Beschreibung

Durchflusseinrichtung für ein Spektrometersystem und Verfahren zum Betreiben einer solchen

Die Erfindung betrifft eine Durchflusseinrichtung für ein Spektrometersystem gemäß dem Oberbegriff von Patentanspruch 1 und ein Verfahren zum Betreiben einer solchen Durchflusseinrichtung.

Spektroskopie ist ein zerstörungsfreies Verfahren zur Materialanalyse, das mit Licht, typischerweise zwischen 1 und 500.000 nm Wellenlänge, arbeitet. Die Spektroskopie wird vor allem zur quantitativen Bestimmung von bekannten Substanzen, deren Identifikation, zur Prozesssteuerung und -überwachung und Qualitätssicherung angewendet. Ein spektroskopischer Messaufbau beinhaltet ein Spektrometer zur Auftrennung und Messung der verschiedenen Lichtkomponenten sowie einen Messkopf zur optischen Ankopplung an die Probe. Je nach Messmethode wird außerdem eine Lichtquelle benötigt. Heutzutage werden in Chemielaboratorien oder in Industrieprozessen bei den Messungen der Inhaltsstoffe oder Eigenschaften von flüssigen Proben zumeist entweder Tauchsonden oder Durchflusszellen eingesetzt.

Es ist Aufgabe der vorliegenden Erfindung, es zu ermöglichen, dass ein und dasselbe Spektrometersystem für eine Vielzahl verschiedener Proben mit unterschiedlichen optischen und mechanischen Eigenschaften eingesetzt werden kann.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß durch eine Vorrichtung und durch ein Verfahren gemäß den unabhängigen Patentansprüchen gelöst. Vorteilhafte Ausführungsformen ergeben sich aus den abhängigen Patentansprüchen, der Beschreibung und den Figuren.

Eine erfindungsgemäße Durchflusseinrichtung für ein Spektrometersystem verfügt über ein erstes, an ein Spektrometer op-

tisch koppelbares Optikelement und ein zweites, an eine Lichtquelle koppelbares Optikelement, welche im Bereich eines von einer Flüssigkeit durchströmbaren Messspaltes voneinander beabstandet angeordnet sind, wobei im Bereich dieses Messspaltes ein aus dem zweiten Optikelement austretender und in das erste Optikelement gelangender Lichtstrahl zumindest teilweise durch die Flüssigkeit absorbierbar ist. Um ein mit einer erfindungsgemäßen Durchflusseinrichtung ausgestattetes Spektrometersystem mit einer Vielzahl verschiedener Proben einsetzen zu können, ist durch eine Veränderung des Abstands der beiden Optikelemente eine Durchflussmenge der Flüssigkeit durch den Messspalt beeinflussbar. Insbesondere kann der Abstand der Optikelemente sowohl durch ein Bewegen eines der beiden oder ein Bewegen beider Optikelemente verändert werden.
Das hat den Vorteil, dass eine Anpassung des Messspaltes an die aus spektroskopischer Sicht beste Lichteffizienz ermöglicht wird. Es können sowohl dunkle und zähflüssige Substanzen wie Schmieröl, Schiffsdiesel oder Emulsionen wie Milch als auch dünnflüssige und helle Proben und sonstige Prozesslösungen mit ein und demselben System gemessen werden.

In einer vorteilhaften Ausführungsform ist vorgesehen, dass zum Anpassen des Abstandes der beiden Optikelemente in einem laufenden Betrieb der Abstand der beiden Optikelement steuerbar ist. Es kann also während einer Messung die Größe des Messspalts gesteuert werden, so dass eine aus spektroskopischer Sicht beste Lichteffizienz eingestellt werden kann. Das hat den Vorteil, dass die bereits erwähnten verschiedenen Substanzen ohne Prozessunterbrechung gemessen werden können. Somit kann die Durchflusseinrichtung insbesondere auch an Inhomogenitäten in der Probensubstanz angepasst werden.

Es ist insbesondere vorgesehen, dass der Abstand der beiden Optikelemente mit einer Mikrometerschraube oder hydraulisch steuerbar ist. Das hat den Vorteil, dass der Abstand sehr genau eingestellt werden kann und damit die unterschiedlichen

Eigenschaften verschiedener Probeflüssigkeiten in feinen Abstufungen gut berücksichtigt werden können.

In einer weiteren Ausführungsform ist vorgesehen, dass eine Steuereinrichtung vorhanden ist, mit welcher in Abhängigkeit einer Lichtintensität, welche von einer mit dem ersten Optikelement optisch gekoppelten Messeinrichtung messbar ist, der Abstand der beiden Optikelemente automatisch vergrößerbar oder verkleinerbar ist. Es wird also je nach Lichtintensität, die, insbesondere am Spektrometer, gemessen wird, die Engstelle, also der Messspalt, in der Durchflusseinrichtung automatisch verengt oder erweitert. Das hat den Vorteil, dass unterschiedliche Flüssigkeiten nicht nur ohne Prozessunterbrechung mit ein und demselben System gemessen werden können, sondern dass die Durchflusseinrichtung auch gegenüber gewünschten Prozessschwankungen messtechnisch flexibel bleibt.

In einer bevorzugten Ausgestaltung ist vorgesehen, dass ein By-Pass System Teil der Durchflusseinrichtung ist, mittels welchem eine weitere Flüssigkeit als Referenzflüssigkeit in den Messspalt einbringbar ist. Das hat den Vorteil, dass ein Referenzspektrum, welches grundsätzlich für jede Position bzw. jeden Abstand der Optikelemente zur Auswertung von Daten erforderlich ist, nicht aus einer Datenbank abgelesen werden muss, sondern jeweils in situ gemessen werden kann. Es kann also für jede neue Position der Optikelemente ein neues Referenzspektrum aufgenommen werden, in dem nach einer Veränderung der Größe des Messspaltes zunächst besagte Referenzflüssigkeit untersucht wird.

Hier kann es weiterhin vorgesehen sein, dass das By-Pass System ausgelegt ist, während des Betriebs automatisch zunächst eine Reinigungsflüssigkeit und dann, also in Folge, die Referenzflüssigkeit in den Messspalt einzubringen. Das hat den Vorteil, dass das Referenzspektrum besonders zuverlässig aufgenommen werden kann, da ausgeschlossen ist, dass Reste von anderen Flüssigkeiten das Referenzspektrum verfälschen.

In einer weiteren Ausführungsform ist vorgesehen, dass die Durchflusseinrichtung im Wesentlichen rohrförmig gebildet ist. Insbesondere kann sie die Form einer Kapillare annehmen. Das hat den Vorteil, dass die Durchflusseinrichtung an bestehende Aufbauten leicht anschließbar ist und gut zu reinigen ist. Insbesondere kann bei einer Ausformung als Kapillare dank der Kapillarwirkung gegebenenfalls auf eine Pumpe oder dergleichen verzichtet werden. Gerade hier ist dann eine Anpassung der Größe des Messspaltes an Probeneigenschaften vorteilhaft, da so die jeweils unterschiedlichen Eigenschaften verschiedener Proben in Bezug auf den Kapillareffekt berücksichtigt werden können.

In einer besonders vorteilhaften Ausführungsform ist vorgesehen, dass wenigstens eine dehnbare Membran, insbesondere eine sehr stark dehnbare und/oder verformbare Membran, zwischen dem zugeordneten Optikelement und einem innenliegenden Wandbereich der Durchflusseinrichtung angeordnet ist. Hierbei verformt sich die Membran bei einer Veränderung des Abstandes der beiden Optikelemente so, dass sie mit den Optikelementen, also dem Messspalt, eine Engstelle bildet. Die Auswahl des Materials, aus dem die Membran hergestellt werden soll, ist hier bis auf die Anforderungen an die Dehnbarkeit und/oder Verformbarkeit frei und kann prozessspezifisch gewählt werden, insbesondere als Polymermembran oder als Mixed-Matrix-Membran. Hierbei wird das Material der Membran bevorzugt so gewählt, dass es gegenüber den zu untersuchenden Flüssigkeiten oder einzelnen Bestandteilen dieser Flüssigkeiten bestandsfähig ist, also insbesondere durch diese, wie auch durch gegebenenfalls verwendete Reinigungsmittel, nicht chemisch angegriffen wird. Das hat den Vorteil, dass mit der Membran ein eventuelles Sammeln von festen Partikeln, wie sie in inhomogenen Flüssigkeiten vorkommen, an den optischen Elementen in der Durchflusseinrichtung verhindert werden kann. Auch die Reinigung der Durchflusseinrichtung, also der Durchflusszelle, wird durch die Anwendung der Membran deutlich vereinfacht. Einerseits dichtet nämlich die Membran das System von Leckagen ab, andererseits ist sie so dehnbar, dass

bei dem maximalen Abstand der Optikelemente ein starker Durchfluss der Flüssigkeit durch den Messspalt und damit die Durchflusszelle möglich ist. Damit entfällt eine problematische Reinigung von Kanten, die sich im Inneren der Standarddurchflusszellen befinden. Außerdem wird durch die Verwendung der Membran die Bildung von Wirbeln an der durch den Messspalt realisierten Engstelle im Flüssigkeitsstrom verringert und die Strömung der Prozessflüssigkeiten bleibt dadurch in einem größeren Bereich laminar.

Ebenfalls Teil der Erfindung ist ein Verfahren zum Betreiben einer solchen Durchflusseinrichtung für ein Spektrometersystem, wobei hier durch ein Verändern des Abstands der beiden Optikelemente eine Durchflussmenge der Flüssigkeit durch den Messspalt beeinflusst wird. Das führt zu den beschriebenen Vorteilen.

Weitere Merkmale der Erfindung ergeben sich aus der folgenden Beschreibung bevorzugter Ausführungsbeispiele der Erfindung, sowie anhand der Figuren. Dabei zeigen:

FIG 1 eine schematische Darstellung einer beispielhaften Durchflusseinrichtung gemäß einer Ausführungsform der Erfindung;

FIG 2 eine schematische Darstellung einer weiteren beispielhaften Durchflusseinrichtung in einer Ausführungsform der Erfindung;

FIG 3 eine schematische Darstellung einer zusätzlichen beispielhaften Durchflusseinrichtung in einer Ausführungsform der Erfindung; und

FIG 4 eine schematische Darstellung der in FIG 3 gezeigten Membran.

In den FIG werden gleiche oder funktionsgleiche Elemente mit den gleichen Bezugszeichen versehen.

In FIG 1 ist eine Durchflusseinrichtung 1 dargestellt. Eine Flüssigkeit 8 strömt hier entlang mehrere Wandbereiche 12 und durch einen Messspalt 6, welcher durch zwei Optikelemente 2, 3, welche in einem Abstand 10 zueinander angeordnet sind. Dabei bilden sich in zwei Bereichen 9 nahe des Messspaltes Verwirbelungen. Die Optikelemente 2, 3 sind hier parallel zur Zeichenebene beweglich, so dass sie in ihrem Abstand 10 verändert werden können. Dadurch ist die Größe des Messspalts 6 veränderbar, und die Menge der Flüssigkeit 8, welche in einer vorgegebenen Zeit durch den Messspalt 6 strömen kann ist somit durch eine Veränderung des Abstands 10 der beiden Optikelemente 2, 3 veränderbar.

Im Betrieb der Durchflusseinrichtung strömt nun die Flüssigkeit 8 durch den Messspalt 6 und absorbiert dort zumindest teilweise Licht, welches aus dem zweiten Optikelement 3 austritt. Damit gelangt nur ein bestimmter, in seinem Spektrum reduzierter Anteil des aus dem zweiten Optikelement 3 austretenden Lichts in das erste Optikelement 2. Soll nun die Durchflusseinrichtung 1 für eine andere Flüssigkeit 8 verwendet werden, so wird im Messspalt 6 bei dem für die vorhergehende Flüssigkeit 8 eingestellten Abstand 10 möglicherweise entweder zu viel oder zu wenig Licht absorbiert. Wird zu viel Licht absorbiert, sprich, handelt es sich z.B. um eine wesentlich dunklere Flüssigkeit, so muss der Abstand 10 verringert werden, damit aus dem in das erste Optikelement 2 gelangenden Licht noch Rückschlüsse auf Eigenschaften der Flüssigkeit 8 gezogen werden können. Handelt es sich jedoch beispielsweise um eine sehr dünnflüssige, weitgehend transparente Flüssigkeit 8, muss der Messspalt 6 vergrößert werden, damit die Menge der Flüssigkeit 8 zwischen den beiden Optikelementen 2, 3 ausreicht, um z.B. überhaupt eine messbare Absorption von Licht hervorzurufen. Auch andere Eigenschaften, wie beispielsweise die Viskosität der Flüssigkeit 8, können so über ein Einstellen des Messspalts 6 berücksichtigt werden.

In FIG 2 ist eine Durchflusseinrichtung 1 dargestellt, bei welcher sehr ähnlich zu der in FIG 1 dargestellten Durchflusseinrichtung 1 eine Flüssigkeit 8 zwischen Wandbereichen 12 und zwei Optikelementen 2, 3 durch einen Messspalt 6 strömt. Hier sind die beiden Bereiche 9, in denen Verwirbelungen stattfinden, deutlich kleiner als in dem in FIG 1 gezeigten Beispiel. Das ist auf mehrere hochflexible Membranen 11, welche zwischen den Wandbereichen 12 und den Optikelementen 2, 3 angeordnet sind zurückzuführen. Im gezeigten Beispiel sind die Membranen 11 zwischen Kanten des Messspalts 6 und innenliegenden Kanten der Wandbereiche 12 der Durchflusseinrichtung 1 befestigt. Diese Membranen 11 dichten also einen Innenraum, welcher von der Flüssigkeit 8 durchströmt wird, nach außen, also z.B. in Richtung einer Mechanik, welche die Optikelemente 2, 3 bewegt, ab. Werden die beiden Optikelemente 2, 3 in ihrem Abstand 10 nun verändert, zum Beispiel aufgrund geänderter Eigenschaften der Flüssigkeit 8, so passen sich die Membrane 11 aufgrund ihrer Flexibilität an die geänderte Geometrie der Wandbereiche 12 und der beiden Optikelemente 2, 3 an. Durch die Verwendung der Membrane 11 treten im gezeigten Beispiel auch weniger spitze Winkel an den Eckbereichen der Wandbereiche 12 und der Optikelemente 2, 3 auf. Das ist die Ursache für die bereits erwähnte vorteilhafte Verkleinerung der Bereiche 9, in denen sich die Flüssigkeit 8 verwirbelt.

In FIG 3 ist eine Durchflusseinrichtung 1 in einem eingebauten Zustand in einem Spektrometersystem dargestellt. Zwei verschiebbare Zylinder 13 nehmen hier die beiden Optikelemente 2, 3 auf und bilden hier eine mechanische Führung. Über diese mechanische Führung ist der Abstand 10 zwischen den beiden Optikelementen 2, 3 einstellbar, zum Beispiel über eine Mikrometerschraube. Aus einer Lichtquelle 5, beispielsweise einer Halogenlampe oder einem LED-Element, gelangt ein Lichtstrahl 7 zunächst in das zweite Optikelement 3, dann in den Messspalt 6, und schließlich über das erste Optikelement 2 in ein Spektrometer 4. Im Messspalt 6 kann sich wieder eine Flüssigkeit 8 befinden, die spektrale Teile des Lichtstrahls

7 absorbiert. Die Flüssigkeit 8 wird im gezeigten Beispiel über zwei Rohre 16, welche über die Membran 11 mit dem Messspalt 6 verbunden werden, durch den Messspalt 6 geleitet. Wird im Spektrometer 4 eine zu große oder zu geringe Helligkeit detektiert, kann im gezeigten Beispiel der Messspalt 6 über ein Verschieben der Zylinder 13 angepasst werden. Gelangt zu viel Licht in das Spektrometer 4, wird der Messspalt 6 vergrößert werden, gelangt hingegen zu wenig Licht in das Spektrometer 4, wird der Messspalt 6 verkleinert werden, um so stets, also für unterschiedliche Probesubstanzen, ein bestmögliches Messergebnis zu gewährleisten. Das System kann beispielsweise zusätzlich mit einem By-Pass System ausgestattet werden, welches derart eingerichtet ist, dass es automatisch nach einem Verändern des Abstands 10 der beiden Optikelemente 2, 3 zunächst für ein Durchspülen des Messspalts 6 mit einer Reinigungsflüssigkeit sorgt, um in Folge eine Referenzflüssigkeit in den Messspalt 6 einzubringen, so dass das Spektrometer 4 auf Grundlage der Referenzflüssigkeit für den nunmehr verwendeten Abstand 10 justiert bzw. geeicht werden kann. Nach dem Justiervorgang wird wieder die zu analysierende Flüssigkeit 8 über die beiden Rohre 16 in den Messspalt 6 eingebracht. Somit kann im laufenden Betrieb ohne einen weiteren Eingriff von Nutzerseite vollautomatisch eine Analyse unterschiedlichster Substanzen durchgeführt werden oder z.B. auch der Prozessablauf variiert werden.

FIG 4 zeigt eine schematische Darstellung der im in FIG 3 dargestellten Beispiel verwendeten Membran 11. Deutlich zu erkennen sind hier vier Öffnungen 14, 15, wobei jeweils zwei Öffnungen 14 und zwei Öffnungen 15 an gegenüberliegenden Seiten der Membran 11 angeordnet sind. Die beiden Öffnungen 15, welche im vorliegenden Fall die größeren der Öffnungen 14, 15 sind, sind dafür vorgesehen, die Durchflusseinrichtung 1 im Bereich der beiden Optikelemente 2, 3 mit den zugeordneten Zylindern 13 abzudichten. Die beiden kleineren Öffnungen 14 nehmen wie in FIG 3 gezeigt zwei Rohre 16 auf und dichten somit die Durchflusseinrichtung 1 in Richtung der Zu- und Ableitung der zu untersuchenden Flüssigkeit 8 ab. Da die Memb-

ran 11 stark dehnbar bzw. hoch flexibel ist, kann sie sich gleichzeitig einer geänderten Geometrie durch ein Verschieben der Zylinder 13 mit den Optikelementen 2, 3 anpassen und ihre Abdichtfunktion erhalten. Zudem werden hier über die verwendeten runden Formen Kanten, an denen sich Reste der Probe oder sonstiger Flüssigkeiten und Stoffe ansammeln können, konstruktiv vermieden.

Patentansprüche

1. Durchflusseinrichtung (1) für ein Spektrometersystem, mit einem ersten, an ein Spektrometer (4) optisch koppelbaren Optikelement (2), und mit einem zweiten, an eine Lichtquelle (5) optisch koppelbaren Optikelement (3), welche im Bereich eines von einer Flüssigkeit (8) durchströmbaren Messspaltes (6) voneinander beabstandet angeordnet sind, in dessen Bereich ein aus dem zweiten Optikelement (3) austretender und in das erste Optikelement (2) gelangender Lichtstrahl (7) zumindest teilweise absorbierbar ist, dadurch gekennzeichnet, dass durch eine Veränderung des Abstandes (10) der beiden Optikelemente (2, 3) eine Durchflussmenge der Flüssigkeit (8) durch den Messspalt (6) beeinflussbar ist.

2. Durchflusseinrichtung (1) nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass zum Anpassen des Abstandes (10) der beiden Optikelemente (2, 3) in einem laufendem Betrieb der Abstand (10) der beiden Optikelemente (2, 3) steuerbar ist.

3. Durchflusseinrichtung (1) nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass der Abstand (10) der beiden Optikelemente (2, 3) mit einer Mikrometerschraube oder hydraulisch steuerbar ist.

4. Durchflusseinrichtung (1) nach Anspruch 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, dass eine Steuereinrichtung vorhanden ist, mit welcher in Abhängigkeit einer Lichtintensität, welche von einer mit dem ersten Optikelement (2) optisch gekoppelten Messeinrichtung messbar ist, der Abstand (10) der beiden Optikelemente (2, 3) automatisch vergrößerbar oder verkleinerbar ist.

5. Durchflusseinrichtung (1) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass ein By-Pass System Teil der Durchflusseinrichtung (1) ist, mittels welchem eine weitere Flüssigkeit als Referenzflüssigkeit in den Messspalt (6) einbringbar ist.

6. Durchflusseinrichtung (1) nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass das By-Pass System ausgelegt ist während des Betriebs automatisch zunächst eine Reinigungsflüssigkeit und dann die Referenzflüssigkeit in den Messspalt (6) einzubringen.

7. Durchflusseinrichtung (1) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Durchflusseinrichtung (1) im Wesentlichen rohrförmig gebildet ist.

8. Durchflusseinrichtung (1) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass wenigstens eine dehnbare Membran (11) zwischen dem zugeordneten Optikelement (2, 3) und einem innenliegenden Wandbereich (12) der Durchflusseinrichtung (1) angeordnet ist.

9. Verfahren zum Betreiben einer Durchflusseinrichtung (1) für ein Spektrometersystem, wobei die Durchflusseinrichtung (1) ein erstes, an ein Spektrometer (4) optisch koppelbares Optikelement (2), und ein zweites an eine Lichtquelle (5) optisch koppelbares Optikelement (3) hat, welche im Bereich eines von einer Flüssigkeit (8) durchströmbaren Messspaltes (6) voneinander beabstandet angeordnet sind, wobei in den Bereich des Messspaltes (6) ein aus dem zweiten Optikelement (3) austretender und in das erste Optikelement (2) gelangender Lichtstrahl (7) zumindest teilweise absorbiert wird, dadurch gekennzeichnet, dass durch ein Verändern des Abstandes (10) der beiden Optikelemente (2, 3) eine Durchflussmenge der Flüssigkeit (8) durch den Messspalt (6) beeinflusst wird.