P01 0539C

KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY

71.336/DO

KIVONAT

Eljárás széntartalmú vegyületeket tartalmazó vizes tisztító oldatok terhelésének automatikus meghatározására

A találmány tárgya eljárás vizes tisztító oldatok szervetlenül és/vagy szervesen kötött széntartalmának automatikus ellenőrzésére és vezérlésére. Az eljárás során programvezérelten a) a vizes tisztító oldatból előre adott térfogatú mintát veszünk; b) kívánat esetén a mintából eltávolítjuk a szilárd anyagokat és/vagy a mintát homogenizáljuk; c) kívánat esetén a mintát előre adott vagy egy előzetes meghatározás eredményeként megállapított arányban vízzel hígítjuk; d) a szervetlenül és/vagy szervesen kötött széntartalmat önmagában ismert eljárásokkal meghatározzuk; e) a meghatározás eredményét egy távoli helyre átvisszük és kiadjuk és/vagy egy adathordozón tároljuk és/vagy további számításokhoz alapként használjuk. Az eljárás során a mérőberendezést programvezérelten vagy külső igény szerint automatikusan ellenőrizzük. Fürdőkarbantartási lépéseket programvezérelten vagy külső igény szerint lehet foganatosítani.

2002. 01. 17.

Feltüntető aláírás: Ø

Schuster

P01 05396

S.B.G. & K.
Nemzetközi
Szabadalmi Iroda
H-1062 Budapest, Andrássy út 113.
Telefon: 34-24-950, Fax: 34-24-323

71.336/DO

KÖZZÉTÉTELI PÉLDÁNY

A2

Eljárás széntartalmú vegyületeket tartalmazó vizes tisztító oldatok terhelésének automatikus meghatározására

A találmány tárgya eljárás tisztító fürdők automatikus ellenőrzésére és vezérlésére, amelynek során mérési és vezérlési paraméterként a vizes tisztító oldat szervetlenül vagy szervesen kötött széntartalmát („inorganic carbon", IC, illetőleg „total organic carbon", TOC) vagy ezek összegét („total carbon", TC) határozzuk meg. Az eljárást elsősorban a fémfeldolgozó iparban, például a gépkocsigyártásban a folyamatban használt technikai tisztító fürdőkhöz dolgoztuk ki. Az eljárás lehetővé teszi például a tisztító fürdő TOC paraméterrel jellemzett, elsősorban zsírokkal és olajokkal való terhelésének automatikus ellenőrzését, szükség esetén a tisztító fürdő automatikus vagy külső igény alapján történő kiegészítését vagy egyéb fürdőkarbantartási lépések megindítását. Az eljárás elsősorban úgy van kialakítva, hogy a meghatározások eredményeit a tisztító fürdőtől távoli helyre át lehet vinni. Ezen kívül a tisztító fürdőtől távoli helyről a mérés automatikus lefolyásába be lehet avatkozni, vagy az utánadagolást vagy egyéb fürdőkarbantartási lépéseket meg lehet indítani. A „tisztító fürdőtől távoli hely" lehet például egy fölérendelt folyamatirányító rendszerben, vagy annak az üzemnek az irányító központjában, amelyben a tisztító

fürdő 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 leoldott vagy kilúgozott ideiglenes bevonatok, pigmentszenny, por, fémpor, korrózióvédő olajok, az összeállításhoz használt anyagok, így például ragasztómaradékok, hűtőkenő anyagok vagy a képlékeny alakításhoz használt segédanyagok. A továbbfeldolgozás, így különösen korrózióvédő kezelés vagy bevonás (például foszfátozás, kromátozás, anódos oxidálás, reakció komplex fluoridokkal, szerves bevonás stb.) előtt vagy lakkozás előtt ezeket a szennyezéseket alkalmas tisztító oldattal el kell távolítani. Erre célra szóró, bemerítő vagy kombinált eljárásokat alkalmaznak.

A fémfeldolgozó iparban az ipari tisztító anyagok rendszerint lúgosak (a pH-érték 7 felett van, például 9÷12), de lehetnek savasak is. A lúgos tisztító anyagok alapösszetevői alkáliák (alkáli fém-hidroxidok, fémkarbonátok, fémszilikátok, fémfoszfátok, fémborátok), valamint nem ionos és/vagy anionos tenzidek [felületaktív anyagok]. A tisztító anyagok járulékos segédösszetevőkként gyakran tartalmaznak komplexképzőket (glukonátokat, polifoszfátokat, amino-karbonsavak sóit, 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 savas tisztító fürdők lúgok helyett savakat, így például foszforsavat vagy kénsavat tartalmaznak.

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 és alkil-szulfonátok. Előfordulnak még alkil-benzol-szulfonátok, de ezek környezeti szempontból hátrányosak. Kationos tenzidekként elsősorban kationos alkil-ammónium vegyületek jönnek tekintetbe, amelyek legalább egy 8 vagy több szénatomos alkilmaradékot tartalmaznak.

A tisztítási folyamat következtében a tisztító oldatban feldúsulnak a felületekről leoldott szennyösszetevők. A pigmentszenny szervetlenül kötött szénnel való terhelést idézhet elő. A korrózióvédő olajok, a hűtő-kenő anyagok vagy a képlékeny alakításhoz használt segédanyagok, például huzalhúzó zsírok és/vagy leoldott vagy kilúgozott szerves bevonatok vagy az összeállításhoz használt anyagok a tisztító oldatot szervesen kötött szénnel terhelik. Mivel ez a szervesen kötött szén nagyobbrészt ásványolajok, ásványi zsírok vagy pedig állati vagy növényi eredetű olajok és zsírok alakjában van jelen, ezért ezeket gyakran röviden a tisztító oldat „zsírterhelésének" nevezik. Az ilyen olajok és zsírok többnyire emulgeált alakban vannak jelen a tisztító oldatban. Az állati vagy növényi eredetű olajokat és

zsírokat azonban a lúgos tisztító oldat legalább részben hidrolizálni tudja. A hidrolízis termékei ezután oldott alakban is jelen lehetnek a tisztító oldatban. A tisztító oldat túl nagy TOC terhelése esetén már nincs biztosítva, hogy a tisztítandó alkatrészek a szükséges mértékben megszabaduljanak az olajoktól és zsíroktól, vagy fennáll annak veszélye, hogy az olajok és zsírok újból bevonják a tisztított alkatrészeket, amikor azokat a tisztító oldatból eltávolítják. Ezért a tisztító oldat zsírterhelését egy kritikus maximális érték alatt kell tartani. Ez az érték a tisztított alkatrészek további alkalmazásától és a tisztító oldat összetételétől függhet. Nagy zsírterhelés esetén vagy a tisztító oldat zsírtartalma növelhető a tisztító oldat zsíroldó képességének fokozása végett, vagy fürdőkarbantartási intézkedéseket foganatosítanak a tisztító oldat zsírterhelésének csökkentése végett. A zsírterhelés előre adott maximális határa esetén ez feltétlenül szükséges. A legegyszerűbb esetben a tisztító oldatot teljesen vagy részben kidobják, és újat állítanak össze, vagy friss tisztító oldattal kiegészítik. Az ekkor keletkező szennyvíz miatt, valamint a frissvíz igénye miatt azonban arra törekszenek, hogy a zsírokat és olajokat a tisztító oldattól elválasszák, és a tisztító oldatot, adott esetben hatóanyagokkal kiegészítve, tovább használják. Erre alkalmas berendezések, például a szeparátorok és membránszűrő berendezések a technika állásából ismertek.

Eddig a tisztító oldatok tisztítási teljesítményét vizuálisan, a tisztítás eredménye alapján ítélték meg. A berendezést kezelő személyzet értékeli a tisztítási teljesítményt, és foga-

natosítja a szükséges intézkedéseket, például kiegészíti vagy felújítja a fürdőt. Ez a jelenleg szokásos eljárás feltételezi, hogy a kellő ellenőrzési időpontokban kezelő személyzet tartózkodjon a tisztító fürdő közelében. Minél rövidebb ellenőrzési időközöket kívánnak, annál nagyobb a kezelő személyzet igénybevétele a vizuális értékeléshez.

A találmányunk elé kitűzött feladat a tisztító fürdők szervetlenül és/vagy szervesen kötött széntartalom meghatározása útján végzett ellenőrzésének olyan automatizálása és dokumentálása, hogy a meghatározásnak 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 ellenőrizhetőknek kell lenniük. Ezen kívül távoli helyről be lehessen avatkozni a mérés lefolyásába és a folyamatban használt oldatok karbantartásának lépéseibe. A feladatként kitűzött távellenőrzésnek csökkentenie kell a tisztító fürdők ellenőrzésére és vezérlésére ráfordítandó emberi munkát.

Ezt a feladatot a vizes tisztító oldatok szervetlenül és/vagy szervesen kötött széntartalmának automatikus meghatározására szolgáló eljárás tekintetében a találmány értelmében úgy oldjuk meg, hogy programvezérelten

a) a vizes tisztító oldatból előre adott térfogatú mintát veszünk,

b) kívánat esetén a mintából eltávolítjuk a szilárd anyago-

kat és/vagy a mintát homogenizáljuk,

c) kívánat esetén a mintát előre adott vagy egy előzetes meghatározás eredményeként megállapított arányban vízzel hígítjuk,

d) a szervetlenül és/vagy szervesen kötött széntartalmat az önmagukban ismert eljárásokkal meghatározzuk,

e) a meghatározás eredményét egy távoli helyre átvisszük és kiadjuk és/vagy egy adathordozón tároljuk és/vagy további számításokhoz alapként használjuk.

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 továbbá felépíthető úgy, hogy a minta alkalmazandó térfogatát függővé teszi egy előző mérés eredményétől és/vagy a mintát automatikusan egy kedvező mérési tartományba hígítja. A minta térfogata például annál nagyobbra választható, minél kisebb a tisztító fürdő zsírtartalma. Így a meghatározás 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 tisztító fürdővel. 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 tisztító für-

dő. „Távoli helyként" azonban szóba kerülhet olyan hely is, amely kívül van azon az üzemen, ahol a tisztító fürdő van. Ez lehetővé teszi, hogy a tisztító fürdőt olyan szakemberek ellenőrizzék és vezéreljék, akik nem abban az üzemben tartózkodnak, amelyben a tisztító fürdő van. Ennek következtében jóval ritkábban van szükség arra, hogy szakértő személyzet tartózkodjon a tisztító fürdő helyén.

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

A mintavétel és a tulajdonképpeni mérés között szükség lehet arra, hogy a mintából a fakultatív b) lépésben a szilárd anyagokat eltávolítsuk. Ha a tisztító fürdő kevés szilárd anyaggal van terhelve, akkor erre nincs szükség. Túl nagy szilárdanyagtartalom esetén azonban a mérőberendezés szelepei eldugulhatnak. Ezért ajánlatos a szilárd anyagokat a mintából eltávolítani. Ez történhet automatikusan, szűréssel, vagy egy ciklon vagy egy centrifuga alkalmazásával. Ajánlatos a mintát például erőteljes keveréssel homogenizálni. Ezzel elérjük az adott esetben durva olaj- vagy zsírcseppek alakjában lévő szerves szennyezések egyenletes és finom eloszlását.

A c) lépésben a mintát szükség esetén meghatározott arányban vízzel hígítjuk. Ez az arány lehet fixen előre adott, de egy távoli helyről változtatható. A hígítási arány azonban függővé tehető a szervetlenül és/vagy szervesen kötött széntartalom előző meghatározásának eredményétől. Ez biztosítja, hogy a mintaoldat széntartalma olyan tartományban legyen, amely lehetővé teszi az

optimális meghatározást a választott módszerrel.

A d) lépésben a szervetlenül és/vagy szervesen kötött szenet például úgy lehet meghatározni, hogy CO_2-dá alakítjuk át, és a képződött CO_2-ot kvantitatívan meghatározzuk.

A CO_2 átalakítása oxidálással például megnövelt hőmérsékleten végzett égetéssel, gázfázisban végezhető. Égetéskor a megnövelt hőmérséklet előnyös módon kb. 600°C felett van, például kb. 680°C. Az égetést előnyös módon levegővel vagy oxigénnel, reakciócsőben, katalizátor segítségével végezzük. Katalizátorként például nemesfém-oxidok vagy más fém-oxidok, például vanadátok, vanádium-oxidok, króm-oxidok, mangán-oxidok vagy vas-oxidok jönnek tekintetbe. Alumínium-oxidra lecsapatott platinát vagy palládiumot is lehet katalizátorként használni. Ezzel az eljárással közvetlenül egy CO_2-tartalmú égési gázt kapunk, amelynek a CO_2-tartalmát a később leírandók szerint lehet meghatározni.

A gázfázisban végzett elégetés alternatívája a CO_2-dá nedves kémiai úton történő átalakítás. Ekkor a mintában lévő szenet erős kémiai oxidálószerrel, például hidrogén-peroxiddal vagy peroxo-diszulfáttal oxidáljuk. Ez a nedves kémiai oxidálási reakció kívánat esetén egy előbb említett jellegű katalizátorral és/vagy ultrahangos besugárzással gyorsítható. Ebben az esetben előnyös a keletkező CO_2-ot a kvantitatív meghatározáshoz gázárammal kihajtani a - szükség esetén savazott - mintából. Ekkor a karbonátok alakjában lévő vagy CO_2 által megkötött szén is meghatározható.

Függetlenül attól a módszertől, amellyel a gáz alakú CO_2-ot létrehoztuk, kvantitatív meghatározása a következő módszerek

egyikével végezhető. A minta ismert mennyisége esetén ebből kiszámítható a tisztító oldat szervetlenül és/vagy szervesen kötött széntartalma. Egy másik változat szerint, ha szervetlenül kötött szén nincs jelen vagy előzetesen eltávolítottuk, akkor a meghatározás eredményét előre adott átszámítási tényezővel, mint a tisztító fürdő egy literjére jutó zsírterhelést adjuk meg.

A kapott gázáram CO_2-tartalmának meghatározására különböző, a technika állása szerint ismert módszerek jönnek tekintetbe. A gázokat például át lehet vezetni egy elnyelő oldaton, és mérni lehet például az elnyelő oldat súlynövekedését. Erre például vizes kálium-hidroxid oldat alkalmas, amely a CO_2-ot úgy veszi fel, hogy közben kálium-karbonát képződik. A súlynövekedés meghatározása helyett a CO_2 elnyelése után meghatározható az elnyelő oldat villamos vezetőképességének változása vagy maradó alkalitása.

A képződött CO_2 elnyelethető alkalmas szilárd testen is, amelynek a súlynövekedését mérjük. Erre például nátronazbeszt alkalmas. Magától értetődik, hogy mind az elnyelő oldatot, mind a szilárd elnyelő anyagot cserélni kell, ha kimerültek és már nem tudnak CO_2-ot megkötni.

Automatikusan működő eljárásnál azonban egyszerűbb a gáz CO_2-tartalmát az infravörös elnyelés mérése útján kvantitatívan meghatározni. Az infravörös elnyelés meghatározható például 4,26 µm hullámhosszon, ami 2349 cm^{-1} hullámszámnak felel meg. A minta égetésére és az infravörös elnyelés mérésére alkalmas műszerek a technika állásából ismertek. Megemlítjük például a Shimadzu cég TOC-rendszerét.

Az égési gáz, illetőleg a mintából kihajtott gáz CO_2-

tartalmának fotometrikus meghatározására nemcsak diszperzíven működő infravörös spektrométerek, hanem nem diszperzív fotométerek is tekintetbe kerülnek. Ezek „NDIR-műszerekként" ismertek. Ilyen műszert például a DE-A-44 05 881 számú szabadalmi irat ír le.

Ennél a meghatározási módszernél azt a szenet is mérjük, amely a tisztító oldatba szándékosan bevitt hatóanyagokból származik. Ilyenek például a tenzidek, a szerves korróziógátló anyagok és a szerves komplexképzők. Ezek részaránya a tisztító oldatban bizonyos ingadozási határok között ismert vagy külön meghatározható. A szervesen kötött szénnek az ezekből a hatóanyagokból származó részaránya tehát kivonható a meghatározás eredményéből. Ekkor megkapjuk azt a részarányt, amely a bevitt szennyezésekből származik. A gyakorlatban a szén meghatározásakor nem kell feltétlenül figyelembe venni a hatóanyagok alakjában lévő szenet. Gyakran elég a tisztító oldatban lévő széntartalom felső határának olyan megszabása, amely már figyelembe veszi a hatóanyag-tartalmat. A szén meghatározásakor ekkor azt állapítjuk meg, hogy a szénterhelés alatta vagy felette van ennek a maximális határnak.

A szervesen kötött szén liofil anyagok alakjában jelenlévő részaránya egy másik változat szerint úgy határozható meg, hogy a liofil anyagokat vízzel nem minden arányban keverhető szerves oldószerben extraháljuk. Az oldószer elpárolgása után a liofil anyagok visszamaradnak és gravimetrikusan meghatározhatók. Előnyösebb azonban az extraktumban lévő liofil anyagok infravörös elnyelésének fotometrikus meghatározása. Itt vízzel nem minden

arányban keverhető szerves oldószerként elsősorban halogénezett szénhidrogének jönnek tekintetbe. Erre előnyös példa az 1,1,2-triklór-trifluór-etán. Ez a meghatározási módszer a DIN 38409 számú szabvány 17. részén alapszik. Ezzel a módszerrel szemben a liofil anyagok részarányát a mintában nem gravimetrikusan, a szerves oldószer elpárolgása után határozzuk meg, hanem fotometrikusan, a szerves oldószerben határozzuk meg. A kvantitatív meghatározást előnyös módon a DIN 38409 számú szabvány 18. része szerint az extraktumban lévő liofil anyagok infravörös elnyelésének a CH_2-csoport egy jellegzetes rezgési frekvenciáján végzett mérésével hajtjuk végre. Ekkor ajánlatos az extraháláshoz olyan szerves oldószert használni, amely nem tartalmaz CH_2-csoportokat. Ehhez a fotometrikus meghatározáshoz például a 3,42 µm-es (2924 cm^{-1}) infravörös elnyelési sáv használható. Ezzel észlelhető minden szerves anyag, amely CH_2-csoportokat tartalmaz, és amely a szerves oldószerbe extrahálható. Részben ezek a tisztító oldatban lévő tenzidek is. Amennyiben ezek részarányát együtt nem kell meghatározni, akkor ehhez külön, másik módszerrel végzett meghatározásra van szükség, és ennek eredményét ki kell vonni az összeredményből. Szükség esetén előbb meg kell határozni a tenzideknek a tisztító oldat és a vízzel nem minden arányban keverhető, szerves oldószer közötti eloszlási arányát. A gyakorlatban azonban elegendő lehet a tisztító oldat liofil anyagokkal való megengedett terhelésére egy maximális értéket rögzíteni, amely figyelembe veszi a tenzidek részarányát. Ennek a maximális értéknek a túllépésekor fürdőkarbantartási intézkedéseket kell foganatosítani.

Ennek a módszernek a keretében ajánlatos az infravörös spektrométert ismert mennyiségű liofil anyaggal hitelesíteni. Hitelesítő oldatként alkalmas például 100 ml 1,1,2-triklór-trifluór-etánban oldott 400...500 mg metil-palmitát. Ez a hitelesítő oldat az infravörös fotométer működésének ellenőrzésére is szolgál.

Ennek során előnyös módon úgy járunk el, hogy a tisztító oldatból vett mintát először foszforsavas magnézium-szulfát oldattal elkeverjük. Ezt az oldatot úgy készítjük el, hogy 220 g kristályos magnézium-szulfátot és 125 ml 85 tömeg%-os foszforsavat ionmentesített vízben oldunk, és ezt az oldatot ionmentesített vízzel 1000 g-ra feltöltjük. A mintaoldatot elkeverjük kb. 20 ml foszforsavas magnézium-szulfát oldattal. Ezután hozzáadunk 50 ml vízzel nem minden arányban keverhető, szerves oldószert, előnyös módon 1,1,2-triklór-trifluór-etánt. A vizes és a szerves fázist összekeverjük, fáziselválasztást hozunk létre, és elválasztjuk a szerves fázist. Ezt a szerves fázist előnyös módon mégegyszer mossuk a foszforsavas magnézium-szulfát oldattal, ismét fáziselválasztást hozunk létre, és a szerves fázist lefejtjük. A szerves fázist mérőküvettába visszük át, és az infravörös elnyelést a CH_2-csoport egy rezgési sávjában mérjük. Mérőküvettaként alkalmas például 1 mm rétegvastagságú kvarcüveg küvetta. A hitelesítési görbével összehasonlítva, amely a fotométer vakértékét is tartalmazza, az infravörös elnyelés alapján meghatározható a liofil anyagok mennyisége a mintában.

A meghatározás eredményét ezután a választott meghatározási módszertől függetlenül kiadjuk és/vagy egy adathordozón tároljuk

(e) lépés). Az adathordozó lehet a meghatározás helyén vagy egy távoli számítóegységben. 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 szénmeghatározások 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 széntartalom helyett az értékek trendjét és/vagy relatív változását lehet kijelezni, vagy a pillanatnyi széntartalmakat a „maximális 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 tisztító fürdő 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 ismé-

teljük, 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. Lehetséges az is, hogy a mérési időközök a tisztító oldatban lévő más anyagok mérésének eredményeitől függenek. Azokat az időközöket például, amelyekben a tisztító oldatban lévő szervetlenül és/vagy szervesen kötött szenet mérjük, a tenzidtartalom mérésének eredményeitől lehet függővé tenni. Magától értetődően a változó mérési időközöket kívülről is meg lehet adni. Ezek az időközök ekkor a tisztító fürdőn átmenő anyagmennyiségtől és/vagy a tisztítandó cikkek ismert átlagos szennyezettségétől függenek.

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 tisztító fürdő széntartalma azonnal ellenőrizhető, ha a folyamat későbbi lépéseiben minőségi problémákat észleltünk. A széntartalom mérése tehát megvalósítható idővezérléssel (rögzített időközök szerint) vagy eseményvezérelten (észlelt változások esetén vagy külső igények alapján).

A mintavevő és mérő rendszert előnyös módon úgy alakítjuk ki, hogy a különböző tisztító fürdőkből vett mintákat egy központi mérőegységbe lehessen vezetni. A szóban forgó iparágban a fém alkatrészeket általában több egymás utáni tisztító fürdőben

tisztítják. Az egyes tisztító fürdőkhöz vezető mintavezetékeken át az adott tisztító oldatok széntartalmát egyetlen mérőegységgel, egymás után meg lehet határozni. Az egyes fürdők mérési sorrendjét kívülről lehet megadni. Az egyes tisztító fürdők számára eltérő mérési időközöket lehet megszabni, úgyhogy például egy bizonyos tisztító fürdőt gyakrabban ellenőrzünk, mint egy másikat. Ezen kívül lehetséges az is, hogy a sorban hátrább lévő tisztító fürdő széntartalmát csak akkor ellenőrizzük, ha a széntartalom egy a sorban előbb lévő tisztító fürdőben elért egy meghatározott határértéket.

A találmány szerinti eljárás foganatosításakor kívánatos lehet mind a szervetlenül kötött, mind a szervesen kötött szén (TOC) megállapítása. Ez például akkor fordul elő, ha a széntartalom meghatározásához a mintát elégetjük. Ekkor az oldott CO_2-ot vagy a karbonátok alakjában lévő szenet is mérjük, ha a karbonátok a választott égetési hőmérsékleten CO_2-ot hasítanak le. Ha ebben az esetben a szervetlenül kötött szenet nem kell belemérni, akkor ezt úgy lehet eltávolítani, hogy a mintát savazzuk, és a képződött CO_2-ot gázzal, például levegővel vagy nitrogénnel kifújjuk. Ez kívánatos lehet, ha a tisztító fürdőnek külön csak a „zsírterhelését" kívánjuk meghatározni. A liofil anyagok alakjában lévő széntartalomnak az előbb leírt extrahálási módszerrel végzett meghatározásakor a szervetlenül kötött szenet nem mérjük bele automatikusan.

Ugyanígy az illékony szerves vegyületeket is gázzal, például levegővel vagy nitrogénnel kifújva lehet eltávolítani a mintából a d) lépés végrehajtása előtt. Így például az illékony oldósze-

reket lehet a szénmeghatározás előtt eltávolítani.

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 olyan standardoldatot mérünk, amely ismert mennyiségű szervetlenül és/vagy szervesen kötött szenet tartalmaz. Ez az ellenőrzés akkor áll legközelebb a valósághoz, ha standardoldatként olyan standard tisztító oldatot használunk, amelynek az összetétele a lehető legközelebb van az ellenőrzendő tisztító oldatéhoz. Az ellenőrzéshez és/vagy hitelesítéshez azonban olyan standardoldatokat is lehet használni, amelyek nem tisztító oldatok.

Ha a mérőberendezés egy standardoldat ellenőrző mérése során akkora széntartalmat állapít meg, amely egy előre adandó minimális értékkel eltér az előírt tartalomtól, akkor a mérőberendezés helyileg vagy előnyös módon egy távoli helyre riasztó jelentést ad le. A riasztó jelentés tartalmazhat a mérőberendezés vezérlő programja vagy a fölérendelt folyamatirányító rendszer által kiválasztott beavatkozási javaslatot.

A találmány szerinti eljárás egyik foganatosítási módja szerint egy vagy több standardoldat ellenőrző mérésével akkor ellenőrizzük az alkalmazott mérőberendezés működőképességét, ha két egymást követő mérés eredményei előre adott értékkel különböznek egymástól. Ezáltal meg lehet különböztetni azt, hogy a

tisztító oldat széntartalmának megállapított különbségei valósak és fürdőkarbantartási lépéseket igényelnek, vagy hogy azokat a mérőrendszerben fennálló hiba hozta létre.

Az alkalmazott mérőberendezés ellenőrzésének eredményétől függően a szervetlenül és/vagy szervesen kötött széntartalomnak 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 egymás utáni ellenőrző mérések azt mutatják, hogy a berendezés helyesen működik, akkor a széntartalom meghatározásait „rendben" állapotjelöléssel lehet ellátni. Ha az ellenőrző mérések eredményei előre adott minimális értékkel különböznek egymástól, akkor a széntartalomnak az ebben az időközben végzett meghatározásait „kétséges" állapotjelöléssel lehet ellátni.

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

A találmány szerinti eljárásban alkalmazott mérőrendszer előnyös módon úgy van kialakítva, hogy az alkalmazott standard oldatok és tesztoldatok, valamint esetleg segédoldatok töltési szintjeit és/vagy felhasználását automatikusan felügyeli, 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 a 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 tisztító fürdő helyén tartózkodnia, állandóan tájékoztatást kap ennek az oldatnak a szervetlenül és/vagy szervesen kötött pillanatnyi széntartalmáról és ezzel a pillanatnyi zsír- és olajterhelésről. 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 legegyszerűbb helyesbítési lépés az, hogy a szervetlenül

és/vagy szervesen kötött szén előre adott legmagasabb értékének túllépésekor vagy külső igény alapján aktiválunk egy berendezést, amely egy vagy több kiegészítő összetevőt (oldatot vagy port) adagol a tisztító fürdőbe. Ez történhet automatizáltan úgy, hogy a megállapított széntartalom szerint meghatározott mennyiségű kiegészítő oldatot vagy kiegészítő port adunk hozzá a tisztító fürdőhöz. 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 értéktől való meghatározott eltérések esetén (különösen akkor, ha az ellenőrző mérések szerint a mérőberendezés működőképes) meghatározott mennyiségű kiegészítő összetevőt utánadagolunk a tisztító fürdőbe. Emellett ezek a fürdőkiegészítő lépések végezhetők akkor is, ha megállapítottuk a széntartalom előre adott minimális változását. Ez az utánadagolás azonban a pillanatnyi széntartalomtól függetlenül, külső, például egy távoli helyről származó igény alapján is bekövetkezhet. Utánadagoláskor, például tenzidek utánadagolásakor nő a tisztító oldat széntartalma. A széntartalom következő meghatározásakor ezt figyelembe kell venni. Ez történhet automatikusan. Tenzid hozzáadása növeli a tisztító fürdő olaj- és zsírhordó képességét. Megfelelően növelni kell a szénterhelés eltűrhető maximális értékét, amelynek túllépésekor a következő fürdőkarbantartási lépést megindítjuk. Ezt a vezérlő program automatikusan előírhatja.

Fürdőösszetevők, mint például tenzidek utánadagolása helyett vagy a szervetlenül és/vagy szervesen kötött szén előre adott maximális mennyiségének túllépésekor fürdőkarbantartási lépéseket lehet foganatosítani, amelyek csökkentik a tisztító oldatban tartalmazott szervetlenül és/vagy szervesen kötött szenet. Az ilyen fürdőkarbantartási lépések célja elsősorban a tisztító oldat zsír- és olajtartalmának csökkentése. A legegyszerűbb esetben ehhez teljesen vagy részben leengedjük a tisztító oldatot és friss tisztító oldattal pótoljuk. Gazdaságosabb azonban a tisztító oldatból a zsírokat és olajokat a technika állásából ismert lépésekkel, így szeparátoros leválasztással vagy membránszűrős elválasztással eltávolítani. Mivel ennek az eljárásnak a során legalább részben tenzidek is távoznak, ezért a tisztító oldatot megfelelően ki kell egészíteni. Ezeknek a lépéseknek a foganatosítása is nemcsak a tisztító oldat abszolút széntartalmától tehető függővé, hanem a széntartalom előre adott változásától is.

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 vezérléséhez és méréséhez szükséges edényeket az oldatok számára, 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 kommuni-

kálhasson.

A találmány szerinti eljárás lehetővé teszi egyrészt tisztító fürdők széntartalmának helyszíni ellenőrzését és előre adott helyesbítő lépések kézi beavatkozás nélküli foganatosítását. Ez fokozza a folyamat biztonságát, és lehetővé teszi, hogy a tisztításnak állandóan megbízható eredménye legyen. Az eltérések az előírt értéktől korán felismerhetők, és a tisztítás 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 tisztító fürdő állapotáról, ha nem tartózkodik annak közvetlen közelében. Ezáltal jelentősen csökkenthető a tisztító fürdő 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 vizes tisztító oldatok szervetlenül és/vagy szervesen kötött széntartalmának automatikus ellenőrzésére és vezérlésére, azzal jellemezve, hogy programvezérelten

a) a vizes tisztító oldatból előre adott térfogatú mintát veszünk,

b) kívánat esetén a mintából eltávolítjuk a szilárd anyagokat és/vagy a mintát homogenizáljuk,

c) kívánat esetén a mintát előre adott vagy egy előzetes meghatározás eredményeként megállapított arányban vízzel hígítjuk,

d) a szervetlenül és/vagy szervesen kötött széntartalmat az önmagában ismert eljárásokkal meghatározzuk,

e) a meghatározás eredményét egy távoli helyre átvisszük és kiadjuk és/vagy adathordozón tároljuk és/vagy további számításokhoz alapként használjuk,

f1) a szervetlenül és/vagy szervesen kötött szén előre adott legmagasabb értékének túllépésekor vagy igény alapján aktiválunk egy berendezést, amely egy vagy több kiegészítő összetevőt adagol a tisztító fürdőbe.

f2) a szervetlenül és/vagy szervesen kötött szén előre adott maximális mennyiségének túllépésekor vagy előírt változásakor fürdőkarbantartási lépéseket foganatosítunk, amelyek csökkentik a tisztító oldatban tartalmazott szervetlenül és/vagy szervesen kötött szenet.

2. Az 1. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy

a d) lépésben a szervetlenül és/vagy szervesen kötött szenet úgy határozzuk meg, hogy a mintában lévő szenet CO_2-dá alakítjuk át, és a képződött CO_2-ot kvantitatívan meghatározzuk.

3. A 2. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a d) lépésben a CO_2-ot kvantitatívan úgy határozzuk meg, hogy egy elnyelő oldatban vagy szilárd elnyelő anyagon elnyeletjük és mérjük legalább az egyiket a következő mennyiségek közül: a villamos vezetőképesség változása, maradó alkalitás, súlynövekedés.

4. A 2. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a d) lépésben a CO_2-ot az infravörös elnyelés mérése útján kvantitatívan határozzuk meg.

5. A 4. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy az infravörös elnyelést 4,26 μm hullámhosszon mérjük, ami 2349 cm^{-1} hullámszámnak felel meg.

6. Az 1-5. igénypontok közül egy vagy több szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy az infravörös elnyelés mérésére nem diszperzív fotométert alkalmazunk.

7. Az 1. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a d) lépésben a liofil anyagok alakjában lévő szervetlenül és/vagy szervesen kötött szenet úgy határozzuk meg, hogy a liofil anyagokat vízzel nem minden arányban keverhető szerves oldószerben extraháljuk, és az oldószer elpárolgása után gravimetrikusan vagy az extraktumban lévő liofil anyagok infravörös elnyelése útján fotometrikusan meghatározzuk.

8. A 7. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy az extraktumban lévő liofil anyagok infravörös elnyelését a CH_2-csoport egy jellegzetes rezgési frekvenciáján mérjük.

9. Az 1-8. igénypontok közül egy vagy több szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy az a)-e) lépéseket előre adott időköz után ismételjük.

10. Az 1-8. igénypontok közül egy vagy több szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy az a)-e) lépéseket annál rövidebb időközökben ismételjük, minél jobban különbözik két egymást követő meghatározás eredménye.

11. Az 1-8. igénypontok közül egy vagy több szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy az a)-e) lépéseket külső igény alapján hajtjuk végre.

12. Az 1-11. igénypontok közül egy vagy több szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a szervesen kötött széntartalom meghatározásához a d) lépés előtt a szervetlenül kötött szenet a mintából eltávolítjuk úgy, hogy a mintát savazzuk, és a képződött CO_2-ot gázzal kifújjuk.

13. Az 1-12. igénypontok közül egy vagy több szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a d) lépés előtt az illékony szerves vegyületeket gázzal kifújva eltávolítjuk a mintából.

14. Az 1-13. 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 mérésével ellenőrizzük az alkalmazott mérőberendezés működőképességét.

15. Az 1-13. igénypontok közül egy vagy több szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy egy vagy több standardoldat ellenőrző mérésével akkor ellenőrizzük az alkalmazott mérőberendezés működőképességét, ha két egymást követő mérés eredményei előre

adott értékkel különböznek egymástól.

16. A 14. és 15. igénypont közül az egyik vagy mindkettő szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy az alkalmazott mérőberendezés ellenőrzésének eredményétől függően a szervetlenül és/vagy szervesen kötött széntartalomnak a jelenlegi és az előző ellenőrző mérés között végzett meghatározásait állapotjellel látjuk el, amely megadja a szervetlenül és/vagy szervesen kötött széntartalom meghatározásainak a megbízhatóságát.

17. A 14 és 15. igénypontok közül az egyik vagy mindkettő szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy az alkalmazott mérőberendezés ellenőrzésének eredményétől függően a szervetlenül és/vagy szervesen kötött széntartalom automatikus meghatározását folytatjuk és/vagy elvégzünk egyet vagy többet a következő tevékenységek közül: a megállapított eltérések elemzése, a mérőberendezés helyesbítése, a szervetlenül és/vagy szervesen kötött széntartalom-meghatározások befejezése, állapotjelentés vagy riasztó jel leadása egy fölérendelt folyamatirányító rendszernek vagy egy felügyelő berendezésnek.

18. Az 1-17. igénypontok közül egy vagy több szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy az alkalmazott oldatok feltöltési szintjeit és/vagy felhasználását automatikusan felügyeljük, és egy előre adott minimális töltési szint alá való csökkenéskor figyelmeztető jelentést adunk le.

19. Az 1-18. 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 átvisszük.

2002. 01. 17.

A meghatalmazott

Mészárosné Dénusz Katalin
szabadalmi ügyvivő
az S.P.O.T. K. Nemzetközi
Szabadalmi Iroda tagja
H-1062 Budapest, Andrássy út 113.
Telefon: 34-24-950, Fax: 34-24-323

26 dd. + ∅ ábra