



(10) **DE 10 2009 059 963 B4** 2011.11.24

(12) **Patentschrift**

(21) Aktenzeichen: **10 2009 059 963.0**
(22) Anmeldetag: **22.12.2009**
(43) Offenlegungstag: **01.09.2011**
(45) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: **24.11.2011**

(51) Int Cl.: **G01N 1/28 (2006.01)**
G01N 30/12 (2006.01)

Innerhalb von drei Monaten nach Veröffentlichung der Patenterteilung kann nach § 59 Patentgesetz gegen das Patent Einspruch erhoben werden. Der Einspruch ist schriftlich zu erklären und zu begründen. Innerhalb der Einspruchsfrist ist eine Einspruchsgebühr in Höhe von 200 Euro zu entrichten (§ 6 Patentkostengesetz in Verbindung mit der Anlage zu § 2 Abs. 1 Patentkostengesetz).

(73) Patentinhaber:
Siemens Aktiengesellschaft, 80333, München, DE

(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht
gezogene Druckschriften:

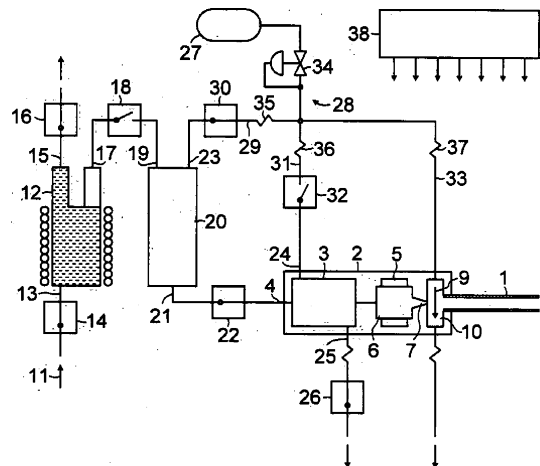
(72) Erfinder:
Gellert, Udo, 76756, Bellheim, DE

DE 101 27 353 A1

(54) Bezeichnung: **Flüssigdosier-Vorrichtung für einen Gasanalysator**

(57) Zusammenfassung: Die Flüssigdosier-Vorrichtung weist einem Tropfengenerator (2) mit einem Vorratsraum (3) und einen mit diesem verbundenen und durch einen elektro-mechanischen Wandler (5) veränderbaren Verdrängungsraum (6) mit Austrittsöffnung (7) auf, der bei Anregung des Wandlers (5) einen Flüssigkeitstropfen (8) durch eine oder entgegen einer von einer Gasquelle (27) erzeugten Gasströmung (9) aus einem kalten Bereich (10) in einen beheizbaren Bereich (1) schießt.

Um die Vorrichtung für die automatische und quasikontinuierliche Flüssigdosierung in der Prozessanalytik zu er-tüchtigen, ist eine über Ventile (14, 16) von der zu dosierenden Flüssigkeit (11) durchströmte beheizbare Verdampfungskammer (12) vorgesehen, zwischen die und den Vorratsraum (3) eine Kondensat-kammer (20) über weitere Ventile (18, 22) geschaltet ist. Die Kondensat-kammer (20) und der Vorratsraum (3) sind über zusätzliche Ventile (30, 32) und eine Druckregleinrichtung (28) an der Gasquelle (27) angeschlossen.



Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft eine Flüssigdosier-Vorrichtung für einen Gasanalysator nach dem Oberbegriff des Anspruchs 1.

[0002] Eine derartige, einen Tropfengenerator umfassende Flüssigdosier-Vorrichtung ist aus der DE 10127353 A1 bekannt.

[0003] Für die Verarbeitung oder Behandlung von Flüssigkeiten, beispielsweise deren Analyse, kann eine vorherige Reinigung der Probe von gelösten, nicht verdampfenden Anteilen durch vollständiges Verdampfen und anschließendes vollständiges Kondensieren der Flüssigkeit erforderlich sein. Speziell bei der Prozesschromatographie soll der Dosiervorgang prozesstauglich, d. h. automatisch durchführbar, sein. Die kleinste dosierbare Flüssigkeitsmenge soll deutlich unter 0,1 µl liegen und eine Diskriminierung der verdampften Flüssigkeitsprobe, beispielsweise in Form von lokalen Konzentrationsunterschieden unterschiedlicher Verdampfungsbestandteile im Dampf, ausgeschlossen sein. So führt z. B. einfaches Eintropfen der Flüssigkeit in einen beheizten Verdampfungsraum zu einer ungleichmäßigen Verdampfung, weil jeder einzelne Tropfen in einer durch Tropfengröße und äußere Umstände bestimmten Zeit fraktioniert verdampft; dabei verdampfen Inhaltsstoffe mit niedrigem Siedepunkt zuerst und Inhaltsstoffe mit hohem Siedepunkt zuletzt.

[0004] Bei der bekannten Flüssigdosier-Vorrichtung ist daher ein Tropfengenerator vorgesehen, der bei Anregung einen Flüssigkeitstropfen entgegen einer Gasströmung aus einem kalten Bereich in einen beheizbaren Bereich, z. B. ein Kapillarrohr, schießt. Der Tropfengenerator weist einen Vorratsraum und einen durch einen elektromechanischen Wandler, z. B. einen Piezowandler, veränderbaren Verdrängungsraum mit einer Austrittsöffnung für die Tröpfchen auf.

[0005] Mit dem die Flüssigkeit in Tropfen mit hoher Geschwindigkeit verschießenden Tropfengenerator lassen sich kleinste Tröpfchen mit einem Volumen von beispielsweise 50 pl erzeugen, so dass über die Anzahl der zu erzeugenden Tropfen auch kleinste Flüssigkeitsmengen genau dosiert werden können. Die in den beheizbaren Bereich geschossenen Tropfen verdampfen dort schnell und vollständig, wobei es wegen der sehr geringen Tropfengröße und der ungesplitteten Betriebsweise zu keiner Diskriminierung der Flüssigkeitsprobe kommt. Flüssigkeit, die unbeabsichtigt aus der Austrittsöffnung des Tropfengenerators quillt, wird mittels der Gasströmung entsorgt und gelangt nicht in das Kapillarrohr.

[0006] Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, die bekannte Flüssigdosier-Vorrichtung dahingehend weiterzubilden, dass sie für die automatische und

quasi-kontinuierliche Flüssigdosierung in der Prozessanalytik geeignet ist.

[0007] Gemäß der Erfindung wird die Aufgabe durch die in Anspruch 1 angegebene Flüssigdosier-Vorrichtung gelöst, von der vorteilhafte Weiterbildungen den Unteransprüchen zu entnehmen sind.

[0008] Die Flüssigdosier-Vorrichtung weist insbesondere folgende Merkmale und Vorteile auf: Die, beispielsweise aus einem Prozess entnommene, zu dosierende Flüssigkeit wird periodisch in die Verdampfungskammer geleitet und dort verdampft. Der Dampf oder das bereits gebildete Kondensat wird in die Kondensatkammer geleitet, so dass dort nur noch verdampfende Flüssigkeitskomponenten vorliegen. Während des Verdampfens und anschließenden Kondensierens der zu dosierenden Flüssigkeit werden dazu nicht benutzten Räume und Kammern mit dem Gas, z. B. dem Trägergas eines Gaschromatographen, gespült, um noch vorhandene Flüssigkeitsreste zu entfernen. Anschließend wird mit Hilfe des Gases das Kondensat in die für die Tropenerzeugung benötigten Räume und Kammern überführt, während gleichzeitig die Verdampfungskammer wieder mit Flüssigkeit gefüllt wird. Dabei sind die jeweiligen Gas- und Flüssigkeitswege durch die Ventile voneinander entkoppelt. Das Gas dient zum Spülen, Fördern der Flüssigkeit und, in Verbindung mit der Druckregelvorrichtung, zur Einstellung der Druckverhältnisse innerhalb der Flüssigdosier-Vorrichtung.

[0009] Zur weiteren Erläuterung der Erfindung wird im Folgenden auf die Zeichnung Bezug genommen, die in den

[0010] [Fig. 1](#) bis [Fig. 4](#) in schematischer Darstellung ein Ausführungsbeispiel der erfindungsgemäßen Vorrichtung in vier aufeinanderfolgenden Betriebsphasen zeigt.

[0011] Die in den [Fig. 1](#) bis [Fig. 4](#) gezeigte Flüssigdosier-Vorrichtung für einen Gasanalysator, von dem hier lediglich eine beheizbare Kapillare **1** zu sehen ist, weist einen Tropfengenerator **2** mit einem Vorratsraum **3** mit Flüssigkeitseinlass **4** und einem mit dem Vorratsraum **3** verbundenen und durch einen elektromechanischen Wandler **5** veränderbaren Verdrängungsraum **6** mit Austrittsöffnung **7** auf. Bei Anregung des Wandlers **5** wird aus dem Verdrängungsraum **6** ein Flüssigkeitstropfen **8** oder eine Folge davon durch eine, oder, wie aus der DE 10127353 A1 bekannt, entgegen einer Gasströmung **9** aus einem kalten Bereich **10** in einen beheizbaren Bereich, hier die Kapillare **1**, geschossen.

[0012] Die zu dosierende und anschließend zu analysierende Flüssigkeit **11** wird aus einem Prozess entnommen und durch eine beheizbare Verdampfungskammer **12** geleitet. Die Verdampfungskammer **12**

weist dazu einen Flüssigkeitszulauf **13** mit einem ersten Ventil **14** und einen Flüssigkeitsablauf **15** mit einem zweiten Ventil **16** auf. Über einen Dampfauslass **17** und ein drittes Ventil **18** ist die Verdampfungskammer **12** mit einem Dampf- oder Kondensateinlass **19** einer Kondensatkammer **20** verbunden. Die Kondensation kann bereits in der Verbindung zwischen beiden Kammern **12** und **20** oder spätestens in der Kammer **20** erfolgen. Die Kondensatkammer **20** ist über einen Kondensatauslass **21** und ein viertes Ventil **22** mit dem Flüssigkeitseinlass **4** des Vorratsraums **3** des Tropfengenerators **2** verbunden. Die Kondensatkammer **20** und der Vorratsraum **3** des Tropfengenerators **2** weisen jeweils einen Gaseinlass **23** bzw. **24** und der Vorratsraum **3** einen Flüssigkeitsauslass **25** mit einem fünften Ventil **26** auf.

[0013] An einer Gasquelle **27**, z. B. der Trägergasquelle eines Gaschromatographen, ist eine Druckregelrichtung **28** angeschlossen, die an einem ersten Ausgang **29** über ein sechstes Ventil **30** mit dem Gaseinlass **23** der Kondensatkammer **20** und an einem zweiten Ausgang **31** über ein siebtes Ventil **32** mit dem Gaseinlass **24** des Vorratsraums **3** des Tropfengenerators **2** verbunden ist. An einem dritten Ausgang **33** wird die Gasströmung **9** bereitstellt. Im gezeigten Ausführungsbeispiel besteht die Druckregelrichtung **28** aus einem Druckregler **34** mit drei Strömungswiderständen **35**, **36**, **37** für jeden der drei Ausgänge **29**, **31**, **33**.

[0014] Die sieben Ventile **14**, **16**, **18**, **22**, **26**, **30** und **32** werden durch eine Steuereinrichtung **38** derart gesteuert, dass die Flüssigdosier-Vorrichtung in aufeinanderfolgenden Dosierzyklen jeweils vier Betriebsphasen durchläuft.

[0015] **Fig. 1** zeigt die erste Phase, in der das erste, zweite, vierte, fünfte und sechste Ventil **14**, **16**, **22**, **26**, **30** geöffnet und die übrigen Ventile **18**, **32** geschlossen (gesperrt) sind. Dabei wird die Verdampfungskammer **12** mit der zu dosierenden Flüssigkeit **11** gefüllt; die Kondensatkammer **20**, der Vorratsraum **3** und der Verdrängungsraum **6** werden mit dem Gas gespült.

[0016] **Fig. 2** zeigt die zweite Phase, in der das dritte, fünfte und siebte Ventil **18**, **26**, **32** geöffnet und die übrigen Ventile **14**, **16**, **22**, **30** geschlossen sind. Dabei wird die Flüssigkeit **11** in der Verdampfungskammer **12** verdampft und der entstehende Dampf oder sein Kondensat werden in die Kondensatkammer **20** geleitet. Zugleich werden der Vorratsraum **3** und der Verdrängungsraum **6** mit dem Gas gespült.

[0017] **Fig. 3** zeigt die dritte Phase, in der das erste, zweite, vierte, und sechste Ventil **14**, **16**, **22**, **30** geöffnet und die übrigen Ventile **18**, **26**, **32** geschlossen sind. Dabei wird die Verdampfungskammer **12** wieder von der zu dosierenden Flüssigkeit **11** durch-

strömt, wobei aus der vorangegangenen Verdampfungsphase verbliebene Rückstände, wie nicht verdampfbare und gelöste Komponenten, aus der Kammer **12** heraus transportiert werden. Gleichzeitig werden der Vorratsraum **3** und der Verdrängungsraum **6** mit dem Kondensat aus der Kondensatkammer **20** gefüllt.

[0018] **Fig. 4** zeigt die vierte Phase, in der das erste, zweite und siebte Ventil **14**, **16**, **32** geöffnet und die übrigen Ventile **18**, **22**, **26**, **30** geschlossen sind. Dabei wird die Verdampfungskammer **12** von der zu dosierenden Flüssigkeit **11** durchströmt. Gleichzeitig werden die Flüssigkeitstropfen **8** erzeugt, wobei der Druck in dem Vorratsraum **3** von der Druckregelrichtung **28** konstant gehalten wird.

Patentansprüche

1. Flüssigdosier-Vorrichtung für einen Gasanalytator mit einem Tropfengenerator (**2**), der einen Vorratsraum (**3**) mit einem Flüssigkeitseinlass (**4**) und einen mit dem Vorratsraum (**3**) verbundenen und durch einen elektromechanischen Wandler (**5**) veränderbaren Verdrängungsraum (**6**) mit Austrittsöffnung (**7**) aufweist und bei Anregung des Wandlers (**5**) einen Flüssigkeitstropfen (**8**) durch eine oder entgegen einer von einer Gasquelle (**27**) erzeugten Gasströmung (**9**) aus einem kalten Bereich (**10**) in einen beheizbaren Bereich (**1**) schießt, **dadurch gekennzeichnet**, dass eine beheizbare Verdampfungskammer (**12**) vorhanden ist, die für eine zu dosierende Flüssigkeit (**11**) einen Flüssigkeitszulauf (**13**) mit einem ersten Ventil (**14**), einen Flüssigkeitsablauf (**15**) mit einem zweiten Ventil (**16**) und einen Dampfauslass (**17**) aufweist, dass eine Kondensatkammer (**20**) vorhanden ist, die einen mit dem Dampfauslass (**17**) über ein drittes Ventil (**18**) verbundenen Dampf- oder Kondensateinlass (**19**), einen Kondensatauslass (**21**) und einen Gaseinlass (**23**) aufweist, wobei der Kondensatauslass (**21**) über ein viertes Ventil (**22**) mit dem Flüssigkeitseinlass (**4**) des Vorratsraums (**3**) des Tropfengenerators (**2**) verbunden ist, dass der Vorratsraum (**3**) des Tropfengenerators (**2**) einen Flüssigkeitsauslass (**25**) mit einem fünften Ventil (**26**) und einen Gaseinlass (**24**) aufweist, und dass die Gasquelle (**27**) an einer Druckregelrichtung (**28**) angeschlossen ist, die an einem ersten Ausgang (**29**) über ein sechstes Ventil (**30**) mit dem Gaseinlass (**23**) der Kondensatkammer (**20**) verbunden ist, an einem zweiten Ausgang (**31**) über ein siebtes Ventil (**32**) mit dem Gaseinlass (**24**) des Vorratsraums (**3**) des Tropfengenerators (**2**) verbunden ist und an einem dritten Ausgang (**33**) die Gasströmung (**7**) bereitstellt.

2. Flüssigdosier-Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Druckregelrichtung

tung (28) einen Druckregler (34) aufweist, der über drei Strömungswiderstände (35, 36, 37) mit den drei Ausgängen (2, 31, 33) der Druckregeleinrichtung (28) verbunden ist.

3. Flüssigdosier-Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass eine die Ventile (14, 16, 18, 22, 26, 30, 32) steuernde Steuereinrichtung (38) vorhanden ist, die dazu ausgebildet ist, in einer ersten Phase das erste, zweite, vierte, fünfte und sechste Ventil (14, 16, 22, 26, 30) zu öffnen und die übrigen Ventile (18, 32) zu schließen, um die Verdampfungskammer (12) mit der zu dosierenden Flüssigkeit (11) zu füllen und die Kondensatkammer (20), den Vorratsraum (3) und den Verdrängungsraum (6) mit dem Gas zu spülen, in einer zweiten Phase das dritte, fünfte und siebte Ventil (18, 26, 32) zu öffnen und die übrigen Ventile (14, 16, 22, 30) zu schließen, um den während der Verdampfung der Flüssigkeit (11) in der Verdampfungskammer (12) entstehenden Dampf oder sein Kondensat in die Kondensatkammer (20) zu leiten, in einer dritten Phase das vierte und sechste Ventil (22, 30) zu öffnen und das dritte, fünfte und sechste Ventil (18, 26, 32) zu schließen, um den Vorratsraum (3) und den Verdrängungsraum (6) mit dem Kondensat aus der Kondensatkammer (20) zu füllen, und in einer vierten Phase das siebte Ventil (32) zu öffnen und das dritte, vierte, fünfte und sechste Ventil (18, 22, 26, 30) zu schließen, um während der Erzeugung der Flüssigkeitstropfen (8) einen definierten Druck in dem Vorratsraum (3) einzustellen.

4. Flüssigdosier-Vorrichtung nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Steuereinrichtung (38) dazu ausgebildet ist, in der dritten und/oder vierten Phase das erste und zweite Ventil (14, 16) zu öffnen, um die Verdampfungskammer (12) mit der Flüssigkeit (11) zu durchströmen.

Es folgen 2 Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

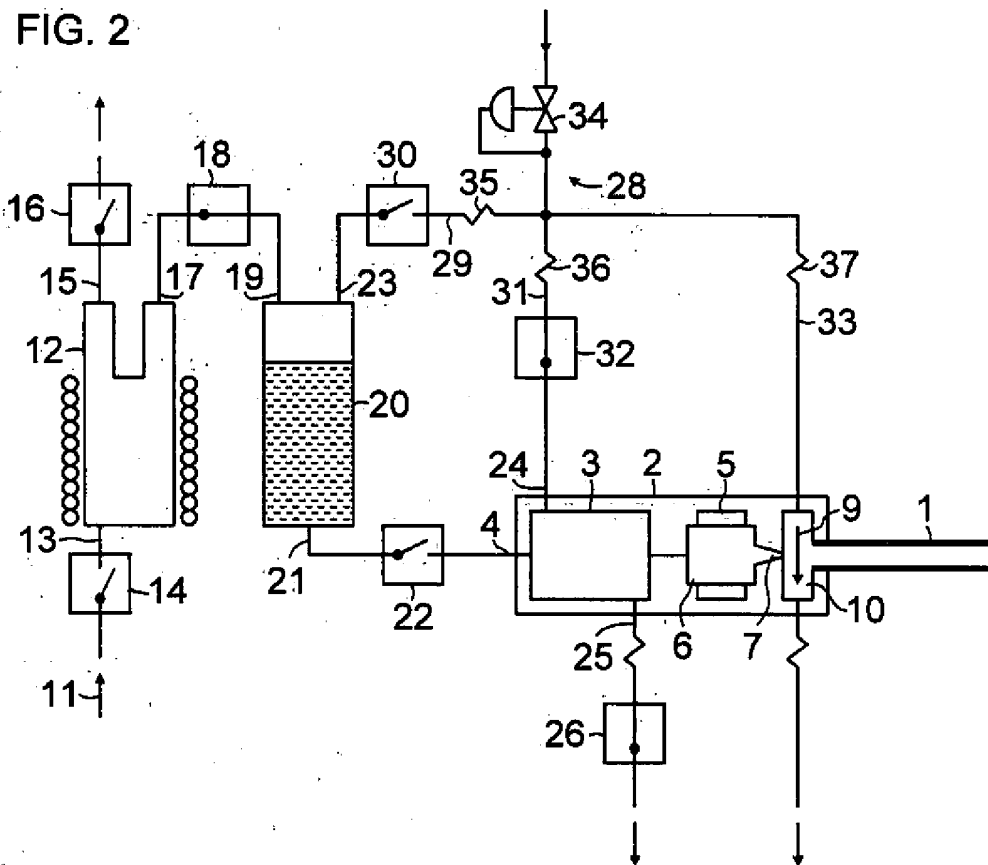
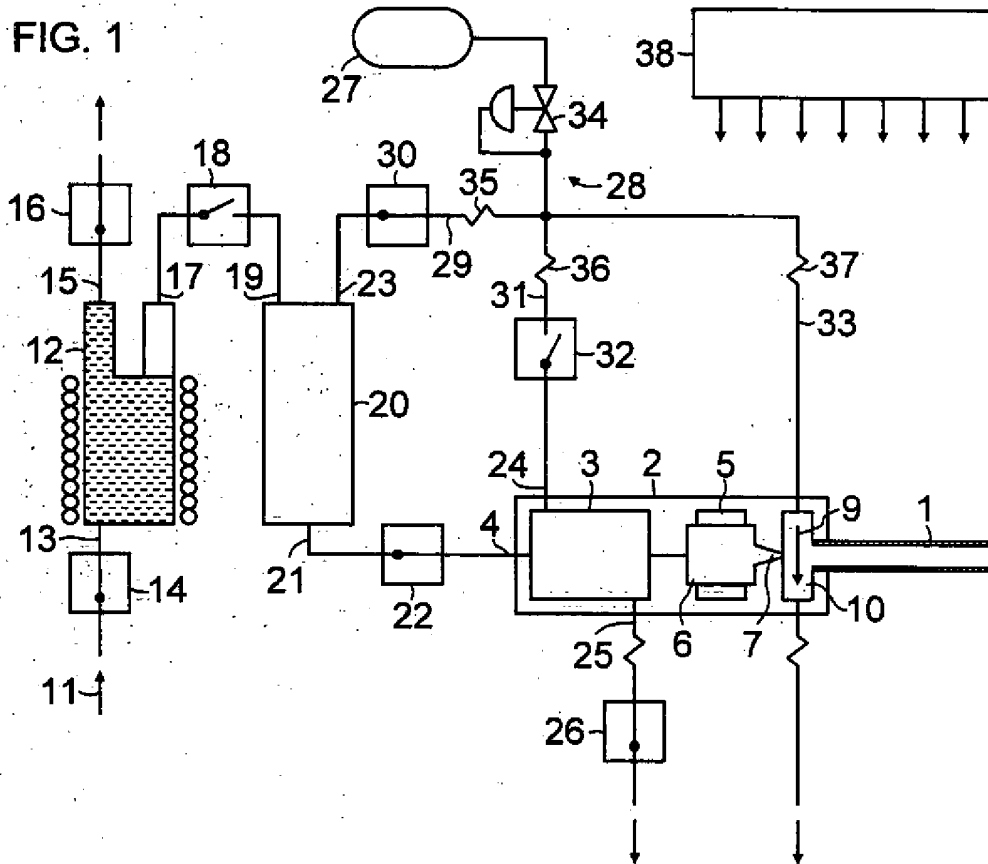


FIG. 3

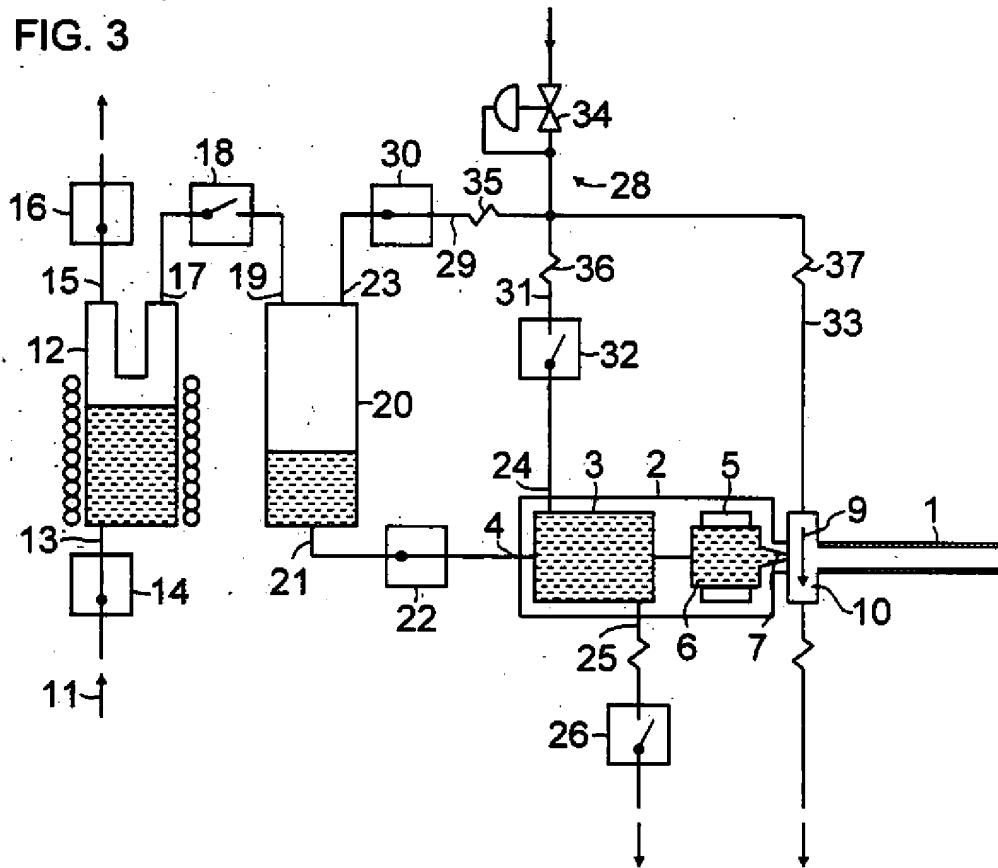


FIG. 4

