in Kombination erhältlich. Das Gerät verspricht eine hohe Reinheit und grosse Selektivität, benötigt für die Funktion jedoch einen hohen Druck (25 *bar*), siehe Abbildung 11



Abbildung 11 Sepuran Noble [10]



7.5. Molsiebabsorber

Mit einem Zeolithen von 4 Å kann der Sauerstoff absorbiert werden, siehe Kapitel 3.1. Für den Stickstoff genügt die Sodium-Form des Zeolithen X. Das System kann ungestört betrieben werden, bis die Molsiebschichtungen gesättigt sind. Diese können nach Gebrauch mit Hitze regeneriert werden. Dadurch lassen sich die Absorber-Elemente erneut verwenden. Für dieses System wird ein Tank benötigt, welcher mit den Kugeln des Molsiebs gefüllt wird. Es empfiehlt sich eine dünne, lange Kartusche für dieses Konzept (Abbildung 12).



Abbildung 12 Konzept Molsiebkartusche

8. AUSWAHLKRITERIEN

In der nachfolgenden Tabelle sind die verschiedenen Lösungsvorschläge aufgelistet mit allen Informationen aus dieser Literaturrecherche. Diese wurden mit einer Bewertungsmatrix ausgewertet, um die beste Lösung für das Projekt zu evaluieren.

| | Kühlfalle [3] | Heated-Getter [11] | Membran (Kunststoff) [13] | MMM [11] | Molsieb-Apsorber [14] |
|---|---------------|--------------------------|--|---|--------------------------|
| Reinheit [%] | 99.9 | 99.9 (1 ppb) | 99.95 | 95 | 99.5 |
| maximale Verunreinigung | 1 Vol. % | bis zu 0.5 <i>Vol.</i> % | 5 Vol. % | bis zu 40 <i>Vol</i> . % | 1.6 – 5 Vol. % |
| Volumenstrom $\left[\frac{l}{s}\right]$ pro Einheit | 10 | $\frac{1}{3} - 1.25$ | $3.04 \cdot 10^{-4}$ (für $1 m^2$ Fläche der Membran mit 6FDA/tetramethyl PDA polyimid und 0.1 mm Stärke) | keine Angaben vorhanden wird in der Bewertung neutral gewertet (erreicht Forderungen) | 0.19 – 7222 |
| Überdruck am Inlet [<i>bar</i>] | 0.05 | 7 | 3.5 | 25 | bis zu 1 |
| Druckverlust [bar] | 0 - 0.1 | 3 | 3.5 | 1 | 0.5 |

Tabelle 4 Konzepte Physikalische Werte



Tabelle 5 weiterführende Informationen

Fachhochschule Nordwestschweiz

9. AUSWERTUNG

Die physikalischen Daten werden in der nachfolgenden Tabelle gewichtet und ausgewertet. Die Bewertung der einzelnen Konzeptpunkte geht von 1-3 wie in Tabelle 7 beschrieben. Die Summe der Produkte (Formel (8)) ergibt schlussendlich die Auswertung. Je höher die erreichte Punktezahl ist, desto besser ist das Konzept geeignet. Maximal können 3 Punkte erreicht werden.

| Gewichtung | Eigenschaft |
|-------------|----------------------------|
| 40 % | Reinheit |
| 30 % | maximale Verunreinigung |
| 15 % | Volumenstrom |
| 10 % | wiederkehrende Kosten |
| 5 % | Druckverlust |

| Σ | Gewichtung \cdot | Bewertung | = Summe |
|---|--------------------|-----------|---------|
|---|--------------------|-----------|---------|

(8)

| Bewertung | |
|-------------------------------|---|
| übertroffen | 3 |
| erreicht Forderungen | 2 |
| Forderungen nicht erreicht | 1 |

Tabelle 7 Bewertungspunkte

Tabelle 6 Gewichtung

| | Wertung | Kühlfalle | Heated- Getter | Membran (Kunststoff) | МММ | Molsiebabsorber |
|----------------------------|---------|-----------|-------------------|-------------------------|-----|-----------------|
| Reinheit | 0.4 | 3 | 3 | 3 | 1 | 2 |
| maximale Verunreinigung | 0.3 | 2 | 1 | 3 | 3 | 3 |
| Volumenstrom | 0.15 | 3 | 2 | 1 | 2 | 3 |
| wiederkehrende Kosten | 0.1 | 1 | 1 | 3 | 2 | 1 |
| Druckverlust | 0.05 | 3 | 2 | 1 | 2 | 2 |
| Summe | 1 | 2.5 | 2 | 2.6 | 1.9 | 2.45 |

Tabelle 8 Auswertung

10. DISKUSSION

Die Anforderungen werden durch fast alle Konzepte erfüllt. Die Ausnahme ist die Mixed-Matrix-Membran, welche die Reinheit nicht ganz halten kann. Diese Lösung ist für die Filterung des Gases vor einer Membrane oder Kühlfallen im Kreislauf geeignet, um einen grossen Teil der Unreinheiten abzuscheiden. Es besteht nach Auskunft der Firma bei geringen Verunreinigungen die Möglichkeit, höhere Reinheiten zu erreichen.

An zweiter Stelle ist die Kühlfalle. Sie ist die Lösung, die einen grossen Volumenstrom ermöglicht und die Reinheit gut halten kann. Die dritte Möglichkeit ist ein Molsiebbett. Es sollte einen genug langen Kontakt des Gases mit dem Molsieb gewährleistet sein, um die Reinheit zu gewährleisten. Gemäss Literatur ist eine Reinheit von 99.5 *Vol.* % erreichbar. Für höhere Reinheit sind weitere Mechanismen notwendig. Nach diesen Konzepten ist mit einer Membran die Reinheit zuverlässig zu erreichen. Durch den geringen Wartungsaufwand und die tiefen Unterhaltskosten hat sie leicht besser abgeschnitten im Vergleich zu den beschriebenen Konzepten (Kühlfalle, Molsieb).

Die Kühlfalle ist die Empfehlung für das aktuelle Projekt. Mit ihr ist sichergestellt, dass die geforderte Reinheit mit moderatem Druckverlust und Volumenstrom gewährleistet ist. Sie ist auch als Vergleich zu eventuellen anderen Lösungen optimal.

Die Membran und deren optimale Zusammensetzung könnte ein ganzes weiteres Projekt füllen. Für das aktuelle Projekt ist es nur möglich, vorhandene Materialien zu testen. Die Membrane wird bei den meistens Firmen nur auf Bestellung gefertigt. Für Helium gibt es nur einen kleinen Bruchteil, der genügend hohe Selektivitäten erlaubt. Der Vorteil der Einzelanfertigung ist die Schichtung oder Verbindung verschiedener Materialien direkt beim Hersteller. Allgemein kann man für die Konzepte sagen (ausgenommen der Kühlfalle und des Molsiebs), dass es einen höheren Druck und somit mindestens einen weiteren Verdichter braucht, um den benötigten Druck zu halten.

11. KONZEPTENTSCHEID

Im weiteren Verlauf des Projekts entschied man sich für die Membran, da bei diesem System die Wartung sehr niedrig ist. Bei idealem Lebenszyklus können solche Membrane über Jahre im Einsatz sein ohne Wartung. Der Kostenaufwand wird mit diesem Konzept um einiges kleiner. Die meisten Kosten fallen in der Beschaffungsphase an (Membransystem und Pumpe). Danach muss nur die Pumpe gewartet werden. Die Membranen können in einem Zyklus ausgetauscht werden, der sich je nach Material auf Jahre erhöhen kann. Der Volumenstrom durch die Membran ist proportional zum Druck über der Membran und proportional zur Fläche und Dicke der Membran. Dies sind die drei Parameter, welche zur Optimierung herangezogen werden. Der Konzentrationsunterschied ist aufgrund des hohen Helium-Anteils zweitrangig und spielt nur bei mehreren Durchgängen mit dem gleichen Gasvolumen eine Rolle.

Membrane sind Folien aus Polymeren zwischen $25 - 100 \,\mu m$ oder noch dünner. Dabei sind die Thermoplaste bekannt für eine hohe Selektivität. Elastomere weisen geringere Selektivitäten auf, lassen jedoch höhere Volumenströme der Gase zu. Die treibende Energie der Permeation ist der Druck. In einer Gasmischung spielt daher die Konzentration der jeweiligen Gaskomponenten eine Rolle. In diesem Projekt befindet sich die Mischung jedoch auf einem hohen Heliumanteil und hat nur auf die erreichbare Konzentration des Prozesses Einfluss. Die Konzentration bestimmt den Partialdruck (Kapitel 12.2). Aus diesen Druckunterschieden für die einzelnen Gaskomponenten kann der treibende Druck über der Membran bestimmt werden. Im Folgenden wird von Hochdruck-, und Niederdruckseite gesprochen, um die entsprechende Seite der Membrane und deren Volumen zu beschreiben.

12. MODELL UND THEORIE

Für die Bestimmung der Permeabilität und die Beurteilung der Funktion werden die Grössen Druck und Konzentration benötigt. Die Werte sind zwingend auf beiden Seiten zu messen. Dieses Vorgehen wird benötigt, um für einzelne Bestandteile der Gasmischung die Partialdruckdifferenz über der Membrane zu bestimmen. Der Volumenfluss wird über die Partialdruck-Erhöhung der einzelnen Gaskomponenten auf der Niederdruck-Seite bestimmt. Durch ein kleines Volumen sind die Veränderungen des Drucks schneller auf dem Sensor ersichtlich. Mit dem Volumenfluss und dem Partialdruck über die Membrane kann die Permeabilitätskonstante bestimmt werden. Es ergeben sich daraus weiter die Diffusionskonstante und die Sorptionskonstante (Formel 2 und 5).



Abbildung 13 Modell der Membrankammer

12.1. Annahmen

Für die folgenden Berechnungen werden die folgenden Annahmen getroffen.

- ideales Gas
- keine Leckage
- adiabat (kein Wärmeaustausch mit Umgebung)
- $\Delta E_{kin} = \Delta E_{pot} = 0$

12.2. Modelgleichung

Für die Berechnungen wird die bekannte Formel (6) aus der Literaturrecherche nach der Permeationskonstanten umgestellt. Auf diesem Rechnungsweg sollen die Daten aus der Literatur



bestätigt und verifiziert werden. Die folgenden Formeln beziehen sich jeweils auf den Partialdruck, gekennzeichnet mit dem Index *i*. Der Partialdruck wird allgemein über die Konzentration der Gase (Formel (9)) berechnet.

$$p_i = y_i \cdot p \tag{9}$$

$$P = -\frac{\dot{V}}{A} \cdot \frac{\partial x}{\partial p_i} \tag{10}$$

Für die mechanischen Daten der Membran reichen einfache Messmittel. Für den Volumenfluss werden die Stoffmenge und eine mittlere Dichte verwendet. Mit Hilfe der idealen Gasgleichung wird die Stoffmenge ermittelt. Dies geschieht für den Startzeitpunkt t = 0 und mindestens einen weiteren Zeitpunkt (Formel (12)). Aus der Differenz zwischen den beiden Zeitpunkten und der gemessenen Zeit findet man den Stoffmengenstrom (Formel (13)). Mit diesem System kann auf Niederdruck- und Hochdruckseite der Stoffmengenstrom einzeln bestimmt werden.

$$n = \frac{p_i \cdot V}{R \cdot T} \tag{11}$$

$$\Delta n = \frac{p_i \cdot V}{R \cdot T} - \frac{p_{i_0} \cdot V}{R \cdot T}$$
(12)

$$\dot{n} = \frac{\Delta n}{\Delta t} = \frac{V}{R \cdot T \cdot \Delta t} \cdot \left(p_i - p_{i_0}\right) = \frac{V}{R \cdot T \cdot \Delta t} \cdot \left(y \cdot p - y_0 \cdot p_0\right)$$
(13)

Durch die Bildung einer mittleren Dichte (Formel (14)) zwischen den Zeitschritten kann mit der Formel (15) der Volumenstrom berechnet werden.

$$\bar{\rho} = \frac{\bar{p}_i \cdot M_i}{R \cdot T} \tag{14}$$

$$V = n \cdot \frac{M_i}{\bar{\rho}} \tag{15}$$

$$\dot{V} = \frac{\Delta n}{\Delta t} \cdot \frac{M_i}{\bar{\rho}} = \frac{2V}{(y \cdot p + y_0 \cdot p_0) \cdot \Delta t} \cdot (y \cdot p - y_0 \cdot p_0)$$
(16)

Durch Einfügen der Formel (15) in die Gleichung für die Permeationskonstante folgt eine Gleichung für eine Seite des Aufbaus. Im Beispiel ist diese für die Niederdruck-Seite dargestellt. Diese ist nur noch von den Daten der Membran (Fläche und Dicke) und der Konzentration in Kombination mit dem Druck abhängig. Weiter sind die Kenntnisse des gesamten Gasvolumens einer Membranseite und die Zeitschritte wichtig.

$$P = -\frac{2 \cdot V_2 \cdot \Delta x}{\Delta t \cdot A} \cdot \frac{(y_2 \cdot p_2 - y_{2_0} \cdot p_{2_0})}{(y_2 \cdot p_2 + y_{2_0} \cdot p_{2_0}) \cdot (y_2 \cdot p_2 - y_1 \cdot p_1)}$$
(17)

Die Gleichung reagiert auf die Veränderung des Volumens. Sind die Volumen der Hochdruck- und Niederdruckseite gleich gross, findet das System den Ruhepunkt in der Mitte der zwei Drücke. Wird das Verhältnis verschoben, so dass das Volumen der Niederdruckseite kleiner ist, findet das System den Ausgleichspunkt näher am Druck der Hochdruck-Seite. Für ein grösseres Volumen der Niederdruckseite wird das System einen Druck näher an der Niederdruckseite einstellen. Dies bedeutet, dass mehr Helium durch die Membrane diffundiert. In den folgenden Abbildungen wurden die Konzentrationen auf beiden Seiten der Membran auf 99 *Vol.* % Helium gestartet. Nur das Volumen der Niederdruckseite verändert sich. Das Material ist 6FDA/tetramethyl PDA-Polyimid. Dieses Material ist das geeignetste für die Aufgabenstellung. Die Daten der Membran sind in den CAD-Daten oder der Simulation im Matlab auf dem Switch-Drive zu finden.

12.3. Weitere Möglichkeiten zur Messung der Permeabilität

Die komplexe Berechnung der Permeabilität lässt sich mit einem weiteren Messinstrument leicht umgehen. In der Industrie wird für diese Messung oft ein Leck-Suchgerät. benutzt. Die Hochdruckseite wird mit einem reinen Gas auf einen bestimmten Druck gebracht und gehalten. Beide Kammern sind getrennt durch die Membran. An der Niederdruckseite wird das Vakuum gezogen und über das Massenspektrometer des Leck-Suchgeräts wird die Leckrate für das einzelne Gas gemessen. Die Leckrate dient der Ermittlung des Volumenstromes, welcher in Formel (6) eingesetzt die Konstante ergibt. Bei einer guten Abdichtung ist das Gerät genügend präzise, um die Permeabilitätskonstante zu messen.

12.4. Simulation

Um Aussagen über den Verlauf und die Möglichkeiten des Systems zu treffen, wird die Modellgleichung (Formel (17)) mit Matlab schrittweise berechnet. Diese Simulation stellt das Verhalten bei den getroffenen Annahmen (siehe Kapitel 12.1) dar. Es stellen sich bei dieser Simulation mehrere Probleme beim Vergleich mit dem realen Fall. Als wichtigstes zu erwähnen ist die Zeitschritt-Abhängigkeit. Die Simulation kann keine zuverlässigen Werte für die benötigte Zeit liefern. Sie liefert jedoch gute Werte zu den Endpunkten der Funktionen. Damit lässt sich eine Aussage über den Ruhepunkt des Vorgangs treffen. Ein weiterer Unterschied zum realen Verhalten ist die Sorption, welche im Modell durch den sehr langsamen Ablauf (Wochen) nicht ersichtlich ist. Die Selbstdiffusion in der Gasmischung ist schneller als die Permeation. Durch Sensoren, die nicht direkt an der Membran messen, entsteht eine Verzögerung der realen Konzentration. Dieser Fehler hebt sich durch die Selbstdiffusion etwas auf, es ist aber bei realen Messwerten mit einem leicht verzögerten Verlauf zu rechnen.

Nach einer Messung können die Dämpfung der gefitteten e-Funktion in die Simulation eingetragen werden. Dies ermöglicht eine weitere Darstellung angenähert an den gemessenen Fall. Das soll die Möglichkeit bieten, später verschiedene Konzentrationen zu testen und Aussagen über die weitere Reinigung der Gasmischung durch identische Membrane zu treffen. Bei dieser Berechnung ist die Zeit dimensionslos dargestellt.



- Konzentrationen • gleich 99 *Vol.* % $\frac{V_2}{V_1} = 0.803$
- •

Dieser Graph stellt das aktuelle System dar. Es verschiebt den Ruhepunkt des Systems ein wenig zum Druck der Hochdruckseite, aufgrund des Volumenverhältnisses.

Abbildung 14 Druck- und Konzentrationsverlauf (gleiche Konzentration und Volumen)



Abbildung 15 Druck- und Konzentrationsverlauf (gleiche Konzentration und $\frac{V_2}{V_1} = 1.6067$)

- Konzentration gleich 99 Vol.%
- doppeltes Volumen Niederdruckseite
- $\frac{V_2}{V_1} = 1.6067$

Wird das Verhältnis der Volumina vergrössert, verschiebt sich der Ruhepunkt zur Niederdruckseite. Folglich ist die grösste Bewegung auf der Hochdruckseite zu sehen und das System kommt näher am Druck der Niederdruckseite zum Stillstand. Es fliesst mehr Helium durch die Membran.



Abbildung 16 Druck- und Konzentrationsverlauf (gleiche Konzentration und $\frac{V_2}{V_1} = 0.4017$)





- Konzentration gleich 99 Vol.%
- halbes Volumen Niederdruckseite
- $\frac{V_2}{V_1} = 0.4017$

Hier wird klar ersichtlich, dass mit einem kleinen Verhältnis der Volumina auf der Niederdruckseite der maximale Sprung in der Konzentration grösser wird. Dies liegt an der kleineren Stoffmenge, die im Volumen Platz findet. Es muss deshalb wenig Helium permieren, um die Konzentration ansteigen zu lassen. Es ist jedoch nicht vorteilhaft für einen Batch-Betrieb. Mit sinkendem Verhältnis der Volumina sinkt auch die Ausbeute mit der Stoffmenge. Zusätzlich steigert dies die Anzahl Zyklen.

- $\frac{V_2}{V_1} = 0.803$
- Konzentration Niederdruckseite 95 Vol. %
- Konzentration Hochdruckseite 99 Vol. %

Wie schon erwähnt ist die Konzentration aufgrund des hohen Heliumanteils für die Reinheit eher uninteressant. Es ist jedoch ersichtlich. dass die Konzentration der Niederdruckseite nicht zu weit sinken darf. Die gesamte Zunahme, der Reinheit, wird grösser.



Abbildung 18 Druck- und Konzentrationsverlauf (Konzentration, Hochdruckseite 95 *Vol.* % und $\frac{V_2}{V_1}$ = 0.803)

Die Niederdruckseite erreicht, aber nicht mehr die geforderten 99.5 Vol. %. Es ist jedoch für ein Verfahren mit mehreren Batchstufen/Membranen mit verschiedenen Konzentrationen wissenswert. Der Gradient aus Formel (5) steigt mit dem Konzentrationsgefälle und damit theoretisch auch der Massenstrom durch die Membrane.

- $\frac{V_2}{V_1} = 0.803$
- Konzentration Niederdruckseite 99 Vol. %
- Konzentration Hochdruckseite 95Vol. %

Sinkt die Konzentration auf der Hochdruckseite, ist das System bezüglich der Reinheit unberührt. Die geforderte Reinheit wird erreicht, da der Druck über der Membran nicht ändert. Im Feld ist es möglich, das verschmutze Helium mehrmals 711 verwenden, um einen möglichst grossen Anteil an Helium im Kreislauf zu halten. Es braucht dazu nur die Leistung einer Pumpe, um den Druck zu erzeugen. Da die Konzentration schon zu Beginn um die 99 Vol.% beträgt, wird das Gas mehrere Durchläufe ermöglichen, bevor es aus dem Kreislauf ausscheidet.

Für die Optimierung der Permeation wird eine grosse Fläche der Membran und ein hoher Druckunterschied über der Membran empfohlen. Der Druck ist jedoch möglichst tief zu halten, da Helium stark zu verdichten die Geräte deutlich teurer werden lässt. Ein weiterer Faktor ist die Dicke der Membran. Für die Messung auf dem Prüfstand wird eine dicke Membran (0.1 mm)verwendet. Dies ermöglicht es, einen höheren Druckbereich auszunutzen. Ausserdem sind Folien, die dünner sind, noch schwerer zu finden.

13. PRÜFSTAND

Der Prüfstand wird mit zwei Gasen aufgebaut, Helium und Sauerstoff. Die Wahl von Sauerstoff als Verunreinigung hat praktische Gründe. Da Sauerstoff schneller permiert im Vergleich zu Stickstoff, wird im Feld auch mehr Sauerstoff in den Kreislauf gelangen. Der Aufbau kann nur zwei Gase auseinanderhalten. Deshalb hat eine Messung mit Umgebungsluft eine grössere Abweichung. Der Binary-Gas-Analyzer rechnet mit einer mittleren Molmasse für dry Air. Auf der Niederdruckseite wird jedoch mehr Sauerstoff ankommen, weshalb das Mischungsverhältnis für die mittlere Molmasse nicht mehr stimmt. Diese Abweichung hält sich in Grenzen, da die beiden Gase eine ähnliche Molmasse haben ($N_2 = 28.0134 \frac{g}{mol}$, $O_2 = 31.998 \frac{g}{mol}$). Für eine Messung mit Sauerstoff kann der Massenstrom durch die Membran genau berechnet werden.

Der beschriebene Idealfall ist sicher nie erreicht. Durch Spülen des Systems mit Helium wird sichergestellt, dass möglichst wenig unbekannte Moleküle vorhanden sind. Bei der ersten Messung einer Membran muss man sich aber bewusst sein, dass in der Membran noch Stickstoff eingelagert ist. Dieser wird unweigerlich in das System gelangen. Bei einer zweiten Messung im direkten Anschluss ohne Ruhephase der Membran kann man durch erneutes Spülen auch die



Abbildung 19 Gasschema des Prüfstands

Fremdgase weiter minimieren. Zu diesem Zeitpunkt hat der grösste Teil an Stickstoff und Sauerstoff durch die erste Messung die Membran verlassen. Zusätzlich ist die Membran gefüllt mit Helium. Dies minimiert Abweichungen, die vom System herkommen.

Die Leitungen und Ventile sind von der Firma Swagelock. Mit diesen konisch dichtenden Rohrelementen kann eine hohe Dichtheit erzielt werden. Bei undichten Stellen können die Verbindungen mit mehr Moment vorgespannt werden, um mögliche Leckagen zu unterbinden. Mit der Vakuumpumpe wird das System evakuiert. Die Gasmischung soll über den Partialdruck hergestellt werden. Die Gase werden direkt aus den Flaschen in das System gefüllt (folglich Abbildung 19).

13.1. Membran-Werkstoff

Als Membrane für die Gas-Separation sind Polymere geeignet, die eine hohe Gasdurchlässigkeit haben. Die ähnlichen kinetischen Durchmesser des Sauerstoffs und des Heliums gestalten die Auswahl schwierig. Es werden immer Helium und das Fremdgas durch die Membran diffundieren. Konkret ist die beste Membran zur Separation von Helium ein Polymer, welches eine Selektivität Helium zu Sauerstoff im Bereich von mindestens 10 aufweist. Da Sauerstoff einen kleineren kinetischen Durchmesser hat als Stickstoff, hat Stickstoff immer eine kleinere Permeationskonstante und die höhere Selektivität. Diese Daten sind jedoch nicht für viele Polymere verfügbar, häufig ohne Messunsicherheit angegeben und je nach Datenblatt abweichend. Dies ist vor allem dem Wert der Permeabilitäts-Konstante geschuldet der, in SI-Einheiten, bei $10^{-15} - 10^{-18}$ liegen kann. Deshalb sind vier Polymere interessant, für welche auch Daten vorhanden sind. Diese Daten sind weiterführend aufgelistet.

| Polymer | $P_{He}\left[rac{m^3\cdot s}{kg} ight]$ | $P_{O_2}[rac{m^3\cdot s}{kg}]$ | $\alpha_{He/O_2} = \frac{P_{He}}{P_{O_2}}$ | Quelle |
|---------------|--|---------------------------------|--|--------|
| 6fda-Polyimid | $3.975 \cdot 10^{-15}$ | $3.750 \cdot 10^{-16}$ | 10.6 | [3] |
| PET | $6.942 \cdot 10^{-18}$ | $1.851 \cdot 10^{-19}$ | 37.5 | [15] |
| PLA | $7.370 \cdot 10^{-17}$ | $2.036 \cdot 10^{-18}$ | 36.193 | [15] |
| Kapton | $1.067 \cdot 10^{-18}$ | $6.428 \cdot 10^{-20}$ | 16.6 | [16] |

Tabelle 9 Membran-Materialien
13.2. Folienhersteller

Es gibt verschiedene Hersteller für technische Folien, die geeignete Dicken der Folien produzieren. Die Firmen sind vor allem in Deutschland zu finden. Da die Firmen oft nur auf Wunsch produzieren und daher gewisse Umsätze benötigen, wurden die Folien auf einer allgemeinen Website (RS-Components GmbH) bestellt.

| Firma: | Materialien |
|---------------------------|--|
| Dr. Dietrich Müller GmbH | 6fda-Polyimid |
| RS Components GmbH | PET, PEEK (keine Daten aus Literatur verfügbar) |
| Bleher Folientechnik GmbH | diverse Materialien auf Bestellung darunter PLA |
| | Verlangen einen Mindestumsatz |
| RS-Components GmbH | PET, PEEK, Polyimid |
| | Zuschnitte sind passend in grösse A4 |

Tabelle 10 Firmen für technische Folien

13.3. Membrankammer

Die Membrankammer ist so gestaltet, dass es möglich ist, Folien verschiedener Stärken einzubauen. Die verschiedenen Schichten werden in die Niederdruck-Seite in Vertiefungen gelegt; die einzelnen Lagen werden so zentriert. Die Kammer wird über acht M10-Schrauben verschlossen. Damit wird der Spanndruck gleichmässig auf den Rand der Membran verteilt. Da eine dünne Membran dem Druck nicht allein standhält, wird zusätzlich ein Lochblech und ein feinmaschiges Geflecht der Firma Bopp verwendet. Die Kammer ist so designt, dass die beiden Verstärkungsschichten durch den Druck der Kammer ebenfalls auf die Membran geklemmt werden. Zur Dichtung der Kammer wird Loctite 518 verwendet. Dieser sollte etwa einen halben oder ganzen Tag aushärten, um Rissbildung in der Dichtmasse zu verhindern.

Hinter der Membran sind drei Teile eingespannt, welche die Stabilität und die Dichtheit der Membran gewährleisten. Als erstes wird in die Niederdruck-Seite das Lochblech gelegt. Dieses nimmt den grössten Teil des Drucks auf die Membran auf. Um die Membran zu hindern durch die Löcher des Lochbleches gezogen zu werden, liegt auf dem Lochblech ein Geflecht aus dünnen Drähten. Zwischen Membran und Geflecht ist auf dem Klemmkreis ein Ring (PET), um die Kante des Geflechts von der Membran fernzuhalten. Der Grund dafür sind die spitzen Drähte, die am Rand des Geflechts entstehen können. Falls die Drähte so spitz sind, dass sie in das Polymer der



Abbildung 20 Membrankammer

Membran eindringen, verletzen sie zuerst im PET-Ring. Dies schützt die Dichtheit der Membran. Die Schichtung ist in Abbildung 20 ersichtlich.

13.4. Messinstrumente

Bei der Unsicherheitsanalyse sind verschiedene Probleme aufgetreten. Es kommt in erster Linie auf die zu messenden Werte an. Die einzelnen Unsicherheiten der Konzentrationen und der Drücke sind in Tabelle 11 ersichtlich. Mit diesen Werten lässt sich die Funktion des Konzepts nachweisen. Es ist jedoch wichtig, noch einen weiteren Wert zu erheben. Durch diesen lässt sich das Material der Membrane analysieren. Dieser Wert ist die Permeabilitätskonstante. Die Permeabilitätskonstante ist ein kleiner Wert im Bereich zwischen 10⁻¹⁵ bis 10⁻¹⁸ in SI-Einheiten. Dadurch wird die Unsicherheit sehr gross. Die Sauerstoffsensoren des PSI, die zu Beginn des Projekts in Erwägung gezogen wurden, sind dafür aus verschiedenen Gründen nicht geeignet. Als erstes Argument steht die Druckempfindlichkeit. Mit dem Sensor wäre ein Vakuum ausgeschlossen. Dies bedeutet, die Befüllung der Volumina müsste durch Spülen und Diffusion im Gasgemisch vollzogen werden. Das System wäre zusätzlich auf 80 - 120 kPa beschränkt. Weiter ist mit dem Sensor nur die Messung von Sauerstoff möglich, was den Prüfstand weiter einschränkt. Es kann keine Messung der Heliumkonzentration und somit auch nicht anderer Gase geprüft werden (dry Air), welche im Mu3e-Experiment erwartet werden. Die Messunisicherheit ($\pm 0.1 Vol.\%$)

des Sensors ist somit eher zweitrangig, führte aber zum endgültigen Ausschluss des Sensors.

| Sensor | Hersteller | Unsicherheit nach Hersteller Angaben | Messgrösse | Totvolumen | Kalibrierung |
|---------------------------|---------------------------------|---|---|------------------|---------------------------------------|
| PR-39X [17] 0 5 bar | Keller AG | ± 250 Pa ± 2 K | <i>p</i> ₁ , <i>T</i> ₁ | wird gemessen | 99800 Pa 350000 Pa 500000 Pa |
| PD-39X [17] 0 5 bar | Keller AG | ± 250 Pa ± 2 K | p ₂ , T ₂ | wird gemessen | 99800 Pa 350000 Pa 500000 Pa |
| BGA244 [18] | Stanford Research Systems | ± 0.005 Vol.% | <i>y</i> ₁ , <i>T</i> ₁ | $10^{-6} m^3$ | Wird nach neuem BGA Kalibriert. |
| BGA244 [18] | Stanford Research Systems | ± 0.005 Vol.% | <i>y</i> ₂ , <i>T</i> ₂ | $10^{-6} m^3$ | von Werk |

Tabelle 11 Sensordaten

Es wurde aufgrund der vorgehenden Messunsicherheitsanalyse entschieden, einen zweiten BGA zu bestellen. Dies ermöglicht bei einem eher hohen Permeabilitätskoeffizienten, z.B. 6fda-Polyimid, eine Abweichung von $\pm 3\%$ und eine Kontrolle durch Messwerte aus zwei kommunizierenden Gefässen. Bei Materialien wie PET ist dieser Wert höher, aufgrund der



Abbildung 21 Gasschema mit Sensoren

geringen Permeabilitätskonstante. Daher ist der Wert bei den verfügbaren Materialien nicht mehr aussagekräftig und besitzt eine Abweichung die, im Vergleich zum eigentlichen Zahlenwert, doppelt so gross ist. Dies führt in diesem Projekt dazu, dass das Proof of Concept und Fits der pro Zeit umgesetzten Massen betrachtet werden. Für den Permeabilitätskoeffizienten wird eine genauere Messung in Kapitel 12.3 beschrieben. Die vollständige Messunsicherheistanalyse zu den Permeabilitätskoeffizienten ist am Ende der Simulation in Matlab kommentiert angehängt, da hier nicht weiter darauf eingegangen wird.

Die in Tabelle 11 aufgeführten Messinstrumente sind die im Prüfstand verbaute Sensoren. Drucksensoren und BGA messen die Temperatur im Gas. Nach Inbetriebnahme des vorhandenen BGA ist die Entscheidung gefallen, bei Temperaturmessungen die Daten der Drucksensoren zu verwenden. In der Messkammer des BGA kann sich durch die Schallmessung das Gas bis auf 27 °C erwärmen. Die Drucksensoren sind direkt mit dem Volumen verbunden, in dem der Vorgang geschieht. Bessere Stabilität und weniger systematische Fehler bieten daher die Temperaturmessung der Drucksensoren. Der Platz der Sensoren im Gaskreislauf ist der Abbildung 21 zu entnehmen.



Abbildung 22 Prüfstand mit Sensoren Vakuumpumpe und Laptop verbunden

13.5. Kalibrierung der Sensoren

Bei den BGAs wird der alte mit dem Wert des neuen BGA kalibriert. Das bedeutet, der neue BGA kommt frisch kalibriert an und dient dazu, den alten BGA zu kalibrieren. Bei den Drucksensoren sind drei Punkte kalibriert (Tabelle 12). Die Abweichungen sind fotografisch festgehalten und liegen auf dem Switch-Drive. Die Temperatur der Drucksensoren wurden nicht erneut kalibriert.

| Sensor | Hersteller | |
|----------------|-----------------------|--|
| PR-39X 0 5 bar | 97600 Pa = 97630 Pa | |
| 5782 | 260000 Pa = 259936 Pa | |
| | 500000 Pa = 499923 Pa | |

| PD-39X 0 5 bar | 97600 Pa = 97510 Pa |
|----------------|-------------------------------|
| 5788 | 260000 Pa = 259471 Pa |
| | 500000 Pa = 499913 Pa |
| BGA244_1 | He (Messung air) = 800 ppm |
| | He (Messung O_2) = 400 ppm |
| BGA244_2 | He (Messung air) = 800 ppm |
| | He (Messung O_2) = 400 ppm |

Tabelle 12 Werte aus der Kalibrierung

14. BERECHNUNG UND ABSCHÄTZUNGEN RANDBEDINGUNGEN

14.1. Temperatur

Die Temperatur während der Messung wird als konstant angenommen. Da die Veränderungen über Stunden ablaufen, wird die Aussentemperatur als Gastemperatur angenommen. In der Modellgleichung fällt der Faktor Temperatur aus der Rechnung für die Permeationskonstante und ist daher nicht relevant. Zur Überprüfung der Temperaturen wird die Temperatur in die Messung aufgenommen, um bei grösseren Abweichungen die Temperaturen zu vergleichen. Zur Berechnung der Stoffmenge, die durch die Membran diffundierte, ist die Temperatur notwendig. Mit leichten Schwankungen wird gerechnet. Besonders Sonneneinstrahlung und Maschinenabwärme der Extruder im gleichen Raum sind Einflussfaktoren. Es gilt ausserdem zu beachten, dass bei sinkendem Druck die Temperatur fällt.

14.2. Volumen

Die Volumina werden ausgelitert, um das Volumen möglichst genau zu bestimmen. Diese Daten sind für die Messunsicherheit von grossem Wert und sollten eine Genauigkeit von weniger als 1 ml aufweisen. Für die BGAs werden die in den Datenblättern angegebenen Totvolumina mit eingerechnet.

Das Volumen kann auch durch die Verformung der Membran einen Fehler aufweisen. Dies wird mit dem Lochgitter und dem Gewebe verhindert. Die Membran allein würde ohne Stützfunktion die einzelnen Volumina zu fest beeinflussen. Sie würde sich je nach Druck auf eine der Druck-Seiten auswölben.

 $\mathbf{n}|\mathcal{U}$

Dieser Fehler wird durch eine einfache Simulation des Lochbleches errechnet. Es wurde dafür die Ersatzkraft von 7948 *N* auf den Mittelpunkt der Fläche des Blechs gesetzt (Formel (18)). Die Kraft wird über den Durchmesser D = 150 mm und die Druckdifferenz $\Delta p = 4.5 bar$ berechnet. Die



Abbildung 23 Statikanalyse des Gitters

Kanten des Bleches sind fixiert. Es ergibt sich eine Durchbiegung von z = 0.1 mm (siehe Abbildung 23), was einem Fehler von etwa 1 ml bewirkt bei einem Zylinder mit Durchmesser D = 0.11. Dieser Wert wurde verkleinert im Vergleich zum nicht gestützten Durchmesser (D = 0.15). Dies wird mit der Simulation begründet. Es zeigt sich, dass die Durchbiegung nur einen Teil der Mitte betrifft. Dieser muss in den Auswertungen berücksichtig werden.

$$F_{ers} = \Delta p \cdot \frac{d^2}{4} = 7948 \, N \tag{18}$$

$$\Delta V_z = \frac{d^2}{4} \cdot \pi \cdot z = \pm 9.5 \cdot 10^{-7} m^3 \tag{19}$$

Um das Volumen auszumessen, wird der Aufbau mit Ausnahme der beiden BGAs mit Wasser ausgemessen. Die Drucksensoren wurden einzeln ausgemessen, um das Auslitern einfacher zu machen. Der Versuchsaufbau wird im zusammengebauten Zustand mit Wasser gefüllt, inklusive Bypass. Danach wird das Wasser vorsichtig in einen Behälter entleert. Dieser wird auf der Waage gemessen. Durch die Inkompressibilität des Wassers kann über die Dichte ($\rho = 997 \frac{Kg}{m^3}$) das Volumen berechnet werden. Dies ist im vorliegenden Aufbau etwas knifflig. Durch das Gewebe und das Lochblech wird mit Adhäsion etwas Wasser im Aufbau zurückbleiben. Dies ist auch in $\mathbf{n}|w$

der grösseren Schwankung von $\pm 0.8~g$ zwischen den einzelnen Messungen von m_2 zu sehen. Nach der ersten Messung ist dieses Wasser jedoch sicher durch den Wechsel der Membran entfernt

| Messung | <i>m</i> ₁ | <i>m</i> ₂ |
|---------------------------|-----------------------|-----------------------|
| 1 | 167.1 <i>g</i> | 133.6 <i>g</i> |
| 2 | 166.8 <i>g</i> | 134.4 g |
| 3 | 167.8 g | 134.6 g |
| Mittelwert | 167.3 <i>g</i> | 134.2 <i>g</i> |
| m | | |
| Schwankung | ±0.5 g | ±0.8 g |
| Δm | | |
| Unsicherheit der Waage | ±0.1 g | ±0.1 g |

Tabelle 13 Auslitern Messdaten

Zusammen mit dem Totvolumen eines BGA und dem Volumen einer Seite ergibt sich das gesamte Volumen (Formel (20) und (22)). Es ergibt sich eine Abweichung nach den Formeln (21) und (23). Die Abweichung durch die Biegung des Lochblechs wird vom Volumen V_2 abgezogen, da sich das Blech in Richtung des Volumens V_2 biegt und dieses verringert. Im selben Moment wird das Volumen V_1 um dengleichen Betrag grösser.

$$V_1 = \frac{m_1}{\rho} + V_{totBGA} = 1.688 \cdot 10^{-4} \ m^3 \tag{20}$$

$$\pm V_1 = \frac{\Delta m_1}{\rho} + \Delta V_z = \pm 1.502 \cdot 10^{-6} \ m^3 \tag{21}$$

$$V_2 = \frac{m_2}{\rho} + V_{totBGA} = 1.356 \cdot 10^{-4} m^3$$
⁽²²⁾

$$\pm V_2 = \frac{\Delta m_2}{\rho} + \Delta V_z = \pm 1.802 \cdot 10^{-6} \ m^3$$

(23)

14.3. Leckage Überwachung

 $\mathbf{n}|\mathcal{U}$

Die Leckage wird über die gesamte Stoffmenge bestimmt (Formel (24)). Sollte bei den Messungen die Stoffmenge abnehmen, ist das der Hinweis, dass Gas aus dem Versuchsaufbau entweicht. Das System wird mit einem Leck-Suchgerät geprüft, um die Lecks aufzuspüren und abzudichten. Leck-Suchspray ist ein weiteres Mittel für grössere Leckagen nach dem Membranwechsel. Diese Massnahmen erlauben es, die Leckage klein zu halten und während der Messung zu überprüfen. Bei zu grosser Leckage würde die Messung nicht die gewünschten Resultate zeigen.

$$n_{tot} = \frac{p_1 \cdot V_1}{R \cdot T} + \frac{p_2 \cdot V_2}{R \cdot T} = C$$
(24)

14.4. Unsicherheitsanalyse Massenströme

Die Unsicherheit für die Werte zur Beurteilung der Funktion (Helium-Anteil und Druck) sind in Tabelle 11 aufgeführt und werden nicht weiter erläutert. Sie zeigen den Vorgang mit zuverlässiger Abweichung an. Bei der Permeabilitätskonstante hängt die Unsicherheit vom Material und den, dazu verfügbaren Daten, ab. Es lässt sich aber mit dem aktuellen Aufbau eine Unsicherheit von etwa 20 – 30 *Barrer* erreichen. Dies genügt für Membranfolien, die für das Projekt interessant sind (um 100 *Barrer*). Der aktuelle Aufbau wird zu Beginn mit PET gemessen. Bei diesem Material ist der Koeffizient so tief, dass die Unsicherheit zu gross ist, um diesen Wert zu bestimmen. Die Funktion hingegen lässt sich trotzdem beurteilen. Eine detaillierte Analyse der Unsicherheit befindet sich innerhalb der Matlab-Programme zur Berechnung der Werte. Die Messunsicherheit wurden mit einem Student' s-Faktor 1.65 und einem Vertrauensniveau von 95 % berechnet. In diesem Projekt werden nur die Massenströme betrachtet. Die Folien, welche eine Messung der Permeabilitätskonstante erlauben, konnten nicht rechtzeitig organisiert werden. Für die Messung der Massen ist unten das Vorgehen nach GUM aufgezeigt. Nach dem gleichen Verfahren ist die erste Unsicherheitsanalyse durchgeführt. Auf diese wird jedoch nicht näher eingegangen.

$$\dot{m} = \dot{n} \cdot M_{He} = \frac{\Delta n}{\Delta t} \cdot M_{He} = \frac{V \cdot M_{He}}{R \cdot T \cdot \Delta t} \cdot (y \cdot p - y_0 \cdot p_0)$$
(25)

| Fehlertyp | | Messunsicherheit nach GUM | |
|-----------|---|---|------|
| Тур А | $\frac{\partial \dot{m}}{\partial V} = \frac{1}{R}$ | $\frac{M_{He}}{\cdot T \cdot \Delta t} \cdot (y \cdot p - y_0 \cdot p_0)$ | (26) |

Typ
B
$$\frac{\partial \dot{m}}{\partial p} = \frac{V \cdot M_{He}}{R \cdot T \cdot \Delta t} \cdot y$$
(27)

Typ
B
$$\frac{\partial \dot{m}}{\partial T} = \frac{V \cdot M_{He}}{R \cdot T^2 \cdot \Delta t} \cdot (y \cdot p - y_0 \cdot p_0)$$
(29)

(30)

$$U = k \cdot \sqrt{\left(\frac{\partial \dot{m}}{\partial V} \cdot u_V\right)^2 + \left(\frac{\partial \dot{m}}{\partial p} \cdot u_p\right)^2 + \left(\frac{\partial \dot{m}}{\partial y} \cdot u_y\right)^2 + \left(\frac{\partial \dot{m}}{\partial T} \cdot u_T\right)^2}$$

$$u_{V1} = \frac{\pm 1.502 \cdot 10^{-6} m^3}{\sqrt{3}} = \pm 8.67 \cdot 10^{-7} m^3$$
$$u_{V2} = \frac{\pm 1.802 \cdot 10^{-6} m^3}{\sqrt{3}} = \pm 1.04 \cdot 10^{-6} m^3$$
$$u_p = \pm \frac{50}{\sqrt{3}} Pa = \pm 28.87 Pa$$

$u_y = \pm 0.00005 \, ppm$ (Mittelwert der BGA-Messunsicherheitsdaten)

$$u_T = \pm \frac{2}{\sqrt{3}} K = \pm 1.1547 K$$

k = 1.65 für 95 % Vertrauensgrad

| Messung | U ₁ | U ₂ |
|---------------------------------------|--|-----------------------------|
| 1 (air/PET) | \pm 8.77 \cdot 10 ⁻³ mg | $\pm 9.44 \cdot 10^{-3} mg$ |
| 2 (<i>0</i> ₂ /Kapton) | $\pm 3.38 \cdot 10^{-2} mg$ | $\pm 3.32 \cdot 10^{-2} mg$ |

Tabelle 14 erweiterte Messunsicherheit

14.5. Gasmischung

Die Gasmischung auf der Hochdruckseite entspricht der verschmutzen Seite. Die Konzentration ist daher 99 *Vol.* % Helium und 1 *Vol.* % Fremd-Gas, da angenommen wird, dass etwa 1 *Vol.* %/*h* Verunreinigung in das Helium dringt. Der Mu3e-Kreislauf bekommt bei 2 *Vol.* % Luft Probleme. Für die Messungen im Rahmen des P6 werden die Konzentrationen so gewählt, dass der Volumenstrom möglichst gross wird.

Auf der Niederdruckseite soll die Konzentration des Heliums 99.5 *Vol.* % erreichen. Da die Permeation durch die Partialdrücke getrieben wird, sollten auf dieser Seite der Druck und die Konzentration klein sein. Dies widerspricht der Bedingung von 99.5 *Vol.* % Helium auf der Niederdruckseite. Aufgrund dieser Erkenntnis sind zwei Wirkungsweisen im Mu3e-Kreislauf denkbar: Batchbetrieb und kontinuierlicher Betrieb.

14.6. Batch-Betrieb

Hier werden zunächst beide Volumina mit verunreinigtem Helium beschickt. Auf der Niederdruckseite kann dabei auch eine tiefere Konzentration eingefüllt werden. Wird eine tiefere Konzentration im Vergleich zur Hochdruck-Seite eingefüllt, wird der Partialdruckabfall über der Membran erhöht. Die Gase gehen schneller durch die Membran. Es ist zu beachten, dass mit der Zeit die Konzentration des Heliums auf der Niederdruckseite steigen wird und dieser Vorteil mit der Annäherung an die benötigte Reinheit sinkt. Es lässt sich ein System darstellen, welches aus der Hochdruckseite einen Teil des verunreinigten Heliums in die Niederdruckseite strömen lässt bis auf Umgebungsdruck. Die Hochdruckseite wird auf $2.5 \ bar - 4 \ bar$ Überdruck gebracht mit verunreinigtem Helium aus dem Mu3e-System. Die Membrankammer wird verschlossen und die Permeation schreitet voran. Nachdem auf der Niederdruckseite die gewünschte Konzentration des Heliums erreicht ist, wird dieses abgezogen. Der Bypass zwischen den Volumina wird geöffnet und der Kreislauf beginnt von vorne. Die Konzentration des Heliums auf der Hochdruckseite nimmt dabei stetig ab. Bei einem zu hohem Anteil Fremd-Gas auf der Hochdruckseite wird diese entleert und mit Helium aus dem Mu3e-Kreislauf aufgefüllt.

14.7. kontinuierlicher Betrieb

Das zweite System hält die 99.5 *Vol.* % Helium auf der Niederdruckseite. Durch die Permeation des Heliums steigt der Druck an. Da der Kreislauf des Mu3e auf Umgebungsdruck betrieben wird, kann durch den Druckanstieg ein Teil des gereinigten Heliums kontinuierlich mit der Geschwindigkeit der Permeation direkt in das System zurückfliessen. Auf der Hochdruckseite wird bei dieser Variante der Druck gehalten, um die Permeation konstant zu halten. Dies ermöglicht einen kontinuierlichen Massenstrom durch die Membran.

14.8. Simulation der Messung

Nach den Berechnungen, die als Matlab-File im Switch-Drive Ordner zu finden sind, wird das aktuelle System eine Reinheit im Volumen 2 von knapp über 99.55 Vol. % Helium erreichen. Damit ist die Vorgabe von 99.5 Vol. % erreicht mit einer kleinen Sicherheit von 0.05 Vol. %. Dies bedingt eine Reinheit von 99 Vol.% Helium auf beiden Seiten der Membrankammer zu Beginn der Messung. Dieser Wert hängt vor allem vom Permeabilitätskoeffizienten, folglich den Materialien der Membran ab. Dieser Faktor wird zusätzlich durch verschiedene Herstellungsverfahren für technische Folien verändert. In den folgenden Abbildungen sind die Ergebnisse der Berechnungen für die verschiedenen Materialien aufgeführt. Der erwartete Verlauf im Prüfstand mit dem verfügbaren Material PET ist in Abbildung 24 gezeigt. Der zeitliche Verlauf des Volumenstroms ist in der folgenden Abbildung 25 ersichtlich. Die Zeitachse ist jeweils dimensionslos dargestellt: null bis eins zeigt einen Durchlauf des Systems. Der einzige Unterschied zwischen den Materialien ist die verstrichene Zeit des Ablaufs. Diese kann über die Simulation nicht ermittelt werden. Die Endwerte aus der Simulation werden mit den Dimensionen des Systems $\left(\frac{V_2}{V_1}\right)$ bestimmt, wenn Reinheit und Druckdifferenz zu Beginn gleich gewählt werden (in diesem Beispiel $\Delta p = 2 \text{ bar} / y_{01} = y_{02} = 99 \text{ Vol. \% Helium}$). Über die Erhöhung der Druckdifferenz zu Beginn des Batchs kann die Reinheit noch höher zu liegen kommen, da mehr Helium durchgedrückt wird. Die maximale Druckdifferenz wird über die mechanische Stützung und die Festigkeitswerte der Membran definiert.



Abbildung 24 erwartete Ergebnisse für PET



Abbildung 25 Volumenstrom im Verlauf der Zeit (PET)

| Material | Erreichte Reinheit | Volumen 1 Batch | Druck am Ende des Batchvorgang | Dimensionslose Zeit am Ende des Batchvorgang |
|----------------------|-------------------------------|---------------------------|--------------------------------------|---|
| 6fda-Polyimid | 99.52 <i>Vol.</i> Helium | $1.356 \cdot 10^{-4} m^3$ | ca.2.1 bar | 0.5 |
| PET | 99.52 <i>Vol.</i> % Helium | $1.356 \cdot 10^{-4} m^3$ | ca.2.1 bar | 0.5 |
| PLA | 99.52 <i>Vol.</i> % Helium | $1.356 \cdot 10^{-4} m^3$ | ca.2.1 bar | 0.5 |
| Polyimid (Kapton) | 99.52 <i>Vol.</i> % Helium | $1.356 \cdot 10^{-4} m^3$ | ca.2.1 bar | 0.5 |

Tabelle 15 maximale Reinheit und Ausbeute pro Batch

15. ABLAUF DER MESSUNGEN

| Schritt | Tätigkeit | Überprüfung | Kommentar | Wartezeiten |
|---------|--|--|---|--|
| 1 | Flansch mit Heizplatte erwärmen über die Schraubenlöcher Aufdrehen Membran tauschen | Kratzer und Verzug der Flansche | Geflecht nicht von Lochgitter entfernen, solange es nicht die Dichtheit beeinträchtig Zusammenbau nach Abbildung 20 | ca. 30 min für die Aufwärmphase der Flansche |
| | Wartezeit b | is zum Aushärten der D | ichtmasse ca. 24 h | |
| 2 | Sensoren vorbereiten | Druckangaben- und Konzentrations-Daten der Sensoren für beide Seiten gleich | Drucksensoren vergleichen | - |
| 3 | V1 und V2 geschlossen evakuieren | Drucksensorausgabe über PC (Leck Prüfung über Control Center Series 30) | | ca. 1h |
| 4 | V1 und V2 öffnen erneut evakuieren spülen mit Helium | Drucksensorausgabe über PC (Control Center Series 30) | | |
| 5 | befüllen mit Helium bis Hälfte des errechnetem End Druck minus dem Partialdruck des Sauerstoffs bei End Druck | Drucksensorausgabe über PC (Control Center Series 30) | Gegenprüfung mit beiden BGAs (Messwert nahe 100 Vol. % Helium) bei Bedarf BGA_1 nachkorrigieren | ca. 1h |

 $\mathbf{n}|w$

| 6 | befüllen mit Sauerstoff auf die Hälfte des Drucks | Drucksensorausgabe über PC (Control Center Series 30) | Bei zu niedriger Konzentration nochmals mit Helium aufdrücken | ca. 30min |
|---------------------|---|---|---|-----------|
| | Homog | ene Mischung Abwarter | n (ca. 1 Woche) | |
| 7 | schliessen des Bypass-Ventils V3 | | | |
| | bei geschlossenem Ventil V4 evakuieren V4 möglichst schnell öffnen und wieder schliessen | Drucksensorausgabe über PC (Control Center Series 30) | bei zu hohem Druck auf Niederdruckseite, Vorgang wiederholen | |
| Starten der Messung | | | | |

| Tabelle | 16 | Ablauf | des | Messvorgangs |
|---------|----|------------|-----|--------------|
| 100010 | | 7 10 10 01 | | mooororgange |

| Abbruch-Kriterien | Überprüfung | Kommentar |
|-------------------|--|---|
| Leck | Druckverlauf im System über Stoffmenge (siehe Kapitel 14.3) | Stoffmenge kann zu Beginn leicht sinken, da sich die Membran zuerst sättigen muss |
| Überdruck | Druckmessung in LabVIEW | System kann bis zu 5.5 bara ertragen die empfindlichsten Teile des Systems sind die Drucksensoren |

Tabelle 17 Fehlerliste

 $\mathbf{n}|w$

15.1. Berechnungen der Gasmischung nach dem Partialdruck Prinzip

Die richtige Gasmischung wird über den Partialdruck erreicht nach den folgenden Schritten. Dabei wird p_{sys} , der Druck des zu füllenden Volumens an den Druckminderer der jeweiligen Gasflasche eingestellt. Über LabVIEW werden die Drücke verifiziert. Zur Sicherheit wird am Druckminderer immer ein etwas tieferer Druck eingestellt. Nach einer kurzen Wartezeit, damit die Mischgase genügend Zeit haben, sich nahezu homogen zu vermischen, kann der Druck bei Bedarf nochmals erhöht werden.

• Evakuieren (Vakuum im System) und
$$p_{sys} \approx 0$$
 (31) schliessen des Ventil V4

- füllen mit Helium (im gesamten System) $p_{sys} = y_{He} \cdot \frac{p_{end}}{2} y_{O_2} \cdot p_{end}$
- auffüllen mit Sauerstoff bis Druck $\frac{p_{end}}{2}$ (im $p_{end} = p_{sys} + y_{O_2} \cdot p_{end}$ (33) gesamten System)
- Helium aufdrücken (Ventil V1) bis Druck bis $p_{sys} = p_{end}$ (34) Druck p_{end} (im gesamten System)

Die Konzentration wird über den Partialdruck wie vorgängig beschrieben erstellt. Nach Schliessen des Bypasses, wird die Niederdruckseite bis auf Umgebungsdruck abgelassen. Dies gewährleistet die gleiche Konzentration in beiden Volumen zum Zeitpunkt null.

(32)

16. MESSUNG

Die Messung des Systems ist zeitaufwendig. Für die Homogene Mischung müsste man ewig warten. Da durch das Ablassen des Drucks auf der Niederdruckseite die Konzentration durch Rückdiffusion aus der Leitung zur Vakuumpumpe und dem Ausgasen der Membran leicht sinkt. Wenn das Bypass Ventil verschlossen ist und der Druck aus der Niederdruckseite gelassen ist, muss man nur noch die Anpassung der Drücke abwarten. Der Prüfstand ist so eingerichtet, dass es möglich ist, über TeamViewer die laufende Messung zu überwachen. Die Messung läuft jedoch ohne Probleme. Bei korrektem Ablauf braucht man maximal 8 Arbeitsstunden für eine Messung. In den nachfolgenden Kapiteln werden die beiden Messungen innerhalb des P6 ausgewertet und beurteilt. Die wichtigen Daten für die Permeation sind jeweils in den Titeln der Plots zu finden. Ersichtlich sind immer die Schliessung des Bypasses als Nullstelle oder anhand der Differenz der Drücke p_1 und p_2 und die Abwesenheit einer messbaren Sorption. Dies bewirkt, dass sich die Kurve nur diffusiv verhält. Die Formel (35) beschreibt das Verhalten des Systems. Der Wert y₀ ist der Y-Achsenabschnitt bei t = 0. y_{end} wird aus der Simulation entnommen und stellt den Wert bei $t \rightarrow \infty$. Die Konstante b wird durch einen Fit der Messung bestimmt und kann als Vergleichswert der Polymere und Dicken der Membranen bei weiteren Messungen dienen. Druckveränderung wird ohne Verzögerung gemessen. Zur Übersicht hat jeder Plot im Titel den Code (Material/Membrandicke/Fremdgas/befüllter Druck).

$$y(t) = (y_0 - y_{end}) \cdot e^{-\frac{t}{b}} + y_{end}$$
 (35)

$$p(t) = (p_0 - p_{end}) \cdot e^{-\frac{t}{b}} + p_{end}$$
(36)

16.1. PET

Dicke der Membran d = 0.1 mm

Durchmesser und Fläche, die mit Helium im Kontakt ist $D = 150 \text{ mm}, A = 0.017663 \text{ m}^2$

PET wurde mit Umgebungsluft gemessen. Das Legen der Membran mit dem Erreichen der Druckdifferenz ist klar im Druckverlauf von p_1 ersichtlich. Die Membran legt sich auf die Stützstrucktur und bewegt sich um etwa 0.2 mm. Dieser Vorgang erklärt den Druckabfall von p_1 um knapp 0.5 bar. Bei dieser Messung ist ersichtlich, dass die einzelnen Konzentrationen zu nahe beieinander liegen, um einen grossen Effekt auf die Vorgänge zu haben. Das zeigt sich durch das Gleichbleiben der Abnahme bzw. Zunahme der Konzentration nach dem Schnittpunkt der beiden Graphen. Nach dem Schliessen des Bypasses sinken zuerst beide Konzentrationen. Das ist dem vorzeitigen Schliessen des Bypasses geschuldet. Die Mischung homogenisiert noch, während die Permeation schon gestartet ist. Die Messung wurde vorzeitig abgebrochen aufgrund des langsamen Prozesses. Dies ermöglichte eine zweite Messung mit einer anderen Membrane.



Abbildung 26 Druck und Konzentrationsverlauf (PET)

Aus den Daten können die Differenz und die Summe der Drücke berechnet werden. Die Druckdifferenz nimmt exponentiell mit dem Ausgleich des Systems ab. Besonders ist der Verlauf der Summe der Drücke. Vor dem Schliessen des Bypasses wird in der Abbildung 27 nur der mittlere Druck der Sensoren angezeigt. Deshalb steigt die Summe nach dem Trennen der Volumina. Theoretisch sollte die Summe der Drücke immer den gleichen Wert annehmen. In beiden diskutierten Plots sieht man einen Tag Gang des Druckes. Er sinkt und steigt im Verlauf

eines Tages um mehrere Pascal (max. 800 *Pa bei* $\pm 1 K$). Für die Beurteilung dieser Spitzen wird die Temperatur überprüft. Diese schwankt an einem Tag um $\pm 0.5 K$. Mittels der idealen Gasgleichung lassen sich diese Druckschwankungen durch die Temperatur erklären. Legt man Druck und Temperatur übereinander, sieht man die direkte Korrelation der beiden Werte (Abbildung 28).



Abbildung 27 Drucksumme und Druckdifferenz (PET)



Abbildung 28 Temperatur und Drucksumme Verlauf



Der Verlauf der gesamten Masse zeigt einen Anstieg. Dies ist physikalisch nicht möglich. Dieser Verlauf zeigt, dass die Temperatur nach dem Ablassen des Drucks gesunken ist. Das ist der

Abbildung 29 Massen in den Volumina (PET)

Grund für den Anstieg nach dem Bypass. Einen weiteren Faktor könnten die Gasteilchen (Stickstoff und Sauerstoff) in der Membran sein. Mit fortlaufender Permeation werden die Teilschwereren chen aus der Membran gedrückt. Da sich Druck über die Zusammenstösse der Moleküle ergibt, wird einer bei höheren Stoffmenge und gleichem Volumen der Druck grösser. In der Idealen Betrachtung.

16.2. Fits PET

Die Funktion im Kapitel 16 ist die allgemeine Funktion für alle vier Kurven. mit der Fit-Funktion von Matlab kann über die Messdaten eine Konstante *b* errechnet werden. Diese sind in Tabelle 18 aufgeführt. Durch die nachträgliche Homogenisierung in den Volumina ist der Fit beider Konzentrationen ungenauer im Vergleich zur zweiten Messung.



Abbildung 30 Fit's der gemessenen Daten PET

| | | <i>b</i> ₁ | <i>b</i> ₂ | | | |
|-----|-----------------|------------------------------------|------------------------------------|--|--|--|
| PET | Δt | 1024830 s = 11,86 days | | | | |
| | Δm_{He} | $+16.24 \pm 8.77 \cdot 10^{-3} mg$ | $-15.24 \pm 9.44 \cdot 10^{-3} mg$ | | | |
| | у | $3.92 \cdot 10^5 \frac{1}{s}$ | $8.041 \cdot 10^5 \frac{1}{s}$ | | | |
| | р | $1.213 \cdot 10^6 \frac{1}{s}$ | $1.095 \cdot 10^6 \frac{1}{s}$ | | | |

Tabelle 18 Zeitkonstante b (PET)

16.3. Polyimid (Kapton)

n

Dicke der Membran d = 0.075 mm

Durchmesser und Fläche, die mit Helium im Kontakt ist $D = 150 \text{ mm}, A = 0.017663 \text{ m}^2$

Die erste Änderung zur ersten Messung ist bei dieser Membran das Abwarten einer homogenen Mischung. Zusätzlich wurde das Material, inklusive der Membrandicke verändert. Um den Vorgang weiter zu beschleunigen, ist die Druckdifferenz über der Membran (4.5 *bar*) höher gewählt im Vergleich zum ersten Versuch. Leider ist diese Messung nicht so gut abgedichtet wie die erste.



Abbildung 31 Druck und Konzentrationsverlauf (Polyimid)

Die Schwankungen der Temperatur konnten durch Abdecken des Versuchs etwas minimiert werden. Es ist jedoch immer noch ein Tag-Gang ersichtlich. Dieser beträgt maximal 1 *K*. Eine weitere Veränderung ist die Druckabnahme im gesamten System. Offensichtlich ist bei der zweiten Messung ein Leck aufgetreten. Die Messdaten zeigen, dass sogar mit Leckage der Vorgang abläuft. Dies weist darauf hin, dass das Leck auf der Hochdruckseite ist. Deshalb sind die Daten der Hochdruckseite mit Vorbehalt zu betrachten. Eine Abnahme des Drucks wurde auch bei der ersten Messung ersichtlich, ist aber um den Faktor 10 kleiner.



Abbildung 32 Summe und Differenz der Drücke (Polyimid)

Interessant ist, dass sich die Konzentration auf der Hockdruckseite mehr nach dem Verlauf der Simulation richtet. Dies ist vermutlich dem Leck geschuldet und hat keinen weiteren Einfluss auf die Auswertung. Der Vorgang läuft schneller ab, obwohl Kapton einen ähnlichen Permeabilitätskoeffizienten besitzt. Die Verringerung der Foliendicke und Erhöhung des Drucks sind für den schnelleren Vorgang verantwortlich. Es ist schwer zu sagen, welche Massnahme für die Veränderung massgebend verantwortlich ist. Mathematisch wurde der Gradient Druck über Membrandicke verändert (Formel (6)). Der Gradient erhöhte sich durch die beiden Massnahmen. Dies zeigt auch mathematisch, dass der Vorgang schneller wird.



Massendifferenzen in den Volumina (Polyimid/d=0.075mm/O2/5.5bar)

Abbildung 33 Massendifferenzen Helium und Sauerstoff (Polyimid)

Da im Feld die Erhöhung des Drucks schwieriger ist im Vergleich zur Reduzierung der Membranschichtdicke, sollte man sich in erster Linie auf die Membrandicke konzentrieren. Der wichtigste Faktor bleibt jedoch der Permeabilitätskoeffizient.

16.4. Fits Kapton

Die Messung für Kapton ist über die Fits sehr gut definiert. Dies liegt daran, dass der Vorgang fast abgeschlossen ist. Bei der ersten Messung wurde inmitten des Vorgangs abgebrochen.



Abbildung 34 Fits der Verläufe (Polyimid)

| | | <i>b</i> ₁ | <i>b</i> ₂ | | |
|----------------------|-----------------|---|--------------------------------|--|--|
| Polyimid (Kaptop) | Δt | $1097000 \ s = 12.7 \ days$ | | | |
| (Rupton) | Δm_{He} | $-43.18 \pm 0.034 mg \qquad +29.99 \pm 0.033 m$ | | | |
| | у | $4.462 \cdot 10^5 \frac{1}{s}$ | $3.871 \cdot 10^5 \frac{1}{s}$ | | |
| | р | $1.975 \cdot 10^5 \frac{1}{s}$ | $3.045 \cdot 10^5 \frac{1}{s}$ | | |

Tabelle 19 Zeitkonstante b (Polyimid)

Dadurch erfassen die Fits nicht die richtige Steigung und weichen mehr von den gemessenen Daten ab im Vergleich zu dieser Messung. Die Konstanten b sind im Vergleich zu PET um den Faktor 10 kleiner. Je kleiner dieser Wert wird, desto schneller geht das Helium durch die Membran. Für weitere Messungen liegt der Fokus auf möglichst kleine Koeffizienten b.

17. VALIDIERUNG MIT SIMULATION

In Kombination mit dem gefitteten Wert *b* und dessen Graphen kann die tatsächliche Dauer in der Simulation dargestellt werden. Dies ermöglicht eine bessere Annäherung zum realen Fall. Zusätzlich lässt sich sie eine eventuelle Verzögerung der Messwerte für die Konzentration errechnen. Diese Kurve wird immer etwas zeitverzögert gemessen. Die Diffusion innerhalb des Gases bis zum Messbereich des



Abbildung 35 Vergleich der Messdaten mit der Simulation (PET)

BGA gibt verzögert die reale Konzentration in der Membrankammer an. Bei den Druckwerten kann von einem instantanen Vorgang ausgegangen werden. Deshalb stimmen die Fitkurven der Drücke besser mit den berechneten Drücke überein. Es ist zu beachten, dass die Niederdruckseite die genaueren Resultate für die Zeitkonstante liefert. Die Zeitkonstante für die Drücke wird über den Fit erst genau berechnet, wenn der Zyklus durchgelaufen ist. Deshalb sind in der PET-Messung die Werte für die Konstante *b* stark abweichend von der Simulation (Abbildung 35). Bei Kapton (Polyimid) ist die Abweichung minimal, da der Batch fast durchgelaufen ist. Die Reinheiten sind etwas genauer, da sich die Steigung im Verlauf nicht so heftig ändert im Vergleich zu den Drücken. In Abbildung 36 sind im Druck- und Konzentrationsverlauf der Niederdruckseite werden leicht verzögert gemessen im Vergleich zur Simulation. Auf der Hochdruckseite entweicht Gas, deshalb fallen die

Projekt Heliumreinigung

Werte schneller. Dies verzerrt wie schon erwähnt die Verläufe der Niederdruckseite. Über die Simulation lässt sich somit zusätzlich der korrekte und vollständige Ablauf einer Messung validieren



Abbildung 36 Vergleich der Messdaten mit der Simulation (Polyimid)

18. ERKENNTNISSE

 $\mathbf{n}|w$

Mit den Messungen ist bestätigt, dass der Vorgang bei niedrigen Drücken ablaufen kann. Die wichtigsten Stellschrauben für den Massenstrom sind die Dicke der Membran und die Fläche. Mit dem Druck wird vor allem die nötige Energie in das System gebracht. Die Erhöhung des Drucks bewirkt auch eine Vergrösserung des Massenstroms und damit einen höheren Sprung in der Reinheit. Für die Optimierung ist ein hoher Druck bei kleiner Membrandicke zu empfehlen. Das bedeutet, für hohe Massenströme ist es wichtig, mechanisch den Bruch der Membran zu verhindern. Deshalb wird empfohlen, eine Stützfunktion der Membran technisch zu realisieren. Gut geeignet wäre zum Beispiel ein Füllmaterial wie etwa Füllschaum vergleichbar dem Isolierschaum im Häuserbau. Damit könnten dünne Folien eingebettet werden, um die Belastung der Membran auf die Behälterwand zu leiten. Die erzielten Massenströme in den Messungen sind in der Tabelle 20 linear aus den Messdaten angenähert, um einen Ansatz zur groben Berechnung der Membranfläche zu bieten. Selbst mit geringer Leckage ist das System funktionstüchtig und

| Material | Erreichte Reinheit | Masse in einer Stunde pro Fläche gemessen |
|----------|--|---|
| PET | <i>von</i> 98.48 <i>Vol.</i> % <i>bis</i> 99.18 <i>Vol.</i> % Helium (Messung wurde abgebrochen) | $3.23 \ \frac{mg}{m^2}$ |
| Kapton | <i>von</i> 98.88 <i>Vol</i> .% <i>bis</i> 99.46 <i>Vol</i> .% Helium | 5.56 $\frac{mg}{m^2}$ |

Tabelle 20 Massenstrom Helium

erreicht die Ziele aus dem PM-Dossier. Es bestätig sich, dass die Endwerte des Zyklus' mit den berechneten Werten übereinstimmen. Mit der Simulation lässt sich der Vorgang berechnen. Die Zeit kann nur dimensionslos berechnet werden. Mit einer Messung und dem Berechnen der Konstanten *b* lassen sich die Folien über die Konstanten *b* vergleichen. Werden die Konstanten grösser, läuft der Vorgang schneller ab. Mit dem Verhältnis $\frac{V_2}{V_1} \ge 0.8$ wird rechnerisch in der Simulation eine Reinheit von 99.52 *Vol.* % Helium erreicht. Dies kann durch die Erhöhung der Differenzdruck über die Membran noch etwas nachjustiert werden.

19. SYSTEM-KONZEPT FÜR MU3E

Das System, welches in diesem Bericht erklärt und dargestellt ist, kann eine kleine Menge Helium reinigen. Benötigt wird dafür ein Verdichter der die $2.5 \ bar - 4 \ bar$ Überdruck gewährleistet. Allein mit einem Unterschied der Konzentration reicht die Diffusion nicht aus. Es kann durch eine Vakuumpumpe eine batchweise Auffrischung modelliert werden.

Das System wird evakuiert. Beim ersten Anfahren sollte der Schritt 4 aus Kapitel 15 ausgeführt werden.

Aus dem Kreislauf des Mu3e wird verschmutztes Helium (99 *Vol.* % Helium) gezogen. Dieses wird auf beide Kammern mit Umgebungsdruck eingelassen.

Darauf wird der Bypass geschlossen und die Hochdruckseite auf 2.5 *bar* Überdruck gebracht. Wieder mit 99 *Vol.* % Helium aus dem Mu3e-Kreislauf. Die Konzentration bleibt somit gleich auf beiden Seiten.



Abbildung 37 Konzept mit mehreren Membrankammern

Das System ruht. Der Druck auf der Niederdruck-Seite nimmt zu bis etwa 1.5 *bar* Überdruck. Damit steigt die Konzentration auf 99.55 *Vol.* % Helium.

Die Niederdruck-Seite wird geöffnet. Das gereinigte Gas wird in den Kreislauf zurückgeführt.

Der Bypass wird geöffnet. Die Vakuumpumpe zieht das restliche Gas mit etwa 98.85 *Vol.* % Helium in die nächste Membrankammer.

Mit dem Erreichen des Vakuums beginnt der Zyklus von vorne.

Mit dem aktuellen System geschieht dies manuell und ist nicht gesteuert. Mit einer Steuerung und Vergrösserung des aktuellen Prüfstands kann die Reinigung grösserer Volumina pro Batch bewerkstelligt werden. Die Frage, wieviel Gas pro Stunde gereinigt wird, hängt von der Fläche der Membran, dem Material und der Grösse der Volumina der beiden Membrankammern ab.

Dieses System kann durch Umlenkung der Niederdruckseiten (Abbildung 38) in die nächste Membrankammer gelangen. Führt man dieses System fort, wird mit jeder Reinigungsstufe eine höhere Reinheit erreicht. Damit lässt sich das System vielseitig einsetzen. Mit Wechselmöglichkeit zwischen maximalem Massenstrom und maximaler Reinheit. In beiden Fällen wird ein Massenstrom aus dem Kreislauf geführt. Dies betrifft Helium, welches nach einigen Permeationsvorgängen einen hohen Sauerstoffanteil besitzt. Dieser Massenstrom muss mit neuem Helium ersetzt werden.



Abbildung 38 Konzept mit mehreren Reinigungsstufen

Für die benötigte Fläche ist eine kompakte Bauweise erforderlich. Im folgenden Kapitel sind die zwei gängigsten Methoden erklärt.

19.1. Empfehlungen

Durch den Versuchsaufbau aus diesem Projekt lassen sich die optimale Folienstärke und das optimale Material ermitteln. Mit diesem Wissen kann im weiteren Vorgehen ein Reinigungssystem für den Feldeinsatz entwickelt werden.

Aus den Erkenntnissen ist ersichtlich, dass eine grosse Fläche benötigt wird. Für diesen Zweck ist ein System mit Hohlfaserfilter, Tiefenfilter oder eine Kombination beider Konzepte geeignet.

Eine effiziente Struktur wird durch lange dünne Rohre erreicht. Die Fläche liesse sich maximieren, indem man ein ganzes Bündel solcher Rohre zusammenbindet. Bei einem Rohrbündel ergeben sich automatisch Zwischenräume, die sich als Niederdruckseite nutzen lassen. Damit die Rohre



nicht ihre Zwischenräume durch Ausdehnung verschliessen, sollten die Zwischenräume gestützt werden (z. B. mit gasdruchlässigem Füllschaum). Die Rohre können mit dem gleichen Material gefüllt werden, wie schon erwähnt, und so die Membrane einbetten. Mit dieser Massnahme wird ein Teil der Kräfte direkt auf die umgebenden Wände abgeleitet. Es lassen sich Bündelmodule mit grossen Flächen realisieren (Abbildung 39). Die Fläche liesse sich etwas reduzieren, bei gleichbleibendem Massenstrom, wenn die Druckdifferenz erhöht wird. Im Anbetracht des Energieverbrauch sind tiefe Drücke jedoch vorteilhafter. Die Gefahr eines kriechenden Risses in der Membran erhöht sich mit steigender Druckdifferenz und könnte die Lebensdauer einschränken. Diese Erfahrungswerte sollten mit weiteren Messungen genau untersucht werden.



Abbildung 39 Querschnitt Konzept für Filtersystem mit grosser Oberfläche

20. ABLAUF DES PROJEKTS

Das Projekt lief nicht nach geplantem Ablauf. Ein unerwarteter Krankheitsfall des Auftraggebers in der Phase des Konzeptentscheids verzögerte den Ablauf leicht. Es mussten deshalb auch der geplante Arbeitsort und die verfügbaren Voraussetzungen geändert werden. Es wurde entschieden, die Arbeit nicht wie geplant im PSI am bestehenden Kreislauf mit 2 $\frac{g}{s}$ einzubauen. Stattdessen läuft das Projekt in der FHNW ab. Somit mussten folgende Punkte zusätzlich geplant werden.

- Gase organisieren
- Bestellung verschiedener Teile (im PSI wäre mehr verfügbar gewesen)
- Aufbau des gesamten Systems
- keine Möglichkeit, die Kühlfalle als Vergleich zu nutzen

Aufgrund der Veränderungen und einer langen Lieferfrist seitens der FHNW-Werkstatt, verzögerte sich das Projekt weiter. Innerhalb der Wartezeit sind Bestellungen und weitere mögliche Arbeiten vorangegangen. Durch die freundlichen und hilfsbereiten Angestellten der FHNW gingen die weiteren Vorbereitungen auch bei Veränderungen (z.B. andere Drucksensoren finden) gut voran. Bis nach der Zwischenpräsentation waren die Membrankammern nicht gefertigt. Als die Teile kamen, wurde das System vorbereitet und optimiert. Im weiteren Verlauf zeigte sich, dass die Dichtheit nicht den Anforderungen entsprach. Über vier Tage wurden verschiedene Methoden verbaut und überprüft. Nachdem der Entscheid fiel, dass die letzte Lösung Dichtmasse ist, war das System im ersten Versuch dicht. Aufgrund der fortgeschrittenen Zeit entschied man sich, die Dichtheit nicht nochmals im PSI zu messen. Diese Überprüfung ist sehr aufwändig für Auftraggeber und FHNW. Die Überprüfung benötigt die Organisation des Geräts und des Arbeitsplatzes durch den Kunden. Die FHNW muss den Transport durchführen und einen Fahrer stellen. Das gesamte Projekt konnte jedoch bis auf die Messungen abgeschlossen werden. Durch die Verzögerungen ist die geplante Zeit für die Messungen zusammengeschrumpft. Da die Messungen über Wochen gehen, konnten nur zwei Folien ausgemessen werden. Es sind im Moment auch nur zwei Materialien verfügbar am Arbeitsplatz. Andere Materialien müssen noch bestellt und geschnitten werden. Die Messungen laufen über das Ende des Projekts hinaus. Der Auftraggeber wird weitere Folien ausmessen, um so das geeignetste Material zu finden.

20.1. Eingetroffene Risiken

Bei den Risiken sind vier eingetroffen. Die Lieferprobleme zeigten sich durch das Verlorengehen von PLA-Mustern für die Membran in der Post. Dazu stellten sich verschiedene Firmen quer und hatten für solch kleine Mengen kein Interesse. Ein weiterer Faktor ist der Mangel an Rohrstoffen. Gewisse Firmen würden für einen festgelegten Umsatz (350 Fr.) ein Produkt fertigen. Das Risiko der Messunsicherheit wurde durch eine Beschaffung eines zweiten BGAs verringert. Für die ersten Überlegungen mit dem Sauerstoff-Sensor des PSI war die Messunsicherheit zu gross ($\pm 0.1 Vol. \%$). Es wäre auch nur ein Zweikomponenten-Gas messbar (Helium und Sauerstoff). Die Permeabilitätskonstante kann aber nicht gemessen werden. Die Werte liegen im richtigen Bereich, sind jedoch schwankend um das doppelte des Betrags, verglichen mit den Werten aus der Literatur. Für die Messung des Permeabilitätskoeffizient muss die Folie ca. 30 - 100 Barrer aufweisen.

 $\mathbf{n}|\mathcal{U}$

Ein weiteres eingetroffenes Risiko wurde nicht bedacht bei der Planung. Dieses ist durch den Krankheitsfall des Auftraggebers und den Mangel eines Stellvertreters für diesen Fall aufgetaucht.

| AP | Risikobeschrieb | Effekt | Wahrscheinlichkeit | Schadensausmass | Prävention | Risiko | Eingetroffen |
|----|--|--|--------------------|-----------------|---|--------|--------------|
| 1 | Schlechte Plannung | Die Ziele des Auftraggebers werden nicht erfüllt | mittel | hoch | klare absprachen bezüglich der zu erreichenden Ziele und Deliverables | | |
| 1 | zu wenig oder keine Informationen | Die Ziele des Auftraggeber werden nur ungenügend erfüllt | gering | hoch | Teilnahme an den Wöchentlichen Meetings, selbständige Kommunikation bei Fragen | | |
| 2 | Konzept reicht zur erreichung der Ziele nicht | Das Konzept bringt nicht die gewünschten Effekte | gering | hoch | Konzept auf die Ziele ausrichten und Unsicherheiten diskutieren | | |
| 3 | Empfehlung ist unzureichend für die Erfüllung der Ziele | Rückschritt zur Literaturrecherche | mittel | mittel | Diskussion der verschiedenen Konzepte an den wöchentlichen Meetings vor Präsentation | | |
| 4 | Zeichnungen sind nicht herstellbar | Lieferung verzögert sich durch Rückfragen aus der Produktion | gering | hoch | Zeichnungen mit Produzent und Wissenschaftlichem Assistent beschprechen | | |
| 4 | Lieferprobleme | Aufbau/ Veränderung dauert zu lang | hoch | hoch | frühzeitige Bestellung der benötigten Teile | | × |
| 4 | Kreislauf Leckt zu stark | zu lange Nachbesserung | mittel | gering | über Verschlusssysteme und Anschlüsse informieren | | X |
| 5 | Messung weisst zu grosse Messabweichung auf | Messungen sind nicht aussagekräftig | mittel | hoch | Berechnung der Messunsicherheit in AP 4 | | × |
| 5 | Validierung ist nicht korrekt | Beurteilung stütz sich auf falsche Daten | gering | hoch | Durchsprechen mit Wissenschaftlichem | | × |
| 7 | ungenaue Angaben | Verunsicherung bei Vorträge | mittel | gering | Angaben klar ausschreiben und definieren | | |
| 7 | falsche Berechnungen | Resultate unbrauchbar, Schlussfolgerungen falsch | gering | hoch | Berechnungen zwei mal Durchführen um Ergebniss zu bestätigen | | |
| 7 | Empfehlungen entspricht nicht dem besten Konzept | die Konzepte müssen erneut beurteilt werden | gering | mittel | Empfehlungen in Rücksprache mit Wissenschaftlichem Assistent durchdenken | | |
| 7 | ungenügender Bericht | wiedersprüchlich oder falsche Aussagen | gering | hoch | Soll, Ist vergleich einmal pro Woche, ausführliche Arbeitsdokumentation | | |

Tabelle 21 Risikoliste mit eingetroffenen Risiken

Wie schon erwähnt, wurde es dadurch erforderlich, das Projekt in der FHNW durchzuführen und alle nötigen Teile inklusive Arbeitsplatz zu organisieren. Dank der Hilfe der betreuenden Personen konnte dies schnell realisiert werden. Dabei blieb das Problem eines Programms zum Auslesen der Daten am längsten bestehen. Nach Ressourcenplanung im PM-Dossier wäre im PSI zum Kreislauf ein lauffähiges LabVIEW-Programm zur Verfügung gestanden. Es wurde ein ähnliches Programm mit den benötigten Funktionen vom Wissenschaftlichen Assistenten zur Verfügung gestellt, zusätzlich einer kurzen Einführung. Dadurch war es rasch möglich, ein lauffähiges Programm für die Messungen zu erstellen.

Zuletzt stellte sich das Problem der Dichtheit. Nach einigen Richtlinien wäre aufgrund der erreichten Werte des Leck-Suchgerät das System als absolut dicht anzusehen gewesen. Helium kommt jedoch durch jeden noch so kleinen Spalt. Selbst die Kükenhähne von Swagelock liessen etwas durch. Somit wurden mit dem Leck-Suchgerät nur die Orte der Schwachstellen markiert. Dies ermöglichte schnelle weitere Tests verschiedener Dichtungen. Da die gewünschte Dichtheit

nicht erreicht wurde, gab man sich geschlagen und verwendete Loctite 518 Dichtmasse die wieder lösbar ist.

20.2. Überblick der Ziele

Bei den Zielen ist das Projekt in Verzug geraten. Nach Plan müsste mehr Zeit für die Messungen vorhanden sein. Durch die zu optimistische Planung und einiger Probleme mit den Lieferzeiten reichte das Projekt am Ende für zwei Messungen. Deshalb ist dieser Teile mit Hacken und Kreuz versehen. Ein Teil der Messungen konnte innerhalb des Projekts realisiert werden.

Die Anforderungen aus dem PM-Dossier [1] sind nur teilweise erfüllt. Es ist bestätigt, dass bei den Bedingungen des Kühlkreislauf im Mu3e-Experiment, der Vorgang bei tiefen Drücken (3 – 4.5 *bar*) ablaufen kann und eine Auffrischung der Niederdruckseite von 99 *Vol.* % auf 99.5 *Vol.* % möglich ist. Der Durchsatz ist nicht korrekt bezifferbar und kann nur als gesamte permierte Masse dargestellt werden. Der Durchsatz ist auch sehr tief und zeigt, dass die Fläche zu klein ist, um viel Masse zu permieren. Weiter lässt sich unmöglich etwas über die Lebensdauer und damit auch die Betriebsdauer sagen. Man kann nur abschätzen, wie lange ein Batchvorgang des in diesem Bericht dargestellten Systems dauern würde.

| Ziel | Tätigkeiten | Erfüllt | geplanter Termin | erreichter Termin | voraussichtlic hes Zeitfenster |
|------------------------------|---|---------|---------------------|----------------------|--------------------------------------|
| Planung | TerminplanungRisikoanalysePM-Dossier | | KW 42 | KW 42 | |
| Konzeptfindung | Literaturrecherche | | KW 45 | KW 46 | |
| Prüfstand | Auslese-Programm Aufbau prüfen auf Leck (Spray, Druck und Leck-Suchgerät) Inbetriebnahme | | KW 48 | KW 06 | KW 05 |
| Messung | Messung durchführen | | KW 03 | KW 07 | KW 06 - KW 12 |
| Auswertung | Technischer Bericht | | KW 08 | KW 09 | KW 09 |
| Präsentation des Projekts | Poster/PPP | | KW 12 | KW 12 | KW 12 |

Tabelle 22 Aktueller Stand der Ziele

20.3. Ausblick

Der Aufbau aus diesem Projekt kann als Bewertungshilfe dienen, um in weiteren Messungen das beste Membranmaterial und dessen Dicke zu bestimmen. Für Messungen nach dem Abbau des Projekts an der FHNW empfiehlt sich bei Bedarf die Methode aus Kapitel 12.3. Mit dem Leck-Suchgerät kann die Permeabilität gemessen werden. Da der Kunde über ein solches Gerät verfügt, kann er dieses an die Niederdruckseite anschliessen und die Hochdruckseite mit Gas befüllen. Das Massenspektrometer kann auf jedes Gas eingestellt werden. Die Leckrate *Q* wird die Menge des permierten Gases wiedergeben. Der Vorgang lässt sich jedoch nicht messen wie in diesem Bericht. Nach Abschluss der Messungen und dem Entscheid für das Material kann ein System wie in Kapitel 19 geplant und aufgebaut werden. Besonderes Augenmerk sollte dabei auf der Dichtheit des Systems liegen. Ein solches System sollte gut zu automatisieren sein.

Für die Membran empfiehlt sich eine Multi-Layer. Dadurch lässt sich der Kunststoff zur Separation auf ein Trägermaterial auftragen. Damit lässt sich die Membrandicke weiter reduzieren. Das Trägermaterial sollte gasdurchlässig und stabil sein. Die zweite Option, wie im erwähnten Kapitel 19.1, ist das Einbetten der Filterstruktur. Der Nachteil ist die Regeneration beim Einbetten, da sich die Membrane schwer vom Füllmaterial trennen wird und dies auch nicht ohne Beschädigungen der Membran möglich ist. Daher muss alles herausgebrochen werden. Das ist nicht weiter tragisch, wenn die Lebensdauer hoch genug ist und man nicht zu oft die Membran ersetzten muss. Ein Vorteil ist jedoch, dass die Membran am Laufmeter extrudiert werden kann, da sie wie ein Rohr gestaltet ist.

Der optimale Betrieb ist in diesem Bericht nicht eindeutig identifiziert. Die beiden Optionen kontinuierlich und Batchbetrieb haben beide ihre Vor- und Nachteile. Es muss in weiteren Überlegungen der unterschiedliche Nutzen der beiden Konzepte validiert werden. Der kontinuierliche Betrieb hat einen festen Durchsatz und verhindert so grössere Schwankungen. Für den Durchsatz benötigt er jedoch die entsprechende Fläche. Wenn die Anlage für das Feld im Batchbetrieb läuft, muss weniger Helium durch die Membran. Damit die Konzentration von 99.5 *Vol.* % für ein bestimmtes Volumen erreicht wird. Das bedeutet, dass dieses Konzept mit weniger Fläche auskommt. Es liefert aber pro Batch mehr Helium als schlussendlich durch die Membran gelangt ist während des Vorgangs.

Das Projekt hat gezeigt, dass eine Membran für den Einsatz im Mu3e-Experiment geeignet ist. Es liegt jetzt an den weiteren Resultaten, die erarbeitet werden und dem verfügbaren Platz, der verwendet werden kann. Die Herstellung und Planung eines Systems für den Einsatz ist die nächste grosse Herausforderung.

21. BESTÄTIGUNG

Hiermit bestätigt Christoph Senn, diese Arbeit ohne fremde Hilfe und unter Einhaltung der gebotenen Regeln erstellt zu haben. Sämtliche verwendeten Bilder und Daten anderer Verfasser, insbesondere auch Inhalte aus dem Internet wurden als solche gekennzeichnet.

Windisch, den Donnerstag, 11. November 2021

Christoph Senn

.

22. DANKSAGUNG

Ich möchte mich noch bei allen Mitarbeitern und Assistenten bedanken, die mir Fragen beantwortet und Materiallager gezeigt haben. Besonders geht mein Dank an Niculin Flucher, dass er die Zeit zu Diskussionen und Beratung gefunden hat. Nicht zuletzt möchte ich mich bei Dr. Frank Meier Aeschbacher bedanken. Die Organisation und der Zugang zum Leck-Suchgerät und die Unterstützung beim Schneiden der Membrane haben vieles einfacher gemacht. Trotz Krankheit war er immer bereit, Fragen zu beantworten und Gedankengänge zu kommentieren. Ohne diese Menschen wäre das Projekt nur halb so schön gewesen. Weiter Danke ich Herrn Ribi für seinen fachmännischen Rat.
LITERATURVERZEICHNIS

- [1] Senn, Christoph, "Projekt-Management-Dossier kontinuierliche Reinigung von Helium im Zusammenhang mit dem Mu3e-Experiment". 21. Oktober 2021.
- [2] "Physikalische Eigenschaften Helium Das Periodensystem online". https://www.periodensystem-online.de/index.php?el=2&id=modify (zugegriffen 22. März 2022).
- [3] A. F. Ismail, K. Chandra Khulbe, und T. Matsuura, *Gas Separation Membranes*. Cham: Springer International Publishing, 2015. doi: 10.1007/978-3-319-01095-3.
- [4] "Zeochem Z4-01 Molecular Sieve". https://www.hydrocarbononline.com/doc/zeochem-z4-01-molecular-sieve-0001 (zugegriffen 1. November 2021).
- [5] "Molecular Sieves | Molecular Sieve Adsorbents | Zeochem". https://www.zeochem.com/ourproducts/molecular-sieves (zugegriffen 1. November 2021).
- [6] "ATT-0.pdf". Zugegriffen: 1. November 2021. [Online]. Verfügbar unter: https://monarch.qucosa.de/api/qucosa%3A19682/attachment/ATT-0/
- [7] D. M. S. GmbH, "Fick'sches Diffusionsgesetz", *DocCheck Flexikon*. https://flexikon.doccheck.com/de/Fick%27sches_Diffusionsgesetz (zugegriffen 7. November 2021).
- [8] "MegaTorr® PS5 Rare Gas Purifiers | Gas Purifiers | Entegris". https://www.entegris.com/shop/en/USD/products/gas-filtration-and-purification/gaspurifiers/MegaTorr-PS5-Rare-Gas-Purifiers/p/GateKeeperMGTHeatedGetterGasPurifiers (zugegriffen 8. November 2021).
- [9] A. Copco, "Stickstofferzeugung mit Druckwechseladsorption (Pressure Swing Adsorption, PSA) atlascopco", *Atlas Copco*. https://www.atlascopco.com/de-ch/compressors/wiki/compressed-air-articles/what-is-nitrogen (zugegriffen 7. November 2021).
- [10] "Characterizing Adsorbents for Gas Separations", 5. März 2018. https://www.aiche.org/resources/publications/cep/2018/march/characterizing-adsorbentsgas-separations (zugegriffen 8. November 2021).
- [11] "MonoTorr® Phase II, Rare Gas and Nitrogen Purifier, 50 and 75 slpm", S. 3.
- [12] "Edle Gase mit SEPURAN® Noble trennen einer Membran von Evonik für effiziente Rück-Gewinnung von Helium - Evonik Industries". https://www.membraneseparation.com/de/helium-rueck-gewinnung-mit-sepuran-noble/edle-gase-trennen-138423.html (zugegriffen 9. November 2021).
- [13] "Filtermembranen :: SABEU". https://www.sabeu.com/de/produkte-undentwicklung/filtermembranen (zugegriffen 11. November 2021).
- [14] T. E. Rufford, K. I. Chan, S. H. Huang, und E. F. May, "A Review of Conventional and Emerging Process Technologies for the Recovery of Helium from Natural Gas", Adsorpt. Sci. Technol., Bd. 32, Nr. 1, S. 49–72, Jan. 2014, doi: 10.1260/0263-6174.32.1.49.
- [15] "2011_Permeationsmessung_von_Folien.pdf". Zugegriffen: 7. November 2021. [Online]. Verfügbar https://www.ivv.fraunhofer.de/content/dam/ivv/de/documents/infoblaetter/Permeationsanaly tik/2011_Permeationsmessung_von_Folien.pdf
- [16] S. J. Schowalter, C. B. Connolly, und J. M. Doyle, "Permeability of noble gases through Kapton, butyl, nylon, and "Silver Shield"", *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. Accel.*

Spectrometers Detect. Assoc. Equip., Bd. 615, Nr. 3, S. 267–271, Apr. 2010, doi: 10.1016/j.nima.2010.01.041.

- [17] "2021-11.pdf". Zugegriffen: 23. März 2022. [Online]. Verfügbar unter: https://download.kellerdruck.com/api/download/R4WuMZnhkXbrqTXidFwtf6/de/2021-11.pdf
- [18] "BGA244m.pdf". Zugegriffen: 23. März 2022. [Online]. Verfügbar unter: https://www.thinksrs.com/downloads/pdfs/manuals/BGA244m.pdf

 $\mathbf{n}|w$

ABBILDUNGSVERZEICHNIS

| Abbildung 1 Adsorption und Filter Kombination [4]2 |
|--|
| Abbildung 2 Poren und dynamische Durchmesser einiger Moleküle [6]2 |
| Abbildung 3 Zeolith mit verschiedenen Kationen und Porengrösse [6]3 |
| Abbildung 4 Diffusionsvorgänge [6]5 |
| Abbildung 5 Permeabilität bei Elastomeren und Thermoplaste [6]6 |
| Abbildung 6 Kühlfalle des PSI mit Heizelement |
| Abbildung 7 Entegris Heated Getter Purifier [7]9 |
| Abbildung 8 PSA-System [7]10 |
| Abbildung 9 Unterschied Graphisch PSA/TSA [8]11 |
| Abbildung 10 Kühlfalle des PSI12 |
| Abbildung 11 Sepuran Noble [10]13 |
| Abbildung 12 Konzept Molsiebkartusche |
| Abbildung 13 Modell der Membrankammer19 |
| Abbildung 14 Druck und Konzentrationsverlauf (gleiche Konzentration und Volumen)22 |
| Abbildung 15 Druck und Konzentrationsverlauf (gleiche Konzentration und $V2V1 = 1.6067$)22 |
| Abbildung 16 Druck und Konzentrationsverlauf (gleiche Konzentration und $V2V1 = 0.4017$)23 |
| Abbildung 17 Druck und Konzentrationsverlauf (Konzentration Niederdruckseite $95 Vol. \%$ und $V2V1 = 0.803$) |
| Abbildung 18 Druck und Konzentrationsverlauf (Konzentration, Hochdruckseite $95 Vol.\%$ und $V2V1 = 0.803$) |
| Abbildung 19 Gasschema des Prüfstands25 |
| Abbildung 20 Membrankammer28 |
| Abbildung 21 Gasschema mit Sensoren |
| Abbildung 22 Prüfstand mit Sensoren Vakuumpumpe und Laptop verbunden |
| Abbildung 23 Statikanalyse des Gitters |
| Abbildung 24 erwartete Ergebnisse für PET |
| Abbildung 25 Volumenstrom im Verlauf der Zeit (PET) |
| Abbildung 26 Druck und Konzentrationsverlauf (PET)44 |
| Abbildung 27 Drucksumme und Druckdifferenz (PET)45 |
| Abbildung 28 Temperatur und Drucksumme Verlauf46 |
| Abbildung 29 Massen in den Volumina (PET)46 |
| Abbildung 30 Fit's der gemessenen Daten PET47 |
| Abbildung 31 Druck und Konzentrationsverlauf (Polyimid)48 |
| Abbildung 32 Summe und Differenz der Drücke (Polyimid)49 |
| |



 $\mathbf{n}|w$

| Abbildung 33 Massendifferenzen Helium und Sauerstoff (Polyimid) | 50 |
|--|----|
| Abbildung 34 Fits der Verläufe (Polyimid) | 51 |
| Abbildung 35 Vergleich der Messdaten mit der Simulation (PET) | 52 |
| Abbildung 36 Vergleich der Messdaten mit der Simulation (Polyimid) | 53 |
| Abbildung 37 Konzept mit mehreren Membrankammern | 55 |
| Abbildung 38 Konzept mit mehreren Reinigungsstufen | 56 |
| Abbildung 39 Querschnitt Konzept für Filtersystem mit grosser Oberfläche | 57 |
| Abbildung 40 Zeitplan Stand 24.03.2022 | LI |

TABELLENVERZEICHNIS

| Tabelle 1: Nomenklatur | iii |
|--|-----|
| Tabelle 2 Molekulargewicht und kinetische Durchmesser verschiedener Gase [1] | 1 |
| Tabelle 3 Tabelle der Metallische Getter-Materialien [4] | 8 |
| Tabelle 4 Konzepte Physikalische Werte | 14 |
| Tabelle 5 weiterführende Informationen | 15 |
| Tabelle 6 Gewichtung | 16 |
| Tabelle 7 Bewertungspunkte | 16 |
| Tabelle 8 Auswertung | 17 |
| Tabelle 9 Membran Materialien | 26 |
| Tabelle 10 Firmen für technische Folien | 27 |
| Tabelle 11 Sensordaten | 29 |
| Tabelle 12 Werte aus der Kalibrierung | 32 |
| Tabelle 13 Auslitern Messdaten | 34 |
| Tabelle 14 erweiterte Messunsicherheit | 36 |
| Tabelle 15 maximale Reinheit und Ausbeute pro Batch | 39 |
| Tabelle 16 Ablauf des Messvorgangs | 41 |
| Tabelle 17 Fehlerliste | 41 |
| Tabelle 18 Zeitkonstante b (PET) | 47 |
| Tabelle 19 Zeitkonstante b (Polyimid) | 51 |
| Tabelle 20 Massenstrom Helium | 54 |
| Tabelle 21 Risikoliste mit eingetroffenen Risiken | 59 |
| Tabelle 22 Aktueller Stand der Ziele | 60 |

ANHANG

| Α. | Ausschreibung P6 | XVIII |
|----|--------------------|-------|
| в. | PM-Dossier | XXI |
| C. | Stundenzettel | XXXIX |
| D. | aktueller Zeitplan | LI |
| Е. | Zeichnungen | LII |
| F. | Digitaler Anhang | LVI |

A. AUSSCHREIBUNG P6



Projektarbeiten / Bachelorthesis

Titel des Projektes

Kontinuierliche Reinigung von Helium im Zusammenhang mit dem im Mu3e-Experiment

Auftraggeber

| Firma: | Paul Scherrer Institut, WBWA 131 | |
|------------|----------------------------------|--|
| Name: | Meier Aeschbacher, Dr. | |
| Vorname: | Frank | |
| Funktion: | | |
| Strasse: | | |
| PLZ / Ort: | 5232 Villigen | |
| Telefon: | +41 56 310 3671 | |
| Mobile: | +41 78 632 0790 | |
| E-Mail: | frank.meier@psi.ch | |

Betreuender Dozierende / Assistierende: B. Ribi

Themengebiet (in Stichworten):

Experimentelle Untersuchung

Projekt eignet sich für: 5. Semesterprojekt

Bachelor-Thesis

Schwierigkeitsgrad (leicht/mittel/schwer): mittel/schwer

Kurze Beschreibung des Projekts

Ausgangslage / Problemstellung:

Im sogenannten Mu3e-Experiment wird nach dem Zerfall eines Myons in zwei Positronen und ein Elektron gesucht. Tritt dieser Zerfall auf, bedeutet das eine Verletzung des Standardmodells der Teilchenphysik.

Unter Führung und Koordination des Paul Scherrer-Instituts sucht ein internationales Konsortium aus verschiedenen Hochschulen nach diesem Zerfall. Dazu wird in den nächsten 1.5 bis 2 Jahren am PSI ein Experiment aufgebaut, in dem mittels verschiedener Pixeldetektoren auf die Bahn der Teilchen und damit auf den Zerfall selbst geschlossen werden kann.

Zur Kühlung dieser Detektoren wird gasförmiges Helium bei ungefähr Raumtemperatur und Umgebungsdruck eingesetzt. Die Kühlleistung beträgt rund 3 kW bei einem Gesamtmassenstrom des Heliums von etwa 50 g/s, welche mit neuartigen, sehr schnell rotierenden (bis zu 240 krpm) Turbokompressoren durch die Anlage gefördert werden.

Das zirkulierende Helium wird durch Leckagen und Ausgasungen langsam kontaminiert. Dabei wird Luft den Hauptanteil bilden. Kleinere Anteile an Ausgasungen durch die im Experiment verbauten Elektronikkomponenten sind zu erwarten. Die Anlage soll im Dauerbetrieb funktionieren, weshalb eine (halb-)kontinuierliche Reinigung benötigt wird.

Information zum Projekt Mue3e: https://www.psi.ch/de/mu3e Information zu bereits erfolgen Arbeiten (u.a. seitens FHNW): <u>https://www</u>.psi.ch/de/mu3e/theses

Aufgabe:

In diesem Projekt sollen ein Konzept für eine Anlage ausgearbeitet und mit Labormessungen die vorgeschlagene Vorgehensweise untermauert werden. Mögliche Lösungen sind Kühlfallen bei unter 77 K im Batchbetrieb, Membranseparatoren im kontinuierlichen oder teilkontinuierlichen Betrieb oder andere noch zu findende Lösungen.



Fachhochschule Nordwestschweiz Hochschule für Technik

Ziele/Ergebnisse/Lieferobjekte:

Zusammenstellung und Evaluation möglicher Konzepte Konzept für einen mögliche Prüfstand zur Überprüfung von Funktionswiese und Effektivität des vielversprechendsten Konzepts Aufbau des Prüfstandes, Inbetriebnahme und Durchführung der relevanten Messserien Auswertung und Vorschlag für definitive Lösung.

Besondere Bemerkungen / Geheimhaltung: (Es besteht keine Geheimhaltungspflicht)

Studierender:

Projektstatus, durch den betreuenden Dozenten auszufüllen:

| Der Auftraggeber ist über unsere Rahmenbedingungen informiert: | Ja 🖂 | Nein 🗌 |
|--|------|--------|
| Das Projekt ist in die Übersichts-Projektliste eingetragen: | Ja 🛛 | Nein 🗌 |



RICHTLINIEN FÜR STUDIERENDENPROJEKTE

Rahmenbedingungen

Im Rahmen des Bachelor-Studiums Maschinenbau haben die Studierenden der FHNW im 5. und im 6. Semester jeweils ein Projekt zu bearbeiten, diese Projekte werden meist kurz als "P5"- bzw. "P6"-Projekt bezeichnet. Das Projekt P6 (Bachelor Thesis) ist die Abschlussarbeit des Studiums.

Die Projekte sind mit 6 (für die Projekte P5) bzw. 12 (für die Projekte P6) ECTS-Punkten gewichtet. Es kann davon ausgegangen werden, dass der von den Studierenden erbrachte Aufwand mindestens etwa 180 Arbeitsstunden (für die Projekte P5) bzw. 360 Arbeitsstunden (für die Projekte P6) beträgt.

Ablauf

Im P5 wird der Aufwand während eines Semesters zum einen Teil parallel zum Studium (im Umfang von etwa 1 Tag/Woche während 15 Semesterwochen), zum anderen Teil während einer Woche Intensivphase (KW 49) erbracht. Im P6 wird der Aufwand einerseits während des Semesters zum einen Teil parallel zum Studium, zum anderen Teil während einer Projektwoche (KW 19), zusätzlich während einer Intensivphase von fünf Wochen im Anschluss an das Semester (KW 29 bis 33) erbracht.

Die Projekte P5 und P6 werden sehr oft in Zusammenarbeit mit und für einen industriellen Partner durchgeführt. Thematisch schliesst sich das Projekt P6 meist an das Projekt P5 an, so dass beim Projekt P6 die weitere Einarbeitungszeit entfällt.

Kosten

Die FHNW erhebt eine Bearbeitungsgebühr zur Deckung eines Teils der Aufwendungen. Es wird pro Semester eine vom Projekterfolg unabhängige Pauschale von CHF 1'500.- zuzüglich MWSt erhoben.

Die Studierenden haben kein Anrecht auf Entschädigungen oder Honorare. Spesen, welche während der Arbeiten bei den Studierenden anfallen, sind i.d.R. vom Auftraggeber zu übernehmen und bei der Auftragsklärung mit den Studierenden zu vereinbaren.

Gewährleistung

Weder die FHNW noch das ITFE können irgendwelche Gewähr bieten für das Erreichen der Projektziele. Das Engagement der Studierenden ist jedoch in aller Regel hoch, unsere Betreuung sowie das Gewicht der Projektbewertung vergrössern zusätzlich die Wahrscheinlichkeit eines Erfolgs.

Termine Einreichung: bis 1.2. (Frühlingssemester) bzw. bis 1.9. (Herbstsemester) im Sekretariat ITFE oder an die Dozierenden Projektstart: Februar (KW 8, i.d.R. als Bachelor Thesis) bzw. September (KW 38, Semester-Projekte)

Geheimhaltung

Aufgabenstellungen, bei denen Informationen und Ergebnisse vertraulich behandelt werden müssen, können diskret bearbeitet und verwaltet werden. Hierzu wird eine gegenseitige Geheimhaltungsvereinbarung unterzeichnet.

Kontakt:

| • | Prof. Dr. Norbert Hofmann | Tel. 056 202 73 98 | norbert.hofmann@fhnw.ch |
|---|-------------------------------|--------------------|-------------------------|
| • | Prof. Dr. Beat Ribi | Tel. 056 202 74 34 | beat.ribi@fhnw.ch |
| • | Prof. Dr. Daniel Weiss | Tel. 056 202 74 01 | daniel.weiss@fhnw.ch |
| • | Sekretariat ITFE, Elvira Knam | Tel. 056 202 74 17 | elvira.knam@fhnw.ch |

B. PM-DOSSIER

n w Fachho

P Fachhochschule Nordwestschweiz Hochschule für Technik

Projekt-Management-Dossier

kontinuierliche Reinigung von Helium im Zusammenhang mit dem Mu3e-Experiment



| Auftraggeber | Dr. Frank Meier Aeschbacher Paul-Scherrer-Institut Physiker Technischer Koordinator Mu3e | |
|--------------|---|--|
| Autor | Christoph Senn | |
| | Studiengang Maschinenbau | |
| | 5Me | |
| | Vertiefungsrichtung Energietechnik | |
| | | |
| Betreuung | Prof. Dr. Beat Ribi | |
| Datum | 21.10.2021 | |

Projekt Heliumreinigung

Seite 1 von 18

INHALTSVERZEICHNIS

| Ausgangslage3 |
|-------------------------------------|
| 1. Übergeordnetes Ziel4 |
| 1.1. Teilziele4 |
| 2. Planung6 |
| 3. Arbeitspakete |
| 4. Meilensteine10 |
| 5. Deliverables |
| 5.1. Zwischenbericht |
| 5.2. Messdaten |
| 5.3. CAD-Daten |
| 5.4. Präsentationen12 |
| 5.5. Technischer Bericht (Thesis)12 |
| 5.6. Poster |
| 6. Zeitplan13 |
| 7. Projektrisiken |
| 7.1. Risikoanalyse |
| 8. Ressourcen16 |
| 9. Projektorganisation17 |
| 10. Bestätigung |



AUSGANGSLAGE

Im PSI (Paul-Scherrer-Institut) wird im Experiment Mu3e nach dem Zerfall eines Anti-Myon in zwei Positronen und ein Elektron gesucht. Würde dies auftreten, wäre das Standard-Teilchenmodell nicht ganz korrekt, denn die Leptonenfamilienzahl wird damit verändert. Dies hätte eine Betrachtung anderer bekannter Theorien zur Folge. Tritt dieser Zerfall nicht auf, bestätigt das Experiment die vorherrschende Theorie.

Die Messkammer, in der das Experiment stattfindet, wird mit gasförmigem Helium gekühlt. Das Helium sorgt für eine Kühlung durch Gas, die nur wenig Störungen verursacht. Es werden längere Tests gefahren, die bis zu einem halben Jahr andauern können. Im Kreislauf der Kühlung dringt von aussen Luft ein und verunreinigt während des Betriebs das Helium. Der Kreislauf verträgt nicht mehr als 2 % Luftanteil im Helium. Danach nimmt die Leistungsaufnahme des Kompressors, für den gleichen Volumenstrom, deutlich zu. Dies ist dem Anstieg der Dichte geschuldet. Zudem können die grösseren Moleküle (z.B. Stickstoff und Sauerstoff) die zu detektierenden Elementarteilchen von ihren helixförmigen Bahnen ablenken, wodurch es zu Messfehlern kommt. Dazu kommen verschiedene Ausgasungen der elektronischen Komponenten.

In dieser Bachelor-Arbeit soll das Filterkonzept für die kontinuierliche Reinigung des Kühlgases im Betrieb bestimmt werden. Hauptsächlich wird Luft als Quelle der Verunreinigungen betrachtet. Dazu wird ein Filterkonzept benötigt, welches den kontinuierlichen- oder Batch-Betrieb ermöglicht. Die Erreichung einer Reinheit des Heliums von 99.5 % Volumenanteil ist eine weitere Forderung. Das Filtersystem soll ohne Unterbruch ein halbes Jahr die Reinheit des Gases aufrechterhalten können, oder einen Batchbetrieb über einen Bypass zulassen. Weiter darf die Filteranlage den Durchsatz von 50 g/s (280 l/s) des Mu3e-Experiments nicht einschränken.



1. ÜBERGEORDNETES ZIEL

In dieser Arbeit geht es um die Art der Reinigung. Dazu wird ein vorhandener Kreislauf in einen Prüfstand umgebaut. Für den Prüfstand wird ein geringerer Durchsatz verwendet. Den Volumenstrom zur Kühlung der Detektoren des Mu3e-Experiments, wird im Teilziel der Konzeptfindung berücksichtigt.

Mit dem Prüfstand werden die Konzepte der Reinigung ausgemessen, getestet und bezüglich der Nutzung für die Heliumkühlung des Mu3e-Experiments beurteilt. Folgenden Teilziele werden anvisiert, wobei der Fokus vor allem auf die Reinheit, den Durchsatz, den Regenerationsaufwand und die mögliche Betriebsdauer gelegt wird.

- Versuchsaufbau des Messkreislaufs (2 g/s) mit einstellbarer Verunreinigung durch Aussenluft
- Versuchsaufbau misst Reinheit (soll 99.5 % Volumenanteil He), Druckdifferenz und Durchsatz
- Empfehlung für das Reinigungskonzept im Heliumkreislauf des Mu3e-Experiments (technischer Bericht)

1.1. Teilziele

a) Planung

Die Planung umfasst:

- Terminplanung
- Risikoanalyse
- PM-Dossier erstellen mit allen zu erreichenden Lieferelementen und messbaren Grössen

b) Konzeptfindung

Durch eine Literaturrecherche wird der Markt sondiert, die vorhandenen Konzepte in der Industrie und verschiedene Filtermaterialien kritisch betrachtet. Danach soll ein Filterkonzept ausgewählt werden.

Die Gesichtspunkte, wonach dies erfolgt, sind:

- Durchsatz
- Reinheit (99.5 % Volumenanteil)
- minimale Betriebsdauer (soll 100 h)
- maximale Betriebsdauer
- Druckdifferenz
- Aufwand zur Regeneration

h *w* Fachhochschule Nordwestschweiz Hochschule für Technik

c) Prüfstand

Ein Aufbau zur Beurteilung verschiedener Reinigungskonzepte ist vorhanden und betriebsbereit. Dazu gehören ein geplantes Hochfahren und Bereitstellen des verunreinigten Heliums. Hinzu kommen das Auswertungsprogramm mit Maple und das Bewerten allgemeiner Unsicherheiten der Sensorik.

d) Messung

Es sollen mehrere Messungen vorgenommen werden. Dazu gehören Tests verschiedener Versionen oder Filtermaterialien.

Gemessen werden die Punkte:

- Durchsatz (bis zu 2 g/s möglich in Prüfstand)
- Reinheit 99.5 % Volumenanteil He (O₂.Anteil im Gas/ Messung Luft-Anteil über Schallgeschwindigkeit)
- Druckdifferenz

Weiter werden folgende Punkte beurteilt:

- Aufwand zur Regeneration
- minimale Betriebsdauer (soll 100 h)
- maximale Betriebsdauer

e) Auswertung

Ein technischer Bericht wird verfasst. Darin werden das Vorgehen der Messungen, so wie alle notwendigen Informationen zu den Messungen und deren Resultate beschrieben. Schlussendlich werden die Ergebnisse vorgestellt und für das weitere Vorgehen beurteilt. Aufgrund der gewonnenen Erkenntnisse wird eine Empfehlung abgegeben.

H W Fachhochschule Nordwestschweiz Hochschule für Technik

2. PLANUNG

Die Planung teilt das Projekt in einen formalen und einen technischen Weg. Beide werden parallel abgearbeitet. Der formale Weg dient dem Festhalten der Erkenntnisse und Daten im Verlauf des P6. Im technischen Pfad wird der Weg zur Messung beschrieben. In der Meilensteine sind im Zeitplan in Kapitel 5.1 ersichtlich. Die Zeiten werden mittels Stundenzettel festgehalten und später dem Bericht beigefügt, um einen Vergleich zur Planung ziehen zu können. Abbildung 1 sind beide Wege farblich markiert mit allen Meilensteinen versehen. Die Zeitplanung und die Daten der verschiedenen



Projekt Heliumreinigung



3. ARBEITSPAKETE

Zur besseren Planung und Übersicht der einzelnen Schritte ist die Aufgabe in mehrere Arbeitspakete (AP) aufgeteilt. Die AP's werden nachfolgend aufgeführt. Gefolgt von den Inputs und Outputs des jeweiligen Arbeitsschrittes. Dazu werden wichtige Termine des Arbeitsschrittes aufgeführt.

| AP 1 | Informationen zusammengetragen und das gesamte Projekt durchplanen | | |
|-------------|--|------------|--|
| Zeitaufwand | 18.5 h | | |
| Input | Kick-off Meeting Zielsetzung Zeitplanung für den Ablauf des Projekts Risikoanalyse kritische Pfade bestimmen | | |
| Output | PM-Dossier mit allen zu erreichenden und messbaren Zielen | | |
| Termine | PM-Dossier Entwurf | 15.10.20 | |
| | PM-Dossier bereinigte Version | 21.10.20 | |
| AP 2 | Literaturrecherche | | |
| Zeitaufwand | 23 h | | |
| Input | InternetrecherchenDurchlesen von Artikeln und Buchabschnitten | | |
| Output | Bericht zu verschiedenen möglichen Konzepten inklusiv der Risiken und den möglichen Systemen PPP für Vorstellung der Konzepte | | |
| Termine | Konzeptpräsentation | 04.11.2021 | |

Fachhochschule Nordwestschweiz Hochschule für Technik

| AP 3 | Konzept bestimmen | | |
|-------------|--|------------|--|
| Zeitaufwand | 2 h | | |
| Input | LiteraturrecherchePPP für Vorstellung der Konzepte | | |
| Output | Konzeptentscheid für Prüfstand | | |
| Termine | Konzeptentscheid Sitzung | 11.11.2021 | |
| AP 4 | Prüfstand planen und aufbauen | | |
| Zeitaufwand | 74 h | | |
| Input | Kreislaufplan mit Verunreinigung Filterkonzept ausarbeiten (Zeichnungen/Bestellungen) Zusammenbau und Einbau des Filters in den Kreislauf Anbringen und Anschliessen der Sensoren Anbinden der Software Prüfung auf Leckage | | |
| Output | Funktionierender Kreislauf bereit zur Messung | | |
| Termine | Abschluss | 03.12.2021 | |
| AP 5 | Messung und Validierung | | |
| Zeitaufwand | 80 h | | |
| Input | Messungen der Reinheit, Druckdifferenz, Durchsatz und Einsatzdauer bis zur Regeneration bei verschiedenen Konzepten Maple Auswertung | | |
| Output | ausgewertete Daten der Messungen (Maple) bereit zur Dokumentation | | |
| Termine | Abschluss | 18.02.2022 | |



Fachhochschule Nordwestschweiz Hochschule für Technik

| AP 6 | Zwischenbericht, Zwischenpräsentation | |
|-------------|---|------------|
| Zeitaufwand | 22.5 h | |
| Input | AP 2 AP 3 AP 4 AP 5 | |
| Output | Zwischenbericht mit PPP | |
| Termine | Zwischenpräsentation 20.01.2022 | |
| AP 7 | technischer Bericht, PPP und Poster | |
| Zeitaufwand | 110 h | |
| Input | AP 2 AP 3 AP 4 AP 5 AP 6 | |
| Output | technischer Bericht mit allen wichtigen Erkenntnissen Poster f ür Ausstellung PPP f ür Abschlusspr äsentation | |
| Termine | Abgabe zur Korrektur | 11.03.2022 |
| AP 8 | Korrektur der verschiedenen Dokumente | |
| Zeitaufwand | 30 h | |
| Input | • AP 7 | |
| Output | grammatikalisch und technisch korrekter Bericht, Poster und PPP | |
| Termine | Abgabe | 25.03.2022 |

Tabelle 1 Arbeitspakete



4. MEILENSTEINE

| M 1 | Bestätigung PM-Dossier | |
|-----------|--|---|
| Kriterium | Vollständiges PM-Dossier mit ter Unterschrift des PM-Dossier | chnischen Daten und Terminen |
| Termin | Bestätigung des PM-Dossiers | 21.10.20 |
| M 2 | Freigabe Konzept | |
| Kriterium | Literaturrecherche erstellt Präsentation der Ergebnisse Festlegung des Konzepts mit Ku | Inden |
| Termin | Präsentation und Auswahl des Konzepts mit Kunden | 11.11.2021 |
| М 3 | Prüfstand bereit für Messung | |
| Kriterium | Prüfstand aufgebaut Sensorik funktioniert und ist an L Dichtheit geprüft | .aptop anschliessbar |
| Termin | Endtermin | 03.12.2021 |
| M 4 | Messung und Auswertung abgeschloss | en |
| Kriterium | alle Materialien und Konzepte ge Auswertung mit Matlab komplett Daten übersichtlich in Matlab ge Vorgehen dokumentiert (Fotos, A Messvorgang) | etestet plottet Annahmen, Massnahmen, |
| Termin | Endtermin | 25.02.2022 |



| М 5 | Abgabe P6 | |
|-----------|--|--|
| Kriterium | Die Ergebnisse und das Vorgehe Der Ansatz und die Vorgehensw Alle Programme sind auf Switch CAD-Daten sind auf Switch Drive PPP, Poster und technischer Be | en sind klar dokumentiert. eise sind kritisch hinterfrag.t Drive abgelegt und vollständig. e geordnet und vollständig. richt sind erstellt und korrekturgelesen. |
| Termine | Abgabe technischer Bericht, PPP und Poster | 25.03.2022 |

Tabelle 2 Meilensteine

5. DELIVERABLES

Im P6 werden verschiedene Dokumente und Dateien erstellt. Im Weiteren werden diese aufgelistet und Zweck wie auch Struktur definiert.

5.1. Zwischenbericht

Datum: 20.01.2022

Im Zwischenbericht werden der Stand des Projekts und die aktuellen Messungen in Form eines technischen Berichtes nach den Richtlinien der FHNW abgegeben. Dieser Bericht soll in der Form des Abschlussberichts dargestellt sein. Er wird nicht benotet und dient ausschliesslich zur Rückmeldung. Aus der Erweiterung und Korrektur des Berichts entsteht der technische Bericht (Thesis).

5.2. Messdaten

Die Messdaten werden strukturiert, nach Datum, im Switch-Drive-Ordner abgelegt, inklusive dem Maple-Programm zur Auswertung. Sie sollen leicht abrufbar und zugänglich sein.

5.3. CAD-Daten

Die CAD-Daten werden auch im Ordner abgelegt und strukturiert aufgelistet. Sie sind fertig und können bei Gebrauch direkt hergestellt werden. Jeder Part besitzt daher eine Zeichnung, solange es kein Normteil ist.



5.4. Präsentationen

Es werden drei Präsentationen gehalten, eine für die Literaturrecherche, eine zum Zwischenbericht und die Abschlusspräsentation. Diese werden ebenfalls im Switch-Drive abgelegt.

- Konzeptpräsentation Literaturrecherche 04.11.2021
- Zwischenberichtpräsentation 20.01.2022
- Abschlusspräsentation KW 16 KW 17

5.5. Technischer Bericht (Thesis)

Datum: 25.03.2022

Der technische Bericht am Ende des Projekts wird nach den Richtlinien der FHNW erstellt. Darin sind sämtliche Erkenntnisse und Auswertungen festgehalten, erklärt und diskutiert. Es wird kritisch hinterfragt, welches Konzept für den Einsatz im Mu3e-Experiment am besten geeignet ist. Die Auswertung folgt nach den vier Kriterien Reinheit, Durchsatz, maximale kontinuierliche Betriebsdauer und Regenerationsaufwand.

5.6. Poster

Datum: 25.03.2022

Für die Thesis wird ebenfalls ein Poster für eine Ausstellung abgegeben. Dieses beschreibt grob das Vorgehen und die wichtigsten Ergebnisse. Es soll einer nicht Informierte Person einen Einblick in das Geschehen geben.

6. ZEITPLAN

| | Projektplan Heliumreinigung Mu3e | AP Nr. | geplant | effektiv | KW 38 A | WX 39 K/W | V 40 KW 4 | 11 KW 42 | KW 43 | CW 44 KV | N 45 KW | 46 KW 47 | KW 48 | KW 49 KV | N 50 KW | 51 KW | 52 KW 01 | 1 KW 02 | KW 03 K | CW 04 KV | W 05 KW | 1 06 KW | 07 KW 0 | 8 KW 09 | KW 10 | KW 11 KV | V 12 KW 1 | 3 KW 14 KV | V 15 KW 10 | 6 KW 17 |
|---|--|--------|---------------|---------------|---------|-----------|-----------|----------|-------|----------|---------|----------|-------|----------|---------|-------|----------|---------|---------|----------|---------|---------|---------|---------|-------|----------|-----------|------------|------------|---------|
| | Informationssammlung und Plannung | | | | | | | | | + | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | Projektbewerbung, Informieren, Einarbeiten | 1 | KW 38 - KW 39 | KW 38 - KW 39 | | | | | | + | | | | | | | | | | | | | | | | | | | _ | |
| | Projektplanung erstellen, Datenablage errichten | 1 | KW 40 | KW 40 | | | | | | + | + | 4 | | | | - | | | | + | + | - | - | | | + | | | _ | |
| | PM Dossier (Entwurf Abgabe 15.10.2021) | 1 | KW 40 - KW 41 | KW 40 - KW 41 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | _ | |
| | 1. Meilenstein 21.10.2021 (Abgabe und Bestätigung PM Dossier) | | KW42 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | _ | | | | | | | _ | |
| | Konzeptfindung | | | | | | | | | + | | | | | | | | | | | | | | | | | | Vo | _ | |
| | Literraturrecherche (Konzeptsuche) | 2 | KW 41 - KW 43 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | - | | | | | | orb | _ | |
| | Konzepte vorstellen (Donnerstag, den 04.11.2021) | m | KW 44 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | ere | _ | |
| | 2. Meilenstein 11.11.2021 (Freigabe Konzept) | | KW 45 | | | | | | | | 2 | | | | | | | | | | | - | _ | | | | | itu | | v |
| | Prüfstand planen und aufbauen | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | 11 | ngi | | er |
| Ρ | Zeichnen/ indentifizierung der benötigten Komponente und Materiallieferungen | 4 | KW 44 - KW 47 | | | + | | | | | | | | | | | | | | | + | - | _ | | | | | für | | te |
| 6 | Kreislauf aufbauen/verändern | 4 | KW 45 - KW 47 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | _ | | | | | | Sch | | id |
| | Sensorik einbauen, verbinden und kalibrieren | 4 | KW 46 - KW 47 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | + | - | | | | | lus | | igi |
| | Dichtheit überprüfen und gegebenenfalls nachbessern | 4 | KW 47 - KW 48 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | spr | | un |
| | 3. Meilenstein 03.12.2021 (Prüfstand bereit für Messung) | | KW 48 | | | | | | | | | | | | | | | | | | + | | | | | | | äse | 8 | g |
| | Messung und Auswertung | | | | | | | | | | | | | | | | _ | | | | | _ | | | | | | nta | _ | |
| | Messungen und Validierung | S | KW 48 - KW 07 | | | + | + | | | | + | | | | | | | | | | | | | | | + | | atic | _ | |
| | Zwischenbericht, Zwischenpräsentation (Donnerstag, den 20.01.2022) | 9 | KW 52 - KW 03 | | | | | | | | | | | + | | | | | | | | _ | | | | | | 'n | _ | |
| | 4. Meilenstein 25.02.2022 (Messung und Auswertung abgeschlossen) | | KW 07 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | + | 5 | | | | | | _ | |
| | Thesis | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | technischer Bericht, Poster und PPP | 7 | KW 05 - KW 10 | | | + | | | | | + | | | | | | | | | | | | | | | | | | _ | |
| | Korrekturlesen | 80 | KW 10 - KW 11 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | - | | _ | | | | | _ | |
| | 5. Meilenstein 25.03.2022 (Abgabe Thesis, Poster, PPP) | | KW 12 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | _ | | | | | | | | 241 - 1 |
| | | Arbe | itsstunden | Soll (h) | 1 | 35 | 13 5 | 10 | 10 | | 8 10 | 40 | 40 | 20 | 10 | 5 | ∞ | | 00 | m | 30 | 80 20 | 20 | 10 | 20 | 20 | 0 | Summe | | 360 |
| | Weihnarhtsforien | | | No. I want | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | Projektworthe | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |

Tabelle 3 Zeitplan Stand: 21.10.2021



7. PROJEKTRISIKEN

Die Projektrisiken wurden in einer Tabelle nach Arbeitspaketen aufgelistet. Mit Hilfe einer Risikomatrix, ersichtlich in Abbildung 2, sind die Risiken farblich eingestuft. Die zwei Kriterien für die Matrix sind die Wahrscheinlichkeit des Eintreffens und das mögliche Schadensausmass. Sind beide Kriterien hoch, wird ein Risiko, z.B. rot, in der letzten Spalte markiert. Anhand dieser Matrix wurde eine Risikoanalyse durchgeführt, siehe Kapitel 7.1. Es befinden sich vier Risiken im oberen rechten Eck der Risikomatrix. Eines der grössten Risiken für das Projekt sind, aufgrund der weltweiten Pandemie, die Materiallieferzeiten. Sobald etwas im Lager nicht vorhanden ist, muss mit längeren Lieferfristen gerechnet werden. Weiter muss mittels regelmässiger Diskussionen mit Auftraggeber und Betreuer das Konzept besprochen werden, um zu verhindern, dass einzelne Teilziele nicht erfüllt werden oder ggfs durch den Betreiber nicht realisiert werden können. Mit dem gleichen Vorgehen ist auch das Risiko der Messunsicherheit zu behandelt.

Gewisse Risiken tauchen in mehreren AP's auf und sind deshalb für jeden erwähnten AP zu überdenken. Darunter fällt zum Beispiel, dass die Empfehlungen falsch sind oder mit dem Konzept die gewünschten Ziele nicht erreicht werden können.



Risikomatrix

Abbildung 2 Risikomatrix für Risikoanalyse



Fachhochschule Nordwestschweiz Hochschule für Technik

7.1. Risikoanalyse

| Ri | sikoanalyse N | /lu3e Heliumreinigi | ung | | | |
|----|--|--|-------------|----------|---|--------|
| | | | einlichkeit | sausmass | | |
| AP | Risikobeschrieb | Effekt | Wahrsche | Schadens | Prävention | Risiko |
| 1 | Schlechte Plannung | Die Ziele des Auftraggebers werden nicht erfüllt | mittel | hoch | klare absprachen bezüglich der zu erreichenden Ziele und Deliverables | |
| 1 | zu wenig oder keine Informationen | Die Ziele des Auftraggeber werden nur ungenügend erfüllt | gering | hoch | Teilnahme an den Wöchentlichen Meetings, selbständige Kommunikation bei Fragen | |
| 2 | Konzept reicht zur erreichung der Ziele nicht | Das Konzept bringt nicht die gewünschten Effekte | gering | hoch | Konzept auf die Ziele ausrichten und Unsicherheiten diskutieren | |
| 3 | Empfehlung ist unzureichen für die Erfüllung der Ziele | Rückschritt zur Literaturrecherche | mittel | mittel | Diskussion der verschiedenen Konzepte an den wöchentlichen Meetings vor Präsentation | |
| 4 | Zeichnungen sind nicht herstellbar | Lieferung verzögert sich durch Rückfragen aus der Produktion | gering | hoch | Zeichnungen mit Produzent und Wissenschaftlichem Assistent beschprechen | |
| 4 | Lieferprobleme | Aufbau/ Veränderung dauert zu lang | hoch | hoch | frühzeitige Bestellung der benötigten Teile | |
| 4 | Kreislauf Leckt zu stark | zu lange Nachbesserung | mittel | gering | über Verschlusssysteme und Anschlüsse informieren | |
| 5 | Messung weisst zu grosse Messabweichung auf | Messungen sind nicht aussagekräftig | mittel | hoch | Berechnung der Messunsicherheit in AP 4 | |
| 5 | Validierung ist nicht korrekt | Beurteilung stütz sich auf falsche Daten | gering | hoch | Durchsprechen mit Wissenschaftlichem Assistent | |
| 7 | ungenaue Angaben | Verunsicherung bei Vorträge | mittel | gering | Angaben klar ausschreiben und definieren | |
| 7 | falsche Berechnungen | Resultate unbrauchbar, Schlussfolgerungen falsch | gering | hoch | Berechnungen zwei mal Durchführen um Ergebniss zu bestätigen | |
| 7 | Empfehlungen entspricht nicht den besten Konzept | die Konzepte müssen erneut beurteilt werden | gering | mittel | Empfehlungen in Rücksprache mit Wissenschaftlichem Assistent durchdenken | |
| 7 | ungenügender Bericht | wiedersprüchlich oder falsche Aussagen | gering | hoch | Soll, Ist vergleich einmal pro Woche, ausführliche Arbeitsdokumentation | |

Tabelle 4 Risikoanalyse



8. RESSOURCEN

Infrastruktur Prüfstand

Im PSI wird ein Heliumkreislauf mit einem Massenstrom von 2 g/s zur Verfügung gestellt. Er ist mit mehreren Sensoren bestückt unter anderem für die Messung des Durchflusses. Zusätzlich steht im PSI weiteres Material zur Verfügung wie Leitungen und Verschlüsse etc. Eine Bestandesaufnahme und Übersicht wird in der Planungsphase des Prüfstands vorgenommen.

Software

Es stehen folgende Programme zur Verfügung.

- Matlab
- Inventor-Desk
- CFX, CFD
- NX
- Maple

Zeichnungen und CAD-Parts sollen, wenn möglich, mit Inventor-Desk erstellt werden.

Material

Die benötigten Materialien können in Rücksprache mit dem Auftraggeber und den Betreuern beantragt und bestellt werden.

Zeitaufwand

Für das Projekt 6 werden 360 Stunden (12 ECTS-Punkte) veranschlagt. Diese Stunden teilen sich auf die folgenden Arbeitspakete auf.

- AP 1 Informationen zusammengetragen/ Projekt durchplanen 18.5 h (5 %)
- AP 2 Literaturrecherche 23 h (6.4 %)
- AP 3 Konzept bestimmen 2 h (0.6 %)
- AP 4 Prüfstand planen und aufbauen 74 h (20.6 %)
- AP 5 Messung und Validierung 80 h (22.2 %)
- AP 6 Zwischenbericht, Zwischenpräsentation 22.5 h (6.3 %)
- AP 7 technischer Bericht, PPP und Poster 110 h (30.6 %)
- AP 8 Korrektur der verschiedenen Dokumente 30 h (8.3 %)

Literatur

- Technical Design of the Phase I Mu3e Experiment published on the arXiv officielles PDF des PSI
- P5 und P6 Bericht Helium Kühlkreislauf von Kevin Malacrida
- P5 und P6 Bericht Mengenmessung von Niculin Flucher
- Internet



9. PROJEKTORGANISATION

Betreuende der FHNW

Prof. Dr. Beat Ribi Institut für Thermo- und Fluid-Engineering

Marin Deflorin

Wissenschaftlicher Assistent

Niculin Flucher

Wissenschaftlicher Assistent

Auftraggeber

Dr. Frank Meier Aeschbacher Paul-Scherrer-Institut Physiker Technischer Koordinator Mu3e



10. BESTÄTIGUNG

Mit den Unterschriften wird das PM-Dossier bestätigt und zur Ausführung freigegeben.

Windisch, den Donnerstag, 21. Oktober 2021

Christoph Senn

Prof. Dr. Beat Ribi



.....



C. STUNDENZETTEL

Christoph Senn

| Datum | Zeit [h] | Ort | Tätigkeit | Ergebnisse |
|------------|----------|------|---|---------------|
| KW 38 | 1 | | Einarbeiten und Planung | |
| 23,09,2021 | 1 | home | Organisation (Projektleitfaden lesen) Bewerbung für Projekt | |
| KW 39 | 3.5 | | | |
| | | | Kick-Off Meeting | |
| 30,09,2021 | 3.5 | FHNW | Einlesen in das Thema Reinigung von Gasen | |
| KW 40 | 11 | | | |
| | | | Zeitplan erstellen | |
| 05,10,2021 | 3 | home | PM-Dossier Entwurf | Zeitplan |
| | | | Datenablage einrichten | |
| 07,10,2021 | 5 | home | Risikoanalyse erstellen | Risikoanalyse |
| KW 41 | 6 | | Konzeptfindung | |
| 12,10,2021 | 3 | home | Überarbeitung des PM-Dossier Entwurfs | PM-Dossier |



| | | | Recherche zu Methoden der Gasreinigung | |
|------------|----|------|---|-----------------------|
| 15,10,2021 | 3 | home | Korrekturlesen PM-Dossier | PM-Dossier |
| KW 42 | 11 | | | |
| | | | Randebdingungen festlegen | |
| | | | Beurteilungskriterien definieren | |
| 21,10,2021 | 4 | home | Abgabe PM-Dossier | Beurteilungskriterien |
| | | | Recherche zu Methoden der Gasreinigung | |
| 22,10,2021 | 7 | home | Abgabe PM-Dossier | |
| KW 43 | 13 | | | |
| 26,10,2021 | 4 | home | Recherche zu Methoden der Gasreinigung (Membrane) | |
| 28,10,2021 | 4 | home | Recherche zu Methoden der Gasreinigung (Temperaturen) | |
| 29,10,2021 | 3 | home | Recherche zu Methoden der Gasreinigung (Molsiebe) | |
| 31,10,2021 | 2 | home | Entwurf der Literaturrecherche | |
| KW 44 | 7 | | | |



| 02,11,2021 | 4 | home | Korrekturlesen Literaturrecherche | |
|------------|----|---------------|--|---|
| 04,11,2021 | 3 | home | Vorbereitung zur Präsentation der Konzepte | Power-Point für Konzeptvorstellung |
| KW 45 | 9 | | Prüfstand Planen und aufbauen | |
| 10,11,2021 | 1 | home | letzter Schliff an Literaturrecherche und Präsentation | |
| 11,11,2021 | 5 | FHNW/hom e | Präsentation der Konzepte | |
| 12,11,2021 | 3 | home | erste Parts erstellen im Inventor | |
| KW 46 | 15 | | | |
| 15,11,2021 | 2 | home | weitere Recherchen zu Materialien einer Membrane | Grundfläche und Höhe KPV; Programm Volumenberechnung |
| | | | nachführen der Organisatorischen Einträge | |
| 17,11,2021 | 3 | home | Kommunikation mit Frank | |
| | | | Modellgleichung erste Version | |
| 18,11,2021 | 5 | e | Matlab-Berechnungen programmieren | Konzeptentscheid |
| 19,11,2021 | 5 | home | Modellgleichung erste Version | |



| | | | Matla- Berechnungen pogrammieren | |
|------------|----|------|--|---------------------|
| KW 47 | 35 | | | |
| 23,11,2021 | 5 | home | Bestandsaufnahme für Prüfstand an der FHNW | |
| | | | Modellgleichung erste Version | |
| 24,11,2021 | 7 | home | Matlab Berechnungen Programmieren | |
| | | | Bestandsaufnahme der Materialien | |
| | | | erstes Auslegen mit Swaglock-Komponenten | |
| 25,11,2021 | 6 | e | Arbeitsortorganisation, Bestellungen zusammen tragen | |
| | | | Modellgleichung erste Version | |
| 26,11,2021 | 7 | home | Matlab Berechnungen Programmieren | |
| 27,11,2021 | 5 | home | Suche nach Sensoren und Zusammentragen der Unsicherheiten | |
| 28,11,2021 | 5 | home | Überarbeitung Matlab-Programm und erste Plots | Matlab-Berechnungen |
| KW 48 | 30 | | | |
| 29,11,2021 | 8 | home | Modellgleichung Überarbeiten und Konzept für möglichst | |



| | | | grosse Fläche und kleiner Druckabfall über der Membran | |
|------------|----|---------------|--|--|
| 30,11,2021 | 8 | home | erste Unsicherheitsanalyse und Modifizierung | |
| 01,11,2021 | 8 | home | erste Unsicherheitsanalyse und Modifizierung | |
| 02,11,2021 | 10 | FHNW/hom e | Suche nach anderen Möglichkeiten den A2-O2-Sensor nicht zu ersetzen | |
| 03,11,2021 | 10 | home | Detaillierte Unsicherheitsanalyse | |
| KW 49 | 35 | | | |
| 06,12,2021 | 7 | home | fertigstellen der Parts und Zeichnungen der Membrankammer | |
| | | | fertigstellen der Parts und Zeichnungen der Membrankammer | |
| 08,12,2021 | 5 | home | Detaillierte Unsicherheitsanalyse | |
| | | | Abänderung der Parts für System mit zweitem BGA | |
| 09,12,2021 | 8 | e | Auflistung der benötigten Teile | |
| 10,12,2021 | 5 | home | Kreislauf zusammenhalten und erste Erfahrungen mit BGA | |
| 11,12,2021 | 7 | home | Studieren der Datenblätter (BGA und Drucksensoren) | |



| 12,12,2021 | 3 | home | Überarbeitung der Unsicherheitsanalyse und erste transiente Rechnung | | | | |
|------------|-----|---------------|---|---|-------|-------|---------|
| KW 50 | 12 | | Zwischenbericht und Präsentation erstellen | | | | |
| 14,12,2021 | 6 | home | Matlab transiente Berechnungen | | | | |
| 16,12,2021 | 4,5 | FHNW/hom e | LabVIEW Einführung und erste Versuche | | | | |
| | | | LabVIEW-Programm aufbauen mit einem BGA | | | | |
| 17,12,2021 | 4,5 | home | erster Entwurf für Zwischenbericht | | | | |
| KW 51 | 5 | | | | | | |
| 21,12,2021 | 5 | home | LabVIEW nachbessern und programmieren des Drucks für den BGA | LabVIEW-Programm die richtigen Daten | läuft | und | erfasst |
| KW 52 | 8 | | | | | | |
| 29,12,2021 | 3 | home | schreiben des Zwischenberichts | | | | |
| 02,01,2022 | 5 | home | Matlab, transiente Rechnung Programmieren mit Plots und Messunsicherheit | Matlab-Programm Messunsicherheit | mit | Plots | und |
| KW 01 | 10 | | | | | | |



| 05,01,2022 | 1.5 | home | Zwischenbericht erstellen | |
|------------|-----|------|--|--|
| 06,01,2022 | 1 | home | Zwischenbericht erstellen | |
| | | | Überprüfen der Bestellungen und Zusammenstellung mit zweitem BGA | |
| 07,01,2022 | 4 | FHNW | Test des LabVIEW-Programms mit allen Sensoren | LabVIEW läuft wie geplant |
| 09,01,2022 | 2.5 | home | Zwischenbericht erstellen Präsentation bearbeiten mit Handout | Zwischenbericht, Zwischenpräsentation |
| KW 02 | 5 | | | |
| 10.01.2022 | 0.5 | FHNW | Zwischenpräsentation | Erste Präsentation vor Experten und Abgabe des Zwischenberichts |
| 11.01.2022 | 4.5 | home | Nachbessern der Matlab-Programme | |
| KW 03 | 10 | | | |
| 17.01.2022 | 3 | home | Matlab-Programm für das Auslesen Programmieren | Programm läuft, bedarf aber noch etwas Arbeit, um es effizienter zu machen. |
| | | | Teile erhalten und Funktion überprüfen. | |
| | | | Benötigte Teile für Gerüst zuschneiden. | |
| 21.01.2022 | 7 | home | Zusammenbau Prüfstand | Rahmen steht bereit. |



| KW 04 | 8.5 | | | |
|------------|-----|------|---|--|
| 24.01.2022 | 3.5 | FHNW | Zusammenbau Prüfstand | Die einzelnen Teile sind verschraubt und in einem Rahmen fixiert. |
| 25.01.2022 | 5 | FHNW | Optimierung und fertigstellen des Prüfstandes. | Prüfstand ist bereit für die Lecksuche und nach Leck-Suchspray dicht. |
| KW 05 | 12 | | | |
| | | | Lecksuche | |
| 04.02.2022 | 5 | PSI | Transport ins PSI | |
| | | | Lecksuche | |
| 04.02.2022 | 5 | PSI | Variation der Möglichen Dichtungsmassnahmen ohne Dichtmasse. | |
| KW 06 | 8 | | | |
| | | | Lecksuche | |
| 07.02.2022 | 2 | PSI | Variation der Möglichen Dichtungsmassnahmen ohne Dichtmasse. | |



| 08.02.2022 | 3 | PSI | Lecksuche Rücktransport in die Schule | Das Leck ist nicht beseitigt. Weitere Mittel, z.B. Dichtmittel, werden in der Schule getestet. |
|------------|-----|------|---|--|
| 10.02.2022 | 0.5 | FHNW | Abdichten mit Dichtmittel Loctite 518 | Das Leck ist nicht mehr sichtbar. Die Masse muss noch aushärten. |
| 11.02.2022 | 2.5 | FHNW | Anfang des Abschlussberichts | |
| KW 07 | 18 | | | |
| | | | Zwischenbericht Rückmeldung | |
| 14.02.2022 | 7 | home | Bericht nachbessern | Erste Korrektur des Berichts |
| 15.02.202 | 6 | home | Starten der ersten Messung mit Umgebungsluft. | Messung beginnt |
| 19.02.2022 | 5 | home | Struktur des Berichts überarbeiten. | Endgültige Struktur des Berichts steht. |
| KW 08 | 20 | | | |
| 21.02.2022 | 8 | home | Auswertungsprogramm schreiben und Modellieren | |
| 22.02.2022 | 5 | home | Auswertungsprogramm schreiben und Modellieren | |
| 25.02.2022 | 4 | home | Auswertungsprogramm schreiben und Modellieren | |



| 26.02.2022 | 3 | home | Bericht bearbeiten und mit den Daten hinterlegen. | |
|------------|----|------|---|--|
| KW 09 | 23 | | | |
| | | | Membran austauschen | |
| 28.02.2022 | 7 | FHNW | Gase mischen und neue Messung starten. | Die neue Messung lauft und wird aufgezeichnet. |
| 01.03.2022 | 7 | home | Bericht bearbeiten und mit den Daten hinterlegen. | |
| 03.03.2022 | 3 | home | Bericht bearbeiten und mit den Daten hinterlegen. | |
| 05.03.2022 | 6 | home | Auswertungsprogramm nachbessern | |
| KW 10 | 22 | | | |
| 07.03.2022 | 6 | home | Auswertungsprogramm nachbessern | |
| 08.03.2022 | 3 | home | Bericht bearbeiten und mit den Daten hinterlegen. | |
| 09.03.2022 | 4 | home | Bericht bearbeiten und mit den Daten hinterlegen. | |
| 11.03.2022 | 6 | home | Auswertung abschliessen. | Die Daten sind für den Bericht bereit. |
| 13.03.2022 | 3 | home | Auswertung der zweiten Messung für Vorstellung des Prüfstands. | Messungen sind geplottet. |


| KW 11 | 25 | | | |
|------------|----|------|---|---|
| 14.03.2022 | 3 | home | Bericht verfassen | |
| 15.03.2022 | 6 | home | Bericht verfassen | |
| 16.03.2022 | 2 | home | Bericht verfassen | |
| 17.03.2022 | 4 | FHNW | Vorbereitung zur Vorstellung des Prüfstands. Meeting mit Frank und Herr Ribi zur Klärung letzter Fragen. | Die beteiligten verstehen den Ablauf und den Zusammenbau des Prüfstands. |
| 18.03.2022 | 6 | home | Auswertung abschliessen. | Die Daten sind fertig ausgewertet. |
| 19.03.2022 | 4 | home | Poster und Bericht schreiben. | Bericht zur Korrektur abgeben. |
| KW 12 | 10 | | | |
| 21.03.2022 | 1 | home | Poster fertig Gestalten | Poster bereit für Probedruck |
| 22.03.2022 | 4 | home | Korrekturen übernehmen | Korrekturen sind übertragen |
| 23.03.2022 | 5 | home | Letztes überarbeiten des Berichts | Abgabe des Projekts. |



D. AKTUELLER ZEITPLAN

| Ŀ | Projektplan Heliumreinigung Mu3e | AP Nr. | geplant | effektiv | KW 38 | 3 KW 39 KW 40 K | W 41 KW | 42 KW 43 | 3 KW 44 H | KW 45 I | KW 46 KW 4 | 7 KW 48 | KW 49 KV | V 50 KW 5 | 1 KW 52 | KW 01 | W 02 K | N 03 KV | N 04 KW | / 05 KW 06 | KW 07 | KW 08 | KW 09 | KW 10 K | W 11 K | W 12 K | V 13 KW 14 KW | 15 KW 16 KW 17 |
|----------------------|---|--------|--------------|---------------------|----------|-----------------|---------|--------------|-----------|---------|----------------|---------|--------------|-----------|---------|-------|--------|---------|--------------|-------------|-------|-------|-------|---------|--------|--------|----------------|--|
| 1 | Informationssammlung und Plannung | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | Projektbewerbung, Informieren, Einarbeiten | 1 | KW 38 - KW 3 | 9 KW 38 - KW 39 | 9 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | _ | | |
| ſ | Projektplanung erstellen, Datenablage errichten | 1 | KW 40 | KW 40 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| F | PM Dossier (Entwurf Abgabe 15.10.2021) | 1 | KW 40 - KW 4 | 1 KW 40 - KW 41 | 1 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 1 | 1. Meilenstein 21.10.2021 (Abgabe und Bestätigung PM Dossier) | | KW 42 | KW 46 | | | M P | s r | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| E Contraction (1997) | Konzeptfindung | | | | - | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | < | |
| L | Literraturrecherche (Konzeptsuche) | | KW 41 - KW 4 | 3 KW 41 - KW 44 | 4 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | orb | |
| 1 2 | Konzepte vorstellen (Donnerstag, den 04.11.2021) | 3 | KW 44 | KW 45 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | _ | ere | |
| | 2. Meilenstein 11.11.2021 (Freigabe Konzept) | | KW 45 | KW 46 | <u> </u> | | | | | MS | | | | | | | | | | | | | | | | _ | Ē | < |
| r | Prüfstand planen und aufbauen | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | Pe | e |
| | Zeichnen/ indentifizierung der benötigten Komponente und Materiallieferunge Kreislauf aufbauen/verändern | | KW 44 - KW 4 | 7 KW 45 - KW 50 | 0 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | für | e e |
| σ | | | KW 45 - KW 4 | 7 KW 49 - | | | | | | | | | | | | | | | | _ | | | | | | | Sch | d |
| 5 | Sensorik einbauen, verbinden und kalibrieren | 4 | KW 46 - KW 4 | 7 KW 50 - KW 51 | 1 | | | _ | | | | | | | | | | _ | | _ | | | | | | | lus | in the second se |
| ſ | Dichtheit überprüfen und gegebenenfalls nachbessern | | KW 47 - KW 4 | 8 KW 05- KW 06 | 5 | | | _ | | | | | | | | | | | | | | | | | | | ş | L L |
| 3 | 3. Meilenstein 03.12.2021 (Prüfstand bereit für Messung) | | KW 48 | KW 07 | - | | | | | | | MS | | | | | | | | | | | | | | | a: 86 | 00 |
| r i | Messung und Auswertung | | | | | | | | | | | | | | _ | | | | | | | | | | | _ | inta | |
| N | vlessungen und Validierung wischenbericht, Zwischenpräsentation (Donnerstag, den 20.01.2022) 1. Meilenstein 25.02.2022 (Messung und Auswertung abgeschlossen) | | KW 48 - KW 0 | 7 KW 03 - KW 12 | 2 | | | _ | | | _ | | | | | | _ | | | | | | | | | | tio | |
| 7 | | | KW 52 - KW 0 | 3 KW 50 - KW 01 | 1 | | | _ | | | | | | | | | | | | _ | | | | | | | > | |
| 4. T | | | KW 07 | KW 02 | | | | _ | | | | | | | | | MS | | | | | | | | | | | |
| | Thesis | | | | | | | _ | | | | | | | | | | | | _ | | | | | | _ | | |
| t | technischer Bericht, Poster und PPP | | KW 05 - KW 1 | 0 KW 09 - KW12 | 2 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| ł | Korrekturlesen | 8 | KW 10 - KW 1 | 1 KW 11 - KW 12 | 2 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| ! | 5. Meilenstein 25.03.2022 (Abgabe Thesis, Poster, PPP) | | KW 12 | KW 12 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | MS | | |
| | | Arbe | itsstunden | Soll (h) ist (h) | 1 | 3 13 3.5 11 | 5 10 | 0 10 1 13 | 8 | 8 | 10 40 15 35 | 40 | 20 1 35 1 | 0 0 | 5 | 8 | 8 | 8 | 3 3 8,5 1 | 0 30 2 8 | 20 | 20 | 10 | 20 | 20 | 0 | Summe Summe | 360 |

Weihnachtsferien Projektwoche

Abbildung 40 Zeitplan Stand 24.03.2022



E. ZEICHNUNGEN

Fachhochschule Nordwestschweiz Hochschule für Technik









 $\mathbf{n}|\boldsymbol{w}$

F. DIGITALER ANHANG

- 1_Projektmanagement
 - 01_Planung
 - 02_PM_Dossier
- 2_Recherchen_Informationen
 - 01_Unterlagen
 - 02_Informationen
 - o 001_Anhang_20210129__Integration_Run_
 - o 002_Celeroton_Pilot
 - o 003_IntegrationRun2021
 - 03_Transfer
 - o 001_Labview_Kalibrierstrecke
 - 04_Bilder Prüfstand
- 3_Präsentationen
 - 01_Konzept
 - 02_Zwischenpräsentation
 - 03_Verteidigung
- 4_Dokumentation
 - 01_Literaturrecherche
 - 02_Zwischenbericht
 - 03_Thesis
- 5_Sitzungsprotokolle
 - 01_Word
- 6_CAD-Daten
 - 01_Parts
 - 02_Assemblys
 - 03_Zeichnungen
 - 04_Normteile
 - 05_Werkstatt-Daten
 - 06_SVG
- 7_Berechnungen
 - 01_Messung_Luft_3.5_bar
 - 02_Messung_O2_5.5_bar
- 8_Bestellungen Prüfstand
- Labview_Kalibrierstrecke_Stand_2020_07_14 Kopie
- Messung