

mikron 81 leitfähigkeitsmeßgerät

Bedienungsanleitung

Wissenschaftliche Gerätebau „F. F. Runge“ GmbH
David-Gilly-Straße 1
14469 Potsdam
Deutschland

Telefon +49 (0) 3 31 / 96 79 75 00

Telefax +49 (0) 3 31 / 96 79 75 02

E-Mail info@ff-runge.de

Internet www.ff-runge.de

Änderungen vorbehalten

Nachdruck – auch auszugsweise – nicht gestattet.

Runge ist ein eingetragenes Warenzeichen der Wissenschaftliche Gerätebau „F. F. Runge“ GmbH.

Andere genannte Markennamen und geschützte Warenzeichen sind Eigentum ihrer jeweiligen Inhaber.

Inhaltsverzeichnis

Einleitung	5
Sicherheitsbestimmungen	6
Bestimmungsgemäße Verwendung.....	6
Arbeitsschutz.....	7
Umgebungsbedingungen.....	7
Der Detektor im Überblick	8
Technische Daten	9
Meßverfahren	10
Lieferumfang.....	11
Einrichtung	12
Aufstellung, Befestigung.....	12
Flüssigkeitsanschlüsse.....	14
Elektrischer Anschluß.....	15

Betrieb	16
Ein- und Ausschalten.....	16
Anzeige des Betriebszustands.....	16
Wahl von Datenrate und Zeitkonstante.....	17
Messen mit Temperatursausgleich.....	18
Bestimmung des stoffbezogenen Temperaturbeiwertes.....	19
Spülen, Reinigen, Lagern der Meßzelle.....	19
Wechsel der Meßzelle.....	20
Kalibrierung.....	22
Fehlersuche	23
Anhang 1: Liste der Ersatzteile	25
Anhang 2: GLP-Angaben des Detektors	27
Anhang 3: Empfohlene Kalibrierpunkte	28
Konformitätserklärung	29
UK Declaration of Conformity acc. to BS EN ISO/IEC 17050-1	30

Einleitung

Wir danken Ihnen, daß Sie sich für einen Runge-Detektor entschieden haben.

Unsere mikron-Geräte unterscheiden sich in Konzept und Baugröße von herkömmlichen Detektoren: sie bieten die Leistungen anspruchsvoller Labordetektoren im Format eines Prüfkopfes. Das eröffnet Ihnen neue Anwendungsmöglichkeiten. Wichtige Entwicklungsziele waren Langlebigkeit, Wartungsfreundlichkeit und ein gutes Preis-Leistungsverhältnis.

Wir entwickeln und fertigen alle Runge-Geräte in Deutschland. Dabei verlassen wir uns auf kompetente Zulieferer aus Brandenburg und Berlin. Wir hoffen, daß Sie unser Detektor auch im täglichen Einsatz überzeugen wird und wir Sie dauerhaft als Kunden gewinnen können.

Sicherheitsbestimmungen

Dieser Detektor entspricht den vorgeschriebenen Sicherheitsbestimmungen. Ein unsachgemäßer Gebrauch kann jedoch zu Schäden an Personen und Sachen führen. Lesen Sie deshalb die vorliegende Bedienungsanleitung aufmerksam durch, bevor Sie den Detektor in Betrieb nehmen.

Runge kann nicht für Schäden verantwortlich gemacht werden, die durch Nichtbeachtung dieser Hinweise verursacht werden.

Bestimmungsgemäße Verwendung

Dieser Detektor ist für den Einsatz in analytischen und präparativen Anlagen der Flüssigkeitschromatographie und im Allgemeinen für die Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit von Flüssigkeiten vorgesehen. Die Einbindung und Handhabung des Detektors soll nur von ausgebildeten Labortechnikern mit Kenntnissen auf diesem Gebiet und im Umgang mit den eingesetzten Chemikalien vorgenommen werden.

Arbeitsschutz

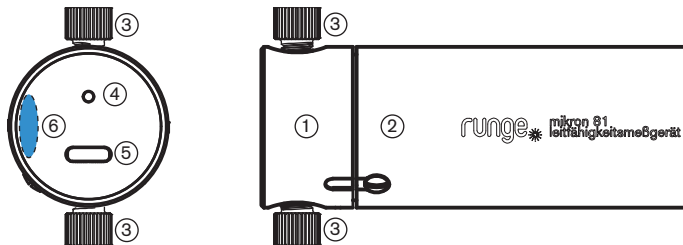
Beachten Sie die für Ihren Anwendungsfall geltenden Arbeitsschutzbestimmungen (u.a. zur persönlichen Schutzausrüstung, Laborausstattung). In Deutschland erteilt Ihnen Ihre Berufsgenossenschaft, Trägerin der gesetzlichen Unfallversicherung, Auskünfte dazu. In Österreich ist die AUVA zuständig, in Südtirol die Arbeitssicherheit Südtirol, in der Schweiz die SUVA und in Belgien das BeSWIC.

Umgebungsbedingungen

Der Detektor soll nur unter folgenden Bedingungen betrieben werden:

- Temperatur 3...45 °C (37,4...113 °F)
- Luftfeuchtigkeit 0...90 %_{rel}, nicht kondensierend
- Atmosphäre: Raumluft, Inertgas, keine explosionsgefährdeten oder ätzenden Dämpfe
- kein direktes Sonnenlicht (Überhitzung: Gefahr der Beschädigung des Detektors)
- keine Zündquellen in der Nähe bei der Arbeit mit feuergefährlichen Lösungsmitteln

Der Detektor im Überblick



- 1 Meßzelle (verschiedene Typen lieferbar)
- 2 Detektorblock
- 3 Flüssigkeitsanschluß

- 4 Zustandsanzeige
- 5 Elektrischer Anschluß (USB-C oder RS-485)
- 6 Seriennummer, Typenschild

Abb. 1: Der Detektor mikron 81

Technische Daten

Typ	mikron 81, Leitfähigkeitsmeßgerät			
Meßbereich Leitfähigkeit	mS/cm	(Z=10/cm)	Anzeige 0,002 ... 100	linear 0,002 ... 100
	mS/cm	(Z=50/cm)	Anzeige 0,010 ... 500	linear 0,010 ... 300
Genauigkeit Leitfähigkeit		(Z=10/cm)	$\pm 2\%$ / ± 1 mS/cm	(es gilt der größere Wert)
		(Z=50/cm)	$\pm 2\%$ / ± 2 mS/cm	(es gilt der größere Wert)
Abtastrate Leitfähigkeit	Hz	10		
Meßbereich Temperatur	°C	0 ... 100	$\pm 0,1$	
Abtastrate Temperatur	Hz	10		
Leistungsaufnahme	W	< 2,5		

Meßverfahren

Die Konzentration, Wertigkeit und Beweglichkeit der in einer Flüssigkeit gelösten Ionen gibt Hinweise auf ihre Zusammensetzung, etwa ihren Salzgehalt. Die elektrische Leitfähigkeit der Flüssigkeit ist proportional zu den genannten Ioneneigenschaften, wobei deren Beweglichkeit von der Temperatur der Flüssigkeit abhängt. Die Leitfähigkeit wird durch Anlegen einer Wechselspannung an eine mit der Flüssigkeit gefüllte oder von ihr durchströmte Küvette bekannter Abmessungen (Querschnittsfläche, Abstand der Elektroden) über den Nullabgleich ($U_W = 0$) einer Wien'schen Meßbrücke mit hoher Genauigkeit gemessen.

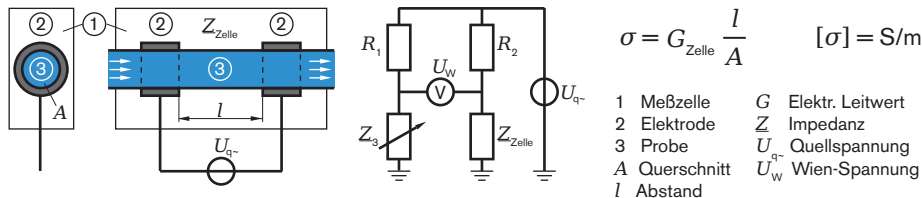


Abb. 2: Leitfähigkeitsmessung mit Wien'scher Meßbrücke

Durch die Verwendung von Wechselstrom wird eine Polarisation der untersuchten Flüssigkeit bei länger andauernder Messung vermieden. Der Einfluß der Temperatur der Flüssigkeit wird kompensiert. Der Meßbereich des Detektors kann durch die Verwendung unterschiedlicher Meßzellen mit jeweils eigener Geometrie der Meßaufgabe angepaßt werden. Die von der Flüssigkeit benetzten Werkstoffe (PEEK für den Zellenkörper, Titan für die Elektroden, PTFE für die Dichtungen) sind biologisch verträglich.

Lieferumfang

- Leitfähigkeitsmeßgerät Runge mikron 81
- Anschlußkabel USB-C auf USB-A
- Bedienungsanleitung
- passende Flüssigkeitsverschraubungen, zwei Paar (je nach gelieferter Meßzelle)
- Innensechskantschlüssel Größe 3
- Tischhalterung¹

¹ kann je nach bestelltem Lieferumfang abweichen

Einrichtung

Aufstellung, Befestigung

Der Detektor mikron 81 kann mit der mitgelieferten Tischhalterung als Tischgerät in einem Labor betrieben werden, aber auch direkt in eine Anlage eingebaut werden, sofern die Umgebungsbedingungen (Temperatur, Luftfeuchtigkeit, Zusammensetzung der Atmosphäre) dort eingehalten werden.

Bei Einbau in eine Anlage wird eine Befestigung im vorderen Bereich des Detektorblocks empfohlen (siehe Abbildung 4), die den Querschnitt nicht einschnürt, da es sonst zu einer Verformung des Gehäuses kommen kann. Eine geeignete Befestigung sind beispielsweise Rohrschellen nach DIN 3015.

Da nur die Meßzelle von Flüssigkeit durchströmt wird, kann eine Leckage nur dort auftreten. Um eine Beschädigung der elektronischen Teile des Detektors durch austretende Flüssigkeit zu vermeiden, wird bei Einbau in senkrechter oder geneigter Lage empfohlen, die Meßzelle mit Endkappe am tiefsten Punkt anzuordnen. Bei waagerechtem Einbau soll die längs verlaufende Orientierungsnut und die Überlaufbohrung der Meßzelle unten liegen (Abb. 6).

Leckagen werden vom Detektor nicht erkannt, es muß deshalb für deren rechtzeitige Entdeckung vorgesorgt werden.

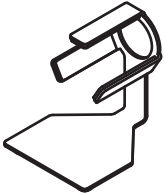


Abb. 3: Tischhalterung

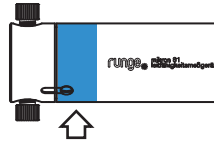


Abb. 4: Bereich für Befestigungsschelle

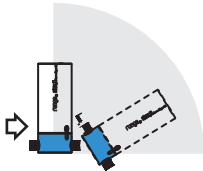
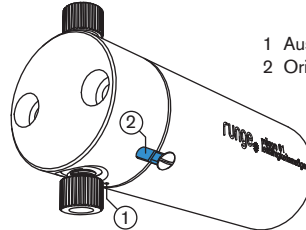


Abb. 5: Einbaulage: Meßzelle unten



- 1 Austritt Überlauf
- 2 Orientierungsnut

Abb. 6: Orientierungsnut unten

Flüssigkeitsanschlüsse

Der Detektor mikron 81 kann mit verschiedenen Meßzellen ausgestattet werden. Diese verwenden folgende Verschraubungen:

Teilenummer	Zellkonstante (1/cm)	Zellgeometrie	Verschraubung
81.240.0101	10	$V_{\text{Zelle}} = 53 \mu\text{l}$, $d_i = 2,2 \text{ mm}$	1/4"-28 UNF flach
81.240.0102	50	$V_{\text{Zelle}} = 11 \mu\text{l}$, $d_i = 1,0 \text{ mm}$	1/4"-28 UNF flach

Dem Gerät liegen zwei Paar der passenden Verschraubungen bei. Abbildung 7 zeigt die Aufreihung der Verschraubungsteile.

Es dürfen nur PEEK-Verschraubungen verwendet und mit 0,5 Nm Drehmoment angezogen werden. Verschraubungen aus PEEK (Polyetheretherketon) sind nicht für alle Betriebsdrücke und Laufmittel geeignet.



Abb. 7: Flüssigkeitsverschraubungen, Einzelteile

Elektrischer Anschluß

Der mikron 81 wird über den USB-Anschluß an einen Rechner angeschlossen und von diesem gesteuert und mit Energie versorgt. Der Stecker vom Typ USB-C ist symmetrisch aufgebaut und kann deshalb in zwei Richtungen eingesteckt werden.

Betrieb

Ein- und Ausschalten

Der Detektor wird durch den USB-Anschluß mit Spannung versorgt und ist eingeschaltet, sobald die Versorgungsspannung anliegt, d.h. sobald der angeschlossene Rechner oder aktive USB-Verteiler eingeschaltet ist.

Anzeige des Betriebszustands

Der Detektor mikron 31 kann nur über einen Rechner ferngesteuert werden. Am Gerät befindet sich eine dreifarbige Zustandsanzeige. Diese kann folgende Zustände annehmen:

Farbe	Art	Bedeutung
grün	Leuchten	betriebsbereit
grün	Blinken	Messung läuft

Farbe	Art	Bedeutung
gelb	Leuchten	Anlaufprüfung
rot	Leuchten	Fehler

Wahl von Datenrate und Zeitkonstante

Datenrate und Zeitkonstante betreffen die Verarbeitung des gemessenen Signals im Detektor vor der Ausgabe an den Rechner. Die Datenrate entscheidet über die Anzahl der Datenpunkte je Sekunde auf der Zeitachse des Chromatogramms, die Zeitkonstante beschreibt eine Mittelung des Signals innerhalb des gewählten Zeitintervalls. Je länger das Intervall ist, desto geringer ist das Rauschen, desto schlechter ist aber auch die zeitliche Auflösung. Dies ist bei der Wahl der Konstante zu bedenken.

Es wird eine Datenrate empfohlen, die höher ist als das Doppelte des Kehrwerts der Zeitkonstante, damit mindestens zwei Datenpunkte in einem Intervall der Zeitkonstante liegen. Gleichzeitig sollte die Datenrate so gewählt werden, daß der schmalste erwartete Ausschlag im Chromatogramm durch mindestens 20 Datenpunkte beschrieben wird.

Für die Zeitkonstante wird bei unbekannter Dauer der Ausschläge empfohlen, zunächst ein Chromatogramm mit Zeitkonstante $\tau = 0$ ms oder $\tau = 10$ ms aufzunehmen und dann die Zeitkonstante kleiner als die halbe Breite des schmalsten Ausschlages zu wählen.

Messen mit Temperatenausgleich

Die Temperatur einer Lösung beeinflusst deren elektrische Leitfähigkeit. Diese Abhängigkeit kann für die meisten Stoffe linear beschrieben werden, wie in Abbildung 8, Gleichung 1 dargestellt. Bei wenigen Stoffen, wie z. B. natürlichem Wasser, ist dazu eine nichtlineare Funktion nach DIN 7888 notwendig. Der mikron 81 ist mit einem linearen Temperatenausgleich ausgestattet. Der stoffbezogene Temperaturbeiwert (in $\%/^{\circ}\text{C}$) des untersuchten

$$\sigma(\vartheta) = \sigma(\vartheta_{\text{ref}}) \frac{100 + c_{\vartheta}(\vartheta - \vartheta_{\text{ref}})}{100} \quad (1)$$

$$c_{\vartheta} = \frac{(\sigma(\vartheta_2) - \sigma(\vartheta_{\text{ref}})) \cdot 100}{(\vartheta_2 - \vartheta_{\text{ref}}) \cdot \sigma(\vartheta_{\text{ref}})} \quad (2)$$

σ	Elektrische Leitfähigkeit	S/m
ϑ	Temperatur	$^{\circ}\text{C}$
c_{ϑ}	Temperaturbeiwert, stoffbezogen	$\%/^{\circ}\text{C}$
ref	Bezugswert	

Abb. 8: Lineare Temperaturabhängigkeit der Leitfähigkeit

Stoffes, nachzuschlagen in chemischen Tafelwerken, wird dazu im Chromatographieprogramm hinterlegt.

Bestimmung des stoffbezogenen Temperaturbeiwertes

Ist die elektrische Leitfähigkeit eines zu untersuchenden Stoffes bei einer bestimmten Temperatur (Referenztemperatur) bekannt, nicht aber sein Temperaturbeiwert, kann dieser durch Messung der Leitfähigkeit bei einer zweiten Temperatur unter Verwendung der Gleichung 2 aus Abbildung 8 berechnet werden. Dabei muß die Temperatenausgleichsfunktion des mikron 81 ausgeschaltet sein. Die Meßtemperatur sollte mindestens 10 °C höher liegen als die Referenztemperatur.

Spülen, Reinigen, Lagern der Meßzelle

Die Sauberkeit der Meßzelle ist für die Genauigkeit und Wiederholbarkeit des Meßergebnisses entscheidend. Es wird empfohlen, die Meßzelle zwischen zwei Proben und nach einer Messung mit destilliertem Wasser zu spülen.

Zur Reinigung bei einer stärkeren Verschmutzung der Zelle wird die Verwendung einer Reinigungslösung empfohlen, die zu gleichen Teilen aus Isopropylalkohol und 32%iger Salzsäure besteht. Die Zelle wird mit dieser Lösung gefüllt, und nach 2–3 Minuten Einwirkzeit mehrmals gründlich mit destilliertem Wasser ausgespült.

Zur Lagerung der Meßzelle vor längerem Nichtgebrauch (länger als zwei Wochen) wird diese zunächst gespült oder gereinigt und dann die Flüssigkeit mit Preßluft aus dem Inneren getrieben.

Wechsel der Meßzelle

Vor dem Zerlegen muß der Detektor spannungsfrei geschaltet sein (Stecker abgezogen). Nach dem Lösen der an Stirnseite der Endkappe sichtbaren Innensechskantschrauben mit dem beigegeführten Schlüssel können die Schrauben entnommen werden.

Der Detektor hält noch durch die Federkraft der Steckverbindung zusammen. Er zerfällt nach Lösen der Steckverbindung in die beiden Einzelteile Meßzelle und Detektorblock. Beim Zusammenbau mit einer neuen oder der gleichen Meßzelle erleichtern die Orientierungsnut und die Lage der Kontaktstifte an der Meßzelle die korrekte Ausrichtung der Zelle.

Nach einem Wechsel der Meßzelle muß der Detektor neu auf Leitfähigkeit (nicht auf Temperatur) kalibriert werden.



Die Stecker- und Buchsenleisten der elektronischen Module sitzen vertieft und sind gegen versehentliches Berühren geschützt. Bei Einführen elektrisch leitfähiger Gegenstände kann die Elektronik durch elektrostatische Entladung beschädigt werden.

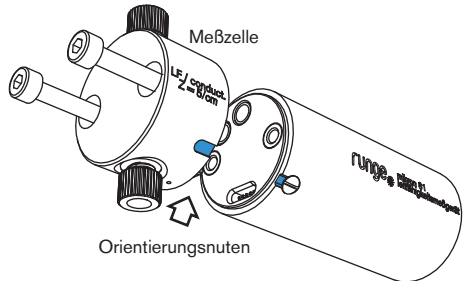
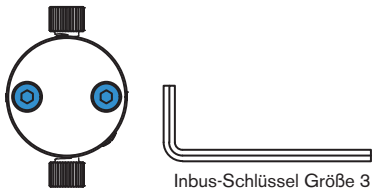


Abb. 9: Wechsel der Meßzelle

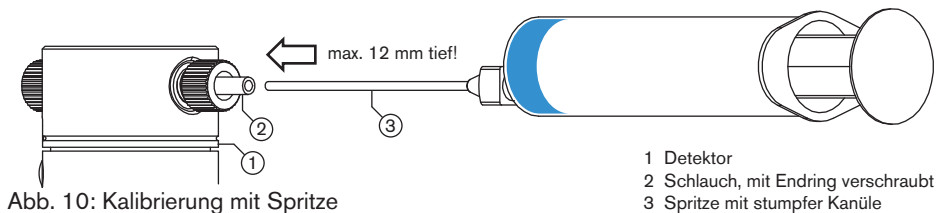


Abb. 10: Kalibrierung mit Spritze

Kalibrierung

Der Detektor wird im Werk auf Leitfähigkeit und Temperatur kalibriert. Die Leitfähigkeit kann vom Anwender bei Bedarf erneut kalibriert werden, beispielsweise nach einem Wechsel der Meßzelle. Dazu werden, in jedem beliebigen Flußzustand, drei Kalibrierlösungen mit steigendem Salzgehalt nacheinander eingespritzt, und jeweils nach Stabilisierung des Meßwertes wird der Kalibrierbefehl (über Chromatographieprogramm oder Terminal) erteilt. Die Kanüle darf nicht tiefer als 12 mm in die Verschraubung eingeführt werden, damit es nicht zu einem elektrischen Kontakt mit der Meßelektrode kommt, der den Meßwert verfälschen würde. Die empfohlenen Kalibrierpunkte sind in Anhang 3 aufgeführt.

Fehlersuche

Die folgende Tabelle hilft bei der Behebung von Fehlern, die im alltäglichen Gebrauch auftreten können.

Fehlerbeschreibung	Mögliche Ursache	Abhilfe
Zustandsanzeige leuchtet rot	keine Meßzelle erkannt	Sitzt die Steckverbindung richtig?
	interner Kalibrierungsfehler	Kundendienst verständigen
Leitfähigkeitsanzeige unverändert null	Kontakt zwischen Zelle und Detektorblock unterbrochen	Sitzt die Steckverbindung richtig?
	Kontakt innerhalb der Meßzelle unterbrochen	Meßzelle tauschen

Fehlerbeschreibung	Mögliche Ursache	Abhilfe
Temperaturanzeige unverändert 0 / 100 °C	Kontakt zwischen Zelle und Detektorblock unterbrochen	Sitzt die Steckverbindung richtig?
	Temperatursensor innerhalb der Meßzelle defekt	Meßzelle tauschen
Unruhige oder ver- rauschte Basislinie	Luftblasen im Laufmittel	Entgastes Laufmittel verwenden
	Meßzelle verunreinigt	Meßzelle mit Reinigungslösung (siehe oben) spülen, dann das Gerät aus- und einschalten

Anhang 1: Liste der Ersatzteile

Die aufgeführten Ersatzteile können direkt bei Runge oder über einen der Runge-Vertriebspartner bestellt werden.

Teilenummer	Bezeichnung
81.240.0101	Meßzelle Leitfähigkeit, Z=10/cm, 53 µl, $d_{i, \text{Bohrung}} = 2,2 \text{ mm}$
81.240.0102	Meßzelle Leitfähigkeit, Z=50/cm, 11 µl, $d_{i, \text{Bohrung}} = 1,0 \text{ mm}$
00.321.0034	Rändelschraube 1/4"-28 UNF für Kapillare $d_a=1/8"$, für Endring, PEEK
00.321.0035	Rändelschraube 1/4"-28 UNF für Kapillare $d_a=1/16"$, für Endring, PEEK
00.321.0044	Endring für Rändelschraube 1/4"-28 UNF für Kapillare $d_a=1/8"$, ETFE
00.321.0045	Endring für Rändelschraube 1/4"-28 UNF für Kapillare $d_a=1/16"$, ETFE
81.6A0.2106.de	Bedienungsanleitung mikron 81 deutsch
G2.241.0002	Tischhalterung mikron, kurz
00.521.0001	Schlüssel, Innensechskant, Größe 3

Teilenummer	Bezeichnung
00.522.0001	Kabel USB-C – USB-A, Länge 1,5 m
00.522.0002	Kabel USB-C – USB-A, Länge 1,0 m
00.522.0003	Kabel USB-C – USB-A, Länge 3 m
00.522.0004	Kabel USB-C – USB-A, Länge 5 m
00.522.1001	Kabel RS-485 (Rundstecker M5 – 4 offene Litzen), Länge 5 m

Anhang 2: GLP-Angaben des Detektors

Bauteil	Angabe
Gerät	Seriennummer
	Firmware-Version
	Anzahl der Einschaltvorgänge
	Betriebsstunden
	Datum der letzten Wartung durch Kundendienst
	Datum der letzten Gültigkeitsprüfung

Anhang 3: Empfohlene Kalibrierpunkte

Nr.	Stoff	Zellkonstante 1/cm	Leitfähigkeit mS/cm bei 25 °C	entspr. Einwaage NaCl g/l bei 25 °C *
1	Wasser, voll entsalzt	10	< 0,001	0
2	KCl	10	50	28,6
3	KCl	10	100	57,6
1	KCl 0,1 mol/l	50	12,88	7,3
2	KCl 1 mol/l	50	111,88	64,1
3	KCl	50	300	172,1

* Leitfähigkeit selbst hergestellter Lösungen mit temperaturkompensierendem Referenzgerät überprüfen

Hersteller: Wissenschaftliche Gerätebau „F. F. Runge“ GmbH
David-Gilly-Straße 1
14469 Potsdam

Modell: Leitfähigkeitsmeßgerät mikron 81 (Typ 81)

Hiermit erklären wir, daß das zuvor bezeichnete Produkt in seiner Konzeption und Bauart sowie in der von uns in Verkehr gebrachten Ausführung folgenden Richtlinien entspricht:

2014/35/EU	Niederspannungsrichtlinie
2014/30/EU	EMV-Richtlinie
2011/65/EU	Richtlinie zur Beschränkung gefährlicher Stoffe in Elektro- und Elektronikgeräten
2012/19/EU	Richtlinie über Elektro- und Elektronik-Altgeräte
DIN EN 61000-3-2:2014	Elektromagnetische Verträglichkeit (EMV) – Grenzwerte für Oberschwingungsströme
DIN EN 61010-1:2001	Sicherheitsbestimmungen für elektrische Meß-, Steuer-, Regel- und Laborgeräte
DIN EN 61326-2-3	EMV – Elektrische Meß-, Steuer-, Regel- und Laborgeräte

Potsdam, den 1. März 2018



Ernst Eimer (geschäftsführender Gesellschafter)



UK Declaration of Conformity acc. to BS EN ISO/IEC 17050-1



We, Wissenschaftliche Gerätebau „F. F. Runge“ GmbH, David-Gilly-Straße 1, 14469 Potsdam, Germany declare under sole responsibility that the product as originally delivered

Conductivity meter mikron 81 (Typ 81)

complies with the essential requirements of the following applicable UK Regulations, and carries the UKCA marking accordingly:

Category	Standard	Classification
Safety	BS EN 61010-1:2010 + Amd 1: 2016	Equipment Class I, Pollution Degree 2
	BS EN 61010-2-010:2020	
EMC	BS EN 61326-1:2013	BS EN 55016-2-1: 2014
	BS EN 61000-3-2: 2014	BS EN 55016-2-2: 2011
	BS EN 61000-3-3: 2013	

The product was tested in a typical configuration.

Year Mark First Applied: 2021

We, the undersigned, hereby declare that the equipment specified above conforms to the above Regulations and Standards.

Ernst Eimer (Managing partner)