



**METTLER TOLEDO**  
Prozessanalytik

Theorie der  
Sauerstoffmessung

Qualitätsmessungen  
für Inline-Anwendungen

Arbeitsprinzipien  
für optimale Ergebnisse

## **Bewährte Arbeitsverfahren** für optische Gelöstsauerstoff-Sensoren

**METTLER TOLEDO**

## Inhaltsverzeichnis

|  |   |           |
|--|---|-----------|
| <b>1</b>   | <b>Hintergrund</b>  | <b>3</b>  |
| <b>2</b>   | <b>Theorie der Sauerstoffmessung</b>  | <b>3</b>  |
| 2.1  | Sauerstoffpartialdruck  | 3         |
| 2.2  | Sättigung vs. Konzentration   | 4         |
| 2.3  | Löslichkeit – Sauerstoffkonzentration   | 5         |
| 2.4  | Optische Sauerstoffmessung  | 6         |
| 2.5  | Temperatur  | 7         |
| 2.6  | Strömungsabhängigkeit   | 7         |
| 2.7  | Sensoraufbau  | 7         |
| <b>3</b>   | <b>Kommunikationsmöglichkeiten</b>  | <b>7</b>  |
| 3.1  | Digitale RS485-Kommunikation  | 8         |
| 3.2  | Simuliertes amperometrisches Sensorsignal   | 8         |
| <b>4</b>   | <b>Sensorkalibrierung</b>   | <b>9</b>  |
| 4.1  | Kalibrieranforderungen  | 9         |
| 4.2  | Kalibriermethoden   | 10        |
| 4.2.1  | Zweipunktkalibrierung   | 10        |
| 4.2.2  | Einpunktkalibrierung  | 10        |
| 4.2.3  | Prozesskalibrierung   | 10        |
| 4.2.4  | Prozessskalierung   | 10        |
| 4.2.5  | Simulierte amperometrische<br>Standardisierung  | 11        |
| <b>5</b>   | <b>Alterung, Stabilitätskontrolle und<br/>Kalibrierempfehlungen für optische Sensoren</b> | <b>11</b> |
| 5.1  | Stabilitätskontrolle  | 12        |
| 5.2  | Empfohlene Kalibrierhäufigkeit  | 12        |
| <b>6</b>   | <b>Herausforderungen optischer O<sub>2</sub>-Messungen</b>                                | <b>13</b> |
| 6.1  | Sensorbedingte Probleme   | 13        |
| 6.1.1  | Verschleiß und Beschädigungen<br>der OptoCap  | 13        |
| 6.2  | Medienbedingte Probleme   | 14        |
| 6.3  | Äußerlich bedingte Probleme   | 15        |
| 6.3.1  | Luffeinschlüsse   | 15        |
| 6.3.2  | Bewuchs   | 15        |
| 6.3.3  | Schwankender Systemdruck  | 15        |
| <b>7</b>   | <b>Intelligent Sensor Management (ISM)</b>  | <b>15</b> |
| 7.1  | Dynamische Anzeige der Lebensdauer (DLI)  | 15        |
| 7.2  | Adaptiver Kalibriertimer (ACT)  | 16        |
| 7.3  | Gesamtbetriebsdauer OptoCap (tooCap)  | 16        |
| 7.4  | Kalibrierhistorie   | 17        |
| 7.5  | LED-Kontrolle   | 17        |
| 7.5.1  | Automatische Abschaltung<br>bei hoher Temperatur  | 17        |
| 7.5.2  | LED-Abschaltung durch den Sensor  | 17        |
| 7.5.3  | Fernabschaltung durch die Hold-Funktion   | 17        |
| <b>8</b>   | <b>Sensorwartung</b>  | <b>18</b> |
| 8.1  | Ansprechprüfung   | 18        |
| <b>ANHANG A: Beispiele für In-Situ-Fehlersuche</b> |   | <b>19</b> |

# 1 Hintergrund

Sauerstoff macht ein Fünftel der Erdatmosphäre aus und ist eines der wichtigsten Elemente. Durch die Verbindung von Sauerstoff mit anderen Stoffen wird in lebenden Zellen Energie freigesetzt. Leben ist jedoch nur möglich, wenn die Sauerstoffkonzentration innerhalb bestimmter Grenzen liegt. Daher sind Sauerstoffmessungen so wichtig. Der Sauerstoff wurde in der Wissenschaft erst vor 200 Jahren entdeckt, Analyseverfahren sind sogar erst seit dem letzten Jahrhundert verfügbar.

Heute gibt es viele Methoden und Verfahren für die membranbasierte Sauerstoffmessung in sowohl wässrigen als auch gasförmigen Medien. METTLER TOLEDO bietet zwei grundlegende Verfahren für die Sauerstoff-

bestimmung an – die amperometrische und die optische Methode. Das amperometrische Verfahren wird seit Jahrzehnten erfolgreich in verschiedenen Branchen und Anwendungsbereichen eingesetzt. Es geht direkt auf die Forschungsbemühungen Dr. Clarks und die Anfänge der Polarographie zurück und hat sich mittlerweile zu einer robusten und zuverlässigen Technologie entwickelt. Die Amperometrie ist das vorherrschende Verfahren in der gesamten biotechnischen Industrie und stellt die

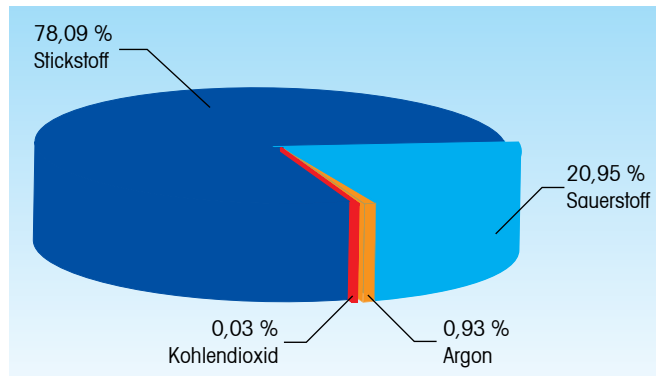


Abbildung 1: Atmosphärische Gaskonzentrationen

wichtigste Technologie für Messungen in Fermentationsanwendungen dar. Die optische Sauerstoffbestimmung ist zwar ein relativ neues Verfahren, hat jedoch in der Biotechnologie und in der Getränkeindustrie bereits breite Anerkennung gefunden. Beide Verfahren sind zuverlässig und werden in Anwendungen in allen Bereichen der Prozessindustrie eingesetzt. Aufgrund des geringeren Wartungsaufwands und der daraus folgenden längerfristigen Zuverlässigkeit gegenüber amperometrischen Systemen erfreut sich das optische Verfahren jedoch zunehmender Anerkennung und breiterer Nutzung in biotechnischen Anwendungen.

Das vorliegende Dokument konzentriert sich auf bewährte Arbeitsverfahren für den Einsatz von Gelöstsauerstoff-Sensoren der Reihe InPro 6860i von METTLER TOLEDO in biotechnischen Fermentationsprozessen. Es enthält einen Überblick über die Messtechnik, Hinweise zu verschiedenen Einflussfaktoren auf Messungen, eine Einführung in die Vorteile des Intelligent Sensor Management (ISM<sup>®</sup>) sowie gängige Verfahren zur Fehlersuche und -behebung. Es soll Inhabern und Anwendern bei der Entwicklung von Best Practices für die Bedienung und Wartung ihrer InPro 6860i-Systeme behilflich sein, lässt sich jedoch auch als allgemeiner Leitfaden für alle optischen Gelöstsauerstoff-Messungen in biotechnischen Fermentationsanwendungen verwenden.

## 2 Theorie der Sauerstoffmessung

### 2.1 Sauerstoffpartialdruck

Nach dem Henry-Gesetz ist die Konzentration eines Gases in einer Flüssigkeit mit bekanntem Volumen direkt proportional zum Partialdruck ( $p$ ) des entsprechenden Gases über der Flüssigkeit (siehe Abbildung 2). Dies ist für alle Sauerstoffmessungen ein äußerst wichtiger Faktor. Das Verständnis des Einflusses des Partialdrucks ist entscheidend für eine erfolgreiche Überwachung von Sauerstoff sowohl in Flüssigkeiten als auch in Gasen.

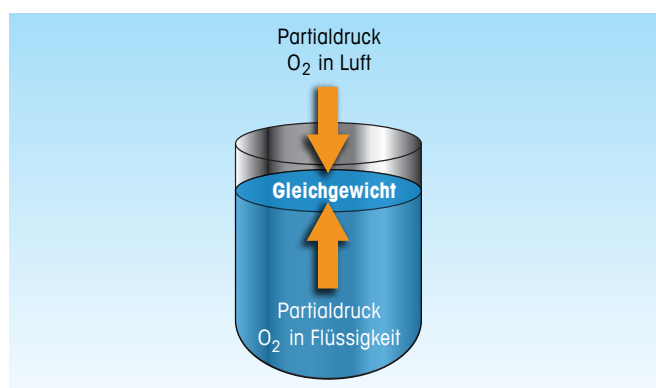


Abbildung 2: Beispiel für das Henry-Gesetz

Luft ist beispielsweise ein Gasgemisch, zu dessen Gesamtdruck der Sauerstoff ungefähr 21 Prozent beiträgt. Wenn Sie etwa ein Luftvolumen bei Normaldruck von 760 mm Hg betrachten, dann ist der Sauerstoff für 21 Prozent dieses Drucks, also 160 mm Hg, verantwortlich. Dies ist der Partialdruck des Sauerstoffs ( $p_{O_2}$ ) in diesem Gemisch.

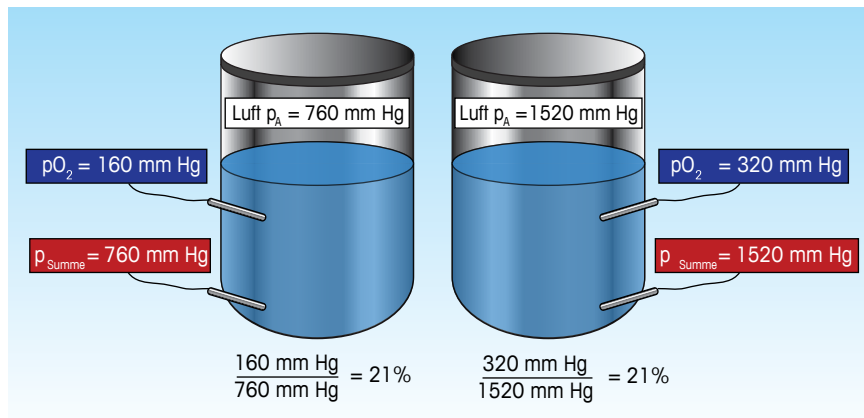


Abbildung 3: Zusammenhang zwischen  $p_{O_2}$  und  $O_2$

Wie aus Abbildung 3 hervorgeht, geht eine Verdoppelung des Systemgesamtdrucks auf 1520 mm Hg mit einer Verdoppelung des Partialdrucks auf 320 mm Hg einher. Der relative Sauerstoffanteil verbleibt bei 21 Prozent. Der Sensor und der Transmitter würden jedoch einen Anstieg der Sauerstoffkonzentration auf das Zweifache feststellen, da der Sensor nur auf den Sauerstoffpartialdruck reagiert. Daher ist es für genaue Messungen äußerst wichtig, dass der Sauerstofftransmitter oder das System den Systemdruck berücksichtigt und den Messwert entsprechend korrigiert.

Die Umrechnung des Sauerstoffpartialdrucks in den prozentualen Sauerstoffanteil bei anderen Drücken ist folgendermaßen möglich:

$$\% O_2 = \frac{\text{gemessener Sauerstoffgehalt} \times p_A}{\text{Systemdruck}}$$

Entsprechend dem Henry-Gesetz beeinflusst der Partialdruck Sauerstoffsensoren in Systemen, die komprimierte Gase im Gasraum der überwachten Behälter enthalten. Geschlossene und vollständig mit Flüssigkeit gefüllte Systeme erfordern keine Systemdruckkompensation.

## 2.2 Sättigung vs. Konzentration

**Sättigung (% Luft, %  $O_2$ )** beschreibt den relativen Sauerstoffgehalt in Prozent bezogen auf den erwarteten Gleichgewichtswert in der Gasphase. Gemäß dem Henry-Gesetz steigt der Sauerstoffpartialdruck  $p_{O_2}$  mit zunehmendem Systemdruck. Die tatsächliche prozentuale Sättigung erhöht sich jedoch nicht. Um in Systemen mit dynamischen Schwankungen des Staudrucks eine genaue Messung der prozentualen Sättigung zu gewährleisten, ist bei der Messung eine Druckkompensation erforderlich. Ohne Druckkompensation würden die Messwerte abhängig von Schwankungen des Systemstaudrucks variieren, selbst wenn der absolute Sauerstoffgehalt unverändert bliebe.

**Konzentration (ppm, ppb, mg/l)** gibt die absolute Sauerstoffmenge in einer Flüssigkeit während der Messung an. Die Sauerstoffkonzentrationswerte ändern sich mit schwankendem Staudruck. Druckkorrekturen sind daher nicht erforderlich.

**Flüssigkeitssäulendrücke** haben an und für sich wenig Einfluss auf Sauerstoffmessungen bis zu einer Höhe von 100 m. Allerdings erfolgt die Luftzufuhr in Fermentationsprozessen in der Regel vom Behälterboden aus. In diesem Fall korreliert der Sauerstoffpartialdruck in der Flüssigkeit mit dem Druck in der

Luftblase, der wiederum durch den Säulendruck beeinflusst wird. Da es sich bei der Sättigung um ein relatives Maß handelt, wird der Einfluss von Luftblasen auf den Flüssigkeitssäulendruck bei optischen Messungen am besten durch ein Prozessskalierungsverfahren kompensiert, wie es in Kapitel 4.2.4 dieses Dokuments beschrieben wird.

**Anmerkung:** Transmitter von METTLER TOLEDO ermöglichen die manuelle Eingabe des Systemdrucks zu Kompensationszwecken. Einige Transmitter lassen sich außerdem über ein Bus-Netzwerk mit dem analogen (4–20 mA) oder digitalen Signal eines externen Drucksensors konfigurieren, um Gasraum- und Systemdrücke dynamisch zu kompensieren.

### 2.3 Löslichkeit – Sauerstoffkonzentration

Gase sind in unterschiedlichem Maße in Flüssigkeiten löslich. Diese Löslichkeit, ausgedrückt als Molenbruch, ist proportional zum Partialdruck des Gases über der Flüssigkeit (Henry-Gesetz). Für die meisten Gelöstsauerstoff-Anwendungen ist die gewünschte Einheit der Sauerstoffkonzentration «parts per million», ppm (bei einer Flüssigkeitsdichte mit der Dichte 1 g/cm<sup>3</sup> ist ppm = mg/l O<sub>2</sub>). Der Molenbruch lässt sich leicht in diese Einheit umrechnen. Sauerstoffmessungen hängen allerdings vom Sauerstoffpartialdruck und von der Sauerstoffdurchlässigkeit der Membran ab, nicht von der Sauerstofflöslichkeit in den Lösungen. Die Sauerstoffkonzentration in mg/l O<sub>2</sub> (CL) lässt sich daher mit einem Sensor nicht direkt bestimmen. Gemäß dem Henry-Gesetz ist die Sauerstoffkonzentration proportional zum Sauerstoffpartialdruck (pO<sub>2</sub>).

$$CL = pO_2 \times \alpha$$

$\alpha$  = Löslichkeitsfaktor

Wenn « $\alpha$ » konstant ist, lässt sich die Sauerstoffkonzentration mit einem Sensor bestimmen. Dies gilt bei konstanter Temperatur und für verdünnte wässrige Lösungen wie etwa Trinkwasser. Nicht nur die Temperatur hat einen großen Einfluss auf den Löslichkeitsfaktor, sondern auch die Zusammensetzung der Lösung:

| Medium, luftgesättigt | Löslichkeit bei 20 °C und 760 mm Hg |
|-----------------------|-------------------------------------|
| Wasser                | 9,2 mg O <sub>2</sub> /l            |
| mol/l KCl             | 2 mg O <sub>2</sub> /l              |
| 50 % Methanol-Wasser  | 21,9 mg O <sub>2</sub> /l           |

Trotz großer Unterschiede in der Löslichkeit liefert der Gelöstsauerstoff-Sensor in allen drei Lösungen dieselben Messwerte. Daher ist die Bestimmung der Sauerstoffkonzentration nur möglich mit konstanten und bekannten Löslichkeitsfaktoren « $\alpha$ ». Die Löslichkeit lässt sich mittels einer Winkler-Titration oder nach dem von Käppli und Fiechter entwickelten Verfahren bestimmen.

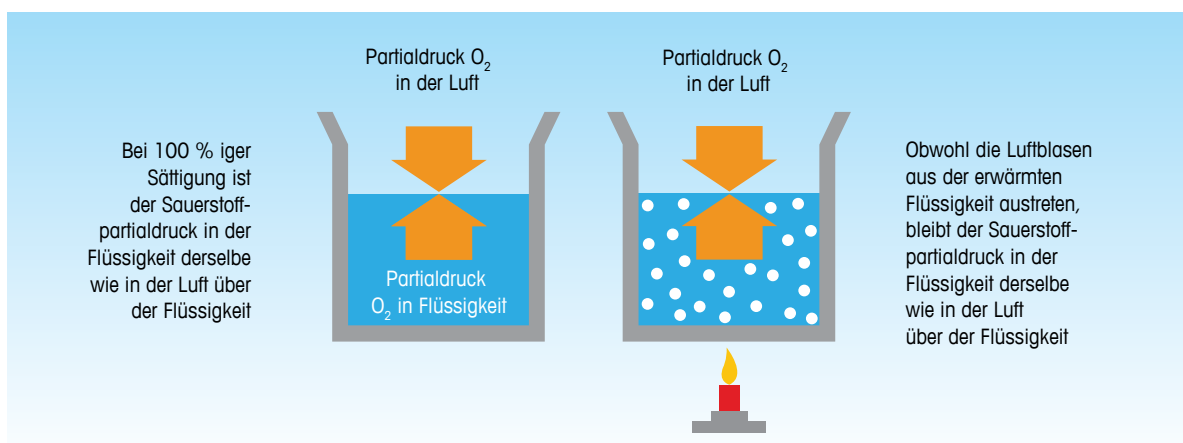


Abbildung 4: Zusammenhang zwischen prozentualer Sättigung und Konzentration

## 2.4 Optische Sauerstoffmessung

Die optische Sauerstoffsensortechnik basiert auf einer optischen Nachweismethode, die oft als «Fluoreszenzlichtlöschung» bezeichnet wird. Im Gegensatz zur amperometrischen Clark-Elektrode, die eine Sauerstoffredoxreaktion an der Elektrode erfasst, beruht das optische Verfahren auf der Energieübertragung zwischen einem fluoreszierenden Chromophor (Fluorophor) und Sauerstoff.

Ein in der Sensorspitze eingebetteter Fluorophor wird mit grün-blauem Licht von einer LED angestrahlt. Der Fluorophor nimmt die Energie auf und gibt einen Teil dieser Energie in Form von rotem Fluoreszenzlicht wieder ab. Ein Detektor im Sensor erfasst das emittierte Fluoreszenzlicht und misst dessen Intensität und Lebensdauer. (Siehe Abbildung 5 für das Beispiel eines Querschnitts durch einen optischen Sensor.)

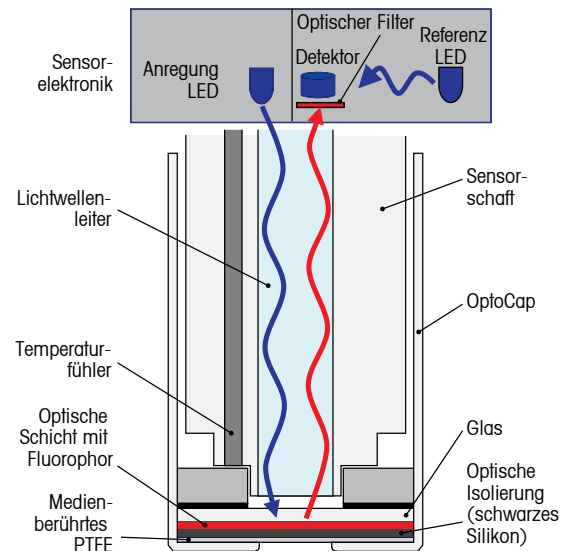


Abbildung 5: Querschnitt durch einen optischen Sensor

- Wenn Sauerstoff vorhanden ist, überträgt der Fluorophor einen Teil der aufgenommenen Energie auf die Sauerstoffmoleküle. Der Sauerstoff nimmt die Energie auf und gibt sie als Wärme an die Umgebung ab, wodurch es zu Schwankungen in der Intensität und der Lebensdauer der Fluoreszenz kommt. Die Gesamtintensität und die Dauer der Fluoreszenz stehen in einer direkten Beziehung zum Sauerstoffpartialdruck im Medium und bilden die Grundlage für genaue Messungen.
- Zur Analyse der Fluoreszenzlebensdauer wird eine Referenz-LED verwendet, um deren Messungen mit denen an der Fluorophorschicht zu vergleichen. Das Anregungslicht der Referenz-LED ist mit einer konstanten Frequenz gefaktet, das emittierte Fluoreszenzlicht weist dieselbe Taktung auf, allerdings mit einer zeitlichen Verzögerung gegenüber dem Anregungslicht. Diese Zeitverzögerung wird als Phasenverschiebung oder Phasenwinkel ( $\phi$ ) bezeichnet.
- Die Phasenverschiebung ist abhängig vom Sauerstoffgehalt und folgt der Stern-Volmer-Gleichung. Sensoren sind daher in der Lage, die Sauerstoffkonzentration aus dem gemessenen Phasenwinkel  $\phi$  zu errechnen. Höhere Sauerstoffkonzentrationen absorbieren mehr Energie, sodass weniger Energie zur Aussendung des Fluoreszenzlicht zur Verfügung steht. Dies verursacht wiederum eine kleinere Phasenverschiebung als in Proben mit geringeren Sauerstoffkonzentrationen. In Abbildung 6 werden  $\phi$ -Messwerte bei hohen und niedrigen Sauerstoffkonzentrationen miteinander verglichen.

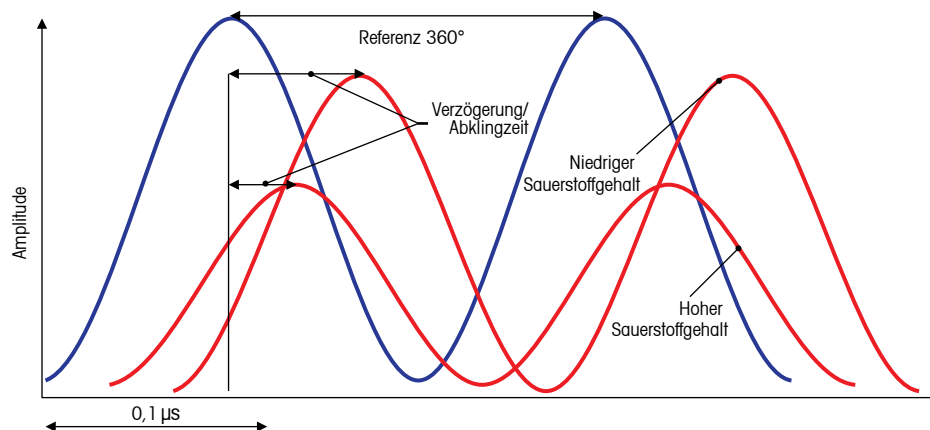


Abbildung 6: Messung der  $O_2$ -Phasenverschiebung

- Wie bereits erwähnt, wird mit optischen Sauerstoffmessungen die Fluoreszenz-Abklingdauer (Phase) der Fluorophorschicht bei kurzzeitiger Bestrahlung mit einer LED überwacht. Die Phase wird mit einer Referenzmessung verglichen, um eine Phasenverschiebung  $\phi$  zu bestimmen. Die Änderungen der Phasenverschiebung bei verschiedenen Konzentrationen sind nicht linear und lassen sich mit einer Stern-Volmer-Gleichung berechnen, sobald die ersten zwei Punkte bekannt sind. Die Ergebnisse lassen sich als Kalibrierkurve darstellen.

## 2.5 Temperatur

Die Temperatur hat Einfluss auf die Abbaurrate des Fluorophors, wobei höhere Temperaturen den Zerfall beschleunigen. Die Abbaurrate wird weiter beschleunigt, wenn optische Sensoren aktive Messungen bei erhöhten Temperaturen vornehmen. Daher sollten Sauerstoffmessungen nicht unter CIP- und SIP-Bedingungen vorgenommen werden.

## 2.6 Strömungsabhängigkeit

Im Gegensatz zu amperometrischen Sensoren sind optische Sensoren nicht strömungsabhängig, da während der Messung kein Sauerstoff verbraucht wird.

## 2.7 Sensoraufbau

Sensoren der Reihe InPro 6860i bestehen aus einem Sensorkopf, in dem die Elektronik und die LED-Lichtquelle untergebracht sind, einem Sensorschaft mit Lichtwellenleiter sowie einer OptoCap mit der optischen Fluorophorschicht und einer gasdurchlässigen Membran. Die Speisung der Sensoren erfolgt über den Transmitter oder über eine externe 24-V-Gleichstromquelle.

Die Sauerstoffmoleküle wandern durch die Membran in die OptoCap und absorbieren die Lichtenergie der LED-Lichtquelle. Diese Energieabsorption durch den Sauerstoff verringert den für die Fluoreszenzanregung des Fluorophors zur Verfügung stehenden Energiebetrag. Die Verringerung der Anregung wird gemessen und dient zur Berechnung des Sauerstoffanteils im Medium.

Optische Sensoren der Reihe InPro 6860i arbeiten mit einer medienberührten PTFE-Membran über einer relativ dicken Silikon-Membran. Beide sind in hohem Maße durchlässig für Sauerstoffmoleküle. Die in eine organische Matrix eingebettete Fluorophorschicht befindet sich hinter dem Silikon. Die PTFE- und die Silikonschichten schützen die Fluorophorschicht vor direkter Medienberührung, aber auch vor der Diffusion anderer Chemikalien aus der Probelösung in die Fluorophorschicht.

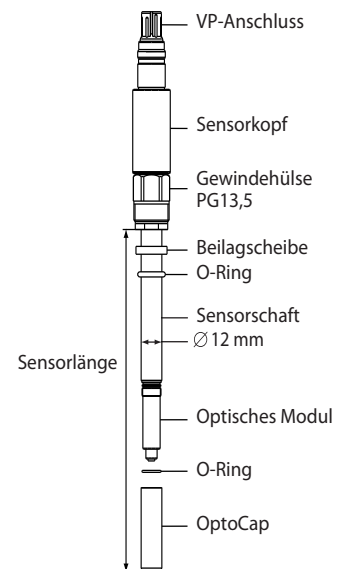


Abbildung 7: Aufbau eines InPro 6860i-Sensors

## 3 Kommunikationsmöglichkeiten

Die Sensoren der Reihe InPro 6860i ermöglichen sowohl die digitale Kommunikation über RS485 als auch einen simulierten Betrieb als amperometrische Sauerstoffsensoren. Unterstützt wird die RS485-Kommunikation mit ausgewählten Transmittern von METTLER TOLEDO. Gerade für neue Installationen ist sie ideal geeignet. Der simulierte amperometrische Betrieb hingegen erlaubt die nachträgliche Integration von InPro 6860i-Sensoren in bestehende Anlagen oder den Anschluss an die unterschiedlichsten Biocontroller.



### 3.1 Digitale RS485-Kommunikation

RS485-Kommunikation bietet optimale Leistung und höchste Funktionalität durch digitale Kommunikation mit ausgewählten METTLER TOLEDO Transmittern. Die bidirektionale Kommunikation zwischen Sensor und Transmitter schöpft das gesamte Potenzial eines dank Intelligent Sensor Management (ISM) noch leistungsstärkeren Systems aus. ISM bietet neben anderen Funktionen auch den «Plug and Measure»-Betrieb, bei dem die Sauerstoffmessung unmittelbar nach der Installation zur Verfügung steht. Die Sensoren werden automatisch erkannt und alle relevanten Daten werden auf den Transmitter hochgeladen. In Kapitel 7.0 des vorliegenden Dokuments wird näher auf die Vorteile des Einsatzes von ISM mit InPro 6860i-Sensoren eingegangen.

Ausgewählte METTLER TOLEDO Transmitter, mit Ausnahme der über digitale Bus-Netzwerke gespeisten, versorgen die Sensoren außerdem mit Strom, was die Installation erheblich vereinfacht. Bei Bus-gespeisten METTLER TOLEDO Transmittern hingegen benötigen die InPro 6860i-Sensoren eine Bus-unabhängige 24 V Gleichstromversorgung mit 800 mW.

### 3.2 Simuliertes amperometrisches Signal

InPro 6860i-Sensoren erzeugen gleichzeitig einen nA-Strom für die Sauerstoffmessung und ein 22-kOhm-Widerstandssignal für Temperaturmessungen. Simulierte Signale ermöglichen den nachträglichen Einbau der Sensoren in bestehende Anlagen oder deren Nutzung mit den meisten der heute in Prozessentwicklungsanlagen gängigen Biocontrollern. Für die große Mehrheit der Biocontroller oder für nachgerüstete Anlagen benötigen die InPro 6860i-Sensoren eine unabhängige 24-V-Gleichstromversorgung mit 800 mW. METTLER TOLEDO bietet verschiedene Kabel- und Adapteroptionen für die Stromversorgung von Sensoren.

| VP8-Kabel |                     |              | METTLER TOLEDO ISM-Transmitter |                 |                 | Transmitter ohne ISM oder Biocontroller |
|-----------|---------------------|--------------|--------------------------------|-----------------|-----------------|---|
| Leiter    | Farbe               | Funktion     | M400<br>TB4                    | M800 CH1<br>TB2 | M800 CH2<br>TB4 | Transmitterfunktion                     |
| A         | schwarz/transparent | Kathode (nA) | nicht verwendet                | nicht verwendet | nicht verwendet | Kathode (nA)                            |
| B         | rot                 | Anode (nA)   | nicht verwendet                | nicht verwendet | nicht verwendet | Anode (nA)                              |
| C         | grau                | Sensor (+)   | 1                              | 9               | 9               | Sensor (+)                              |
| D         | blau                | Sensor (-)   | 2                              | 10              | 10              | Sensor (-)                              |
| E         | weiß                | NTC 22 kΩ    | nicht verwendet                | nicht verwendet | nicht verwendet | NTC 22 kΩ                               |
| F         | grün                | NTC (GND)    | nicht verwendet                | nicht verwendet | nicht verwendet | NTC (GND)                               |
| G         | rosa                | RS485 (+)    | 8                              | 14              | 14              | nicht verwendet                         |
| H         | braun               | RS485 (-)    | 7                              | 13              | 13              | nicht verwendet                         |
| S         | grün/gelb           | Abschirmung  | 4                              | 12              | 12              | Abschirmung                             |

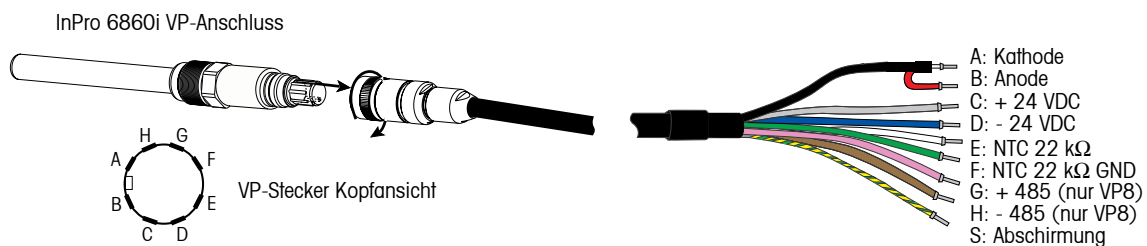


Abbildung 8: Verdrahtungsoptionen für InPro 6860i-Installationen



## 4 Sensorkalibrierung

Wie in Kapitel 2 erwähnt, stellt die Berechnung der Phasenverschiebung ( $\phi$ ) bei verschiedenen Sauerstoffkonzentrationen – meistens bei 100 % Luft ( $\phi$  100) und 0 % – die Grundlage der Sensorkalibrierung dar. Bei der Kalibrierung optischer Sensoren werden  $\phi$ -Werte für bekannte Konzentrationen ermittelt und die verbleibenden Punkte mit einer Stern-Volmer-Gleichung berechnet. Die Ergebnisse lassen sich als Kalibrierkurve wie in Abbildung 9 darstellen, die genaue Messungen ermöglicht.

### 4.1 Kalibrieranforderungen

Jede OptoCap besitzt einen eigenen  $\phi$ -Wert für  $\phi$  100 und  $\phi$  0 und erfordert eine erste Zweipunktkalibrierung. Neue InPro 6860i-Sensoren sind werkseitig zweipunktkalibriert und erfordern keine zusätzliche Zweipunktkalibrierung vor dem Einsatz.

Was Sie bei der Kalibrierung beachten müssen:

- Für eine Kalibrierung in Gas (Luft) muss die OptoCap trocken sein, da anhaftende Wassertropfen den gemessenen Sauerstoffwert verfälschen können.
- Achten Sie auf konstante Temperatur- und Druckwerte.
- Die Kalibrierung setzt immer korrekte Messungen von Druck und Temperatur voraus. Lediglich die Prozessskalierung ist druckunabhängig (siehe Kapitel 4.2.4).
- Achten Sie darauf, dass der korrekte Kalibrierdruck, die korrekte Feuchtigkeit und der korrekte Salzgehalt am Transmitter eingestellt sind, bevor Sie mit der Kalibrierung beginnen.
- Bei einer Kalibrierung in Wasser oder in einem Probemedium muss sich das Kalibriermedium im Gleichgewicht mit der Luft befinden. Der Sauerstoffaustausch zwischen Wasser und Luft ist sehr langsam. Daher dauert es recht lange, bis das Wasser mit atmosphärischem Sauerstoff gesättigt ist.
- Sofern die Prozessdrücke nicht genau bekannt sind, sollte die Kalibrierung in einem Fermenter nach der Sterilisation nur als Prozessskalierung erfolgen (siehe Kapitel 4.2.3 und 4.2.4).
- Für detaillierte Informationen verweisen wir an dieser Stelle auch auf die Bedienungsanleitung des Transmitters.

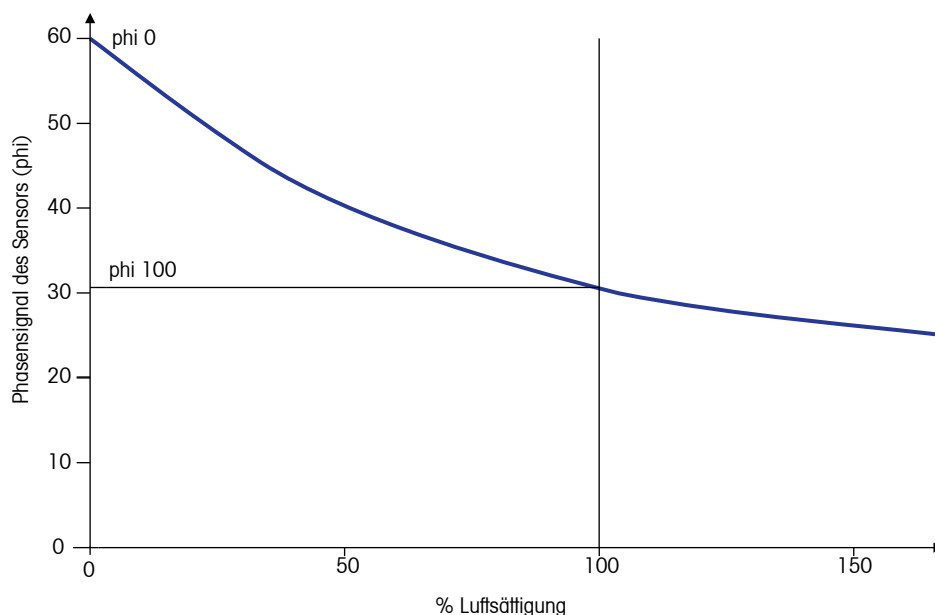


Abbildung 9: O<sub>2</sub>-Kalibrierkurve

## **4.2 Kalibriermethoden**

### **4.2.1 Zweipunktkalibrierung**

Mit einer Zweipunktkalibrierung werden die OptoCap-spezifischen Werte für phi 100 und phi 0 ermittelt. Wie zuvor erwähnt, ist eine Zweipunktkalibrierung bei jedem Austausch der OptoCap erforderlich. Zur Gewährleistung einer korrekten Kalibrierung sollte Stickstoffgas oder ein anderes sauerstofffreies Medium mit einem Reinheitsgrad von mindestens 99,99 % verwendet werden, um den Nullpunkt (phi = 0) zu erhalten. Anschließend wird der Sensor an die Luft gehalten, um den zweiten Punkt (phi = 100) zu erhalten. Die Zweipunktkalibrierung wird entweder über einen METTLER TOLEDO Transmitter oder über einen Computer mit installierter iSense™ Software durchgeführt. Die resultierende Kalibrierkurve wird anschließend im Sensor abgespeichert und dient als ständige Referenz für die Messungen des Sensors.

### **4.2.2 Einpunktkalibrierung**

Durch Einpunktkalibrierung wird ein neuer phi-100-Wert ermittelt. Die Sensoren gleichen den neuen phi-100-Wert mit der gespeicherten Kalibrierkurve ab, um eine neue Kalibrierkurve zu erzeugen. Möglich ist eine Einpunktkalibrierung von Sensoren an der Luft mit eingestellten Messwerten von 100 % Luft, 20,95 % O<sub>2</sub> oder 8,26 ppm und örtlichem Luftdruck (siehe Bedienungsanleitung des Transmitters). Einpunktkalibrierungen werden über METTLER TOLEDO Transmitter oder über einen Computer mit installierter iSense™ Software vorgenommen.

### **4.2.3 Prozesskalibrierung**

Ähnlich wie bei Einpunktkalibrierungen wird bei Prozesskalibrierungen ein neuer phi-Wert ermittelt (phi 100 oder phi 0, je nach Sauerstoffkonzentration während der Kalibrierung), anhand dessen eine neue Kalibrierkurve berechnet wird. Im Gegensatz zu Einpunktkalibrierungen werden Prozesskalibrierungen in der Regel mit dem Sensor in situ in einem Behälter oder im Leitungssystem durchgeführt. Da Kalibrierkurven nicht linear sind, müssen Einpunktkalibrierungen in Behältern mit Gasraum alle Systemdrücke und Risiken, die die Genauigkeit der gesamten Kurve beeinträchtigen könnten, genauestens berücksichtigen. METTLER TOLEDO empfiehlt daher für die meisten Anwendungen nach SIP die Einpunkt-Prozessskalierung anstelle der Prozesskalibrierung.

### **4.2.4 Prozessskalierung**

Im Gegensatz zu Einpunkt- oder Prozesskalibrierungen wird bei der Prozessskalierung der Messwert auf einen gewünschten Wert eingestellt (skaliert), ohne irgendwelche Änderungen an der Kalibrierkurve vorzunehmen. Dieses Verfahren wird für die meisten biotechnischen Anwendungen nach Sterilisation (Autoklavierung) oder SIP empfohlen, wenn die Systeme auf einen Ausgangswert eingestellt werden. Die Phasenwerte des Sensors werden nicht eingestellt, lediglich die angezeigten Werte und die nA-Ausgänge werden auf die gewünschten Werte neu skaliert. Auf diese Weise erreicht man die größtmögliche Annäherung des prozessskalierten 100-%-Wertes an den historischen 100-%-Wert von amperometrischen Sensoren. Siehe Abbildung 10 für eine prozessskalierte Kurve in einem Behälter mit etwas Staudruck. Beachten Sie, dass die ursprüngliche Kalibrierkurve nicht angepasst wird. Es wird lediglich die Skalierung des Ausgangs auf 100 % gesetzt. Auf diese Weise lassen sich der tatsächliche Prozessdruck und der Löslichkeitsfaktor des Sauerstoffs ignorieren.

#### 4.2.5 Simulierte amperometrische Standardisierung

Wie in Kapitel 3.2 erwähnt, verwenden InPro 6860i-Sensoren für Biocontroller oder nachgerüstete Anlagen einen simulierten nA-Strom für die Sauerstoffmessungen. Der nA-Strom ist linear proportional zu den kalibrierten phi-100- und phi-0-Werten, wobei ~ -65 nA für 100 % bei 25 °C und 0 nA für 0 % gewählt werden. Bei der Standardisierung von Biocontrollern und nicht-ISM-fähigen Transmittern folgen Sie einfach den Empfehlungen für die Kalibrierung und Standardisierung von amperometrischen Sensoren.

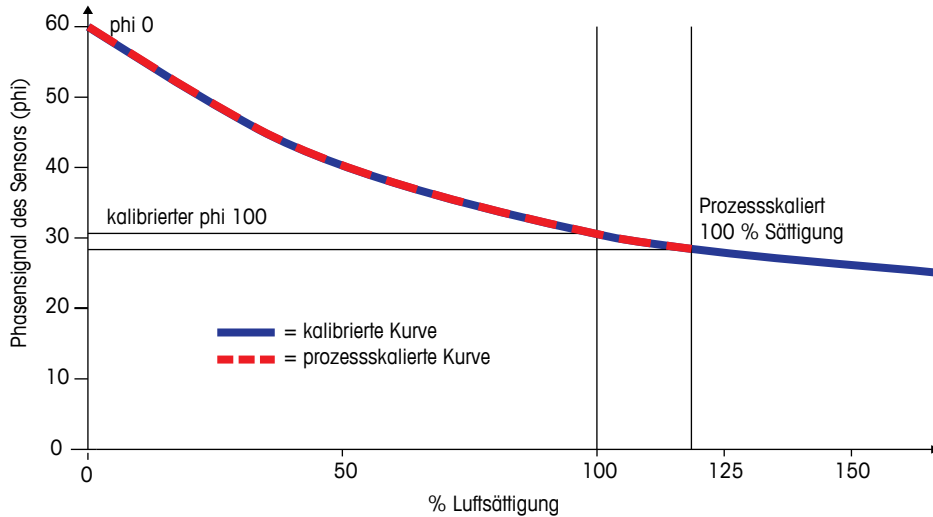


Abbildung 10: Beispiel einer prozessskalierten Kurve

## 5 Stabilitätskontrolle und Kalibrierempfehlungen

Mit der Zeit und bedingt durch den Betrieb verschieben sich die tatsächlichen phi-100- und phi-0-Werte, wie aus Abbildung 11 hervorgeht. Die Verschiebung wird durch den normalen und erwartungsgemäßen Abbau des Fluorophors verursacht. Die phi-Werte ändern sich im Zuge dieses Abbaus, wobei die Änderung bei phi-0 größer ist als bei phi-100.

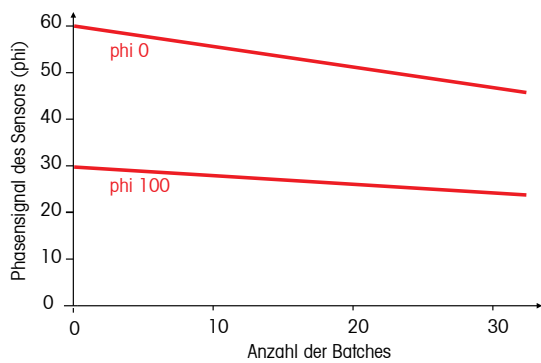


Abbildung 11: Normale phi-100- und phi-0-Verschiebung

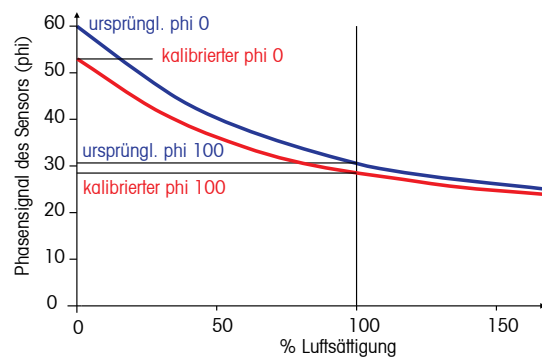


Abbildung 12: Normale Kalibrierkurvenverschiebung

Die Abbaurrate wird in erster Linie durch die Messung selbst beeinflusst. Während der Messung tragen die LED-Abtastrate, der Sauerstoffwert und die Prozesstemperatur direkt zur Abbaurrate bei. Hohe Abtastraten in Medien mit hohem Sauerstoffanteil führen bei erhöhten Temperaturen zu einem raschen Abbau des Farbstoffs und bewirken dadurch die größte Verschiebung der phi-Werte. Es darf nicht vergessen werden, dass eine aktive LED den größten Anteil am Abbau des Fluorophors hat. Hohe Sauerstoffkonzentrationen und hohe Temperaturen tragen ohne eine aktive LED nur unwesentlich zu diesem Abbau bei. Solange der Sensor ausgeschaltet ist, etwa während der Sterilisation, ist der Abbau daher äußerst gering. Abbildung 12 ist beispielhaft für eine erwartungsgemäße Kalibrierverschiebung aufgrund des normalen Abbaus des Fluorophors. Bitte wählen Sie das längstmögliche Messintervall und nutzen Sie die verschiedenen

LED-Abschaltfunktionen (zu Einzelheiten zur LED-Steuerung siehe Kapitel 7.5). So verlängern Sie die Lebensdauer einer OptoCap und sorgen für höhere Langzeitstabilität.

## 5.1 Stabilitätskontrolle

Der Abbau des Fluorophors verläuft über die gesamte Lebensdauer einer OptoCap hinweg äußerst linear. Die regelmäßigen Kalibrierungen dienen der Kompensation der normalen Sensoralterung. Wie aus Abbildung 13 hervorgeht, werden bei der Kalibrierung die Werte justiert, um genaue Messwerte zu erhalten. METTLER TOLEDO ermöglicht eine dynamische Kompensation der Sensoralterung, sodass die Messgenauigkeit nur minimal beeinträchtigt wird.

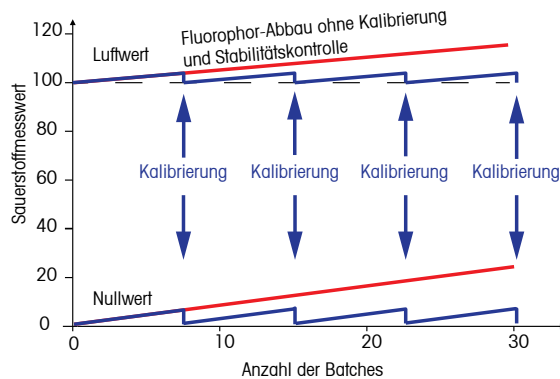


Figura 13: Ajustes de calibração sem Controle de Estabilidade

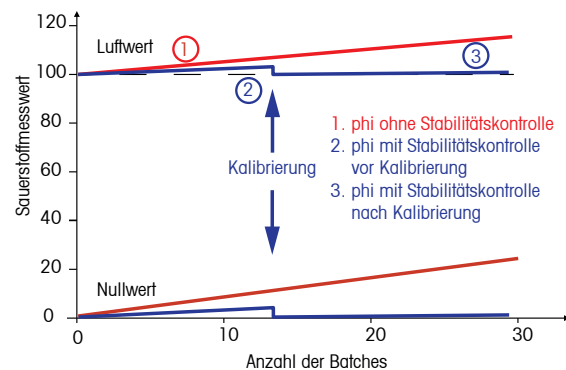


Figura 14: Ajustes de calibração com Controle de Estabilidade

Die Sensoren der Reihe InPro 6860i nutzen einen eigens entwickelten Algorithmus zur Überwachung der Abtastrate, der Sauerstoffkonzentration und der Prozesstemperatur, um durch den Abbau des Fluorophors bedingte Verschiebungen der phi-Werte genau zu berechnen. Diese Kompensation bezeichnet METTLER TOLEDO als «Stabilitätskontrolle». Wie der Name bereits andeutet, sorgt diese Stabilitätskontrolle für eine Stabilisierung der Sauerstoffmessung sowie für eine deutliche Verringerung des Kalibrierbedarfs.

Diese Stabilitätskontrolle ist lernfähig und berücksichtigt die prozessabhängige Alterung des Sensors. Durch eine Einpunktkalibrierung an Luft nach einer Reihe von Batches vergleicht der Sensor die berechnete phi-Verschiebung mit der kalibrierten phi-Verschiebung, um den späteren Fluorophorabbau zu kompensieren. Wie aus Abbildung 14 hervorgeht, lässt sich die Sensordrift im Prozess dadurch nahezu ausschließen.

## 5.2 Empfohlene Kalibrierhäufigkeit

Nach jedem Austausch der OptoCap müssen InPro 6860i-Systeme zunächst einer Zweipunktkalibrierung unterzogen werden. Diese Bedingung gilt grundsätzlich für alle optischen Sauerstoffmessverfahren. Durch die Zweipunktkalibrierung werden die Ausgangswerte phi-100 und phi-0 festgelegt. Anschließend sind in Systemen mit Stabilitätskontrolle nur noch regelmäßige Einpunktkalibrierungen und gelegentliche Zweipunktkalibrierungen erforderlich. Die Stabilitätskontrolle ermöglicht eine genaue Kompensation der Sensoralterung.

Grundsätzlich gilt:

Eine Zweipunktkalibrierung ist erforderlich:

- Bei jedem Austausch der OptoCap
- Wenn bei Sauerstoffpartialdrücken unterhalb 60 mbar eine hohe Messgenauigkeit erforderlich ist.

Eine Einpunktkalibrierung reicht aus:

- Solange die Sauerstoffkonzentration über 60 mbar Partialdruck liegt.

Die Häufigkeit der Kalibrierungen lässt sich am besten anhand der Dauer der Prozessbatches und der Häufigkeit der Sterilisationszyklen bestimmen. Bei normalen 3- bis 5-tägigen Batchprozessen sollten Sie die erste Einpunktkalibrierung frühestens nach fünf Batches durchführen, damit der Algorithmus der Stabilitätskontrolle über ausreichende Daten zu den Prozessbedingungen verfügt. Weitere Einpunktkalibrierungen sind wahrscheinlich erst nach weiteren 5 bis 10 Batches erforderlich. Ein- oder Zweipunktkalibrierungen in Messanwendungen mit weniger als 60 mbar Sauerstoffpartialdruck vor Beginn empfehlen sich in länger andauernden Prozessen wie Zulauf- («Fed-Batch») oder Perfusionsverfahren.

In einigen Anlagen lässt sich die genaue Anzahl der Batches, denen die InPro 6860i-Sensoren ausgesetzt waren, mitunter nur schwer nachvollziehen. Daher ist eine rein zeitbasierte Methode zur Bestimmung des Zeitpunkts für eine Einpunktkalibrierung unter Umständen praktischer. Bei Systemen mit METTLER TOLEDO Transmittern haben Sie die Möglichkeit, sich den empfohlenen Zeitpunkt für eine Kalibrierung durch den adaptiven Kalibriertimer (ACT) des ISM anzeigen zu lassen (siehe Kapitel 7.2). Der ACT lässt sich auf Grundlage der durchschnittlichen Dauer von fünf bis zehn Batchprozessen in einer Produktionsanlage konfigurieren. Die dynamische Überwachung des ACT ist über ein 4–20-mA-Signal, über ein Relais oder über den Analog Input eines FOUNDATION fieldbus™- oder PROFIBUS PA-Transmitters möglich. Ein anderer Ansatz wäre einfach rein datenbasiert. So könnte man sich beispielsweise dazu entschließen, alle Sensoren einer Anlage in der ersten Woche jedes zweiten Monats zu kalibrieren.

## 6 Herausforderungen optischer O<sub>2</sub>-Messungen

Wie bei jeder Sensortechnologie können verschiedene Faktoren die Messgenauigkeit beeinträchtigen. Diese Beeinträchtigung hat oft verschiedene Ursachen, wobei mehrere Probleme zusammenwirken können. Grundsätzlich lassen sich drei Kategorien von Problemen unterscheiden: sensorbedingte, medienbedingte und äußerlich bedingte Probleme.

### 6.1 Sensorbedingte Probleme

Sensorbedingte Probleme können durch unsachgemäße Kalibrierung oder Einstellung von Sensoren entstehen. Unsachgemäße Kalibrierung und schlechte Nullpunkt-Verschiebung beeinträchtigen die Messzuverlässigkeit des Sensors.

Fehler, die aus Prozesskalibrierungen in Behältern mit Gasraumdruck entstehen, sind ein häufiges Problem. Daher ist es sehr wichtig, dass Sie das Kapitel zum Thema «Partialdruck» im vorliegenden Dokument lesen und verstehen. In vielen Fällen lassen sich ungenaue und unzuverlässige Gelöstsauerstoff-Messungen darauf zurückführen, dass der Gasraumdruck bei der Prozesskalibrierung nicht berücksichtigt wurde. METTLER TOLEDO empfiehlt daher für die meisten Anwendungen die Prozessskalierung anstelle der Prozesskalibrierung. Die Unterschiede zwischen diesen beiden Verfahren werden in den Kapiteln 4.2.3 und 4.2.4 erläutert. Wenn eine Prozesskalibrierung erforderlich ist, achten Sie darauf, dass die Systemdrücke genau eingegeben werden, damit Ihre Online-Messungen genauestens mit eventuellen Stichproben übereinstimmen.

#### 6.1.1 Verschleiß und Beschädigungen der OptoCap

Der normale Verschleiß der OptoCap ist das häufigste sensorbedingte Messproblem. Je nach Betriebsbedingungen und LED-Abstraten können OptoCaps eine Nutzungsdauer von bis zu 360 Tagen erreichen. Allerdings unterliegen auch OptoCaps einem normalen Verschleiß und müssen regelmäßig ausgetauscht werden. Abbildung 15 zeigt, wie neue, verschlissene und verblichene OptoCap-Fluorophore aussehen. Die Sensoren überwachen kontinuierlich, ob die OptoCap innerhalb akzeptabler Grenzwerte arbeitet (phi-Werte und Intensität). Systeme außerhalb der Toleranz zeigen während des Transmitterbetriebs oder während der Systemkalibrierung mit iSense Fehlermeldungen an. In diesen Fällen sind die OptoCaps auszutauschen.

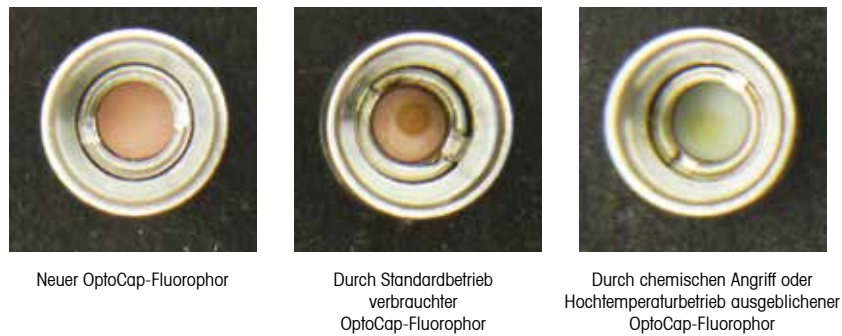


Abbildung 15: Beispiele für OptoCap-Fluorophore

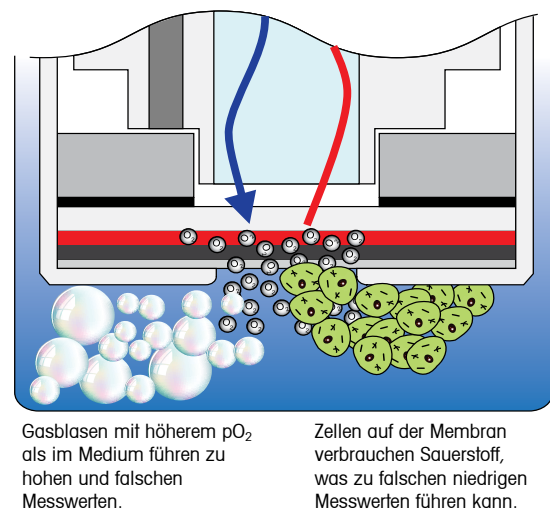
Symptome verschlissener OptoCaps oder beschädigter Sensoren können sich bei der Ansprechprüfung des Systems zeigen. Die Sensoren sprechen nicht spezifikationsgemäß auf Null an oder erreichen den Nullwert nicht und bleiben im unteren Messbereich hängen. Weiterführende Informationen hierzu enthält das Kapitel zur Ansprechprüfung (8.1).

Physische Beschädigungen der Sensoren können ebenfalls eine Ursache sensorbedingter Probleme sein. Der InPro 6860i ist ein robuster Sensor, der SIP- und Autoklavierzyklen eigentlich problemlos übersteht. Allerdings befindet sich im Sensorschaft ein Lichtwellenleiter. Es kommt zwar nur äußerst selten vor, dennoch kann dieser Lichtwellenleiter bei unsachgemäßer Handhabung oder bei einem Fallenlassen des Sensors Risse oder Sprünge erleiden. Ein beschädigter Lichtwellenleiter ist in erster Linie an erratischen und instabilen Messwerten zu erkennen, die auf eine inkonsistente Übertragung von Lichtenergie in die und aus der fluoreszierenden Fluorophorschicht zurückgehen. Sensoren, bei denen der Verdacht auf Risse oder Sprünge im Lichtwellenleiter besteht, lassen sich nicht reparieren und müssen ausgetauscht werden. Verdächtige Sensoren sollten zur Überprüfung an METTLER TOLEDO eingeschickt werden.

## 6.2 Medienbedingte Probleme

Der Fluorophor-Farbstoff des InPro 6860i wurde für biotechnische Fermentationsprozesse optimiert. Chemische Stoffe, deren Einsatz in biotechnischen Prozessen eher unüblich ist, können mit dem Fluorophor chemisch reagieren und dessen Abbau beschleunigen ( $H_2S$ ,  $Cl_2$ , andere stark oxidierende Stoffe). Dies gilt insbesondere dann, wenn die Sensor-LED bei Kontakt mit diesen Stoffen Licht emittiert. OptoCaps sind mit den meisten Clean-in-Place-Chemikalien kompatibel, solange die LED während dieser Vorgänge abgeschaltet bleibt.

Medienangriffe auf OptoCaps führen in der Regel zu einem Abbau oder zu einem «Ausbleichen» des Fluorophors. Ab einem gewissen Grad des Ausbleichens des Farbstoffs schießen die Sensorsignale über die erwarteten Werte hinaus und übersteigen die 100%-Skala oder liegen komplett außerhalb des Messbereichs. Das Entfernen der Verunreinigung aus dem Medium, das Abschalten der LED bei Kontakt mit den betreffenden Stoffen und/oder der Austausch der OptoCap sollten das Problem in der Regel beheben.



Gasblasen mit höherem  $pO_2$  als im Medium führen zu hohen und falschen Messwerten.

Zellen auf der Membran verbrauchen Sauerstoff, was zu falschen niedrigen Messwerten führen kann.

Abbildung 16: Einfluss von Luftblasen und Bewuchs

## 6.3 Äußerlich bedingte Probleme

### 6.3.1 Lufteinschlüsse

Gasblasen mit höherem  $pO_2$  als die Flüssigkeit können bewirken, dass mehr Sauerstoff durch die Membran hindurchdringt, als tatsächlich im Medium vorhanden ist. Dieses Problem tritt vor allem bei vertikal in der Kopfplatte kleiner Reaktoren mit Begasungssystem installierten Sensoren auf. Daher sollten Sie hier darauf achten, dass der Begaser nicht zu nahe am Sensor angeordnet ist, um ein einwandfreies Funktionieren zu gewährleisten. Für einen optimalen Betrieb sollten die Sensoren so installiert werden, dass ein direkter Kontakt der Sensorspitzen mit Gasblasen aus dem Begaser vermieden wird.

### 6.3.2 Bewuchs

In einigen Installationen kann Bewuchs auf Sensormembranen auftreten. Dieser Bewuchs setzt die Membran zu und verbraucht die Sauerstoffmoleküle, die eigentlich durch die Membran in die OptoCap gelangen sollen. Ein Anzeichen für Bewuchs ist eine allmähliche Verschlechterung der erwarteten Messwerte. In Anwendungen, in denen damit zu rechnen ist, dass sich Membranen durch Bewuchs zusetzen, sollten die Sensoren schräg oder sogar kopfüber montiert werden. Im Extremfall kann der Anwender erwägen, die Sensoren im Gasraum zu montieren und sich bei der Berechnung des Gelöstsauerstoffgehalts auf das Henry-Gesetz zu verlassen.

### 6.3.3 Schwankender Systemdruck

InPro 6860i-Sensoren messen des Sauerstoffpartialdruck ( $pO_2$ ). Behälter mit schwankenden Gasraumdrücken führen zu schwankenden  $pO_2$ -Messungen. Transmitter von METTLER TOLEDO sind in der Lage, diese Systemdruckschwankungen zu kompensieren.



## 7 Intelligent Sensor Management (ISM)

InPro 6860i-Sensoren sind mit der ISM-Technologie von METTLER TOLEDO ausgestattet. ISM ist die digitale Plattform von METTLER TOLEDO für prozessanalytische Systeme. Es vereinfacht die Handhabung der Sensoren, erhöht die Messintegrität und reduziert die Betriebskosten der Sensoren. ISM-Sensoren bieten Analog/Digital-Wandlung von Messsignalen, einfache Inbetriebnahme durch «Plug and Measure», Datenspeicherung im Sensorkopf und Diagnose-Algorithmen.

### 7.1 Dynamische Anzeige der Lebensdauer

Die dynamische Anzeige der Lebensdauer (DLI) ist ein dynamischer Parameter, der Aufschluss über die zu erwartende Restnutzungsdauer der OptoCap gibt. Gezählt werden die verbleibenden Tage der zu erwartenden zuverlässigen Betriebsdauer. Solange der DLI einen Wert größer null zeigt, befindet sich das System exakt im vorgegebenen Genauigkeitsbereich nach einer Kalibrierung. Zeigt der DLI nach einer Kalibrierung null an, muss die OptoCap sofort ersetzt werden. Die dynamische Überwachung des DLI-Parameters ist über den Analogausgang eines Transmitters und ein Relais oder über den Analog Input eines busfähigen Transmitters möglich. Der DLI kann auch mit einem Transmitteralarm gekoppelt werden, um zu melden, wenn ein bestimmter Sollwert unterschritten wird.

Zu den Faktoren, die zur Alterung der OptoCap und zur Verkürzung der Lebensdauer beitragen, gehören:

- Anzahl der Messungen
- Temperatur während der Messung
- Sauerstoffkonzentration während Messung
- Anzahl CIP-Zyklen



- Anzahl SIP-Zyklen
- Anzahl der Autoklavierzyklen

Die Berechnung des DLI erfolgt auf zwei verschiedene Arten:

**1. Kontinuierlich:** Unter Berücksichtigung oben genannter Parameter erfolgt die Berechnung der tatsächlichen Belastung, die der Sensor ausgesetzt ist. Mit jeder Messung steigt die Belastung für den Sensor. Die über die Zeit aufgetretene Sensorbelastung geteilt durch die bereits vergangene Zeit bildet die Basis der Berechnung der noch verbleibenden Nutzungsdauer. Schwankungen in den Prozessbedingungen wie Temperatur und Sauerstoffkonzentration werden automatisch berücksichtigt.

**2. Während der Kalibrierung:** Kalibrierte phi-Werte werden mit dem phi-Wert der ersten Kalibrierung der aktuellen OptoCap verglichen. Anhand der oben berechneten Sensorbelastung und der seit der ersten Kalibrierung verstrichenen Messzeit wird die verbleibende Lebensdauer der OptoCap berechnet. Die Berechnung nach einer Kalibrierung ergibt einen genaueren Wert für den DLI als die kontinuierliche Berechnung. Daher kann der DLI-Wert nach einer Kalibrierung erheblich abweichen. Je länger ein optischer Sensor im Einsatz ist, um so genauer sind die DLI-Daten. Kurzzeitige Prozessänderungen haben bei einem neuen Sensor größeren Einfluss auf den DLI als bei Sensoren, die schon länger im Einsatz sind.

**Anmerkung:** Für eine korrekte Berechnung des DLI ist eine genaue Kalibrierung unbedingte Voraussetzung.

**Anmerkung:** Für eine korrekte Berechnung des DLI müssen das richtige Datum und die richtige Uhrzeit im Transmitter eingestellt sein, bevor ein Sensor angeschlossen wird.

Je nach Alter der OptoCap nehmen die Phasenwerte im Vergleich mit einer neuen OptoCap mit der Zeit normalerweise ab. Der DLI überwacht kontinuierlich die phi-100- und phi-0-Werte der OptoCap, um sicherzustellen, dass sie stets innerhalb der unten gezeigten Spezifikationen liegen:

| InPro 6860i | Neue OptoCap           |                        | Grenzwerte für alte OptoCap |              |
|-------------|------------------------|------------------------|-----------------------------|--------------|
|             | phi 0                  | phi 100                | phi 0                       | phi 100      |
|             | $60^\circ \pm 2^\circ$ | $32^\circ \pm 3^\circ$ | $> 50^\circ$                | $> 15^\circ$ |

## 7.2 Adaptiver Kalibriertimer (ACT)

Der ACT liefert Informationen darüber, wann die nächste Kalibrierung fällig ist. Er sorgt dafür, dass die Messungen innerhalb der spezifizierten Genauigkeit liegen. Das erste Kalibrierintervall in Tagen wird vom Benutzer programmiert, wobei die eigentliche Berechnung anhand der DLI-Daten erfolgt. Bei Systemen mit hohen Temperaturen und LED-Abtastraten sind die vom ACT berechneten Kalibrierintervalle kürzer als bei Systemen mit geringeren Temperaturen und LED-Abtastraten. Die dynamische Überwachung des ACT-Parameters ist über den Analog Input eines Transmitters oder über den Analogeingang eines busfähigen Transmitters möglich. Der ACT kann auch mit einem Transmitteralarm gekoppelt werden, um zu melden, wenn ein bestimmter Sollwert unterschritten wird.



## 7.3 Gesamtbetriebsdauer OptoCap (tooCap)

Busfähige Transmitter ermöglichen die kontinuierliche Zählung der Gesamtbetriebsdauer einer OptoCap in Tagen. «tooCap» zählt in Tagesschritten und bietet dem Anwender eine schnelle Übersicht darüber, seit wann eine bestimmte OptoCap in Betrieb ist. Zudem erhält der Anwender durch den Abgleich mit dem DLI

nützliche Trenddaten. Wenn Sie vor Beginn einer Produktumstellung oder eines Langzeit-Batchprozesses sicherstellen möchten, dass OptoCaps ausgetauscht und kalibriert wurden, ist der Parameter «tooCap» unbedingt zu überwachen. Die dynamische Überwachung des tooCap-Parameters ist über den Analogausgang eines Transmitters oder über den Analog Input eines busfähigen Transmitters möglich. «tooCap» kann auch mit einem Transmitteralarm gekoppelt werden, um das Überschreiten eines bestimmten Sollwerts anzuzeigen.

## **7.4 Kalibrierhistorie**

Die Daten der letzten drei Kalibrierungen und der Werkskalibrierung sind im Sensor gespeichert. Diese Daten können mit einem Transmitter oder mit der iSense-Software ausgelesen werden. Die Kalibrierhistorie liefert wertvolle Informationen über die Qualität der Kalibrierung und die Alterung der OptoCap.

## **7.5 LED-Kontrolle**

Der Hauptfaktor, der zur Alterung der OptoCap beiträgt, ist die Messung selbst. Um die Lebensdauer der OptoCap zu verlängern, lässt sich die Messung vollständig abschalten, wenn das System nicht gebraucht wird. Während der CIP-Zyklen oder wenn sich die Anlage im Standby befindet und der Sensor hohen Sauerstoffkonzentrationen ausgesetzt ist, sollten keine aktiven Messungen erfolgen. Bei abgeschalteter LED sendet der Sensor einen konstanten Messwert von -1 % Luft an den Transmitter, der Transmitter wird in den Hold-Modus versetzt. Zur Konfiguration des «Hold-Modus» siehe die Bedienungsanleitung des Transmitters.

### **7.5.1 Automatische Abschaltung bei hoher Temperatur**

Wenn der LED-Modus «Auto» eingestellt ist (Standardeinstellung), wird die Sensor-LED ausgeschaltet, sobald eine bestimmte Prozesstemperatur erreicht ist. Standardmäßig ist dies beim InPro 6860i eine Temperatur von 60 °C. Dieser Grenzwert kann jedoch mit einem METTLER TOLEDO Transmitter oder mit der iSense-Software auf einen gewünschten Wert unterhalb 60 °C eingestellt werden. Bei einer Temperatur über 60 °C wird der Sensor in jedem Fall abgeschaltet. Diese Einstellungen sind auch aktiv, wenn der Sensor als simulierter amperometrischer Sensor mit dem Prozess verbunden ist. Die eingestellte Abschalttemperatur muss mindestens 5 Grad über dem höchsten Prozesstemperaturwert liegen. Wenn beispielsweise die höchste Prozesstemperatur 40 °C beträgt, sollte der Mindestsollwert bei 45 °C liegen. In diesem Fall beendet der Sensor bei Überschreiten von 45 °C den Messvorgang und die LED wird abgeschaltet. Für das Einschalten des Sensors ist eine Hysterese von 5 Grad implementiert, d. h. der Sensor (und die LED) wird eingeschaltet, sobald die Temperatur auf 40 °C sinkt.

### **7.5.2 LED-Abschaltung durch den Sensor**

Die Sensor-LED lässt sich manuell über das Transmitter-Menü abschalten, indem der LED-Modus «off» gewählt wird, oder über ein Fernsignal (Digitaleingang). Um die Messung erneut zu starten, muss der LED-Modus manuell über das Transmitter-Menü oder über ein Fernsignal (Digitaleingang) zu «on» geändert werden. Einige METTLER TOLEDO Transmitter mit FOUNDATION fieldbus™ und PROFIBUS PA sind ebenfalls in der Lage, die LED mittels über das Busnetzwerk übertragener Befehle ab- und anzuschalten.

### **7.5.3 Fernabschaltung durch die Hold-Funktion**

METTLER TOLEDO Transmitter lassen sich mittels eines externen Digitalsignals in den Hold-Modus versetzen (siehe Bedienungsanleitung für den Transmitter). In diesem Fall werden der Sensor und die Sensor-LED abgeschaltet. Sobald der Hold-Modus deaktiviert wird, setzt der Sensor die Messung mit den letzten Einstellungen fort.

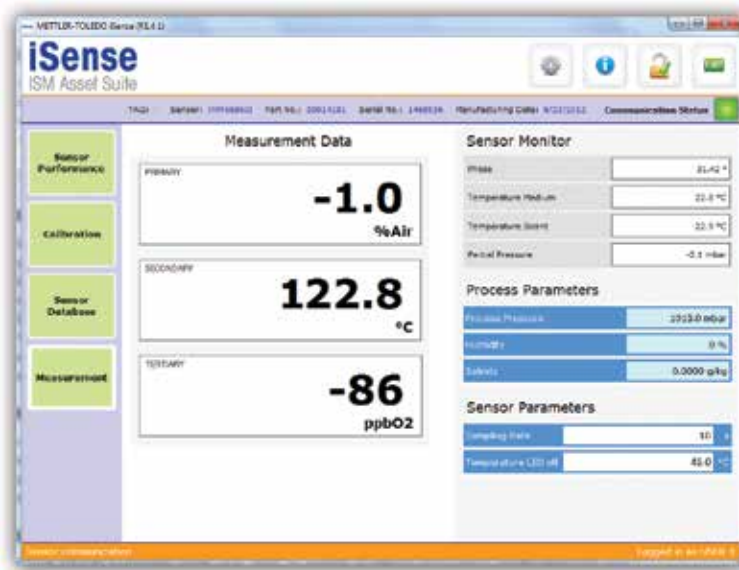


Abbildung 17: iSense-Software mit angeschlossenem InPro 6860i-Sensor und aktivierter automatischer LED-Abschaltung bei 45 °C

## 8 Wartung des Sensors

Bei korrekter Kalibrierung und Verwendung sind InPro 6860i-Sensoren äußerst zuverlässig. Abgesehen von einem regelmäßigen Austausch der OptoCap sind sie nahezu wartungsfrei. Um die OptoCap auszutauschen, müssen Sie zunächst die Schaffhülse abschrauben.

Achtung! Wenn die Schaffhülse abgenommen wurde, achten Sie auf den Lichtwellenleiter in der Mitte des Sensorschafts. Eine Beschädigung oder Verschmutzung des Lichtwellenleiters kann das Signal beeinträchtigen oder den Sensor zerstören. Kleinere Verschmutzungen können mit einem fusselfreien Tuch entfernt werden.

Um die OptoCap auszutauschen, wird die gesamte Membranhülse ausgetauscht.

- OptoCap-Hülse vom Sensorschaft abschrauben und vorsichtig vom Sensor abziehen.
- Die neue OptoCap auf den Sensorschaft schieben und festschrauben.
- Nach jedem Austausch der OptoCap muss der DLI manuell mit einem Transmitter oder iSense zurückgesetzt werden.
- Führen Sie nach jedem Austausch der OptoCap eine Zweipunktkalibrierung durch.



Abbildung 18: OptoCap und InPro 6860i-Sensorschaft

### 8.1 Ansprechprüfung

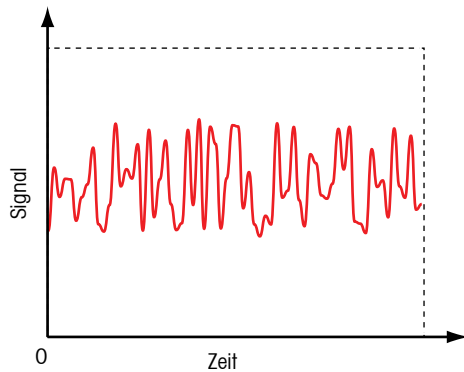
Die Ansprechprüfung ist das beste Verfahren, um die einwandfreie Funktion eines InPro 6860i-Sensors sicherzustellen. Bei der Ansprechprüfung wird ein InPro 6860i-Sensor abwechselnd aus einer sauerstoffreichen Umgebung in eine sauerstofffreie Umgebung und wieder zurück gebracht.

Gute Sensordaten:

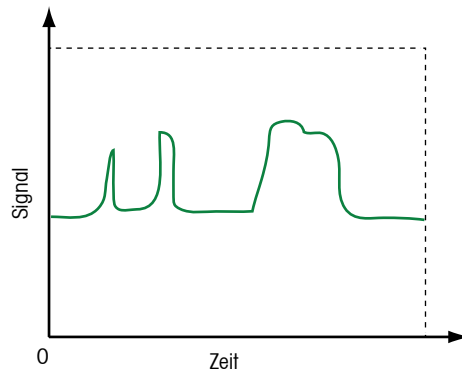
- Ansprechzeit von Luft auf Null in N<sub>2</sub>: < 2 % Sättigung nach 70 s
- Ansprechzeit von Null auf Luft: > 98 % Sättigung nach 70 s

## InPro 6860i O<sub>2</sub>-Sensoren

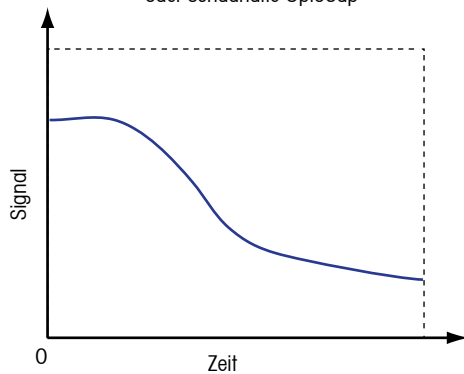
Beispiele für In-Situ-Fehlersuche



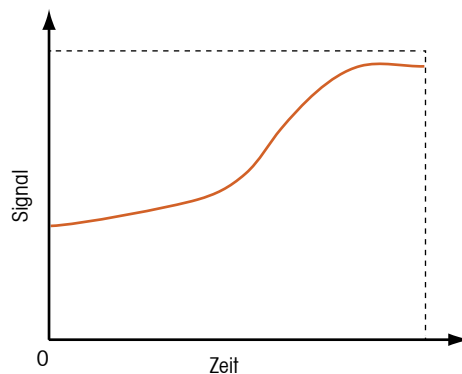
Sprunghaftes/instabiles Signal  
Mögliche Ursachen: Mechanische Beschädigung des Sensors oder schadhafte OptoCap



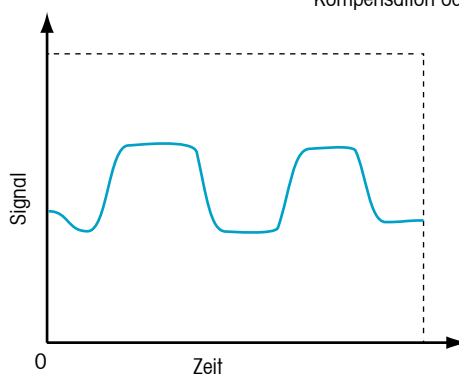
Signalspitzen  
Mögliche Ursache: Luftblasen im Medium



Graduelle Abnahme der Signalstärke  
Mögliche Ursachen: Ablagerungen auf Membran oder Bakterienwachstum



Gradueller Anstieg der Signalstärke  
Mögliche Ursachen: Steigender Systemdruck ohne Kompensation oder Abbau der OptoCap



Signalspitzen mit Plateaubildung  
Mögliche Ursache: Systemdruckschwankungen

[www.mt.com/pro](http://www.mt.com/pro)

Ihr Online-Informationszentrum  
für die Prozessanalytik



[www.mt.com/pro](http://www.mt.com/pro)

Weitere Informationen erhalten Sie unter

**METTLER TOLEDO prozessanalytische Systemlösungen**

900 Middlesex Turnpike, Bldg. 8  
Billerica, MA 01821  
(781) 301-8600

Technische Änderungen vorbehalten  
© 08/2015 METTLER TOLEDO Process Analytics  
REV. C 08/15