

Lichtleiterfluorometer

für den mobilen Einsatz

Hermes Messtechnik
Dipl.-Phys. H. Hermes
Karlsbader Str. 25
70372 Stuttgart
Tel.: 07 11 / 50 92 93 7
Fax: 07 11 / 50 92 93 8
e-mail: mail@hermess.de
url: <http://www.hermess.de>



Inhaltsverzeichnis

1	Vorbemerkungen	3
2	Das Lichtleiterfluorometer einschalten	3
3	Elektrische Anschlüsse	3
3.1	Die Versorgungsspannung	3
3.1.1	Sicherungen	4
3.2	Die serielle Schnittstelle	4
3.3	Der Anschluss für Messzellen	4
4	Optische Anschlüsse	4
5	Bedienung	5
5.1	Parameter einstellen, Messungen starten	5
5.1.1	Bedeutung der Tasten	5
5.1.2	Kommandos	5
5.1.3	Die Kommandos im Detail	6
5.2	Umstellen auf andere Farbstoffe	9
5.2.1	Auswahl der Lichtquelle oder der Durchflussmesszelle	10
5.2.2	Wechseln des Farbfilters vor dem Photomultiplier	10
6	Hinweise zu Messungen	11
6.1	Allgemeine Hinweise	11
6.2	Messungen mit der faseroptischen Sonde	11
6.3	Messungen mit der Durchflussmesszelle	11
7	Besonderheiten und Einschränkungen	12

1 Vorbemerkungen

Das Fluorometer ist ein empfindliches Messgerät. Es wird davon ausgegangen, dass die Benutzung nur durch eingewiesenes Personal erfolgt, oder dass die Bedienungsanleitung gelesen wurde. Unsachgemäßer Gebrauch kann das Gerät beschädigen.

Desweiteren handelt es sich um ein wissenschaftliches Gerät. Die Bedienung ist funktional, aber nicht auf besonderen Komfort ausgelegt. Bitte versuchen Sie nicht, das Gerät mit unsinnigen Eingaben dazu zu bringen sich fehlerhaft zu verhalten: Ich garantiere Ihnen, Sie werden es schaffen.

Das Gerät ist gegen Spritzwasser und Regen geschützt und kann problemlos bei jedem Wetter im Freien eingesetzt werden.

2 Das Lichtleiterfluorometer einschalten

Das Lichtleiterfluorometer ist für Dauerbetrieb ausgelegt. Daher hat es keinen Schalter zum Ausschalten. Der Strombedarf ist mit ca. 1,6 mA sehr niedrig. Wird das Gerät für längere Zeit nicht benutzt, müsste der Akku in jedem Fall nachgeladen werden, ob das Fluorometer eingeschaltet war oder nicht. Beachtet man, dass der Akku alle paar Monate geladen werden muss, so ist ein Stromausfall eher unwahrscheinlich. Die Messdaten bleiben auch bei einem Stromausfall bzw. entladener Batterie selbstverständlich erhalten. Nach dem erstmaligen Einschalten wird zunächst der Speicher getestet. Das kann, je nach Speicherplatz bis zu 1.5 Minuten dauern.

3 Elektrische Anschlüsse

Das Lichtleiterfluorometer besitzt 3 elektrische Anschlüsse:

- 2-poliger Anschluss der Versorgungsspannung
- 7-poliger Anschluss für die serielle Schnittstelle
- 5-poliger Anschluss für Durchflussmesszellen.

3.1 Die Versorgungsspannung

Das Lichtleiterfluorometer wird normalerweise durch den integrierten 6V, 10Ah Bleiakku versorgt. Ist dieser voll geladen reicht die Energie für eine Messdauer von mehreren Monaten aus. Es ist möglich eine externe Energiequelle anzuschließen. Die Externe Spannungsversorgung sollte 12 V (AC oder DC) betragen (min. 9.3 V, max. 15 V). Der Ladestrom ist intern auf ca. 0.8 A begrenzt.

Ladespannung	12 V AC oder DC
--------------	-----------------

3.1.1 Sicherungen

Im inneren des Gerätes findet man 2 Feinsicherungen. Sicherung 1 befindet sich am Rand der Leiterplatte. Diese schützt den Laderegler vor Überlastung. Sicherung 2 befindet sich weiter in der Mitte der Leiterplatte. Diese spricht nur an, wenn das Fluorometer defekt ist oder wenn z. B. ein metallischer Fremdkörper im Gerät einen Kurzschluss erzeugt. Bevor diese Sicherung ersetzt wird, sollte immer nach der Ursache für das Durchbrennen gesucht werden.

Sicherung 1	1.6 A träge
Sicherung 2	800 mA träge

3.2 Die serielle Schnittstelle

Zur Bedienung wird das Lichtleiterfluorometers mittels einer seriellen Schnittstelle (RS-232) an einen Computer oder ein Terminal angeschlossen. Das mitgelieferte Kabel hat auf der Seite des Lichtleiterfluorometers einen siebenpoligen spritzwassergeschützten Stecker. Zwischen diesem Kabel und dem Computer wird ein Adapter eingefügt. In diesem befindet sich eine kleine Elektronik, die die Signalpegel anpasst. Der Adapter bzw. die Kabel sollten wegen des erhöhten Strombedarfs vom Fluorometer entfernt werden, wenn über längere Zeit keine Daten übertragen werden sollen.

Die Parameter der RS-232 Schnittstelle: 9600 bd, 8 Datenbits, 1 Stopbit, keine Parität, XON/XOFF-Protokoll

RS-232 Parameter	9600, 8, N, 1, XON/XOFF
------------------	-------------------------

Auf weitere Bedienelemente wurde verzichtet, um maximalen Schutz gegen eindringende Feuchtigkeit zu erhalten.

3.3 Der Anschluss für Messzellen

Durchflussmesszellen werden mit dem 5-poligen Anschluss verbunden. Es ist zu beachten, dass dieser Anschluss im inneren des Gerätes aktiviert werden muss (siehe Kap. 5.2.1)

4 Optische Anschlüsse

Es befinden sich an dem Gerät je nach Ausstattung mindestens 2 Anschlüsse für Lichtleiter. Hinter einem der Anschlüsse befindet sich der Photomultiplier, der die Intensität des ankommenden Lichts in ein elektrisches Signal umsetzt.

An diesen Anschluss wird entweder einer der beiden Lichtleiter der faseroptischen Sonde oder der Lichtleiter von der Durchflussmesszelle angeschlossen.

Achtung: der Photomultiplier ist extrem lichtempfindlich.

- Entfernen Sie niemals den Lichtleiter während einer laufenden Messung.
- Wird das Gerät nicht benutzt, schrauben Sie die Schutzkappe auf die Buchse.
- Wechseln Sie niemals den Farbfilter (siehe Kap. 5.2.2) während einer laufenden Messung.
- Wechseln Sie den Farbfilter bei gedämpftem Licht.

Hinter den anderen Anschlüssen befinden sich Lichtquellen für verschiedene Fluoreszenzfarbstoffe. Hier wird der zweite Lichtleiter der faseroptischen Sonde angeschlossen. Bei Benutzung von Durchflussmesszellen bleiben diese Anschlüsse frei.

5 Bedienung

5.1 Parameter einstellen, Messungen starten

5.1.1 Bedeutung der Tasten

Um eine Bedienung auch mittels Kleinterminal mit nur numerischer Tastatur durchführen zu können, werden die Befehle als Ziffern kodiert eingegeben. Es werden nur die Zifferntasten und die Tasten „*“ und „#“ sowie die Esc- und die Enter-Taste benutzt. Dabei entspricht * der Esc- und # der Enter-Taste. Auf Fragen, die mit ja/nein beantwortet werden, reagiert man mit 0 (= nein) oder 1 (= ja).

0 ... 9	Ziffern 0 ... 9	Kommando oder numerischer Wert
0	nein	als Antwort auf Fragen
1	ja	als Antwort auf Fragen
#	Enter	Abschluss einer Eingabe
*	Esc	Abbruch einer Eingabe

5.1.2 Kommandos

Alle Kommandos bestehen aus 2 Ziffern. Um ein Kommando auszuführen werden die beiden Ziffern und anschließend <Enter> (oder #) eingegeben. Benötigt ein Kommando einen Parameter wird dieser anschließend abgefragt.

Tip: es gelten immer die letzten beiden Ziffern vor der <Enter>-Taste. Hat man sich also vertippt gibt man einfach die richtigen Ziffern ohne zwischenzeitliches <Enter> ein.

11	Zeit zwischen zwei Messungen einstellen
12	Verstärkung einstellen
13	Hochspannung einstellen
14	Zeit bis zum Einschalten des Relais einstellen
15	aktuelles Datum einstellen
16	aktuelle Zeit einstellen
17	Temperaturkompensation einstellen
21	Zeit zwischen zwei Messungen anzeigen
22	Verstärkung anzeigen
23	Hochspannung anzeigen
24	Zeit bis zum Einschalten des Relais anzeigen
25	Datum anzeigen
26	Zeit anzeigen
27	Temperaturkompensation anzeigen
28	Status anzeigen: Idle, Testmessung, Messung
31	Messung starten
32	Testmessung starten
41	Messung beenden
42	Testmessung beenden
51	Speicher auslesen, für Übertragung an PC
61	Speicher löschen

5.1.3 Die Kommandos im Detail

11: Zeit zwischen zwei Messungen einstellen

Die Zeit zwischen zwei Messwerten in Sekunden wird angezeigt. Es kann ein neuer Wert eingegeben werden. Der Wert muss zwischen 5 und 65535 liegen.

12: Verstärkung einstellen

Die aktuelle Verstärkung wird eingestellt. Dabei entspricht eine Eingabe von 0 der Verstärkung 1 und der Eingabewert 1 einer Verstärkung von 100. Werden andere Zahlen eingegeben, so wird nur das niederwertigste bit benutzt, d.h. gerade Zahlen entsprechen einer Verstärkung 1, ungerade einer Verstärkung von 100. Diese Einstellung wird nur für Testmessungen benutzt. In einer echten Messung wird die Verstärkung automatisch gewählt.

13: Hochspannung einstellen

Es wird ein Wert für die Kontrollspannung der Hochspannung abgefragt. Dieser entspricht *nicht* dem Wert der Hochspannung in Volt. Der Wert kann zwischen 0 (≈ 300 V) und 100 (≈ 1000 V) liegen. Eine geeignete Einstellung muss über eine Kalibrierung herausgefunden werden.

Werden größere Werte als 100 eingegeben, so wird der größere Wert angezeigt (bis maximal 255), die Hochspannung ist aber auf ≈ 1000 V begrenzt.

14: Zeit bis zum Einschalten des Relais einstellen¹

¹Diese Funktion ist nur bei Geräten mit dem optional eingebauten Relais von Bedeutung.

Es ist möglich mittels eines Schaltausgangs am Lichtleiterfluorometer eine Pumpe o. Ä. eine bestimmte Zeit vor einer Messung einzuschalten. Mit Rücksicht auf Schlichtheit des Programms des μ -Controllers des Lichtleiterfluorometers wird hier allerdings die Zeit *nach* einer Messung eingegeben, die verstreichen muss, bis die Pumpe einschaltet. Sinnvoll sind nur Werte $< dt$. Der Schaltausgang wird immer direkt nach der Messung deaktiviert.

15: Datum einstellen

Einstellen des aktuellen Datums. Es wird einzeln nach Tag, Monat und Jahr gefragt.

16: Uhrzeit einstellen

Einstellen der aktuellen Uhrzeit. Es wird einzeln nach Stunde, Minute und Sekunde gefragt.

17: Temperaturkompensation einstellen²

Es ist möglich den Einfluss der Temperatur auf die Messwerte für die Anzeige im LC-Display zu kompensieren. Dies gilt nur für die Anzeige. Die abgespeicherten und nachträglich ausgelesenen Werte werden nicht korrigiert. In diesem Fall muss die Korrektur später auf dem PC erfolgen. Hier können dann aber auch z. B. nichtlineare Korrekturen berücksichtigt werden. So wird vermieden, da bei falsch eingestelltem Korrekturfaktor die Messwerte unbrauchbar werden.

Anmerkung zur Ermittlung des Korrekturfaktors:

W'_1 sei der gemessene Wert bei der Temperatur T_1 . W'_2 sei der gemessene Wert bei der Temperatur T_2 . Dann ergeben sich die Korregierten Werte W_1 und W_2 zu

$$W_1 = (1 + k \cdot T_1) \cdot W'_1 \quad (1)$$

und

$$W_2 = (1 + k \cdot T_2) \cdot W'_2 \quad (2)$$

wobei k der zu bestimmende Korrekturfaktor ist. Auflösung nach k ergibt:

$$k = \frac{W'_2 - W'_1}{T_1 \cdot W'_1 - T_2 \cdot W'_2} \quad (3)$$

Da der μ -Controller des LLF nur ganze Zahlen verarbeitet wird k mit $2^{32} = 4,29497 \cdot 10^9$ skaliert. k kann Werte zwischen 0 und 65535 annehmen.

21: Zeit zwischen zwei Messungen anzeigen

Die Zeit zwischen zwei Messwerten in Sekunden wird angezeigt.

22: Verstärkung anzeigen

Die aktuelle Verstärkung wird angezeigt. Es wird der Wert 0 oder 1 ausgegeben. Dabei entspricht der Wert 0 einer Verstärkung von 1 und der Wert 1 einer Verstärkung von 100 (sorry).

23: Hochspannung anzeigen

²Die Temperaturabhängigkeit der Messwerte kann in aller Regel vernachlässigt werden. Stellen Sie diesen Parameter auf 0

Es wird ein Wert für die Kontrollspannung der Hochspannung angezeigt. Dieser entspricht *nicht* dem Wert der Hochspannung in Volt. Der Wert kann zwischen 0 (≈ 300 V) und 100 (≈ 1000 V) liegen.

24: Zeit bis zum Einschalten des Relais anzeigen

Siehe 14: Zeit bis zum Einschalten des Relais einstellen

25: Datum anzeigen

Anzeige des aktuellen Datums

26: Uhrzeit anzeigen

Anzeige der aktuellen Uhrzeit

27: Temperaturkompensation anzeigen

Siehe 17: Temperaturkompensation einstellen

28: Status anzeigen

Es wird angezeigt, ob gerade eine Messung läuft, oder nicht. Möglich antworten sind: „Idle“ \Leftrightarrow keine Messung, „Test“ \Leftrightarrow Testmessung und „Measure“ \Leftrightarrow reale Messung.

31: Messung starten

Es wird eine Messung gestartet. Sind noch Daten von einer vorherigen Messung im Speicher, so wird nachgefragt, ob diese gelöscht werden sollen. Wird diese Frage verneint, so werden die Daten nicht gelöscht und Die Messung beginnt mit dem Ablauf der aktuellen Sekunde. Der Messablauf in Gerät selbst sieht wie folgt aus:

- Die Versorgungsspannung des Analogteils und Photomultipliers wird eingeschaltet,
- die Steuerspannung für die Hochspannung des PM wird eingeschaltet,
- es wird 4 Sekunden gewartet, damit sich die Spannungen stabilisieren,
- die Messung wird durchgeführt,
- der Messwert wird im Speicher abgelegt,
- der Messwert wird auf der RS232-Schnittstelle ausgegeben,
- die Versorgungsspannung und Hochspannung wird ausgeschaltet,
- der Schaltausgang des Relais wird ausgeschaltet.

Wird der Messbereich überschritten wird das Wort „OVER“ an die Messdaten angehängt. Tritt dies öfters auf, so sollte die Hochspannung heruntersetzt werden.

32: Testmessung starten

Es wird eine Testmessung gestartet. Dabei wird jede Sekunde ein Messwert aufgenommen, der Messwert wird angezeigt und auf der seriellen Schnittstelle ausgegeben aber nicht im Gerät abgespeichert.

Diese Messart ist nützlich, wenn man ständig den aktuellen Wert beobachten möchte, wie z.B. beim Kalibrieren des Gerätes mit Lösungen bekannter Farbstoffkonzentration.

Bei einer Testmessung wird der Messbereich nicht automatisch gewählt.

41: Messung beenden

Die Messung wird beendet (auch eine eventuelle Testmessung).

42: Testmessung beenden

Die Messung wird beendet (auch eine eventuelle reale Messung).

51: Speicher auslesen

Die Messwerte werden mit Zeitangabe (Sekunden seit Programmstart) ausgegeben. Das Kommando dient zur Übertragung der Daten auf einen PC.

61: Speicher löschen

Der Datenspeicher wird überschrieben und der Zeiger auf die Adresse, an die die nächsten Daten gespeichert werden sollen, wird zurückgesetzt. Bevor das geschieht wird nachgefragt. Wird auf die Frage „Sure?“ ein Wert $\neq 0$ eingegeben, so wird der Speicher gelöscht.

5.2 Umstellen auf andere Farbstoffe

Um einen bestimmten Farbstoff zu benutzen, müssen Sie einerseits die gewünschte Lichtquelle auswählen und andererseits den richtigen Filter vor dem Photomultiplier einsetzen.

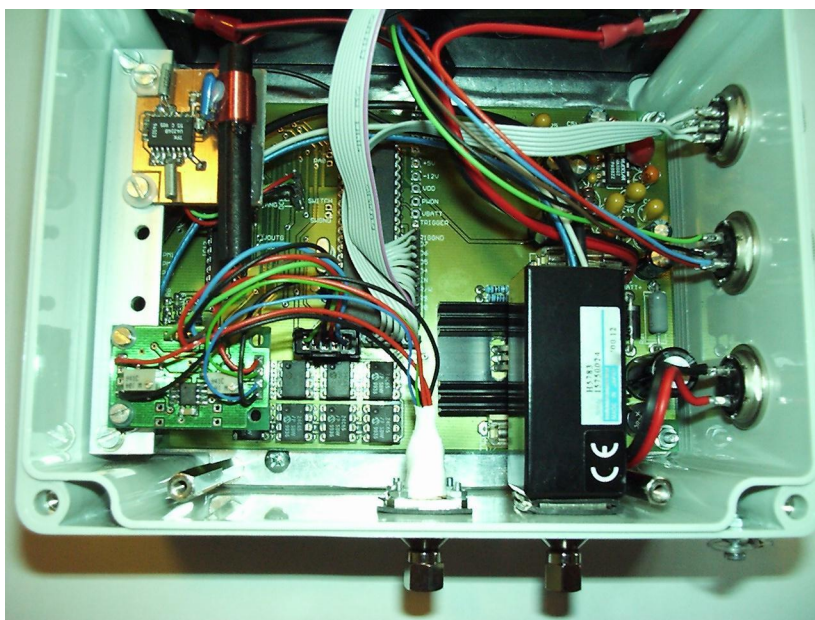


Abbildung 1: Ganz rechts sind die elektrischen Anschlüsse, unten liegen die optischen Anschlüsse. Das schwarze Kästchen unten rechts ist der Photomultiplier. Links daneben die Lichtquellen (bei diesem Gerät ist nur eine vorhanden). Links unten befindet sich die Regelschaltung für die Lichtstärke und links oben der Empfänger der Funkuhr.

5.2.1 Auswahl der Lichtquelle oder der Durchflussmesszelle

1. Vergewissern Sie sich, daß keine Messung läuft.
2. Stellen Sie das Gerät so vor sich, dass die Schrift lesbar ist und die optischen Anschlüsse zu Ihnen zeigen.
3. Schrauben Sie den Deckel des Gehäuses ab.
4. Schrauben Sie die Deckplatte mit der Kurzanleitung ab, heben Sie diese vorsichtig an und drehen Sie sie seitlich weg . (Vorsicht: die Anzeige ist mit dem Deckel noch durch ein Kabel verbunden!)
5. Von jeder Lichtquelle führen Kabel zu einer kleinen Leiterplatte (siehe Abb. 1. An dieser Leiterplatte ist ein 5-adriges Kabel mit einem Schwarzen Stecker. Das Kabel der ausgewählten Lichtquelle wird mit der Hauptplatine verbunden. Beim Abziehen des Steckers von der Hauptplatine muß eine kleine Lasche vom Stecker weggedrückt werden.
6. Soll die Durchflussmesszelle benutzt werden, so ist die 5-polige Anschlussbuchse mit der Leiterplatte zu verbinden.
7. Vergessen Sie nicht den Farbfilter vor dem Photomultiplier zu wechseln!
8. Befestigen Sie die Deckel wieder.

5.2.2 Wechseln des Farbfilters vor dem Photomultiplier

Der Farbfilter ist in die Buchse vor dem Photomultiplier eingeklebt. Wechseln Sie die komplette Buchse.

1. Vergewissern Sie sich, daß keine Messung läuft.
2. Schrauben Sie das Gerät wie in Abschnitt 5.2.1 beschrieben auf, soweit noch nicht geschehen.
3. **Sorgen sie für gedämpftes Licht!**
4. Schrauben Sie die 4 Schrauben an der Buchse vor dem Photomultiplier ab. Der Photomultiplier löst sich dabei.
5. Schieben Sie den Photomultiplier zur Seite und nehmen Sie den Filter und die 2 Dichtungen heraus.
6. Setzen Sie den neuen Filter und die beiden Dichtungen wieder ein. Die eine Dichtung befindet sich zwischen dem Gerätegehäuse und der Buchse (gegen Eindringen von Wasser), die zweite Dichtung zwischen Buchse und Photomultiplier (gegen eindringen von Licht). **Achten Sie unbedingt darauf, dass beide Dichtungen eingebaut werden!**
7. Schrauben Sie den Photomultiplier mit den 4 Befestigungsschrauben wieder fest. **Es handelt sich um Schrauben der Größe M2 und das Gegengewinde ist aus Kunststoff. Also nicht zu fest anziehen!**
8. Schließen Sie das Gehäuse wieder.

6 Hinweise zu Messungen

6.1 Allgemeine Hinweise

- Das Gerät hat eine geringe Temperaturdrift, die normalerweise vernachlässigt werden kann. Bei großen Temperaturschwankungen beachten Sie folgendes:

Die Drift wird im Wesentlichen durch den Photomultiplier hervorgerufen. Daher ist die Temperatur des Fluorometers, nicht die des Sondenkopfes bzw. des Mediums ausschlaggebend.

Der Effekt der Temperaturdrift lässt sich einfach ermitteln, indem man eine Messung mit konstanter Farbstoffkonzentration einige Tage im Freien oder einem nicht klimatisierten Raum durchgeführt werden. Da die Temperatur mitgemessen wird, kann dann die Korrelation zwischen Temperatur und Messwert leicht ermittelt werden.

Bedenken Sie dabei, dass einige Farbstoffe mit der Zeit abgebaut werden. Die Farbstoffkonzentration kann sich auch durch Absorption in Kunststoffbehältnissen und Schläuchen ändern. Verwechseln Sie diesen Effekt nicht mit einer Temperaturdrift.

- Zur Kalibrierung ist es am einfachsten eine Kontrollprobe zu nehmen, sobald das Fluorometer ein deutliches Signal anzeigt und diese dann im Labor zu analysieren. Damit ist man dann sicher dass auch Effekte, die vom Einbau der Sonden etc. stammen, berücksichtigt werden.

6.2 Messungen mit der faseroptischen Sonde

- Bei der Kalibrierung darf die Sondenspitze nicht auf dem Gefäßboden aufstehen, da sonst nicht genügend Fluoreszenzlicht entsteht.
- Vor der Sondenspitze muss sich ein gewisses Volumen Flüssigkeit befinden, damit genügend Fluoreszenzlicht entsteht. Die Sonde kann also z.B. nicht direkt in Sand gesteckt werden. Will man die Sonde z.B. bei einem Laborexperiment in Sand einbetten, ist ein kleiner Käfig aus feinmaschigem Drahtgeflecht an der Sondenspitze anzubringen, der vor der Sonde ein gewisses Volumen freihält. Dabei reichen einige mm aus. Je kleiner das Messvolumen desto kleiner das Fluoreszenzsignal und größer das Signal vom Streulicht.

6.3 Messungen mit der Durchflussmesszelle

- Achten Sie darauf, dass die Messzelle blasenfrei durchströmt wird.
- der Auslauf der Messzelle soll nicht tiefer liegen als der Einlauf, damit sie nicht auslaufen kann.
- Die Messzellen können zur Reinigung seitlich aufgeschraubt werden. Zum Säubern eignen sich Wattestäbchen. Bitte kein Aceton zur Reinigung benutzen!

7 Besonderheiten und Einschränkungen

- Die Batteriespannung wird immer dann aktualisiert, wenn ein Messwert aufgenommen wird. Andersherum heisst das, dass die Anzeige nicht aktualisiert wird, wenn nicht gemessen wird. Dies ist sehr unbefriedigend, ist jedoch ohne Änderung der Hardware momentan nicht anders möglich.