



FI000102786B



SUOMI-FINLAND

(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus  
Patent- och registerstyrelsen(12) PATENTTIJULKAISU  
PATENTSKRIFT

(10) FI 102786 B

(45) Patentti myönnetty - Patent beviljats 15.02.1999

(51) Kv.lk.6 - Int.kl.6

G 01N 33/28, 33/22

(21) Patenttihakemus - Patentansökning 915614

(22) Hakemispäivä - Ansökningsdag 28.11.1991

(24) Alkupaivä - Löpdag 28.11.1991

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig 15.06.1992

(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet

14.12.1990 DE 4040080 P

(73) Haltija - Innehavare

1. **BASF Aktiengesellschaft**, 6700 Ludwigshafen, Germany, (DE)

(72) Keksijä - Uppfinnare

1. **Derber, Bernd**, Moselstrasse 26, 6703 Limburgerhof, Germany, (DE)  
2. **Mauss, Michael**, Gabriel-Biel-Strasse 4, 6720 Speyer, Germany, (DE)  
3. **Vamvakaris, Christos**, Riedweg 6, 6701 Kallstadt, Germany, (DE)(74) Asiamies - Ombud: **Kolster Oy Ab**, Iso Roobertinkatu 23, 00120 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning

**Laitte merkittyjen mineraaliöljyjen tunnistamiseksi**  
**Anordning för identifiering av markerade mineraloljor**

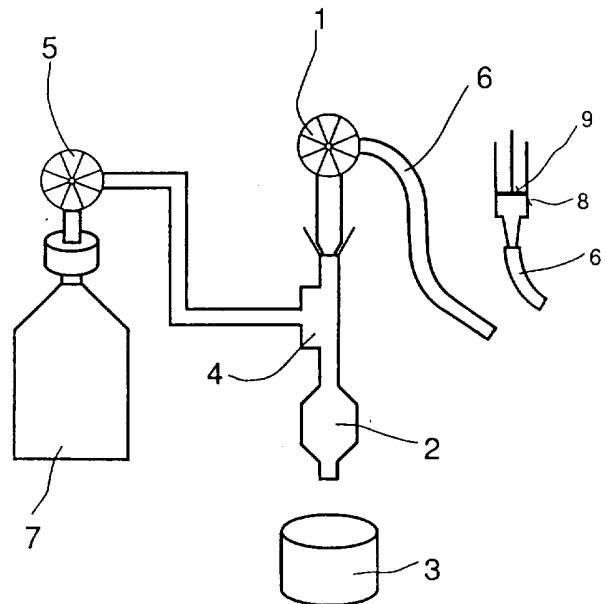
(56) Viitejulkaisut - Anförda publikationer

US A 4918020 (G 01N 35/08)

(57) Tiivistelmä - Sammandrag

Keksintö koskee menetelmää ja laitetta mineraaliöljyjen tunnistamiseksi. Öljynäyte johdetaan näytteenotto- ja annostuslaitteen (1) avulla säiliöissä (2) sijaitsevan, merkkiaineen adsorboivan aineen läpi, minkä jälkeen merkkiaine liuotetaan valikoivasti adsorboivasta aineesta tätä eluointiaineella huuhtelemalla ja saatu liuos sekoitetaan kokoamissäiliössä (3) reagenssiin värireaktion aikaansaamiseksi.

Uppfinningen avser ett förfarande och en anordning för påvisning av märkta mineraloljor. Oljeprovot leds medelst en provtagnings- och doseringsanordning (1) genom ett i en behållare (2) beläget och märksubstansen absorberande material, varefter märksubstansen selektivt löses genom spolning av det absorberande materialet med ett eluermedel och eluatet sammanförs sedan i en samlingsbehållare med en påvisningsreagens för färgindikation.



**Laite merkittyjen mineraaliöljyjen tunnistamiseksi**

Keksintö koskee laitetta merkittyjen mineraaliöljyjen tunnistamiseksi.

5           Mineraaliöljyt, esimerkiksi polttoöljy, joita rassaittaa polttonesteisiin verrattuna pieni vero, merkitään optisen tunnistamisen helpottamiseksi viranomaisten tarkastuksissa väriaineen lisäksi muullakin aineella, esimerkiksi furfurolilla, joka reagenssin kanssa reagoidessaan  
10 tuottaa tulokseksi sille tunnusomaisen värin. Käytännössä voi tapahtua niin, että mineraaliöljyn sisältämät aineet häiritsevät tunnistamista. Häiriö havaitaan, kun odotettua tunnusomaista värireaktiota ei voidakaan havaita varmasti. Näin tapahtuu erityisesti, jos merkkiainetta ei löydykään  
15 odotettua määrää, vaan sen pitoisuus on pienempi, esimerkiksi koska merkittyä mineraaliöljyä on käsitelty sen alkuperäisen laadun tai veroluokituksen muuttamiseksi. Käsitteilyä on tapahtunut esimerkiksi silloin, kun verorasituksestaan keveämpää polttoöljyä sekoitetaan dieselpolttoaineeseen ja sekoituksella ajetaan dieselajoneuvoja. Alunperin polttoöljyissä olleen merkkiaineen pitoisuus on seoksessa tällöin enää pieni.

Häiritsevät aineet voivat olla luonnon aineita tai keinoaineita, jotka lisätään mineraaliöljy tuotteeseen tai  
25 ovat siellä luonnostaan ja jotka vaikuttavat toteamisreaktioon. Reaktiossa muodostuu usein toinen faasi, joka ei sekoitu polttoöljyyn. Tähän faasiin uutetaan merkkiaine, ja se tuottaa reagenssin kanssa tunnusomaisen värireaktion. Jos tätä tunnusomaista värireaktiota ei havaita,  
30 voidaan päätellä, ettei mineraaliöljyä ole merkattu.

Toteamista voivat häiritä myös mineraaliöljyn sisältämät aineet, jotka reagenssi uuttaa mukanaan toiseen faasiin. Useimmiten näillä aineilla on oma väri tai ne saavat reagenssin kanssa aikaan värireaktion, mikä vaikeuttaa merkkiaineen moitteetonta tunnistamista.  
35

US-patentista 4 918 020 tunnetaan menetelmä hiilivetyypolttoaineita merkkavien väriaineiden määrittämiseksi, jolloin väriaine uutetaan polttoaineesta väriainetta absorboivan kiintoaineen avulla, liuotetaan kiintoaineesta eluointinesteellä, ja sekoitetaan indikaattorinesteeseen väri-indikaatiota varten. Tämän menetelmän suorittamiseksi tarvitaan 15-vaiheinen analysointiprosessi lukuisten tavanomaisten laboratoriolaitteiden avulla. Tähän menetelmään sidottu suuri työn- ja ajantarve sekä tarve laajasta laboratoriotilasta kuitenkin rajoittaa tämän menetelmän soveltamismahdollisuuksia.

Esillä olevan keksinnön tehtävänä on sen vuoksi kehittää laite, jonka avulla voidaan varmasti havaita mineraaliöljyjä merkitsevät aineet myös, vaikka niiden pitoisuus öljyssä tai sen seoksessa olisi pieni ja vaikka niissä olisi häiritseviä aineita.

Tähän päästään keksinnön mukaisella laitteella, jolle on tunnusomaista, että siinä on tutkittavasta öljystä näytteen ottava ja sitä annosteleva laite, tähän liitettävissä oleva merkintäainetta adsorboivan aineen säiliö, johon voidaan yhdistää eluointiaineen annostuslaite, ja säiliön ulostulon alle sijoitettu vaihdettavissa oleva kokoamissäiliö öljynäytettä tai eluointiainetta varten.

Keksintöä valaistetaan seuraavassa lähemmin piirustuksen kaavamaisesti esittämän suoritusesimerkin avulla.

Säiliöstä tai kanisterista otetaan annostuspumpulla 1 letkujohdon 6 kautta tutkittavan mineraaliöljyn näyte, joka sitten johdetaan säiliön 2 läpi, jossa on öljyn merkkiaineen adsorboivaa ainetta. Tähän tarkoitukseen voidaan käyttää erilaisia aineita, esimerkiksi pylväskromatografian analytiikassa tavallisia aineita. Ne voivat olla luonteeltaan epäorgaanisia, kuten esimerkiksi silikageeli tai piimaa tai alumiinit tai magnesiumsilikaatti, mutta myös esimerkiksi normaali- tai käänteisfaasiuuttamistekniikoissa käytettävät orgaaniset aineet tulevat kyseeseen.

Kun säiliön 2 läpi juossut mineraaliöljy on poistettu säiliön alle sijoitetusta kokoamissäiliöstä 3 tai kun alle on sijoitettu uusi säiliö 3, merkkiaine liuotetaan valikoivasti adsorboivasta aineesta tätä sopivalla eluointiaineella huuhtelemalla, jonka jälkeen merkkiaine joutuu saadun liuoksen mukana kokoamissäiliöön 3. Annostuspumpun 1 ja säiliön 2 liitos koostuu tätä varten T:n muotoisesta liitososasta 4, esimerkiksi kolmitiehanasta, jonka sivulla olevaan sisäänmenoon liittyy annostuslaitteen 5, esimerkiksi mäntäpumpun, avulla eluointiaineen varastosäiliö 7.

Kokoamissäiliössä 3 voi olla valmiina toteamisreaktioon tarvittava reagenssimäärä, mutta on yhtä mahdollista, että reagenssi annostellaan kokoamissäiliöön eluomalla saadun liuoksen sekaan vasta jälkikäteen. Kun säiliön sisältö on sekoitettu, alkaa merkkiaineen mukana ollessa värireaktio. Saatu liuos ja reagenssi voivat tällöin muodostaa keskenään yhden tai kaksi faasia.

Keksinnön mukaisen laitteen toinen suoritusmuoto voi koostua siitä, että käytetään annostuspumpun sijasta imusylinteriä 8, jolla voidaan letkujohdon 7 kautta imeä näyte säiliöstä. Näytteenoton jälkeen imusylinteri laitetaan liitososan 4 sisäänmenoaukkoon ja näyte puristetaan säiliön läpi sylinterin mäntää 9 eteenpäin työntämällä.

**Patenttivaatimukset:**

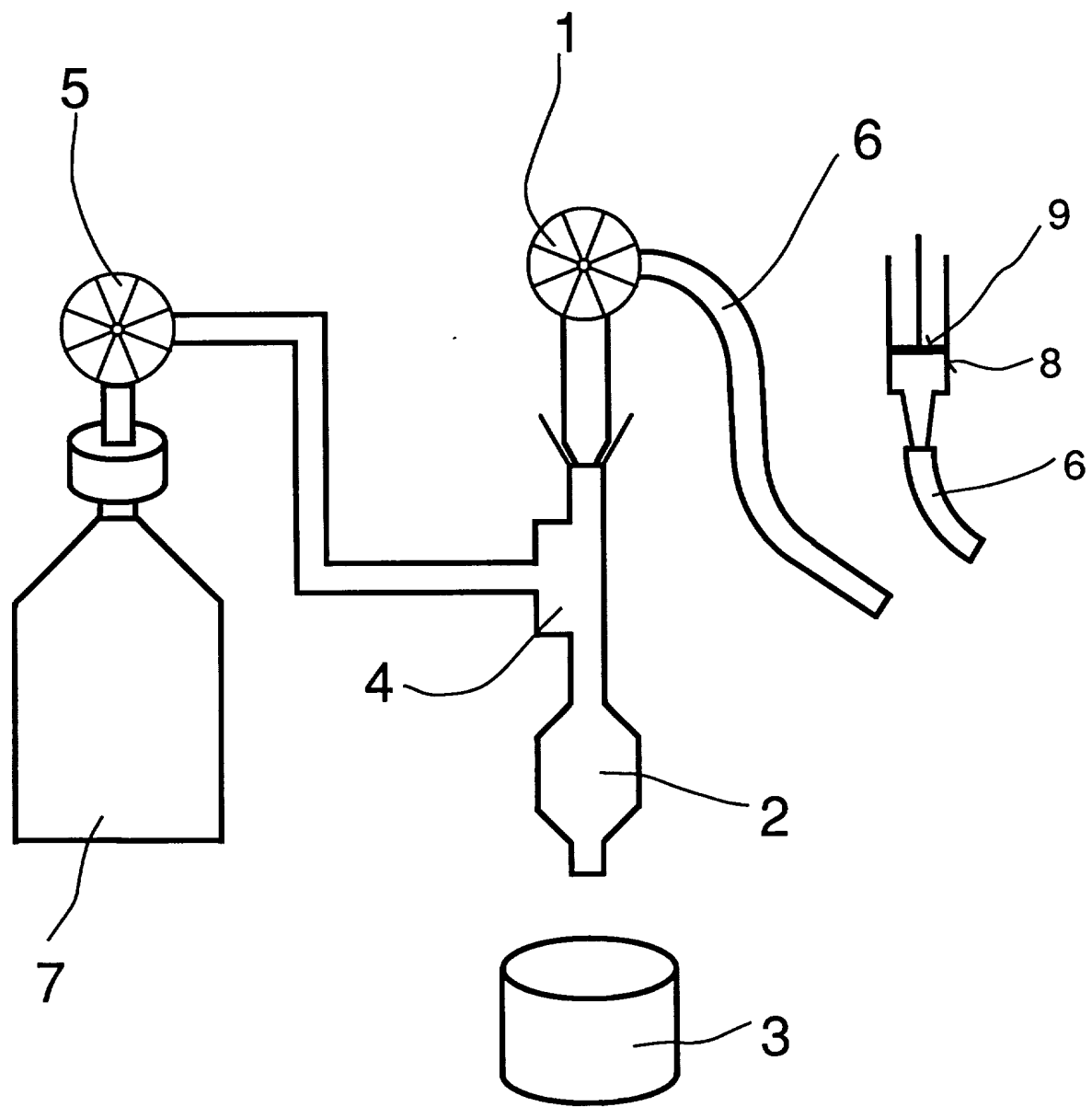
1. Laite merkittyjen mineraaliöljyjen ilmaisemi-  
seksi, t u n n e t t u siitä, että siinä on tutkittavasta  
5 öljystä näytteen ottava ja sitä annosteleva laite (1),  
tähän liitettävissä oleva merkintäainetta adsorboivan ai-  
neen säiliö (2), johon voidaan yhdistää eluointiaineen  
annostuslaite (5), ja säiliön ulostulon alle sijoitettu  
vaihdeavissa oleva kokoamissäiliö (3) öljynäytettä tai  
10 eluointiainetta varten.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen laite, t u n -  
n e t t u siitä, että säiliön (2) sisäänmeno liittyy öljy-  
jystä näytteen ottavaan ja sitä annostelevaan laitteeseen  
(1) ja eluointiaineen annostuslaitteeseen (5) kolmitieha-  
15 nalla (4).

**Patentkrav**

1. Anordning för detektering av märkta mineraloljor, k ä n n e t e c k n a d av att den uppvisar ett organ (1) för provtagning och dosering av ett oljeprov som skall undersökas, en behållare (2) för ett ämne som adsorberar märksubstansen och som kan anslutas till nämnda organ och till en doseringsanordning (5) för ett elueringsmedel, samt en under behållarens utlopp anordnad utbytbar samlingsbehållare (3) för oljeprovet eller elueringsmedlet.

2. Anordning enligt patentkrav 1, k ä n n e t e c k n a d av att behållarens (2) inlopp är anslutet medelst en trevägskran (4) till organet (1) för provtagning och dosering av oljeprovet och till doseringsanordningen (5) för elueringsmedlet.



102786