

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum  
Internationales Büro

(43) Internationales Veröffentlichungsdatum  
21. Juni 2018 (21.06.2018)



(10) Internationale Veröffentlichungsnummer  
**WO 2018/108355 A1**

(51) Internationale Patentklassifikation:

G01N 21/85 (2006.01) G01M 3/20 (2006.01)  
G01N 33/22 (2006.01) G01M 3/38 (2006.01)  
G01N 33/28 (2006.01) G01N 21/03 (2006.01)  
G01M 3/02 (2006.01) G01N 21/27 (2006.01)

(71) Anmelder: **ROBERT BOSCH GMBH** [DE/DE]; Postfach 30 02 20, 70442 Stuttgart (DE).

(72) Erfinder: **KERN, Michael**; Forststrasse 112, 70193 Stuttgart (DE). **KUEHNER, Robert**; Gaisackerweg 46, 75331 Engelsbrand (DE). **KUEBLER, Andreas**; Ringstrasse 9, 73630 Remshalden (DE). **HAEBERLE, Roman**; Seitenstr. 4a, 74376 Gemmingen (DE).

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2017/076567

(22) Internationales Anmeldedatum:  
18. Oktober 2017 (18.10.2017)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

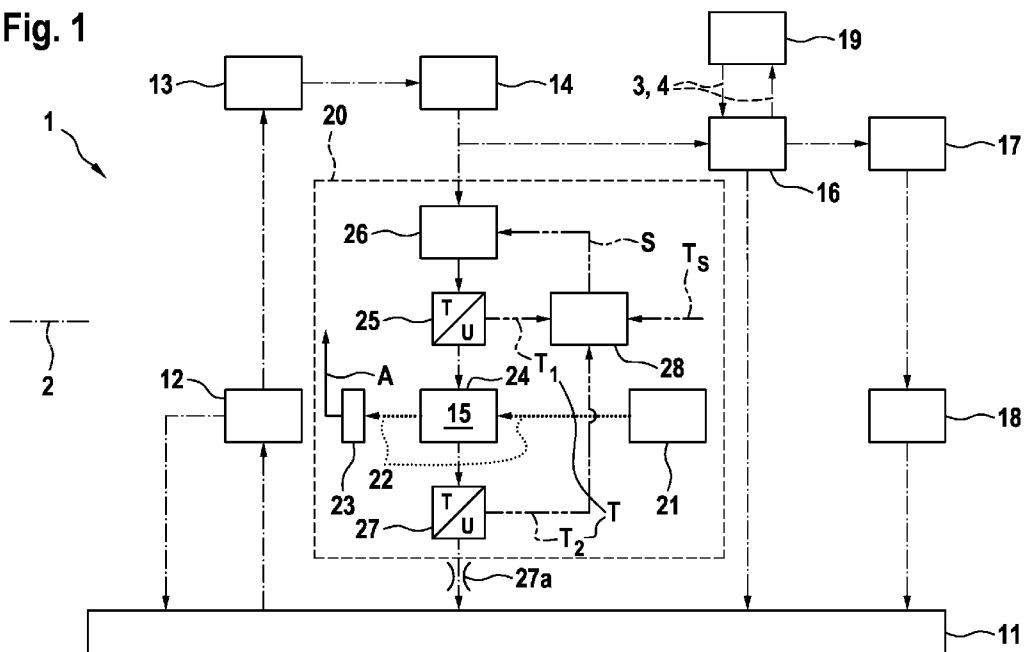
(30) Angaben zur Priorität:  
10 2016 224 656.9  
12. Dezember 2016 (12.12.2016) DE

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW,

(54) Title: DETECTION OF A CONTAMINANT IN A CONDUCTING PATH FOR AN OPERATING MEDIUM

(54) Bezeichnung: DETEKTION EINES KONTAMINANTEN IN EINEM LEITUNGSWEG FÜR EINEN BETRIEBSSTOFF

Fig. 1



(57) Abstract: A method (100) for detecting a contaminant (3) in an operating medium (2), which is conducted in a machine or apparatus (1) in a conducting path, wherein inspection light (22) is radiated (130) through at least one optical measurement location (15) within the conducting path, which inspection light comprises at least one wavelength for which the absorption coefficient of the operating medium (2) differs from the absorption coefficient of the contaminant (3), and wherein the optical absorption A of the inspection light (22) in the operating medium (2) is measured (140), wherein additionally the temperature T of the operating medium (2) at the optical measurement location (15) is determined (120). A device (20) for carrying out a method (100) according to one of claims 1 to 9, comprising at least one light source (21) and at least one detector (23) for the inspection light (22), wherein additionally at least



WO 2018/108355 A1

SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM,  
TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

- (84) Bestimmungsstaaten** (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), europäisches (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

**Veröffentlicht:**

- mit internationalem Recherchenbericht (Artikel 21 Absatz 3)
- mit geänderten Ansprüchen gemäss Artikel 19 Absatz 1

---

one flow-through cuvette (24) is provided, which can be integrated into the conducting path for the operating medium (2) and through which the inspection light (22) can be radiated and upstream of which, in the flow direction of the operating medium (2), a temperature sensor (25) and/or a heating and/or cooling element (26) is connected.

**(57) Zusammenfassung:** Verfahren (100) zur Detektion eines Kontaminanten (3) in einem Betriebsstoff (2), der in einer Maschine oder Apparatur (1) in einem Leitungsweg geführt ist, wobei mindestens ein optischer Messort (15) innerhalb des Leitungswegs mit Abfrageslicht (22) durchstrahlt wird (130), welches mindestens eine Wellenlänge umfasst, für die sich der Absorptionskoeffizient des Betriebsstoffs (2) vom Absorptionskoeffizienten des Kontaminanten (3) unterscheidet, und wobei die optische Absorption A des Abfrageslichts (22) in dem Betriebsstoff (2) gemessen wird (140), wobei zusätzlich die Temperatur T des Betriebsstoffs (2) an dem optischen Messort (15) bestimmt wird (120). Vorrichtung (20) zur Durchführung eines Verfahrens (100) nach einem der Ansprüche 1 bis 9, umfassend mindestens eine Lichtquelle (21) und mindestens einen Detektor (23) für das Abfrageslicht (22), wobei zusätzlich mindestens eine in den Leitungsweg für den Betriebsstoff (2) integrierbare, mit dem Abfrageslicht (22) durchstrahlbare Durchflussküvette (24) vorgesehen ist, der in Strömungsrichtung des Betriebsstoffs (2) ein Temperatursensor (25), und/oder ein Heiz- und/oder Kühlelement (26), vorgeschaltet ist.

## 5 Beschreibung

## Titel:

Detektion eines Kontaminanten in einem Leitungsweg für einen Betriebsstoff

10 Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Detektion eines Kontaminanten in einem Leitungsweg für einen Betriebsstoff, insbesondere zur Überwachung von Medienüberträgen in einem Gerät, das sowohl den Betriebsstoff als auch den Kontaminanten führt.

## 15 Stand der Technik

Hochdruckpumpen für Dieseleinspritzsysteme wurden bislang durch den Dieselkraftstoff selbst geschmiert. Da Verunreinigungen im Dieselkraftstoff zur Zerstörung der Hochdruckpumpe und in der Folge zu einem kapitalen Motorschaden führen können, besteht insbesondere für kraftstoffkritische Märkte ein Bedürfnis nach Hochdruckpumpen, die für ihre Schmierung auf den Ölkreislauf des Motors zurückgreifen und insofern gegen Verunreinigungen des Dieselkraftstoffs unempfindlich sind.

25 Wenn die Hochdruckpumpe sowohl Dieselkraftstoff als auch Motoröl führt, ist es wichtig, dass die Übertrittsrate zwischen diesen beiden Medien ein vom Kunden spezifiziertes Maß nicht überschreitet. Eine Verunreinigung des Dieselkraftstoffs mit Motoröl kann das Abgasverhalten verschlechtern, so dass diesbezügliche Grenzwerte möglicherweise verfehlt werden. Umgekehrt kann eine Verunreinigung des Motoröls mit Dieselkraftstoff dazu führen, dass der Motor unkontrolliert durchdreht.

35 Die Übertrittsrate lässt sich bei der Entwicklung einer Hochdruckpumpe und der darin enthaltenen Dichtungen nicht exakt vorausberechnen, sondern muss durch Messungen an Prototypen ermittelt werden. In mehreren iterativen Schritten

folgen Änderungen am Prototypen und Messungen der Übertrittsrates aufeinander, bis schließlich die endgültige Version der Hochdruckpumpe mit spezifikationsgemäßer Übertrittsrates erarbeitet ist.

5           Dabei ist die Dauer der Messungen ein wesentlicher Zeitfaktor. Für jede Messung muss die Hochdruckpumpe mindestens so lange betrieben werden, bis sich ein Medienübertrag zeigt, der oberhalb der Nachweisgrenze des verwendeten Messverfahrens liegt. Weitere Zeit wird für die Messung selbst benötigt. Insofern besteht ein Zielkonflikt zwischen der Nachweisempfindlichkeit  
10           und der Langwierigkeit der Messung. Ist das Messverfahren vergleichsweise unempfindlich, muss die Hochdruckpumpe pro Messung sehr lange laufen. Für sehr empfindliche Messungen, wie etwa Atomemissionsspektroskopie (ICP-OES), ist es hingegen in der Regel nötig, Proben an externe Labore zu senden.

15           Aus der DE 103 60 563 A1 ist ein Verfahren bekannt, mit dem der Verunreinigungszustand von Flüssigkeiten in einem Kreislauf fortwährend, d.h. in Echtzeit, auf optischem Wege überwacht werden kann. Dieses Verfahren ist als kostengünstige Lösung für Hausgeräte konzipiert.

20           Offenbarung der Erfindung

Im Rahmen der Erfindung wurde ein Verfahren zur Detektion eines Kontaminanten in einem Betriebsstoff, der in einer Maschine oder Apparatur in einem Leitungsweg geführt ist, entwickelt. Dabei wird mindestens ein optischer  
25           Messort innerhalb des Leitungswegs mit Abfragelicht durchstrahlt. Das Abfragelicht umfasst mindestens eine Wellenlänge, für die sich der Absorptionskoeffizient des Betriebsstoffs vom Absorptionskoeffizienten des Kontaminanten unterscheidet. Die optische Absorption  $A$  des Abfragelichts in dem Betriebsstoff wird gemessen.

30           Erfindungsgemäß wird zusätzlich die Temperatur  $T$  des Betriebsstoffs an dem optischen Messort bestimmt.

35           Unter einer Bestimmung der Temperatur  $T$  wird jede Form der Kenntniserlangung über den Wert der Temperatur  $T$  verstanden. Hierunter fällt

sowohl die passive Kenntniserlangung durch direkte oder indirekte Messung als auch das Setzen der Temperatur  $T$  auf einen bekannten Wert mittels Steuerung oder Regelung.

5 Es wurde erkannt, dass speziell bei der Unterscheidung von Atomen oder Molekülen des Betriebsstoffs einerseits und des Kontaminanten andererseits mittels Elektronenabsorptionsspektroskopie die genaue Kenntnis der Temperatur  $T$  maßgeblich dafür ist, ab welcher Konzentration  $C$  der Kontaminant in dem Betriebsstoff nachweisbar ist. Sowohl die Breite der Spektrallinien als auch die  
10 Höhe von Absorptionspeaks sind stark temperaturabhängig. Ursache hierfür ist, dass sich bei steigender Temperatur die Viskosität des Betriebsstoffs bzw. des Kontaminanten ändert, so dass sich die Absorptionspeaks verbreitern und zugleich in ihrer Höhe verkleinern. Bei einer hinreichend genauen Kenntnis der Temperatur  $T$  bleiben die Messergebnisse gleichwohl aussagekräftig.

15 Der Leitungsweg kann insbesondere Teil eines Kreislaufs sein, in dem der Betriebsstoff in der Maschine oder Apparatur geführt ist. Beispielsweise kann dann in Echtzeit verfolgt werden, wie sich der Kontaminant nach und nach in dem Betriebsstoff anreichert.

20 In einer besonders vorteilhaften Ausgestaltung der Erfindung wird die Temperatur  $T$  des Betriebsstoffs an dem optischen Messort auf einen vorgegebenen Sollwert  $T_S$  geregelt. Dies macht zum einen zeitlich nacheinander bei der gleichen Temperatur  $T=T_S$  durchgeführte Messungen quantitativ  
25 vergleichbar. Zum anderen wird auch die quantitative Bestimmung der Konzentration  $C$  des Kontaminanten durch den Vergleich mit Referenzproben wesentlich erleichtert.

Vorteilhaft wird die Temperatur  $T_1$  des Betriebsstoffs in Strömungsrichtung vor  
30 dem optischen Messort gemessen. Wenn diese Messung nahe genug am optischen Messort erfolgt, ist  $T_1$  ein guter Näherungswert für die wahre Temperatur  $T$  des Betriebsstoffs am optischen Messort. Die Messung vor dem optischen Messort hat den Vorteil, dass der vom Abfragelicht durchstrahlte optische Messort keinen Temperatursensor enthält, der das Abfragelicht  
35 beeinflussen könnte.

Besonders vorteilhaft wird zusätzlich die Temperatur  $T_2$  des Betriebsstoffs zusätzlich in Strömungsrichtung hinter dem optischen Messort gemessen. Dann kann  $T_2$  mit  $T_1$  verrechnet werden, um zu einer noch genaueren Näherung für die nicht unmittelbar am optischen Messort gemessene Temperatur  $T$  zu gelangen.

Die Messung und die Regelung der Temperatur  $T$  schließen sich nicht gegenseitig aus. Zum einen benötigt die Regelung eine Rückkopplung der Temperatur  $T$ , beispielsweise in Form der gemessenen Temperatur  $T_1$  und/oder der gemessenen Temperatur  $T_2$ . Zum anderen lässt sich durch die Messung die Regelgüte der Regelung überwachen, und der Einfluss von Regelabweichungen lässt sich besser aus den Messergebnissen herauskorrigieren.

Beispielsweise kann aus der Absorption  $A$  des Betriebsstoffs bei der Temperatur  $T$  diejenige Absorption  $A'$ , die der Betriebsstoff bei einer anderen Temperatur  $T'$  hätte, ausgewertet werden. Eine derartige Auswertung beruht darauf, dass die physikalischen Zusammenhänge, die bei einer Änderung der Temperatur zu einer Veränderung und Verbreiterung von Spektrallinien führen, quantitativ bekannt sind. Es lässt sich also beispielsweise modellieren, inwieweit sich die Absorption beim Übergang von der Temperatur  $T'$  zur Temperatur  $T$  ändert, und anhand des Modells lässt sich diese Änderung invertieren.

In einer besonders vorteilhaften Ausgestaltung der Erfindung wird aus dem Vergleich der Absorption  $A$  des Betriebsstoffs mit der Absorption  $A^*$  mindestens einer Referenzprobe, die eine bekannte Konzentration des Kontaminanten enthält, die Konzentration  $C$  des Kontaminanten in dem Betriebsstoff ausgewertet. Beispielsweise können Referenzproben hergestellt werden, die ein Gemisch des Betriebsstoffs mit dem Kontaminanten enthalten, wobei der Kontaminant in Konzentrationen  $C$  von 1, 5, 10, 15 bzw. 20 ppm vorliegt. Die Absorption  $A$  des Abfragelichts in jeder der Referenzproben kann gemessen und in einer Eich-tabelle gespeichert werden. Wird anschließend die Absorption  $A$  des Abfragelichts an dem optischen Messort in der Maschine oder Apparatur bestimmt und liegt sie zwischen den für zwei Referenzproben bestimmten Absorptionen  $A$ , so kann die Konzentration  $C$  des Kontaminanten auf den Bereich zwischen den Konzentrationen  $C$ , die zu den beiden Referenzproben

korrespondieren, eingeschränkt werden. Die Konzentration C kann auch noch genauer bestimmt werden, beispielsweise durch Interpolation der Zwischenwertbereiche zwischen den Referenzproben.

5 Eine derartige quantitative Konzentrationsbestimmung wird wesentlich vereinfacht, wenn die Absorption A an den Referenzproben bei genau der gleichen Temperatur gemessen wird wie die Absorption an dem optischen Messort in der Maschine oder Apparatur. Die Werte für die Absorption A sind dann unmittelbar vergleichbar. Vorteilhaft wird somit für alle Messungen die  
10 Temperatur T auf den gleichen Sollwert  $T_s$  geregelt. Für eine optimale Genauigkeit der Konzentrationsbestimmung sollte die Temperatur T vorteilhaft bis auf  $\pm 0,1$  °C konstant gehalten werden.

15 In einer weiteren besonders vorteilhaften Ausgestaltung der Erfindung wird der Kontaminant mit einem Kontrastmittel gemischt, wobei der Absorptionskoeffizient des Kontrastmittels für das Abfragelicht stärker vom Absorptionskoeffizienten des Betriebsstoffs für das Abfragelicht abweicht als der Absorptionskoeffizient des reinen Kontaminanten für das Abfragelicht. Auf diese Weise kann das Signal, das ein zum Betriebsstoff chemisch verwandter bzw. ähnlicher Kontaminant in der  
20 Absorptionsmessung hervorruft, deutlich verstärkt werden.

Beispielsweise kann der Kontrast zwischen Motoröl und Dieselkraftstoff für Abfragelicht einer Wellenlänge von 650 nm deutlich gesteigert werden, indem einer der beiden Stoffe mit Sudanblau 673 eingefärbt wird. Prinzipiell können  
25 auch beispielsweise ein Sudanrot oder ein Sudangelb verwendet werden. Ein Sudanblau hat jedoch den großen Vorteil, dass sein Absorptionsspektrum auch dann keine Ähnlichkeit mit dem Absorptionsspektrum des Motoröls selbst hat, wenn das Motoröl altert. Durch Verkokung und andere Alterungsprozesse verfärbt sich das Motoröl dahingehend, dass es Abfragelicht auf den gleichen  
30 Wellenlängen absorbiert wie ein als Kontrastmittel zugemischtes Sudanrot oder Sudangelb. Wenn es nur darauf ankommt, den Beginn eines Medienübertrags überhaupt nachzuweisen, ist dies unschädlich. Soll hingegen der Medienübertrag quantitativ erfasst werden, so kann das Ergebnis verfälscht werden, wenn das Motoröl als Kontrastmittel fehlinterpretiert und dementsprechend auf eine viel  
35 höhere Konzentration C des Motoröls geschlossen wird.

Vorteilhaft enthält die Maschine oder Apparatur mindestens ein Gerät, welches im Betrieb sowohl von dem Betriebsstoff als auch von dem Kontaminanten auf jeweils nominell voneinander getrennten Wegen durchströmt wird. Dies ist der  
5 Hauptanwendungsfall, in dem es wünschenswert ist, einen Medienübertrag des Kontaminanten in den Betriebsstoff quantitativ zu erfassen. Beispielsweise kann das Gerät eine Pumpe für den Betriebsstoff sein, die mit dem Kontaminanten geschmiert wird.

10 Wie eingang erläutert, besteht ein derartiges Bedürfnis beispielsweise bei Hochdruckpumpen für Dieseleinspritzsysteme, die mit Motoröl geschmiert werden. Daher ist in einer weiteren besonders vorteilhaften Ausgestaltung der Erfindung der Betriebsstoff ein Motorkraftstoff und der Kontaminant ein Schmierstoff, oder umgekehrt (d.h., der Schmierstoff ist der Betriebsstoff, und der  
15 Motorkraftstoff ist der Kontaminant).

Die Erfindung bezieht sich auch auf eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens. Diese Vorrichtung umfasst mindestens eine Lichtquelle und mindestens einen Detektor für das Abfragelicht.

20 Erfindungsgemäß ist zusätzlich mindestens eine in den Leitungsweg für den Betriebsstoff integrierbare, mit dem Abfragelicht durchstrahlbare Durchflussküvette vorgesehen, der in Strömungsrichtung des Betriebsstoffs ein Temperatursensor, und/oder ein Heiz- und/oder Kühlelement, vorgeschaltet ist.

25 Die Durchflussküvette ist insbesondere konstruktiv so aufgebaut, dass sie im Betrieb im Leitungsweg immer vollständig mit dem Betriebsstoff ausgefüllt ist und dass sich in dem Betriebsstoff keine Blasen bilden. Die Grenzflächen, die das Abfragelicht ausgehend von der Umgebungsluft auf dem Weg in eine erste Wand der Durchflussküvette, in den Betriebsstoff, in eine zweite Wand der  
30 Durchflussküvette und schließlich zurück in die Umgebungsluft passiert, sind dann immer gleich. Die vom Detektor registrierte Lichtintensität hängt bei konstanter Intensität der Lichtquelle dann nur von der Absorption A des Abfragelichts in dem Betriebsstoff in der Durchflussküvette ab.



Ist ein Temperatursensor vorgesehen, so kann die Temperatur  $T_1$  des Betriebsstoffs vor dem Eintritt in die Küvette registriert werden. Es kann dann zumindest überwacht werden, inwieweit diese Temperatur  $T_1$  konstant bleibt, und/oder das Messergebnis für die Absorption  $A$  kann um den Einfluss einer Änderung der Temperatur  $T_1$  korrigiert werden. Mit einem Heiz- und/oder Kühlelement kann die Temperatur  $T_1$  aktiv auf einen gewünschten Wert eingestellt werden.

Vorteilhaft ist der Durchflussküvette zusätzlich in Strömungsrichtung des Betriebsstoffs ein Temperatursensor nachgeschaltet. Dieser Temperatursensor kann die Temperatur  $T_2$  des Betriebsstoffs nach dem Austritt aus der Durchflussküvette registrieren. In Verbindung mit der Temperatur  $T_1$  des Betriebsstoffs vor dem Eintritt in die Durchflussküvette lässt sich die innerhalb der Durchflussküvette herrschende Temperatur  $T$  noch genauer bestimmen.

In einer besonders vorteilhaften Ausgestaltung der Erfindung ist ein Regler vorgesehen, der dazu ausgebildet ist, durch Beaufschlagung des Heiz- und/oder Kühlelements mit einer Stellgröße die Temperatur  $T$  des Betriebsstoffs auf einen vorgegebenen Sollwert  $T_S$  zu regeln. Die Rückkopplung der Temperatur  $T$  in den Regler kann beispielsweise in Form der Temperatur  $T_1$  des Betriebsstoffs vor dem Eintritt in die Durchflussküvette, der Temperatur  $T_2$  des Betriebsstoffs nach dem Austritt aus der Durchflussküvette oder auch in Form eines aus den Temperaturen  $T_1$  und  $T_2$  gebildeten Näherungswertes für die Temperatur  $T$  erfolgen.

In einer weiteren besonders vorteilhaften Ausgestaltung der Erfindung ist der Detektor Teil eines Spektrometers. Mit einem Spektrometer lässt sich die Wellenlänge des Abfragelichts besonders genau einstellen. Dadurch lässt sich eine besonders gute Trennschärfe erzielen, insbesondere dann, wenn der Betriebsstoff und der Kontaminant chemisch ähnlich bzw. verwandt sind. Beispielsweise lässt sich der Eintrag von Motoröl in Dieselkraftstoff mit einer Genauigkeit im ppm-Bereich messen.

Es sind jedoch auch andere Anwendungen möglich und sinnvoll, bei denen eine geringere Nachweisempfindlichkeit ausreicht und dementsprechend eine

miniaturisierte Version der Vorrichtung zum Einsatz kommen kann.  
Beispielsweise kann die Vorrichtung in der Kraftstoffzuleitung vom Tank zum Motor angeordnet sein und überwachen, ob die Kraftstoffzuleitung ausschließlich die korrekte Kraftstoffart führt. Bei einer Falschbetankung kann beispielsweise die Kraftstoffzuleitung abgesperrt werden, so dass kein falscher Kraftstoff in den Motor gelangt. Dadurch wird ein kapitaler Motorschaden verhindert. Es ist nur eine Reinigung des Tanks und der Kraftstoffzuleitung nötig, um das Fahrzeug wieder betriebsfähig zu machen.

Weitere, die Erfindung verbessernde Maßnahmen werden nachstehend gemeinsam mit der Beschreibung der bevorzugten Ausführungsbeispiele der Erfindung anhand von Figuren näher dargestellt.

#### Ausführungsbeispiele

Es zeigt:

Figur 1 Ausführungsbeispiel eine Vorrichtung 2 gemäß der Erfindung, integriert in eine Apparatur 1;

Figur 2 Ablaufdiagramm des Verfahrens 100 (Figur 2a); Variante der Bestimmung 120 der Temperatur T (Figur 2b);

Figur 3 Zeitverlauf der gemessenen Absorption A bei einem Dauerlaufversuch;

Figur 4 Vergleich der Messergebnisse des Verfahrens 100 mit anderen Messmethoden.

Figur 1 zeigt schematisch ein Ausführungsbeispiel der Vorrichtung 20, welche in einer Apparatur 1 in den Kreislauf für Dieselkraftstoff 2 als Betriebsstoff integriert ist. Die Apparatur 1 dient zur Messung, inwieweit in einer mit Motoröl 3 geschmierten Hochdruckpumpe 16 für Dieselkraftstoff 2 ein Medienübertrag des Motoröls 3 in den Dieselkraftstoff 2 stattfindet.

Der Dieselkraftstoff 2 wird aus einem Tank 11 über ein Zwischenreservoir 12 von einer Vorförderpumpe 13 auf einen Überdruck von 3,6 bar gebracht und durch einen ETC-Filter 14 geleitet. Die Förderrate beträgt etwa 170 l/h.

5 Ausgehend vom ETC-Filter 14 wird ein erster Teil des Dieselkraftstoffs 2 der zu prüfenden Hochdruckpumpe 16 zugeführt. Die Hochdruckpumpe 16 speist ein Kraftstoffrail 17, an das Injektoren 18 angeschlossen sind. Da die Apparatur 1 nur dem Test der Hochdruckpumpe 16 dient, wird der durch die Injektoren 18 geförderte Dieselkraftstoff 2 nicht in einem Brennraum verbrannt, sondern in den  
10 Tank 11 zurückgeleitet. Auch derjenige Anteil des Dieselkraftstoffs 2, der von der Hochdruckpumpe 16 als Überschussmenge abgesteuert wird, wird in den Tank 11 zurückgeleitet.

Ausgehend vom ETC-Filter 14 wird ein zweiter Teil des Dieselkraftstoffs 2, etwa  
15 5 l/h, durch die Vorrichtung 20 geleitet. In der Vorrichtung 20 passiert der Dieselkraftstoff 2 zunächst die kombinierte Kühl- und Heizvorrichtung 26. In der Kühl- und Heizvorrichtung 26 wird der Dieselkraftstoff 2 zunächst durch Wärmekontakt mit Kühlwasser, das eine Temperatur von 10 °C hat, abgekühlt und anschließend mit einem elektronisch regelbaren Heizer auf die gewünschte  
20 Temperatur aufgeheizt. Die dabei erreichte Temperatur  $T_1$  wird mit einem ersten Temperatursensor 25 gemessen.

Der Dieselkraftstoff 2 passiert nun den Messort 15 in der Durchflussküvette 24 der Vorrichtung 20 und wird dort von Abfragelicht 22 aus der Lichtquelle 21  
25 durchstrahlt. Die Absorption A des Abfragelichts 22 wird mit dem Detektor 23 gemessen. Die Durchlaufküvette hat einen Innendurchmesser von 10 mm.

Die Lichtquelle 21 und der Detektor 23 für das Abfragelicht 22 sind Teile eines Spektrometers, dessen innerer Aufbau in Figur 1 ansonsten nicht weiter  
30 dargestellt ist. Es handelt sich um ein am Markt erhältliches Spektrometer, das ursprünglich dazu konzipiert ist, für Offline-Messungen den Dieselkraftstoff 2 in verschlossenen Küvetten zu empfangen. Der für die Aufnahme der Küvetten vorgesehene Küvettenträger wurde durch eine angepasste Version ersetzt, die die Durchflussküvette 24 trägt sowie Durchführungen für die Zuleitung des

- 10 -

Diesekraftstoffs 2 in die Durchflussküvette 24 und für die Ableitung des Diesekraftstoffs 2 aus der Durchflussküvette 24 enthält.

5 Nach Verlassen der Durchflussküvette 24 passiert der Diesekraftstoff 2 einen zweiten Temperatursensor 27 und wird über eine Drossel 27a in den Tank 11 entspannt. Die Drossel 27a bewirkt, dass in der Durchflussküvette 24 ein Überdruck zwischen 1,5 und 2 bar besteht, so dass sich dort keine Blasen bilden.

10 Die Hochdruckpumpe 16 wird mit dem Motoröl 3 geschmiert, das im Diesekraftstoff 2 als Kontaminant wirkt. Das Motoröl 3 ist mit einem Sudanblau 4 als Kontrastmittel gemischt. Das Gemisch aus Motoröl 3 und Sudanblau 4 zirkuliert mit einem Überdruck von 1,5 bar zwischen dem Schmierstofftank 19 und der Hochdruckpumpe 16.

15 Die nicht erreichbare Idealvorstellung ist, dass in der Hochdruckpumpe 16 der Diesekraftstoff 2 und das Motoröl 3 auf voneinander vollständig getrennten Wegen geführt werden und sich nicht miteinander mischen. Auf Grund der hohen Drücke und unvermeidlicher Toleranzen lässt sich ein Medienübertrag des Motoröls 3 in den Diesekraftstoff 2 nicht völlig vermeiden, sondern nur so weit  
20 minimieren, bis die diesbezügliche Kundenspezifikation erfüllt ist. Die in Figur 1 dargestellte Apparatur 11 ist dazu ausgebildet, in einem Dauerlaufversuch der Hochdruckpumpe 16 den Medienübertrag des Motoröls 3 in den Diesekraftstoff 2 quantitativ zu messen. Mit dem Motoröl 3 wird zugleich auch jeweils ein entsprechender Anteil an Sudanblau 4 in den Diesekraftstoff 2 eingetragen.  
25 Dieses Sudanblau 4 hat einen anderen Absorptionskoeffizienten für das Abfragelicht 22 und ändert somit die vom Detektor 23 registrierte Absorption A.

Bislang ließ sich der Medienübertrag nur offline messen, d.h., es musste in bestimmten Zeitintervallen eine Probe des Diesekraftstoffs 2 entnommen und in  
30 einer Küvette in ein UVVIS-Spektrometer eingelegt oder gar in ein externes Labor geschickt werden. Im Gegensatz hierzu führt der in Figur 1 gezeigte Messaufbau eine Online-Messung durch, d.h., das Vorhandensein von Sudanblau 4 im Diesekraftstoff 2 wird sofort angezeigt, sobald die diesbezügliche Nachweisgrenze überschritten ist.

35

Damit kann der Dauerlaufversuch der Hochdruckpumpe 16 sofort abgebrochen werden, sobald sich herausstellt, dass der Medienübertrag des Motoröls 3 in den Dieselkraftstoff 2 oberhalb der Kundenspezifikation liegt. Die Hochdruckpumpe 16 kann dann entsprechend verbessert und einem neuen Dauerlaufversuch unterzogen werden. Somit wird pro Iteration insgesamt deutlich weniger Zeit benötigt und im Endeffekt die Entwicklung der Hochdruckpumpe 16 deutlich beschleunigt.

Figur 2a zeigt ein Ablaufdiagramm des Verfahrens 100. In Schritt 110 wird das Motoröl 3 mit dem Sudanblau 4 als Kontrastmittel vermischt. In Schritt 120 wird die Temperatur  $T$  des Dieselkraftstoffs 2 bestimmt, bevor dieser in Schritt 130 mit dem Abfragelicht 22 durchstrahlt und in Schritt 140 die Absorption  $A$  des Abfragelichts in dem Dieselkraftstoff 2 bestimmt wird. Diese Absorption  $A$  kann nun als Endergebnis festgehalten werden. Es kann aber auch in Schritt 150 aus der Absorption  $A$  diejenige Absorption  $A'$  ausgewertet werden, die der Dieselkraftstoff bei einer anderen Temperatur  $T'$  hätte, beispielsweise, um eine Vergleichbarkeit mit bei der Temperatur  $T'$  durchgeführten Messungen an Referenzproben herzustellen. Ein derartiger Vergleich der Absorption  $A$  mit der Absorption  $A^*$  mindestens einer Referenzprobe, die eine bekannte Konzentration  $C$  des Motoröls 3 enthält, kann beispielsweise in Schritt 160 angestellt werden.

Figur 2b zeigt eine Variante der Bestimmung 120 der Temperatur  $T$ . In Schritt 122 wird die Temperatur  $T_1$  des Dieselkraftstoffs 2 in Strömungsrichtung vor der Durchflussküvette 24 gemessen. Der Dieselkraftstoff 2 in der Durchflussküvette 24 wird in Schritt 130 mit dem Abfragelicht 22 durchstrahlt, und die Absorption  $A$  des Abfragelichts 22 wird in Schritt 140 vom Detektor 23 registriert. In Schritt 124 wird die Temperatur  $T_2$  des Dieselkraftstoffs 2 in Strömungsrichtung hinter der Durchflussküvette 24 gemessen.

Die Temperaturen  $T_1$  und  $T_2$  werden in Schritt 126 im Rahmen der aktiven Temperaturregelung zu der Temperatur  $T$  des Dieselkraftstoffs 2 in der Durchflussküvette 24 verrechnet. Aus der Differenz zwischen dieser Temperatur  $T$  und dem Sollwert  $T_S$  wird eine Stellgröße  $S$  ermittelt. Entsprechend dem Wert der Stellgröße  $S$  wird der Dieselkraftstoff 2 aufgeheizt oder abgekühlt.

Figur 3 zeigt ein beispielhaftes Messergebnis eines Dauerlaufversuchs an der in Figur 1 gezeigten Apparatur 11. Aufgetragen ist die Absorption A für Abfragelicht 22 einer Wellenlänge von 650 nm. Auf dieser Wellenlänge absorbiert der Dieselkraftstoff 2 kaum, das Sudanblau 4 jedoch besonders gut.

5

Bereits wenige Minuten nach dem Start des Versuchs hat sich in dem Dieselkraftstoff 2 soviel Sudanblau 4 angesammelt, dass die Absorption A näherungsweise linear zu steigen beginnt. Nach dem bisherigen Stand der Technik waren bis zu 100 Stunden Dauerlauf der Hochdruckpumpe 16 erforderlich, bevor der Medienübertrag nachgewiesen werden konnte.

10

Das Plateau P zeigt eine Stillstandsphase der Apparatur 11 an, in der eine versuchsweise Veränderung an der Hochdruckpumpe 16 vorgenommen wird. Anschließend geht die Apparatur 11 wieder in Betrieb. Dass die Absorption A nun mit einer schnelleren zeitlichen Rate ansteigt, ist ein Indikator dafür, dass die versuchsweise Veränderung nicht den gewünschten Erfolg gebracht hat. Die zeitliche Rate des Medienübertrags von Motoröl 3 in den Dieselkraftstoff 2 ist gestiegen, anstatt wie erhofft zurückzugehen.

15

Figur 4 zeigt eine Validierung des Verfahrens 100. Bei einem weiteren Dauerlaufversuch an der Apparatur 11 wurde die Konzentration C eines mit Sudanblau 4 eingefärbten Motoröls 3 im Dieselkraftstoff 2 während einiger Zeitintervalle gemessen (Kurvenabschnitte  $C_A$ ). Zugleich wurde jeweils auch die Temperatur T in der Durchflussküvette 24 bestimmt (Kurvenabschnitte T).

20

25

Zum Vergleich wurden am Ende eines jeden Zeitintervalls, also am zeitlich Ende eines jeden der Kurvenabschnitte  $C_A$ , Proben des kontaminierten Dieselkraftstoffs 2 entnommen. Diese Proben wurden offline untersucht, und zwar mit einem konventionellen UVVIS-Spektrometer (Messpunkte  $C_B$ ) sowie durch optische Emissionsspektroskopie mit einem induktiv gekoppelten Plasma (ICP). Hierbei wurden einerseits ein Zn-Standard (Messpunkte  $C_C$ ) und andererseits ein Ca-Standard (Messpunkte  $C_D$ ) verwendet.

30

Die Messpunkte  $C_B$  sind jeweils in guter Übereinstimmung mit den Werten am Ende der Kurvenabschnitte  $C_A$ . Damit ist gezeigt, dass bei dem Übergang von

35

Offline-Messungen mit geschlossenen Küvetten zur Online-Messung mit der Durchflussküvette 24 kein systematischer Fehler in die UVVIS-Messung eingebracht wurde. Der insgesamt näherungsweise lineare Anstieg der Konzentration C von Motoröl 3 im Dieselkraftstoff 2 entspricht einer  
5 näherungsweise konstanten Leckrate in der Hochdruckpumpe 16 und ist insofern auch physikalisch plausibel.

Die ICP-Messungen hingegen streuen stark um den linearen Anstieg mit deutlichen Sprüngen in den Steigungen zwischen den Messpunkten. Ein solches  
10 Verhalten zeigt die Hochdruckpumpe 16 in Wahrheit nicht. Insbesondere ist nicht plausibel, dass die Konzentration C des Motoröls 3 im Dieselkraftstoff 2 laut den ICP-Messungen im Zeitraum zwischen  $t=80$  min und  $t=130$  min wieder abnimmt. Einmal in den Dieselkraftstoff 2 übergetretenes Motoröl 3 kann von dort nicht  
15 mehr entweichen. Somit ist die Messung gemäß der Erfindung zugleich besser, schneller und preisgünstiger als ICP-Messungen.

Die Online-Messung gemäß der Erfindung hat weitere Vorteile gegenüber der Offline-UVVIS-Messung. Da kein manuelles Handling erforderlich ist, entfallen Fehlerquellen durch falsche Probenentnahme und Fehler beim Handling. Das  
20 Personal wird nicht mit Dieselkraftstoff 2 und Motoröl 3 kontaminiert. Es ist nicht für jede Messung eine neue Einwegküvette erforderlich. Weiterhin wird die Menge des im Kreislauf geführten Dieselkraftstoffs 2 nicht durch Probenentnahmen geschmälert.

## 5 Ansprüche

1. Verfahren (100) zur Detektion eines Kontaminanten (3) in einem Betriebsstoff (2), der in einer Maschine oder Apparatur (1) in einem Leitungsweg geführt ist, wobei mindestens ein optischer Messort (15) innerhalb des Leitungswegs mit Abfragelicht (22) durchstrahlt wird (130), welches mindestens eine Wellenlänge umfasst, für die sich der Absorptionskoeffizient des Betriebsstoffs (2) vom Absorptionskoeffizienten des Kontaminanten (3) unterscheidet, und wobei die optische Absorption A des Abfragelichts (22) in dem Betriebsstoff (2) gemessen wird (140), **dadurch gekennzeichnet, dass** zusätzlich die Temperatur T des Betriebsstoffs (2) an dem optischen Messort (15) bestimmt wird (120).
2. Verfahren (100) nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Temperatur T des Betriebsstoffs (2) an dem optischen Messort (15) auf einen vorgegebenen Sollwert  $T_S$  geregelt wird (126).
3. Verfahren (100) nach einem der Ansprüche 1 bis 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Temperatur  $T_1$  des Betriebsstoffs (2) in Strömungsrichtung vor dem optischen Messort (15) gemessen wird (122).
4. Verfahren (100) nach Anspruch 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** zusätzlich die Temperatur  $T_2$  des Betriebsstoffs (2) in Strömungsrichtung hinter dem optischen Messort (15) gemessen wird (124).
5. Verfahren (100) nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** aus der Absorption A des Betriebsstoffs (2) bei der Temperatur T diejenige Absorption A', die der Betriebsstoff (2) bei einer anderen Temperatur T' hätte, ausgewertet wird (150).



- 5 6. Verfahren (100) nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** aus dem Vergleich der Absorption A des Betriebsstoffs (2) mit der Absorption A\* mindestens einer Referenzprobe, die eine bekannte Konzentration C des Kontaminanten (3) enthält, die Konzentration C des Kontaminanten (3) in dem Betriebsstoff (2) ausgewertet wird (160).
- 10 7. Verfahren (100) nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Kontaminant (3) mit einem Kontrastmittel (4) gemischt wird (110), wobei der Absorptionskoeffizient des Kontrastmittels (4) für das Abfragelicht (22) stärker vom Absorptionskoeffizienten des Betriebsstoffs (2) für das Abfragelicht (22) abweicht als der Absorptionskoeffizient des reinen Kontaminanten (3) für das Abfragelicht (22).
- 15 8. Verfahren (100) nach einem der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Maschine oder Apparatur (1) mindestens ein Gerät (16) enthält, welches im Betrieb sowohl von dem Betriebsstoff (2) als auch von dem Kontaminanten (3) auf jeweils nominell voneinander getrennten Wegen durchströmt wird.
- 20 9. Verfahren (100) nach einem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Betriebsstoff (2) ein Motorkraftstoff ist und der Kontaminant (3) ein Schmierstoff ist, und/oder dass der Betriebsstoff (2) ein Schmierstoff ist und der Kontaminant (3) ein Motorkraftstoff ist.
- 25 10. Vorrichtung (20) zur Durchführung eines Verfahrens (100) nach einem der Ansprüche 1 bis 9, umfassend mindestens eine Lichtquelle (21) und mindestens einen Detektor (23) für das Abfragelicht (22), **dadurch gekennzeichnet, dass** zusätzlich mindestens eine in den Leitungsweg für den Betriebsstoff (2) integrierbare, mit dem Abfragelicht (22) durchstrahlbare
- 30 Durchflussküvette (24) vorgesehen ist, der in Strömungsrichtung des Betriebsstoffs (2) ein Temperatursensor (25), und/oder ein Heiz- und/oder Kühlelement (26), vorgeschaltet ist.

11. Vorrichtung (20) nach Anspruch 10, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Durchflussküvette (24) zusätzlich in Strömungsrichtung des Betriebsstoffs (2) ein Temperatursensor (27) nachgeschaltet ist.

5 12. Vorrichtung (20) nach einem der Ansprüche 10 bis 11, **dadurch gekennzeichnet, dass** ein Regler (28) vorgesehen ist, der dazu ausgebildet ist, durch Beaufschlagung des Heiz- und/oder Kühlelements (26) mit einer Stellgröße S die Temperatur T des Betriebsstoffs (2) auf einen vorgegebenen Sollwert  $T_s$  zu regeln.

10

13. Vorrichtung (20) nach einem der Ansprüche 10 bis 12, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Detektor (23) Teil eines Spektrometers ist.

## GEÄNDERTE ANSPRÜCHE

beim Internationalen Büro eingegangen am 22. März 2018 (22.03.2018)

1. Verfahren (100) zur Detektion eines Kontaminanten (3) in einem Betriebsstoff (2), der in einer Maschine oder Apparatur (1) in einem Leitungsweg geführt ist, wobei mindestens ein optischer Messort (15) innerhalb des Leitungswegs mit Abfragelicht (22) durchstrahlt wird (130), welches mindestens eine Wellenlänge umfasst, für die sich der Absorptionskoeffizient des Betriebsstoffs (2) vom Absorptionskoeffizienten des Kontaminanten (3) unterscheidet, und wobei die optische Absorption A des Abfragelichts (22) in dem Betriebsstoff (2) gemessen wird (140), wobei zusätzlich die Temperatur T des Betriebsstoffs (2) an dem optischen Messort (15) bestimmt wird (120), **dadurch gekennzeichnet, dass** die Temperatur T des Betriebsstoffs (2) an dem optischen Messort (15) auf einen vorgegebenen Sollwert  $T_s$  geregelt wird (126).
2. Verfahren (100) nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Temperatur  $T_1$  des Betriebsstoffs (2) in Strömungsrichtung vor dem optischen Messort (15) gemessen wird (122).
3. Verfahren (100) nach Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** zusätzlich die Temperatur  $T_2$  des Betriebsstoffs (2) in Strömungsrichtung hinter dem optischen Messort (15) gemessen wird (124).
4. Verfahren (100) nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** aus der Absorption A des Betriebsstoffs (2) bei der Temperatur T diejenige Absorption A', die der Betriebsstoff (2) bei einer anderen Temperatur T' hätte, ausgewertet wird (150).
5. Verfahren (100) nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** aus dem Vergleich der Absorption A des Betriebsstoffs (2) mit der Absorption A\* mindestens einer Referenzprobe, die eine bekannte Konzentration C des Kontaminanten (3) enthält, die Konzentration C des Kontaminanten (3) in dem Betriebsstoff (2) ausgewertet wird (160).
6. Verfahren (100) nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Kontaminant (3) mit einem Kontrastmittel (4)

gemischt wird (110), wobei der Absorptionskoeffizient des Kontrastmittels (4) für das Abfragelicht (22) stärker vom Absorptionskoeffizienten des Betriebsstoffs (2) für das Abfragelicht (22) abweicht als der Absorptionskoeffizient des reinen Kontaminanten (3) für das Abfragelicht (22).

7. Verfahren (100) nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Maschine oder Apparatur (1) mindestens ein Gerät (16) enthält, welches im Betrieb sowohl von dem Betriebsstoff (2) als auch von dem Kontaminanten (3) auf jeweils nominell voneinander getrennten Wegen durchströmt wird.

8. Verfahren (100) nach einem der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Betriebsstoff (2) ein Motorkraftstoff ist und der Kontaminant (3) ein Schmierstoff ist, und/oder dass der Betriebsstoff (2) ein Schmierstoff ist und der Kontaminant (3) ein Motorkraftstoff ist.

9. Vorrichtung (20) zur Durchführung eines Verfahrens (100) nach einem der Ansprüche 1 bis 8, umfassend mindestens eine Lichtquelle (21) und mindestens einen Detektor (23) für das Abfragelicht (22), **dadurch gekennzeichnet, dass** zusätzlich mindestens eine in den Leitungsweg für den Betriebsstoff (2) integrierbare, mit dem Abfragelicht (22) durchstrahlbare Durchflussküvette (24) vorgesehen ist, der in Strömungsrichtung des Betriebsstoffs (2) ein Temperatursensor (25), und/oder ein Heiz- und/oder Kühlelement (26), vorgeschaltet ist, und dass ein Regler (28) vorgesehen ist, der dazu ausgebildet ist, durch Beaufschlagung des Heiz- und/oder Kühlelements (26) mit einer Stellgröße S die Temperatur T des Betriebsstoffs (2) auf einen vorgegebenen Sollwert  $T_s$  zu regeln.

10. Vorrichtung (20) nach Anspruch 9, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Durchflussküvette (24) zusätzlich in Strömungsrichtung des Betriebsstoffs (2) ein Temperatursensor (27) nachgeschaltet ist.

11. Vorrichtung (20) nach einem der Ansprüche 9 bis 10, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Detektor (23) Teil eines Spektrometers ist.



Fig. 2a

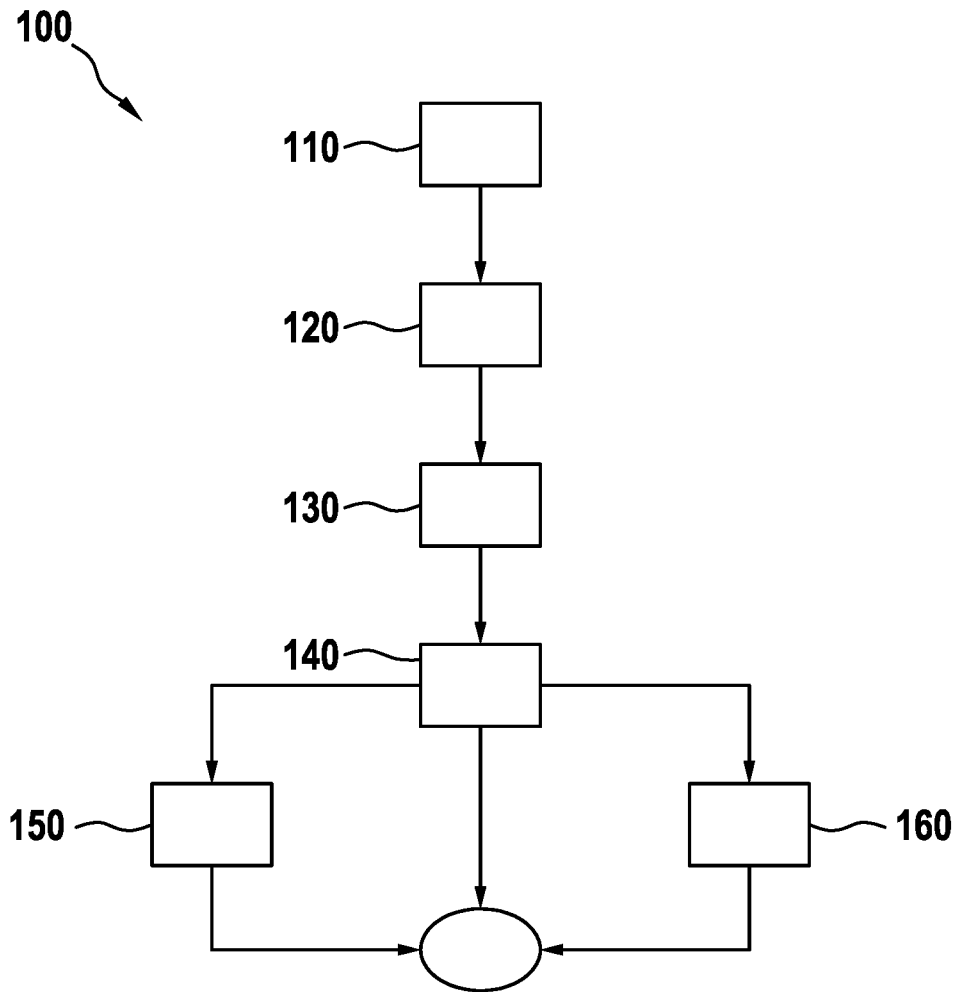
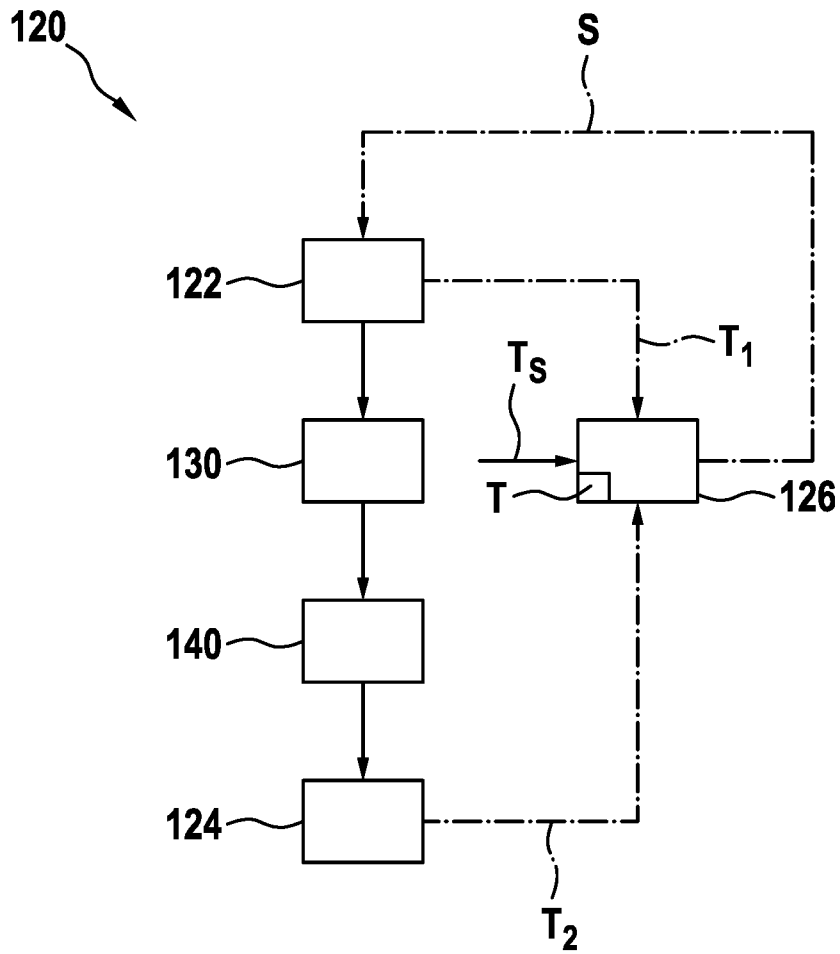


Fig. 2b



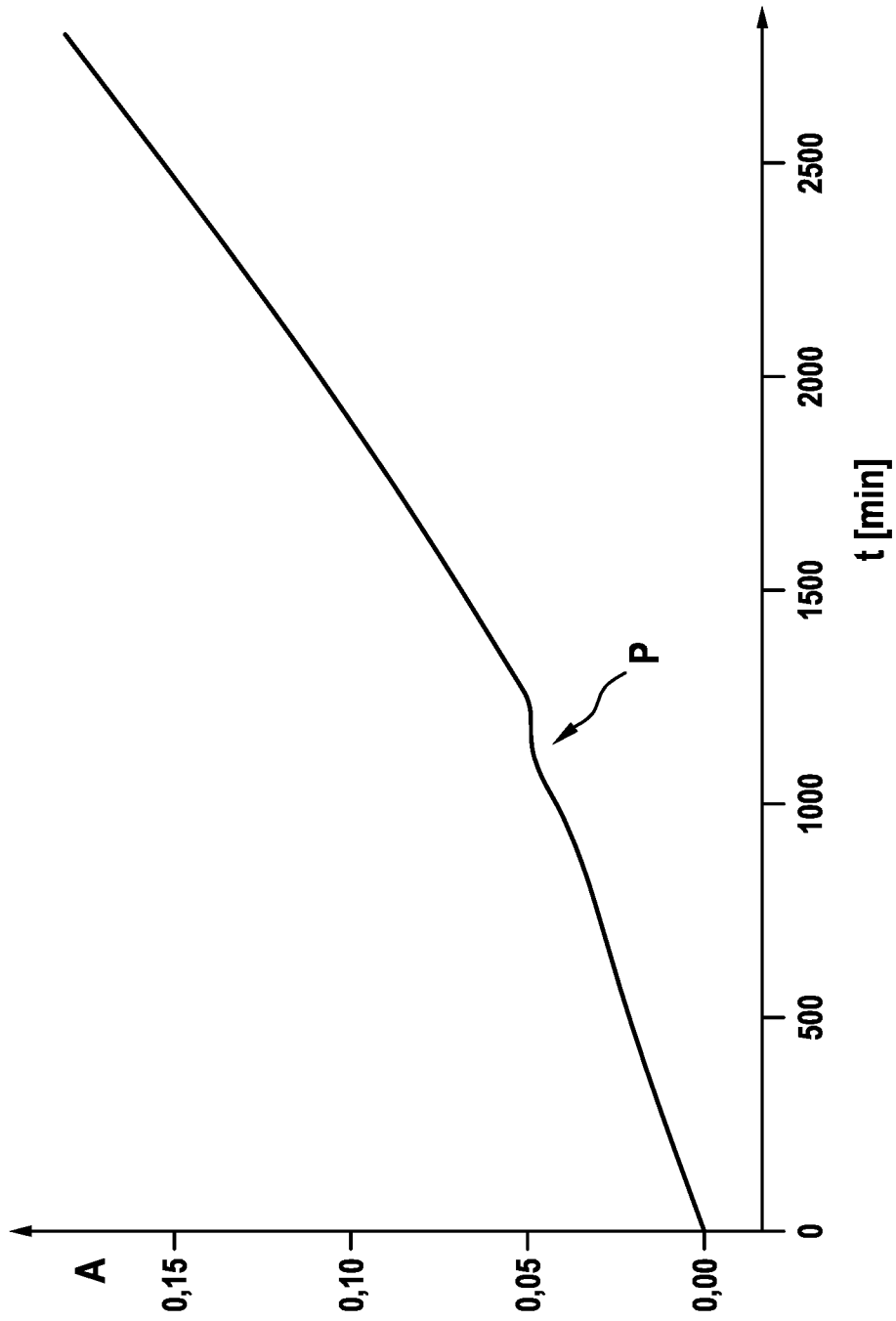
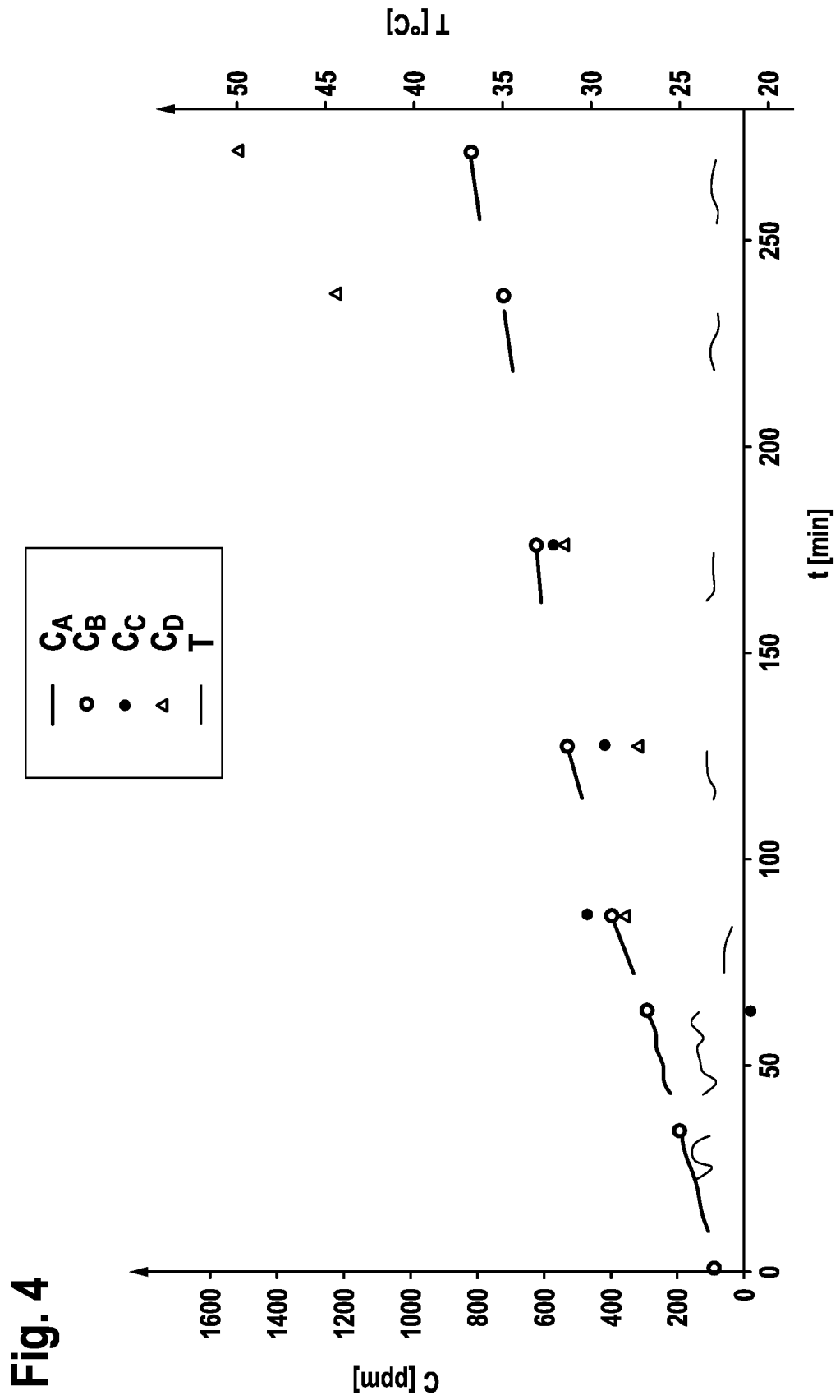


Fig. 3





**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No  
PCT/EP2017/076567

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**  
 INV. G01N21/85      G01N33/22      G01N33/28      G01M3/02      G01M3/20  
       G01M3/38  
 ADD. G01N21/03      G01N21/27  
 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

**B. FIELDS SEARCHED**  
 Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
 G01N G01M

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)  
 EPO-Internal, WPI Data

**C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 2012/170743 A1 (SENTELLIGENCE INC [US]; COATES JOHN [US]; QUALLS ROBERT [US]) 13 December 2012 (2012-12-13)	1-8, 10-13
Y	paragraphs [0002], [0004] - [0006], [0041], [0043], [0047], [0056], [0059], [0069], [0071]; figures 5A-5C -----	9
Y	WO 2012/168151 A1 (CASTROL LTD [GB]; CHAHINE SAMIR [GB]; WEST KEVIN RICHARD [GB]) 13 December 2012 (2012-12-13) page 3, lines 15,16 page 29, lines 16-27 page 27, line 19 - page 28, line 14 -----	9
A	WO 2014/030555 A1 (HORIBA LTD [JP]) 27 February 2014 (2014-02-27) the whole document -----	1-13

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

\* Special categories of cited documents :

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
- "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  <b>26 January 2018</b>	Date of mailing of the international search report  <b>02/02/2018</b>
---	---

Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Authorized officer  <b>Navas Montero, E</b>
--	---

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2017/076567

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 2012170743	A1	13-12-2012	
		CN 103748441 A	23-04-2014
		CN 106645002 A	10-05-2017
		CN 106706542 A	24-05-2017
		EP 2718680 A1	16-04-2014
		JP 6091500 B2	08-03-2017
		JP 2014516168 A	07-07-2014
		KR 20140049540 A	25-04-2014
		US 2014226149 A1	14-08-2014
		US 2016076995 A1	17-03-2016
		US 2016076996 A1	17-03-2016
		WO 2012170743 A1	13-12-2012
-----			
WO 2012168151	A1	13-12-2012	NONE
-----			
WO 2014030555	A1	27-02-2014	
		JP W02014030555 A1	28-07-2016
		WO 2014030555 A1	27-02-2014
-----			

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2017/076567

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES				
INV.	G01N21/85	G01N33/22	G01N33/28	G01M3/02
	G01M3/38			G01M3/20
ADD.	G01N21/03	G01N21/27		
Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC				

B. RECHERCHIERTE GEBIETE
Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
G01N G01M

Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data

### C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	WO 2012/170743 A1 (SENTELLIGENCE INC [US]; COATES JOHN [US]; QUALLS ROBERT [US]) 13. Dezember 2012 (2012-12-13)	1-8, 10-13
Y	Absätze [0002], [0004] - [0006], [0041], [0043], [0047], [0056], [0059], [0069], [0071]; Abbildungen 5A-5C	9
Y	WO 2012/168151 A1 (CASTROL LTD [GB]; CHAHINE SAMIR [GB]; WEST KEVIN RICHARD [GB]) 13. Dezember 2012 (2012-12-13) Seite 3, Zeilen 15,16 Seite 29, Zeilen 16-27 Seite 27, Zeile 19 - Seite 28, Zeile 14	9
A	WO 2014/030555 A1 (HORIBA LTD [JP]) 27. Februar 2014 (2014-02-27) das ganze Dokument	1-13

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :	"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist
"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist	"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden
"E" frühere Anmeldung oder Patent, die bzw. das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist	"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist
"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)	"&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist
"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht	
"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist	

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche	Absenddatum des internationalen Recherchenberichts
26. Januar 2018	02/02/2018

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde	Bevollmächtigter Bediensteter
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Navas Montero, E

**INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT**

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2017/076567

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
WO 2012170743 A1	13-12-2012	CN 103748441 A	23-04-2014
		CN 106645002 A	10-05-2017
		CN 106706542 A	24-05-2017
		EP 2718680 A1	16-04-2014
		JP 6091500 B2	08-03-2017
		JP 2014516168 A	07-07-2014
		KR 20140049540 A	25-04-2014
		US 2014226149 A1	14-08-2014
		US 2016076995 A1	17-03-2016
		US 2016076996 A1	17-03-2016
		WO 2012170743 A1	13-12-2012
-----			
WO 2012168151 A1	13-12-2012	KEINE	
-----			
WO 2014030555 A1	27-02-2014	JP W02014030555 A1	28-07-2016
		WO 2014030555 A1	27-02-2014
-----			