



Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

ISSN 0433-6461

(11)

209 693

Int.Cl.³

3(51) G 01 N 21/03

AMT FUER ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP G 01 N/ 2425 451

(22) 16.08.82

(44) 16.05.84

(71) VEB PETROLCHEMISCHES KOMBINAT SCHWEDT;DD;

(72) HAUPTMANN, GERHART,DIPL.-CHEM.;METZSCH, ALBRECHT,DIPL.-ING.;
BOTTNER, GERHARD,DR. RER. NAT. DIPL.-PHYS.;BUECHNER, RAINER, DR. RER. NAT. DIPL.-CHEM.;DD;
SCHOCHER, NORA;DD;

(54) **ZERLEGBARE KUEVETTE ZUR DURCHSTRAHLUNG VON FLUESSIGKEITEN GERINGER SCHICHTDICKE**

(57) Die Erfindung betrifft eine zerlegbare Küvette zur Bestimmung der Konzentration von stark lichtabsorbierenden Substanzen, die in schwach- oder nichtabsorbierenden Flüssigkeiten gelöst oder dispergiert sind. Ziel der Erfindung ist es, eine zerlegbare Küvette mit einfachem Aufbau zu schaffen, mit deren Hilfe insbesondere der Gehalt an festen Verunreinigungen von in Betrieb befindlichen legierten Motorenölen mit geringem materiell-technischem, Zeit- und Kostenaufwand sowie mit hinreichender Zuverlässigkeit und Genauigkeit quantitativ bestimmbar ist. Die erfindungsgemäße Küvette ist dadurch charakterisiert, daß zwei planparallele lichtdurchlässige Platten durch einen Abstandshalter geringer Stärke auf eine definierte Entfernung gebracht werden, wobei mit Hilfe von 3 auf einer der Platten direkt über dem Abstandshalter angeordneten Spiralfedern die Schichtdicke der Flüssigkeit im gesamten durchstrahlten Bereich exakt gleich der Stärke des Abstandshalters ist und eine oder beide Platten mit einer Nut versehen sind, die den Küvetteninnenraum mit der umgebenden Atmosphäre verbindet.

- 7 -
242545 1

27. VII. 1982

Titel der Erfindung

Zerlegbare Küvette zur Durchstrahlung von Flüssigkeiten
geringer Schichtdicke

5

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft eine zerlegbare Küvette zur Bestimmung der Konzentration von stark lichtabsorbierenden Substanzen, die in schwach- oder nichtabsorbierenden Flüssigkeiten gelöst oder dispergiert sind, insbesondere von festen Verunreinigungen in Motorenölen, die Detergent-Dispersant-Zusätze enthalten.

15 Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es ist bekannt, die Konzentration fester Verunreinigungen in Motorenölen mit Hilfe von Küvetten auf fotometrischem Wege zu ermitteln.

20 Die in der DD-PS 48 051 beschriebene Küvette besteht aus zwei ineinandergesetzten Schalen mit planparallelen Böden, wobei sich zwischen den Böden der Außen- und der Innenschale ein Abstandshalter befindet. Eine derartige Küvette, die vorrangig in Ölgrobprüfgeräten eingesetzt wird, weist
25 den Nachteil auf, daß die zu prüfenden legierten Motorenöle vor der eigentlichen Messung verdünnt werden müssen.

In den US-PS 1 940 772, 2 059 374, 2 062 587, 2 062 588 und 2 082 252 sind bekannte technische Lösungen aufge-

führt, die zu einer Zeit erarbeitet wurden, als nur unlegierte Motorenöle verwendet wurden. Hierbei werden Fotometer mit Küvetten beschrieben, die vom Meßprinzip her auch für fotometrische Messungen an unverdünnten legierten, d. h. im allgemeinen wesentlich stärker verunreinigten Motorenölen als geeignet erscheinen, zu deren Herstellung jedoch ein beträchtlicher feinmechanischer Aufwand erforderlich ist. Die Fertigung von Küvetten mit variabler Schichtdicke, wie sie in den US-PS 2 690 695 und 2 889 736 sowie in der GB-PS 500 892 beschrieben werden, erfordert einen noch größeren materiell-technischen Aufwand. Darüber hinaus sind solche Küvetten schwierig zu reinigen; dies stellt einen erheblichen Mangel dar, da die Reinigung nach jeder Einzelmessung notwendig ist. Die in den US-PS 3 744 907 und 3 829 217 vorgeschlagenen Lösungen beinhalten küvettenähnliche Vorrichtungen, bei denen die zu untersuchende Flüssigkeit in einen keilförmigen Spalt zwischen zwei Platten aus lichtdurchlässigem Material gebracht wird. Diese Vorrichtungen scheinen geeignet, den Gehalt an Verunreinigungen auch bei legierten Ölen grob abzuschätzen; zur quantitativen Bestimmung des Gehaltes an festen Verunreinigungen in solchen Ölen sind sie jedoch nicht einsetzbar, da die zurexakten fotometrischen Messung der Lichtdurchlässigkeit bzw. der Extinktion notwendige definierte Schichtdicke nicht gegeben ist.

Die bekannten technischen Lösungen in ihrer Gesamtheit weisen darüber hinaus den Nachteil auf, daß die Bestimmung der Konzentration fester Verunreinigungen mit den beschriebenen Küvetten oder küvettenähnlichen Vorrichtungen nur von qualifizierten Fachkräften vorgenommen werden kann und im allgemeinen einen hohen Zeitaufwand erfordert.

Ziel der Erfindung

5 Ziel der Erfindung ist es, eine zerlegbare Küvette zur Durchstrahlung von Flüssigkeiten geringer Schichtdicke bereitzustellen, mit deren Hilfe die Konzentration stark lichtabsorbierender Substanzen, insbesondere fester Verunreinigungen von in Betrieb befindlichen legierten Moto-

10 renölen, mit geringem materiell-technischen, Zeit- und Kostenaufwand sowie mit hinreichender Zuverlässigkeit und Genauigkeit bestimmbar ist.

Darlegung des Wesens der Erfindung

15 Aufgabe der Erfindung ist es, eine zerlegbare Küvette mit einfachem Aufbau zu schaffen, die eine Durchstrahlung der zu untersuchenden Flüssigkeit in ausreichend niedriger, genau definierter, gleichmäßiger und reproduzierbarer Schichtdicke mit ultrarotem, sichtbarem, oder ultraviolettem Licht ermöglicht und eine quantitative Er-

20 mittlung des Gehaltes an stark lichtabsorbierenden Substanzen ohne vorherige Verdünnung der Probeflüssigkeit gestattet.

25 Überraschenderweise wurde die Aufgabe mit einer Küvette gelöst, die im wesentlichen dadurch charakterisiert ist, daß zwei planparallele Platten aus lichtdurchlässigem Material durch einen Abstandshalter geringer Stärke auf eine definierte Entfernung gebracht werden, wobei durch

30 mindestens 3 auf einer der Platten direkt über dem Abstandshalter angeordneten und mit Hilfe einer verstellbaren Arretiervorrichtung zusammendrückbaren Spiralfedern die Schichtdicke der Flüssigkeit im gesamten durchstrahlten Bereich exakt gleich der Stärke des Abstandshalters ist und eine der Platten oder beide Platten mit einer Nut

35 versehen sind, die eine Verbindung des durch die Platten und den Abstandshalter begrenzten Innenraumes mit der umgebenden Atmosphäre ermöglicht.

Die erfindungsgemäße Küvette besteht aus einer Grundplatte und einer Deckplatte aus einem für ultrarotes, sichtbares oder ultraviolettes Licht hinreichend durchlässigen Material, einem Abstandshalter und einem Gestell, das dem erforderlichen Zusammenhalt und der Funktionssicherheit der Küvette dient.

Der Abstandshalter, der eine Stärke von 0,005 bis 0,1 mm aufweist, bestimmt die Schichtdicke der Probeflüssigkeit; er befindet sich zwischen Grund- und Deckplatte und ist mit einer der Platten fest oder lösbar verbunden.

Zur Stabilisierung der Küvette sind auf der Grundplatte 3 Seitenwände befestigt. Zwischen den Seitenwänden dieses oben und an einer Seite offenen Kästchens befindet sich planparallel zur Grundplatte die lose eingelegte Deckplatte. Auf der Oberseite der Deckplatte sind mindestens 3 Spiralfedern so angeordnet, daß der bei Belastung der Spiralfedern erzeugte Druck direkt über dem Abstandshalter wirksam wird.

Grund- und/oder Deckplatte sind mit einer Nut versehen, die von der offenen Seitenwand des Kästchens bis über den Abstandshalter hinweg in den Innenraum reicht, der durch den Abstandshalter und die beiden Platten begrenzt wird. Die Nut besitzt einen beliebigen Querschnitt und weist eine Tiefe von mindestens 0,1 mm auf.

An einer der 3 Seitenwände ist ein in Richtung der oben offenen Seite des Kästchens schwenkbarer Deckel befestigt, der im durchstrahlten Bereich der Küvette mit einer ausreichend großen Öffnung versehen ist. Die Arretierung für den Deckel ist an der gegenüberliegenden Seitenwand so verstellbar angeordnet, daß der Deckel nach dem Schließen in erforderlichem Maße auf die Spiralfedern preßbar ist. Zur Ermittlung der Konzentration stark lichtabsorbierender Substanzen werden bei geöffnetem Deckel und herausgenommener Deckplatte einige Tropfen der zu untersuchenden Flüssigkeit auf die Grundplatte aufgebracht. Nach dem Einlegen der Deckplatte wird der Deckel mit Hilfe der verstellbaren Arretierung geschlossen und auf die Spiralfeder

dern gepreßt.

Der durch das Zusammenpressen der auf der Deckplatte direkt über dem Abstandshalter angeordneten Spiralfedern erzeugte Druck bewirkt, daß die Deckplatte vollkommen
5 gleichmäßig auf den Abstandshalter und damit gegen die Grundplatte gedrückt wird. Dadurch wird eine Deformierung der Deckplatte vermieden. Die in eine oder beiden Platten eingearbeitete Nut ermöglicht einen Druckausgleich zwischen der im Innenraum befindlichen Probeflüssigkeit
10 und der umgebenden Atmosphäre.

Die Schichtdicke der zu untersuchenden Flüssigkeit gleicht somit im gesamten durchstrahlten Bereich genau der Stärke des Abstandshalters.

15 Unmittelbar nach dem Schließen und der unter Druckerzeugung vorgenommenen Arretierung des Deckels erfolgt die Durchstrahlung der in der Küvette enthaltenen Probeflüssigkeit in genau definierter und gleichmäßiger Schichtdicke mit ultrarotem, sichtbarem oder ultraviolettem Licht
20 und im weiteren die Messung der Lichtabsorption oder Extinktion nach bekannten Verfahren mit Hilfe eines Fotometers oder Kolorimeters. Zur Durchführung von Schnellbestimmungen ist es zweckmäßig, die Küvette mit sichtbarem Licht zu durchstrahlen und die Helligkeit des hindurchtretenden Lichtes visuell mit der Helligkeit des
25 Lichtes zu vergleichen, das durch optische Vergleichsfilter gegangen ist.

aus dem gemessenen Absorptions- oder Extinktionswert oder aus dem durch visuellen Vergleich ermittelten Helligkeitswert kann die Konzentration der stark lichtabsorbierenden
30 Substanz in der Flüssigkeit unter Berücksichtigung der durch den Abstandshalter vorgegebenen Schichtdicke mit Hilfe einer entsprechenden Eichkurve ermittelt werden. Nach beendeter Messung wird die Küvette in umgekehrter
35 Reihenfolge geöffnet, wonach die Deckplatte, die Grundplatte und der Abstandshalter leicht und schnell zu reinigen sind.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll nachstehend an einem Ausführungsbeispiel näher erläutert werden.

5

In einer Ausführungsform der erfindungsgemäßen Küvette bestehen Grund- und Deckplatte sowie die 3 Seitenwände aus farblosem organischen Glas. Der Abstandshalter besteht aus 0,03 mm starker Aluminiumfolie, besitzt die Form eines Kreisringes mit einem Außendurchmesser von 35 mm sowie einer Breite von 5 mm und ist in der Mitte der Grundplatte aufgeklebt.

10

Die 3 Seitenwände sind mit der Grundplatte fest verschraubt. Auf der Oberseite der lose eingelegten Deckplatte sind 4 Stahlstifte zur Halterung und Justierung von 4 Spiralfedern eingelassen, die sich genau über der Kreisringfläche des Abstandshalters befinden und in dieser Ausführungsform die Eckpunkte eines Quadrates bilden. Grund- und Deckplatte weisen eine Nut mit jeweils halbrundem Querschnitt und einer Tiefe von 0,3 mm auf, die von der offenen Seitenwand der Küvette bis in den Innenraum des kreisringförmigen Abstandshalters reicht.

15

20

Der an einer Seitenwand mittels eines Scharniers befestigte Deckel aus 3 mm starkem Stahlblech besitzt in der Mitte eine kreisförmige Öffnung, deren Durchmesser dem Innendurchmesser des Abstandshalters entspricht. In geschlossenem Zustand greift eine an der gegenüberliegenden Seitenwand drehbar gelagerte Schraube mit einer Rändelmutter in einen Schlitz des Deckels ein und ermöglicht so das Zusammendrücken der Spiralfedern.

25

30

Zur Bestimmung der Konzentration fester Verunreinigungen eines im Einsatz befindlichen legierten Dieselmotorenöles werden einige Tropfen des zu untersuchenden Öles im Innenraum des Abstandshalters auf die Grundplatte aufgebracht. Nach dem Einlegen der Deckplatte mit den Stahlstiften und aufgesetzten Spiralfedern wird der Deckel der

35

Küvette mittels der eingerasteten Schraube geschlossen und durch einige Umdrehungen der Rändelmutter auf die Spiralfedern gepreßt.

- 5 Anschließend wird die Küvette mit sichtbarem Licht durchstrahlt; die Helligkeit des hindurchtretenden Lichtes wird durch visuellen Vergleich mit der Helligkeit des Lichtes ermittelt, das durch ein Vergleichsfilter mit ähnlicher, definierter Durchlaßfähigkeit gegangen ist.
- 10 Unter Berücksichtigung der Schichtdicke wird aus dem ermittelten Helligkeitswert die Konzentration der festen Verunreinigungen in der Probeflüssigkeit mittels einer Eichkurve bestimmt.

- 15 Nach Beendigung der Messung erfolgt die Reinigung der Deckplatte, der Grundplatte und des Abstandshalters durch Abwischen mit Filterpapier.

Erfindungsanspruch

- 5 1. Zerlegbare Küvette zur Durchstrahlung von Flüssigkeiten geringer Schichtdicke, bestehend aus zwei planparallelen Platten aus lichtdurchlässigem Material, einem zwischen beiden Platten befindlichen Abstandshalter und einer Haltevorrichtung, gekennzeichnet dadurch, daß durch mindestens 3 auf einer der Platten
10 direkt über dem Abstandshalter angeordneten und mit Hilfe einer verstellbaren Arretiervorrichtung zusammendrückbaren Spiralfedern die Schichtdicke der Flüssigkeit im gesamten durchstrahlten Bereich exakt gleich der Stärke des Abstandshalters ist und eine der Platten oder beide Platten mit einer Nut versehen sind, die
15 den durch die Platten und den Abstandshalter begrenzten Innenraum mit der umgebenden Atmosphäre verbindet.
- 20 2. Zerlegbare Küvette nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß der zwischen den Platten befindliche Abstandshalter eine Stärke von 0,005 bis 0,1 mm aufweist.
- 25 3. Zerlegbare Küvette nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß die in einer der Platten oder beiden Platten eingearbeitete Nut einen beliebigen Querschnitt besitzt und eine Tiefe von mindestens 0,1 mm aufweist.