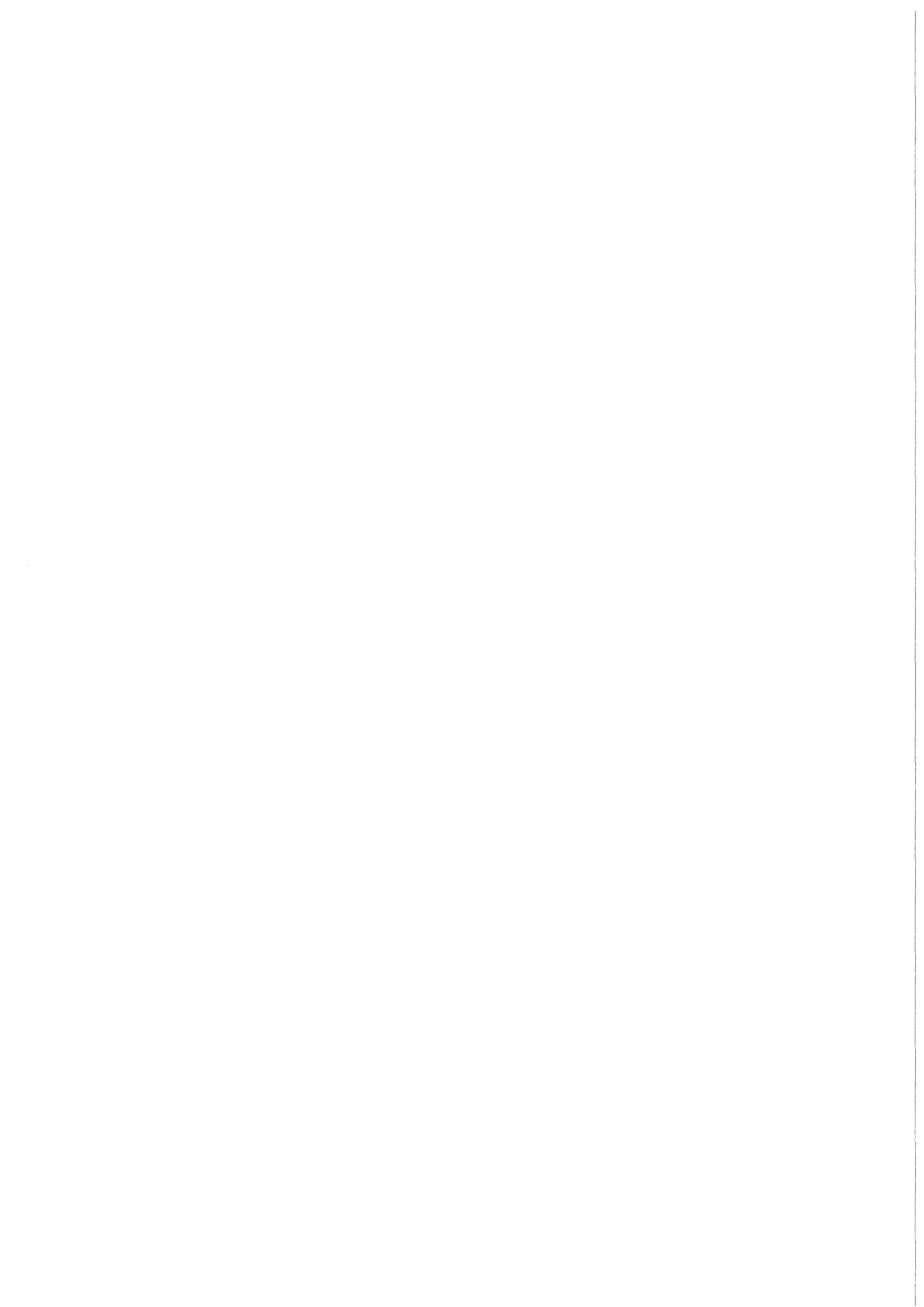


**KfK 4132**  
**Februar 1987**

# **Vier-Komponenten-Photometer für den Einsatz bei der Produktion eines Farbstoffgemisches**

**H. Günther, H. Stripf**  
**Hauptabteilung Datenverarbeitung und Instrumentierung**

**Kernforschungszentrum Karlsruhe**



KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

Hauptabteilung Datenverarbeitung und Instrumentierung

KfK 4132

Vier-Komponenten-Photometer für den Einsatz bei der  
Produktion eines Farbstoffgemisches

H. Günther, H. Stripf

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

Als Manuskript vervielfältigt  
Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH  
Postfach 3640, 7500 Karlsruhe 1

ISSN 0303-4003

## Vier-Komponenten-Photometer für den Einsatz bei der Produktion eines Farbstoffgemisches

### **Zusammenfassung:**

Das Photometer ist in der Lage, ein Gemisch mit maximal 4 Komponenten quantitativ zu analysieren. Dank des integrierten Meß- und Auswerte-Rechners kann es flexibel an verschiedene Meßaufgaben angepaßt werden. Die optische Messung erfolgt nach dem "Zweistrahl"-Verfahren, bei dem das Meßlicht in zwei Meß-Kanäle aufgeteilt wird. Beide Intensitäten werden zeitlich sequentiell von einem Detektor erfaßt.

Das System besteht aus dem Meßkopf sowie der Steuer- und Auswerteeinheit, die getrennt voneinander aufgestellt werden können. Die gewählten Gehäuse gestatten den Einsatz in der rauen, korrosiven Atmosphäre chemischer Produktionsstätten. Die Fähigkeiten des Systems, die wichtigsten Funktionen zu überwachen, weitgehend fehlertolerant zu arbeiten und Nullpunktsnachführungen programmierbar durchzuführen, ermöglichen wartungsfreie Standzeiten, welche zur Zeit nur durch die Lebensdauer des Strahlers beschränkt werden.

## Four-component Photometer for Use in Production of a Dye Mixture

### **Abstract:**

The Photometer is able to analyze quantitatively a mixture containing a maximum of four components. Thanks to its integrated measurement and evaluation computer it can be adapted flexibly to various measurement problems. Optical measurements are carried out by the "dual-beam" method in which the measuring light is split into two measuring channels. Both intensities are sequentially measured by the same detector.

The system is made up of the measuring probe and the control and evaluation unit, which can be set up separately. The rugged housings allow the units to be operated in the aggressive, corrosive atmosphere of chemical production plants. The capability of the system to monitor key functions, work in a highly fault tolerant mode and allow zero point adjustments to be made in a programmable mode makes for maintenance-free service periods which, for the time being, are limited only by the service life of the emitter.

## Inhaltsverzeichnis

	Seite
1. Einleitung	1
2. Meßaufgabe	2
3. Meßprinzip	4
3.1 Grundsätzliche Betrachtungen zur Absorption	4
3.2 Strahlengang und optische Bauteile	8
3.3 Mechanische Komponenten	9
3.4 Gehäuse	10
4. Hardware	11
4.1 Digital-Elektronik	12
4.2 Analog-Elektronik	17
5. Software	19
5.1 Struktur der Software	19
5.2 Systeminitialisierung	21
5.3 Meßwertaufnahme	22
5.4 Meßwertverarbeitung	24
5.5 Filterwechsel	25
5.6 Tastatur-Eingabe	26
6. Meßergebnisse und Diskussion	28
6.1 Untersuchungen mit vollentsalztem Wasser	28
6.2 Untersuchungen mit Farbstoff	28
6.3 Betriebsverhalten des Systems	31
Literaturhinweise	33
Abbildungen	

## 1. Einleitung

Zur Überprüfung der Urananreicherung im Trenndüsenverfahren wurde ein robustes, empfindliches, prozeßfähiges Nachweisgerät für HF und UF<sub>6</sub> benötigt. Der Markt bot kein entsprechendes Gerät. Daher wurde im KfK ein IR Prozeßphotometer /1/ entwickelt, welches inzwischen im Rahmen des Technologietransfers von einem externen Industriepartner gefertigt wird.

Zur quantitativen Analyse eines Systems mit mehreren Komponenten, deren Absorptionsspektren stark überlappen, kann dieses Gerät nicht eingesetzt werden. Zum anderen ist das Bifrequenzprinzip /2/ wegen der starken Temperaturabhängigkeit der Emissionsspektren der Lampen im sichtbaren und im ultravioletten Spektralbereich für empfindliche Messungen nicht geeignet. Es wurde daher in HDI-2 ein Photometer entwickelt, welches nach dem Zweistrahlprinzip arbeitet, die Vorteile des Bifrequenzverfahrens aber nicht aufgibt.

Das Messlicht wird dabei durch geeignete Strahlteiler in Meß- und Referenzstrahl ungefähr gleicher Energie aufgeteilt. Diese beiden Teilstrahlen durchstrahlen getrennt Meß- und Referenzküvette. Sie werden zeitlich sequentiell vom Detektor erfaßt. Aus den beiden Intensitäten läßt sich ein Extinktionswert berechnen, der durch Absorption von einer oder von mehreren Komponenten verursacht wird. Zwischen dem Strahler und dem Strahlteiler befindet sich ein Filterwechselmechanismus, der je nach Aufbau unterschiedlich viele Interferenzfilter aufnimmt, die gezielt in den Strahlengang eingeschwenkt werden können. Dadurch ist es möglich, die Extinktion einer Probe bei verschiedenen Wellenlängen zu bestimmen und daraus die Konzentrationen von mehreren Komponenten eines Gemisches zu berechnen.

## 2. Meßaufgabe

Der Koordinationsstelle Technologie-Transfer lag eine Anfrage der Fa. Höchst über ein Photometer zur Bestimmung des Quotienten zweier Extinktionen (bei 520 und 600 nm) einer Farbstofflösung vor. Mit dem Prozeßphotometer Spectran 677 konnte diese Aufgabe nicht gelöst werden. Im folgenden werden die wichtigsten Punkte des Pflichtenheftes zusammengestellt.

Der Farbeindruck des binären Gemisches hängt sehr stark vom Mischungsverhältnis der beiden Komponenten ab. Ein einheitlicher Farbstandard setzt daher eine möglichst genaue On-Line Analytik mit angeschlossener Produktionsregelung auf den Sollwert der Zusammensetzung voraus. Von der Methode her scheint die Spektrometrie hier das Mittel der Wahl zu sein, obwohl einige Farbeigenschaften zu gewissen Einschränkungen führen. Die Extinktionskoeffizienten in der Nähe der Absorptionsmaxima sind so groß, daß die Proben schon bei wenigen Millimetern Dicke praktisch undurchlässig werden. Hinzu kommt eine unspezifische Einfärbung der optischen Fenster, welche die aus den Extinktionen berechneten Einzelkonzentrationen verfälscht.

Küvetten mit geringer Absorptionsschichtdicke (Kapillarküvetten) sind wegen starker Gasblasenentwicklung und der damit verbundenen Meßwertverfälschung für die Prozessanalytik kaum geeignet. Die Prozessflüssigkeit (Farbstoff) muß daher stark verdünnt werden, bevor sie in das Photometer gelangt. Das geschieht durch eine Verdünnungseinheit, bei der der Verdünnungsgrad grob um den Faktor 10 verändert werden kann. Der einmal vorgewählte Wert schwankt dann konstruktionsbedingt um einen Faktor 2 bis 3.

Die Einzelkonzentrationen sind daher für die Regelung irrelevant, es muß vielmehr auf das Konzentrationsverhältnis geregelt werden. Die Produktion sollte durch den Einsatz des Photometers nicht verändert werden. Anstelle des Konzentrationsverhältnisses wird daher als Regelgröße das Extinktionsverhältnis S bei zwei vorgegebenen Lichtwellenlängen gewählt.

$$S = \frac{E_{518}}{E_{602}}$$

Dabei bedeutet  $E_n$  die Extinktion bei der Wellenlänge n in Nanometern

Die zugelassene Toleranz für das Maximum der Filterdurchlaßkurven beträgt  $\pm 10$  nm.



Die Farbstoffkonzentrationsfehler sind proportional zum Fehler von S. Um den Produktionsstandard zu gewährleisten, werden folgende Ungenauigkeiten für das Extinktionsverhältnis zugelassen: Die Reproduzierbarkeit über einen Zeitraum von einem Monat muß besser sein als  $\pm 0,5\%$ , bei einer Kurzzeitstabilität kleiner als  $0,2\%$ . Nach der Fehlertheorie gilt:

$$\Delta S = \sum_{i=1,2} \left| \frac{\partial S}{\partial E_i} \cdot \Delta E_i \right| ; \quad \sim \quad \frac{\Delta S}{S} = \frac{\Delta E_{518}}{E_{518}} + \frac{\Delta E_{602}}{E_{602}} ;$$

Der relative Fehler von S setzt sich aus den relativen Fehlern der Einzelextinktionen zusammen. Er wird umso kleiner, je größer die Einzelextinktionen werden, da die Extinktionsfehler nahezu konstant bleiben.

Die Erhöhung der Konzentration oder das Vergrößern der Absorptionsstrecke führt daher bei unveränderter Meßapparatur zu größerer Genauigkeit der Konzentrationsbestimmung. Der Sollwert von S beträgt  $0,46$ . Aus physikalischen Gründen bewegt sich S in einem Intervall zwischen  $0,4$  und  $0,5$ .

Die Langzeitstabilität der Meßanordnung war ohne Farbstoff deutlich besser als gefordert. Die Küvettenfenster werden jedoch selektiv von einem der beiden Farbstoffe eingefärbt. Dadurch wird der Gehalt an diesem Farbstoff trotz des Sollwertes für S kleiner als die zulässige Toleranz.

Um die Standzeit von mehreren Wochen einhalten zu können, mußte deshalb zusätzlich die Möglichkeit der periodischen Nullpunktsnachführung eingeplant werden. Erreicht wird diese Nullpunktsnachführung durch Spülen der Meßküvette mit dem reinen Lösungsmittel ohne den Farbstoffzusatz. Die so ermittelten Extinktionen werden dann als Null-Korrekturen von den entsprechenden Größen bei der nachfolgenden Farbstoffmessung abgezogen. Der Einsatz in der Produktion erfordert Überwachung und Fehlermeldung für alle wichtigen Funktionen zusammen mit einem Sammelalarmsignal.

Wird ein Fehler erkannt, so wird gleichzeitig mit dem Auslösen der Meldung der letzte "richtige" Regelwert ausgegeben.

### 3. Meßprinzip

#### 3.1 Grundsätzliche Betrachtungen zur Absorption

Fällt ein Bündel monochromatischen Lichts durch ein absorbierendes Medium, so wird es geschwächt. Die Schwächung  $dI$  ist proportional zur einfallenden Intensität  $I_0$ , zur Konzentration des Mediums  $c$  und zur differentiellen Weglänge  $dx$ , bei der die Absorption stattfindet

$$dI = -I_{\lambda} \cdot \alpha_{\lambda} \cdot c \cdot dx;$$

$\alpha_{\lambda}$  ist dabei die weitgehend konzentrationsunabhängige Proportionalitätskonstante. Dies ist das Absorptionsgesetz in seiner differentiellen Form. Es hat die gleiche Struktur wie das Gesetz des radioaktiven Zerfalls, daher soll die Integration hier nicht durchgeführt werden. Das Ergebnis liefert die integrale Form, das Lambert-Beersche Gesetz.

$${}^{10}\log \left( \frac{I_0}{I} \right) = E_{\lambda} = \xi_{\lambda} \cdot C \cdot X$$

Die neu hinzugekommenen Symbole bedeuten:

$E_{\lambda}$  : die Extinktion gebildet aus der Intensität des Lichtes  $I_0$  vor und  $I$  hinter dem absorbierenden Medium.

$\xi_{\lambda}$  : der dekadische Extinktionskoeffizient, proportional zu

$X$ : die Absorptionslänge

$C$ : die mittlere Konzentration des Absorbers.

Sind nun die Absorptionslänge und der Absorptionskoeffizient bekannt, so kann durch zwei Intensitätsmessungen schnell und zerstörungsfrei die Konzentration eines Stoffes bestimmt werden. Die Intensität  $I$  des geschwächten Lichtbündels kann direkt gemessen werden. Die einfallende Intensität  $I_0$  ist einer direkten Messung nicht zugänglich, sie muß indirekt bestimmt werden.

Beim Bifrequenzverfahren wird die Probe abwechselnd mit Lichtbündeln verschiedener Wellenlänge durchstrahlt. Dabei sollte die Probe bei einer Wellenlänge nicht, oder aus Gründen der Empfindlichkeit mit deutlich kleinerem Absorptionskoeffizient absorbieren als bei der anderen. Der Strahlengang für die beiden Frequenzkanäle ist nahezu identisch. Solange sich nun das Intensitätsverhältnis beider Strahlbündel von der Strahlerseite her nicht ändert, kann aus den Intensitäten hinter dem Absorber eine Extinktion berechnet werden, die zur Stoffkonzentration proportional ist. Der Extinktionskoeffizient hängt von der Lage der Meßstrahlen im Spektrum ab und muß bei jedem Umbau neu bestimmt werden.

Dazu wird gewöhnlich eine Eichkurve aufgenommen, durch die auch die Konzentrationsabhängigkeit des Extinktionskoeffizienten berücksichtigt wird.

Die Stabilität des Einstrahl-Bifrequenzverfahrens hängt von der Konstanz des Intensitätsverhältnisses in Meß- und Referenzkanal ab. An Hand einer groben Näherung soll nun abgeschätzt werden, wie stark dieses Intensitätsverhältnis von der Temperatur und vom spektralen Abstand der beiden Kanäle beeinflußt wird.

Der Strahler wird als schwarzer Strahler behandelt. Die Gesamtstrahlungsleistung ist nach dem Stefan Boltzmann'schen Gesetz proportional zur 4. Potenz der Temperatur:

$$E_s = \sigma \cdot T^4; \quad \sigma = \text{Strahlungskonstante}$$

$T = \text{Temperatur in Kelvin}$

Diese abgestrahlte Leistung ist andererseits auch proportional zur elektrischen Leistung.

$$U \times I = \sigma \cdot T^4 \quad (1)$$

Die spektrale Intensitätsverteilung ( $E_\lambda$ ) und deren Temperaturabhängigkeit wird durch die Planck'sche Strahlungsformel beschrieben.

$$E = h \cdot c / \lambda^5 \cdot (\exp(h \cdot \nu / kT) - 1)^{-1} \quad (2)$$

$\lambda$  = Wellenlänge

$c$  = Lichtgeschwindigkeit

$h$  = Planck'sches Wirkungsquantum

$k$  = Boltzmannkonstante

$\nu$  = Frequenz

Um die Temperaturvariation bei Änderung der Versorgungsspannung zu berechnen, wird (1) nach der Temperatur abgeleitet.

Daraus erhält man:  $T/T = 1/4 \quad U/U$ ;

Bei konstantem Strom beträgt die relative Temperaturänderung 1/4 der relativen Spannungsvariation.

Eine Temperaturänderung führt nach Formel (2) zu unterschiedlicher Veränderung von Meß- und Referenzintensität. Das führt bei der Extinktionsberechnung zu einem zusätzlichen additiven Term, welcher die Konzentrationsbestimmung verfälscht.

Abb. 3.1 zeigt die Abhängigkeit dieser Scheinextinktion von der Temperatur.

Für vier verschiedene Wellenlängenkombinationen ist die Ableitung dieser Scheinextinktion nach der Temperatur gegen die absolute Temperatur aufgetragen. Die Absolutwerte erhält man daraus für nicht zu große Temperaturschwankungen, durch Multiplikation der Ordinatenwerte mit der Temperaturvariation.

$$\Delta E = \frac{dE}{dT} \cdot \Delta T ;$$

Temperaturvariationen können sowohl durch Änderung der Strahlerleistung, als auch durch Schwankungen der Umgebungstemperatur verursacht werden. Sie sind näherungsweise proportional zur Lampentemperatur.

Es wurden als Beispiele drei Wellenlängenpaare im realistischen Abstand von  $0,3 \mu\text{m}$  im infraroten, im nahen infraroten und im sichtbaren Spektralbereich gewählt. Die vierte Kurve entspricht der Filterkombination für die Farbstoffmessung.

Die Ordinatenwerte nehmen mit abnehmender Wellenlänge zu, und zwar für die 3 ersten Beispiele um jeweils eine Größenordnung. Mit wachsender Temperatur wird der Differentialquotient kleiner, die größere Temperaturschwankung des Strahlers kompensiert diesen Effekt auf die Scheinextinktion jedoch zum Teil wieder.

Die beiden Beispiele im Sichtbaren zeigen, daß die Scheinextinktion mit dem Wellenlängenabstand abnimmt. Wegen der breiten Absorptionsbanden wird dadurch die Empfindlichkeit erniedrigt, da die Referenzwellenlänge in den Bereich größerer Absorptionen gerät.

Im sichtbaren Spektralbereich ( $\lambda_{\text{Meß}} = 0,39 \mu\text{m}$ ,  $\lambda_{\text{ref}} = 0,68 \mu\text{m}$ ;  $T = 2200 \text{ K}$ , das entspricht einer Filterkombination zur Messung von  $\text{NO}_2$ ) verursacht eine Temperaturänderung von  $0,5 \text{ K}$  bereits einen Extinktionsfehler von ungefähr  $0,2 \%$ . Bei den für die Farbmessung eingesetzten Filtern beträgt der Extinktionsfehler bei gleicher Temperaturschwankung etwa  $10^{-3}$  Extinktionseinheiten.

Der Effekt der Pseudoextinktion läßt sich auch durch entsprechende Leistungsregelung der Strahlerversorgung nicht vollständig eliminieren, da die Temperatur des Strahlers nicht konstant ist, sondern über die strahlende Fläche eine gewisse Schwankebreite aufweist.

Einfacher als genaue Regelung von Leistung und Lampentemperatur schien uns die direkte Überwachung der Strahlungsintensität von Meß- und Referenzkanal. Hier wird also der Wechsel vom Bifrequenz-Einstrahl zum Multifrequenz-Zweistrahilverfahren vollzogen. Es gibt zwei Wege, dies zu tun:

- a) Aus dem Licht des Strahlers wird Licht der gewünschten Wellenlänge mit Hilfe eines geeigneten Monochromators herausgefiltert. Dieser Lichtstrahl wird vor der Meßküvette mit Hilfe eines Strahlteilers in möglichst gleich-intensive Teilstrahlen zerlegt. Einer durchstrahlt die Meßküvette, der andere eine identische Referenzküvette. Dadurch werden Einflüsse von Lösungsmitteln und Fenstern weitgehend kompensiert.

flüsse von Lösungsmitteln und Fenstern weitgehend kompensiert. Hinter diesen Küvetten werden beide Strahlen wieder zusammengeführt und zeitlich sequentiell mit der gleichen Detektor-Verstärkeranordnung erfaßt. Der zeitliche Wechsel zwischen beiden Strahlern muß so schnell erfolgen, daß die Lampenschwankungen in dieser Zeit klein sind gegen die zulässigen Meßfehler.

- b) Die Strahlführung ist bis zu den Küvetten die gleiche wie bei a). Dann werden die Teilstrahlen jedoch nicht mehr zusammengeführt, sondern jeder wird für sich durch eine eigene Detektor-Verstärkeranordnung nachgewiesen. Diese Methode kann bei extrem instabilen Strahlern mit starker Kurzzeitschwankung eingesetzt werden. Wegen der zwei Nachweiskanäle wird jedoch eine Temperaturstabilisierung von Detektoren und Elektronik bzw. häufigeres Überprüfen der Verstärkereigenschaften erforderlich.

### 3.2 Strahlengang und optische Bauteile

Die Abbildung 3-2 zeigt eine schematische Darstellung des Photometers.

Der Strahler erzeugt ein Parallelbündel polychromatischen Lichts. Daraus wird durch Interferenzfilter der gewünschte Spektralanteil ausgewählt.

Das Gerät in dieser Ausbaustufe bietet die Möglichkeit, zwischen 4 Filterpositionen, die beliebig bestückt werden können, zu wählen. Dadurch kann ein Gemisch mit maximal 4 Komponenten bestimmt werden.

Dabei wird die Extinktion bei 4 verschiedenen Wellenlängen gemessen. Die Gesamtextinktion  $E_i$  ist für nicht zu große Konzentrationen die Summe der Einzelextinktionen.

$$E_i = \sum_1 \lambda_i \cdot C_1 + \sum_2 \lambda_i \cdot C_2 + \sum_3 \lambda_i \cdot C_3 + \sum_4 \lambda_i \cdot C_4;$$

Wir erhalten also ein lineares Gleichungssystem von 4 Gleichungen mit 4 Unbekannten. Dabei bedeuten:

$E_{\lambda_i} = \log(I_{\text{Ref } \lambda_i} / I_{\text{Mess } \lambda_i})$ ; die Gesamtextinktion bei  $i$ , die gemessen wird.

$\epsilon_{\lambda_i \lambda_j}$ ;  $i, j = 1, 2, 3, 4$  : die bekannten Extinktionskoeffizienten der Einzelkomponenten.

$C_i$ ;  $i = 1, 2, 3, 4$  : die unbekannt Konzentrationen

Durch Lösen dieses linearen Gleichungssystems (3) erhält man die Konzentrationen der Einzelkomponenten.

Hinter dem gewählten Filter trifft der Strahl auf einen Strahlteilerwürfel, dessen Eigenschaften den Spektralbereich einschränken. Hier wird er aufgeteilt in Meß- und Referenzstrahl. Der Meßstrahl trifft direkt auf die Meßküvette, während der Referenzstrahl zuerst durch einen Spiegel umgelenkt wird. Eine Referenzküvette ist nicht eingezeichnet, da sie für diese Meßaufgabe nicht gebraucht wird. Dann folgt im Strahlengang eine Chopperscheibe, die während einer Umdrehung jeweils 1/3 der Zeit den Meß- und dann den Referenzstrahl durchläßt. Im restlichen Drittel des Zeitintervalls trifft kein Licht auf den Detektor. Ein weiterer Strahlteiler und ein Spiegel vereinigen die beiden Teilstrahlen wieder geometrisch. Eine Linse bildet dann die Leuchtzone des Strahlers auf den Si-Detektor ab. Wegen der Teilpolarisation der Strahlung an Strahlteilern und Spiegeln wird die Messung an optisch aktiven Proben verfälscht. Dieser Effekt muß bei der Eichung berücksichtigt werden. Da die beiden Strahlengänge geometrisch getrennt sind, wird durch Konstanthalten der Temperatur unterschiedliche thermische Ausdehnung und damit verbundene Asymmetrie im Strahlengang verhindert.

Die Temperatur der Anordnung wird auf einen Wert geregelt, der über der Umgebungstemperatur liegt.

### 3.3 Mechanische Komponenten

Das Gerät enthält drei bewegliche mechanische Komponenten, den Chopper und den Filterwechselmechanismus, jeweils mit Schrittmotorantrieb und den Durchflußwächter. Die Filter stehen während einer Messung stationär im Strahlengang. Wegen der Inhomogenität aller optischer Komponenten ist es erforderlich, die Filter nach dem Wechsel immer genau in die gleiche Position zu bringen.

Daher wurde ein Malteserkreuzgetriebe mit 4 Positionen zwischen Antriebsmotor und Filterträgerscheibe gesetzt. Die richtige Filterposition wird mittels Lichtschranken überwacht.

An die Gleichlaufstabilität des Choppermotors brauchen, wie aus Abbildung 5-2 ersichtlich, keine allzu großen Forderungen gestellt zu werden.

### 3.4 Gehäuse

Die Meßanordnung ist aus thermischen Gründen auf einer Aluminiumplatte fixiert. Die optischen Elemente sind noch geringfügig justierbar. Diese Platte ist an der Strahlerseite mit einem runden Deckel verschraubt. Dieser Deckel enthält die nötigen Kabelstecker sowie die Durchführungen für die Meßflüssigkeit (Meßgas). Deckel und Grundplatte können in einen Edelstahlzylinder geschoben und gasdicht verschraubt werden. Zur besseren thermischen Isolierung ist dieser Zylinder in einem zweiten Gehäuse untergebracht, welches mit einer 3 cm dicken Schaumstoffschicht ausgekleidet ist. Dadurch werden kurzfristige Temperaturschwankungen verhindert.



#### 4. Hardware

Die Hardware ist so ausgelegt, daß alle Fähigkeiten, welche das Meßsystem vom Konzept her bietet, optimal ausgenutzt werden können, obwohl für das anstehende Meßproblem nur Teile davon benötigt werden.

Eine ganze Reihe von Funktionen muß zeitlich korreliert von der Prozessorelektronik zur Verfügung gestellt werden. Nur dann kann ein störungsfreier Betrieb des Meßsystems über längere Zeit erwartet werden. Die Abb. 4-1 zeigt die Meßanordnung noch einmal zusammen mit den Elektronik-Modulen als Blockdiagramm. An Hand dieser Darstellung soll nun ein Überblick über die einzelnen Funktionen gegeben werden. Das Meßsystem besteht aus zwei modularen Komponenten, dem Meßkopf und dem Elektronik-Gehäuse, die getrennt voneinander aufgestellt werden können. Das Verbindungskabel ist mehrere Meter lang. Daher muß nur der Meßkopf gegen die rauen Bedingungen in unmittelbarer Prozeßnähe optimal geschützt werden. Der Meßkopf enthält ein Minimum an Elektronik: die Treiber für die Lichtschranken, die Temperaturregelung, sowie den Selektivverstärker mit Spannungs-Frequenz-Wandler für die Signalverarbeitung des Detektors. Der größte Teil der elektronischen Baugruppen und die Spannungsversorgung sind in dem spritzwassergeschützten Elektronik-Gehäuse untergebracht.

Das zentrale Element der gesamten Elektronik ist die Baugruppe HDI-99/2, ein Einplatinenrechner mit einem Mikroprozessor 8085 als CPU. Diese Baugruppe kommuniziert über ein Bussystem mit der Motortreiber- und Zählerbaugruppe HDI-99/3. Sie überwacht und steuert zugleich noch die drei weiteren Module zur Relaissteuerung (HDI-99/13), zur Temperaturerfassung (HDI-99/7) sowie zur Strahlerversorgung und zur Spannungs-Stromkonvertierung des Ausgangssignals (HDI-99/4). Sie ermöglicht darüber hinaus die Kommunikation nach außen mit Hilfe von Flüssigkristallanzeige (LCD), Tastatur und Alarmleuchten.

Die wichtigste Aufgabe im Zusammenspiel aller elektronischer Module ist die Aufnahme und Verarbeitung der Detektorausgangssignale, zusammen mit der variablen Umschaltung auf die vier verschiedenen Frequenzkanäle. Der dazu notwendige Aufwand an Steuerung und Überwachung ist auf Grund der Komplexität des

Gesamtsystems größer als bei Photometern zum Nachweis einer einzigen Komponente. Im oberen Teil der Abb. 4-1, dem Meßkopf, sind die dafür nötigen funktionellen Komponenten eingezeichnet.

Je ein Schrittmotor dient dem Antrieb der Chopperscheibe bzw. dem Wechsel der Position der Filterscheibe. Lichtschranken erfassen und überwachen die korrekte Lage von Chopperscheibe, Filterscheibe und Malteserkreuz-Getriebe. Der integrierte Durchflußwächter zeigt über Plausibilitätsbetrachtungen an, ob die aktuelle Zusammensetzung des Prozessmediums gemessen wird. Zusätzlich zur autonomen Temperaturregelung enthält der Meßkopf noch zwei Sensoren zur Überwachung der Temperatur. Strahler und Detektor mit Selektivverstärker sind die physikalische Seele des Meßkopfes.

#### 4.1 Digital-Elektronik

Die meisten Komponenten im Meßkopf werden von den modularen Platinen im Elektronikgehäuse betrieben, gesteuert und überwacht. Die Hauptarbeit dafür übernimmt die Baugruppe HDI 99/2, ein Einplatinen-Rechner mit einfachen Erweiterungsmöglichkeiten. Die Baugruppe ist für Anwendungen im Bereich Prozesssteuerung und Meßwertverarbeitung ausgelegt. Sie wurde bereits bei der Entwicklung anderer Geräte eingesetzt und hat sich in der Praxis bewährt.

Im einzelnen enthält die Baugruppe folgende funktionelle Elemente:

- CPU 8085
- 16 KB EPROM
- 2 KB Batteriegepufferte CMOS RAM
- Batteriegepufferte Echtzeituhr
- 12-Bit Digital-Analog-Wandler
- Tastaturencoder für eine 20er Tastatur
- Baudratengenerator 50 - 19200 Baud
- Serielle V24 Schnittstelle
- 58-Bit Zähler/Zeitgeber kaskadierbar
- 16 programmierbare parallele Ein/Ausgabe Leitungen
- Interrupt Controller
- Chip Select Logik für 14 Bausteine (8 für Erweiterungen frei)

Die Abbildung 4-2 zeigt das Blockschaltbild dieser Baugruppe. Die wichtigsten Funktionen werden im folgenden an Hand dieser Darstellung erläutert.

Die Rücksetzautomatik sorgt bei Inbetriebnahme des Systems für einen definierten Start. Die Zentraleinheit wird dabei auf Adresse 0 gesetzt. Dieser Vorgang kann auch durch ein externes Signal (RESET) ausgelöst werden.

Der Prozessor und die für seine baulichen Besonderheiten nötigen Treiber für Adress-, Daten- und Steuerleitungen sollen hier nicht mehr beschrieben werden.

Das gesamte Adressiervolumen der CPU 8085A beträgt 64 KBytes. Abb. 4-3 zeigt die Aufteilung des Speicherbereiches der Baugruppe. Der Adreßbereich wird in acht Teile zu je 8 KByte aufgeteilt. Durch eine "wired-or" Verknüpfung der beiden unteren codierten Signale werden dem EPROM Speicher 16 KByte im unteren Adreßbereich zugewiesen.

Für den RAM Speicher ist der Bereich von 8000H bis 9FFFH reserviert. Der obere Adreßbereich (von E000H bis FFFFH) wird durch einen zweiten 1- aus 8-Dekoder in Bereiche von 1 KBytes selektiert. Über diesen Dekodierer werden die peripheren Bausteine angesprochen.

Die Adreßdekodierlogik stellt somit 14 Auswahlsignale zur Verfügung. Acht davon werden auf der Baugruppe benutzt, die restlichen sechs werden für Erweiterungen zur Verfügung gestellt.

Der Lesespeicher von Adresse 4 bis 4000 H enthält das Programm und die nicht veränderlichen Daten. Der statische Schreib-Lese-Speicher von Adresse 8000H bis A000H enthält variable Größen wie aktuelle Meßergebnisse, Zwischenergebnisse und Rücksprungadressen, damit nach dem Einschalten der Versorgungsspannung kein undefiniertes Ansprechen des Bausteins erfolgen kann. Dieser Speicher und der Kalenderuhrenbaustein sind batteriegepuffert, so daß bei Stromausfall alle wichtigen Daten erhalten bleiben. Die Pufferungszeit beträgt etwa 5 Monate. Der Uhrenbaustein dient als Zeitbasis und zur Dokumentationsunterstützung.

Die integrierten Zähler überdecken den Bereich von einer zehntel Sekunde bis zu einem Monat. Der Baustein ist busorientiert, so daß er direkt an den Systembus gekoppelt werden kann. Der aktuelle Zählerinhalt steht nach der Adressierung auf dem Datenbus zur Verfügung, wobei ein unabhängiger Zugriff auf jedes Zählerwort möglich ist.

Der Baustein kann auch als Zeitbasis benutzt werden, wobei per Software eine Impulsdauer von 0,5, 5 oder 60 Sekunden programmiert werden kann. Der Zeitgeberausgang des Bausteins ist auf der Baugruppe mit dem TRAP-Eingang des Prozessors verschaltet. Damit wird mit Hilfe der Software eine Systemablaufüberwachung realisiert.

Der mikroprozessor-kompatible Digital-Analog-Wandler setzt den aus den optischen Messungen gewonnenen Wert in eine analoge Größe um, die über eine Pegelanpassung der externen Regeleinheit in der Produktion zur Verfügung steht.

Parallele und serielle Ein-/Ausgabe, Zähler/Zeitgeber und ein Teil der Interrupt-Steuerung sind mit dem Multifunktionsbaustein 8256 realisiert. Drei Leitungen der seriellen Schnittstelle stehen, mit V<sub>24</sub> Pegelumsetzern versehen, an der Basis VG-Leiste zur Verfügung. Die Übertragungsgeschwindigkeit kann mit Hilfe eines programmierbaren Baudraten-Generators im Baustein 8256 auf übliche Werte zwischen 50 und 19200 Baud eingestellt werden.

Für parallele Ein-/Ausgabe sind insgesamt 16 Leitungen im Baustein vorhanden. Sieben dieser Leitungen werden zur Ansteuerung der alphanumerischen Anzeige benötigt. Sie werden mit fünf freien Leitungen am Ansley Frontstecker zur Verfügung gestellt. Vier weitere Leitungen sind zur Basis-Messerleiste geführt. Weiterhin stellt der Baustein 8256 fünf programmierbare und voneinander unabhängige 8-Bit-Zähler/Zeitgeber zur Verfügung. Zwei Zähler/Zeitgeber können jeweils zu einer Breite von 16 Bit kaskadiert werden (Bei Verwendung der Zähler reduziert sich die Anzahl der Parallel-E/A-Leitungen).

Die Interrupt-Steuerung der Baugruppe umfaßt die in den Bausteinen 8085A und 8256 enthaltenen Interrupt-Teile. Damit stehen die vier direkten Interrupt-Eingänge der CPU und die acht Interrupt-Ebenen des Bausteins 8256 zur Verfügung.

Zum Anschluß einer Tastatur an den Mikroprozessor dient der Tastaturencoder 74C923. Dieser Baustein enthält die Logik, um eine Tastatur, bestehend aus bis zu 20 matrixförmig angeordneten Tasten, kontinuierlich zu überwachen. Der Baustein übernimmt das Abfragen und Entprellen der Tasten.

Die beiden zuletzt beschriebenen Bausteine ermöglichen über die alpha-numerische Anzeige (LCD) und die Eingabetastatur einen Quasi-Dialogbetrieb zwischen dem Meßwertsystem und dem Bediener. Parameteränderungen und Systemfunktionsaufrufe können leicht durchgeführt werden. Für andere Meßaufgaben lassen sich auf einfache Weise menuegesteuerte Programmaufrufe realisieren.

Die gesamte Baugruppe ist über Stecker mit einem eigenen Systembus verbunden. Auf diesem Systembus lassen sich folgende Gruppen von Signalen unterscheiden:

Stromversorgung, Steuersignale, Ein-/Ausgabe-Signale, Interrupt-Signale und Signale für externen Datenverkehr.

Die Adreßleitungen A13-A15 sind nicht auf den Bus geführt, da die freien "Chip-Select" Leitungen die zur Erweiterung notwendige Selektierung vornehmen. Durch die über den Bus geführten "Chip-Select" Leitungen ist, in begrenztem Umfang, ein sehr einfacher Anschluß von weiteren peripheren Bausteinen möglich, da die Adreßdekodierlogik entfallen kann. Alle oben genannten Signale sind über die Reihen a und c einer Busplatine parallel verdrahtet. Die Signale VREF (analoge Referenz) und ANOUT (Analoger Ausgang) und die drei Signale TXP, RXD und CTS der seriellen Schnittstelle sind auf der Basis-Messerleiste auf die Reihe b geführt. Diese Reihe ist über die Bus-Platine nicht parallel geführt; die Signale müssen zur Weiterführung direkt an der Baugruppe abgenommen werden.

Die wesentlichen Funktionen der Baugruppe HDI 99/3 sind die Ansteuerung der beiden Schrittmotoren für den Chopperscheibenantrieb und für den Filterwechsel sowie die Messung der dem Detektorsignal entsprechenden Frequenz des U/F-Wandlers.

Abb. 4-4 zeigt das Blockschaltbild der Baugruppe.

Als Zeitbasis für den Zähler/Zeitgeber wird die Taktfrequenz der CPU 8085 verwendet. Um die für die Meßwerterfassung notwendigen Meßzeiten zu erlangen, wird die Taktfrequenz mit Hilfe des Frequenzteilers 49710 um den Faktor zehn untersetzt.

Der Zähler/Zeitgeber 8253 beinhaltet drei 16-Bit Zähler, für die jeweils sechs verschiedene Betriebsarten programmierbar sind. Zähler 0 dient, als Rechteckgenerator programmiert, der Erzeugung der Steuersignale für den Choppermotortreiber. Zähler 1 erfüllt zwei Funktionen. Während der Meßwerterfassung wird der Zähler, als Monoflop programmiert, zur Meß- und Wartezeitgenerierung benutzt. Als Rechteckgenerator programmiert, dient der Zähler während des Filterwechsels zur Erzeugung der Taktsignale für den Filterwechsellmotortreiber. Zähler 2 hat ebenfalls zwei Aufgaben. Während der Meßwerterfassung dient der Zähler zum Zählen der Detektorsignalfrequenz. Die Überwachung der Schrittanzahl des Filterwechsellmotors ist die weitere Aufgabe des Zählers während des Filterwechsels.

Der parallele Ein-/Ausgabe-Baustein 8255 besitzt drei 8-Bit Ports, die durch Programmierung als Aus- oder Eingabeleitungen geschaltet werden können. Die einzelnen Funktionen der Ein- bzw. Ausgabeleitungen sind:

- Bestimmung der Drehrichtung der Schrittmotoren
- Abschalten der Spannungsversorgung der Schrittmotoren
- Steuerung der Logik für den Zähler/Zeitgeber
- Erfassung der Lichtschranken-Signale
- Einstellung des Verstärkungsfaktors für das Detektorsignal
- Anwahl der Temperaturfühler
- Erfassung der Strahlerstromüberwachung

Zur Steuerung der Motoren für die Chopperscheibe und für den Filterwechsel werden zwei Bausteine SAA1027 eingesetzt. Dieser Baustein dient zur Ansteuerung von 4-Strang-Schrittmotoren im Unipolar-Betrieb. Er wandelt eine Folge von Steuerimpulsen in sequentielle Signale um und ermöglicht die Ansteuerung von Schrittmotoren, deren Strangstrom unterhalb 350 mA liegt. Der Baustein arbeitet mit einer Betriebsspannung von 12 Volt. Um mit TTL-Pegel die Bausteine anzusprechen, werden Pegelumsetzer (7406) eingesetzt.

Die drei Leitungen PA5, PA6 und PA7 des Bausteins 8255 dienen in Zusammenarbeit mit dem Leitungstreiber 49701 auf der Baugruppe HDI 99/13 zur Ansteuerung von drei Relais. Ein Relais wird als Alarmgeber verwendet. Die beiden anderen dienen zur Ventilsteuerung für die Nulljustierung.

Die Nulljustierung ist erforderlich, um die selektive Einfärbung der Küvettenfenster durch einen Farbstoff des Gemisches zu kompensieren. Eine aufkommende Asymmetrie der optischen Übertragungseigenschaften von Meß- und Referenzkanal bedarf keiner Nulljustierung, da eine solche Drift durch Messung mit einem der 4 Filter erfaßt und dann rechnerisch korrigiert werden kann.

#### 4.2 Analog-Elektronik

Die Analog-Elektronik besteht im wesentlichen aus den drei Baugruppen Selektivverstärker mit U/F-Wandler (HDI 99/12), Temperaturerfassung (HDI 99/7) und U/I-Konvertierung Strahlerstrom (HDI 99/4) und Temperaturregelung.

Das auf den Photodetektor auffallende Licht wird in ein elektrisches Signal umgewandelt und nach Verstärkung (HDI 99/11) der Baugruppe HDI 99/12 übergeben.

Auf dieser Baugruppe kann vom Mikroprozessor die Verstärkung selektiv eingestellt werden. Dazu wird über den digital-ansteuerbaren Analog-Multiplexer (AD 7501) einer von acht möglichen Widerständen in den Rückkopplungszweig eines Operationsverstärkers geschaltet. Das Emissionsspektrum des Strahlers ähnelt dem des "Schwarzen Körpers". Je nach Filterbestückung können sich die Intensitäten in den optischen Kanälen um mehrere Zehnerpotenzen voneinander unterscheiden. Das gilt in gleichem Maße für die Detektorausgangssignale. Mit dieser Schaltung läßt sich die Verstärkung für jedes optische Filter so einstellen, daß die Dynamik des nachgeschalteten Spannungs-/Frequenzwandlers immer optimal ausgenutzt wird.

Der U/F-Wandler setzt die am Eingang anliegenden Spannungswerte in ein Rechtecksignal mit einer dem Spannungswert analogen Impulsfrequenz um. Diese Impulse werden vom Meßkopf zur Meßelektronik übertragen. Durch die digitale Übertragung wird eine hohe

Störsicherheit erreicht. Der eingesetzte U/F-Wandler Typ 4735 sendet ein Rechtecksignal mit einer Frequenz von 1 MHz bei einer Eingangsspannung von 10 V aus. Die differentielle Nichtlinearität des Bausteins beträgt 0,001 %.

Die Baugruppe HDI 99/7 dient zur Temperaturerfassung. Drei Temperaturfühler von Typ AD590 sind im Meßsystem eingesetzt. Zwei davon dienen zur Überwachung der Temperatur des Meßkopfes, ein dritter ist im Elektronikgehäuse untergebracht. Die Temperaturfühler geben einen von der Temperatur abhängigen Strom ab. Ein von dem Mikroprozessor gesteuerter Analog-Multiplexer schaltet eines der drei Sensorsignale zu einem der Operationsverstärker. Dieser Operationsverstärker setzt das Stromsignal in ein Spannungssignal um und führt es einem nachgeschalteten U/F-Wandler Typ VFC32 zu. Dieser U/F-Wandler konvertiert das analoge Spannungssignal (von 0 bis 10 V) in ein digitales Rechtecksignal mit der Frequenz von 0 bis 20 KHz. Dieses Rechtecksignal wird einem an den Mikroprozessor angeschlossenen Zähler übergeben.

Die Baugruppe HDI 99/4 übernimmt die Lampenstromregelung und sorgt damit für eine gute Kurzzeitstabilität des Strahlers. Dies ist nötig, da zeitlich sequentielle Erfassung von Meß- und Referenzlicht nur Langzeitschwankungen kompensiert, deren Periode groß ist gegen die Umlaufzeit der Chopperscheibe. Außerdem konvertiert sie das analoge Spannungssignal der Regelgröße (0 bis 10 V) in ein Stromsignal 0 bis 20 mA oder 4 bis 20 mA. Diese beiden Ausgabeformate können über Lötbrücken eingestellt werden.

Die eingesetzte Temperaturregelung arbeitet autonom und kann durch das System nicht beeinflusst werden. Sie wird lediglich durch die beiden Temperaturfühler im Meßkopf überwacht.



## 5. Software

### 5.1 Struktur der Software

Das System soll gewährleisten, daß die Farbstoffzusammensetzung immer innerhalb der Toleranz dem Sollwert entspricht. Dazu müssen folgende Verfahrensschritte ausgeführt werden:

- Meßwertaufnahme
- Berechnung der Regelgröße
- Ausgabe der Regelgröße.

Für den wartungsfreien Einsatz werden Überwachungen aller notwendigen mechanischen Komponenten, sowie Signifikanz-Überprüfungen der Meßwerte und der Ergebnisse durchgeführt. Erkannte Störungen versucht das System selbst zu beheben. Die Art der aufgetretenen Störung wird in dafür vorgesehenen Zählern festgehalten. Kann das System nicht mehr in den störungsfreien Betriebszustand zurückfinden, dann wird die Störung nach außen gemeldet und die Produktion von der Regeleinheit getrennt.

Um diese komplexen Anforderungen an das Meßsystem erfüllen zu können, wurde ein Betriebssystem entwickelt, mit dessen Hilfe in Echtzeit mehrere Programme quasi parallel abgearbeitet werden können. Diese Teilprogramme bearbeiten die verschiedenen Systemaufgaben. Sie sind modular aufgebaut. Die hardwareabhängigen Routinen sind in Assembler die rechenintensiven in FORTRAN programmiert.

Den Teilprogrammen oder Tasks werden durch die Hardware Interrupt-Struktur und durch Vergaberoutinen definierte Prioritäten vorgegeben. Die Aktivierung der Tasks wird zusätzlich durch Maskierung einzelner Interrupts gesteuert.

Eine Task kann in dem Zustand "laufend", "wartend" oder "unterbrochen" sein. Der Zustand laufend wird durch einen entsprechenden Taskmerker angezeigt. Der Wechsel von einer Task zu einer anderen Task ist möglich, wenn die laufende Task abgearbeitet ist oder eine Task mit einer höheren Priorität eine externe Anforderung stellt. In letzterem Fall wird der Prozessorzustand beim Eintritt der Unterbrechung auf den Stack abgelegt. Nach Beendigung der höher prioritären Task wird die unterbrochene Task über den Stack an der unterbrochenen Stelle wieder aktiviert.

Ist eine Task beendet, ohne daß eine andere Task eine Anforderung stellt, so geht der Prozessor in eine Warteschleife.

In der folgenden Tabelle werden die einzelnen Tasks mit ihren Prioritäten dargestellt.

Prioritäten	Tasks
0 (höchste Priorität)	Systeminitialisierung
1	Systemmonitor
2	Meßwertaufnahme, Filterwechsel
3	Tastatur-Eingabe und Parameteränderung
4	Meßwertverarbeitung, Ergebnisdarstellung
5	Nullpunktjustierung, Testroutinen, Parameterausgabe
6	Warteschleife

Ein Taskwechsel zwischen zwei Tasks gleicher Priorität ist nur möglich, wenn die laufende Task vollständig abgearbeitet ist (Beispiel Meßwertaufnahme Filterwechsel) oder wenn über die Tastatur-Eingabe die laufende Task abgebrochen wird.

Das Meßsystem erfordert einen Ablauf von Programmteilen in einem festen zeitlichen Raster. Um diesen Ablauf zu überwachen, wird mit Hilfe der Kalenderuhr bei der Systeminitialisierung ein Differenzzeitgeber implementiert, der alle 60 Sekunden einen Interrupt höchster Priorität (TRAP) abgibt. Auf diesen Interrupt hin überprüft die Software, ob in dem letzten Zeitgeberintervall die Task Meßwertaufnahme aktiviert war. War dies nicht der Fall, so erfolgt ein definierter Neustart mit Systeminitialisierung.

Diese Überprüfung findet jedoch nicht statt, wenn sich der Prozessor in der Task Systemmonitor befindet; da ausschließlich in dieser Task die Meßwertaufnahme unterbunden wird. Die Task Meßwertaufnahme zeigt ihre Aktivierung über eine Zustandsvariable (Semaphore) an. Diese Semaphore wird durch den Differenzzeitgeber-Interrupt gelöscht.

Der Rechner überwacht kontinuierlich verschiedene Funktionen des Meßsystems und gibt beim Auftreten einer Fehlfunktion eine entsprechende Meldung zur Anzeige, anschließend erfolgt ein definierter Neustart. Beim Auftritt einiger Fehlfunktionen werden folgende zugeordnete Zähler um eins erhöht:

- TRAPZ zwischen zwei Signalen der Differenzzeituhr erfolgte keine Messung
- UDINZ undefinierter Interrupt (Programmsprung zu einer Adresse, die nicht belegt ist)
- MOTFEZ Fehlverhalten des Filterwechsellmotors
- SFEZ Stackbereich unterschreitet vorgegebene Grenze von 100 H

## 5.2 Systeminitialisierung

Nach dem Einschalten der Versorgungsspannung bzw. nach dem Betätigen der Reset Taste startet der Rechner bei der Adresse 0. Danach werden alle Zähler gelöscht, die Betriebsparameter geladen, die Programme aktiviert und die Baugruppen initialisiert.

Der Choppermotor wird mit Hilfe des Treiberbausteines SAA1027 angesteuert (siehe Kap. 4.2). Die Nenndrehzahl beträgt 180 Umdrehungen pro Minute. Um diese Drehzahl zu erreichen, wird der Motor sequentiell von einer Drehzahl von ca. drei U/min auf die Nenndrehzahl hochgefahren. Das Erreichen der Nenndrehzahl wird überprüft, indem die Zeit zwischen zwei Lichtschrankenimpulsen der Chopperscheibe mit Hilfe des Zählers 1 in Baustein 8256 gemessen wird. Übersteigt die Umdrehungszeit den Wert von 360 ms oder hat der Rechner nach dieser Zeit noch kein Lichtschrankensignal erfaßt, so muß ein Defekt an der Motorsteuerung vorliegen. Eine entsprechende Meldung wird zur Anzeige gebracht. Anschließend erfolgt ein definierter Neustart.

Die Funktion des Chopperscheibenmotors wird während eines jeden Meßzyklus auf analoge Art überprüft, indem nach Beendigung der einzelnen Phasen der Meßwertaufnahme eine Zeit vorgegeben wird, bis zu der das Lichtschrankensignal vom Rechner erfaßt werden muß.

Nach der Positionierung der Filterscheibe (siehe Kap. 5.5) wird die Systeminitialisierung abgeschlossen. Der Interrupt RST 6.5 wird nun freigegeben. Die Meßwertgewinnung wird damit eingeleitet. Der Programmablauf wird nun durch die Tasks Meßwernerfassung und Meßwertverarbeitung bestimmt. Der Prozessor wechselt so lange zwischen diesen beiden Funktionen, bis die Tastatur über den RST 7.5, der gleichzeitig zum RST 6.5 freigegeben wird, eine externe Anforderung stellt, die ein Taskwechsel verursacht.

### 5.3 Meßwertaufnahme

Die Meßwertaufnahme übernimmt die Signale des Photodetektors, der Temperaturfühler und des Durchflußmengen Zählers. Die Information all dieser Signale ist in einer Frequenz verschlüsselt. Um die Signale zu erfassen, müssen demzufolge in einem Zeitschema verschiedene Zähler gestartet und Zählerstände ausgelesen werden.

Die Dauer einer Zählung wird über einen programmierbaren Zeitgeber eingestellt. In Abb. 5.1 ist die Erfassung des Detektorsignals mit dem zugeordneten Zeitschema dargestellt. Durch den Aufbau der Chopperscheibe bedingt, werden bei einer Umdrehung der Chopperscheibe drei Phasen unterschieden

- Eine Referenzphase, bei welcher der von der Lampe ausgehende Lichtstrahl über den Referenzweg zum Detektor gelangt.
- Eine Meßphase, in der der Lichtstrahl über die Küvette zum Detektor gelangt.
- Eine Dunkelphase, in der kein von der Lampe ausgehender Lichtstrahl auf den Detektor fällt.

Durch die Trennung der einzelnen Phasen entstehen Totzeiten, in denen das Detektorsignal nicht erfaßt werden darf.

Durch die Konfiguration U/F-Wandler-Zähler wird ein integrierendes Meßverfahren realisiert. Störungen auf den analogen Signalleitungen oder kurzzeitige Schwankungen der Lichtquellen werden durch dieses Verfahren eliminiert. Die Meßzeiten betragen 60 ms. Diese Zeit ist ein dreifaches der Netzperiodendauer. Durch die Wahl dieser Meßzeit können netzabhängige Signaleinstreuungen unterdrückt werden.

Die Synchronisation wie auch der Start des Zeitschemas wird durch den Lichtschrankenimpuls der Chopperscheibe ausgelöst. Durch Einhalten einer konstanten Wartezeit wird eine Verfälschung der Meßwerte durch Jitter der Chopperscheibe verhindert. Nach Ablauf dieser Wartezeit wird der Impulszähler zurückgesetzt und die Meßzeit im Zeitgeber eingestellt. Ist die Meßzeit abgelaufen, so muß der Zählerstand ausgelesen und in einen Zwischenspeicher übergeben werden. Danach wird die nächste Wartezeit eingeleitet. Diese Folge Wartezeit-Messzeit wird für die Erfassung der drei Detektorwerte Referenz-, Meß- und Dunkelsignal sequentiell durchgeführt. Die in einem Zwischenspeicher abgelegten Rohmeßwerte werden anschließend in der Meßwertverarbeitungsroutine übernommen und ausgewertet. Die Dauer einer Chopperscheibenumdrehung beträgt ca. 330 ms.

Aus der Sicht des Prozessors ist eine einzelne Phase der Meßwertaufnahme durch folgende Sequenz vorgegeben:

- Start Zeitgeber Wartezeit
- Wartezeit
- Rücksetzen Zähler
- Start Zeitgeber Meßzeit
- Meßzeit
- Übernahme der Zählerwerte und Abspeicherung

Die einzelnen Phasen der Meßwertaufnahme werden durch Interrupts ausgelöst. Der Lichtschrankenimpuls löst einen Interrupt 6.5, die Beendigung der Meß- bzw. Wartezeit einen Interrupt 5.5 aus. Der Prozessor erkennt über eine Zustandsvariable, in welcher Phase der Meßwertaufnahme er sich befindet. Diese Zustandsvariable wird durch den Lichtschranken-Interrupt zu Null gesetzt. Jeweils nach Beendigung einer Meß- bzw. Wartezeit (Interrupt 5.5) wird die Zustandsvariable um eins erhöht. Durch diese Interrupt Struktur ist der Prozessor für Meßwertaufnahme während einer Chopperscheibenumdrehung (330ms) nur für eine Zeit unter einer Millisekunde belastet.

Nach der Erfassung des Detektordunkelwertes erfolgt die Übernahme des Temperaturfühlersignals. Um möglichst störungsfreie Signale zu erhalten, wird das Temperatursignal nur parallel zum Detektordunkelwert gemessen. Die Ansteuerung der drei Temperatursensoren wird sequentiell über einen Analog-Multiplexer realisiert. Die Meßdaten werden in einem Zwischenspeicher abgelegt, von wo sie von der Meßwertverarbeitungsroutine abgerufen werden.

Nach Detektor- und Temperatursensorsignal wird der Stand des Zählers für den Durchflußmengenwächter übernommen. Rücksetzen und Starten des Zählers erfolgen nach der Synchronisation durch die Lichtschranke der Chopperscheibe. Der gemessene Wert wird zugleich mit dem über die Parametereingabe einprogrammierten Grenzwert verglichen. Wird dieser Grenzwert unterschritten, so erfolgt die Ansteuerung des Alarmrelais.

Die Meßwerterfassung ist hiermit für eine Chopperscheibenumdrehung, entsprechend einer Meßperiode, abgeschlossen.

#### **5.4 Meßwertverarbeitung**

Zur Meßwertverarbeitung werden zunächst alle Rohmeßwerte aus dem Zwischenspeicher entnommen und in die erforderliche Gleitpunktdarstellung umgewandelt. Aus den um den Dunkelstrom bereinigten Meß- und Referenzwerten wird die Extinktion gebildet. Anschließend wird noch die Nullextinktion subtrahiert, bevor die Einzel-Extinktionen aufsummiert werden. Die Meßzeit des Meßsystems wird über einen Parameter, der die Anzahl der Meßperioden angibt, bestimmt. Jede Meßreihe setzt sich so aus einer Anzahl von Meßperioden zusammen.

Die Auswertung unterscheidet einen Teil, der nach jeder Meßperiode und einen Teil, der nach jeder Meßreihe abgearbeitet wird. Der Zeitbedarf für den ersten Teil beträgt ca. 58 ms.

Diese Teilroutine wird durch den Lichtschrankenimpuls der Chopperscheibe unterbrochen, der zur Meßwertaufnahme der nächsten Periode dient (siehe Abb. 5-1). Die Tasks Meßwertaufnahme und Meßwertverarbeitung werden somit immer verschachtelt bearbeitet.

Erkennt die Meßwertverarbeitung, daß die Anzahl der Meßperioden gleich dem vorgegebenen Parameter ist, so wird die Meßwertaufnahme unterbunden, indem die entsprechenden Interrupts maskiert werden. Die nächste Filterposition wird nun angewählt.

Gleichzeitig zum Filterwechsel erfolgt die Berechnung der Extinktionskorrektur, des Extinktionsquotienten, der Temperaturwerte, die Ausgabe der Meßergebnisse auf die LCD-Anzeige und die Analog-Ausgabe des Extinktionsquotienten (siehe Kap. 6 und Abb. 5-2). Die Anzeige der Meßergebnisse kann durch Zustandsvariablen von anderen Tasks unterbunden werden, um z.B. Uhrzeit, Temperatur oder andere Daten anzuzeigen.

Ebenso wie die Anzeige kann auch der Filterwechsel, die Berechnung des Extinktionsquotienten und die Analog-Ausgabe durch eine taskgesteuerte Zustandsvariable TESTM unterbunden werden (z.B. bei der Nulljustierung).

Da diese Zustandsvariable von den verschiedensten Teilfunktionen verändert werden kann, zeigt die folgende Wahrheitstabelle die der Belegung der Zustandsvariablen entsprechenden Funktionen an.

Zustandsvariable TESTM	Filter- wechsel	S-Wert-Berechnung (Regelgröße)	Analog-Ausgabe
0 und 3	ja	ja	ja
1	nein	nein	ja
2	ja	nein	ja
3	ja	nein	nein

## 5.5 Filterwechsel

Der Wechsel der einzelnen Farbfilter erfolgt mit Hilfe eines Schrittmotors, der über ein Malteserkreuz-Getriebe eine Filterradscheibe antreibt. Auf dieser Scheibe befinden sich vier Filterpositionen. Die Stellung einer dieser Filterscheibe wird durch eine Gabellichtschranke erfaßt. Die Ruhestellung des Filterwechsellmotors wird durch das Signal der Reflexionslichtschranke ermittelt. Um die thermische Belastung des Meßsystems so gering wie möglich zu halten, wird der Motor nur für die Dauer des Filterwechsels angesteuert. Die Positionierung auf Position einer erfolgt durch ständiges Ansteuern des Motors, bis das Signal der

Gabellichtschranke erfaßt wird. Durch diese Positionierung wird eine Synchronisation zwischen Filterscheibe und Motorsteuerung erreicht.

Für jeden Filterwechsel benötigt der Motor eine volle Umdrehung. Dies bedeutet für den Motor mit einem Schrittwinkel von 7,5 Grad eine Schrittzahl von 48.

Zur erhöhten Sicherheit wird in der Interruptserviceroutine die Schrittzahl des Motors überprüft. Ist sie kleiner als 40, so muß ein Fehlverhalten des Motors vorliegen, es erfolgt eine Fehlerregistrierung und ein definierter Neustart. Wird die Kontrolle der Schrittzahl erfolgreich abgeschlossen, so wird nun die der neu eingestellten Filterposition entsprechende Verstärkung eingestellt und die Filterposition als Zustandsvariable gesetzt. Die Task ist damit beendet (siehe Abb. 5-2).

Der Filterwechsel benötigt ca. 1,2 Sekunden. Die Task Filterwechsel kann von Teilroutinen, Langzeittest, Kurzzeittest, Nulljustierung und Meßwertverarbeitung aufgerufen werden.

## 5.6 Tastatur-Eingabe

Der Anschluß der Tastatur an den Mikroprozessor erfolgt über den Baustein 74C923. Dieser Baustein signalisiert das Betätigen einer Taste über den RST 7.5 Interrupt des Prozessors. Der Interrupt wird freigegeben, sobald die Systeminitialisierung beendet ist. Ausschließlich in der Task Meßwertaufnahme ist der Interrupt maskiert; durch die Speicherung des RST 7.5 im Prozessor geht jedoch die Anforderung nicht verloren.

Jeder Taste der Tastatur wird vom Programm her ein entsprechender Code zugeordnet. Bei den Numeriktasten sind es die entsprechenden ASCII Codes. Den anderen Tasten ist folgender Code zugeordnet:



Taste	ASCII Symbol	Code
*	"."	2EH
#	"_"	2DH
Enter	CR	ODH
F1	SOH	1
F2	STX	2
F3	ETX	3

Durch diese Tastaturbelegung ist es möglich, beliebige vorzeichenbehaftete Zahlen einzugeben. Zusätzlich können durch die drei Funktionstasten in Verbindung mit einer Numeriktaste insgesamt 30 verschiedene Funktionen aufgerufen werden.

## 6. Meßergebnisse und Diskussion

Die Filterscheibe war für die Messung mit Meßfiltern mit 520 und 600 nm zur Vergleichsmessung mit einem Filter mit 760 nm maximaler Durchlaßwellenlänge (dort absorbieren beide Farbstoffe nicht) und mit einer Lochblende bestückt. Um die Störung der Messung durch Luftblasen zu minimieren, wurde nach Plänen der Fa. Höchst eine Blasenabscheideküvette angefertigt und in das Photometer eingebaut.

### 6.1 Untersuchungen mit vollentsalztem Wasser

Versuchsaufbau: VE-Wasser wurde aus einem thermostatisierten Vorratsbehälter ( $T = 40^{\circ}\text{C}$ ) mit einer magnetgekoppelten Kreiselpumpe (Durchsatz ca. 200 ml/min) durch das Photometer im Kreislauf gepumpt. Das Photometer war zu diesem Zeitpunkt mit einer normalen Durchflußküvette ( $d = 10 \text{ mm}$ ) ausgerüstet.

Testdauer: 7 Tage.

Der zeitliche Verlauf der Einzelextinktionen für die Farbfilter 520 nm und 600 nm ist in Abb. 7.1 dargestellt. Hierzu wurden Stichprobenwerte (Zeitabstand ca. 5 h) herangezogen. Das Extinktionsrauschen für die Einzelfilter liegt bei ca.  $1 \times 10^{-5}$ .

Im Untersuchungszeitraum betragen die maximalen Abweichungen vom Nullwert  $\pm 9 \times 10^{-5}$  (520 nm) bzw.  $\pm 18 \times 10^{-5}$  (600 nm) Extinktionseinheiten. Bezogen auf einen Sollwert des Extinktionsverhältnisses  $S = \text{Ext}(520)/\text{Ext}(600) = 0,23/0,5 = 0,46$  lag die Abweichung von S im gesamten Untersuchungszeitraum bei 0,04 %.

### 6.2 Untersuchungen mit Farbstoff

Die Untersuchungen mit Farbstoff wurden mit dem in 2 und 3 beschriebenen Versuchsaufbau durchgeführt, wobei anstelle der Normalküvette eine Blasenabscheideküvette ( $d = 10 \text{ mm}$ ) eingesetzt wurden. Die Thermostatisierung des Vorratsbehälters war auf  $48^{\circ}\text{C}$  eingestellt.

Die Meßwerte wurden wie folgt ermittelt:

1. Spülen der Anordnung mit VE-Wasser Kreislauf.
2. Bestimmung des Extinktionsnullpunktes für die einzelnen FarbfILTER.
3. Zugabe des Farbstoffes in etwa 10 ml-Wasser gelöst.
4. Nach 6 min Bestimmung der Einzelextinktionen und des S-Wertes
5. nach ca. 1 h Spülen der Anordnung mit ca. 3 l VE-Wasser.
6. Umschalten auf Kreislaufbetrieb wie in 1. für ca. 23 h.
7. Wie 2. etc.

Die Versuchsdauer betrug 11 Tage (263 h). Am 8. Versuchstag wurde das Gerät zu fotografischen Aufnahmen für ca. 3 h ausgeschaltet und geöffnet.

In Tab. 6.1 sind die so ermittelten Werte des Extinktionsverhältnisses S sowie die absoluten Differenzen zum Mittelwert aufgetragen. Zusätzlich sind die Meßwerte dargestellt, die man unter Berücksichtigung der jeweiligen Nullpunktwerte der Einzelextinktionen erhalten würde.

Tabelle 6.1: Zeitliche Veränderung des S-Wertes

ZEIT (h)	EXT-Verh.	Diff	EXT-Verh.-Korr	Diff
0	.490154	-1.58846E-03	.490102	-4.73231E-04
21	.491262	-4.80324E-04	.490734	1.58757E-04
52	.490612	-1.13079E-03	.490123	-4.52012E-04
76	.491346	-3.9646E-04	.489969	-6.06597E-04
99	.491938	1.95593E-04	.490562	-1.40363E-05
120	.4916	-1.42902E-04	.49085	2.74539E-04
141	.491317	-4.25518E-04	.490449	-1.26272E-04
168	.491041	-7.01964E-04	.48998	-6.95378E-04
189	.493191	1.44872E-03	.491305	7.29889E-04
220	.492924	1.08179E-03	.49074	1.64658E-04
244	.492263	5.20468E-04	.491104	5.28872E-04
263	.493362	1.61958E-03	.491087	5.11229E-04

Mittelwert EXT520/EXT600 = .491743

Mittelwert mit Nullkorr. = .490575

Die Einzelextinktionen schwanken zwischen 0,177 und 0,482 (520 nm) bzw. zwischen 0,361 und 0,979 (600 nm).

Die Schwankungsbreite des Nullpunkt-korrigierten S-Wertes um den Mittelwert beträgt  $\Delta S = \pm 7 \cdot 10^{-4}$ , die des nicht korrigierten S-Wertes liegt bei  $\Delta S = \pm 1,6 \cdot 10^{-3}$ . Hier ist auch ein zeitlicher Anstieg des S-Wertes zu beobachten, der auf Nullpunktsdriften der Einzelextinktionen zurückzuführen ist. (vgl. Tabelle 6.2)

Tabelle 6.2: Nullpunktsdrift der Einzelextinktionen

NULLPUNKTSDRIFT ZEIT(h)	NULLPUNKTSDRIFT		
	0-520	0-600	0-760
0	.00006	.00006	.00004
21	.00061	.00078	.00008
52	.00081	.00088	.00008
76	.0011	.00123	.00014
98	.00171	.00174	.0004
120	.00134	.00152	0
141	.00124	.00144	-.00009
168	.00194	.00187	.00045
189	.00211	.00222	.00045
220	.00232	.00236	.00053
244	.00221	.00219	.00058
253	.00252	.0027	.0005

Es wird deutlich, daß die Driften der Meßwellenlängen 520 nm und 600 nm deutlich größer sind als die der Vergleichswellenlänge 760 nm. Als Ursache wurde eine Verschmutzung der Küvettenfenster durch den eingebrachten Farbstoff festgestellt, der sich durch die Spülvorgänge nicht entfernen ließ.

In Tabelle 6.3 sind zur Verdeutlichung der durch diese Verschmutzung hervorgerufenen Driften nochmals die nichtkorrigierten und die nullpunktskorrigierten S-Werte mit den zugehörigen Abweichungen vom 1. Meßwert dargestellt.

Tabelle 6.3: Extinktionsdriften durch Verschmutzung

ZEIT (h)	EXT-Verh.	Diff	EXT-Verh.-korr	Diff
0	.490154	0	.490102	0
21	.491262	1.10814E-03	.490734	6.31988E-04
52	.490612	4.57674E-04	.490123	2.12193E-05
76	.491346	.001192	.489969	-1.33365E-04
98	.491938	1.78406E-03	.490562	4.59194E-04
120	.4916	1.44556E-03	.49085	7.4777E-04
141	.491317	1.16295E-03	.490449	3.46939E-04
168	.491041	.0008865	.48988	-2.22147E-04
189	.493191	3.03716E-03	.491305	1.20312E-03
220	.492924	2.67026E-03	.49074	6.37689E-04
244	.492263	2.10893E-03	.491104	.0010021
263	.493362	3.20804E-03	.491087	9.8446E-04

Während für die korrigierten Werte keine eindeutige Zeitabhängigkeit der Differenzen feststellbar ist, trifft dies für die nichtkorrigierten Werte eher zu.

### 6.3 Betriebsverhalten des Systems

Untersuchungen bezüglich der T-90-Zeit des Systems mit einem Flüssigkeitsdurchsatz von 160 ml/min ergaben für die im Gerät installierte Blasenabscheidküvette deutlich längere Austauschzeiten als für die normale Durchflußküvette. Ein vollständiger Stoff-Austausch mit der Blasenabscheidküvette wurde nach ca. 7 min erreicht, im Gegensatz zu etwa 3 - 4 min mit der Durchflußküvette. Es ist daher sinnvoll, je nach Länge der Zuleitungen, vor einer Nullpunktsmessung mindestens 10 min mit VE-Wasser zu spülen.

Mit keiner der beiden Küvetten ist es möglich, Blasenabscheidung durch Entgasen der Meßflüssigkeit im System zu verhindern. Falls das Meßmedium nicht entgast ist, ist darauf zu achten, daß die Eintrittstemperatur der Flüssigkeit die Meßgerätetemperatur (ca. 40°C) nicht unterschreitet. Die Flüssigkeitstemperatur muß über der Meßkopftemperatur liegen. Nur dann ist gewährleistet, daß in der Absorptionsküvette keine stärkere Gasblasenentwicklung auftritt, denn die Gaslöslichkeit nimmt mit steigender Temperatur ab.

Darüberhinaus ist es zur Gewährleistung der hohen Gerätespezifikationen notwendig, eine möglichst konstante Temperatur (+1°C) des Meßmediums sicherzustellen, insbesondere ist auch die Nullflüssigkeit auf gleiches Temperaturniveau zu bringen.

Die Forderungen des Pflichtenheftes schöpften nur einen Teil der Möglichkeiten des Meßsystems aus. Wichtig scheinen uns hier die abschließenden Hinweise auf den Einsatz einer zweiten Küvette im Referenzstrahlengang zur Kompensation von Lösungsmittelleffekten und auf die Möglichkeit ein 4-Komponenten-Gemisch mit Querempfindlichkeiten zu analysieren.

Literaturhinweise

/1/ P. Bley, W. Ehrfeld, U. Knapp, G. Krieg  
KfK Nachrichten II (1979) S 53 ff.

/2/ A. Verdin  
Gas Analysis Instrumentation,  
Macmillan Press Ltd. London (1979)

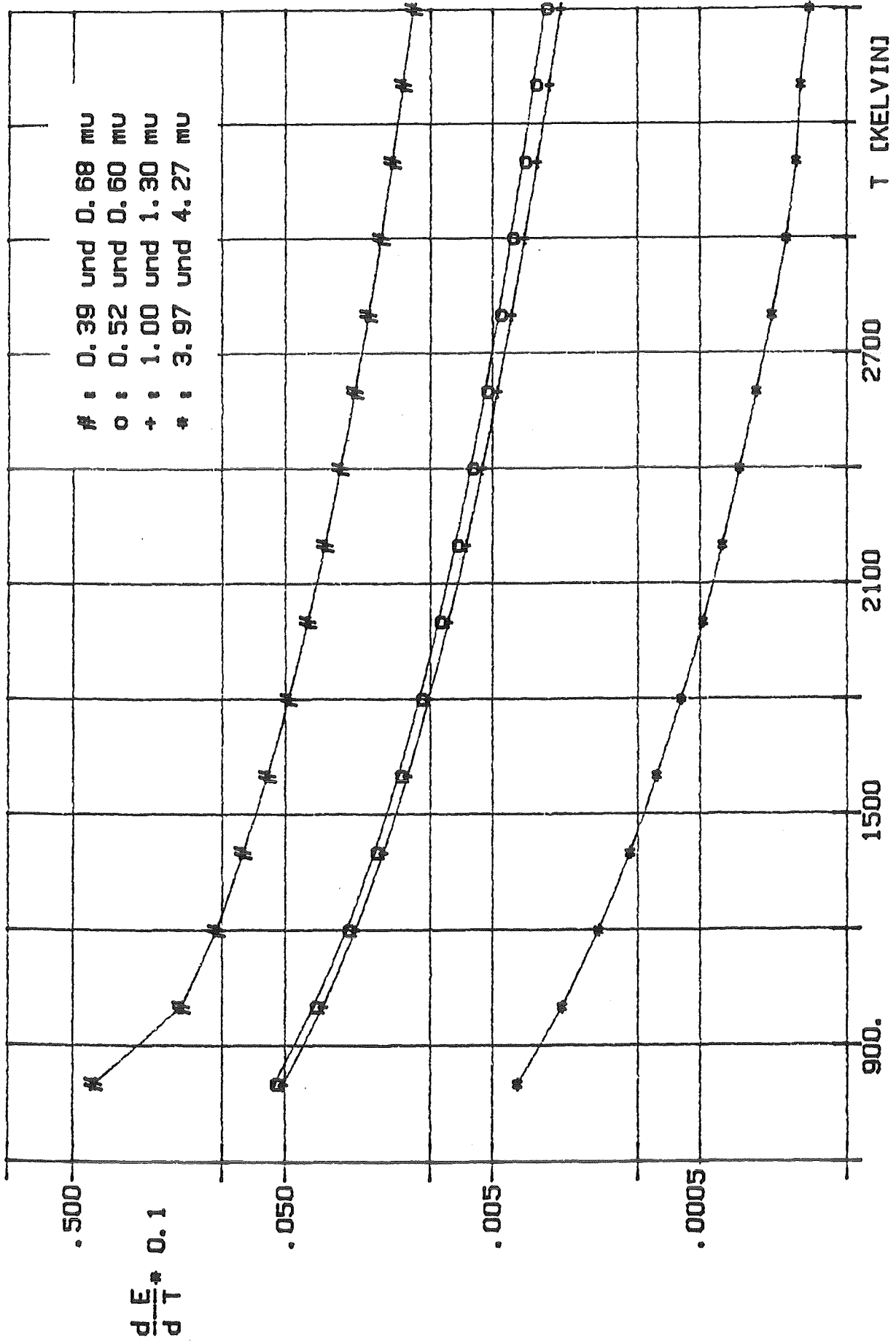


ABB: 3-1 AENDERUNG DER EXTINKTION MIT DER TEMPERATUR



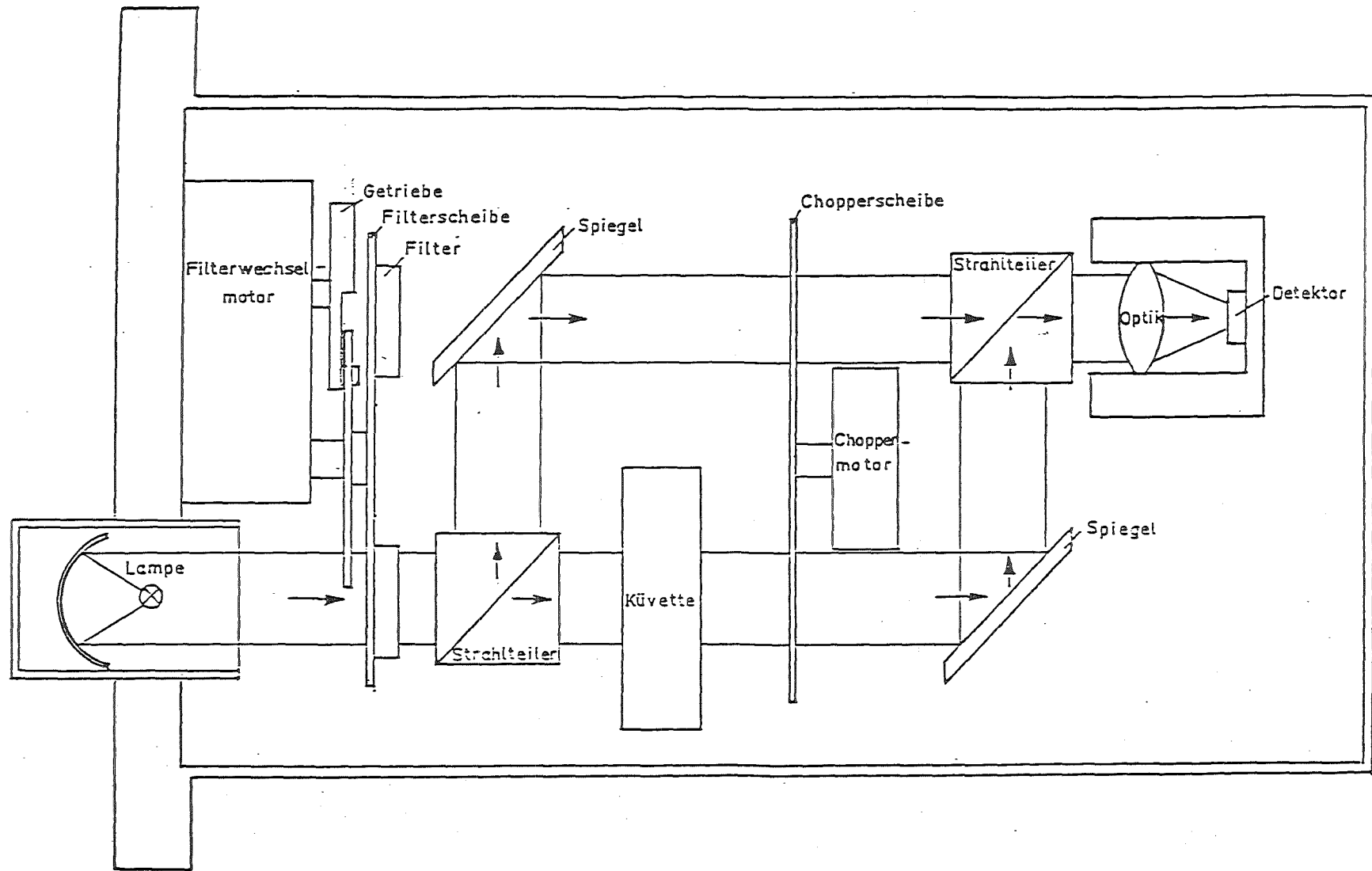


ABB. 3-2: MESSKOPF MIT OPTISCHEM STRAHLENGANG

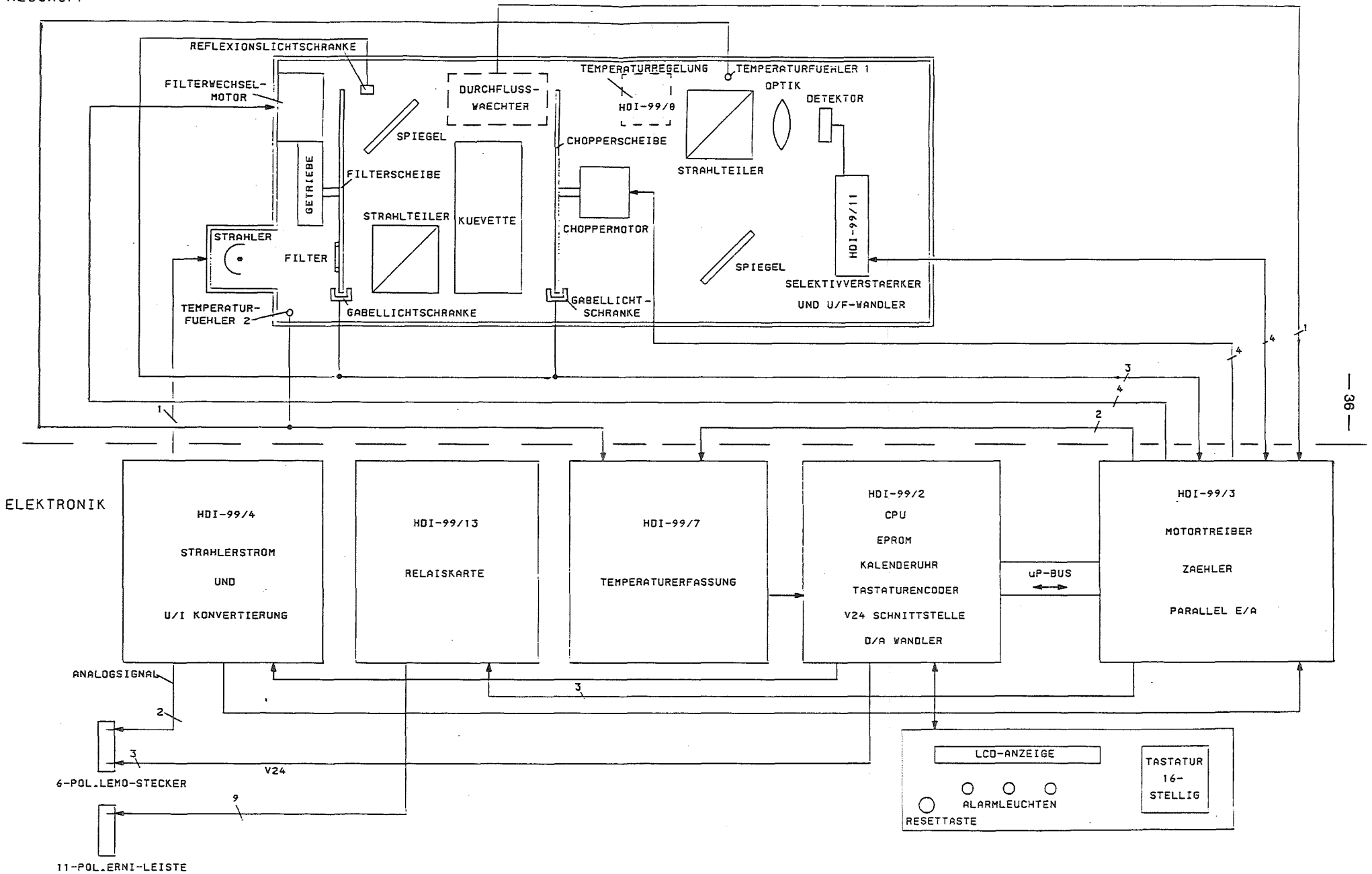


Abb. 4-1 : FARBPOTOMETER HOECHST

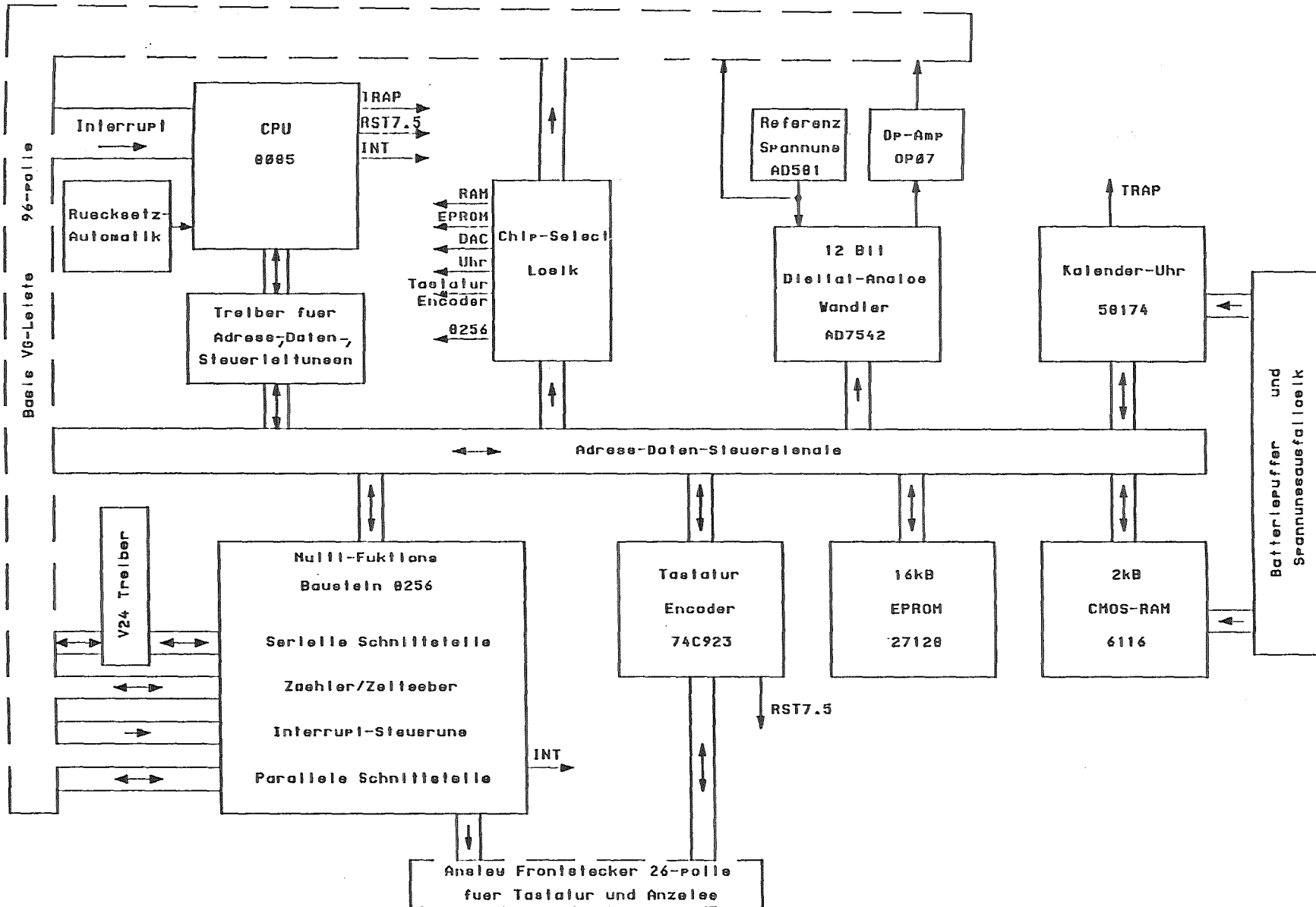


Abb. 4-2 : CPU-KARTE HDI-99/2/3-4

CS77	FC00H
CS76	F800H
CS75	F400H
CS74	F000H
7542 D/A Wandler	E800H
74C923 Tastatur Encoder	E400H
8256 MUART	E000H
CS6	C000H
CS5	A000H
6116 2kB RAM	8000H
* CS3	6000H
* CS2	4000H
27128 16kB EPROM	0000H

\* fuer Erweiterung frei

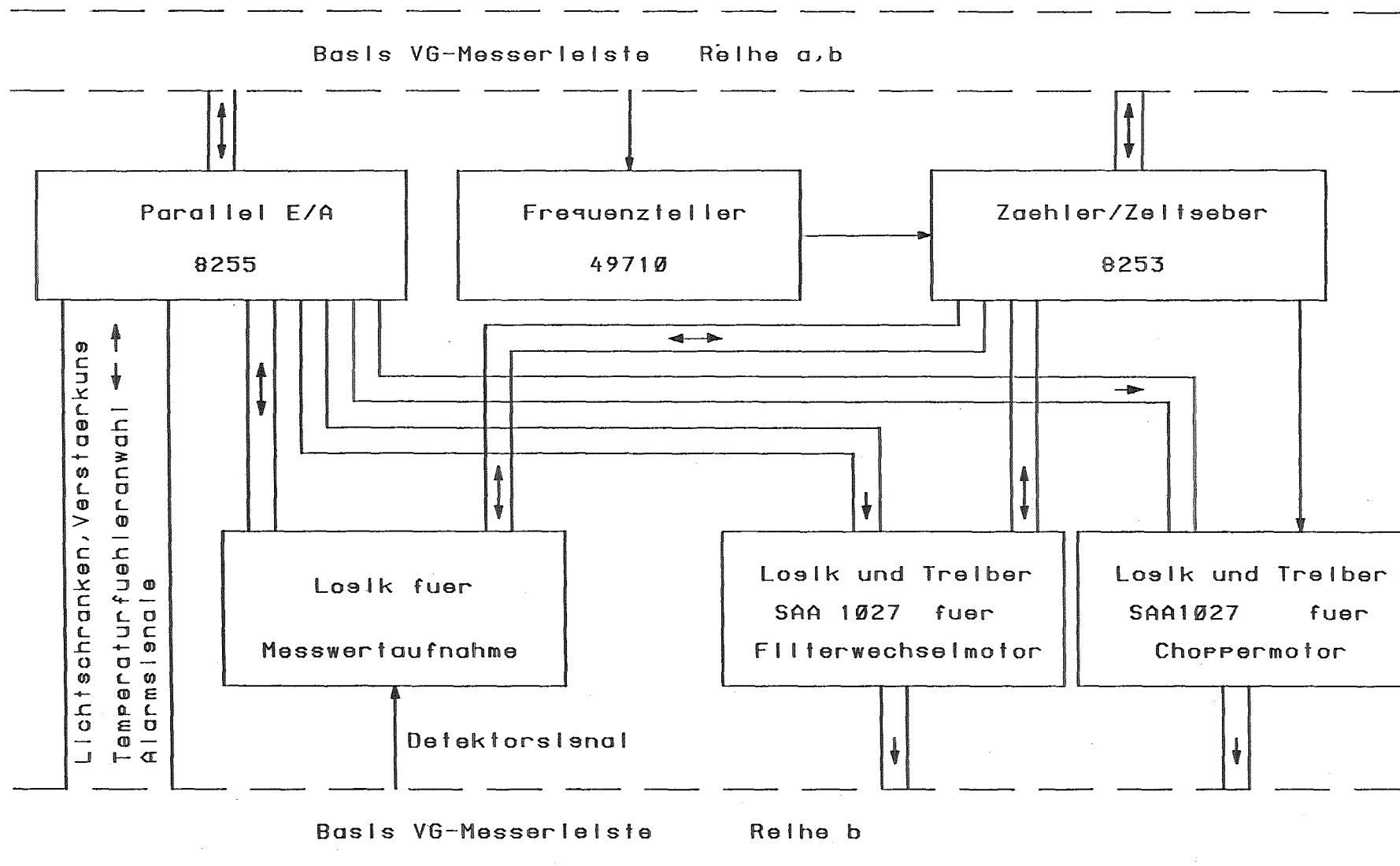


Abb. 4-4 : MOTORSTEUERUNG UND ZAEHLER

HDI-99/3/3-4

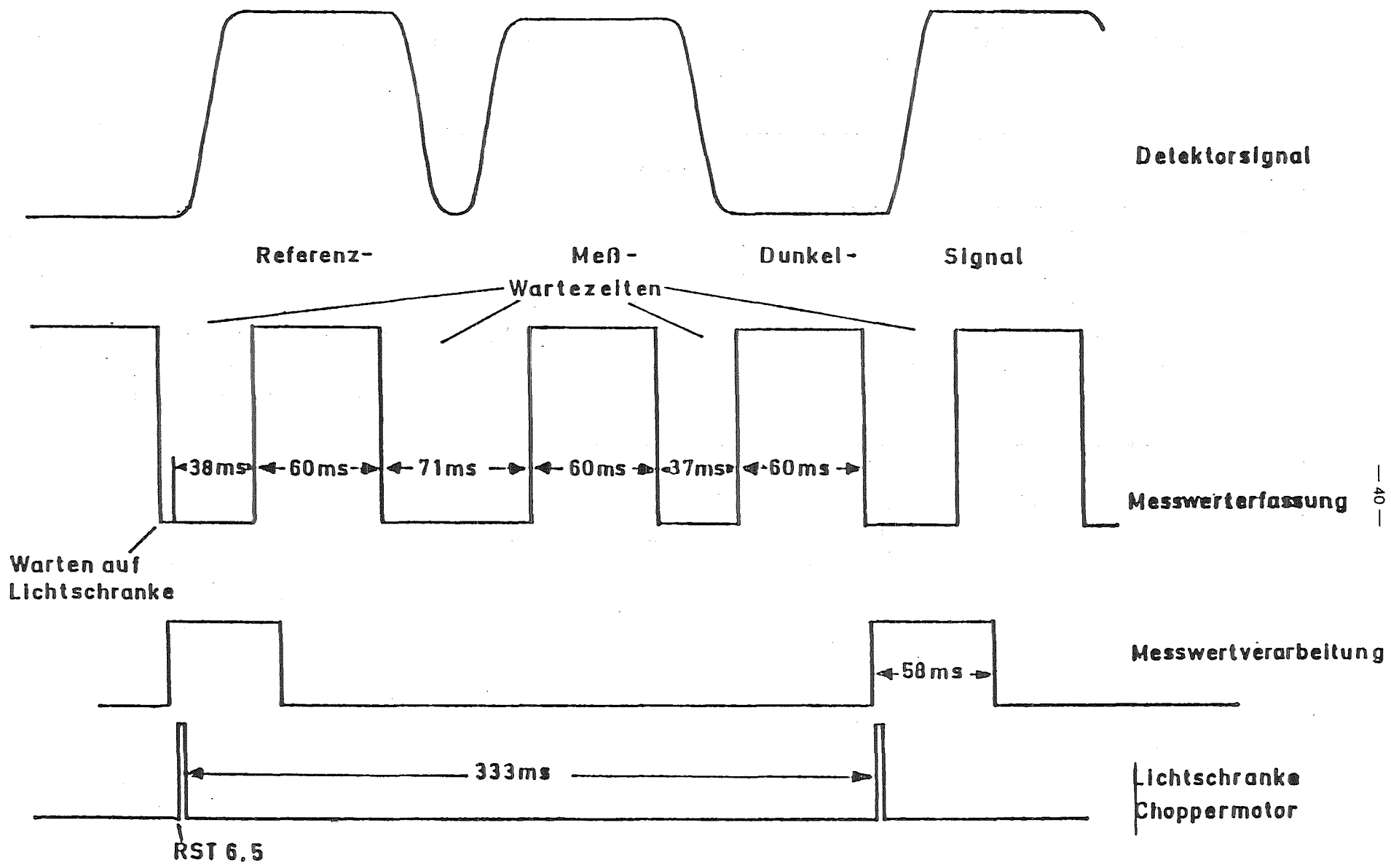


Abb. 5-1 Zeitdiagramm Messwertaufnahme - Messwertverarbeitung

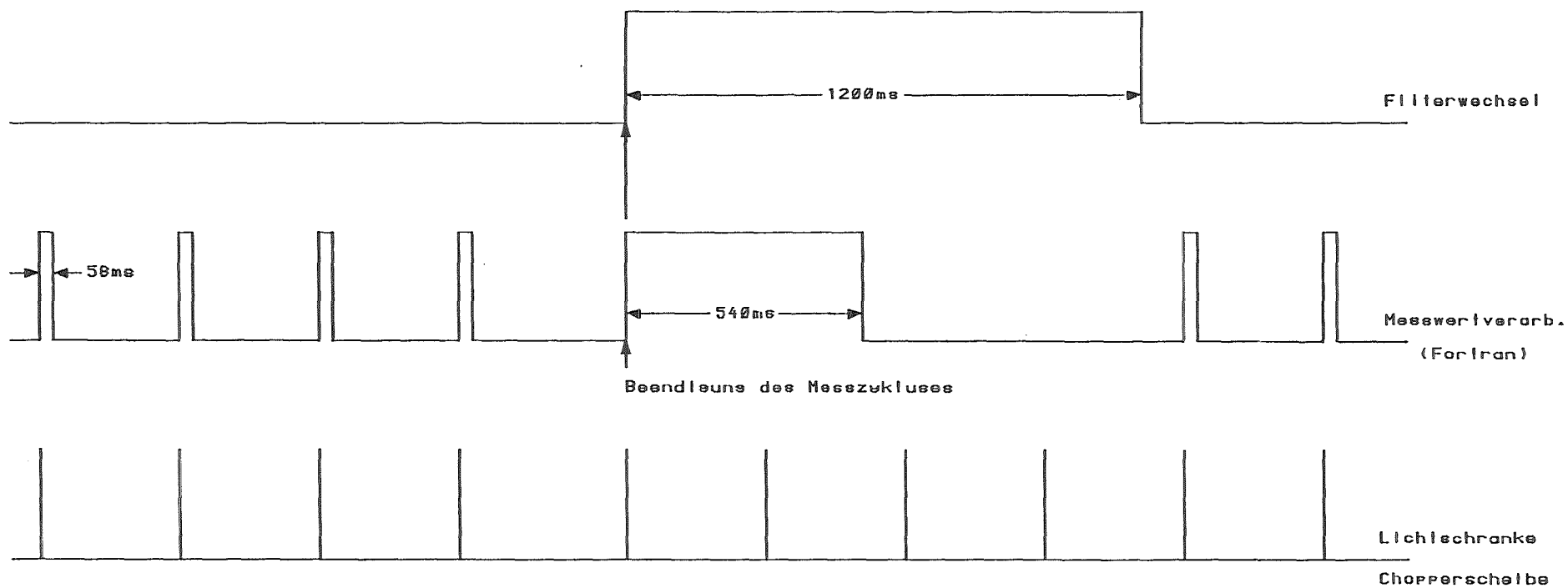


Abb. 5-2 : ZEITDIAGRAMM MESSWERTVERARBEITUNG-FILTERWECHSEL

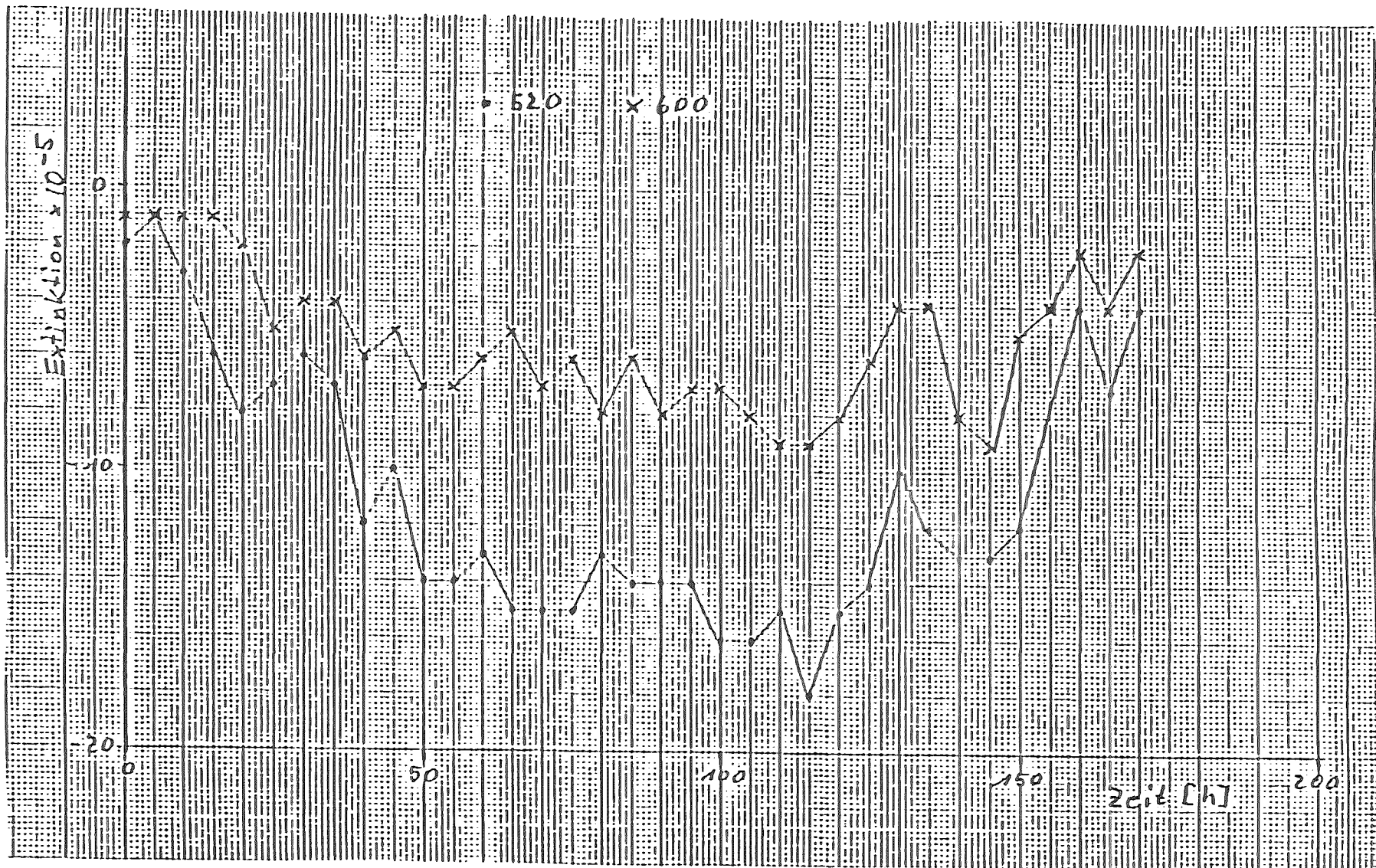


Abb. 6-1. Drift der Einzelextinktionen für die Meßwellenlängen 520 nm und 600 nm bei Spülung des Meßsystems mit VE-Wasser.