

# 1 Wartung und Kalibrierung

Das **VariPol** Polarimeter ist für den Dauerbetrieb ausgelegt, eine regelmäßige Wartung sowie Kalibrierung wird empfohlen um die Präzision Ihres Gerätes aufrecht zu halten und die Lebensdauer zu erhöhen.

## 1.1 Wartungsintervalle

### 1.1.1 Kundenwartung

Wir empfehlen das Gerät in regelmäßigen Abständen von außen zu Reinigen. Der Zeitraum dieser Reinigung richtet sich je nach der Verunreinigung und der Benutzungsdauer des Instrumentes. Mindestens wird aber eine Säuberung einmal pro Quartal empfohlen

### 1.1.2 Technikerwartung

Eine Reinigung, Überprüfung und Kalibrierung durch einen zertifizierten S+H Techniker wird einmal jährlich empfohlen. Hierdurch stellen Sie die ordnungsgemäße Funktion, sowie die Messgenauigkeit Ihres Gerätes sicher.

## 1.2 Wartungsarbeiten

### 1.2.1 Kundenwartung

Um die Lebensdauer Ihres hochwertigen Varipol zu verlängern, empfehlen wir eine regelmäßige Säuberung des Instrumentes von außen. Der Zeitraum dieser Reinigung richtet sich je nach der Verunreinigung und der Benutzungsdauer des Instrumentes. Mindestens wird aber eine Säuberung einmal pro Quartal empfohlen.

- ✓ Hierzu schalten Sie Ihr Gerät zuerst aus.
- ✓ Entfernen Sie im Anschluss den Netzstecker aus Ihrem Gerät.
- ✓ Entfernen Sie ebenfalls eine sich noch im Probenraum befindliche Polarimeterröhre und schließen diese ebenfalls von Gerät ab.
- ✓ Für die äußerliche Säuberung des Gerätes und des Displays verwenden Sie am besten einen weichen, fusselfreien Lappen sowie eine, für Kunststoffoberflächen geeignete Reinigungslösung.
- ✓ Ein geeigneter Reinigungsschaum aus der Spraydose sowie entsprechende Reinigungstücher können bei Schmidt + Haensch bezogen werden, bitte fragen Sie hierzu unseren Vertrieb ([sales@schmidt-haensch.de](mailto:sales@schmidt-haensch.de)) oder sehen Sie die Artikelbezeichnung und den Bestellcode in dem Ersatzteilverzeichnis.
- ✓ Falls Sie die empfohlenen Reinigungsmaterialien nicht zur Hand haben, so verwenden Sie eine leichte Seifenlösung sowie einen weichen, fusselfreien Lappen. Verwenden Sie keinesfalls Lösungsmittel jeglicher Art, da diese das Instrument sowie die Oberflächen zerstören können. Es wird auch dringend davon abgeraten, Schwämme oder andere härtere Reinigungsgegenstände zu verwenden, da diese den Kunststoff zerkartzen könnten.
- ✓ Wischen Sie mit dem weichen, leicht feuchten Tuch vorsichtig das Gehäuse rundherum ab.
- ✓ Achten Sie darauf, dass das benutzte Tuch nur feucht und nicht zu nass ist, damit keine Flüssigkeit in das Gerät eindringen kann. Achten Sie besonders darauf, dass in die Hinten gelegenen Anschlüsse keinerlei Feuchtigkeit eindringt. Benutzen Sie im Anschluss ein trockenes, weiches Tuch um die Probenaufnahme von Flüssigkeitsresten zu befreien.
- ✓ Im inneren Ihres Probenraumes befindet sich die Probenraumaufnahme für Ihre Polarimeterröhren. Diese ist aus Edelstahl, hoch präzise gefertigt und mittels einer speziellen Oberflächenbeschichtung gegen die meisten Lösungsmittel beständig.
- ✓ Stellen Sie zu jedem Zeitpunkt sicher, dass sich auf der Oberfläche Ihrer Probenaufnahme keine Verschmutzung befindet, da ansonsten ein optimaler Temperaturübergang zu Ihrer benutzen Polarimeterröhre nicht sichergestellt ist. Hierdurch kann es zu ungenauen Messergebnissen kommen. Weiterhin kann ein schlechter Übergang auch die Reaktionszeit Ihrer Messungen beeinträchtigen.



- ✓ Für die Reinigung der Metalloberfläche Ihrer Probenaufnahme empfehlen wir eine Mischung aus Isopropanol und Wasser in Verbindung mit einem weichen Schwamm.
- ✓ Auch wenn der Probenraum nahezu komplett abgedichtet ist, stellen Sie sicher, dass keine Flüssigkeit durch einen zu feuchten Schwamm in das Gerät eindringen kann.
- ✓ Benutzen Sie im Anschluss ein trockenes, weiches Tuch um die Probenaufnahme von Flüssigkeitsresten zu befreien.
- ✓ Nachdem Sie Ihr Gerät äußerlich wieder gesäubert haben, schließen Sie das Netzkabel wieder an und schalten Sie Ihr Gerät wieder ein.
- ✓ Das Varipol führt automatisch einen Selbsttest durch und wird dann in den Ihnen bekannten Bedienmodus wechseln.
- ✓ Warten Sie bitte vor der weiteren Benutzung, bis Ihr Gerät die eingestellte Probenraumtemperatur wieder erreicht hat.
- ✓ Vor der Aufnahme weiterer Messungen empfehlen wir an dieser Stelle nun die Überprüfung Ihres Varipol mittels einer zertifizierten Quartzplatte. Bitte sehen Sie hierzu das Kapitel 1.3 Kalibrierung.



### 1.2.2 Technikerwartung

Eine Reinigung, Überprüfung und Kalibrierung durch einen zertifizierten S+H Techniker wird einmal jährlich empfohlen. Hierdurch stellen Sie die ordnungsgemäße Funktion, sowie die Messgenauigkeit Ihres Gerätes sicher.

Zum Umfang dieser Technikerwartung gehören:

- ✓ Anreise
- ✓ Reinigen des Polarimeters innen und außen,
- ✓ Überprüfung der optischen Komponenten des Polarimeters,
- ✓ Kontrolle und Einstellung des Strahlenganges,
- ✓ Überprüfung aller Funktionen,
- ✓ Wenn notwendig Austausch von Verschleißteilen / Komponenten:
  - Staubschutzfiltermatte\*
  - Lichtschutzbürsten (Probenraum)\*
  - Staubschutzgläser (Probenraum)\*

- Interferenzfilter\*
- Deckgläser, Dichtringe (Röhren)\*
- ✓ Softwareupgrade auf den aktuellsten Stand,
- ✓ Überprüfung der Messwerte mittels
  - PTB – zertifizierten Quartzplatten,
  - DKD – zertifizierter Temperaturmessvorrichtung,
- ✓ Im Falle von Messwertabweichungen, Neukalibrierung des Polarimeters,
- ✓ Aufnahme der Messwerte zur Erstellung eines neuen Kalibrierprotokolls,
- ✓ Erstellung des Wartungsprotokolls,
- ✓ Auf Wunsch anbringen eines Kalibrieraufklebers mit Wartungsintervall,
- ✓ Abreise

Gerne unterbreiten wir Ihnen für diese Technikerwartung ein separates Angebot oder bieten Ihnen einen Wartungsvertrag an.

\*Benötigten Ersatzteile oder Materialien werden per Nachweis, zusätzlich berechnet.

## 1.3 Kalibrierung

### 1.3.1 Polarimetrie

Ein Polarisationsfilter sieht wie ein einfaches Graufilter aus. Hält man aber zwei solche Filter hintereinander, so gibt es eine Stellung, in der kein Licht mehr durch die Kombination der Filter kommt. Dreht man dann eines der Filter um  $90^\circ$ , tritt das Licht aus dem ersten Filter ungehindert durch das zweite. Physiker sagen, nur Licht einer Polarisationssebene könne durch ein Polarisationsfilter durchtreten. Wenn nun die Durchlassebenen der beiden hintereinanderstehenden Filter senkrecht zueinander sind, kommt kein Licht mehr durch die Paarung. Einige Materialien wie Quarz oder Saccharoselösungen nennt man optisch aktiv, weil sie die Polarisationssebene drehen können. Polarimeter sind Messgeräte, die diese Drehung durch optisch aktive Proben bestimmen. In einem Polarimeter werden zwei Polarisationsfilter so hintereinander angeordnet, dass kein Licht durchtritt. Wenn eine optisch aktive Probe zwischen diese Filter gebracht wird, kommt wieder etwas Licht durch, weil ja die Polarisationssebene gedreht wurde. Dreht man nun eines der Filter so, dass erneut

kein Licht durchtritt, misst man damit direkt die Drehung durch die Probe. Der eigentliche Messwert eines Polarimeters ist also ein Winkel.

Ein ganz einfaches Polarimeter besteht mindestens aus den folgenden Komponenten:



Abbildung 1: Aufbau eines Polarimeters

In der Praxis kann solch ein einfacher Aufbau nicht funktionieren, da es unmöglich ist, mit hinreichender Genauigkeit den dunkelsten Punkt zu finden. In unseren automatischen Polarimetern wird deshalb ein Faradaymodulator benutzt. Faradaymodulatoren benutzen die Eigenschaft mancher Stoffe, durch Magnetfelder optisch aktiv zu werden. Wird ein Stab aus einem solchen Material in eine Spule gebracht, die an Wechselstrom angeschlossen ist, so wird dieser Stab eine periodisch wechselnde optische Aktivität haben. Bringt man solch einen Modulator zwischen zwei Polarisationsfilter, wird deshalb auch die Intensität des Lichtes periodisch wechseln. Aus diesem Signal kann man bestimmen, wann die Schwingung um den Ausgleichspunkt erfolgt. Diese Methode der Faradaymodulation ist besonders genau und fehlerunempfindlich.

Bei gelösten Substanzen, die in Probenröhren gemessen werden, hängt der gemessenen Drehwinkel ab von der

**Art der Probe**

**Konzentration der Probe**

**Länge der Röhre**

## Temperatur

### Farbe des Lichtes (Wellenlänge)

Die entsprechende Formel hat der französische Physiker Jean B. Biot im 19. Jhd. gefunden.

Das BIOT'sche Gesetz besagt:

$$c = \frac{\alpha}{\frac{[\alpha]_D^{20} \cdot 10000}{l}} \quad \text{mit}$$

$c$  : Konzentration (g / 100 cm<sup>3</sup> Lösung)

$\alpha$  : Drehung (Winkelgrad)

$[\alpha]_D^{20}$  : Spezifische Drehung

$l$  : Länge der Probenröhre (in mm)

Die **spezifische Drehung** hängt von Temperatur und Wellenlänge ab; bei einigen Proben auch von der Konzentration selbst. Beachten Sie, dass die Einheit der Konzentration g / 100 cm<sup>3</sup> ist und nicht in g / 100 g.

Lassen Sie uns als Beispiel die spezifische Drehung einer wässrigen Lösung von Saccharose bei 20 °C und einer Wellenlänge von 589.44 nm (das ist der Schwerpunkt der beiden gelben Linien des Natriumlichtes) betrachten, die von der ICUMSA ("Internationale Kommission für einheitliche Methoden der Zuckeranalyse") festgelegt wurde auf  $[\alpha]_D^{20} = 66.588 \pm 0.002$

Nimmt man also 26 g auf 100 cm<sup>3</sup> und eine Messröhre von 200 mm, so ergibt sich eine Drehung von

$$\alpha = 34.626^\circ \pm 0.001^\circ$$

wie man durch einfaches Einsetzen in die Formel sieht. Diese Saccharoselösung wird Normallösung genannt und ihre Drehung 100.00 °Z (Zuckergrad). Die Internationale Zuckerskala (ISS) wird linear geteilt, d.h. eine Drehung von 17.313° entspricht 50.00 °Z.

### 1.3.2 Auswirkung auf polarimetrische Messung

Im Folgenden werden einige der Effekte gezeigt, die die polarimetrischen Messungen beeinflussen können. Aufgrund dieser Effekte kann es passieren, dass das Gerät nach der Lieferung falsche Ergebnisse liefert. Aufgrund dessen kalibrieren Sie das Gerät bitte vor dem Erstgebrauch.



#### 1.3.2.1 Wellenlängeneffekte

In den Polarimetern der Zuckerindustrie werden vier Standardwellenlängen benutzt. Bei diesen Wellenlängen ergeben sich die folgenden spezifischen Drehungen  $[\alpha]_D^{20}$ , sowie Drehungen der Normallösung in einem 200 mm Rohr:

Beschreibung	Wellenlänge	$[\alpha]_D^{20}$	$\alpha$
Quecksilber-grün	546.23 nm	78.4178	40.777°
Natrium-gelb	589.44 nm	66.5885	34.626°
HeNe Laser	632.99 nm	57.2144	29.751°
NIR	882.60 nm	28.5306	14.836°

Genaue Definitionen zur Internationalen Zuckerskala stehen in "Specification and Standard SPS 1 (1998): Polarimetry and the International Sugar Scale" des ICUMSA Methods Book. In diesem Beispiel wird der Einfluss der Wellenlänge auf die Drehung sichtbar. Schon eine Verschiebung um 0.03 nm führt zu einer Veränderung der Drehung um 0.01%. Deshalb müssen Lichtquellen mit schmalen Halbwertsbreiten eingesetzt werden. Meist werden Halogenlampen mit Interferenzfiltern benutzt. Diese Filter können mit hinreichend schmaler Bandbreite hergestellt werden, ihre Zentralwellenlänge ist allerdings nicht auf Dauer hundertprozentig stabil. Um die aktuelle Wellenlänge zu bestimmen, bei der ein Polarimeter arbeitet, muss es mit einer genau bekannten Probe getestet werden. Quarzkontrollplatten haben sich dabei gut bewährt. Mit ihrer Drehung im Gerät kennt man die Wellenlänge des Gerätes.

### 1.3.2.2 Temperatureffekte

Ein weiterer Einfluss ist die Temperatur. Die Ablesung einer Quarzplatte steigt mit der Temperatur:

$$\text{Reading (T)} = \text{Reading (20.0}^{\circ}\text{C)} \quad (1.0 + 0.000144 \quad (T - 20.0))$$

Dieselbe Platte, die bei 20 °C 40.000° zeigt, dreht bei 21 °C also um 40.006° und 40.029° bei 25 °C.

Im Gegensatz dazu nimmt die Drehung einer Lösung mit der Temperatur, T, ab. Am Beispiel einer Zuckerlösung wirkt sich das wie folgt aus:

Correct Reading:

$$(\alpha) = \text{Reading } (\alpha) \cdot (1.0 - 0.000471 \cdot (T - 20.0))$$

$$39.906^{\circ} = 40.000^{\circ} (1.0 - 0.000471 (25^{\circ}\text{C} - 20^{\circ}\text{C}))$$

Dieselbe Lösung, die bei 20 °C 40.000° zeigt, dreht bei 21 °C also um 39.981° und 39.906° bei 25 °C.

Beachten Sie bitte, dass es drei Temperatureinflüsse auf die Ablesung von Lösungen gibt. Zum einen sind die Messkolben, in denen auf 100 cm<sup>3</sup> aufgefüllt wird, für 20 °C kalibriert. Auch die Länge des Messrohres ist von der Temperatur abhängig. Außerdem ändert sich die optische Aktivität der Lösung mit der Temperatur. Von diesen drei Einflüssen ist in der Formel oben nur die letzte berücksichtigt. Die Beispiele zeigen, dass bei der Kalibrierung eines Polarimeters die Temperatur unbedingt berücksichtigt werden muss. Wenn in einem Labor bei 22 °C eine Kalibrierung mit einem Quarz durchgeführt wird und danach eine Normallösung gemessen wird, ohne dass jeweils die Temperatur berücksichtigt wurde, wird die Lösung statt 100.00 °Z nur 99.88 °Z zeigen!

### 1.3.3 Kundenkalibrierung

Aus der kontinuierlichen Zusammenarbeit zwischen dem Unternehmen Schmidt + Haensch mit verschiedenen Instituten und anderen pharmazeutischen Unternehmen hat sich



herausgestellt, dass eine sehr einfache Maßnahme unter Umständen größere Probleme vermeiden kann. Daher empfehlen wir an dieser Stelle die Einführung eines sogenannten „Labor – Geräte – Buches“, falls nicht sowie so schon vorhanden.

Diese Buch dient dazu, die empfohlenen, täglichen Überprüfungen zu dokumentieren, zu erfassen und damit sehr schnell und einfach eventuelle Abweichungen auffinden zu können.

- ✓ Wir empfehlen die Überprüfung Ihres Varipol einmal täglich, vor der regulären Benutzung des Gerätes durchzuführen.
- ✓ Die Kalibrierung des Gerätes sollte, wenn möglich, in einer klimatisierten Umgebung unter gleichbleibenden Umgebungsbedingungen erfolgen. So könnte es bei hohen Außentemperaturen, bspw. 40°C und hoher Luftfeuchtigkeit >60% zum Beispiel zu Kondenswasser im Probenraum kommen, was die Messgenauigkeit beeinträchtigen könnte.
- ✓ Entfernen Sie alle Röhren, Quarzplatten, Küvetten oder ähnliches aus Ihrem Probenraum und trennen Sie ebenfalls die Kabelverbindung zwischen diesen und Ihrem Varipol.
- ✓ Schließen Sie die Schiebetüren über Ihrem Probenraum um eventuelle Einflüsse durch Fremdlicht auszuschließen.
- ✓ Stellen Sie vor der Kalibrierung sicher, dass Ihr Gerät eingeschaltet ist und als **Probenraumtemperatur 20,00 °C** gewählt ist.
- ✓ Falls dies nicht der Fall sein sollte, schalten Sie Ihr Gerät ein und stellen Sie die Probenraumtemperatur auf 20,00°C ein.
- ✓ Warten Sie bis die Probenraumtemperatur 20,00 °C erreicht hat.
- ✓ Führen Sie nun eine sogenntes „Nullsetzen“ Ihre Polarimeters durch.
- ✓ Hierfür drücken Sie die Taste „Null“ in Ihrem Messmodus.
- ✓ Als Messmodus wird die Methode „Standard“ empfohlen.

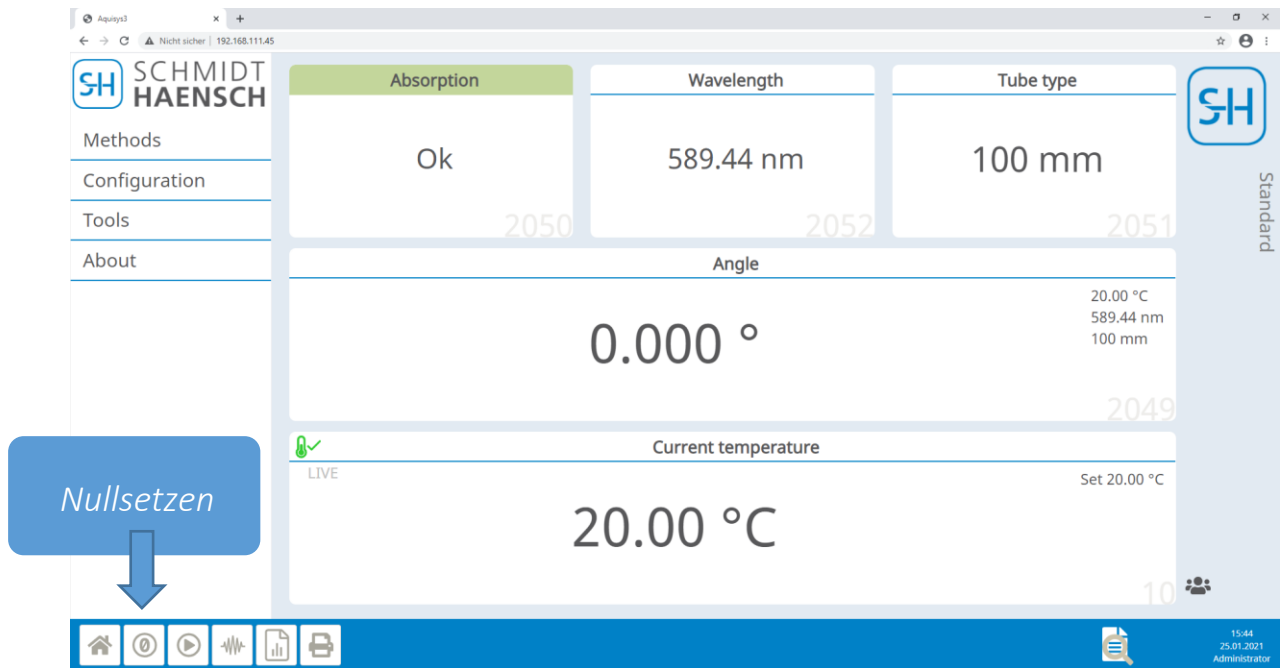


Abbildung 2: Standard Methode nach Nullsetzen mit leerem Probenraum

- ✓ Das Gerät wird Sie erneut auffordern den Probenraum zu leeren oder die Polarimeterröhre mit destilliertem Wasser zu füllen.
- ✓ Stellen Sie sicher, dass der Probenraum an dieser Stelle geleert ist und auch keine Quarzplatte, etc. an das Gerät angeschlossen ist.
- ✓ Nachdem Sie das „Nullsetzen“ erfolgreich, mit leerem Probenraum durchgeführt haben, sollte Ihr Winkelgradmesswert 0.000 ° anzeigen. (siehe Abb. 2)
- ✓ Legen Sie nun Ihre zertifizierte Quarzplatte in den Probenraum und schließen Sie das Kabel an die dafür vorgesehene Buchse auf der Rückseite des Gerätes an.
- ✓ Beim Anschließen des Kabels werden Sie einen Temperatursprung in Ihrer Istwertanzeige der Temperatur bemerken. Dies ist völlig normal, da im Augenblick des Anschließens der Quarzplatte die Regelung von dem Probenraum auf die Quarzplatte umgeschaltet wird.
- ✓ Schließen Sie die Schiebetüren über dem Probenraum um eventuelle Einflüsse von Fremdlicht auf die Messung zu vermeiden.
- ✓ Warten Sie bis die Temperaturanzeige (nun für Ihre Quarzplatte) ebenfalls wieder exakt 20,00 °C beträgt.
- ✓ Betätigen Sie nun den Start – Button um eine Messung zu starten.

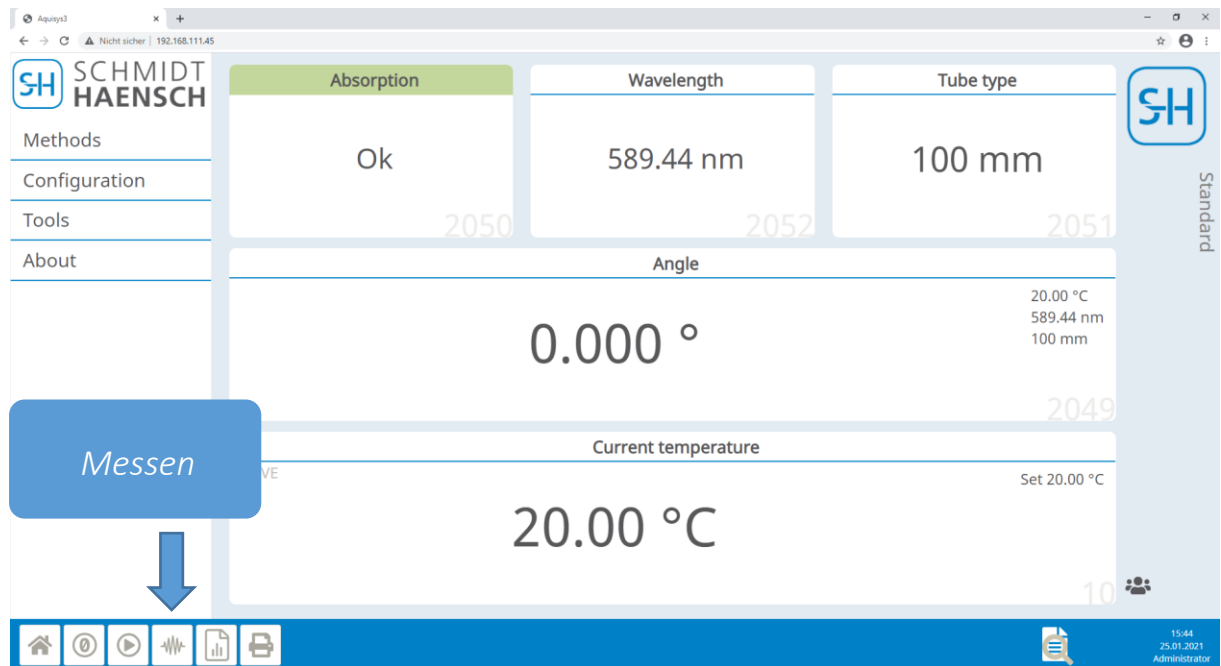


Abbildung 3: Standard Methode Messung starten

- ✓ Nach erfolgreicher Messung vergleichen Sie nun den angezeigten Messwert mit dem Wert in Ihrem Zertifikat der Quarzplatte. Bitte beachten Sie, dass das Zertifikat Messwerte für unterschiedliche Wellenlängen angibt. Auch Ihr Varipol kann mit verschiedenen Wellenlängen ausgerüstet sein. Hierdurch kann es notwendig sein, den Kalibrationsvorgang für die zweite, installierte Wellenlänge in gleicher Weise zu wiederholen.
- ✓ Tragen Sie Ihren Messwert mit der Angabe der Temperatur, der Umgebungstemperatur und dem Datum sowie Zeitpunkt, ggf. unter Angabe Ihre Namens in Ihr „Labor – Geräte – Buch“ ein.
- ✓ Diese täglichen Einträge ermöglichen Ihnen schnell und unkompliziert auf etwaige Veränderungen zu reagieren und Abweichungen sowie Tendenzen rechtzeitig zu erkennen.
- ✓ Vergleichen Sie etwaige Messwertabweichungen mit den in Ihrer Bedienungsanleitung angegeben Spezifikationen für Ihren Gerätetyp.
- ✓ Sollten Sie hierbei feststellen, dass die Abweichungen außerhalb der zulassen Toleranzen liegen, so verfahren Sie wie folgt.
  - Wiederholen Sie den gesamten Vorgang erneut, inklusive „Null setzen“ mit leerem Probenraum vor der Messung.

- Sollten Ihre Ergebnisse erneut identische, zu große Abweichungen feststellen, so haben Sie im Nachfolgenden die Möglichkeit die Messwerte durch Korrektur der Wellenlänge anzupassen.
- Auf der linken Seite Ihres Varipol finden Sie zwei kleine Durchführungen hinter welchen sich die Verstellmöglichkeiten für die Interferenzfilter verbergen um die Wellenlänge zu korrigieren.



Abbildung 4: Einstellen der Wellenlänge

- Mittels einem 2mm Imbusschlüssel, welchen Sie in die entsprechende Öffnung der von Ihnen benutzten Wellenlänge einführen, können Sie die Wellenlänge korrigieren und damit Ihre Messwerte nach den Vorgaben Ihrer zertifizierten Quarzplatte einstellen.
- Um eine Veränderung Ihrer Messwerte erkennen zu können, müssen Sie nach jeder Veränderung der Einstellung erneut eine Messung starten (siehe Abb. 3).
- Wenn Sie den gewünschten Messwert, äquivalent zu dem angegeben Wert in Ihrem Quarzplatten – Zertifikat erreicht haben, so entnehmen Sie die Quarzplatte aus dem Probenraum, schließen Sie diesen wieder und starten erneut eine Messung.
- Sollten Sie für die so durchgeführte Leermessung als Messwert 0.000° erhalten, so legen Sie erneut die Quarzplatte in Ihren Probenraum und starten nach Erreichen der 20,00°C für Ihre Quarzplatte erneut eine Messung. Erhalten Sie

erneut den von Ihnen gewünschten, zu dem Quarzplatten Zertifikat äquivalenten Messwert für Ihre Quarzplatte, so ist die „Nachkalibration“ der Wellenlänge erfolgreich abgeschlossen und Ihr Varipol ist wieder betriebsbereit.

- Sollten Sie aber für die so durchgeführte Leermessung nicht als Messwert 0.000° erhalten, so setzen Sie Ihr Varipol nun erneut mittels einem Druck auf die „Nulltaste“ (Abb. 2) null.
  - Legen Sie im Anschluss erneut die Quarzplatte in den Probenraum und warten Sie bis die 20,00°C für die Quarzplatte wieder erreicht sind.
  - Starten Sie erneut eine Messung und korrigieren Sie, wenn nötig erneut den Messwert mittels korrektur der Wellenlänge.
  - Unter Umständen müssen Sie diesen Vorgang mehrfach wiederholen um eine optimale Re-Kalibration Ihres Varipols zu erreichen.
- ✓ Vergessen Sie nicht, die so durchgeführte Re-kalibration Ihres Gerätes in Ihrem „Labor – Geräte – Buch“ entsprechend zu vermerken.
  - ✓ Deutlich größere als die in den Spezifikationen angegebene Abweichungen deuten auf Wartungsbedarf hin, bitte kontaktieren Sie in diesem Fall den Schmidt + Haensch - Service.
  - ✓ [service@schmidt-haensch.de](mailto:service@schmidt-haensch.de)
- Tel.: +49 (0)30 417 072 - 42