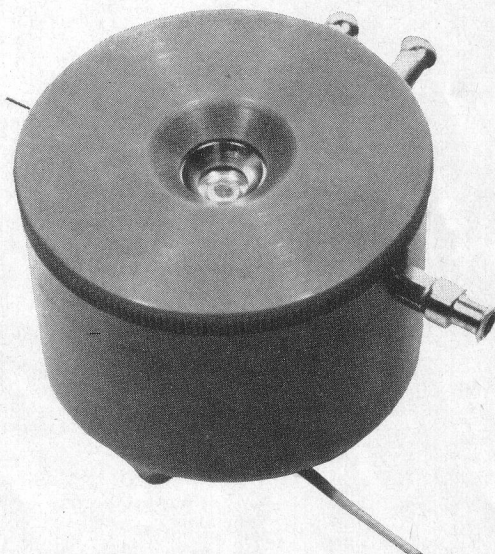


ANLEITUNG

zur pO_2 -Messung mit der Mikromeßkammer
Type W



**METRA MESS- UND FREQUENZTECHNIK
RADEBEUL**

8122 Radebeul 1, Wilhelm-Pieck-Straße 58

Die pO_2 -Messung mit der pO_2 -Meßkammer

Die pO_2 -Mikromeßkammer (MMK) ist eine elektrochemische Vorrichtung zur Messung des Sauerstoffpartialdruckes (pO_2) von kleinsten Flüssigkeitsmengen sowie von Gasproben. Die durch einen Umlaufthermostat vorgesehene Temperierung der Meßkammer mit Wasser (Type W), z. B. auf $37^\circ C$, und das erforderliche minimale Volumen an Meßgut von nur $60 \mu l$ macht sie besonders geeignet zur pO_2 -Messung kleiner Blutproben. Die Entnahme und Aufbewahrung des Blutes erfolgt in der für die Blut-pH-Messung üblichen Weise in dünnen heparinisierten Glasröhrchen, die Messungen können von Laboranten als Routinemethode schnell und in großer Zahl durchgeführt werden. Die Handhabung der Mikromeßkammer sowie die Vorbereitung zur Messung sind vollkommen unkompliziert und einfach, die Sichtbarkeit der punktförmigen Meß-Stelle (Katode) durch eingebautes Fenster gewährt höchste Meß-Sicherheit. Durch die Anwendung der bewährten Membranmeßzelle werden Störungen seitens der chemi-

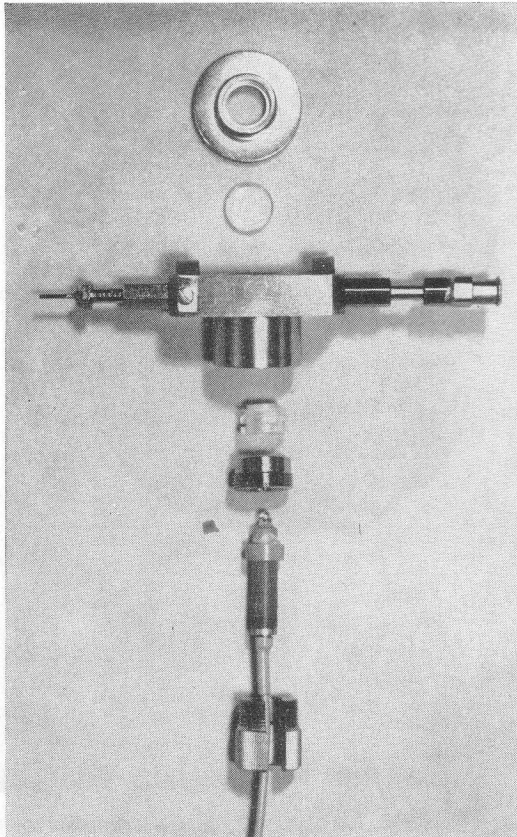


Bild 1

Inneres der Mikromeßkammer, zerlegt. Von oben nach unten: Fensterfassung, Fenster, Kammerblock mit Einlaß- und Absaugstutzen, Membranhalterung, Membranhalterschraube, Elektrodeneinsatz mit Kabel, Einsatzschraube.

schen Zusammensetzung des Meßgutes ausgeschaltet, so daß alle beliebigen Flüssigkeiten – soweit sie das Membranmaterial nicht angreifen – und auch Gase gemessen werden können; im Durchfluß sind fortlaufende Messungen möglich.

Die Mikromeßkammer ist zum Anschluß an den Meßverstärker pO_2 -Meter M 65 oder M 65 F vorgesehen.

Aufbau der Meßkammer

Zur Erzielung konstanter Temperatur und hoher mechanischer Präzision ist die Vorrichtung in Metall ausgeführt. Ein rechteckiger Metallblock (Bild 1) hat in seiner Mitte eine augenförmige Kammer von 1 mm Höhe mit einem Volumen von ca. 7 μ l, die unten durch eine dünne Kunststoffmembran, oben durch ein **Piacrylfenster** dicht verschlossen ist. Das Piacrylfenster sitzt in einer einaeschrubten **Fensterfassung**, die Membran ist straff aufgebunden auf eine **Membranhalterung** aus Piacryl, die durch ein spez. Gewindestück (**Membranhalterschraube**) gegen die Kammer gedrückt wird.

Das Meßgut, Gas oder Flüssigkeit, wird durch seitlich angesetzte **Zu- und Abfluß-Stutzen** und dünnste Bohrungen in die Kammer eingebracht. Hierzu wird an den Abfluß-Stutzen eine Injektionsspritze mit Luer-Lok-Verschluß angesetzt. Zur Temperierung der Kammer dient ein hohler Metallkörper (Heizkörper) mit Schlauchstutzen, der vom Thermostatwasser durchströmt wird und fest im Gehäuse eingebaut ist, während der gesamte **Kammerblock** nach Abschrauben des Gehäusedeckels herausgenommen werden kann. Der **Elektrodeneinsatz** mit der winzigen Platinkatode und der Silberanode ist groß genug, daß er sich auf einfachste Weise handhaben läßt und steckt mit seinem Vorderteil in der Membranhalterung, von der ariffigen und für den Kabeldurchtritt geschlitzten **Einsatzschraube** gehalten. Beim Zuschrauben des Gehäusedeckels wird der herausnehmbare Kammerblock durch Federn gegen den Heizkörper gedrückt. Durch die Öffnung im Deckel ist das Fenster und der augenförmige Meßraum zu sehen.

Vorbereitung zur Messung

1. Präparation der Meßkammer

Vor der Verwendung der Mikromeßkammer ist das elektrochemische System mit dem nötigen Elektrolyt zu versehen. Zu diesem Zweck wird der Kammerblock herausgenommen, das Meßkabel ca. 20 cm nachgezogen und nach Lösen der Einsatzschraube der Elektrodeneinsatz entfernt. In der Öffnung wird die vierfach geschlitzte Membranhalterschraube und die Membranhalterung mit ihrer Bohrung, dem durch die Membran abgeschlossenen Elektrolytraum, sichtbar. In letzteren wird eine etwa zwei Tropfen entsprechende Menge von verdicktem Elektrolyt gegeben, der Einsatz vorsichtig eingesetzt und mit der Einsatzschraube festgeklemmt. Nach Wiedereinsetzen des Kammerblocks in den Heizkörper und Schließen des Gehäusedeckels ist die Vorrichtung betriebsbereit.

2. Formierung der Anode

Der als Anode dienende Silberdraht am Elektrodeneinsatz ist vom Hersteller mit einer dünnen grauen Schicht Silberchlorid überzogen worden, um eine unpolarisierbare Gegenelektrode zur Platin-Katode (Meßelektrode) zu schaffen. Durch den normalen Gebrauch der Meßkammer erneuert sich diese Schicht ständig. Sollte jedoch ein hoher Reststrom (s. dort) und ein silbernes Aussehen der Anode eine Formierung nötig machen, so kann diese leicht mit Hilfe des pO_2 -Meters vorgenommen werden.

Der Elektrodeneinsatz und eine Hilfskatode aus Platin (auch Kohle, V2A-Stahl, Nickel) werden in verdünnte KCl-Lösung eingetaucht, das Meßkabel wie üblich an das pO_2 -Meter und die Hilfskatode an die Buchse Formierung S oder MK für 10 min angeschlossen. Der Formierungsstrom soll ca. 1 mA betragen und kann bei dem pO_2 -Meter M 65 F am Anzeigeelement kontrolliert werden.

3. Auswechseln der Membran

Ist die Membran durch langen Gebrauch ausgebeult, was sich u. a. durch hohen Reststrom (s. dort) und Druckabhängigkeit äußert, so kann sie durch Einsetzen einer neu bespannten Membranhalterung ausgewechselt werden: Nach Herausnehmen des Elektrodeneinsatzes wird mittels Spezialschlüssel die Membranhalterschraube vollständig herausgeschraubt, die Membranhalterung unter Beachtung des kleinen Stiftes in der Schraube herausgenommen und durch eine neue ersetzt.

Von der gebrauchten Membranhalterung wird durch schräges Aufschneiden des Fadens in der Rille, z. B. mit einer Rasierklinge, die verbrauchte Membran gelöst und die Halterung auf die senkrecht befestigte „Bespannungshilfe“ fest aufgesetzt. Während eine Hilfsperson ein Stück Membranfolie mit beiden Händen straff und leicht nach unten über die Halterung zieht, wird die Folie mit einem dünnen Faden (z. B. Zwirn) in die Rille hineingezogen und festgebunden (Bild 2). Im Moment des Hineinziehens muß die Membranspannung vom Gehilfen nachgelassen werden; die Membran soll trommelfellartig glatt gespannt sein.

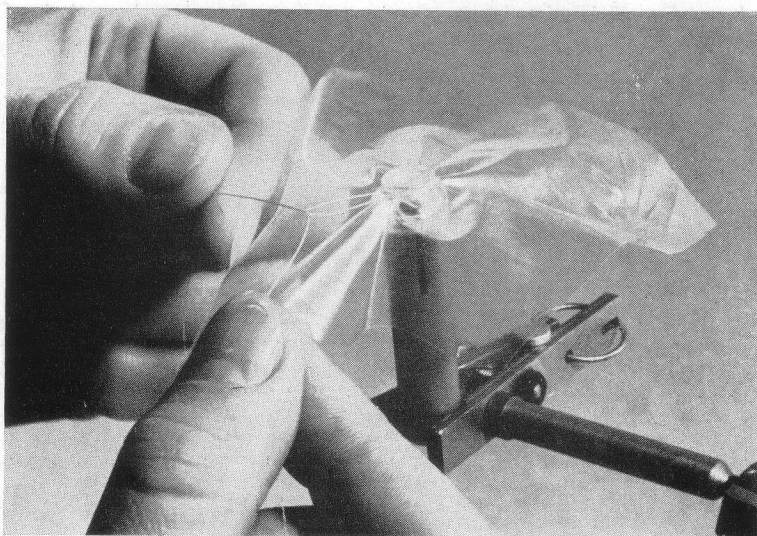


Bild 2

Bespannen der Membranhalterung mit Folie

Ausführung der pO_2 -Messung

1. Überprüfung der Meßvorrichtung.

Nach Ansetzen der Injektionsspritze wird langsam Wasser durch einen angeschlossenen dünnen Schlauch in die augenförmige Kammer gesaugt und dabei beachtet, daß keine Luftblasen in dieser verbleiben. Anschließend wird wieder Luft eingesaugt und

der Vorgang mehrfach wiederholt. Fettspuren, die eine schlechte Benetzung verursachen, können durch Spülen mit einigen Tropfen Alkohol entfernt werden. Mit der Spritze soll in der Regel immer nur angesaugt; sie soll im gefüllten Zustand abgenommen und entleert werden.

Zur Überprüfung werden folgende Messungen ausgeführt:

a) Konstante Anzeige

Der Zeigerausschlag bei Füllung der Kammer mit reiner Luft soll in 3 min nicht mehr als um 1% abweichen und nach zwischendurch erfolgten Spülungen reproduzierbar sein.

b) Reststrom i_R

Bei Durchströmung der Kammer mit reinem Stickstoff oder nach Einsaugen einer frisch bereiteten verdünnten Natriumsulfitlösung (1 kl. Spatelspitze Na_2SO_3 auf ca. 2 ml Wasser) soll der Strom nach 1 min auf weniger als 3% des Luftwertes absinken (i_{R_1}).

c) Einstellzeit t_{95}

Die Zeit bis zur 95%igen Endeinstellung auf einen neuen pO_2 -Wert wird bei der Prüfung des Reststromes beobachtet und soll bei Verwendung einer Polyäthylenmembran (20...30 μm) unter 30 s liegen. Kürzere Einstellzeiten werden, falls nötig, mit dünnen Membranen, z. B. Teflon 10 μm usw. erhalten.

2. Eichung der pO_2 -Mikromeßkammer

Die Eichung der Meßkammer erfolgt – wie bei den anderen membrangeschützten Meßzellen – am einfachsten mit reiner Luft, nachdem die Meßtemperatur erreicht und das pO_2 -Meter meßbereit ist. Die Bedienungsanleitung des Meßverstärkers ist besonders wegen der Übersteuerung, die zu falscher Anzeige führt, genau zu beachten.

Nachdem mit der angeschlossenen Spritze nochmals Spülwasser in die Kammer gesaugt wurde, wird langsam Luft nachgezogen und auf den berechneten Luftwert eingestellt. Der Vorgang ist zu wiederholen, der Luftwert muß reproduzierbar sein.

Genaue Messungen haben gezeigt, daß der Meßwert für luftgesättigtes Wasser um 2% tiefer liegt, als der mit Luft gemessene. Es ist also der Luftreichwert um 2% höher einzustellen als der berechnete, um richtige Ablesungen bei Flüssigkeitsmessungen zu erhalten.

a) Eichung in pO_2

Zur Eichung in Sauerstoffpartialdruck (pO_2 in Torr) wird der Luft- pO_2 nach folgender Formel berechnet:

$$\text{pO}_2 = (b - p_w \cdot 0,01 f) \cdot 0,209$$

Hierbei ist

b der Barometerstand in Torr (mm Hg-Säule) im Meßraum

p_w der Dampfdruck des Wassers bei der Raumtemperatur (Tab. 1)

f die relative Feuchte in Prozent

Das Glied $p_w \cdot 0,01 f$ kann in vielen Fällen vernachlässigt werden.

Beispiel: In einem Labor wird ein Barometerstand von 748 Torr und eine Raumtemperatur von 21 °C gemessen. Die relative Feuchte wird auf 60% geschätzt. Der Luft- pO_2 beträgt

$$\text{pO}_2 = (748 - 18,8 \cdot 0,6) \cdot 0,209 = 154 \text{ (Torr)}$$

Der Zeiger des Meßinstrumentes kann z. B. auf 15,4 (obere Skala) eingestellt werden.

b) Eichung in % O₂

Bei der Messung von Gasgemischen ist eine Eichung in % O₂ vorteilhaft. Hierbei darf sich der Gasdruck und der Wasserdampfgehalt während der Messung nicht ändern.

c) Eichung in Skalenteilen

Die Eichung mit Luft oder einem beliebigen Vergleichs-Standard kann auch auf 100 Skalenteile erfolgen, wodurch in % des Ausgangswertes abgelesen werden kann.

d) Umrechnung in mg O₂/l

Die pO₂-Werte lassen sich bei bekannter Löslichkeit des Sauerstoffs in Konzentrationen nach der Formel

$$(O_2)_x = (O_2)_s \cdot \frac{pO_2}{159} \quad \text{umrechnen,}$$

Hierbei bedeutet (O₂)_x die gesuchte Sauerstoffkonzentration, (O₂)_s die für die Meßtemperatur geltende Sättigungskonzentration und pO₂ der gemessene pO₂-Wert.

Beispiel: Es wurde in einer Wasserprobe bei 20 °C ein pO₂ von 131 Torr gemessen. Wieviel mg O₂/l sind in dem Wasser enthalten?

$$(O_2)_x = 9,1 \cdot \frac{131}{159} = 7,5 \text{ (mgO}_2\text{/l)}$$

3. Flüssigkeitsmessung

Die Probe wird über einen dünnen Schlauch am Einlaßstutzen in den Meßraum gesaugt und die Einstellung des Zeigers am Meßinstrument abgewartet. Um eine mögliche Zerrung vor der Katode zu korrigieren, wenn die Katode größer als 30 µm im Durchmesser ist, wird nun die Flüssigkeit durch vorsichtige Betätigung der Spritze unter Beobachtung der Flüssigkeitssäule im Schlauch rasch hin- und herbewegt (5mal mit der Frequenz 1 s⁻¹). Der maximale Zeigerausschlag ist abzulesen. Es darf hierbei keine Luftblase in den Meßraum gelangen.

4. Blutmessung

Die Blutprobe wird in einem heparinisierten Glasröhrchen (ca. 100 mm lang, 1 mm lichte Weite) aufgefangen und über den dünnen spitz ausgezogenen Schlauch in den Meßraum eingesaugt. Die Messung erfolgt wie unter 3. beschrieben. Einzelne kleine Luftblasen stören das Meßergebnis nicht, wenn sie nicht genau auf der Katode sitzen. Es wird mit Wasser oder NaCl-Lösung gespült, bei geschickter Handhabung können pro Minute zwei Proben gemessen werden.

Fehlermöglichkeiten

Zu hoher Reststrom und langsame Einstellung:	Abhilfe:
Membran schlaff	Neu bespannen
Feste Partikel zwischen Membran und Katode	Elektrolyt erneuern
Katode und Umrandung defekt	Elektrodeneinsatz
Kurzschluß in der el. Ableitung	erneuern
Kein Zeigerausschlag:	
Elektrolyt eingetrocknet	Elektrolyt erneuern
Kabel oder Verbindungen defekt	Durchgang prüfen

Kurzschlußprobe:

Nach Zurückschalten des Bereichsschalters auf Null wird der Elektrodeneinsatz mit Kabel aus der Kammer herausgenommen, abgespült und die Katode samt ihrer Umgebung sorgfältig trocken gewischt. Beim Einschalten höherer Empfindlichkeit darf kein Zeigerausschlag erfolgen.

Aufbewahrung

Die mit Elektrolyt versehene Meßvorrichtung kann durch Füllen der Kammer mit Wasser vor Austrocknung geschützt werden. Eine Neupräparation ist erst nötig, wenn Reststrom und Einstellzeit zu hoch sind oder die Anzeige druckabhängig wird, was in der Regel erst nach Wochen eintritt.

Bei längerem Nichtgebrauch ist die gesamte Vorrichtung einschließlich Elektrodeneinsatz zu reinigen und trocken aufzubewahren.

Die pO_2 -Mikromeßkammer ist, bedingt durch das angewandte Meßverfahren, nicht geeignet zur Messung kleinster Sauerstoffpartialdrucke, wie sie z. B. im Kesselspeisewasser auftreten.

Tabelle 1:

Dampfdruck des Wassers zwischen 0 – 40 °C

Temperatur °C	p_w (Torr)
0	4,6
5	6,5
10	9,2
15	12,8
20	17,5
25	23,8
30	31,8
35	42,2
37	47,1
40	55,3

Tabelle 2:

Löslichkeit von Sauerstoff in Wasser bei Sättigung mit Luft von 760 Torr.

Von 1 l Wasser aufgenommen ml *) bzw. mg O_2

Temperatur °C	ml O_2 /l	mg O_2 /l
0	10,2	14,5
5	8,9	12,7
10	7,9	11,2
15	7,0	10,1
20	6,4	9,1
25	5,7	8,2
30	5,2	7,5
35	4,8	6,9
37	4,7	6,7
40	4,5	6,4

*) bei 0 °C und 760 Torr

Die Untersuchung der Eigenschaften der Kunststoffe ist ein wichtiger Bestandteil der Materialwissenschaft. Sie umfasst die Bestimmung der mechanischen, thermischen, elektrischen und chemischen Eigenschaften der Kunststoffe. Diese Eigenschaften sind von großer Bedeutung für die Auswahl der Kunststoffe für bestimmte Anwendungen.

Die mechanischen Eigenschaften der Kunststoffe sind die Festigkeit, die Zugfestigkeit, die Bruchdehnung und die Härte. Diese Eigenschaften sind von großer Bedeutung für die Auswahl der Kunststoffe für mechanische Anwendungen. Die thermischen Eigenschaften der Kunststoffe sind die Glasübergangstemperatur, die Schmelztemperatur und die Zersetzungstemperatur. Diese Eigenschaften sind von großer Bedeutung für die Auswahl der Kunststoffe für thermische Anwendungen.

Die elektrischen Eigenschaften der Kunststoffe sind die elektrische Leitfähigkeit, die elektrische Isolierfähigkeit und die dielektrische Verlustfaktor. Diese Eigenschaften sind von großer Bedeutung für die Auswahl der Kunststoffe für elektrische Anwendungen. Die chemischen Eigenschaften der Kunststoffe sind die Beständigkeit gegen Säuren, Basen und organische Lösungsmittel. Diese Eigenschaften sind von großer Bedeutung für die Auswahl der Kunststoffe für chemische Anwendungen.

Die Untersuchung der Eigenschaften der Kunststoffe ist ein wichtiger Bestandteil der Materialwissenschaft. Sie umfasst die Bestimmung der mechanischen, thermischen, elektrischen und chemischen Eigenschaften der Kunststoffe.

Die mechanischen Eigenschaften der Kunststoffe sind die Festigkeit, die Zugfestigkeit, die Bruchdehnung und die Härte. Diese Eigenschaften sind von großer Bedeutung für die Auswahl der Kunststoffe für mechanische Anwendungen.

Die thermischen Eigenschaften der Kunststoffe sind die Glasübergangstemperatur, die Schmelztemperatur und die Zersetzungstemperatur. Diese Eigenschaften sind von großer Bedeutung für die Auswahl der Kunststoffe für thermische Anwendungen.

Die elektrischen Eigenschaften der Kunststoffe sind die elektrische Leitfähigkeit, die elektrische Isolierfähigkeit und die dielektrische Verlustfaktor. Diese Eigenschaften sind von großer Bedeutung für die Auswahl der Kunststoffe für elektrische Anwendungen.

Die chemischen Eigenschaften der Kunststoffe sind die Beständigkeit gegen Säuren, Basen und organische Lösungsmittel. Diese Eigenschaften sind von großer Bedeutung für die Auswahl der Kunststoffe für chemische Anwendungen.

Die Untersuchung der Eigenschaften der Kunststoffe ist ein wichtiger Bestandteil der Materialwissenschaft. Sie umfasst die Bestimmung der mechanischen, thermischen, elektrischen und chemischen Eigenschaften der Kunststoffe.

Die mechanischen Eigenschaften der Kunststoffe sind die Festigkeit, die Zugfestigkeit, die Bruchdehnung und die Härte. Diese Eigenschaften sind von großer Bedeutung für die Auswahl der Kunststoffe für mechanische Anwendungen.

Die thermischen Eigenschaften der Kunststoffe sind die Glasübergangstemperatur, die Schmelztemperatur und die Zersetzungstemperatur. Diese Eigenschaften sind von großer Bedeutung für die Auswahl der Kunststoffe für thermische Anwendungen.

Die elektrischen Eigenschaften der Kunststoffe sind die elektrische Leitfähigkeit, die elektrische Isolierfähigkeit und die dielektrische Verlustfaktor. Diese Eigenschaften sind von großer Bedeutung für die Auswahl der Kunststoffe für elektrische Anwendungen.

Die chemischen Eigenschaften der Kunststoffe sind die Beständigkeit gegen Säuren, Basen und organische Lösungsmittel. Diese Eigenschaften sind von großer Bedeutung für die Auswahl der Kunststoffe für chemische Anwendungen.

Die Untersuchung der Eigenschaften der Kunststoffe ist ein wichtiger Bestandteil der Materialwissenschaft. Sie umfasst die Bestimmung der mechanischen, thermischen, elektrischen und chemischen Eigenschaften der Kunststoffe.

Die mechanischen Eigenschaften der Kunststoffe sind die Festigkeit, die Zugfestigkeit, die Bruchdehnung und die Härte. Diese Eigenschaften sind von großer Bedeutung für die Auswahl der Kunststoffe für mechanische Anwendungen.

Die thermischen Eigenschaften der Kunststoffe sind die Glasübergangstemperatur, die Schmelztemperatur und die Zersetzungstemperatur. Diese Eigenschaften sind von großer Bedeutung für die Auswahl der Kunststoffe für thermische Anwendungen.

Die elektrischen Eigenschaften der Kunststoffe sind die elektrische Leitfähigkeit, die elektrische Isolierfähigkeit und die dielektrische Verlustfaktor. Diese Eigenschaften sind von großer Bedeutung für die Auswahl der Kunststoffe für elektrische Anwendungen.

Die chemischen Eigenschaften der Kunststoffe sind die Beständigkeit gegen Säuren, Basen und organische Lösungsmittel. Diese Eigenschaften sind von großer Bedeutung für die Auswahl der Kunststoffe für chemische Anwendungen.