



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 203 07 783 U1** 2004.10.28

(12)

Gebrauchsmusterschrift

(22) Anmeldetag: **18.05.2003**

(47) Eintragungstag: **23.09.2004**

(43) Bekanntmachung im Patentblatt: **28.10.2004**

(51) Int Cl.7: **G01N 31/16**

(71) Name und Wohnsitz des Inhabers:

Saur, Dietrich, Dr.rer.nat., 55127 Mainz, DE

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

(54) Bezeichnung: **Vorrichtung zur photometrischen, potentiometrischen oder konduktometrischen Online-Titration**

(57) Hauptanspruch: Vorrichtung zur photometrischen, potentiometrischen oder konduktometrischen Online-Titration, bestehend aus einer oder mehreren Dosierpumpe(n) für die Probe, einer oder mehreren Dosierpumpe(n) für die Reagenslösung(en), einer Steuereinheit für die Pumpen, einer Mischmesszelle und einer Auswerteeinheit zur Aufnahme und/oder Weiterverarbeitung der Messsignale.

Beschreibung

[0001] In der Ionenanalytik ist neben der Gravimetrie die Titration die genaueste Bestimmungsmethode für Haupt- und Nebenbestandteile.

[0002] In der Prozessmesstechnik werden photometrische, potentiometrische und konduktometrische Messmethoden zur direkten Konzentrationsmessung im Online-Betrieb angewandt, ebenso modifizierte Verfahren, bei denen Zusätze eine solche Messung ermöglichen, wie z. B. der Zusatz von Molybdat bei der photometrischen Bestimmung von gelöster Kieselsäure. Die Genauigkeit der Messergebnisse ist jedoch bei der Photometrie und der Potentiometrie wegen der logarithmischen Abhängigkeit des Messwertes von der Konzentration nicht für Konzentrationsbestimmungen mit hoher Genauigkeitsanforderung geeignet. In diesen Fällen bietet sich die Titration auf den Äquivalenzpunkt an, womit Genauigkeiten vergleichbar mit denen der Gravimetrie erreicht werden.

[0003] Die Titrationsverfahren werden in der Prozessmesstechnik bisher nur im Batch-Verfahren ausgeführt. Um unmittelbare aktuelle Messwerte zu erhalten, wie es in der Prozesskontrolle nötig ist, muss die Zeitdauer zwischen Probennahme und Messung möglichst gering sein. Dies ist nur zu erreichen, wenn kontinuierlich gemessen wird, und die Volumina von Probenzuleitung, Mischkammer und Messküvette sehr klein sind.

[0004] Aufgabe der Erfindung war es, die Genauigkeit der Titration mit der Aktualität der Messung zu verbinden, wie sie in einer Durchflussmesszelle gegeben ist.

[0005] Dazu müssen genau definierte Mengen von Probelösung (Titrand) und Titrationslösung (Titrator) homogen gemischt und auf kürzestem Weg in die Messzelle überführt werden. Misch- und Messzellen-teile müssen strömungsgünstig ausgelegt sein, um Verschleppungen und somit Störungen der Aktualität der Messung zu verhindern.

[0006] Potentiometrische Messungen, vor allem solche mit Glaselektroden, zeigen eine größere Zeitverzögerung in der Anzeige.

[0007] Indiziert wird der Zustand der Äquivalenz der Reaktionspartner. Dies kann auf potentiometrische, photometrische oder konduktometrische Weise erfolgen.

[0008] Hierzu wird der Fluss eines Reaktionspartners konstant gehalten und der des anderen so variiert, dass das Äquivalenzverhältnis periodisch leicht unter- und überschritten wird.

[0009] Bei einem dreieckförmigen Geschwindig-

keitsprofil des Reagensflusses wird der Histeresefehler vom Steuerrechner mathematisch eliminiert.

[0010] Bei der photometrischen Indizierung müssen bei nicht selbst indizierenden Systemen geeignete pH- oder Redox-Farbindikatoren zugesetzt werden.

Schutzansprüche

1. Vorrichtung zur photometrischen, potentiometrischen oder konduktometrischen Online-Titration, bestehend aus einer oder mehreren Dosierpumpe(n) für die Probe, einer oder mehreren Dosierpumpe(n) für die Reagenslösung(en), einer Steuereinheit für die Pumpen, einer Mischmesszelle und einer Auswerteeinheit zur Aufnahme und/oder Weiterverarbeitung der Messsignale.

2. Photometrische Mischmesszelle (Küvette) in Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sich unmittelbar vor dem optischen Strahlengang eine Reaktionsmischkammer befindet.

3. Potentiometrische Messzelle) in Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sich unmittelbar vor der potentiometrischen Messzelle eine Reaktionsmischkammer befindet.

4. Konduktometrische Messzelle) in Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sich unmittelbar vor der konduktometrischen Messzelle eine Reaktionsmischkammer befindet.

5. Vorrichtung nach Anspruch 2, 3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Reaktionslösungen aus zwei oder mehreren Kanälen in den Reaktionsraum eingeleitet werden.

6. Vorrichtung nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Reaktionslösungen in der Reaktionsmischkammer mit Hilfe eines rotierenden Körpers oder durch Vibration oder durch passive Mischkörper vermischt werden.

7. Vorrichtung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Form der Reaktionskammer kugel-, kugelsegment- oder kugelabschnittsförmig, zylindrisch, kegel-, kegelabschnittsförmig ausgebildet oder aus einer oder mehreren dieser Formen zusammengesetzt ist.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen