

(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
19. Dezember 2002 (19.12.2002)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 02/101384 A3

- (51) Internationale Patentklassifikation⁷: G01N 30/86, (81) Bestimmungsstaaten (*national*): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP02/06014
- (22) Internationales Anmeldedatum: 31. Mai 2002 (31.05.2002)
- (25) Einreichungssprache: Deutsch
- (26) Veröffentlichungssprache: Deutsch
- (30) Angaben zur Priorität: 101 28 546.9 13. Juni 2001 (13.06.2001) DE
- (71) Anmelder (*für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US*): MERCK PATENT GMBH [DE/DE]; Frankfurter Strasse 250, 64293 Darmstadt (DE).
- (72) Erfinder; und
- (75) Erfinder/Anmelder (*nur für US*): GOLUSHKO, Sergey [RU/DE]; Im Wiesengrund 49b, 64367 Mühlthal (DE).
- (74) Anwälte: WEBER, Dieter usw.; Weber-Seiffert-Lieke, Postfach 61 45, 65051 Wiesbaden (DE).
- (84) Bestimmungsstaaten (*regional*): ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- Veröffentlicht:
— mit internationalem Recherchenbericht
- (88) Veröffentlichungsdatum des internationalen Recherchenberichts: 12. September 2003
- Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR CARRYING OUT CHROMATOGRAPHIC ANALYSES IN AN AUTOMATIC AND OPTIMISED MANNER

(54) Bezeichnung: VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUR AUTOMATISCHEN, OPTIMIERTEN DURCHFÜHRUNG CHROMATOGRAPHISCHER ANALYSEN

(57) Abstract: The invention relates to a method for automatically carrying out chromatographic analyses. According to said method, at least one of the following pieces of information is obtained: a) the retention times of at least one constituent; b) the temperature; c) the structural formulae of at least one of the constituents; d) the type of elution agent; and e) the parameters of the separation column. For extensive optimisation, the invention is characterised in that the data obtained is optionally completed by available data, at least one first test run is carried out under isocratic conditions, and retention times are detected or calculated on the basis of a model with optimisation parameters. The retention times obtained are optimised by varying the parameters, another chromatography run is carried out with the parameters of the optimised retention times, and a comparison is made with the measured retention times. The above-mentioned steps are optionally repeated for further optimisation.

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur automatischen Durchführung chromatographischer Untersuchungen. Dabei werden eine oder mehrere der folgenden Informationen erfasst: (a) Retentionszeiten mindestens einer Komponente, (b) die Temperatur, (c) Strukturformeln von einer oder mehreren Komponenten, (d) die Art des Elutionsmittels und (e) Parameter der Trennsäule. Zur weitergehenden Automatisierung ist die Erfindung dadurch gekennzeichnet, dass die erfassten Daten gegebenenfalls durch vorhandene Daten ergänzt werden, dass mindestens ein erster Testlauf unter isokratischen Bedingungen erfolgt und Retentionszeiten erfasst bzw. auf der Basis eines Modells mit Optimierungsparametern berechnet werden. Die Retentionszeiten werden durch Variation der Parameter optimiert und es erfolgt ein weiterer Chromatographielauf mit den Parametern der optimierten Retentionszeiten sowie Vergleichen mit den gemessenen Retentionszeiten. Die vorgenannten Schritte werden gegebenenfalls zur weiteren Optimierung wiederholt.



WO 02/101384 A3

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/EP 02/06014

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 G01N30/86 G01N30/88

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)
IPC 7 G01N G06F

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 practical, 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.
P,A	US 2002/010566 A1 (LI JIANJUN ET AL) 24 January 2002 (2002-01-24) the whole document	1-20
P,A	WO 02 29401 A (MERCK PATENT GMBH ;GOLUSHKO SERGEY (DE)) 11 April 2002 (2002-04-11) the whole document	1-20
A	DE 198 60 354 A (UNIV DORTMUND) 29 June 2000 (2000-06-29) the whole document	1-20
A	US 5 305 232 A (CHIMOWITZ ELDRED H ET AL) 19 April 1994 (1994-04-19) the whole document	1-20
	-/--	

Further documents are listed in the continuation of box C.

Patent family members are listed in 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 document 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

11 November 2002

Date of mailing of the international search report

25. 11. 02

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Bertil Dahl

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/EP 02/06014

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 0 783 103 A (THERMOQUEST ITALIA S P A) 9 July 1997 (1997-07-09) the whole document -----	1-20

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 02/06014

Patent document cited in search report	A1	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 2002010566	A1	24-01-2002	AU 5525401 A EP 1295116 A2 WO 0177662 A2	23-10-2001 26-03-2003 18-10-2001
WO 0229401	A	11-04-2002	DE 10049079 A1 AU 1048502 A WO 0229401 A1	18-04-2002 15-04-2002 11-04-2002
DE 19860354	A	29-06-2000	DE 19860354 A1	29-06-2000
US 5305232	A	19-04-1994	NONE	
EP 0783103	A	09-07-1997	IT M1952785 A1 EP 0783103 A2 US 5738707 A	30-06-1997 09-07-1997 14-04-1998

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 02/06014

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
 IPK 7 G01N30/86 G01N30/88

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchiertes Mindestprüfgebiet (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
 IPK 7 G01N G06F

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfgebiet 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	Bez. Anspruch Nr.
P,A	US 2002/010566 A1 (LI JIANJUN ET AL) 24. Januar 2002 (2002-01-24) das ganze Dokument	1-20
P,A	WO 02 29401 A (MERCK PATENT GMBH ; GOLUSHKO SERGEY (DE)) 11. April 2002 (2002-04-11) das ganze Dokument	1-20
A	DE 198 60 354 A (UNIV DORTMUND) 29. Juni 2000 (2000-06-29) das ganze Dokument	1-20
A	US 5 305 232 A (CHIMOWITZ ELDRED H ET AL) 19. April 1994 (1994-04-19) das ganze Dokument	1-20
	-/--	

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden 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)

"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

"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

"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

"&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der Internationalen Recherche

Absenddatum des Internationalen Recherchenberichts

11. November 2002

25. 11. 02

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde
 Europäisches Patentamt, P.B. 5010 Patentlaan 2
 NL - 2280 HV Rijswijk
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 051 opo nl,
 Fax: (+31-70) 340-3018

Bevollmächtigter Bediensteter

Bertil Dahl

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 02/06014

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Folio	Betr. Anspruch Nr.
A	EP 0 783 103 A (THERMOQUEST ITALIA S P A) 9. Juli 1997 (1997-07-09) das ganze Dokument -----	1-20

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 02/06014

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
US 2002010566 A1	24-01-2002	AU 5525401 A EP 1295116 A2 WO 0177662 A2	23-10-2001 26-03-2003 18-10-2001
WO 0229401 A	11-04-2002	DE 10049079 A1 AU 1048502 A WO 0229401 A1	18-04-2002 15-04-2002 11-04-2002
DE 19860354 A	29-06-2000	DE 19860354 A1	29-06-2000
US 5305232 A	19-04-1994	KEINE	
EP 0783103 A	09-07-1997	IT M1952785 A1 EP 0783103 A2 US 5738707 A	30-06-1997 09-07-1997 14-04-1998