

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
21. September 2006 (21.09.2006)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2006/097382 A1

- (51) Internationale Patentklassifikation:
G01N 11/16 (2006.01) *G01N 33/30* (2006.01)
- (21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2006/050451
- (22) Internationales Anmeldedatum:
26. Januar 2006 (26.01.2006)
- (25) Einreichungssprache: Deutsch
- (26) Veröffentlichungssprache: Deutsch
- (30) Angaben zur Priorität:
10 2005 012 453.4 18. März 2005 (18.03.2005) DE
- (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): **ROBERT BOSCH GMBH** [DE/DE]; Postfach 30 02 20, 70442 Stuttgart (DE).
- (72) Erfinder; und
- (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **SCHERER, Monika** [DE/DE]; Auf dem Hirschberg 43, 53225 Bonn (DE).
- (74) Gemeinsamer Vertreter: **ROBERT BOSCH GMBH**; Postfach 30 02 20, 70442 Stuttgart (DE).

- (81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

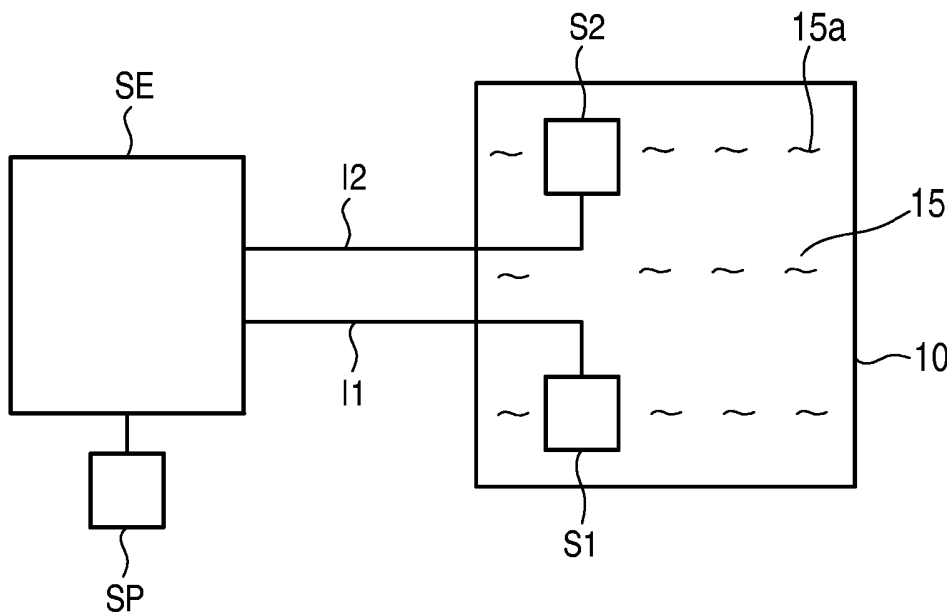
Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR MEASURING THE VISCOSITY OF NON-NEWTONIAN LIQUIDS, IN PARTICULAR MOTOR FUELS

(54) Bezeichnung: VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUR VISKOSITÄTSMESSUNG VON NICHT-NEWTONSCHEN FLÜSSIGKEITEN, INSBESONDERE MOTORBETRIEBSSTOFFEN



[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

WO 2006/097382 A1



Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

(57) Abstract: The invention relates to a method and a device for measuring the viscosity of non-Newtonian fluids, in particular motor fuels. According to said method, a first and a second viscosity measurement are carried out using a viscosity sensor device (S1, S2; S3) and the fluid is excited in a different manner for the first and second measurements.

(57) Zusammenfassung: Die vorliegende Erfindung schafft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Viskositätsmessung von nicht-Newtonischen Flüssigkeiten, insbesondere Motorbetriebsstoffen, wobei eine erste und eine zweite Viskositätsmessung mit einer Viskositätssensorvorrichtung (S1, S2; S3) durchgeführt werden und für die erste und zweite Viskositätsmessung eine unterschiedliche Anregung der nicht-Newtonischen Flüssigkeit erfolgt.

5 Verfahren und Vorrichtung zur Viskositätsmessung von nicht-Newtonschen Flüssigkeiten, insbesondere Motorbetriebsstoffen

STAND DER TECHNIK

10 Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Viskositätsmessung von nicht-Newtonschen Flüssigkeiten, insbesondere Motorbetriebsstoffen.

Obwohl nicht auf Motorbetriebsstoffe beschränkt, werden die vorliegende Erfindung und die ihr zugrundeliegende Problematik anhand von dem Motorbetriebsstoff Motoröl erläutert.

15 Bei der Überwachung von nicht-Newtonschen Flüssigkeiten, insbesondere flüssiger Motorbetriebsstoffe, wie z.B. Motoröl, können mehrere chemische und physikalische Eigenschaften der Flüssigkeit zur Überwachung ihres "Zustandes" herangezogen werden. Ein wichtiges Bewertungskriterium für den aktuellen Flüssigkeitszustand ist dabei die Viskosität η , die mit Hilfe eines Viskositätssensors gemessen werden kann. Einfach gesagt ist die Viskosität η einer Flüssigkeit der Widerstand, den die
20 Flüssigkeit einer kinematischen Anregung entgegensetzt.

Zur Viskositätsmessung werden beispielsweise piezoelektrische Dickenschwinger, welche aus Quarz hergestellt sind, verwendet. Siehe dazu beispielsweise S. J. Martin et. al., Sens. Act. A 44 (1994) Seiten 209-218. Wird ein solcher Dickenschwinger in eine viskose Flüssigkeit getaucht, so ändern sich
25 die Resonanzfrequenz der Eigenschwingung und deren Dämpfung in Abhängigkeit von der Viskosität und der Dichte der viskosen Flüssigkeit. Da die Dichte für typische nicht-Newtonschen Flüssigkeiten in weit geringerem Maße variiert als die Viskosität, stellt ein derartiges Bauteil praktisch einen Viskositätssensor dar.

30 Die DE 101 12 433 A1 offenbart eine Viskositätssensoranordnung mit einer piezo-elektrischen Sensoreinrichtung nach dem Prinzip eines piezoelektrischen Dickenschwingers, die sich vollständig in der zu messenden Flüssigkeit befindet und elektrische Kontaktstellen für eine elektrische Ansteuerung aufweist, die bezüglich der Flüssigkeit resistent sind und mit elektrischen Zufuhrleitungen, die bezüglich der Flüssigkeit resistent sind und die einerseits mit einer Ansteuer-/ Auswerteelektronik außerhalb
35 der Flüssigkeit und andererseits mit den Kontaktstellen der Sensoreinrichtung mittels eines geeigneten mit Metallteilchen versehenen Leitklebstoffes verbunden sind.

Insbesondere bei der Anwendung in aggressiven oder korrosiven nicht-Newtonschen Flüssigkeiten, z.B. Motor- oder Getriebeöl, wird die Sensoroberfläche stark beansprucht. Speziell bei der Anwendung in Motoröl bildet sich mit der Zeit ein Belag auf der Sensoroberfläche, der die Sensoreigenschaften verändert. Eine demgegenüber unempfindliche Gruppe von Viskositätssensoren ist aus der DE 198 50 799 A1 bekannt. Hierbei handelt es sich um sogenannte Oberflächenschwinger bzw. Scherschwin-
5 ger, bei denen ein Schutz gegenüber korrosiven bzw. aggressiven nicht-Newtonschen Flüssigkeiten üblicherweise durch eine Passivierung des Substrats angestrebt wird.

Bei sogenannten Newtonschen Flüssigkeiten hängt die Viskosität η nur von Druck und Temperatur ab. Hingegen sind Viskositätsmessungen bei nicht-Newtonschen Flüssigkeiten stets abhängig von der
10 verwendeten Messmethode und den zugehörigen Messparametern.

Fig. 5 zeigt eine schematische Darstellung zweier beispielhafter kinematischer Messprinzipien zum Ermitteln der Viskosität einer nicht-Newtonschen Flüssigkeit.

In Figur 5 bezeichnet Bezugszeichen Z1 einen äußeren Hohlzylinder, der mit einer nicht-newtonschen Flüssigkeit F gefüllt ist. Eingetaucht in den Hohlzylinder Z1 ist ein Vollzylinder Z2, der über eine Achse A beweglich ist. Das Messprinzip a) sieht eine Rotation mit konstanter Geschwindigkeit um die Achse A vor. Das Messprinzip b) sieht eine Oszillation mit konstanter Frequenz um die Achse A vor.

Fig. 6a,b zeigen die Abhängigkeit der Viskosität η beim Messprinzip a) von der Scherrate γ und die Abhängigkeit der Viskosität η beim Messprinzip b) von der Frequenz ω .

In Figur 6a ist gezeigt, dass der Wert der Viskosität η mit steigender Scherrate γ beim Messprinzip a) abnimmt. Die Scherrate γ ist dabei proportional zur Winkelgeschwindigkeit der Drehung.

Gemäß Figur 6b nimmt beim Messprinzip b) der Realteil R der imaginären Viskosität η mit steigender Frequenz der Oszillation ab, wohingegen der Imaginärteil I zunimmt. Bei dem Messprinzip b) tritt neben der Abhängigkeit von der Frequenz ω ebenfalls eine Abhängigkeit von der Amplitude der
30 Oszillation auf.

Ein aus der Labortechnik bekanntes Verfahren zur Messung der Viskosität ist das Ubbelohde-Verfahren (DIN 52562), bei dem die Schwerkraft als treibende Kraft eingesetzt wird. Dieses Verfahren arbeitet näherungsweise mit einer Scherrate γ ungefähr gleich 0.

Hingegen arbeiten Viskositätssensoren, wie sie in der DE 101 12 433 A1 bzw. der DE 198 50 799 A1 beschrieben sind, in einem Frequenzbereich der Größenordnung kHz bis MHz.

VORTEILE DER ERFINDUNG

5

Das erfindungsgemäße Verfahren zur Viskositätsmessung von nicht-Newtonschen Flüssigkeiten, insbesondere Motorbetriebsstoffen, gemäss Anspruch 1 und die entsprechende Vorrichtung gemäss Anspruch 8 bzw. 9 weisen gegenüber bekannten Lösungsansätzen den Vorteil auf, dass verschiedene viskositätsbestimmende Faktoren in der Flüssigkeit unterschieden werden können.

10

Der vorliegenden Erfindung liegt die Idee zugrunde, dass bei nicht-Newtonschen Flüssigkeiten, insbesondere Motorbetriebsparametern, wie z. B. Motoröl, äußerst wichtige komplementäre Informationen dadurch erhalten werden können, dass mehrere Viskositätsmessungen mit verschiedenen Anregungsparametern durchgeführt werden.

15

Dies bietet beispielsweise bei einem Motoröl mit einem Basisöl und einem großmolekularen Zusatz zur Viskositäts-Verbesserung (VI-Improver) den Vorteil, dass einerseits eine Veränderung im Basisöl und andererseits eine Veränderung der großen Zusatzmoleküle erfasst werden können.

20

Allgemein liefert eine derartige Messung unter Variation der Viskositäts-Messparametern bzw. der Viskositäts-Messverfahren wertvolle zusätzlich Hinweise auf den Zustand einer nicht-Newtonschen Flüssigkeit, welche verschiedene Einflussfaktoren für die Viskosität aufweist, z.B. eine heterogene Flüssigkeit.

25

In den Unteransprüchen finden sich vorteilhafte Weiterbildungen und Verbesserungen des jeweiligen Gegenstandes der Erfindung.

Gemäß einer bevorzugten Weiterbildung wird zur unterschiedlichen Anregung der Viskositätssensor und/oder mindestens einem Anregungsparameter geändert.

30

Gemäß einer weiteren bevorzugten Weiterbildung werden die erste und die zweite Viskositätsmessung zu vorbestimmten Zeiten wiederholt werden, wobei ein Zeitverlauf des Messresultats der ersten und zweiten Viskositätsmessung gespeichert wird.

35

Gemäß einer weiteren bevorzugten Weiterbildung werden die erste und die zweite Viskositätsmessung in einem Motoröl durchgeführt, das ein Basisöl und einen makromolekularen Zusatz aufweist, wobei

die erste Viskositätsmessung eine Information über das Basisöl und die zweite Viskositätsmessung eine Information über den makromolekularen Zusatz liefert.

5 Gemäß einer weiteren bevorzugten Weiterbildung ist der Viskositätssensor für die erste und die zweite Viskositätsmessung ein Schwingungssensortyp, wobei sich die Anregung in der Sensordimensionierung und/oder in der Anregungsschwingungsform und/oder in der Anregungsamplitude und/oder in der Anregungsfrequenz unterscheidet.

10 Gemäß einer weiteren bevorzugten Weiterbildung ist der Viskositätssensor für die erste und die zweite Viskositätsmessung ein Konstantbewegungssensortyp, wobei sich die Anregung in der Sensordimensionierung und/oder in der Scherrate unterscheiden.

ZEICHNUNGEN

15 Ausführungsbeispiele der Erfindung sind in den Zeichnungen dargestellt und in der nachfolgenden Beschreibung näher erläutert.

Es zeigen:

20 Fig. 1 eine erste Ausführungsform der erfindungsgemäßen Viskositätssensoranordnung;

Fig. 2 mit der ersten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Viskositätssensoranordnung gewonnene Viskositätsdaten eines heterogenen Motoröls;

25 Fig. 3 eine zweite Ausführungsform der erfindungsgemäßen Viskositätssensoranordnung;

Fig. 4 mit der zweiten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Viskositätssensoranordnung gewonnene Viskositätsdaten des heterogenen Motoröls;

30 Fig. 5 eine schematische Darstellung zweier beispielhafter kinematischer Messprinzipien zum Ermitteln der Viskosität einer nicht-Newtonschen Flüssigkeit; und

Fig. 6a,b die Abhängigkeit der Viskosität η beim Messprinzip a) von der Scherrate γ und die Abhängigkeit der Viskosität η beim Messprinzip b) von der Frequenz ω .

35

BESCHREIBUNG DER AUSFÜHRUNGSBEISPIELE

Fig. 1 zeigt eine erste Ausführungsform der erfindungsgemäßen Viskositätssensoranordnung.

In Figur 1 bezeichnet Bezugszeichen 10 eine Ölwanne eines Kraftfahrzeuges. In der Ölwanne befindet sich ein Basisöl 15 mit einem großmolekularen Zusatz 15a. Eingetaucht in das Motoröl 15, 15a sind ein erster und ein zweiter Viskositätssensor S1, S2. Beim ersten Viskositätssensor S1 handelt es sich um einen mikroakustischen Dickenschwinger, wie beispielsweise aus der DE 101 12 433 A1 bekannt. Beim zweiten Viskositätssensor S2 handelt es sich um einen Stimmgabelschwinger.

Der erste Viskositätssensor 1 arbeitet bei einer Frequenz von 1 MHz und einer Amplitude von 1 μm , wohingegen der zweite Viskositätssensor S2 bei einer Frequenz von 1 kHz und einer Amplitude von 100 μm arbeitet.

Eine Steuereinheit SE steuert über Leitungen 11, 12 den Betrieb der beiden Viskositätssensoren S1, S2.

Insbesondere werden zu vorbestimmten Zeiten Werte zur Erfassung der Oxidation des Motoröls 15, 15a aufgenommen und in einer Speichereinrichtung SP gespeichert.

Fig. 2 zeigt mit der ersten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Viskositätssensoranordnung gewonnene Viskositätsdaten eines heterogenen Motoröls.

In Figur 2 bezeichnen die Rauten die Messwerte des Viskositätssensors S1, wohingegen die Quadrate die Messwerte des Viskositätssensors S2 bezeichnen. Wie aus Figur 2 erkennbar, erfasst der Viskositätssensor S1 hier die Oxidation des Basisöls 15, weshalb mit zunehmender Oxidationsdauer eine kontinuierliche Zunahme des Messsignals zu beobachten ist. Hingegen nimmt das Messsignal des Viskositätssensors S2 zunächst mit zunehmender Oxidationsdauer ab, bevor es anschließend in etwa mit gleicher Steilheit wie das Messsignal des Viskositätssensors S1 ansteigt.

Der anfängliche Abfall der Messsignals des Viskositätssensors S2 ist darauf zurückzuführen, dass durch die Oxidation die additiven Makromoleküle zerstört bzw. zerstückelt werden und so die Viskosität zunächst mit der Alterung abnimmt, bevor sie ansteigt. Dieses Verhalten der Makromoleküle kann jedoch nur durch den niederfrequenten Viskositätssensor S2, der zudem eine große Amplitude aufweist, erfasst werden. Die Makromoleküle können nämlich den hochfrequenten Schwingungen des Viskositätssensors S1 mit geringer Auslenkung nicht folgen und bleiben daher für diesen unsichtbar.

Fig. 3 zeigt eine zweite Ausführungsform der erfindungsgemäßen Viskositätssensoranordnung.

Bei der in Figur 3 gezeigten zweiten Ausführungsform ist ein einziger Viskositätssensor S3 im Motoröl 15, 15a vorgesehen, der über eine einzige Leitung I3 von der Steuereinheit SE zu vorbestimmten Oxidationszeitpunkten aktiviert wird.

- 5 Bei dieser Ausführungsform handelt es sich bei dem Viskositätssensor S3 um einen mikroakustischen Scherschwinger gemäß der DE 198 50 799 A1, welcher einerseits mit seiner Grundfrequenz und andererseits mit einer harmonischen Oberschwingung, hier der zehnten harmonischen Oberschwingung, angeregt wird. Insofern liefert der Viskositätssensor S3 an den Messpunkten sich ergänzende Informationen, nämlich eine Information über die Viskosität bei der Grundfrequenz und eine Informa-
10 tion über die Viskosität bei der zehnfachen Grundfrequenz.

Fig. 4 zeigt mit der zweiten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Viskositätssensoranordnung gewonnene Viskositätsdaten des heterogenen Motoröls.

- 15 Gemäß Figur 4 sind die Messwerte bei der Grundfrequenz ω durch die Rauten bezeichnet und die Messwerte bei der Frequenz 10ω durch die Quadrate.

Ein Vergleich mit dem ersten Ausführungsbeispiel gemäß Figur 2 ergibt, dass sich die Messwerte nahezu decken und wiederum Information über das Basisöl bei der hochfrequenten Anregung 10ω und
20 über das makromolekulare Additiv bei der Grundfrequenz ω erhalten lassen. Die Frequenz ω beträgt hier 10 kHz, wohingegen die Frequenz der zehnten harmonischen Oberschwingung 100 kHz beträgt. Bei diesem Beispiel ist die Amplitude bei beiden Anregungen, d.h. ω und 10ω , gleich.

Obwohl bei den vorstehend erläuterten Ausführungsformen die Viskositätssensoren ein mikromecha-
25 nischen Dickenschwinger, Scherschwinger bzw. Stimmgabelschwinger waren, ist die vorliegende Erfindung darauf nicht beschränkt. Bei der Erfindung können beliebige mikroakustische Dickenschwinger, Scherschwinger und makroskopische Schwinger Anwendung finden.

Auch sind die angegebenen Frequenz- bzw. Amplitudenwerte nur beispielhaft und sind hinsichtlich
30 der jeweiligen zu untersuchenden nicht-Newtonschen Flüssigkeit zu optimieren, um die gewünschten Informationen zu erhalten.

5

BEZUGSZEICHENLISTE:

	10	Ölwanne
10	15	Basisöl
	15a	makromolekulares Additiv
	S1,S2,S3	Viskositätssensor
	SE	Steuereinrichtung
	SP	Speichereinrichtung
15	11,12,13	Leitungen
	A	Achse
	Z1,Z2	Zylinder
	F	Flüssigkeit
	R	Reakteil
20	I	Imaginärteil
	ω	Frequenz
	γ	Scherrate
	η	Viskosität

5

PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zur Viskositätsmessung von nicht-Newtonschen Flüssigkeiten, insbesondere Motorbetriebsstoffen, wobei eine erste und eine zweite Viskositätsmessung mit einer Viskositätssensorvorrichtung (S1, S2; S3) durchgeführt werden und für die erste und zweite Viskositätsmessung eine unterschiedliche Anregung der nicht-Newtonschen Flüssigkeit erfolgt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass zur unterschiedlichen Anregung der Viskositätssensor und/oder mindestens einem Anregungsparameter geändert wird..

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die erste und die zweite Viskositätsmessung zu vorbestimmten Zeiten wiederholt werden und ein Zeitverlauf des Messresultats der ersten und zweiten Viskositätsmessung gespeichert wird.

20

4. Verfahren nach Anspruch 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, dass die erste und die zweite Viskositätsmessung in einem Motoröl (15, 15a) durchgeführt werden, das ein Basisöl (15) und einen makromolekularen Zusatz (15a) aufweist, und die erste Viskositätsmessung eine Information über das Basisöl (15) und die zweite Viskositätsmessung eine Information über den makromolekularen Zusatz (15a) liefert.

25

5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Viskositätssensor für die erste und die zweite Viskositätsmessung ein Schwingungssensortyp ist und sich die Anregung in der Sensordimensionierung und/oder in der Anregungsschwingungsform und/oder in der Anregungsamplitude und/oder in der Anregungsfrequenz unterscheidet.

30

6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass der Viskositätssensor für die erste und die zweite Viskositätsmessung ein Konstantbewegungssensortyp ist und sich die Anregung in der Sensordimensionierung und/oder in der Scherrate unterscheiden.

35

7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Viskositätssensorvorrichtung (S1, S2; S3) zumindest einen Viskositätssensor aufweist, der aus folgender

Gruppe stammt: mikroakustischer Scherschwinger, mikroakustischer Dickenschwinger, makroakustischer Schwinger.

- 5 8. Vorrichtung zur Viskositätsmessung von nicht-Newtonschen Flüssigkeiten, insbesondere Motorbetriebsstoffen, mit einer Viskositätssensorvorrichtung (S1, S2; S3), welche einen ersten und einen zweiten Viskositätssensor (S1, S2) aufweist, die derart gestaltet sind, dass eine erste und eine zweite Viskositätsmessung mit unterschiedlicher Anregung der nicht-Newtonschen Flüssigkeit durchführbar ist.
- 10 9. Vorrichtung zur Viskositätsmessung von nicht-Newtonschen Flüssigkeiten, insbesondere Motorbetriebsstoffen, mit einer Viskositätssensorvorrichtung (S1, S2; S3), welche einen dritten Viskositätssensor (S3) aufweist, der derart gestaltet ist, dass eine erste und eine zweite Viskositätsmessung mit unterschiedlicher Anregung der nicht-Newtonschen Flüssigkeit durchführbar ist.
- 15 10. Vorrichtung nach Anspruch 8 oder 9, dadurch gekennzeichnet, dass eine Steuereinrichtung (SE) vorgesehen ist, die bewirkt, dass die erste und die zweite Viskositätsmessung zu vorbestimmten Zeiten wiederholt werden, und eine Speichereinrichtung (SP) vorgesehen ist, in der ein Zeitverlauf des Messresultats der ersten und zweiten Viskositätsmessung speicherbar ist.

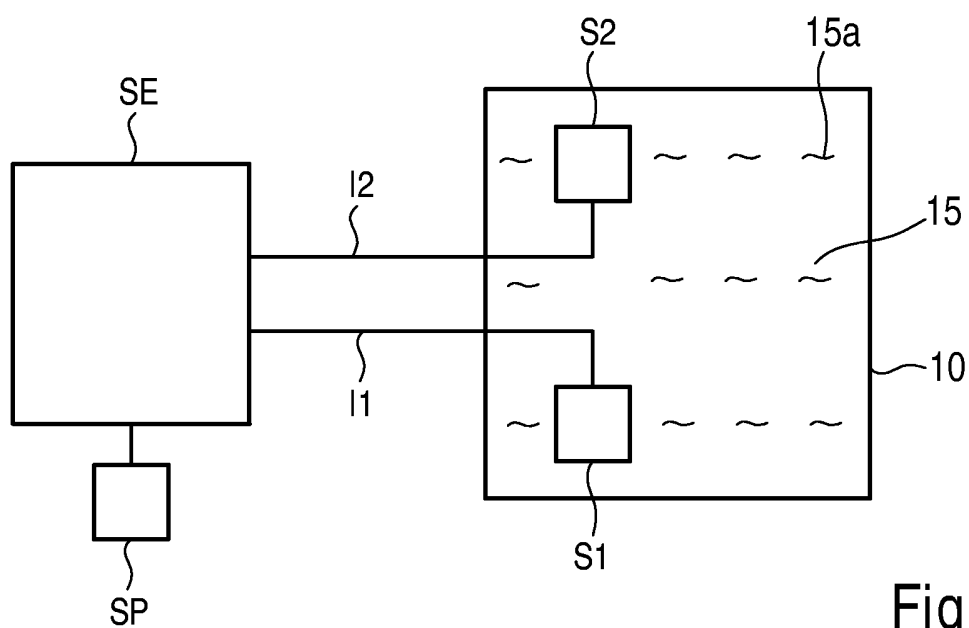
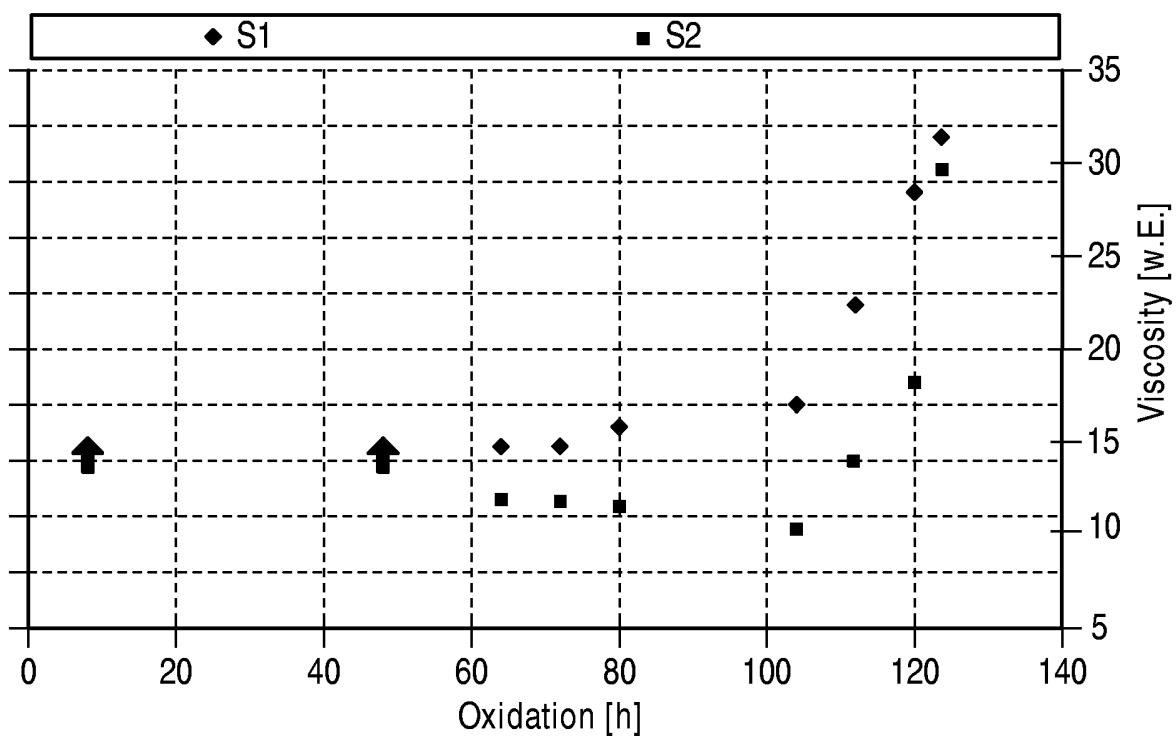


Fig. 1

Fig. 2



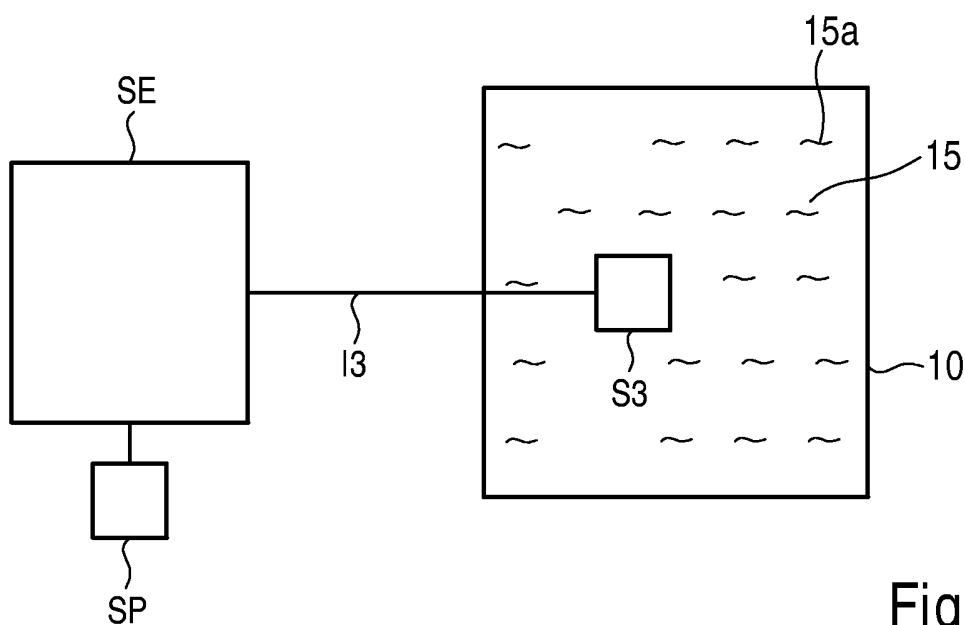
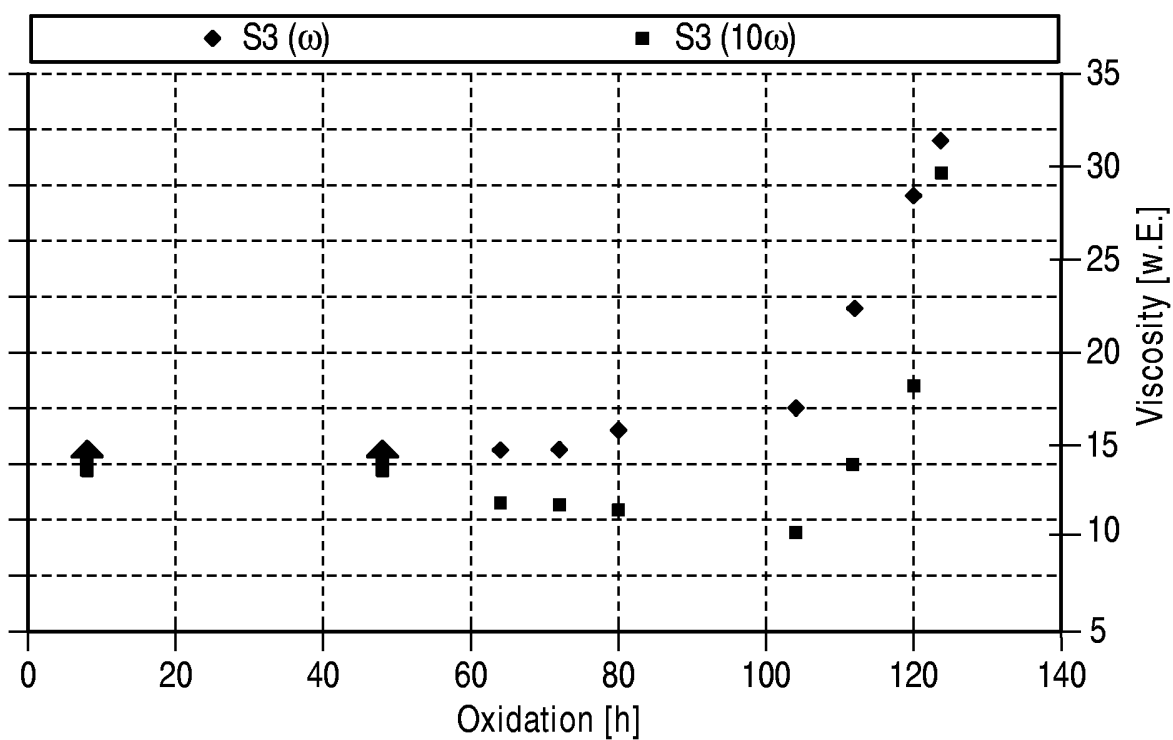


Fig. 3

Fig. 4



3 / 3

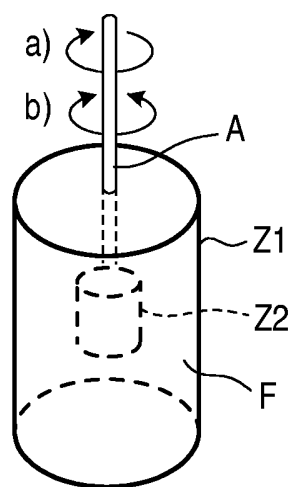


Fig. 5

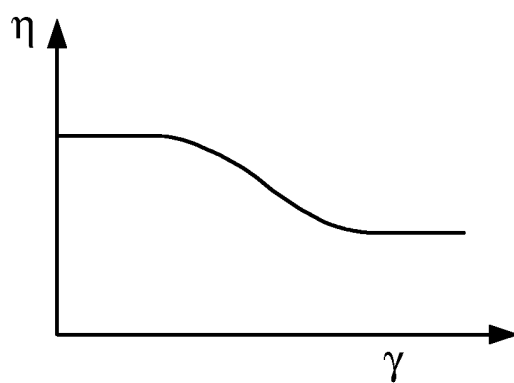
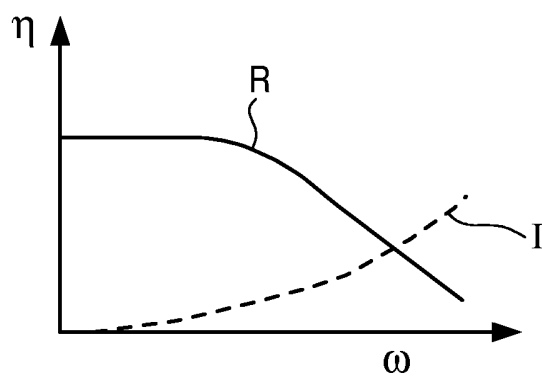


Fig. 6

a)



b)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2006/050451

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER G01N11/16 G01N33/30		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) G01N		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal, WPI Data, PAJ, INSPEC, COMPENDEX, BIOSIS, EMBASE		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	GB 2 259 368 A (THE * BRITISH PETROLEUM COMPANY P.L.C) 10 March 1993 (1993-03-10) page 5, line 30 - page 7, line 17 Abbildung	1-3, 8, 10
X	----- US 2004/074302 A1 (MATSIEV LEONID ET AL) 22 April 2004 (2004-04-22) paragraph [0034] - paragraph [0035] paragraph [0145] - paragraph [0150] figure 17b	1, 2, 5, 7, 8
X	----- US 6 223 589 B1 (DICKERT FRANZ ET AL) 1 May 2001 (2001-05-01) column 4, line 52 - column 5, line 50 ----- -/--	1, 2, 5, 7, 8
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents :		
A document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance *E* earlier document but published on or after the international filing date *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	*T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art. *&* document member of the same patent family	
Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report	
17 March 2006	28/03/2006	
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Authorized officer Timonen, T	

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2006/050451

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 6 260 408 B1 (VIG JOHN R ET AL) 17 July 2001 (2001-07-17) column 3, line 35 - line 65 column 4, line 61 - column 5, line 35 column 8, line 37 - column 9, line 38 figure 1 -----	1,8
X	US 3 903 732 A (RORK ET AL) 9 September 1975 (1975-09-09) column 9, line 22 - column 10, line 55 figure 3 -----	9
X	US 5 798 452 A (MARTIN ET AL) 25 August 1998 (1998-08-25) figures 1-4 -----	8

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No PCT/EP2006/050451

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
GB 2259368	A	10-03-1993	NONE
US 2004074302	A1	22-04-2004	US 2004074303 A1 22-04-2004
US 6223589	B1	01-05-2001	AU 5050998 A 22-05-1998 CN 1242077 A 19-01-2000 WO 9819156 A1 07-05-1998 EP 0934520 A1 11-08-1999 JP 2001502806 T 27-02-2001 KR 2000052822 A 25-08-2000
US 6260408	B1	17-07-2001	US 6247354 B1 19-06-2001
US 3903732	A	09-09-1975	NONE
US 5798452	A	25-08-1998	US 5741961 A 21-04-1998

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen
PCT/EP2006/050451

<p>A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES G01N11/16 G01N33/30</p>		
<p>Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC</p>		
<p>B. RECHERCHIERTE GEBIETE</p>		
<p>Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole) G01N</p>		
<p>Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen</p>		
<p>Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe) EPO-Internal, WPI Data, PAJ, INSPEC, COMPENDEX, BIOSIS, EMBASE</p>		
<p>C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN</p>		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	GB 2 259 368 A (THE * BRITISH PETROLEUM COMPANY P.L.C) 10. März 1993 (1993-03-10) Seite 5, Zeile 30 - Seite 7, Zeile 17 Abbildung	1-3,8,10
X	US 2004/074302 A1 (MATSIEV LEONID ET AL) 22. April 2004 (2004-04-22) Absatz [0034] - Absatz [0035] Absatz [0145] - Absatz [0150] Abbildung 17b	1,2,5,7,8
X	US 6 223 589 B1 (DICKERT FRANZ ET AL) 1. Mai 2001 (2001-05-01) Spalte 4, Zeile 52 - Spalte 5, Zeile 50	1,2,5,7,8
	-/--	
<p><input checked="" type="checkbox"/> Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen <input checked="" type="checkbox"/> Siehe Anhang Patentfamilie</p>		
<p>* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :</p> <p>*A* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist</p> <p>*E* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist</p> <p>*L* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)</p> <p>*O* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht</p> <p>*P* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist</p> <p>*T* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist</p> <p>*X* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden</p> <p>*Y* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist</p> <p>*Z* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist</p>		
Datum des Abschlusses der internationalen Recherche		Absenddatum des internationalen Recherchenberichts
17. März 2006		28/03/2006
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016		Bevollmächtigter Bediensteter Timonen, T

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen
PCT/EP2006/050451

C. (Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	US 6 260 408 B1 (VIG JOHN R ET AL) 17. Juli 2001 (2001-07-17) Spalte 3, Zeile 35 - Zeile 65 Spalte 4, Zeile 61 - Spalte 5, Zeile 35 Spalte 8, Zeile 37 - Spalte 9, Zeile 38 Abbildung 1	1,8
X	----- US 3 903 732 A (RORK ET AL) 9. September 1975 (1975-09-09) Spalte 9, Zeile 22 - Spalte 10, Zeile 55 Abbildung 3	9
X	----- US 5 798 452 A (MARTIN ET AL) 25. August 1998 (1998-08-25) Abbildungen 1-4 -----	8

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2006/050451

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
GB 2259368 A	10-03-1993	KEINE	
US 2004074302 A1	22-04-2004	US 2004074303 A1	22-04-2004
US 6223589 B1	01-05-2001	AU 5050998 A	22-05-1998
		CN 1242077 A	19-01-2000
		WO 9819156 A1	07-05-1998
		EP 0934520 A1	11-08-1999
		JP 2001502806 T	27-02-2001
		KR 2000052822 A	25-08-2000
US 6260408 B1	17-07-2001	US 6247354 B1	19-06-2001
US 3903732 A	09-09-1975	KEINE	
US 5798452 A	25-08-1998	US 5741961 A	21-04-1998