

D o k u m e n t a t i o n

Meßdatenerfassungssystem für Gasmengenänderungen

GASMESS

Stand 09 / 2008

MesSen Nord GmbH

Gesellschaft für Meß-, Sensor- und Datentechnik
Zum Forsthof 2
D-18198 Stäbelow bei Rostock

Tel.: +49 (38207) 656 - 0
Fax: +49 (38207) 656 - 66
e-mail: info@messen-nord.de

Ansprechpartner: S. Machka

Inhaltsverzeichnis		Seite
1.	Einleitung	4
2.	Verzeichnis der verwendeten Abkürzungen	4
3.	Einführung / Ablaufbeschreibung	5
4.	Systembestandteile	7
5.	Installation	8
6.	Softwarebedienung	10
7.	Wartungsarbeiten	17
8.	Einstellungen	17
9.	Bauteilliste / Ersatzteilliste	17
10.	Technische Daten	18
11.	Referenzen / Kontaktadressen	19

1. Einleitung

GASMESS ist ein PC-basiertes Erfassungssystem, welches es ermöglicht, Gasmengenänderungen in Form von

- Gasverbräuchen
- Gasentwicklungen

wie sie bei chemischen, physikalischen und biologischen Prozessen auftreten, unter isobaren Bedingungen zu erfassen.

Hierzu verfügt das System über einen Regelungsmechanismus, welcher auf Basis geringster Druckabweichungen Gasmengenänderungen durch Anpassung der Reaktionsvolumengröße kompensiert und gleichzeitig die Gasmengenänderung als Zeitreihe erfaßt.

2. Verzeichnis der verwendeten Abkürzungen

PID-Regler Standard-Reglerkonzept, basierend auf proportionalem, integrierendem und differenzierendem Regelanteil

3. Einführung / Ablaufbeschreibung

Die Meßapparatur GASMESS eignet sich zur automatisierten Durchführung, Überwachung, Protokollierung und Auswertung von Gasmengenänderungen, wie sie durch chemische Reaktionen, biologische oder physikalische Prozesse in Form von Gasmengenzunahmen (Gasentwicklungen) bzw. Gasmengenabnahmen (Gasverbräuchen) unter Normaldruck hervorgerufen werden können.

Dabei ist die Meßapparatur nicht nur in der Lage, den Gesamtumsatz des betreffenden Gases mit hoher Genauigkeit zu erfassen, sondern zeichnet sich durch die vollautomatische und kontinuierliche Erfassung des Momentanumsatzes aus. Die registrierten Daten erlauben die Analyse der Dynamik des untersuchten Prozesses.

Die apparative Grundlage stellt ein von Prof. Dr. Kurt Madeja 1986 in der Mathematisch-naturwissenschaftlichen Reihe der Ernst-Moritz-Arndt-Universität Greifswald erstmals publizierter und von Wissenschaftlern der Arbeitsgruppe "Asymmetrische Katalyse" des Institutes für Organische Katalyseforschung an der Universität Rostock mehrfach angewandter Versuchsaufbau dar, welcher von der Firma MesSen Nord weiterentwickelt wurde und inzwischen - nach einer Überarbeitung des Meßkonzeptes - als Serienprodukt vertrieben wird.

Grundlage der Messung von Gasvolumenänderungen ist die Messung und Konstanthaltung des Druckes im thermostatierten Reaktionsvolumen mit Hilfe eines Präzisions-Druckaufnehmers. Durch den zu beobachtenden Prozeß hervorgerufene Gasmengenänderungen führen zu sehr geringen Druckänderungen, welche durch Veränderung der Größe des Reaktionsvolumens sehr schnell ausgeglichen werden.

Dazu wird an das Reaktionsvolumen ein gasdichter und ebenfalls thermostatierter Kolbenprober gekoppelt, welcher mit Hilfe eines Schrittmotorantriebes bewegt wird. Aus der Verstellung des Proberkolbens gegenüber der Startposition kann somit (Druckkonstanz vorausgesetzt) direkt auf die kompensierte Gasmengenänderung geschlossen werden. Die Meßauflösung des Systems wäre damit durch die

mechanische Auflösung des Aufbaues vorgegeben, sie beträgt bei Standardbestückung mit einem 100 ml - Kolbenprober ca. 12 μ l.

Für sehr langsam verlaufende Prozesse bzw. bei Prozessen mit sehr geringem Gesamtgasumsatz besteht die Möglichkeit, entweder geringervolumige Kolbenprober einzusetzen oder zusätzlich die Druckinformation in die Gasumsatzberechnung einzubeziehen.

Hierfür wird mit Hilfe einer automatischen Softwarefunktion das Innenvolumen des Reaktionsvolumens bestimmt. Geringfügige und durch die mechanische Auflösung des Meßsystems bedingte Druckschwankungen können so zur Berechnung von Gasmengenveränderungen unterhalb der mechanischen Auflösungsgrenze des Systems verwendet werden.

Die Meßapparatur ist prinzipiell zur Erfassung aller Gasarten geeignet, für die Gase Wasserstoff, Acetylen und Kohlenmonoxid liegen bereits mehrjährige Einsatzerfahrungen vor.

4. Systembestandteile

Bediensoftware	<p>Windows NT, 9x, 2000 - lauffähige, graphische Bedienoberfläche, welche die Bedienung durch den Nutzer ermöglicht, Parametrierungen erlaubt, die Messungen online visualisiert sowie erste Auswertungen und Präsentationen der Meßresultate erlaubt</p> <p>Steuerung mehrerer Meßapparaturen von einem PC aus möglich, Software läuft neben bzw. im Hintergrund zu Standard-Bürosoftware</p> <p>Systemvoraussetzungen: PC ab 586/100 MHz mit freier serieller Schnittstelle, 16 MB RAM (NT: 32 MB), ca. 4 MB freier Festplattenspeicher</p>
Controllereinheit	<p>19“-Tischgerät, welches die Prozessoreinheit, die Schrittmotorsteuerung und die Stromversorgung enthält, realisiert unabhängig von der Leistungsfähigkeit bzw. Auslastung des PC die Echtzeit-Meßdatenerfassung, Druckregelung und Grenzwertüberwachung</p>
Meßaufbau	<p>Trägereinheit mit mechanischer Verfahreinheit, thermostatiertem Kolbenprober und Präzisions-Drucksensor, mit Prozeßanschluß</p>
Glastechnik (optional)	<p>beinhaltet einen mehrfach in der chemischen Grundlagenforschung erprobten Standard-Glasaufbau mit hochdichten Ventilen zum Anschluß von Prozeß, Füllgas, Vakuum sowie einen Blasenähler, thermostatiert</p>

5. Installation

5.1. Hardwareinstallation

Stellen Sie den Meßaufbau in unmittelbarer Nähe Ihres zu untersuchenden Prozesses auf. Der Meßaufbau ist so gestaltet, daß er in vielen Fällen eine direkte Integration des Prozeßaufbaues (Glastechnik, Reaktionsgefäß, Rührer) in die gelieferte mechanische Halterung ermöglicht.

Die Aufstellung des Steuergerätes muß durch die Länge der gelieferten Kabel (ca. 2m) in der Nähe des Meßaufbaues erfolgen.

Stellen Sie alle erforderlichen Verbindungen zwischen Meßaufbau und Steuergerät her und schließen Sie die Spannungsversorgung an, verbinden Sie danach das Steuergerät mit dem PC, auf welchem die Bediensoftware ausgeführt werden soll. Die Länge dieser Verbindung ist bis zu einer Kabellänge von ca. 30m unkritisch, evt. erforderliche Verlängerungskabel (Sub-D-Verlängerungen 9-polig) erhalten Sie bei Bedarf im Computerfachhandel oder über Ihren Laborfachhändler vom Hersteller der Meßapparatur.

Der Anschluß einer Thermostatierung an den Meßaufbau ist für die Inbetriebnahme nicht notwendig, sollte aber vor der Durchführung realer Messungen erfolgen.

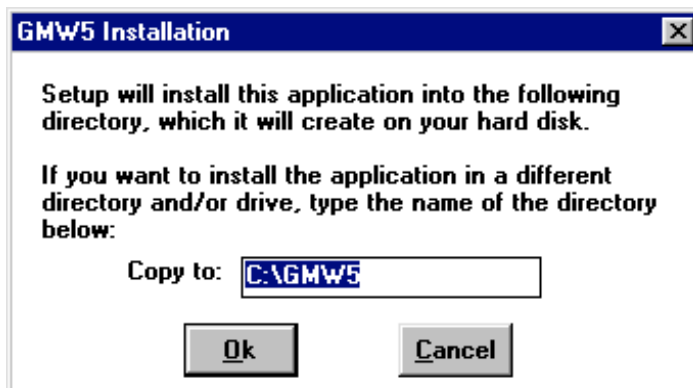
5.2. Softwareinstallation

Da es sich bei der im Lieferumfang enthaltenen Software um eine Standard-Windows-Anwendung handelt, ist die Installation wie von anderen Anwendungen bekannt vom Nutzer leicht selbst auszuführen. Bei Nutzern von Windows-NT ist die Freigabe entsprechender Rechte durch den Systemadministrator zu beachten.

Legen Sie zur Installation die Installationsdiskette in das Laufwerk A: ein.

Die Installation wird durch Betätigen des Buttons **Start** in der Taskleiste und durch Auswählen des Punktes **Ausführen** eingeleitet. Geben Sie in der erscheinenden Eingabezeile A:\SETUP ein und betätigen Sie die Taste **OK**.

Sie können, wie nachfolgend dargestellt, das Installationsverzeichnis für die Software auswählen. Wenn Sie das Standardverzeichnis beibehalten wollen, bestätigen Sie einfach mit **OK**.

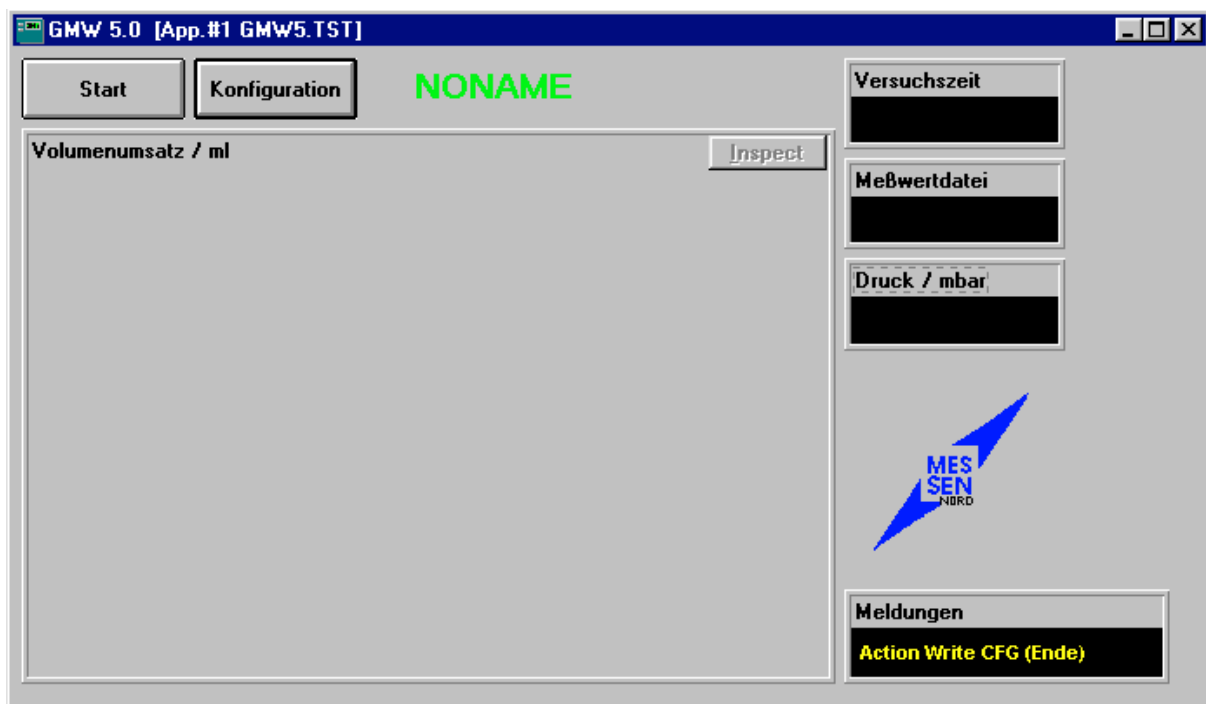


Die Anwendung wird im angegebenen Verzeichnis installiert, eine entsprechende Programmgruppe angelegt und das Programm im Startmenue eingetragen. Mit dem Erscheinen einer entsprechenden Meldung ist die Installation abgeschlossen.

6. Softwarebedienung

6.1. Programmstart

Sie starten die Meßsoftware über die Taskleiste Ihres Windows 9x bzw. NT - Systems oder aber über den entsprechenden Button Ihrer Windows-3.11-Oberfläche. Die Software erscheint mit dem nachfolgend dargestellten Startbildschirm.

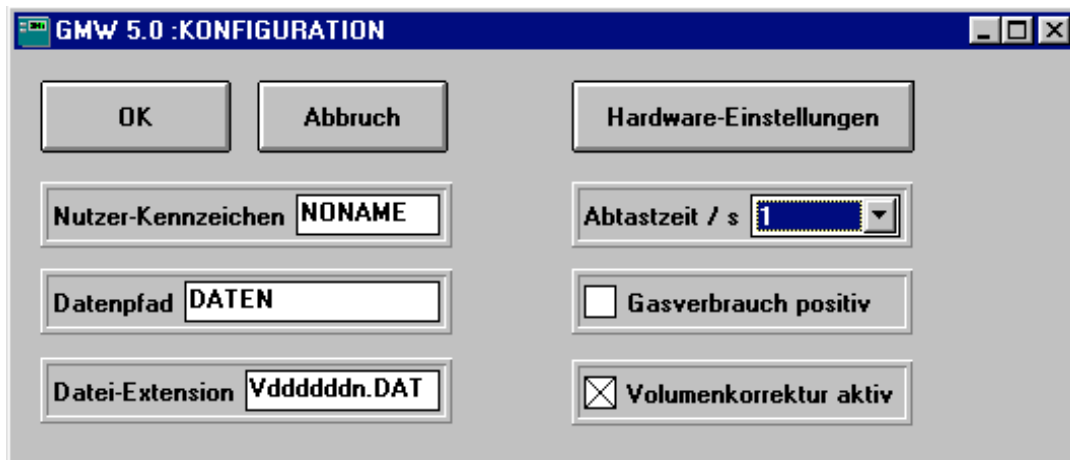


6.2. Konfiguration

Die Einstellungen des Konfigurationsfensters werden nach Installation der Software in der Regel einmalig vorgenommen. Alle Einstellungen werden von der Software automatisch gespeichert.

Im Unterfenster **Hardware-Einstellungen** befinden sich alle zur Anpassung der Software an den konkreten Hardwareaufbau notwendigen Einstell- und Kalibrierwerte, so zum Beispiel die Daten des verwendeten Kolbenprobers. Diese Werte sind bereits in der ausgelieferten Softwareversion korrekt für das betreffende Gerät eingestellt. Veränderungen an den Hardwareparametern sind prinzipiell möglich, der Hersteller hält dazu weitergehendes Informationsmaterial bereit.

Konfiguration der Meßsoftware:



Nutzer-Kennzeichen	Wird bei der Steuerung mehrerer Meßapparaturen von einem PC aus benötigt, um die Geräte zu unterscheiden
Datenpfad	Zielpfad für die Meßwertdateien
Datei-Extension	Bildungsvorschrift für die Namen der Meßwertdateien: Großbuchstaben=feste Namensteile d=Datum n=Nummer des Versuches am Datum
Abtastzeit / s	Rate der Meßdatenerfassung, 1s ... 60 s
Gasverbrauch positiv	Für Gasverbrauchende Prozesse, hat Einfluß auf die Stellung des Kolbenprobers bei Messungsbeginn
Volumenkorrektur aktiv	Verfeinerung der Meßauflösung durch Umrechnung von Druckschwankungen in Volumenänderungen (vgl. Abschnitt 1.)

6.3. Messungsdurchführung

Vor Start der Meßdatenerfassung werden Sie zur Eingabe / Bestätigung des Namens der Meßwertdatei aufgefordert. Die Software schlägt Ihnen dabei automatisch einen entsprechen der im Konfigurationsfenster festgelegten Bildungsvorschrift erzeugten Dateinamen im Zielverzeichnis vor.



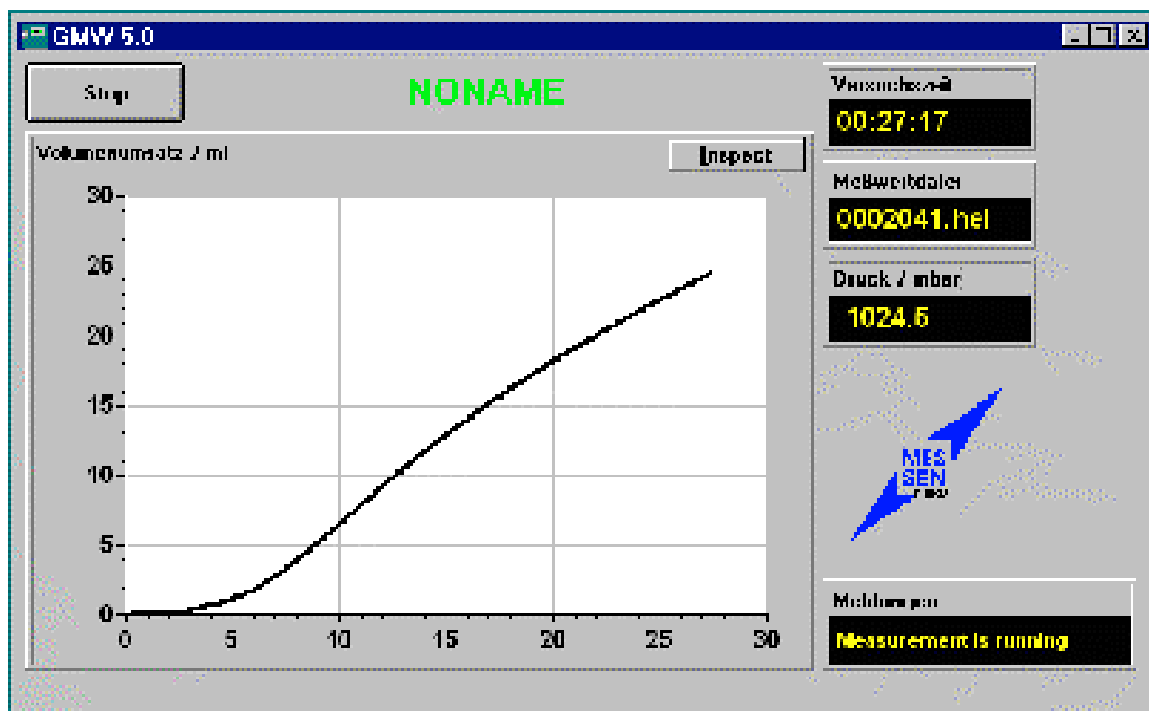
Nach Bestätigung des Dateinamens erscheint das sogenannte Justagefenster, welches Ihnen die Vorbereitung des Prozesses auf die Meßwerterfassung ermöglicht. Um die Einstellung des Arbeitsdruckes bzw. eine ggf. notwendige Äquilibrierung des Lösungsmitteldampfdruckes im Reaktionsraum zu unterstützen, wird der gemessene Innendruck kontinuierlich angezeigt.



Wurde im Konfigurationsfenster die Option **Volumenkorrektur** aktiviert, so wird vor Start der Meßdatenerfassung die Messung des Gesamt-Innenvolumens erzwungen und erst danach die Start-Taste freigeschaltet. Die Innenvolumenmessung erfolgt vollautomatisch.

Nach Betätigung des Buttons **Start Meßwerterfassung** wird

- der aktuelle Innendruck des Systems bestimmt
- die Druckregelung aktiviert, welche ein Konstanthaltung des Druckes auf dem Startwert realisiert
- der Volumenumsatz kontinuierlich gemessen und graphisch angezeigt



Die Meßdatenerfassung wird fortgesetzt bis

- die maximale Umsatzmenge der Meßeinrichtung erreicht ist (Standard 100 ml ab Start)
- der Nutzer die Erfassung durch Betätigung des Buttons **Stop** beendet.

Während der Messung werden Druck- und Volumenmeßwerte kontinuierlich von der Meßsoftware ermittelt und sowohl als Dezimalwert als auch in einer Meßkurve angezeigt. Maßgeblich für die übertragene Datenrate ist dabei die im Konfigurationsfenster eingestellte Abtastrate von minimal 1 Sekunde.

Nach Beendigung der Meßdatenerfassung wird eine Meßwertdatei entsprechend der erfolgten Namensvorgabe erzeugt und steht für weitere Bearbeitungsschritte zur Verfügung.

Das Grafikmodul der Meßsoftware besitzt integrierte Funktionen, welche es dem Nutzer ermöglichen, bereits während der Meßdatenaufnahme und natürlich auch nach Versuchsende die Meßwertgrafik zu zoomen, auszuschneiden, zu skalieren bzw. die Achsen zu bearbeiten und die Resultate zu drucken.

6.4. Auswertung der Meßkurven

Die Meßdatenerfassungssoftware GASMESS kann naturgemäß nicht die spezialisierten Auswertungsmethoden aller wissenschaftlichen Anwendungsgebiete zur Verfügung stellen.

In vorangegangenen Programmversionen wurde auf die Integration von Auswertungsalgorithmen vollständig verzichtet und statt dessen unter dem Produktnamen CANALYS ein vom Hersteller entwickeltes auf kinetische Analysen in der Organischen Katalyseforschung spezialisiertes Softwareprodukt angeboten.

Funktionsübersicht CANALYS

Funktion	Erläuterung
Darstellung der Meßkurve / Ausdruck	Grundlegende Funktion des eingesetzten Grafikobjektes, erlaubt Skalierung, Benennung und Gestaltung von Diagrammen und ist für alle graphischen Darstellungen verfügbar
Ausschneiden von Kurvenbereichen	Gestattet das Ausschneiden von Teilbereichen der Meßkurve und den wahlweisen Bezug der Startwerte von Abszisse bzw. Ordinate des Ausschnittes auf Null
Umrechnung in Stoffmengen	Entsprechend des verwendeten Gases wird der Gasumsatz in Molvolumina umgerechnet. Das Realgasverhalten kann über die temperaturabhängigen 2. und 3. Virialkoeffizienten bestimmt werden.

Umrechnung in Stoffmengenkonzentrationen	Entsprechend des verwendeten Gases wird der Gasumsatz über reale Molvolumina in Konzentrationen umgerechnet. Das Realgasverhalten wird über die temperaturabhängigen 2. und 3. Virialkoeffizienten bestimmt.
Differentiation der Meßkurve	Zu einer ersten Bestimmung der Gasumsatzgeschwindigkeit wird die Meßreihe nach dem 7-Punkte-Verfahren differenziert.
Lineare Regression	Regression der Meßkurve bzw. ihrer Bearbeitungsstufen nach linearem Ansatz
Nichtlineare Regression	Regression der Meßkurve bzw. ihrer Bearbeitungsstufen nach nichtlinearem Ansatz (Polynom n-ter Ordnung)
Datenexport	Die Meßdaten können in jedem der o.g. Bearbeitungsschritte als Datei exportiert werden.

7. Wartungsarbeiten

Allgemeine Arbeiten:

- a.) Kontrolle aller Befestigungsschrauben und Steckverbindungen auf festen Sitz.
- b.) Visuelle Beurteilung der Dichtheit des Thermostatierzylinders

8. Einstellungen

Einstellungen sind nach dem Tausch einzelner Komponenten notwendig und werden in der Regel vom Hersteller ausgeführt.

9. Bauteilliste / Ersatzteilliste

Pos.	Benennung	Einbauzahl
1	Motorcontroller GASMESS 19"-Einschub	1 Stück
2	Steuerung GASMESS 19"-Einschub	1 Stück
3	Netzteil GASMESS 19"-Einschub	1 Stück
4	Linearachse GASMESS	1 Stück
5	Drucksensor GASMESS	1 Stück
6	Kolbenprober mit Thermostatzyylinder	1 Stück

12. Technische Daten

Versorgungsspannung	230 V AC, 50 Hz Anschluß nur an schutzgeerdete Netze nach DIN VDE 0100 Teil 540/86
Anschlußleistung	<50 VA
Schutzklasse	IP 40
rel. Luftfeuchte :	kleiner 85%, nichtkondensierend
Druckbereich	960 ... 1060 mbar
Gesamtumsatz	100 ml
Umsatzgeschwindigkeit	0,02 ... 20 ml / min
Volumenauflösung	12 µl
Zeitauflösung	1 s
Umgebungstemperatur :	5 - 30 °C
Temperatur	15 .. 40 °C

Das Gerät ist nicht explosionsgeschützt nach DIN VDE 0100 Teil 720, explosionsfähige Gaskonzentrationen sind durch Be- und Entlüftung des Experimentierraumes zu verhindern.

13. Referenz- und Kontaktadressen

Fachhändler	Armin Baack Bedarf und Technik für Labor und Medizin Werner-von Siemens-Str. 1b 19061 Schwerin	Tel.: +49 385 / 30008-66 Fax: -68 Funk: +49 172 / 3818948 www.baacklab.de
Hersteller	MesSen Nord GmbH Dipl.-Ing. Steffen Machka Zum Forsthof 2 18198 Stäbelow	Tel.: +49 38207 / 656-16 Fax: -66 www.messen-nord.de
Wissenschaftl. Betreuung	PD Dr. Detlef Heller Leibniz-Institut für Organische Katalyseforschung an der Universität Rostock Albert-Einstein-Str. 29a 18059 Rostock	Tel. +49 381 1281 183 Fax +49 381 1281 5000 Detlef.Heller@catalysis.de