

DOCUMENT MADE AVAILABLE UNDER THE PATENT COOPERATION TREATY (PCT)

International application number:	PCT/EP2017/076567
International filing date:	18 October 2017 (18.10.2017)
Document type:	Certified copy of priority document
Document details:	Country/Office: DE
	Number: 10 2016 224 656.9
	Filing date: 12 December 2016 (12.12.2016)
Date of receipt at the International Bureau:	07 November 2017 (07.11.2017)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a),(b) or (b-bis)

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



Prioritätsbescheinigung DE 10 2016 224 656.9 über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen: 10 2016 224 656.9
Anmeldetag: 12. Dezember 2016
Anmelder/Inhaber: Robert Bosch GmbH, 70469 Stuttgart, DE
Bezeichnung: Detektion eines Kontaminanten in einem Leitungsweg für einen Betriebsstoff
IPC: G01N 21/31; G01K 13/02; G01N 21/53

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der Teile der am 12. Dezember 2016 eingereichten elektronischen Dokumente dieser Patentanmeldung unabhängig von gegebenenfalls durch das Druckverfahren bedingten Farbabweichungen.

München, den 19. September 2017
Deutsches Patent- und Markenamt
Die Präsidentin
Im Auftrag

Sebele

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 Medienüberträgern 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.

30 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

35

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

10
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

25 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 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.

30 Vorteilhaft wird die Temperatur T_1 des Betriebsstoffs in Strömungsrichtung vor 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 Dieselmotoröl für Abfragelicht einer Wellenlänge von 650 nm deutlich gesteigert werden, indem einer der beiden Stoffe mit Sudanblau 673 eingefärbt wird. Prinzipiell können 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
25 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
30 höhere Konzentration C des Motoröls geschlossen wird.
35

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 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.

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 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.

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.

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 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 Tank 11 zurückgeleitet. Auch derjenige Anteil des Dieselkraftstoffs 2, der von der Hochdruckpumpe 16 als Überschussmenge abgesteuert wird, wird in den Tank 11 zurückgeleitet.

10 Ausgehend vom ETC-Filter 14 wird ein zweiter Teil des Dieselkraftstoffs 2, etwa 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 Temperatur aufgeheizt. Die dabei erreichte Temperatur T_1 wird mit einem ersten Temperatursensor 25 gemessen.

25 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 durchstrahlt. Die Absorption A des Abfragelichts 22 wird mit dem Detektor 23 gemessen. Die Durchflussküvette hat einen Innendurchmesser von 10 mm.

30 Die Lichtquelle 21 und der Detektor 23 für das Abfragelicht 22 sind Teile eines Spektrometers, dessen innerer Aufbau in Figur 1 ansonsten nicht weiter 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

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

5 Nach Verlassen der Durchflussküvette 24 passiert der Dieselmotorkraftstoff 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 Dieselmotorkraftstoff 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 Dieselmotorkraftstoff 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 Dieselmotorkraftstoff 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 Dieselmotorkraftstoff 2 quantitativ zu messen. Mit dem Motoröl 3 wird zugleich auch jeweils ein entsprechender Anteil an Sudanblau 4 in den Dieselmotorkraftstoff 2 eingetragen.
25 Dieses Sudanblau 4 hat einen anderen Absorptionskoeffizienten für das Abfragelicht 22 und ändert somit die vom Detektor 23 registrierte Absorption A.

30 Bislang ließ sich der Medienübertrag nur offline messen, d.h., es musste in bestimmten Zeitintervallen eine Probe des Dieselmotorkraftstoff 2 entnommen und in 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 Dieselmotorkraftstoff 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

20

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).

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.

25

5 Ansprüche

10 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).

20 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).

25 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).

30 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).

35 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 30 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 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.

5 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
10 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
15 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 Abfragelicht (22), wobei zusätzlich mindestens eine in
20 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.

25
[hierzu Figur 1]

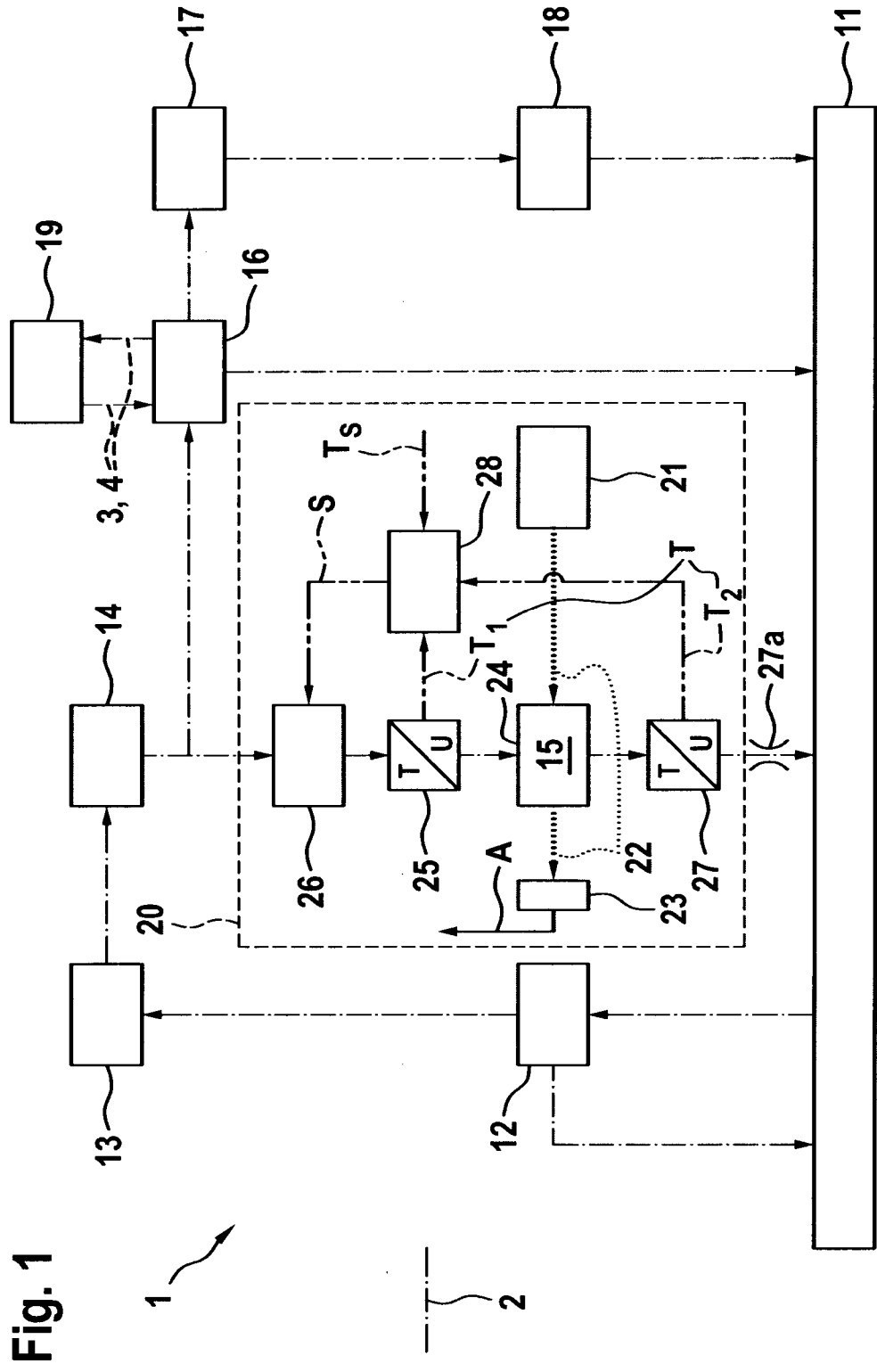


Fig. 1

Fig. 2a

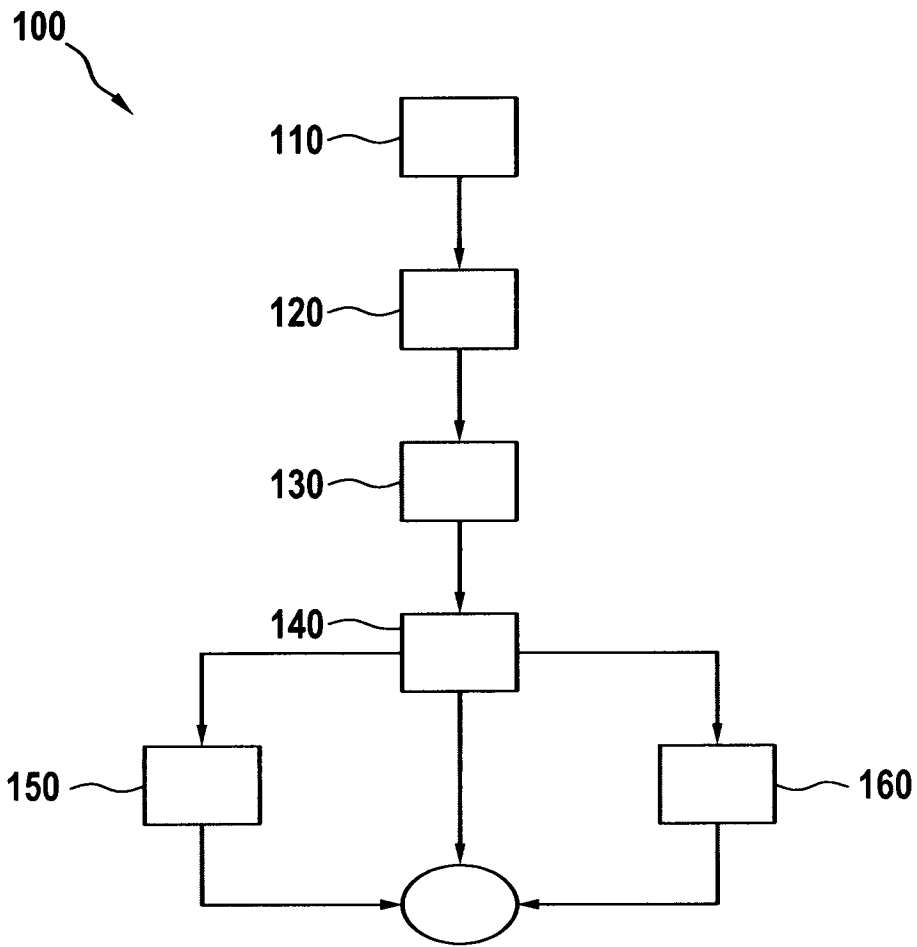
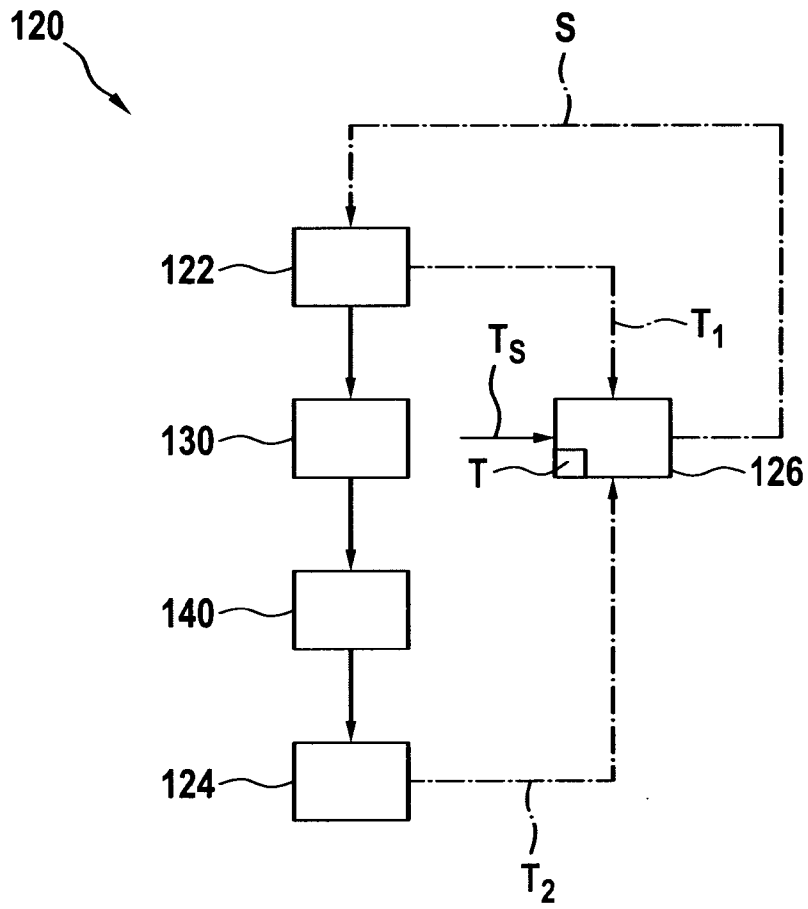


Fig. 2b



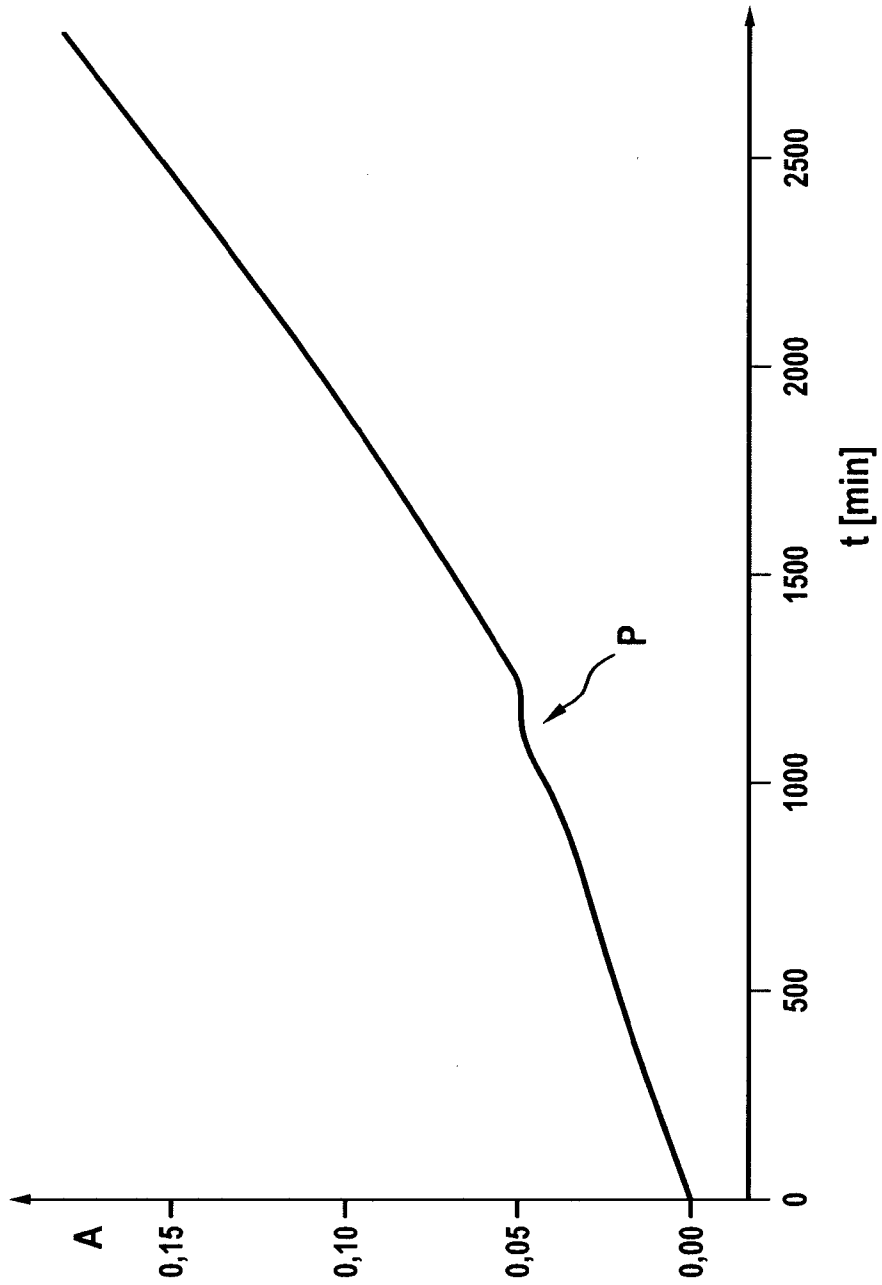


Fig. 3

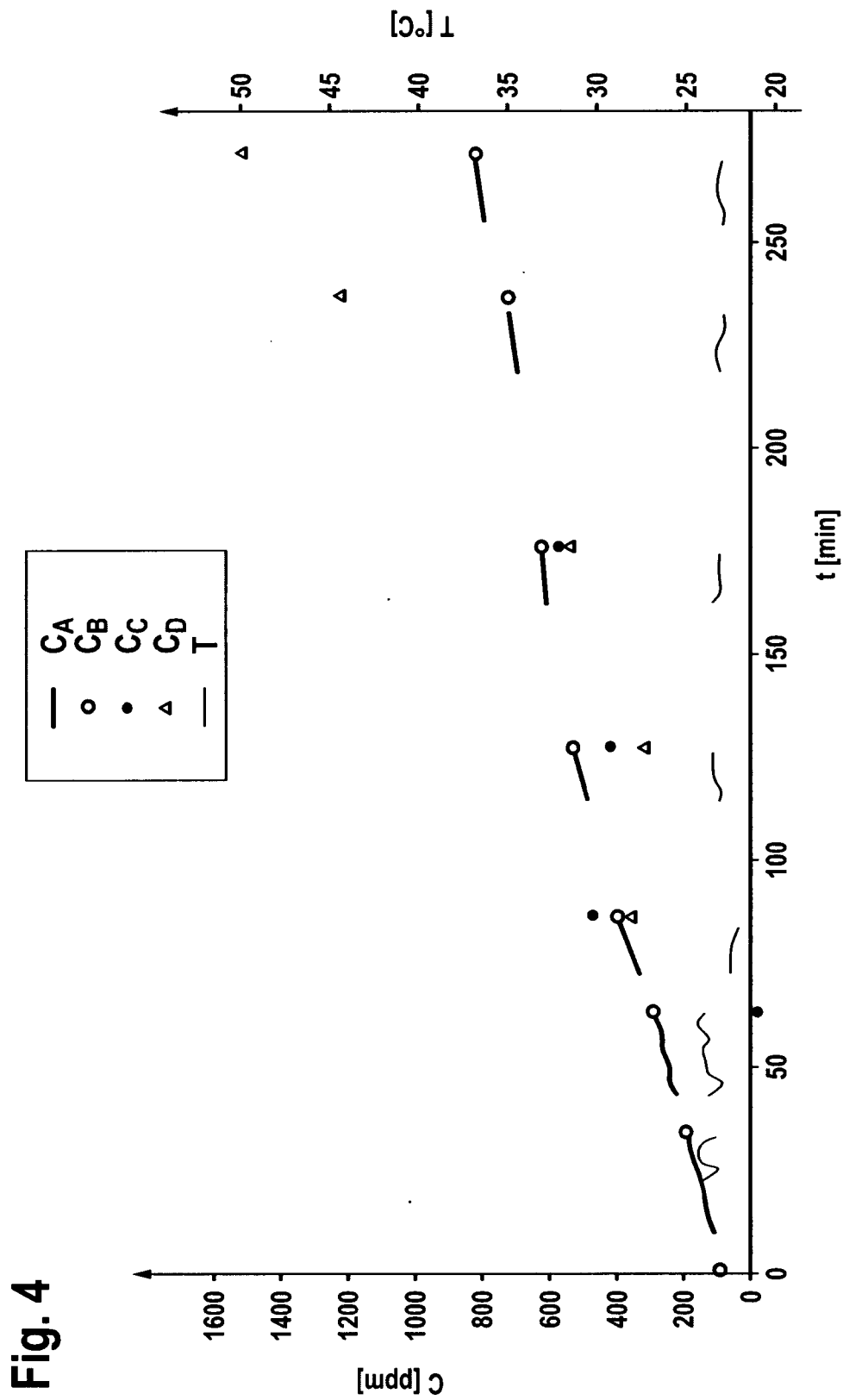


Fig. 4