

71.096/DO

KIVONAT

Eljárás folyamatban használt vizes oldatok tenzidtartalmának
automatikus ellenőrzésére és vezérlésére

A találmány tárgya eljárás folyamatban használt vizes oldatok tenzidtartalmának automatikus ellenőrzésére és vezérlésére. Az eljárás során programvezérelten a) a folyamatban használt vizes oldatból előre adott térfogatú mintát veszünk; b) kívánat esetén a mintából eltávolítjuk a szilárd anyagokat; c) kívánat esetén a mintát előre adott vagy egy előzetes meghatározás eredményeként megállapított arányban vízzel hígítjuk; d) a tenzidtartalmat szelektív adszorpció útján, elektrokémiailag, kromatográfiával, illó vegyületekké való hasítás, ezeknek az illó vegyületeknek a kigőzölése (sztrippelés) és észlelése útján, vagy a minta kölcsönhatását elektromágneses sugárzással a tenzidtartalommal arányosan változtató reagens hozzáadása és ezen kölcsönhatás változásának mérése útján meghatározzuk; e) a meghatározás eredményét egy adathordozón tároljuk és/vagy további számításokhoz alapként használjuk és/vagy a meghatározás vagy a további számítások eredményét egy távoli helyre átvisszük.

A távoli helyről be lehet avatkozni a meghatározások lefolyásába is. Fürdőkarbantartási lépéseket előre adott kritériumok szerint, automatikusan vagy egy távoli helyről származó igény alapján lehet beindítani. Az eljárás csökkenti a fürdő ellenőrzéséhez és karbantartásához szükséges emberi ráfordítást, és fokozza az eljárás biztonságát.

71.096/SZE

Eljárás folyamatban használt vizes oldatok tenzidtartalmának
automatikus ellenőrzésére és vezérlésére

A találmány tárgya eljárás folyamatban használt, nem ionos, anionos és/vagy kationos tenzideket [felületaktív anyagokat] tartalmazó vizes oldatok automatikus ellenőrzésére és vezérlésére. A folyamatban használt ilyen oldatok például a textíliák nagyüzemi mosásához használt mosólúgok, a kemény felületekhez használt tisztító fürdők, valamint a tenzidtartalmú vasfoszfátoló oldatok. Az eljárást elsősorban a fémfeldolgozó iparban, például a gépkocsigyártásban a folyamatban használt technikai oldatokhoz dolgoztuk ki. Az eljárás lehetővé teszi a folyamatban használt oldat „tenzidtartalom” paraméterrel jellemzett működőképességének automatikus ellenőrzését, szükség esetén a folyamatban használt oldat automatikus vagy külső igény alapján történő kiegészítését vagy egyéb fürdőkezelési lépések megindítását. Az eljárás fontos sajátossága, hogy a tenzidmeghatározások eredményeit a folyamatban használt oldattól távoli helyre át lehet vinni. Ezen kívül a folyamatban használt oldattól távoli helyről a mérés automatikus lefolyásába be lehet avatkozni, vagy az utánadagolást vagy egyéb fürdőkezelési lépéseket meg lehet indítani. A „folyamatban használt oldattól távoli hely” lehet például egy fölérendelt folyamatirányító rendszerben, vagy annak



az üzemnek az irányító központjában, amelyben a folyamatban használt oldat van, vagy lehet az üzemen kívül lévő helyen is.

A fémfeldolgozó iparban szokványos feladat a fém alkatrészek továbbfeldolgozás előtti tisztítása. A fém alkatrészeket szennyezhetik például pigmentszenny, por, fémpor, korrózióvédő olajok, hűtő-kenő anyagok vagy a képlékeny alakításhoz használt segédanyagok. A továbbfeldolgozás, így különösen korrózióvédő kezelések (például foszfátózás, kromatózás, anódos oxidálás, reakció komplex fluoridokkal stb.) előtt vagy lakkozás előtt ezeket a szennyezéseket alkalmas tisztító oldattal el kell távolítani. Erre célra szóró, bemerítő vagy kombinált eljárásokat alkalmaznak. Ha a tisztításra olyan tenzidtartalmú vizes oldatokat alkalmaznak, amelyek járulékosan foszforsavat tartalmaznak, akkor a tisztítás mellett egyidejűleg úgynevezett „réteget nem képező” foszfátózást is végeznek. A tisztított fém alkatrészeket ekkor egyidejűleg bevonják egy korrózióvédő amorf foszfát- és/vagy oxidréteggel. Az ilyen eljárások, mint kombinált tisztítási és korrózióvédelmi eljárások, széleskörűen elterjedtek a fémfeldolgozó iparban. Ha ezeket az eljárásokat vastartalmú anyagokon alkalmazzák, akkor röviden „vasfoszfátózásnak” nevezik.

A fémfeldolgozó iparban a nem foszfátózó ipari tisztító anyagok rendszerint lúgosak (a pH-érték 7 körül van és ennél nagyobb, például 9÷12). Az alapösszetevők alkáliák (alkáli fémhidroxidok, fémkarbonátok, fémszilikátok, fémfoszfátok, fémborátok), valamint a találmány szerinti eljárásban nem ionos, anionos és/vagy kationos tenzidek. A tisztító anyagok járulékos segédösszetevőkként gyakran tartalmaznak komplexképzőket



(glukonátokat, polifoszfátokat, amino-karbonsavakat, így például etilén-diamin-tetraacetátot vagy nitril-triacetátot, foszfonsavak sóit, így például hidroxietán-difoszfonsav, foszfon-bután-trikarbonsav sóit vagy más foszfon- vagy foszfon-karbonsavakat), korrózióvédő anyagokat, így például karbonsavak 6÷12 szénatomot tartalmazó sóit, alkanol-aminokat és habzásgátlókat, így például végcsoporttal zárt, az alkilmaradékban 6÷16 szénatomot tartalmazó alkohol-alkoxilátokat. Ha a tisztító fürdők nem tartalmaznak anionos tenzideket, akkor lehet kationos tenzideket alkalmazni. A tisztító fürdők tartalmazhatnak mind nem ionos, mind ionos tenzideket.

A tisztító fürdők nem ionos tenzidekként rendszerint alkohol-etoxilátokat, alkohol-propoxilátokat és/vagy alkohol-etoxilát-propoxilátokat, vagy az alkilmaradékban 6÷16 szénatomot tartalmazó alkil-aminokat tartalmaznak, amelyek végcsoporttal zártak is lehetnek. Anionos tenzidekként széles körben elterjedtek az alkil-szulfátok, zsíralkohol-éter-szulfátok és alkil-szulfonátok. Előfordulnak még alkil-benzol-szulfonátok, de ezek környezeti szempontból hátrányosak. Kationos tenzidekként első sorban kationos alkil-ammónium vegyületek jönnek tekintetbe, amelyek legalább egy 8 vagy több szénatomos alkilmaradékot tartalmaznak.

A technika állása szerint ismert a folyamatban használt vi-
zes oldatokban, így például tisztító fürdőkben lévő nem ionos tenzidek kézi, színindikátoros meghatározása. Ennek során rendszerint úgy járnak el, hogy egy, a folyamatban használt oldatból vett mintához hozzáadnak egy reagenst, amely nem ionos

tenzidekkel festékkomplexet képez. Ezt a festékkomplexet előnyös módon egy vízzel nem minden arányban keverhető szerve oldószerbe extrahálják, majd fotometrikusan, meghatározott hullámhosszon meghatározzák ennek fényelnyelését. A festékkomplex képzésére reagensként például tetrabróm-fenolftalein-etilészter alkalmazható. A szerves oldószerbe, előnyös módon egy klórozott szénhidrogénbe való extrahálás előtt a folyamatban használt oldat pH-ját egy pufferrendszerrel 7-re állítják be.

Ismeretes továbbá a nem ionos tenzidek meghatározása ionos tenzidek jelenlétében. Ennek során az ionos tenzideket ioncserélőkkel választják le a mintából. Azokat a nem ionos tenzideket, amelyek az ioncserélőben nem kötnek meg, a cserélő oszlopot elhagyó oldat törésmutatója alapján határozzák meg.

Az anionos és kationos tenzideket vizes oldatokban például Hyamin^R1622-vel (= n-benzil-n,n-dimetil-n-4(1.1.3.3.-tetrametil-butyl)-fenoxi-etoxi-etil-ammónium-klorid) végzett titrálás és potenciométeres végpont-meghatározás útján észlelik. Ehhez a mintát ismert mennyiségű nátrium-dodecilszulfáttal elkeverik, hiaminnal titrálják, és ionérzékeny elektróddal meghatározzák a titrálás végpontját.

Egy másik változat szerint az anionos tenzideket 1,3-didecil-2-metilimid-azólium-kloridos titrálással is meg lehet határozni. Érzékelőként ionérzékeny membránnal ellátott elektródot alkalmaznak. Az elektródpotenciál az oldatban lévő mérőionok koncentrációjától függ.

Ennek a kezelő személyzet munkájával járó tenzidmeghatározásnak az eredményétől függően a berendezés kezelő személyzete



a folyamatban használt oldatot kiegészíti egy vagy több kiegészítő összetevővel. Ez az eljárás tehát szükségessé teszi, hogy legalább a tenzidmeghatározás időpontjaiban kezelő személyzet tartózkodjon a berendezés helyén. Ez az eljárás tehát – különösen többműszakos üzemeltetés esetén – munkaigényes. További ráfordítást igényel az eredmény dokumentálása a minőségellenőrzéshez és a minőségbiztosításhoz.

A találmányunk elé kitűzött feladat a folyamatban használt oldatok tenzidmeghatározással végzett ellenőrzésének olyan automatizálása és dokumentálása, hogy a tenzidmeghatározásnak legalább az eredményeit adathordozón lehessen tárolni és/vagy kiadni. Előnyös módon az alkalmazott mérőberendezésnek magát kell ellenőriznie és hitelesítenie, és hibás működés esetén riasztó jelentést kell egy távoli helyre átvinnie. Ezen kívül előnyös módon a mérőberendezés működőképességének és a mérési eredményeknek távoli helyről ellenőrizhetőnek kell lennie. Ezen kívül távoli helyről be lehessen avatkozni a mérés lefolyásába és a folyamatban használt oldatok karbantartásának lépéseibe. A feladatként kitűzött távellenőrzésnek csökkentenie kell a folyamatban használt oldatok ellenőrzésére és vezérlésére ráfordítandó emberi munkát.

Ezt a feladatot a folyamatban használt vizes oldatok tenzidtartalmának automatikus ellenőrzésére és vezérlésére szolgáló eljárás tekintetében a találmány értelmében úgy oldjuk meg, hogy programvezérelten

- a) a folyamatban használt vizes oldatból előre adott térfogatú mintát veszünk,



- b) kíváнат esetén a mintából eltávolítjuk a szilárd anyagokat,
- c) kíváнат esetén a mintát előre adott vagy egy előzetes meghatározás eredményeként megállapított arányban vízzel hígítjuk,
- d) a tenzidtartalmat szelektív adszorpció útján, elektrokémiaailag, kromatográfiával, illó vegyületekké való hasítás, ezeknek az illó vegyületeknek a kigőzölése (sztrippelése) és észlelése útján, vagy a minta kölcsönhatását elektromágneses sugárzással a tenzidtartalommal arányosan változtató reagens hozzáadása és ezen kölcsönhatás változásának mérése útján meghatározzuk,
- e) a meghatározás eredményét egy adathordozón tároljuk és/vagy további számításokhoz alapként használjuk és/vagy a meghatározás vagy a további számítások eredményét egy távoli helyre átvisszük.

A folyamatban használt vizes oldatként itt elsősorban kemény felületekhez, különösen fém felületekhez használt tisztító oldat vagy vasfoszfátozó oldat jön tekintetbe. A technika állása szerint sok, a folyamatban használt ilyen oldat ismert, és ezeket a fémfeldolgozó iparban széleskörűen alkalmazzák.

Az a) lépésben vett minta térfogata fixen beprogramozható az eljáráshoz alkalmazandó mérőberendezés vezérlő részébe. A minta térfogata előnyös módon egy távoli helyről változtatható. A vezérlő program felépíthető úgy, hogy a minta alkalmazandó térfogatát függővé teszi egy előző mérés eredményétől.



A minta térfogata például annál nagyobbra választható, minél kisebb a folyamatban használt oldat tenzidtartalma. Így a tenzidmeghatározás pontossága optimálható.

Ha a találmány szerinti eljárás értelmében „távoli helyről” van szó, akkor ezen olyan helyet értünk, amely nincs közvetlen vagy legalábbis optikai érintkezésben a folyamatban használt oldattal. A távoli hely lehet például egy központi folyamatirányító rendszer, amely a fém alkatrészek felületkezelésére szolgáló teljes eljárás keretében együtt részfeladatként ellenőrzi és vezérli a tisztító fürdőt. A „távoli hely” lehet egy központi irányítóhely is, amelyről a teljes folyamatot ellenőrzik és vezérlik, és amely például nem abban a helyiségben van, mint a folyamatban használt oldat. „Távoli helyként” azonban szóba kerülhet olyan hely is, amely kívül van azon az üzemen, ahol a folyamatban használt oldat van. Ez lehetővé teszi, hogy a folyamatban használt oldatot olyan szakemberek ellenőrizzék és vezéreljék, akik nem abban az üzemben tartózkodnak, amelyben a folyamatban használt oldat van. Ennek következtében jóval ritkábban van szükség arra, hogy szakértő személyzet tartózkodjon a folyamatban használt oldat helyén.

A technika állása szerint rendelkezésre állnak azok az alkalmas adatvezetékek, amelyeken a tenzidmeghatározások eredményeit, valamint a vezérlési utasításokat át lehet vinni.

A mintavétel és a tulajdonképpeni mérés között szükség lehet arra, hogy a mintából a b) lépésben a szilárd anyagokat eltávolítsuk. Ha a folyamatban használt oldat kevés szilárd anyaggal van terhelve, akkor erre nincs szükség. Túl nagy szilárdanyag-

tartalom esetén azonban a mérőberendezés szelepei eldugulhatnak és az érzékelők beszennyeződhetnek. Ezért ajánlatos a szilárd anyagokat a mintából eltávolítani. Ez történhet automatikusan, vagy egy ciklon vagy egy centrifuga alkalmazásával.

A c) lépésben a mintát kíváнат esetén előre adott vagy egy előzetes meghatározás eredményeként megállapított arányban vízzel hígítjuk. A d) lépésben különböző, lentebb részletezett módszerekkel meghatározzuk a tenzidtartalmat.

A meghatározás eredménye ezután az e) lépésben egy adathordozón tárolható. Ezen kívül vagy ehelyett további számításokhoz alapként használható. A meghatározás eredményét vagy a további számítások eredményét továbbá egy távoli helyre át lehet vinni, és újból egy adathordozón tárolni és/vagy kiadni lehet. A „meghatározás eredményének kiadásán” azt értjük, hogy ezt az eredményt vagy továbbadjuk egy fölérendelt folyamatirányító rendszernek, vagy egy személy számára felismerhetően képernyőn kijelezzük vagy kinyomtatjuk. Ekkor az eredmény kijelzésének, illetőleg kiadásának helye lehet a fentebb definiált „távoli hely”. Előnyös, ha az egyes meghatározások eredményeit legalább egy előre adott időtartamon át adathordozón tároljuk, úgyhogy ezeket ezután, például minőségbiztosítási célokból, értékelni lehet. A tenzidmeghatározások eredményeit azonban nem kell közvetlenül meghatározásokként kiadni vagy adathordozón tárolni, hanem közvetlenül alapként lehet használni további számításokhoz, és ezeknek a további számításoknak az eredményeit jelezzük ki vagy tároljuk. Például a pillanatnyi tenzidtartalom helyett a tenzidkoncentráció trendjét és/vagy relatív változását lehet ki-

jelezni, vagy a pillanatnyi tenzidtartalmakat az „előírt tartalom százalékává” alakítjuk át.

A legegyszerűbb esetben a találmány szerinti eljárás úgy működik, hogy az a)-e) lépéseket egy előre adott időköz után ismételjük. Ez az előre adott időköz a folyamatban használt oldat üzemeltetője által támasztott követelményektől függ, és néhány perc és több nap között minden tetszőleges időköz lehet. A minőségbiztosítás szempontjából előnyös, ha az előre adott időközök például 5 perc és 2 óra között vannak. Például minden 15. percben lehet mérést végezni.

A találmány szerinti eljárást azonban úgy is meg lehet valósítani, hogy az a)-e) lépéseket annál rövidebb időközökben ismételjük, minél jobban különbözik két egymást követő meghatározás eredménye. A találmány szerinti eljáráshoz alkalmazott vezérlő rendszer tehát maga döntheti el, hogy az egyes mérések közötti időközöket rövidíteni vagy hosszabbítani kell-e? Magától értetődik, hogy a vezérlő rendszer számára előre meg kell adni, hogy egymást követő meghatározások eredményei közötti mekkora különbségek esetén mekkora időközöket kell választania.

A találmány szerinti eljárást úgy is meg lehet valósítani, hogy az a)-e) lépéseket minden tetszőleges időpontban külső igény alapján hajtjuk végre. Ezáltal például a folyamatban használt oldat tenzidtartalma azonnal ellenőrizhető, ha a folyamat későbbi lépéseiben minőségi problémákat észleltünk. A tenzidtartalom mérése tehát megvalósítható idővezérléssel (rögzített időközök szerint) vagy eseményvezérelten (észlelt változások esetén vagy külső igények alapján).



A találmány szerinti eljárást előnyös módon úgy foganatosítjuk, hogy az alkalmazott mérőberendezés önmagát ellenőrzi és szükség esetén utánhitelesíti. Evégett az eljárás olyan lehet, hogy előre adott időköz után, vagy a meghatározások előre adott száma után, vagy külső igény alapján egy vagy több standardoldat ellenőrző méréseivel ellenőrzi az alkalmazott mérőberendezés működőképességét. Az ellenőrzéshez ismert tenzidtartalmú standardoldatot mérünk. Ez az ellenőrzés akkor áll legközelebb a valósághoz, ha standardoldatként a folyamatban használt olyan standardoldatot használunk, amelynek az összetétele a lehető legközelebb van az ellenőrzendő oldathoz.

A találmány szerinti eljárás egyik foganatosítási módja szerint egy vagy több standardoldat ellenőrző mérésével ellenőrizzük az alkalmazott mérőberendezés működőképességét, ha két egymást követő mérés eredményei előre adott értékkel különböznek egymástól. Ezáltal meg lehet különböztetni azt, hogy a folyamatban használt oldat tenzidtartalmának megállapított különbségei valósak és fürdőkarbantartási lépéseket igényelnek, vagy hogy azokat a mérőrendszerben fennálló hiba hozta létre.

Az alkalmazott mérőberendezés ellenőrzésének eredményétől függően a tenzidtartalomnak a jelenlegi és az előző ellenőrző mérés között végzett meghatározásait állapotjelöléssel lehet ellátni, amely megadja ezeknek a meghatározásoknak a megbízhatóságát. Ha például az alkalmazott mérőberendezés ellenőrzése céljából végzett két egymás utáni ellenőrző mérés azt mutatja, hogy a berendezés helyesen működik, akkor a tenzidtartalom meghatározásait „rendben” állapotjelöléssel lehet ellátni. Ha az ellenőrző

mérések eredményei előre adott minimális értékkel különböznek egymástól, akkor a tenzidtartalomnak az ebben az időközben végzett meghatározásait „kétséges” állapotjelöléssel lehet ellátni.

Az alkalmazott mérőberendezés ellenőrzésének eredményétől függően a tenzidtartalom automatikus meghatározását folytatjuk és/vagy elvégzünk egyet vagy többet a következő tevékenységek közül: a megállapított eltérések elemzése, a mérőberendezés helyesbítése, a tenzidtartalom-meghatározások befejezése, állapotjelentés vagy riasztó jel leadása egy fölérendelt folyamatirányító rendszernek vagy egy felügyelő berendezésnek. A mérőberendezés tehát kívánat esetén előre adott kritériumok alapján maga döntheti el, hogy kellően működőképes-e a tenzidtartalom-meghatározások folytatására, vagy olyan eltéréseket állapított meg, amelyek kézi beavatkozást tesznek szükségessé.

Az eljárás ekkor úgy alakítható ki, hogy a tenzidek, amelyeknek a tartalmát a folyamatban használt oldatban meg kell határozni, nem ionos tenzidek. Ezeket úgy lehet meghatározni, hogy a d) lépésben olyan reagenst adunk hozzá, amely a minta kölcsönhatását elektromágneses sugárzással a nem ionos tenzidtartalommal arányosan változtatja és ennek a kölcsönhatásnak a változását méri.

A reagenst például két anyag, egy **A** anyag és egy B anyag komplexe képezheti. A nem ionos tenzidek a B anyagot kiszorítják az A anyaggal képzett komplexből, és ekkor a B anyag színe vagy fluoreszcens tulajdonságai megváltoznak. A B anyag például fluoreszkáló anyag vagy festékanyag lehet, amely egy komplexet hozhat létre egy **A** anyaggal, így például dextránokkal vagy keményí-



tővel. A B anyagnak, mint a komplex összetevőjének, meghatározott szinttulajdonságai vagy fluoreszcens tulajdonságai lehetnek. Ha a komplexből kiszorul, akkor ezek a tulajdonságok megváltoznak. A fényelnyelés vagy fluoreszcens sugárzás mérése útján észlelhető, hogy a B anyag mekkora részaránya nincs az **A** anyaggal alkotott komplex alakjában. Ezért az **A** anyagot úgy választjuk meg, hogy nem ionos tenzidek hozzáadásakor a B anyagot a komplexből kiszorítja, és ehelyett a nem ionos tenzidekkel képez komplexet. Ekkor az **A** anyagot tartalmazó komplexből kiszorított B anyag mennyisége arányos a nem ionos tenzidek hozzáadott mennyiségével. A fényelnyelésnek vagy a fluoreszkálásnak a szabaddá vált B anyag mennyisége által előidézett változásából következtetni lehet a hozzáadott nem ionos tenzidek mennyiségére.

Reagensként például tetrafenil-borát ionokat tartalmazó, kationos festékanyag sója alkalmazható. A nem ionos tenzidek a festékanyagot ki tudják szorítani ebből a sóból, miután ezeket báriumionok hozzáadásával báriumtartalmú kationos komplexszé alakítottuk át. Ezt a módszert, amellyel nem ionos tenzideket kationosan töltött komplexekké alakítjuk át, és ezzel hozzáférhetővé tesszük olyan reakciók számára, amelyek kationokra reagálnak, a szakirodalomban a nem ionos tenzidek „aktiválásának” nevezik. Az eljárást például Vytras K., Dvorakova V. és Zeeman I. írja le (1989, *Analyst* 114, pp. 1435 ff). A reagensből felszabadult kationos festékanyag mennyisége a meglévő nem ionos tenzidek mennyiségével arányos. Ha a festékanyag elnyelési spektruma ennél a felszabadulásnál megváltozik, akkor a festék-



anyag felszabadult mennyisége alkalmas elnyelési sáv fotometri-
kus mérésével határozható meg.

Ez a meghatározási módszer egyszerűsíthető, ha reagensként kationos festékanyag olyan sóját alkalmazzuk, amely csak egy vízzel nem keverhető szerves oldószerben oldható, míg maga a felszabadult festékanyag vízben oldható, és előidézi a vízfázis elszíneződését. Magától értetődően a fordított eljárás mód is alkalmas: szerves festékanyag vízben oldható sóját alkalmazzuk, ahol a felszabadult festékanyag csak egy szerves fázisban oldható. A festékanyagot a felszabadulása révén, a nem ionos tenzidek cseréjekor és a felszabadult festékanyagnak a mindenkori másik fázisba való extrahálásakor ezen az egyszerű úton fotometrikan meg lehet határozni.

Ez a meghatározási eljárás kationos tenzidek meghatározására is alkalmas. Mivel ezek eleve pozitívan töltöttek, ezért feleslegessé válik az előbb leírt bárium-kationos „aktiválás”.

A reagens továbbá lehet olyan anyag, amely anionos tenzidekkel olyan komplexet képez, amelynek más színtulajdonságai vagy fluoreszcens tulajdonságai vannak, mint a szabad reagensnek. A reagens például az optikai tartományban színtelen lehet, míg a nem ionos tenzidekkel alkotott komplex az optikai tartományban lévő elektromágneses rezgéseket elnyeli, tehát színe van, vagy pedig a nem kötött reagens fényelnyelésének maximuma, vagyis a színe különbözik a nem ionos tenzidekkel alkotott komplex színétől. A reagensnek lehetnek azonban bizonyos fluoreszcens tulajdonságai is, amelyek nem ionos tenzidekkel való komplexképzéskor megváltoznak. A szabad reagens például fluo-



reszkálhat, míg a komplexképzés a nem ionos tenzidekkel a fluoreszkálást kioltja. A reagensből és a nem ionos tenzidekből álló komplex koncentrációja és ezzel maguknak a nem ionos tenzideknek a koncentrációja mindegyik esetben meghatározható a fényelnyelés egy előre megadandó hullámhosszon végzett mérésével vagy a fluoreszcens sugárzás mérésével.

A d) lépésben olyan reagenst adunk hozzá, amely a nem ionos tenzidekkel a vízzel nem minden arányban keverhető, szerves oldószerrel extrahálható komplexet képez. Ezután a nem ionos tenzidekből és a hozzáadott reagensből álló komplexet extraháljuk a vízzel nem minden arányban keverhető, szerves oldószerrel. Ez a két fázis intenzív összeelegyítésével, például rázással vagy előnyös módon keveréssel végezhető. Ez után az extrahálási lépés után befejezzük a két fázis elegyítését, úgyhogy bekövetkezik egy fázisszétválasztás vizes és szerves fázissá. Kíváncsi esetén a fázisszétválasztás teljességét alkalmas módszerekkel, így például a villamos vezetőképeség meghatározásával, vagy úgy ellenőrizhetjük, hogy a zavarosságot fényelnyeléssel vagy fényszóródással mérjük.

Ezt követi a nem ionos tenzidtartalom tulajdonképpeni mérése. Evégett a szerves fázist, amely a nem ionos tenzidekből és hozzáadott reagensből álló komplexet tartalmaz, elektromágneses sugárzásnak tesszük ki, amely a szerves fázisban oldott komplexszel kölcsönhatásba tud lépni. Elektromágneses sugárzásként például látható vagy ultraibolya sugárzást lehet alkalmazni. Ennek elnyelését a nem ionos tenzidekből és a hozzáadott reagensből álló komplexben meghatározzuk. Lehetséges azonban például olyan

reagens alkalmazása is, amelynek a nem ionos tenzidekkel alkotott komplexe magrezonancia- vagy elektrospinrezonanciaméréseknél jellemző jelet szolgáltat. A jel erőssége, ami a megfelelő frekvenciasávban egy elektromágneses rezgés gyengülésében (elnyelés) nyilvánul meg, összefüggésbe hozható a komplex koncentrációjával. A koncentráció meghatározására elnyelési jelenségek helyett emissziós jelenségeket is lehet használni. Választható például olyan reagens, amelynek a nem ionos tenzidekkel alkotott komplexe a szerves oldószerben egy bizonyos hullámhosszúságú elektromágneses sugárzást elnyel, és nagyobb hullámhosszúságú elektromágneses sugárzást bocsát ki, amelynek az erősségét mérjük. Erre példa a fluoreszcens sugárzás mérése, amikor a mintát látható vagy ultraibolya fénnel besugározzuk.

A szerves fázis kölcsönhatása az elektromágneses sugárzással elvileg mérhető közvetlenül a fázisszétválasztás befejezése után ugyanabban az edényben, mint amelyikben a fázisokat szétválasztottuk. A szerves fázis elektromágneses sugárzással való kölcsönhatásának meghatározására alkalmazott mérési módszertől függően azonban előnyösebb a szerves fázist vagy annak egy részét lefejteni és egy vezetéken át a tulajdonképpeni mérőberendezésbe vezetni. Ez főleg azt teszi lehetővé, hogy a méréshez alkalmas küvetákat használjunk. Ennek megfelelően a találmány előnyös kiviteli alakja szerint az f) [?] lépés után a szerves fázist a vizes fázistól elválasztjuk és a mérőberendezésbe vezetjük. A szerves fázisnak ehhez a leválasztásához különösen ajánlatos, hogy vízzel nem minden arányban keverhető szerves oldószerként a víznél nagyobb sűrűségű, halogéntartalmú oldószert alkalmazzunk.

Ekkor a fázisszétválasztás elvégzése után a szerves fázis az edény alsó részében van, és lefelé lefejtethető.

Halogéntartalmú oldószerként például diklór-metán vagy magasabb forrponitú halogénezett szénhidrogének, elsősorban fluoroklórozott szénhidrogének, például trifluor-triklór-etán, alkalmazhatók. Ezeket az oldószereket használat után a helyi jogszabályok előírásai szerint kell ártalmatlanítani. Mivel ez nagyon költséges lehet, ezért kézenfekvő a használt oldószer regenerálása például aktívszenes kezeléssel és/vagy desztillálással, és az ismételt felhasználás.

A találmány egyik előnyös kiviteli alakjában reagensként olyan anyagot adunk hozzá, amely a szerves fázisban a nem ionos tenziddel színreakcióba lép. A szerves fázisnak elektromágneses sugárzással való kölcsönhatásaként előre adott hullámhosszon a fényelnyelést mérhetjük. Erre alkalmas egy hagyományos fotométer. Színreagensként például tetrabróm-fenolftalein-etilészttert alkalmazhatunk. Ebben az esetben a folyamatban használt vizes oldatból vett minta pH-ját egy puffer-rendszerrel 7 körüli értékre állítjuk be. A puffer-rendszer például dihidrogén-foszfátok és hidrogén-foszfátok vizes oldata lehet. Előnyös módon úgy járunk el, hogy a pufferoldat mennyisége jóval nagyobb a folyamatban használt tenzidtartalmú oldatból vett minta mennyiségénél.

Ha színreagensként tetrabróm-fenolftalein-etilészttert alkalmazunk, akkor a fényelnyelést a g) lépésben 610 nm hullámhosszon mérjük.

3,3,5,5-tetrabróm-fenolftalein-etilészter színreagensként való alkalmazásának előnyös kiviteli alakjában a nem ionos tenzidtartalom a következőképpen határozható meg:

Indikátoroldatot készítünk, amely 100 ml etanolban 100 mg 3,3,5,5-tetrabróm-fenolftalein-etilésztert tartalmaz. Készítünk továbbá egy pufferoldatot úgy, hogy 200 ml, 7 pH-érték beállítása szolgálo kereskedelmi pufferoldatot (kálium-dihidrogén-foszfát/dinátrium-hidrogén-foszfátot) és 500 ml hárommólos kálium-klorid oldatot 1000 ml vízzel elkeverünk.

A meghatározáshoz alkalmas edénybe 18 ml pufferoldatot töltünk. Ehhez hozzáadunk 2 ml indikátoroldatot. Ehhez hozzáadunk 50 µl mintaoldatot. Az egyesített oldatokat körülbelül 3 percig keverjük, majd 20 ml diklór-metánt adunk hozzá. Ezután az edény tartalmát körülbelül 1 percen át erőteljesen keverjük, majd megvárjuk a fázisok szétválását, ami például 20 percet vehet igénybe. Ezután kivesszük a szerves fázist és fotométerben 610 nm hullámhosszon mérjük. Elemző küvettaként például 10 mm-es küvetta alkalmas. A mintaoldat tenzidtartalmát hitelesítési görbe alapján állapítjuk meg.

Ha a tenzidtartalom oly kicsi, hogy a meghatározás bizonytalaná válik, akkor a méréshez használt minta növelhető. Ha a tenzidtartalom oly nagy, hogy 0,9 feletti fényelnyelés következik be, akkor ajánlatos a mintát a mérés előtt hígítani.

A választott módszertől függetlenül előzetesen ismert koncentrációjú tenzidoldatokkal végzett hitelesítés útján a mért jel erőssége és a nem ionos tenzidek koncentrációja közötti összefüggést meg kell állapítani és tárolni kell. A fényelnyelés

mérésekor a hitelesítés alkalmas színes üvegekkel is végezhető. Előzetes hitelesítés helyett ismert koncentrációjú tenzid-reagens komplex hozzáadása vagy többszöri egymásra halmozása és az elektromágneses sugárzással való kölcsönhatás újbóli mérése alapján lehet a minta tenzidtartalmára következtetni.

Egy a nem ionos tenzidhez kötődő vagy ez által egy komplexből kiszorított reagens elektromágneses sugárzással való kölcsönhatásának meghatározása helyett a nem ionos tenzidtartalmat kromatográfiásan is meg lehet határozni. Evégett a mintából először eltávolítjuk az esetleg előforduló olajokat és zsírokat. Ez például elnyelő anyaggal történhet. Ezután a mintát, amely adott esetben ionos tenzideket tartalmaz, anion- és/vagy kationcserélő oszlopba visszük be, amely előnyös módon nagynyomású folyadékkromatográfiás oszlopként van kialakítva. Az ionos tenzidektől mentesített, a cserélő oszlopot elhagyó oldatban a nem ionos tenzidek koncentrációját előnyös módon a törésmutató alapján határozzuk meg. Ennek során a kvantitatív értékelést előnyös módon a külső standard módszerével végezzük. A mérés során összehasonlítjuk az összehasonlítási cellából vett tiszta oldószert a detektor mérőcellájából vett elemzendő anyaggal. Oldószerként víz vagy víz-metanol keveréket lehet használni.

Méréssorozatok megkezdése előtt a nagynyomású folyadékkromatográfiás oszlop jellegű ioncserélő rendszert hitelesíteni kell, és a detektor összehasonlító celláját 20 percig oldószerral kell öblíteni. A hitelesítéshez a meghatározandó nem ionos tenzidek különböző koncentrációjú oldatait alkalmazzuk. A hitelesítési oldatokat és a mintaoldatokat a nagynyomású folyadékkromatográ-

fiás oszlop jellegű rendszerbe való befecskendezés előtt például 5 percig ultrahangos fürdőben gáztalanítani kell. A definiált gáztalanítás fontos, mert a törésmutató észlelése érzékeny az oldószerek eltérő minőségeire.

Ha a mintaoldatot a nagynyomású folyadékkromatográfiás oszlop jellegű ioncserélő oszlopba való bevitel előtt metanollal elkeverjük, akkor az oldhatatlan sók kicsapódhatnak. Ezeket mikroszűrővel ki kell szűrni, mielőtt a mintát a nagynyomású folyadékkromatográfiás oszlop jellegű ioncserélő oszlopba bevisz-
szük.

Ez a módszer szerves szulfátokban vagy szulfonátokban lévő kénezetlen anyagok off-line meghatározásaként ismert (DIN EN 8788 számú szabvány).

A nem ionos tenzidek meghatározására alkalmas továbbá a következő eljárás: a nem ionos tenzideket halogén-hidrogénnel, előnyös módon jód-hidrogénnel, illó alkil-halogenidek, előnyös módon alkil-jodidok képzése közben felhasítjuk. Az illó alkil-halogenideket gázáramnak a mintába történő befújásával kigőzöl-
jük (sztrippeljük) és alkalmas detektorban észleljük. Erre például egy „electron capture detector” (elektronbefogásos detektor) alkalmas. Ez az eljárás zsíralkohol-etoxilátok jellemzésére szolgáló laboratóriumi módszerként ismert (DGF Einheitsmethode H-III 17 (1994)).

A tenzidek lehetnek anionos tenzidek, amelyek tartalmát a mintaoldatban a d) lépésben elektrokémiai úton határozzuk meg. Evégett az anionos tenzideket alkalmas reagensekkel titráljuk.

Ezt a titrálást alkalmas mérőelektrod villamos potenciáljának változása alapján követjük.

Ennek során például úgy lehet eljárni, hogy a minta pH-ját 3 és 4 közé, előnyös módon kb. 3,5-re állítjuk be, a mintát titráló reagenssel ionérzékeny membránelektrod jelenlétében titráljuk, és az elektrodpotenciál változását mérjük. Ennek a módszernek az érzékenysége úgy fokozható, hogy a mintát 1÷3 szénatomos alkohollal elkeverjük. Titráló reagensként előnyös módon 1,3-didecil-2-metilimid-azólium-kloridot alkalmas. Mérőelektrodként ionérzékeny membránelektrod szolgál, amelynek előnyös módon PVC-membránja van. Egy ilyen elektrod „High Sense Electrode”-ként (nagy érzékenységű elektrodként) ismert. Referenciaelektrodként előnyös módon ezüstelektrodot alkalmazunk. A potenciálképződés a PVC-membránban lévő ionhordozó és a mérőoldatban lévő meghatározandó ionok közötti, lehetőleg specifikus kölcsönhatás révén következik be. Ez a kölcsönhatás egyensúlyi reakcióban előidézi a mérőionok átlépését a mérőoldatból a membránba, és ezzel villamos potenciálkülönbség jön létre a mérőoldat és a membrán közötti fázishatáron. Ezt a potenciálkülönbséget egy referenciaelektrodhoz képest potenciométeresen (árammentesen) lehet mérni. A mérőoldatból a membránba bekövetkező ionátlépés mértéke koncentrációfüggő. A mérőionok koncentrációja és a villamos potenciál közötti összefüggés elméletileg a Nernst-egyenlettel írható le. A lehetséges zavarok miatt azonban előnyösebb az elektrodpotenciál és a mérőionok koncentrációja közötti összefüggést összehasonlító oldatokkal végzett hitelesítés útján megállapítani.

A folyamatban használt, ellenőrzendő oldatban az anionos tenzideken kívül a kationos tenzideket is meg lehet határozni. Erre a célra az anionos tenzidek meghatározására is alkalmas módszert lehet alkalmazni. A meghatározás ebben az eljárásban is elektrokémiai úton történik: a mintához előre meghatározott mennyiségű nátrium-dodecilszulfátot adnak hozzá, a mintát hiaminnal (n-benzil-n,n-dimetil-n-4(1.1.3.3.-tetrametil-butyl)-fenoxi-etoxi-etil-ammónium-klorid) titráljuk, és a titrálás végpontját ionos tenzidekre érzékeny elektróddal meghatározzuk.

A fentebb említett eljárásokon kívül a tenzidek meghatározására alkalmasak még az olyan folyamatok, amelyek során a tenzideket alkalmas felületeken elnyeletik, és mérik a hatásokat, amelyeket annak lehet tulajdonítani, hogy a felületek tenzidekkel vannak bevonva. Minthogy a telítési határ alatt feltelezhető, hogy a felületek tenzidekkel való bevontsága arányos a tenzidtartalommal, ezért alkalmas hitelesítés után a tenziddel bevont felületek tulajdonságainak változásaiból következtetni lehet a mintaoldat tenzidtartalmára.

A tenzideket például egy kvarc rezgőkristály felületén lehet elnyeletni, és a kvarc rezgőkristály rezgési frekvenciájának változását lehet mérni. Egy további eljárásban a tenzideket egy fényvezető - adott esetben alkalmas módon előkezelt - felületén nyeletjük el. Ennek következtében a fénynek a fényvezetőből a körülvevő közegbe való átlépésekor megváltozik a törésmutató. Ez a fényvezető fényvezető-képességében nyilvánul meg. A fény a fényvezetőben a törésmutatótól függően eltérő mértékben gyengül, és a teljes visszaverődés megszűnésekor egyáltalán nem jut el a

fényvezető végéhez. A fényvezető végén kilépő fényerősséget az elején betáplált fényerősséggel összehasonlítva meghatározható a fényvezető felületének tenzidekkel való bevonási mértéke, és ezzel a környező közegben fennálló tenzidtartalom. A teljes visszaverődés megszűnése a tenzidtartalom meghatározott küszöbértékénél következik be, ami ugyancsak felhasználható a folyamatban használt oldat tenzidtartalmának jellemzésére.

A találmány szerinti eljárás folyamatban használt tetszőleges oldatoknál alkalmazható, de elsősorban a fémfeldolgozó iparban, így például a gépkocsigyártásban használt oldatokhoz szolgál. A folyamatban használt vizes oldat például tisztító oldat lehet. Ilyen tisztító oldatokat például gépkocsik karosszériáinak foszfátózás előtti tisztítására alkalmaznak. Egy ilyen tisztító oldat ellenőrzése és vezérlése végett úgy lehet eljárni, hogy amikor a tenzidtartalom egy előre adott minimális érték alá csökken, vagy egy igény alapján működésbe lép egy berendezés, amely egy vagy több kiegészítő összetevőt adagol a tisztító oldatba. Kiegészítő összetevőként például olyan kiegészítő oldat használható, amely helyes mennyiségi arányban tartalmazza a tisztító oldat minden hatóanyagát. A kiegészítő oldat tehát az ellenőrzött tenzideken kívül tartalmazhatja a tisztító oldat további hatóanyagait, mint például további tenzideket, vázanyagokat, alkáliákat, komplexképzőket és korróziógátló szereket. Egy másik változat szerint a kiegészítő oldat csak a tenzideket tartalmazza, míg a tisztító oldat további hatóanyagait szükség esetén, külön meghatározások alapján, időben ütemezve vagy a kihozattaltól függően vezérelve utánadagoljuk.

Ennek során maga a hozzáadott anyag mennyisége, vagy állandó értékű, előre adott hozzáadott mennyiségek esetén az egyes hozzáadások közötti időközök változtathatóak. Ez történhet például adagoló szivattyúkkal vagy a súly szerint vezérelten is. A találmány szerinti eljárás során egyrészt az előírt értékektől való meghatározott eltérések esetén (különösen akkor, ha az ellenőrző mérések szerint a mérőberendezés működőképes) meghatározott mennyiségű kiegészítő összetevőt utánadagolunk a folyamatban használt oldatba, másrészt ez az utánadagolás a pillanatnyi tenzidtartalomtól függetlenül külső, például egy távoli helyről származó igény alapján is bekövetkezhet.

A találmány egy további kiviteli alakjában a folyamatban használt oldatot a kihozataltól függően egészítjük ki a kihozott egységhez viszonyított előre adott kiegészítő összetevővel. Gépkocsi-karosszériákhoz alkalmazott tisztító fürdő esetében például rögzíthető a kiegészítő összetevők tisztítandó karosszériánként hozzáadandó mennyisége. A tenzidtartalomnak, illetőleg az alapadagolás változásának találmány szerinti ellenőrzése ekkor arra szolgál, hogy ennek az előre adott hozzáadásnak az eredményét ellenőrizze és dokumentálja, valamint hogy járulékos, eredménytől függő finom adagolással a tisztító fürdő állandóbb üzemmódját valósítsa meg. Ez csökkenti a minőség-ingadozásokat.

A találmány szerinti eljárásban alkalmazott mérőrendszer előnyös módon úgy van kialakítva, hogy az alkalmazott reagensek (színreagens vagy fluoreszcens reagens, titráló oldat, standard oldat és tesztoldat, oldószer, pufferoldat, esetleg segédoldatok) töltési szintjeit és/vagy felhasználását automatikusan fel-

ügyeli, és egy előre adott minimális töltési szint alá való csökkenéskor figyelmeztető jelentést ad le. Ezzel elkerülhető, hogy a mérőberendezés amiatt váljon üzemképtelenné, hogy a szükséges vegyszerek hiányoznak. A töltési szinteket az ismert módszerekkel lehet ellenőrizni. A vegyszereket tartalmazó edények például mérlegen állhatnak, amely regisztrálja a vegyszerek mindenkori tömegét, vagy pedig úszót lehet használni. Egy másik változat szerint a minimális töltési szint vezetőképesség-elektróddal ellenőrizhető, amely bemerül a vegyszert tartalmazó edénybe. A mérőberendezés által kiadott figyelmeztető jelentést előnyös módon egy távoli helyre visszük át, úgyhogy onnan meg lehet hozni a kellő intézkedéseket. Általában a találmány szerinti eljárás során a meghatározások és/vagy az ellenőrző mérések és/vagy a hitelesítések eredményeit és/vagy az állapotjeleket folytonosan vagy előre adott időközökben és/vagy igény alapján átvisszük egy távoli helyre. Így az ellenőrző személyzet, amelynek nem kell a folyamatban használt oldat helyén tartózkodnia, állandóan tájékoztatást kap ennek az oldatnak a tenzidtartalmáról. A meghatározások és az ellenőrző mérések eredménye alapján vagy automatikusan, egy folyamatirányító rendszeren át, vagy kézi beavatkozással meg lehet tenni a szükséges helyesbítő lépéseket.

A találmány szerinti eljárás természetesen feltételezi, hogy a megfelelő berendezés rendelkezésre áll. Ez a berendezés tartalmaz egy vezérlést, előnyös módon számítógépes vezérlést, amely idő- és/vagy eredményfüggően vezérli a mérés lefolyását. A berendezésnek tartalmaznia kell továbbá a mintaáramok vezérlésé-

hez és méréséhez szükséges reagensedényeket, csővezetékeket, szelepeket, adagoló és mérő berendezéseket stb. Az anyagokat az alkalmazási célnak megfelelő kell választani. Alkalmazhatók például nemesacél és/vagy műanyagok. A mérőberendezés vezérlő elektronikájának megfelelő bemeneti-kimeneti interfésszel kell rendelkeznie, hogy egy távoli hellyel kommunikálhasson.

A találmány szerinti eljárás lehetővé teszi egyrészt folyamatban használt oldatok tenzidtartalmának helyszíni ellenőrzését és előre adott helyesbítő lépések kézi beavatkozás nélküli fogatosítását. Ez fokozza a folyamat biztonságát, és lehetővé teszi, hogy a folyamatnak állandóan megbízható eredménye legyen. Az eltérések az előírt értéktől korán felismerhetők, és a folyamat eredményének rosszabbodása előtt automatikusan vagy kézileg helyesbíthetők. Másrészt a mérési adatokat előnyös módon egy távoli helyre visszük át, úgyhogy a kezelő vagy felügyelő személyzet akkor is állandóan tájékoztatva van a folyamatban használt oldat állapotáról, ha nem tartózkodik annak közvetlen közelében. Ezáltal jelentősen csökkenthető a folyamatban használt oldat ellenőrzéséhez és vezérléséhez szükség emberi ráfordítás. A találmány szerinti eljárásban kapott adatok dokumentálása révén figyelembe vesszük a korszerű minőségbiztosítás követelményeit. A vegyszerfelhasználás dokumentálható és optimálható.

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Eljárás folyamatban használt vizes oldatok tenzidtartalmának automatikus ellenőrzésére és vezérlésére, azzal jellemezve, hogy programvezérelten

- a) a folyamatban használt vizes oldatból előre adott térfogatú mintát veszünk,
- b) kíváнат esetén a mintából eltávolítjuk a szilárd anyagokat,
- c) kíváнат esetén a mintát előre adott vagy egy előzetes meghatározás eredményeként megállapított arányban vízzel hígítjuk,
- d) a tenzidtartalmat szelektív adszorpció útján, elektrokémiaailag, kromatográfiával, illó vegyületekké való hasítás, ezeknek az illó vegyületeknek a kigőzőlése (sztrippelés) és észlelése útján, vagy a minta kölcsönhatását elektromágneses sugárzással a tenzidtartalommal arányosan változtató reagens hozzáadása és ezen kölcsönhatás változásának mérése útján meghatározzuk,
- e) a meghatározás eredményét egy adathordozón tároljuk és/vagy további számításokhoz alapként használjuk és/vagy a meghatározás vagy a további számítások eredményét egy távoli helyre átvisszük.

2. Az 1. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a folyamatban használt vizes oldat tisztító oldat vagy vasfoszfátosó oldat.



3. Az 1. vagy 2. igénypont vagy mindkettő szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy az a)-e) lépéseket egy előre adott időköz után ismételjük.

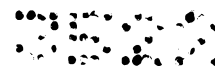
4. Az 1. és 2. igénypont vagy mindkettő szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy az a)-e) lépéseket annál rövidebb időközökben ismételjük, minél jobban különbözik két egymást követő meghatározás eredménye.

5. Az 1. és 2. igénypont vagy mindkettő szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy az a)-e) lépéseket külső igény alapján hajtjuk végre.

6. Az 1-5. igénypontok közül egy vagy több szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy előre adott időköz után, vagy a meghatározások előre adott száma után, vagy külső igény alapján egy vagy több standardoldat ellenőrző méréseivel ellenőrizzük az alkalmazott mérőberendezés működőképességét.

7. Az 1-5. igénypontok közül egy vagy több szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy egy vagy több standardoldat ellenőrző mérésével ellenőrizzük az alkalmazott mérőberendezés működőképességét, ha két egymást követő mérés eredménye előre adott értékkel különböznek egymástól.

8. A 6. és 7. igénypont vagy mindkettő szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy az alkalmazott mérőberendezés ellenőrzésének eredményétől függően a tenzidtartalomnak a jelenlegi és az előző ellenőrző mérés között végzett meghatározásait állapotjellel látjuk el, amely megadja ezeknek a tenzidtartalom meghatározásoknak a megbízhatóságát.



9. A 6. és 7. igénypont vagy mindkettő szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy az alkalmazott mérőberendezés ellenőrzésének eredményétől függően a tenzidtartalom automatikus meghatározását folytatjuk és/vagy elvégzünk egyet vagy többet a következő tevékenységek közül: a megállapított eltérések elemzése, a mérőberendezés helyesbítése, a tenzidtartalom-meghatározások befejezése, állapotjelentés vagy riasztó jel leadása egy fölérendelt folyamatirányító rendszernek vagy egy felügyelő berendezésnek.

10. Az 1-9. igénypontok közül egy vagy több szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a tenzidek nem ionos tenzidek.

11. A 10. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a d) lépésben olyan reagenst adunk hozzá, amely a minta kölcsönhatását elektromágneses sugárzás révén a nem ionos tenzidtartalommal arányosan változtatja és ennek a kölcsönhatásnak a változását mérjük.

12. A 11. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a reagenst két anyag, egy A anyag és egy B anyag komplexe képezi, a nem ionos tenzidek a B anyagot kiszorítják az A anyaggal képzett komplexből, és ekkor a B anyag színe vagy fluoreszcens tulajdonságai megváltoznak.

13. A 11. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a reagens olyan anyag, amely anionos tenzidekkel olyan komplexet képez, amelynek más színtulajdonságai vagy fluoreszcens tulajdonságai vannak, mint a szabad reagensnek.

14. A 13. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a d) lépésben olyan reagenst adunk hozzá, amely a nem ionos tenzidekkel a vízzel nem minden arányban keverhető, szerves ol-

dósszerrel extrahálható komplexet képez, a reagens hozzáadása után a mintát a szerves oldósszerrel extraháljuk, fázisszétválasztást végzünk vizes és szerves fázissá, és a szerves oldósszer kölcsönhatását a fázissal elektromágneses sugárzás révén mérjük.

15. A 14. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a fázisszétválasztás után a szerves fázist a vizes fázistól elválasztjuk.

16. A 14. és 15. igénypont vagy mindkettő szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy vízzel nem minden arányban keverhető szerves oldósszerként a víznél nagyobb sűrűségű, halogéntartalmú oldószert alkalmazunk.

17. A 14-16. igénypontok közül egy vagy több szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy reagensként olyan anyagot adunk hozzá, amely a szerves fázisban a nem ionos tenziddel színreakcióba lép, és hogy a szerves fázisnak elektromágneses sugárzással való kölcsönhatásaként előre adott hullámhosszon a fényelnyelést mérjük.

18. A 17. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy színreagensként tetrabróm-fenolftalein-észtert alkalmazunk, és a folyamatban használt vizes oldat pH-ját egy puffer-rendszerrel 7-re állítjuk be.

19. A 18. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a fényelnyelést a g) lépésben 610 nm hullámhosszon mérjük.

20. A 10. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a nem ionos tenzidtartalmat kromatográfiásan határozzuk meg.

21. A 20. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a mintából kívánat esetén az olajokat és zsírokat elnyelő anyaggal eltávolítjuk, az esetleg előforduló ionos tenzideket anion- és/vagy kationcserélő oszloppal eltávolítjuk, és mérjük az ionos tenzidektől mentesített, a cserélő oszlopot elhagyó oldat törésmutatójának változását.

22. A 10. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a nem ionos tenzideket halogén-hidrogénnel, illó alkil-halogenidek képzése közben felhasítjuk, az alkil-halogenideket kigőzöljük (sztrippeljük) és észleljük.

23. Az 1-9. igénypontok közül egy vagy több szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a tenzidek anionos tenzidek, amelyek tartalmát a mintaoldatban a d) lépésben elektrokémiai úton határozzuk meg.

24. A 23. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a minta pH-ját 3 és 4 közé állítjuk be, a mintát titráló reagenssel ionérzékeny membránelektrod jelenlétében titráljuk, és az elektródpotenciál változását mérjük.

25. A 24. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a mintát 1÷3 szénatomos alkohollal elkeverjük.

26. A 24. és 25. igénypont vagy mindkettő szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy titráló reagensként 1,3-didecil-2-metilimid-azólium-kloridot alkalmazunk.

27. Az 1-9. igénypontok közül egy vagy több szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a tenzidek kationos tenzidek, amelyek tartalmát a mintaoldatban a d) lépésben elektrokémiai úton határozzuk meg.

28. A 23. vagy 27. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a mintához előre meghatározott mennyiségű nátrium-dodecilszulfátot adnak hozzá, a mintát hiaminnal (n-benzil-n,n-dimetil-n-4(1.1.3.3.-tetrametil-butyl)-fenoxi-etoxi-etil-ammónium-klorid) titrálják, és ionérzékeny elektróddal meghatározzák a titrálás végpontját.

29. Az 1-9. igénypontok közül egy vagy több szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a tenzideket egy kvarc rezgőkristály felületén nyeletjük el, és a kvarc rezgőkristály rezgési frekvenciájának változását mérjük.

30. Az 1-9. igénypontok közül egy vagy több szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a tenzideket szelektíven egy üvegszál felületén nyeletjük el, és az üvegszál felületén a fénytörés változását észleljük.

31. Az 1-30. igénypontok közül egy vagy több szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a folyamatban használt vizes oldatként tisztító oldatot alkalmazunk, és a nem ionos, anionos vagy kationos tenzidtartalomnak egy előre adott minimális érték alá való csökkenésekor, vagy egy igény alapján működésbe lép egy berendezés, amely egy vagy több kiegészítő összetevőt adagol a tisztító oldatba.

32. Az 1-31. igénypontok közül egy vagy több szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy az alkalmazott reagensek feltöltési szintjeit és/vagy felhasználását automatikusan felügyeljük, és egy előre adott minimális töltési szint alá való csökkenéskor figyelmeztető jelentést adunk le.

33. Az 1-32. igénypontok közül egy vagy több szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a meghatározások és/vagy az ellenőrző mérések és/vagy a hitelesítések eredményeit és/vagy az állapotjeleket folytonosan vagy előre adott időközökben és/vagy igény alapján a meghatározás helyétől különböző helyre átviszszük.

A meghatalmazott

Mészárosné Dónusz Katalin

Szabadalmi ügyvivő

az S.B.G. & K. Nemzetközi

Szabadalmi Iroda tagja

H-1062 Budapest, Andrássy út 113.

Telefon: 34-24-980, Fax: 34-24-323