

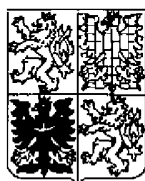
PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

2000 -3565

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **23.03.1999**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **01.04.1998**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **1998/19814500**

(33) Země priority: **DE**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **16.05.2001**
(Věstník č. 5/2001)

(86) PCT číslo: **PCT/EP99/01939**

(87) PCT číslo zveřejnění: **WO99/51981**

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl. ⁷:

G 01 N 33/18

(71) Přihlašovatel:

**HENKEL KOMMANDITGESELLSCHAFT AUF
AKTIEN, Düsseldorf, DE;**

(72) Původce:

**Opitz Werner, Langenfeld, DE;
Kling Hans-Willi, Wuppertal, DE;
Bartik-Himmler Ibolya, Odenthal, DE;
Büttfering Ludger, Köln, DE;
Siepmann Friedhelm, Essen, DE;
Schenzle Bernd, Erkrath, DE;
Krey Wolfgang, Wuppertal, DE;**

(74) Zástupce:

Korejzová Zdeňka JUDr., Spálená 29, Praha 1, 11000;

(54) Název přihlášky vynálezu:

**Způsob automatické kontroly a řízení obsahu
povrchově aktivních látek ve vodném čisticím
roztoku**

(57) Anotace:

Způsob spočívá v tom, že se programově řízeným způsobem
a) z vodného provozního roztoku odebere vzorek předem
zadaného objemu, b) vzorek se popřípadě zbaví pevných látek,
c) vzorek se popřípadě zředí v předem zadaném nebo jako
výsledek předběžného stanovení zjištěném poměru vodou, d)
obsah povrchově aktivních látek se stanoví selektivní
adsorpcí, elektrochemicky, chromatograficky, rozštěpením na
těkavé sloučeniny, vytěsněním těkavých sloučenin
stripováním a jejich detekcí, nebo přidáním činidla, které
změní interakci vzorku s elektromagnetickým zářením úměrně
k obsahu povrchově aktivních látek a měřením změny této
interakce, e) výsledek stanovení se uloží na některém z nosičů
dat a/nebo se využije jako základ pro další výpočty a/nebo se
výsledky stanovení a/nebo dalších výpočtů předají do místa,
ze kterého je možno podle předem zadaných kritérií iniciovat
zásahy, týkající se úpravy lázně.

Způsob automatické kontroly a řízení obsahu povrchově aktivních látek ve vodném čistícím roztoku

Oblast techniky

Vynález se týká způsobu kontroly a řízení vodných provozních roztoků, které obsahují anionaktivní a/nebo kationaktivní povrchově aktivní látky. Příklady takových provozních roztoků jsou alkalické prací lázně pro velkopřemyslové praní textilií, čistící lázně pro tvrdé povrchy, jakož i povrchově aktivní látky obsahující roztoky pro fosfatování železa. Způsob je koncipován zejména pro řešení technických procesů v kovozpracujícím průmyslu, jako ku příkladu při výrobě automobilů. Způsob umožňuje kontrolovat funkční způsobilost provozního roztoku, charakterizovanou parametrem „obsah povrchově aktivních slátek“ a v případě potřeby automaticky nebo na základě vnějšího požadavku provozní roztok doplňovat nebo iniciovat jiné zásahy, týkající se úpravy lázně. Způsob je koncipován zejména tak, aby bylo možno výsledky stanovování povrchově aktivních látek přenášet do místa, které je vzdálené od místa výskytu provozního roztoku. Mimoto je možno z některého, od místa výskytu roztoku vzdáleného místa zasahovat do automatického průběhu měření nebo iniciovat dodatečné dávkování nebo jiné zásahy, týkající se úpravy lázně. „Místo, vzdálené od místa výskytu provozního roztoku“ se může ku příkladu nacházet v některém nadřazeném systému pro řízení procesů, v řídicí ústředně závodu, v němž se provozní roztok vyskytuje nebo i na některém místě mimo závod.

Dosavadní stav techniky

Čištění kovových dílů před jejich dalším zpracováním představuje v kovozpracujícím průmyslu standardní úlohu. Kovové díly mohou být ku příkladu znečištěny zbytky pigmentů, prachem, kovovým otěrem, proti korozi chránícími oleji, chladícími mazivy nebo tváření napomáhajícími prostředky. Před dalším zpracováním, jako zejména před ochrany proti korozi se týkajícím ošetřením (např. fosfatováním, chromováním, anodizací, reakcí s komplexními fluoridy atd.) nebo před lakováním je nutno tyto nečistoty vhodným čistícím roztokem odstranit. Přitom přicházejí v úvahu stříkací, máčecí nebo kombinované postupy. Použijí-li se k čištění povrchově aktivní látky obsahující vodné provozní roztoky, které dodatečně obsahují kyselinu fosforečnou, tak se vedle čištění provádí současně i tak zvané vrstvy netvořící fosfatování. Čištěné kovové díly se přitom současně potáhnou proti korozi chránící amorfní vrstvou fosforečnanů a/nebo oxidů. Takové způsoby jako kombinované čistící a proti korozi chránící postupy jsou v

kovozpracujícím průmyslu značně rozšířené. Při jejich použití na železo obsahující technické materiály se zkráceně označují jako „fosfatování železa“.

Nefosfatující průmyslové čisticí prostředky, používané v kovozpracujícím průmyslu, jsou zpravidla alkalické (hodnoty pH v oblasti od asi 7 a výše, ku příkladu 9 až 12). Jejich základními složkami jsou alkálie (hydroxidy, uhličitany, křemičitany, fosforečnany, boritany alkalických kovů), jakož i neionogenní a/nebo anionaktivní povrchově aktivní látky. Často obsahují čisticí prostředky jako dodatečné pomocné složky i komplexotvorné sloučeniny (glukonáty, polyfosforečnany, soli aminokarbonových kyselin, jako ku příkladu ethylendiamintetraacetát nebo nitriloacetát, soli kyselin fosfonových, jako ku příkladu soli kyseliny hydroxyethandifosfonové, kyseliny fosfonobutantrikarbonové, proti korozi chránící prostředky, jako ku příkladu soli karbonových kyselin s 6 až 12 atomy C, alkanolaminy a inhibitory pěnění, jako ku příkladu alkoxyláty s uzavřenými koncovými skupinami alkoholů s 6 až 16 atomy C v alkylovém zbytku. Pokud čisticí lázně neobsahují žádné anionaktivní povrchově aktivní látky, je možno použít povrchově aktivní látky kationaktivní. Přitom mohou čisticí prostředky obsahovat jak neionogenní, tak i ionogenní povrchově aktivní látky.

Jako neionogenní povrchově aktivní látky obsahují čisticí prostředky obvykle ethoxyláty, propoxyláty a/nebo ethoxyláty/propoxyláty alkoholů nebo alkylaminů s 6 až 16 atomy C v alkylovém zbytku, které mohou obsahovat i uzavřené koncové skupiny. Jako anionaktivní povrchově aktivní látky jsou široce rozšířeny alkylsulfáty a alkylsulfonáty. Je možno se dokonce ještě i setkat s alkylbenzenulfonáty, které jsou však z hlediska ochrany životního prostředí nevýhodné. Jako kationaktivní povrchově aktivní látky přicházejí v úvahu zejména kationaktivní alkylamoniové sloučeniny s alkylovým zbytkem s 8 nebo více atomy C:

Ze stavu techniky je známo, že neionogenní povrchově aktivní látky je možno ve vodných provozních roztocích, jako ku příkladu v čisticích lázních, stanovovat ručně pomocí barevného indikátoru. Obvykle se přitom postupuje tak, že se do vzorku, odebraného z provozního roztoku, přidá činidlo, které vytvoří s neionogenními povrchově aktivními látkami barevný komplex. Tento barevný komplex se s výhodou extrahuje do organického rozpouštědla, které není s vodou v libovolném poměru mísitelné a následně se fotometricky určí jeho absorpce světla při určité vlnové délce. Jako barevný komplex tvořící činidlo je možno ku příkladu použít ethylester tetrabromfenolftaleinu. Před extrakcí do některého organického rozpouštědla, s výhodou do

chlorovaného uhlovodíku, se do provozního roztoku přidá některý tlumivý roztok pro oblast pH = 7.

Dále je známo, že neionogenní povrchově aktivní látky je možno stanovovat za přítomnosti ionogenních povrchově aktivních látek. Přitom se ionogenní povrchově aktivní látky oddělí ze vzorku pomocí iontoměničů. Na iontoměnič nenávané neionogenní povrchově aktivní látky se stanovují prostřednictvím indexu lomu sloupec iontoměniče opouštějícího roztoku.

Anionaktivní a kationaktivní povrchově aktivní látky je možno ve vodných roztocích detektovat ku příkladu titrací Hyaminem[®] 1622 (= N-benzyl-N,N-dimethyl-N-4(1.1.3.3.-tetramethyl-butyl)-fenoxy-ethoxyethylamoniumchloridem) a potenciometrickým stanovením koncového bodu titrace. Za tímto účelem se do vzorku přidává určité známé množství dodecylsulfátu sodného, provede se titrace Hyaminem a koncový bod titrace se stanoví pomocí iontové selektivní elektrody.

Alternativně k tomuto postupu je anionaktivní povrchově aktivní láky možno stanovovat rovněž titrací 1,3-didecyl-2-methylimidazoliumchloridem. Jako detektor se používá elektroda s iontově selektivní membránou. Potenciál elektrody závisí na koncentraci měřených iontů v roztoku.

Podle výsledku tohoto stanovení povrchově aktivních látek, spojeného s vynaložením lidské práce, doplňuje zařízení obsluhující personál provozní roztok některou nebo více doplňovací(mi) složkou(ami). Tento způsob tedy vyžaduje, aby se obslužný personál zdržoval na místě zařízení alespoň v časých okamžicích stanovování povrchově aktivních látek. Tento způsob je tedy co do počtu personálu velmi náročný, zejména při vícesměnném provozu. Dodatečné úsilí vyžaduje i dokumentování výsledků kvůli kontrole a zajištění kvality.

Naproti tomu si předložený vynález klade za úlohu automatizovat a dokumentovat kontrolu provozních roztoků stanovováním povrchově aktivních látek lázní takovým způsobem, aby alespoň výsledky stanovování povrchově aktivních látek byly ukládány na některém nosiči dat a/nebo aby byly vytištěny. S výhodou by se mělo použité měřicí zařízení samo kontrolovat a kalibrovat, při chybné funkci by mělo vyslat poplachové hlášení do některého vzdáleného místa. Dále by mělo s výhodou být možné kontrolovat funkční způsobilost měřicího zařízení a výsledky měření přímo z některého vzdáleného místa. Dále by mělo být možné z některého vzdáleného místa zasahovat do průběhu měření a do zásahů, týkajících se úpravy lázně. Snahou o dálkovou

kontrolu by se mělo dosáhnout snížení personálních výdajů na kontrolu a na řízení provozních roztoků.

Podstata vynálezu

Tato úloha se řeší způsobem automatické kontroly a řízení obsahu povrchově aktivních látek daného vodného provozního roztoku, přičemž se programově řízeným způsobem

- a) z vodného provozního roztoku odebere vzorek předem zadaného objemu,
- b) vzorek se na přání zbaví pevných látek,
- c) vzorek se na přání zředí v předem zadaném nebo jako výsledek předběžného stanovení zjištěném poměru vodou,
- d) obsah povrchově aktivních látek se stanoví selektivní adsorpcí, elektrochemicky, chromatograficky, rozštěpením na těkavé sloučeniny, vypuzením těkavých sloučenin stripováním a jejich detekcí nebo přidáním činidla, které změní interakci vzorku s elektromagnetickým zářením úměrně k obsahu povrchově aktivních látek a měřením změny této interakce,
- e) výsledek stanovení se uloží na některém nosiči dat a/nebo využije jako základ pro další výpočty a/nebo se výsledek stanovení a/nebo dalších výpočtů předá do vzdáleného místa.

Jako vodná provozní kapalina přichází přitom obzvláště v úvahu roztok některého čisticího prostředku pro tvrdé povrchy, zejména pro kovové povrchy nebo některý roztok pro fosfatování železa. Takové provozní roztoky jsou dle stavu techniky hojně známy a používají se v širším měřítku v kovozpracujícím průmyslu.

V dílčím kroku a) odebraný objem vzorku může být pevně naprogramován v řídicí části pro způsob měření alkality použitého měřicího zařízení. Přednost je dávana tomu, když je možno velikost objemu vzorku měnit z některého vzdáleného místa. Řídicí program může být dále navržen tak, že se objem vzorku, který má být použit, váže na výsledek předchozího měření. Objem vzorku je možno ku příkladu zvolit tím větší, čím menší je obsah povrchově aktivních látek provozního roztoku. Přesnost stanovení povrchově aktivních látek je možno tímto způsobem optimalizovat.

Je-li ve smyslu způsobu podle tohoto vynálezu řeč o „některém vzdáleném místě“, pak se tím rozumí místo, které se nenachází v bezprostředním nebo alespoň v optickém kontaktu

s provozním roztokem. „Vzdálené místo“ může ku příkladu představovat ústřední systém pro řízení procesů, který v rámci uceleného způsobu úpravy povrchů kovových částí jako dílčí úkol kontroluje a řídí některou čistící lázeň. „Vzdálené místo“ může představovat i ústřední velín, z něhož se kontroluje a řídí proces jako celek a který se ku příkladu nachází v jiné místnosti než provozní roztok. Jako „vzdálené místo“ přichází však rovněž v úvahu i některé místo mimo závod. Tím se stává možným to, aby provozní roztok kontrolovali a řídili odborníci, kteří se zdržují mimo závod, v němž se nachází provozní roztok. Tímto řešením se stává podstatně vzácnějším případ, kdy se speciálně školený personál zdržuje na místě provozního roztoku.

Vhodné datové spoje, pomocí nichž se dají přenášet výsledky stanovování povrchově aktivních látek, jakož i řídící příkazy, jsou v rámci současného stavu techniky k dispozici.

Mezi odběrem vzorku a vlastním měřením může být žádoucí, zbavit vzorek fakultativním dílčím krokem b) pevných látek. U provozního roztoku, který je pevnými látkami zatížen jen málo, není tento zákrok nutný. Při vysokém obsahu pevných látek se však mohou ucpávat ventily měřicího zařízení a čidla, jako kupříkladu elektrody, se mohou zanášet nečistotami. Odstranění pevných látek ze vzorku je tedy možno doporučit. K tomu může dojít automaticky filtrací nebo použitím cyklonu nebo odstředivky.

V dílčím kroku c) se vzorek může na přání zředit v předem zadaném nebo jako výsledek předchozího stanovení zjištěném poměru vodou. V dílčím kroku d) se pak stanovuje obsah povrchově aktivních látek rozdílnými metodami, které budou blíže vyloženy v následujícím textu.

Výsledek stanovování je možno poté v dílčím kroku e) uložit na některé, z nosičů dat. Dodatečně nebo alternativně k tomuto řešení je možno výsledek použít jako základ pro další výpočty. Výsledek stanovování nebo výsledek dalšího zpracování je možno přenášet na vzdálené místo a tam jej znovu uložit na některé, z nosičů dat a/nebo vyvolat jeho výstup. Pod pojmem „výstup výsledku stanovení“ se rozumí, že se výsledek buď předá dále do nadřazeného systému pro řízení procesů nebo se znázorní na obrazce v pro člověka srozumitelné formě nebo se vytiskne. Přitom místem zobrazení, popř. výstupu výsledku, může být shora definované „vzdálené místo“. Přednost je třeba dát tomu, když se výsledky jednotlivých stanovení ukládají alespoň po dobu předem určeného časového intervalu na některém z nosičů dat tak, aby je bylo možno následně použít ku příkladu pro potřeby zajišťování kvality. Výsledky stanovování povrchově aktivních

látek nemusí však být jako takové bezprostředně použity k výstupu dat nebo pro jejich ukládání na nosiče dat. Spíše je možno je využít i přímo jako základ pro další výpočty, přičemž se zobrazují nebo do paměti ukládají výsledky těchto dalších výpočtů. Místo v daném okamžiku aktuálních hodnot koncentrací povrchově aktivních látek je ku příkladu možno zobrazovat trendy koncentrace povrchově aktivních látek a/nebo jejich relativní změny nebo je možno aktuální hodnoty obsahu povrchově aktivních látek přeměnit na „% jmenovité hodnoty“.

V nejjednodušším případě pracuje způsob podle tohoto vynálezu tak, že se dílčí kroky a) až e) po předem zadaném časovém intervalu opakují. Předem zadaný časový interval se přitom řídí požadavky provozovatele provozního roztoku a může zahrnovat jakýkoliv libovolný časový interval od asi 5 minut až do několika dnů. Pro zajištění kvality je třeba dávat přednost tomu, aby zadávané časové intervaly ležely ku příkladu v rozmezí mezi 5 minutami a 2 hodinami. Tak je ku příkladu možno provádět měření každých 15 minut.

Způsob podle tohoto vynálezu je však možno provádět i tak, že se kroky a) až e) opakují po o tolik kratších časových intervalech, čím výrazněji se od sebe odlišují výsledky dvou po sobě následujících stanovení. Řídící systém pro způsob podle tohoto vynálezu může tedy sám rozhodnout, zda mají časové intervaly mezi jednotlivými stanovení být zkráceny nebo prodlouženy. Řídícímu systému je samozřejmě třeba zadat příkaz, při jakých rozdílech mezi výsledky dvou po sobě následujících stanovení mají být zvoleny ty které časové intervaly.

Způsob podle tohoto vynálezu je dále možno provádět tak, že se dílčí kroky a) až e) v každém libovolném časovém intervalu provedou na základě vnějšího požadavku. Tak je ku příkladu možno provádět okamžitou kontrolu obsahu povrchově aktivních látek provozního roztoku, když se v po sobě následujících krocích procesu zjistí problémy s kvalitou. K měření obsahu povrchově aktivních látek může tedy docházet řízením „podle času“ (v pevných časových intervalech) nebo řízením „podle událostí“ (při zjištěných změnách nebo v důsledku vnějších požadavků).

Přednostně se vynález podle tohoto vynálezu provádí tak, že se použité měřicí zařízení samo kontroluje a v případě potřeby dodatečně kalibruje. Za tímto účelem je možno pamatovat na to, že se po jistém předem zadaném časovém intervalu nebo po jistém předem zadaném počtu stanovení nebo na základě vnějšího požadavku pomocí kontrolních měření některého nebo více standardních roztoků zkontroluje funkční způsobilost použitého měřicího zařízení. Při této

kontrole se proměří standardní roztok se známým obsahem povrchově aktivních látek. Tato kontrola nejvíce odpovídá realitě tehdy, když se jako standardní roztok použije standardní provozní roztok, jehož složení se co možná nejvíce blíží roztoku, který má být kontrolován.

U způsobu podle tohoto vynálezu je možno pamatovat i na to, že se pomocí kontrolních měření některého nebo více standardních roztoků prověří funkční schopnost použitého měřicího zařízení, když se dvě po sobě následující měření liší o předem zadanou hodnotu. Tímto postupem je možno rozlišit, zda zjištěné odchylky v obsahu povrchově aktivních látek odpovídají skutečnosti a zda vyžadují zásah co do úpravy lázně anebo zda jsou důsledkem chyby v měřicím systému.

Podle výsledku kontroly použitého měřicího zařízení je možno mezi aktuálním a předchozím kontrolním měřením provedená stanovení obsahu povrchově aktivních látek označit tzv. stavovým identifikátorem, který označuje spolehlivost těchto stanovení. Pokud ku příkladu po sobě probíhající kontrolní měření, zaměřená na prověření měřicího zařízení, prokázala, že zařízení pracuje bezchybně, je možno stanovení obsahu povrchově aktivních látek opatřit stavovým identifikátorem „v pořádku“. Liší-li se výsledky kontrolních měření o předem zadaný minimální rozdíl, je možno v mezidobí provedená stanovení obsahu povrchově aktivních látek opatřit ku příkladu stavovým identifikátorem „pochybné“.

Dále je možno pamatovat i na to, že se podle výsledku kontroly použitého měřicího zařízení v automatickém stanovování obsahu povrchově aktivních látek pokračuje a/nebo se provede některá z nebo více následujících akcí: analýza zjištěných odchylek, korekce měřicího zařízení, ukončení stanovování obsahu povrchově aktivních látek, vyslání stavového identifikátoru nebo poplachového signálu směrem k nadřazenému systému pro řízení procesů nebo k monitorovacímu zařízení, tedy na některé vzdálené místo. Měřicí zařízení může tedy, pokud je to požadováno, podle předem zadaných kritérií samo rozhodnout, zda je natolik funkčně schopné, že je možno pokračovat v stanovování obsahu povrchově aktivních látek nebo zda jsou zjišťovány odchylky, které vyžadují ruční zásah.

Způsob může být přitom navržen tak, že se u povrchově aktivních látek, jejichž obsah má být v provozním roztoku stanovován, jedná o neionogenní povrchově aktivní látky. Při jejich stanovování je možno postupovat tak, že se v dílčím kroku d) přidá některé činidlo, které změní

interakci vzorku s elektromagnetickým zářením úměrně obsahu neionogenních povrchově aktivních látek, načež se změny této interakce změní.

Tak se ku příkladu může u takového činidla jednat o komplex dvou látek A a B, přičemž neionogenní povrchově aktivní látky vytlačují látku B z komplexu s látkou A a tím se mění barva nebo fluorescenční vlastnosti látky B. U látky B se ku příkladu může jednat o fluoreskující látku nebo o barvivo, který může vytvářet komplex ku příkladu s dextransy nebo škrobem jako příklady látky A. Jako složka komplexu musí mít látka B určité barvy nebo fluorescence se týkající vlastnosti. Je-li z komplexu vytlačována, pak se tyto vlastnosti mění. Měřením absorpce světla nebo fluorescenčního záření je pak možno detektovat, jaký podíl látky B se nenachází ve formě komplexu s látkou A. Přitom se látka A volí tak, aby se přidáním neionogenních povrchově aktivních látek látka B z komplexu vytlačovala a místo toho vznikl komplex s neionogenními povrchově aktivními látkami. V tom případě je množství z komplexu látkou A vytlačené látky B úměrné přidanému množství neionogenních povrchově aktivních látek. Ze změny absorpce světla nebo fluorescence, způsobené uvolněním množstvím látky B, je možno zpětně usuzovat na množství přidaných niotensidů.

Jako činidlo lze ku příkladu použít sůl kationaktivního barviva s tetrafenylboritanovými ionty. Neionogenní povrchově aktivní látky mohou barvivo z této soli vytlačovat poté, co se přídavkem iontů baria přeměnily na kationaktivní komplex s bariem. Tato metoda, převést neionogenní povrchově aktivní látky na kationicky nabitě komplexy a tím je zpřístupnit reakcím, které vykazují odezvu na kationty, se v literatuře označuje jako „aktivace“ neionogenních povrchově aktivních látek. Tato metoda je ku příkladu popsána v článku *Vytras K., Dvorakova V., Zeeman I.: (1989) Analyst 114, str. 1435 a další*. Množství z činidla uvolněného kationaktivního barviva je úměrné množství přítomných neionogenních povrchově aktivních látek. Mění-li se při tomto uvolňování absorpční spektrum barviva, je možno uvolněné množství barviva stanovit fotometrickým proměřením některého vhodného absorpčního pásu.

Tuto metodu stanovování je možno zjednodušit, když se jako činidlo použije vhodná sůl některého kationaktivního barviva, která je rozpustná pouze v některém organickém, s vodou nemísitelném rozpouštědle, zatímco uvolněné barvivo jako takové je ve vodě rozpustné a vede ke zbarvení vodné fáze. Vhodný je samozřejmě i obrácený postup: použije se ve vodě rozpustná sůl některého organického barviva, přičemž je uvolňované barvivo rozpustné jen v organické fázi. Uvolněním barviva výměnou za neionogenní povrchově aktivní látky a extrakcí uvolněného

barviva vždy do druhé fáze je možno barvivo v této fázi jednoduchým způsobem stanovit fotometricky.

Tento způsob stanovování se hodí i pro stanovování kationaktivních povrchově aktivních látek. Tyto látky jsou již samy osobě nabitý kladně, takže v předchozím textu popsaná „aktivace“ kationty barva odpadá.

U činidla se dále může jednat o sloučeninu, která s anionaktivními povrchově aktivními látkami sama tvoří komplex, který vykazuje jiné barevné nebo fluorescenční vlastnosti než volné činidlo. Tak může ku příkladu činidlo v optické oblasti být bezbarvé, zatímco jeho komplex s neionogenními povrchově aktivními látkami absorbuje v optické oblasti elektromagnetické oscilace, takže vykazuje jistou barvu. Nebo se maximum absorpce světla, tedy barva, nevázaného činidla liší od barvy komplexu s neionogenními povrchově aktivními látkami. Činidlo však může vykazovat i určité fluorescenční vlastnosti, které se při tvorbě komplexu s neionogenními povrchově aktivními látkami mění. Tak může ku příkladu volné činidlo fluoreskovat, zatím co tvorba komplexu s neionogenními povrchově aktivními látkami fluorescenci „zháší“. Ve všech případech je možno měřením absorpce světla při délce vlny, kterou třeba předem zadat, nebo měřením fluorescenčního záření stanovit koncentraci komplexu tvořeného činidlem a neionogenními povrchově aktivními látkami a tím i koncentraci neionogenních povrchově aktivních látek samotných.

V dílčím kroku d) se s výhodou přidává činidlo, které s neionogenními povrchově aktivními látkami tvoří komplex, který je možno extrahovat do organického rozpouštědla, které není v libovolném poměru mísitelné s vodou. Poté se provede extrakce komplexu z neionogenních povrchově aktivních látek a z přidaného činidla do organického rozpouštědla, které není v libovolném poměru mísitelné s vodou. K tomu může docházet intenzivním smísením obou fází, ku příkladu třepáním nebo s výhodou mechanickým mícháním. Po tomto extrakčním kroku se kontakt obou fází ukončí, takže dojde k rozdělení fází na vodnou a organickou fázi. Na přání je možno úplnost rozdělení fází zkontrolovat vhodnými metodami, jako ku příkladu určením elektrické vodivosti nebo měřením zákalu, způsobeného absorpcí nebo rozptylem světla.

Poté následuje vlastní měření obsahu povrchově aktivních látek. Za tímto účelem se organická fáze, která obsahuje komplex z neionogenních povrchově aktivních látek a z přidaného činidla, vystaví elektromagnetickému záření, které může vstupovat do interakce s v organické fázi

rozpuštěným komplexem. Jako elektromagnetické záření je ku příkladu možno použít viditelné nebo ultrafialové záření, jejichž absorpce komplexem z neionogenních povrchově aktivních látek a z přidaného činidla se změní. Představit si lze však ku příkladu i to, že se použije činidlo, jehož komplex s neionogenními povrchově aktivními látkami poskytuje při měřeních jaderné resonance nebo elektronové spinové resonance charakteristický signál. Sílu signálu, vyjádřenou jako zeslabení elektromagnetických oscilací v daném frekvenčním pásmu (absorpce), je možno korelovat s koncentrací komplexu. Místo absorpčních efektů je možno ke stanovování koncentrací použít i efekty emisní. Ku příkladu je možno vybrat činidlo, jehož komplex s neionogenními povrchově aktivními látkami v organickém rozpouštědle absorbuje elektromagnetické záření určité vlnové délky a místo toho emituje elektromagnetické záření větší vlnové délky, jehož intenzita se změní. Příkladem takové postupu je měření fluorescenčního záření při ozařování vzorku viditelným nebo ultrafialovým světlem-

V zásadě může k měření interakce organické fáze s elektromagnetickým zářením dojít bezprostředně po ukončení oddělování fází v téže nádobě, ve které bylo oddělování fází provedeno. Podle měřicí metody, použité ke stanovování interakce organické fáze s elektromagnetickým zářením, je však třeba dát přednost tomu, organickou fázi nebo její část odčerpat a vhodným potrubím ji převést do vlastního měřicího zařízení. Tímto postupem je pak možno s výhodou použít kyvety, které jsou pro měření nejvhodnější. V tomto smyslu spočívá upřednostňovaná forma provedení v tom, že se po dílčím kroku f) (v dosavadním textu nezmíněn!!!) organická fáze oddělí od fáze vodné a převede se do měřicího zařízení. U tohoto oddělování organické fáze lze zvláště doporučit, když organickým rozpouštědlem, které není v libovolném poměru mísitelné s vodou, je některé halogen obsahující rozpouštědlo s měrnou hmotností vyšší než voda. Po provedeném oddělení fází se pak organická fáze nachází ve spodní části nádoby a je možno ji odčerpat směrem dolů.

Jako halogen obsahující rozpouštědla přicházejí ku příkladu v úvahu dichlormethan nebo výše vroucí halogenované uhlovodíky, zejména fluor a chlor obsahující uhlovodíky, jako ku příkladu trifluortrichlorethan. Tato rozpouštědla je nutno po použití likvidovat podle v místě platných právních předpisů. Jelikož tato operace může být nákladná, nabízí se možnost použité rozpouštědlo regenerovat, ku příkladu smíšením s aktivním uhlím a/nebo destilací a použít je znovu při provádění této měřicí metody.

V jedné z upřednostňovaných formě provedení vynálezu se jako činidlo přidává prostředek, který v organické fázi vstupuje s neionogenní povrchově aktivní látkou do barevné reakce. Jako interakci organické fáze s elektromagnetickým zářením je poté možno měřit absorpci světla při předem zadané vlnové délce. K tomu se hodí běžný fotometr. Jako barevné činidlo je ku příkladu možno použít ethylester tetrabromfenolftaleinu. V tomto případě je nutné do vzorku provozního roztoku přidat tlumivý roztok pro hodnotu pH okolo 7. Takovým tlumivým systémem může kupříkladu být vodný roztok kyselých a středních fosforečnanů. Přitom se s výhodou postupuje tak, aby množství tlumivého roztoku bylo podstatně větší než množství vzorku povrchově aktivní látky obsahujícího provozního roztoku.

Při použití ethylesteru tetrabromfenolftaleinu jako barevného činidla se měření absorpce světla v dílčím kroku g) s výhodou provádí při vlnové délce 610 nm.

V upřednostňované formě provedení je možno stanovování obsahu neionogenních povrchově aktivních látek za použití ethylesteru 3,3,5,5-tetrabromfenolftaleinu jako barevného činidla provádět následujícím způsobem:

Připraví se roztok indikátoru, který obsahuje 100 mg ethylesteru 3,3,5,5-tetrabromfenolftaleinu ve 100 ml ethanolu. Dále se připraví tlumivý roztok tím, že se 200 ml běžně prodáváného tlumivého roztoku pro hodnotu pH = 7 (kyselý fosforečnan draselný/střední fosforečnan sodný) a 500 ml třímolárního roztoku chloridu draselného smíchá s 1 000 ml vody.

K provedení stanovení se do vhodné nádoby předloží 18 ml uvedeného tlumivého roztoku. Přidají se 2 ml indikátoru. Přidá se 50 μ l vzorku roztoku. Spojené roztoky se promíchávají po dobu asi 3 minut a do směsi se poté přidá 20 ml dichlormethanu. Pak se obsah nádoby intenzivně promíchává přibližně další 1 minutu. Poté se vyčká, až dojde k oddělení fází, což si může vyžádat ku příkladu 20 minut. Poté se organická fáze oddělí a proměří na fotometru při vlnové délce 610 nm. Jako kyveta se pro analýzu hodí ku příkladu kyveta o tloušťce 10 mm. Obsah povrchově aktivních látek se určí pomocí kalibrační křivky.

Je-li obsah povrchově aktivních látek tak nepatrný, že se stanovování stává nejistým, je možno objem pro měření použitého vzorku zvýšit. Je-li obsah povrchově aktivní látky tak vysoký, že dojde k absorpci světla větší než 0,9, lze doporučit vzorek před měřením zředit.

Nezávisle na zvolené metodě je nutno předchozí kalibrací za použití roztoků povrchově aktivních látek o známé koncentraci vypracovat a do paměti uložit korelaci mezi intenzitou měřeného signálu a koncentrací neionogenních povrchově aktivních látek. Při měření absorpce světla je možno kalibraci provést rovněž pomocí vhodných barevných skel. Alternativně k předcházející kalibraci je možno po přidavku komplexu „povrchově aktivní látka/čínidlo“ o známé koncentraci nebo po několikanásobném zvýšení jeho koncentrace a opětovném změření interakce s elektromagnetickým zářením zpětně usuzovat na obsah povrchově aktivních látek ve vzorku.

Jako alternativu ke stanovování interakce některého, na neionogenní povrchově aktivní látku se vázajícího čínidla nebo některého neionogenní povrchově aktivní látkou z komplexu vytlačeného čínidla s elektromagnetickým zářením je možno obsah neionogenních povrchově aktivních látek stanovovat chromatograficky. Při použití této metody se ze vzorku s výhodou nejdříve odstraní případně přítomné oleje a tuky. To je ku příkladu možno provést pomocí absorpčního prostředku. Poté se vzorek, který může případně obsahovat ionogenní povrchově aktivní látky, nanese na sloupec anionaktivních a/nebo kationaktivních iontoměničů, který je s výhodou uspořádán po způsobu sloupce pro vysokotlakou kapalinovou chromatografii. Koncentrace neionogenních povrchově aktivních látek v roztoku, který byl zbaven ionogenních povrchově aktivních látek a který opouští sloupec s iontoměničem, se s výhodou stanovuje pomocí indexu lomu. Kvantitativní vyhodnocení se přitom s výhodou provádí metodou vnějšího standardu. K měření dochází srovnáním čistého rozpouštědla z referenční cely a rozpouštědla s látkou, která má být analyzována, z měřicí cely detektoru. Jako rozpouštědlo přichází v úvahu voda nebo směs voda/methanol.

Před zahájením série měření je nutno iontoměničový systém typu HPLC kalibrovat a referenční celu detektoru po dobu 20 minut proplachovat rozpouštědlem. Ke kalibraci se používají různé koncentrované roztoky neionogenních povrchově aktivních látek, které mají být stanovovány. Kalibrační roztoky a roztoky vzorků je nutno před nastříknutím do HPLC podobného systému po dobu 5 minut odplyňovat ku příkladu v ultrazvukové lázni. Definované odplyňování je důležité kvůli citlivosti detekce indexu lomu na lišící se kvality rozpouštědel.

Smíchá-li se vzorek roztoku před jeho nanesením na sloupec iontoměniče, typově podobný HPLC, s methanolem, mohou z něj vypadnout nerozpustné soli. Ty je nutno před nanesením vzorku do systému, typově podobnému HPLC, odfiltrovat vhodným mikrofiltrem.

Tato metoda je známa pro off-line (nespřažené) stanovování nesulfitovaných podílů v organických sulfátech nebo sulfonátech (DIN EN 8799).

Pro stanovení neionogenních povrchově aktivních látek se dále hodí i následující metoda:

Neionogenní povrchově aktivní látky se rozštěpí halogenovodíkem, s výhodou jodovodíkem, za vzniku těkavých alkylhalogenidů, s výhodou alkyljodidů. Zaváděním proudu plynu do vzorku se vypudí těkavé alkylhalogenidy a ty se detekují vhodným detektorem. Vhodný pro tuto detekci je tzv. „Electron Capture Detector“. Tento postup je znám jako metoda charakterizace ethoxylátů mastných kyselin (DGF Einheitsmethode H-III 17 (1994)).

U povrchově aktivních látek se může jednat i o anionaktivní povrchově aktivní látky. Jejich obsah ve vzorku roztoku se určuje během dílčího kroku d) s výhodou elektrochemicky. Za tímto účelem se anionaktivní povrchově aktivní látky titrují vhodnými činidly, přičemž se titrace sleduje změnami elektrického potenciálu některé vhodné měřící elektrody.

Přitom je možno ku příkladu postupovat tak, že se hodnota pH vzorku upraví na hodnotu mezi 3 a 4, s výhodou na asi 3,5, vzorek se titruje některým titračním činidlem v přítomnosti na ionty citlivé membránové elektrody a měří se změna elektrodového potenciálu. Citlivost této metody je možno zvýšit tím, že se do vzorku přidá některý z alkoholů s 1 až 3 atomy C, s výhodou methanol. Jako titrační činidlo se hodí zejména 1,3-didecyl-2-methylimidazoliumchlorid. Jako měrná elektroda slouží některá na ionty citlivá membránová elektroda, s výhodou s membránou z PVC. Taková elektroda je známa jako „High Sense Electrode“. Jako referenční elektroda se s výhodou používá elektroda stříbrná. K vytvoření potenciálu dochází pokud možno specifickou interakcí mezi v PVC-elektrodě obsaženým nosičem iontů a ionty, které mají být stanovovány v proměřovaném roztoku. Tato interakce vede formou rovnovážné reakce k transportu měřených iontů z proměřovaného roztoku do membrány a tím k vytvoření jistého rozdílu elektrického potenciálu na fázovém rozhraní „proměřovaný roztok/membrána“. Tento rozdíl potenciálů je možno potenciometricky (bezproudově) měřit proti některé referenční elektrodě. Velikost transportu iontů z proměřovaného roztoku do membrány je koncentračně závislá. Vztah mezi koncentrací iontů, které mají být měřeny a elektrickým potenciálem je teoreticky možno popsat

Nernstovou rovnicí. Kvůli možným rušivým vlivům je však třeba dát přednost tomu, zjistit vztah mezi elektrodovým potenciálem a koncentrací iontů, které mají být měřeny, kalibrací pomocí srovnávacích roztoků.

Vedle anionaktivních povrchově aktivních látek je možno v provozním roztoku, který má být kontrolován, stanovovat i kationaktivní povrchově aktivní látky. Za tímto účelem je možno použít metodu, která se hodí i k stanovování anionaktivních povrchově aktivních látek. I u této metody probíhá stanovování elektrochemicky. Do vzorku se přidá předem určené množství dodecylsulfátu sodného, vzorek se titruje Hyaminem (N-benzyl-N,N-dimethyl-N-4(1.1.3.3.-tetramethyl-butyl)-fenoxyethoxyethylamoniumchloridem) a koncový bod titrace se určí pomocí na ionogenní povrchově aktivní látky citlivé elektrody.

Vedle shora uvedených metod jsou ke stanovování povrchově aktivních látek vhodné postupy, při kterých se povrchově aktivní látky absorbují -na vhodných površích a měří se efekty, ze kterých je možno zpětně usuzovat na obsazení povrchů povrchově aktivními látkami. Jelikož je možno obsazení povrchu povrchově aktivními látkami pod stavem nasycení považovat za úměrné obsahu povrchu aktivních látek, je po vhodné kalibraci možno ze změn vlastností povrchů, obsazených povrchově aktivními látkami, zpětně usuzovat na obsah povrchově aktivních látek ve vzorku roztoku.

Tak je ku příkladu možno povrchově aktivní látky absorbovat na povrchu kmitajícího křemenného krystalu a měřit změny frekvence kmitání krystalu. Další způsob spočívá v tom, že se povrchově aktivní látky absorbují na případně vhodně upraveném povrchu světlovodu. To vede ke změně indexu lomu při přechodu světla ze světlovodu do okolního média, který se projeví ve schopnosti světlovodu vést světlo. Podle indexu lomu se světlo ve světlovodu rozdílně silně zeslabuje nebo při ztrátě úplného odrazu na konec světlovodu již vůbec nedorazí. Srovnáním na konci světlovodu vystupující intenzity světla s na začátku světlovodu přiváděnou intenzitou je možno stanovit stupeň obsazení povrchu světlovodu povrchově aktivními látkami a tím i obsah povrchově aktivních látek v okolním médiu. Ke zhroucení úplného odrazu dojde při určité prahové hodnotě obsahu povrchově aktivních látek, kterou je rovněž možno použít k charakterizaci obsahu povrchově aktivních látek provozního roztoku.

Způsob podle tohoto vynález je možno použít na libovolné provozní roztoky. Zejména koncipován je pro provozní roztoky v kovozpracujícím průmyslu, jako ku příkladu při výrobě

automobilů. Vodným provozním roztokem může ku příkladu být roztok některého čistícího prostředku. Takové roztoky čistících prostředků se používají ku příkladu k čištění karoserií automobilů před fosfatováním. Při kontrole a řízení takových roztoků čistících prostředků je možno pamatovat na to, že se při poklesu obsahu povrchově aktivních látek pod předem zadanou minimální hodnotu nebo na vnější požadavek aktivuje některé zařízení, které nadávkuje do roztoku čistícího prostředku některou z nebo více doplňovacích složek. Jako doplňovací složka přichází ku příkladu v úvahu doplňovací roztok, který ve správných množstevních poměrech obsahuje všechny účinné složky čistícího roztoku. Doplňovací roztok může vedle kontrolovaných povrchově aktivních látek obsahovat další účinné složky čistícího roztoku, jako ku příkladu další povrchově aktivní látky, builderové látky, alkálie, komplexotvorné sloučeniny a inhibitory koroze. Alternativně k tomu může doplňovací roztok obsahovat pouze povrchově aktivní látky, zatímco jiné účinné složky čistícího roztoku se v případě potřeby nadávkují později na základě oddělených předpisů, a to zadáváním taktů nebo řízením prosazení.

Přitom je možno měnit velikost přidávané dávky jako takovou nebo při předem pevně zadaných přidávaných dávkách měnit časové intervaly mezi jednotlivými přídávky. To je ku příkladu možno provádět pomocí dávkovacích čerpadel nebo též řízením hmotnosti. Při způsobu podle tohoto vynálezu se tedy na jedné straně počítá s tím, že se při určitých odchylkách od jmenovité hodnoty (zejména tehdy, když byla kontrolními měřeními ověřena funkční způsobilost měřícího zařízení) do provozního roztoku dodatečně nadávkuje určité množství doplňovací složky. Na druhé straně je však rovněž možno toto dodatečné nadávkování provést na základě vnějšího požadavku, ku příkladu ze vzdáleného místa, nezávisle na aktuálním obsahu povrchově aktivních látek.

V jedné další formě provedení vynálezu se provozní roztok doplňuje v závislosti na prosazení předem zadaným množstvím doplňovací složky na jednotku výkonu. Tak je ku příkladu možné u některého roztoku pro čištění karoserií stanovit, jaké množství doplňovací složky se přidá na každou očištěnou karoserii. Podle tohoto vynálezu prováděná kontrola obsahu povrchově aktivních látek, případně přerušení základního dávkování, slouží pak k tomu, aby bylo možno úspěch předem zadaného přidavku kontrolovat a dokumentovat, jakož i dodatečným, na výsledku závislým jemným dávkováním dosáhnout konstantnějšího způsobu provozu čistící lázně. Tímto způsobem lze zmenšit kolísání kvality.

S výhodou je měřicí systém, používaný v rámci tohoto vynálezu, navržen tak, že automaticky kontroluje stavy plnění a/nebo spotřebu používaných činidel (barevná a fluorescenční činidla, titrační roztoky, standardní a testovací roztoky, rozpouštědla, tlumivé roztoky, popř. pomocné roztoky) a při poklesu pod zadaný minimální stav plnění vyše varovné hlášení. Tímto způsobem je možno zabránit tomu, aby se měřicí zařízení stalo funkčně nezpůsobilým proto, že v něm chybí potřebné chemikálie. Sledování stavů plnění může probíhat známými metodami. Nádoby s chemikáliemi mohou ku příkladu stát na vahách, které v každém okamžiku registrují hmotnost chemikálií. Nebo je možno použít plovák. Alternativně je možno minimální stav plnění kontrolovat vodivostní elektrodou, ponořenou do nádoby s chemikálií. Varovné hlášení, které má být vysláno z měřicího zařízení, se s výhodou přenáší do vzdáleného místa, takže je odtud možno iniciovat odpovídající zásahy. Obecně se u způsobu podle tohoto vynálezu počítá s tím, že se výsledky stanovování a/nebo kontrolních měření a/nebo kalibrací a/nebo stavové identifikátory na vzdálené místo přenášejí kontinuálně nebo v předem zadaných časových intervalech a/nebo na požádání. Tímto způsobem je kontrolní personál, který se nemusí zdržovat v místě provozního roztoku, průběžně informována o aktuálním obsahu povrchově aktivních látek. Podle výsledků stanovení a kontrolních měření je možno automaticky přes systém pro řízení procesů nebo ručními zásahy provádět potřebné korekční zásahy.

Způsob podle tohoto vynálezu samozřejmě předpokládá, že odpovídající zařízení je již k dispozici. Zařízení obsahuje řídicí jednotku, s výhodou řízení počítačem, která v závislosti na čase a/nebo na probíhajících událostech řídí průběh měření. Zařízení musí mít dále k dispozici potřebné nádoby na činidla, potrubí, ventily, dávkovací a měřicí zařízení apod. k řízení a měření proudů vzorků. Materiály by měly být přizpůsobeny účelu použití, měly by ku příkladu být užity ušlechtilé oceli a/nebo plastické hmoty. Řídicí elektronika měřicího zařízení by měla mít k dispozici odpovídající vstupní/výstupní rozhraní, aby byla možná komunikace s některým ze vzdálených míst.

Způsob podle tohoto vynálezu umožňuje na jedné straně kontrolovat obsah povrchově aktivních látek provozních roztoků přímo na místě a bez ručního zásahu iniciovat předem zadané korekční zásahy. Tím se zvyšuje bezpečnost procesu a dosahuje se trvale spolehlivého výsledku čištění. Dostatečně brzo je možno rozpoznat odchylky od jmenovitých hodnot a je možno tyto odchylky automaticky nebo ručně korigovat ještě před tím, než se výsledek procesu zhorší. Na druhé straně se naměřená data s výhodou přenášejí na některé ze vzdálených míst, takže obsluhu a dozor provádějící personál je o stavu provozního roztoku průběžně informován i tehdy, když se

nenachází v jeho bezprostřední blízkosti. Potřebu personálu pro kontrolu a řízení čisticí lázně je možno tímto způsobem podstatně snížit. Dokumentováním dat, získaných způsobem podle tohoto vynálezu, je činěno zadost požadavkům moderního zajištění kvality. Spotřebu chemikálií je možno dokumentovat a optimalizovat

Zastupuje:

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob automatické kontroly a řízení obsahu povrchově aktivních látek ve vodném čisticím roztoku, přičemž se programově řízeným způsobem
 - a) z vodného provozního roztoku odebere vzorek předem zadaného objemu,
 - b) vzorek se na práni zbaví pevných látek,
 - c) vzorek se na práni zředí v předem zadaném nebo jako výsledek předběžného stanovení zjištěném poměru vodou,
 - d) obsah povrchově aktivních látek se stanoví selektivní adsorpcí, elektrochemicky, chromatograficky, rozštěpením na těkavé sloučeniny, vypuzením těchto těkavých sloučenin stripováním a jejich detekcí nebo přidáním některého činidla, které změní interakce vzorku s elektromagnetickým zářením úměrně k obsahu povrchově aktivních látek a měřením změny této interakce,
 - e) výsledek stanovení se uloží na některém nosiči dat /nebo využije jako základ pro další výpočty a/nebo se výsledek stanovení a/nebo dalších výpočtů předá do vzdáleného místa, které se nenachází v optickém kontaktu s roztokem čisticího prostředku a při poklesu obsahu neionogenních, anionaktivních nebo kationaktivních látek pod předem zadanou minimální hodnotu se aktivuje některé zařízení, která do roztoku nadávkuje některou z nebo více doplňovacích složek.
2. Způsob podle nároku 1, v y z n a č u j í c í se tím, že se dílčí kroky a) až e) po předem zadaném časovém intervalu opakují.
3. Způsob podle nároku 1, v y z n a č u j í c í se tím, že se dílčí kroky a) až e) opakují po o tolik kratších časových intervalech, čím významněji se od sebe odlišují výsledky dvou po sobě následujících stanovení.
4. Způsob podle nároku 1, v y z n a č u j í c í se tím, že se dílčí kroky a) až e) provedou na základě vnějšího požadavku.
5. Způsob podle některého z nebo více nároků 1 až 4, v y z n a č u j í c í se tím, že se po jistém předem zadaném časovém intervalu nebo po jistém předem zadaném počtu stanovení nebo

na základě vnějšího požadavku kontrolními měřeními některého nebo více standardních roztoků kontroluje funkční způsobilost použitého měřicího zařízení.

6. Způsob podle některého z nebo více nároků 1 až 4, v y z n a č u j í c í se tím, že se pomocí kontrolních měření některého nebo více standardního(ch) roztoku(ů) kontroluje funkční způsobilost použitého měřicího zařízení, když se dvě po sobě následující měření liší o předem zadanou hodnotu.
7. Způsob podle některého z nebo obou nároků 5 a 6, v y z n a č u j í c í se tím, že se podle výsledku kontroly použitého měřicího zařízení mezi aktuálním a předchozím kontrolním měřením provedená stanovení obsahu povrchově aktivních látek označí tzv. stavovým identifikátorem, který označuje spolehlivost těchto stanovení obsahu povrchově aktivních látek.
8. Způsob podle některého z nebo obou nároků 5 a 6, v y z n a č u j í c í se tím, že se podle výsledku kontroly použitého měřicího zařízení v automatickém stanovování obsahu povrchově aktivních látek pokračuje a/nebo se provede některá z nebo více následujících akcí: analýza zjištěných odchylek, korekce měřicího zařízení, ukončení stanovování obsahu povrchově aktivních látek, vyslání stavového identifikátoru nebo poplachového signálu směrem k nadřazenému systému pro řízení procesů nebo k monitorovacímu zařízení.
9. Způsob podle některého z nebo více nároků 1 až 8, v y z n a č u j í c í se tím, že se v případě povrchově aktivních látek jedná o neionogenní povrchově aktivní látky.
10. Způsob podle nároku 9 v y z n a č u j í c í se tím, že se v dílčím kroku d) přidá činidlo, které změní interakci vzorku s elektromagnetickým zářením úměrně k obsahu povrchově aktivních látek a změna této interakce se měří.
11. Způsob podle nároku 10, v y z n a č u j í c í se tím, že se v případě činidla jedná o komplex dvou sloučenin A a B, přičemž neionogenní povrchově aktivní látky vytlačují sloučeninu B z komplexu s látkou A a tím se mění barva nebo fluorescenční vlastnosti sloučeniny B.

12. Způsob podle nároku 10, v y z n a č u j í c í se tím, že se v případě činidla jedná o sloučeninu, která s anionaktivními povrchově aktivními látkami tvoří komplex, který vykazuje jiné barevné nebo fluorescenční vlastnosti než volná sloučeniny.
13. Způsob podle nároku 12, v y z n a č u j í c í se tím, že se v dílčím kroku d) přidá činidlo, které s neionogenními povrchově aktivními látkami tvoří do některého s vodou v libovolném poměru nemísitelného organického rozpouštědla extrahovatelný komplex, po přidání činidla se vzorek extrahuje organickým rozpouštědlem, provede se rozdělení fází na vodnou a organickou fázi a měří se interakce organické fáze s elektromagnetickým zářením.
14. Způsob podle nároku 13, v y z n a č u j í c í se tím, že se po rozdělení fází organická fáze od vodné fáze oddělí.
15. Způsob podle jednoho z nebo obou nároků 13 a 14, v y z n a č u j í c í se tím, že se jako v libovolném poměru s vodou nemísitelné organické rozpouštědlo použije některé halogen obsahující rozpouštědlo s měrnou hmotností vyšší než voda.
16. Způsob podle některého z nebo více nároků 13 až 15, v y z n a č u j í c í se tím, že se jako činidlo přidá sloučenina, která v organické fázi vstupuje s neionogenní povrchově aktivní látkou do barevné reakce a že se jako interakce organické fáze s elektromagnetickým zářením měří absorpce světla při předem zadané vlnové délce.
17. Způsob podle nároku 16, v y z n a č u j í c í se tím, že se jako činidlo použije ethylester tetrabromfenolftaleinu a vodný čistící roztok se smísí s některým tlumivým roztokem pro oblast $\text{pH} = 7$.
18. Způsob podle nároku 17, v y z n a č u j í c í se tím, že se měření absorpce světla v dílčím kroku g) provádí při vlnové délce 610 nm.
19. Způsob podle nároku 9, v y z n a č u j í c í se tím, že se obsah neionogenních povrchově aktivních látek stanovuje chromatograficky.
20. Způsob podle nároku 19, v y z n a č u j í c í se tím, že se ze vzorku na přání odstraní oleje a tuky pomocí absorpčního prostředku, případně přítomné ionogenní povrchově aktivní látky

se odstraní pomocí sloupce anionaktivních a/nebo kationaktivních iontoměníčů a měří se změna indexu lomu roztoku, který byl zbaven ionogenních povrchově aktivních látek a který opouští sloupec iontoměníče.

21. Způsob podle nároku 9, v y z n a č u j í c í se tím, že se neionogenní povrchově aktivní látky rozštěpí halogenovodíkem za vzniku těkavých alkylhalogenidů, těkavé alkylhalogenidy se odstraní stripováním a ty se pak detekují.
22. Způsob podle jednoho z nebo více nároků 1 až 8, v y z n a č u j í c í se tím, že se v případě povrchově aktivních látek jedná o anionaktivní povrchově aktivní látky, jejichž obsah se v dílčím kroku d) stanovuje elektrochemicky.
23. Způsob podle nároku 22, v y z n a č u j í c í se tím, že se hodnota pH vzorku upraví na hodnotu mezi 3 a 4, s výhodou na asi 3,5, vzorek se titruje některým titračním činidlem v přítomnosti na ionty citlivé membránové elektrody a měří se změna elektrodového potenciálu.
24. Způsob podle nároku 23, v y z n a č u j í c í se tím, že se do vzorku přidá některý z alkoholů s 1 až 3 atomy C.
25. Způsob podle jednoho z nebo obou nároků 23 a 24, v y z n a č u j í c í se tím, že se jako titrační činidlo použije 1,3-didecyl-2-methyimidazoliumchlorid.
26. Způsob podle jednoho z nebo více nároků 1 až 8, v y z n a č u j í c í se tím, že se v případě povrchově aktivních látek jedná o kationaktivní povrchově aktivní látky, jejichž obsah se v dílčím kroku d) stanovuje elektrochemicky.
27. Způsob podle nároku 22 nebo nároku 26, v y z n a č u j í c í se tím, že se do vzorku přidá určité známé množství dodecylsulfátu sodného, vzorek se titruje Hyaminem (N-benzyl-N,N-dimethyl-N-4(1.1.3.3.-tetramethyl-butyl)fenoxyethoxyethylamoniumchloridem) a koncový bod titrace se stanoví pomocí iontově selektivní elektrody.

28. Způsob podle jednoho z nebo více nároků 1 až 8, v y z n a č u j í c í se tím, že se povrchově aktivní látky adsorbují na povrchu kmitajícího křemene a měří se změny frekvence kmitání krystalu.
29. Způsob podle jednoho z nebo více nároků 1 až 8, v y z n a č u j í c í se tím, že se povrchově aktivní látky selektivně adsorbují na povrchu světlovodu a detektuje se změna lomu světla na povrchu světlovodu.
30. Způsob podle jednoho z nebo více nároků 1 až 29, v y z n a č u j í c í se tím, že se automaticky kontrolují stavy plnění a/nebo spotřeba používaných činidel a při poklesu pod zadaný minimální stav plnění se vyše varovné hlášení.
31. Způsob podle jednoho z nebo více nároků 1 až 30, v y z n a č u j í c í se tím, že se výsledky stanovení a/nebo kontrolních měření a/nebo kalibrací a/nebo stavové identifikátory přenášejí kontinuálně nebo v předem zadaných časových intervalech a/nebo na požadavek na místo, lišící se od místa stanovování.

Zastupuje: