

Ikke-destruktiv metode for test av aktivkullfiltre

Odd Busmundrud og Stig Rune Sellevåg

Forsvarets forskningsinstitutt (FFI)

2. juli 2010

FFI-rapport 2010/01179

111603

P: ISBN 978-82-464-1702-8

E: ISBN 978-82-464-1703-5

Emneord

Aktivt kull

Filtre

Testing

Tetthet

Godkjent av

Hans Christian Gran

Prosjektleder

Jan Ivar Botnan

Avdelingssjef

Sammendrag

En ikke-destruktiv metode for test av aktivkullfiltre er beskrevet. Metoden er basert på at en ubetydelig mengde av et ufarlig stoff som adsorberes sterkt av filteret, injiseres oppstrøms filteret ved hjelp av en sprayflaske. Dersom stoffet kan detekteres nedstrøms filteret i en mengde som overskrider forventet filtereffektivitet, har gjennombrudd i filteret funnet sted. Som testkjemikalium benyttes isoamylacetat eller isopropanol. Deteksjon av testkjemikaliet gjøres ved hjelp av en håndholdt fotoionisasjonsdetektor. Metoden gir først og fremst kvalitativ informasjon om gjennombrudd har funnet sted, men i visse situasjoner gir metoden også kvantitativ informasjon om beskyttelsesfaktoren til filtersystemet.

English summary

A non-destructive method for test of activated carbon filters is described. In this method an insignificant amount of a harmless chemical strongly adsorbed by the filter, is injected upstream of the filter by means of a spray bottle. If the chemical can be detected downstream of the filter in an amount exceeding the predefined filter efficiency, breakthrough of the activated carbon bed has occurred. Isoamyl acetate or isopropanol is used as test substance. The detection of the substance is done using a handheld photoionization detector. The method gives first and foremost qualitative information about whether vapor breakthrough has occurred or not. Quantitative information about the protection factor of the filter system can be obtained in certain situations.

Innhold

1	Innledning	7
2	Aktivkull	7
3	Ikke-destruktiv metode for test av aktivkullfiltre	8
4	Injeksjon av testkjemikalium	9
5	Deteksjon av testkjemikalium	10
6	Eksempel	11
7	Diskusjon	12
8	Konklusjoner	14
	Referanser	15

1 Innledning

Aktivkullfiltre benyttes blant annet for å adsorbere kjemiske trusselstoffer i dampform. For å verifisere at filterne fungerer etter intensjonen, må integriteten til filtersystemet kontrolleres in situ. Integriteten kan brytes for eksempel ved oppbrukt filterkapasitet eller ved lekkasjer rundt eller gjennom filteret.

Dette arbeidet beskriver en ikke-destruktiv metode for test av aktivkullfiltre. Metoden er basert på at en ubetydelig mengde av et ufarlig stoff som adsorberes sterkt av filteret, injiseres oppstrøms filteret ved hjelp av en sprayflaske. Dersom stoffet kan detekteres nedstrøms filteret i en mengde som overskrider forventet filtereffektivitet, har gjennombrudd i filteret funnet sted.

Rapporten er organisert som følger: Kapittel 2 gir en kort beskrivelse av aktivkull som filtermateriale. Kapittel 3 gir en beskrivelse av den ikke-destruktive metoden for test av aktivkullfiltre. Kapittel 4 gir resultater fra utprøving og kalibrering av to sprayflasker som ble brukt for injeksjon av testkjemikaliene. Kapittel 5 gir resultater fra utprøving av detektoren som ble benyttet til deteksjon av testkjemikaliene, mens kapittel 6 gir et eksempel på bruk av metoden. Diskusjon og konklusjoner er gitt til slutt i henholdsvis kapittel 7 og 8.

2 Aktivkull

Aktivkull¹ er et svært porøst materiale med høgt overflateareal (typisk 500–1500 m²/g). Produksjon av aktivkull skjer ved forkulling og aktivering av et karbonholdig forløpermateriale [1]. Aktiveringen foregår enten fysisk ved hjelp av oksiderende gasser eller kjemisk ved tilsats av for eksempel sinkklorid (ZnCl₂) eller fosforsyre (H₃PO₄). Aktiveringen kan gjøres før, under eller etter forkullingen.

Den atomære strukturen til aktivkull har lenge vært ukjent. Nylig er det funnet bevis for at aktivkull har en fulleren-liknende struktur, bestående av krummede fragmenter av femringer, seksringer og andre ringstrukturer [2]. Generelt har aktivkull et mangfold av mikroporer (porediameter mindre enn 2 nm), mesoporer (porediameter mellom 2 og 50 nm) og makroporer (porediameter større enn 50 nm). Opptaket av gassfasemolekyler skjer hovedsakelig i mikroporene og til en viss grad i mesoporer. Den viktigste funksjonen til makroporene er at strukturen blir åpen slik at molekylene ledes til meso- og mikroporene [1]. Til adsorpsjon av kjemiske forbindelser i gassfase benyttes enten granulert (kornet) aktivkull eller ekstrudert aktivkull. Sistnevnte type lages ved å tilsette et bindemateriale til aktivkull i pulverform. Denne blandingen presses sammen og ekstruderes til sylindriske partikler [3].

Kjemiske forbindelser med tilstrekkelig høgt kokepunkt vil adsorberes fysisk (fysisorpsjon) til overflaten av aktivkullet med påfølgende kondensasjon i mikroporene. Fysisorpsjon av forbindel-

¹ Aktivkull omtales også som aktivt kull eller aktivt karbon.

ser med lavt kokepunkt vil generelt være liten eller ikke-eksisterende. Som en tommelfingerregel kan man si at damper fra væsker med kokepunkt over 60 °C vil adsorberes fysisk til aktivkull. Overflaten til aktivkullet kan imidlertid påføres en impregnering eller et belegg som sørger for at forbindelser med lavere kokepunkt også kan adsorberes. I dette tilfellet vil adsorpsjonen skje ved at den lettflyktige forbindelsen adsorberes kjemisk (kjemisorpsjon) til impregneringen, det vil si det dannes en kjemisk binding mellom adsorbatet og adsorbenten. Impregneringen kan også gi en katalytisk nedbrytning av adsorbatet [1].

Flere teorier for beskrivelse av adsorpsjon av stoffer på overflater har blitt utviklet. De mest suksessfulle teoriene for beskrivelse av adsorpsjon på aktivkull er den såkalte potensialteorien for adsorpsjon utviklet av Polanyi og senere modifisert av Dubinin, samt den såkalte teorien for volumfylling av mikroporer utviklet av Dubinin og medarbeidere [4]. Disse teoriene er basert på en termodynamisk beskrivelse av adsorpsjonsfenomenet; se for eksempel ref. [4] med tilhørende referanser for detaljer.

3 Ikke-destruktiv metode for test av aktivkullfiltre

I det følgende beskrives en metode for bestemmelse om gjennombrudd av damp har funnet sted i et aktivkullfilter. Gjennombrudd av damp kan skyldes følgende:

- Filterkapasiteten til aktivkullet er oppbrukt.
- lekkasje rundt pakninger som følge av for eksempel dårlig innfesting av filteret eller mekanisk slitasje.
- Kanaldannelse i filterlaget av aktivkull.

Metoden er basert på at en ubetydelig mengde av et stoff som adsorberes sterkt av filteret, injiseres oppstrøms av filteret. Dersom stoffet kan detekteres nedstrøms filteret i en mengde som overskrider forventet filtereffektivitet, har gjennombrudd i filteret funnet sted. Stoffmengden må være så liten at filterkapasitet ikke forbrukes i nevneverdig grad, men samtidig så stor at den lar seg detektere dersom gjennombrudd har funnet sted. Dette gjør at metoden kan karakteriseres som ikke-destruktiv. Metoden krever imidlertid en svært sensitiv detektor.

Isoamylacetat ($\text{CH}_3\text{CO}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)_2$) og isopropanol ($\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_3$) har blitt utprøvd som testkjemikalier. Disse forbindelsene er relativt ufarlige og har kokepunkt på henholdsvis 142 °C og 82,5 °C. Forbindelsene adsorberes således fysisk i aktivkull. Metoden tester derfor om den *fysiske* adsorpsjonskapasiteten er brukt opp i tillegg til lekkasjer rundt innfesting av filteret og kanaldannelse i laget med aktivkull; den *kjemiske* adsorpsjonskapasiteten testes ikke. For filtre som skal beskytte mot kjemiske stridsmidler, er det imidlertid ofte den fysiske adsorpsjonskapasiteten som forbrukes først [5].

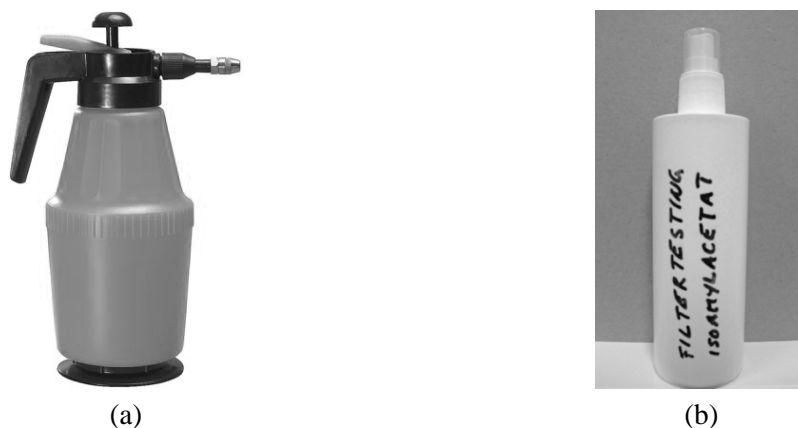
Injeksjon av testkjemikaliet gjøres ved hjelp av en sprayflaske. To forskjellige sprayflasker har blitt testet; se kapittel 4. Deteksjon av testkjemikaliet gjøres ved hjelp av en håndholdt detektor (ppbRAE PGM-7240). Detektoren som har blitt utprøvd, er beskrevet i kapittel 5.

4 Injeksjon av testkjemikalium

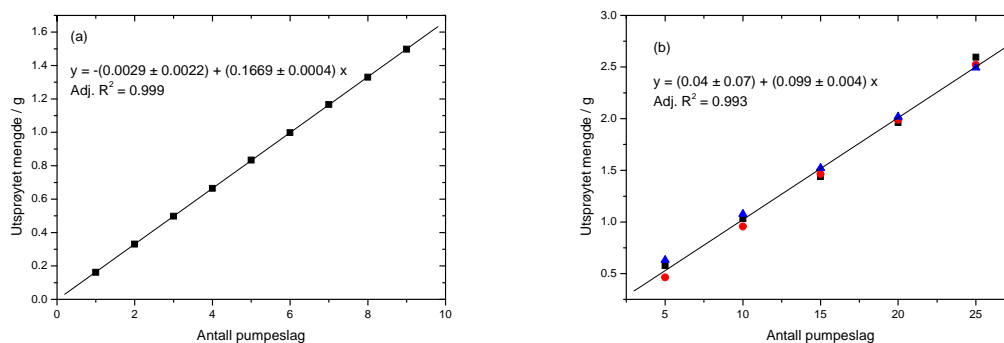
Sprayflaskene som ble testet for injeksjon av testsubstanser, er vist i Figur 4.1. Den ene sprayflasken er en Biltema trykksprøyte som har en beholder på 1,5L og et maksimalt arbeidstrykk på 3 bar (Figur 4.1a). Den andre sprayflasken er en vanlig sprayflaske med en beholder på 250 mL (Figur 4.1b).

Utsprøytet mengde per sekund for Biltema-sprøyten ble bestemt gravimetrisk med isopropanol som testsubstans. Utsprøytet mengde varierte fra 2,4 g/s til 7,1 g/s med et gjennomsnitt på 5 g/s.

For 250 mL-sprayflasken ble utsprøytet mengde for hvert enkelt pumpeslag bestemt gravimetrisk med isoamylacetat som testsubstans. Resultatene er vist i Figur 4.2a. Vi ser at 250 mL-sprayflasken sprøyter ut en svært presis mengde på 0,17 g isoamylacetat per pumpeslag. Utsprøytet mengde for fem suksessive pumpeslag mellom hver måling ble også bestemt. I dette tilfellet var utsprøytet mengde 0,1 g isoamylacetat per pumpeslag; se Figur 4.2b. Spredningen i utsprøytet mengde er også større enn for enkeltvis pumpeslag.



Figur 4.1 (a) Biltema trykksprøyte. Beholder: 1,5 L. Maksimalt arbeidstrykk: 3 bar. (b) 250 mL sprayflaske.



Figur 4.2 Utsprøytet mengde isoamylacetat som funksjon av (a) enkeltvis pumpeslag og (b) fem suksessive pumpeslag for sprayflasken vist i Figur 4.1b. Usikkerhetene til regresjonskoeffisientene representerer 2σ fra den statistiske analysen og inkluderer ikke systematiske feil. De ulike fargene representerer ulike forsøk.

5 Deteksjon av testkjemikalium

Detektoren ppbRAE PGM-7240 (heretter forkortet ppbRAE) er en håndholdt fotoionisasjonsdetektor (PID) som kan detektere flyktige organiske forbindelser med ionisasjonsenergi mindre enn 10,6 eV. Presisjonen til detektoren er oppgitt av produsenten (RAE Systems Inc.) til å være ± 20 ppb eller $\pm 10\%$ av avlest verdi [6].

I dette forsøket ble det testet hvorvidt ppbRAE-detektoren kan benyttes for deteksjon av små konsentrasjoner av isoamylacetat og isopropanol i luft (< 1 ppm). Vi ønsket også å finne ut om deteksjonen er kvantitativ, og da spesielt om ppbRAE har lineær respons med økende konsentrasjon av de kjemiske forbindelsene.

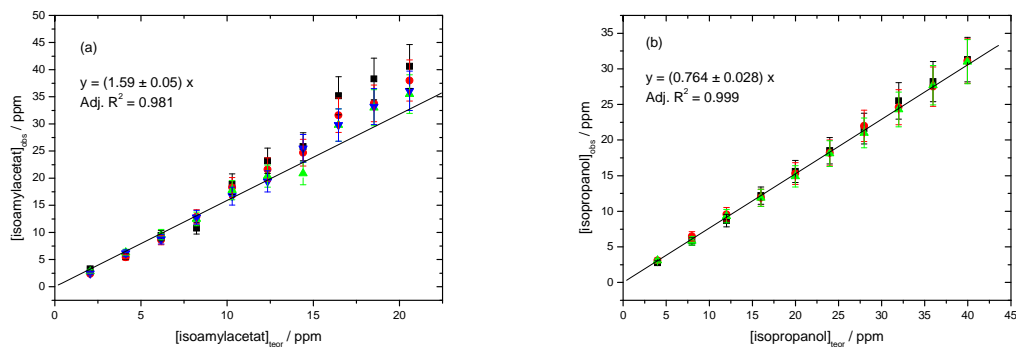
Detektoren ble plassert i et tett stålkommer (volum ca. 40 L) med luftsirkulasjon. Isoamylacetat ble tilført kommeret ved hjelp av en mikrosprøyte (0,5–5,0 μL) og fordampet ved å injisere væsken i en varmespiral montert inne i kommeret. Den maksimale konsentrasjonen av isoamylacetat i kommeret ble avlest. Et tilsvarende forsøk hvor isopropanol ble benyttet, ble også utført.

Figur 5.1a viser observert konsentrasjon av isoamylacetat i luft sammenlignet med teoretiske verdier beregnet ut fra injisert væskemengde. I regresjonsanalysen ble skjæringspunktet med ordinataksen satt lik null og det er tatt hensyn til $\pm 10\%$ usikkerhet i avlest luftkonsentrasjon. Usikkerheten i injisert væskemengde ble neglisjert. I beregningen av den teoretiske luftkonsentrasjonen er det antatt at all injisert væskemengde av isoamylacetat fordampes og at ikke noe stoff adsorberes til overflater eller lekker ut av kommeret. I praksis vil imidlertid noe av stoffmengden adsorberes til overflaten av kommeret.

Som vi ser i Figur 5.1a, er forhold mellom observert og teoretisk luftkonsentrasjon lik 1,59 i konsentrasjonsområdet 0–15 ppm. Vi ser for øvrig at det er betydelig spredning i måleverdiene for de høyeste luftkonsentrasjonene (injiserte væskemengden større enn 4 μL). Dette kan tyde på at ikke all isoamylacetat fordampes umiddelbart.

Figur 5.1b viser observert konsentrasjon av isopropanol i luft sammenlignet med teoretisk luftkonsentrasjon. Responsen er lineær over hele konsentrasjonsområdet. Forholdet mellom observert og teoretisk luftkonsentrasjon ble funnet til å være 0,764.

Ut fra forsøkene som er gjort, vurderes det dit hen at ppbRAE-detektoren kan detektere konsentrasjoner av isoamylacetat og isopropanol i ppb-området. Absolutte konsentrasjonsbestemmelser vil være heftet med betydelig usikkerhet, men dette kan til en viss grad korrigeres for ved hjelp av korreksjonsfaktorer bestemt i dette forsøket. Det minnes imidlertid om at det ikke er tatt hensyn til veggtag i beregningen av forventet luftkonsentrasjon. Detektoren er egnet til å avgjøre om flyktige organiske forbindelser er tilstede eller ikke, og bestemme relative konsentrasjonsendringer over tid ettersom detektoren har tilnærmet lineær respons.



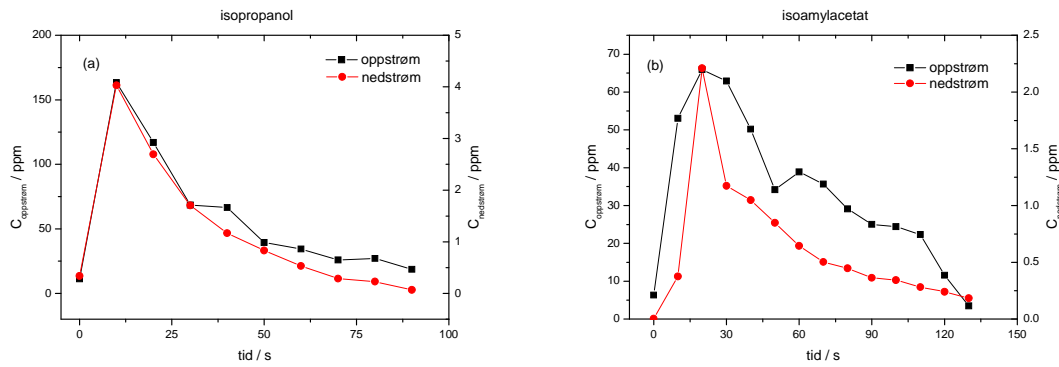
Figur 5.1 Observert versus teoretisk luftkonsentrasjon av (a) isoamylacetat og (b) isopropanol i kammer (ca. 40 L). Usikkerhetene til regresjonskoeffisientene representerer 2σ fra den statistiske analysen og tar ikke hensyn til systematiske feil. De ulike fargene representerer ulike forsøk.

6 Eksempel

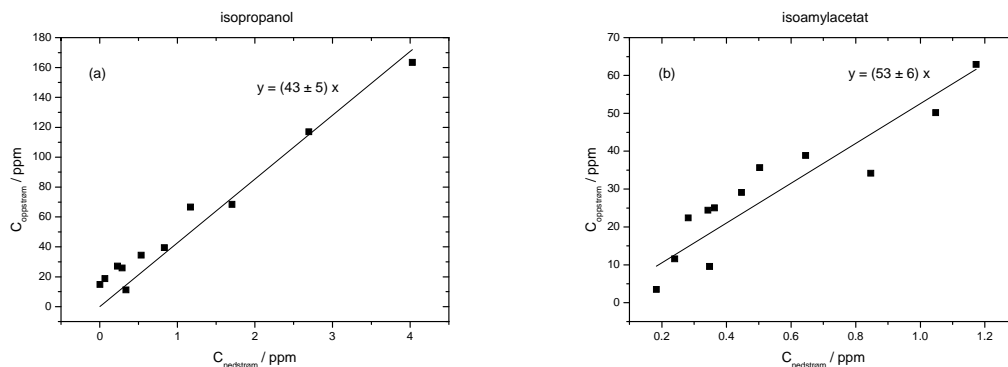
Dette kapitlet gir et eksempel på hvordan metoden kan benyttes. Et aktivkullfilter kan testes in situ på følgende måte: Konsentrasjonen av testkjemikaliet observeres kontinuerlig nedstrøms av aktivkullfilteret. En gitt mengde av testkjemikaliet (isopropanol eller isoamylacetat) injiseres så oppstrøms av aktivkullfilteret. Det anbefales at mengden som injiseres er mindre enn 0,5% av den totale filterkapasiteten for å ikke forbruke adsorpsjonskapasitet i nevneverdig grad. Dersom nedstrømskonsentrasjonen av testkjemikaliet overskrider forventet filtereffektivitet, har gjennombrudd i filteret funnet sted. Ønsker man å måle beskyttelsesfaktoren til filteret, genereres en ny puls av testkjemikaliet med påfølgende konsentrasjonsmåling oppstrøms av aktivkullfilteret. Beskyttelsesfaktoren vil være gitt som forholdet mellom oppstrøms og nedstrøms konsentrasjon av testkjemikaliet.

I det følgende gis det et eksempel hvor beskyttelsesfaktoren til et aktivkullfilter har blitt målt i henhold til metoden nevnt ovenfor. Figurene 6.1a og 6.2b viser konsentrasjonsforløpet av henholdsvis isopropanol og isoamylacetat oppstrøms og nedstrøms av aktivkullfilteret. Konsentrasjonsforløpet et resultat av to innsprøytinger av testkjemikaliet. I Figur 6.1a-b har konsentrasjonsforløpene blitt plassert på felles tidsskala ved å sette tid lik null ved punktet hvor fronten av pulsen med testkjemikaliet registreres.

Dataene i Figur 6.1a-b er vist i Figur 6.2a-b som plott av oppstrøms versus nedstrøms konsentrasjon av testkjemikaliet. Beskyttelsesfaktoren til aktivkullfilteret kan bestemmes fra forholdet i konsentrasjon av testsubstansen oppstrøms og nedstrøms filteret ved lineær regresjonsanalyse av måledataene. I regresjonsanalysen ble skjæringspunktet med ordinataksen satt lik null. Som vist i Figur 6.2a, ble beskyttelsesfaktoren bestemt til å være 43 i forsøket med isopropanol. I forsøket med isoamylacetat ble en beskyttelsesfaktor på 53 funnet; se Figur 6.2b. Dette tilsvarer en filtereffektivitet på ca. 98%. Filtereffektivitet er her gitt som $(1 - 1 / BF) \times 100\%$, hvor BF er beskyttelsesfaktoren.



Figur 6.1 Konsentrasjonsforløp av (a) isopropanol og (b) isoamylacetat oppstrøms ($C_{oppstrøm}$) og nedstrøms ($C_{nedstrøm}$) av aktivkullfilter.



Figur 6.2 Konsentrasjon av (a) isopropanol og (b) isoamylacetat målt oppstrøms og nedstrøms av aktivkullfilteret. Usikkerheten til stigningstallet representerer 2σ fra regresjonsanalysen og inkluderer ikke systematiske feil.

7 Diskusjon

Metoden som er beskrevet i dette arbeidet for ikke-destruktiv testing av aktivkullfiltere, tilsvarende en metode beskrevet av Maggs [7] hvor 1-brombutan benyttes som testsubstans. Metoden til Maggs er i bruk ved Dstl Porton Down [5]. Som tidligere nevnt i dette arbeidet og diskutert av Maggs, krever metoden at testforbindelsen adsorberes sterkt til aktivkullet samt at den væskeformige forbindelsen må fordampe fullstendig før den når filteret. I følge Maggs [7], fører sistnevnte krav til at testforbindelsen må ha et damptrykk høyere enn ~ 3 hPa ved romtemperatur på bakgrunn av innløpskonsentrasjonen som ble benyttet i eksperimentene (< 10 mg/L). Dette kravet vil også være gjeldende for metoden gitt i dette arbeidet.

Molekylvekt, kokepunkt og damptrykk til 1-brombutan, isoamylacetat og isopropanol er gitt i Tabell 7.1. I tillegg er det kjemiske stridsmiddelet sarin inkludert for sammenlikning. Både 1-brombutan og isopropanol har høyere damptrykk og lavere kokepunkt enn sarin. Det er liten forskjell i damptrykk mellom 1-brombutan og isopropanol, men kokepunktet til 1-brombutan er ca.

20 °C høyere. Isoamylacetat og sarin har tilnærmet likt kokepunkt og damptrykk. I så måte er derfor isoamylacetat en god simulat for sarin.

Forsøkene har vist at både isoamylacetat og isopropanol kan benyttes som testsubstanser for test av aktivkullfiltre. Til kontroll av CBRN-filtre vurderes isoamylacetat som best egnet da dette kjemikaliet kan fungere som en simulat for sarin samt at det har lav giftighet (oral LD50-verdi for rotte er 16 600 mg/kg, mens tilsvarende verdi for isopropanol er 5 045 mg/kg [8]). I tillegg har isoamylacetat en karakteristisk banan-liknende lukt som kan kjennes i selv små konsentrasjoner. Isoamylacetat vil også adsorberes sterkere til aktivkull enn isopropanol på grunn av lavere damptrykk og høyere kokepunkt.

Tabell 7.1 Fysikalsk-kjemiske egenskaper til 1-brombutan, isoamylacetat, isopropanol og sarin.

kjemikalium	molekylformel	CAS-nummer	molekylvekt / g mol ⁻¹	kokepunkt / °C	damptrykk (25 °C) / hPa
1-brombutan ^a	C ₄ H ₉ Br	109-65-9	137,02	100–104	53
isoamylacetat ^a	C ₇ H ₁₄ O ₂	123-92-2	130,18	142	7,5
isopropanol ^a	C ₃ H ₈ O	67-63-0	60,1	82	58,7
sarin ^b	C ₄ H ₁₀ FO ₂ P	107-44-8	140,09	150	3,31

^a Verdier er hentet fra kjemikaliedatabladene til forbindelsene.

^b Verdier er hentet fra ref. [9].

Av de to sprayflaskene som ble testet, var 250 mL-sprayflasken (Figur 4.1b) klart bedre egnet enn Biltema sprøyteflasken (Figur 4.1a). Som vist i kapittel 4, gir 250 mL-sprayflasken en presis utsprøytet mengde kjemikalium per pumpe slag. Det var også lettere å kontrollere utsprøytet mengde med denne flasken enn med Biltema-flasken. I tillegg gav 250 mL-flasken en spray med mindre dråper enn Biltema-flasken, noe som er viktig for å sikre at væskesprøyten med testkjemikaliet fordampes før den når filteret. Dersom væskesprøyten ikke fordampes fullstendig før filteret, vil væskedråpene sette seg på partikkelfilteret og fordampes der. Avhengig av i hvilken grad dette skjer, kan det medføre at pulsen med testsubstansen blir mindre markert, noe som kan være problematisk ved kvantitative målinger av beskyttelsesfaktoren.

Haliddetektoren som benyttes ved Dstl Porton Down for deteksjon av 1-brombutan, bruker opp mot to timer på å bli stabil [5]. Metoden i dette arbeidet er således raskere å utføre siden ppBRAE-detektoren er klar til bruk på få minutter. En ulempe med ppBRAE-detektoren er at den er ikke spesifikk, hvilket haliddetektoren er. Begge detektorene har imidlertid god sensitivitet.

Metoden som er beskrevet i dette arbeidet, gir først og fremst kvalitativ informasjon om gjennombrudd har funnet sted i aktivkullfiltre. Dersom testsubstansen kan detekteres etter filteret, kan beskyttelsesfaktoren til filtersystemet bestemmes, hvilket er gjort i dette arbeidet. Dog er dette beheftet med relativt stor usikkerhet så lenge bare en detektor benyttes. Det er mulig å redusere usikkerheten ved å benytte to kalibrerte detektorer som logger data samtidig oppstrøms og nedstrøms filteret. Som diskutert av Maggs [7], er det også mulig å benytte metoden til å estimere

beskyttelsesfaktoren (R) til et filtersystem dersom man kjenner luftstrømningshastigheten (F) og adsorpsjonskapasiteten (A) til filteret, ut fra følgende relasjon:

$$R = Af / FtL. \quad (0.1)$$

Her er f brøkdelen av adsorpsjonskapasiteten til filteret som testsubstansen forbruker, t er injeksjonstiden for testsubstansen og L er konsentrasjon av testsubstansen målt nedstrøms filteret, eventuelt detektorsensitiviteten.

Det påpekes til slutt at metoden bare kan gi informasjon om nåtilstanden til aktivkullfilteret. Metoden kan ikke si noe om filterets restkapasitet.

8 Konklusjoner

Dette arbeidet har beskrevet en ikke-destruktiv metode for test av aktivkullfiltre som er rask og enkel å utføre. Metoden gir først og fremst kvalitativ informasjon om gjennombrudd i filteret har funnet sted, men kan også gi kvantitativ informasjon om beskyttelsesfaktoren til filtersystemet dersom testsubstansen kan detekteres nedstrøms filtersystemet. Metoden gir ikke informasjon om restkapasiteten til filteret.

Referanser

- [1] Rodriguez-Reinoso, F. Activated Carbon and Adsorption. In *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*; Buschow, K. H. J., Cahn, R. W., Flemings, M. C., Ilschner, B., Kramer, E. J., Mahajan, S., Veyssiére, P., Eds.; Elsevier: Oxford, 2001; pp 22-34.
- [2] Harris, P. J. F.; Liu, Z.; Suenaga, K. Imaging the atomic structure of activated carbon. *J. Phys. : Condens. Matter* **2008**, *20*, 362201.
- [3] Activated carbon; Wikipedia, The Free Encyclopedia.
http://en.wikipedia.org/w/index.php?title=Activated_carbon&oldid=355836915 (accessed 21-4-2010).
- [4] Bansal, R. C.; Goyal, M. *Activated Carbon Adsorption*; Taylor & Francis: Boca Raton, 2005.
- [5] Busmundrud, O.; Sellevåg, S. R. *Besøk til Dstl Porton Down 23. mars 2010 angående CBRN-filtertestmetoder, sorpsjonsstudier og vernemasketesting*; FFI-reiserapport 2010/00824 (Unntatt offentlighet); Forsvarets forskningsinstitutt, 2010.
- [6] *ppbRAE (PGM-7240) Operation and Maintenance Manual*; Document No. 025-4001, Rev. C; RAE Systems Inc.: Sunny Vale, CA, 2001.
- [7] Maggs, F. A. P. A non-destructive test of vapour filters. *Ann. Occup. Hyg.* **1972**, *15*, 351-359.
- [8] *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards*; NIOSH Publication Number 2005-149 (<http://www.cdc.gov/niosh/npg>); The National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH), Centers for Disease Control and Prevention: Atlanta, USA, 2005.
- [9] *Potential military chemical/biological agents and compounds*; FM 3-11.9, MCRP 3-37.1B, NTRP 3-11.32, AFTTP(I) 3-2.55; US Army Chemical School: Fort Leonard Wood, MO, 2005.