



Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

ISSN 0433-6461

(11)

207 154

Int.Cl.³

3(51)

B 01 L 3/02

B 29 C 17/02

AMT FUER ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP B 01 L/ 2395 565

(22) 04.05.82

(44) 22.02.84

(71) siehe (72)

(72) VOLKE, JOACHIM;MUELLER-HIPPER, REINER,DIPL.-PHYS.;HORN, ANTON,DR. SC. MED.;HORN, FRANK;DD;
SCHULZE, MARGARETE;DD;

(73) siehe (72)

(74) FRIEDRICH-SCHILLER-UNI JENA, DIREKTORAT F. FORSCH., BFNS 6900 JENA
AUGUST-BEBEL-STR. 4

(54) PIPETTENSPIITZE FUER MIKROLITERVOLUMINA UND VERFAHREN ZU IHRER HERSTELLUNG

(57) Die Pipettenspitze für Mikrolitervolumina dient der Abmessung von Flüssigkeiten in der Mikro- und Ultramikroanalytik. Ziel der Erfindung ist es, die Dosierfehler, die durch Pipettenspitzen und deren Verbindung mit dem Kolbenhubraum bedingt sind, so weit zu minimieren, daß genaue und gut reproduzierbare Analysenergebnisse erreicht werden. Erfindungsgemäß wird dies dadurch erreicht, daß der Austrittsteil, der aus hydrophobem Material bestehenden Pipettenspitze, als kapillares Rohr mit einer äußerst geringen Wandstärke und einer planen Austrittsöffnung ausgebildet ist und der Innendurchmesser des Kupplungsteiles am pipettenkörperseitigen Ende so verengt ist, daß er als Dichtung zum Hubkolben wirkt. (Fig. 1). Zur Herstellung der Pipettenspitze wird thermoplastisches Schlauchmaterial verwendet, das an einem Schlauchende bis zum plastischen Zustand erwärmt wird. Das plastische Schlauchende wird mittels Unterdruck arretiert und das Schlauchmaterial mit kontinuierlich abnehmender Beschleunigung in Längsrichtung gezogen. Fig. 1

239556 5

- 1 -

Titel

Pipettenspitze für Mikrolitervolumina und Verfahren zu ihrer Herstellung

Anwendungsgebiet der Erfindung:

Die Erfindung betrifft eine Pipettenspitze, die für eine genaue und gut reproduzierbare Abmessung von Flüssigkeiten im Mikrolitervolumenbereich geeignet ist und auf allen Gebieten der Mikro- und Ultramikroanalytik vorzugsweise mit Kolbenhub- und Multipipetten Anwendung findet. Weiterhin wird ein Verfahren zur Herstellung dieser Pipettenspitzen aus thermoplastischem Material angegeben.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen:

Die Mikro- und Ultramikroanalytik gewinnt mit zunehmendem Raffinement der einzelnen Analysemethoden, die teure Reagenzien benötigen und mit dem stark steigenden Analysenumfang mehr und mehr an Bedeutung, da in der Regel die Kosten der Einzelanalyse proportional der Menge der verwendeten Analysensubstanz wachsen und allein durch Verkleinerung der Analysenvolumina der finanzielle Aufwand gesenkt werden kann. Gleichzeitig erhöhen sich bei diesen Analysemethoden die Anforderungen an die Präzision und Reproduzierbarkeit. Die bekannten Pipettenspitzen, die aus thermoplastischen Material bestehen und im Spritzgußverfahren hergestellt werden, sind für das genannte Anwendungsgebiet wenig geeignet,

239556 5

- 2 -

da diese an der Öffnung eine beträchtliche Wandstärke aufweisen, an der sich, bedingt durch Adhäsionskräfte, grosse Flüssigkeitstropfen bilden, die nur schlecht abreißen. Es ist auch eine Pipettenspitze bekannt geworden (DE-OS 1598124), bei der zur Verringerung der Wandstärke die Öffnung scharfkantig abgeschrägt ist und über die gesamte Länge mit einer konischen Innen- und Außenform ausgebildet ist. Infolge der konischen Außenform und besonders der abgeschrägten Austrittsöffnung entsteht eine vergrößerte Berühungsfläche, an der gleichzeitig eine solche Adhäsionswirkung auftritt, die ebenfalls zu einem schlechten Abreißen des Flüssigkeitstropfens führt. Alle bekannten Pipettenspitzen haben die Nachteile, daß an der Öffnung ein Flüssigkeitstropfen haften bleibt, es zum Verschleppen von Pipettiergut kommt und dadurch besonders für Mikrolitervolumina unannehmbar hohe Dosierfehler auftreten. Außerdem müssen die bekannten Pipettenspitzen, die an Kolbenhubpipetten Verwendung finden, mit geeigneten Vorrichtungen dicht mit dem Kolbenhubraum verbunden werden. Zur Abdichtung des Kolbenhubraumes, der sich im Pipettenkörper befindet, werden meist Gummidichtungen verwendet, deren flexible Lagerung einen zusätzlichen Pumpvorgang während des Pipettiervorganges erzeugt, der insbesondere bei der Abmessung von Mikrolitervolumina zu einer zusätzlichen Erhöhung des Dosierfehlers führt. Ein weiterer Nachteil besteht darin, daß die Abdichtung einen hohen Fertigungsaufwand bei der Herstellung des Pipettenkörpers erfordert.

Ziel der Erfindung:

Das Ziel der Erfindung besteht darin, die Dosierfehler bei der Abmessung der Mikrolitervolumina, die durch Pipettenspitzen und deren Verbindung mit dem Kolbenhubraum bedingt sind, so weit zu minimieren, daß genaue und gut reproduzierbare Analyseergebnisse erreicht werden.

Darlegung des Wesens der Erfindung:

Die Erfindung liegt die Aufgabe zu Grunde, eine Pipettenspitze zu schaffen und diese auf einfache Weise reproduzierbar herzustellen, deren Material-, Oberflächen- und Formeigenschaften die Verschleppung von Pipettiergut auf ein Minimum reduziert und eine einfache und dichte Verbindung zum Kolbenhubraum gewährleistet. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die Pipettenspitze aus hydrophobem Material mit äußerst glatter Außen- und Innenfläche besteht, daß der Austrittsteil als kapillares Rohr mit einer Länge von mindestens 1 mm und einem Innendurchmesser von 0,1 bis 1,0 mm, vorzugsweise 0,3 mm, ausgebildet ist, eine über die Länge konstante Wandstärke von 0,05 bis 0,2 mm, vorzugsweise 0,1 mm, aufweist, daß die Ebene der Austrittsöffnung rechtwinklig zur Rohrachse liegt, der Übergang zum Kupplungsteil flaschenhalsförmig verläuft und daß ihr Kupplungsteil am pipettenkörperseitigen Ende derart verengt ist, daß sein Innendurchmesser zur Erreichung einer Dichtwirkung dem Außendurchmesser eines Hubkolbens entspricht. Vorzugsweise wird hydrophobes Material (Polyäthylen oder Polypropylen) verwendet. Eine vorteilhafte Ausführungsform besteht darin, daß der Kupplungsteil pipettenkörperseitig einen Flansch aufweist, mittels dem eine einfache und sichere Befestigung am Pipettenkörper möglich ist. Eine weitere erfindungsgemäße Lösung besteht darin, daß ein Verfahren zur Herstellung der erfindungsgemäßen Pipettenspitzen gefunden wurde, das dadurch gekennzeichnet ist, daß an sich bekanntes thermoplastisches Schlauchmaterial verwendet wird, ein Schlauchende bis zum plastischen Zustand derart erwärmt wird, daß sich eine zähflüssige, kugelförmige Schmelze bildet, diese mittels Unterdruck arretiert und das Schlauchmaterial mit gesteuert abnehmender Beschleunigung in Längsrichtung gezogen wird.

Die erfindungsgemäße Lösung weist gegenüber bekannten folgende Vorteile auf:

Auf Grund der durch den Ziehvorgang erreichten geringen Wandstärke des Austrittsteiles der Pipettenspitze sowie dessen

239556 5

- 4 -

rohrartige Form und kapillare Öffnung wirkt nur eine sehr kleine Berührungsfläche zwischen Pipettenspitze und Pipettiergut und es kommt infolge nur geringer Adhäsionskräfte zu einem guten Absetzen des zu pipettierenden Flüssigkeitstropfens. Die Verwendung von hydrophobem Material und die durch den Ziehvorgang entstandenen äußerst glatten Außen- und Innenflächen bewirken zusätzlich, daß eine Haftung von Pipettiergut an und in der Pipettenspitze vermieden wird. Dadurch, daß der Kolbenhubraum in die Pipettenspitze verlegt wurde, ist eine einfache Halterung der Pipettenspitze am Pipettenkörper und ein einfacher, mit geringem Fertigungsaufwand verbundener Aufbau des Pipettenkörpers möglich. Weiterhin bewirkt die Verengung des pipettenkörperseitigen Endes des Kupplungsteiles ein starres Verhalten bei der Kolbenhubbewegung, so daß kein zusätzlicher Pumpvorgang entsteht. Durch den teilautomatisierten Ziehvorhang für mehrere Pipettenspitzen gleichzeitig, wird die Herstellung von gleicher Form und Abmessung garantiert, was von besonderer Bedeutung für den Einsatz in Multipipetten ist.

Ausführungsbeispiel

Das Wesen der erfindungsgemäßen Lösungen soll an Hand von zwei Ausführungsbeispielen näher erläutert werden:

Beispiel 1 - Pipettenspitze

Das Wesen der erfindungsgemäßen Pipettenspitze soll an einem in der Zeichnung dargestellten Ausführungsbeispiel näher erläutert werden.

Es zeigen:

Figur 1 - eine Ausführungsform der erfindungsgemäßen Pipettenspitze

Figur 2 - eine schematische Darstellung der Pipettenspitze in Verbindung mit dem Pipettenkörper

Als Ausgangsmaterial für die Pipettenspitze wird Polyäthylenschlauch verwendet.

Der Kupplungsteil 1, der als Kolbenhubraum ausgebildet ist und gleichzeitig zur Aufnahme des Pipettiergutes dient, besitzt die Form und Abmessung des verwendeten Schlauchmaterials. Er wird von einem Flansch 9 begrenzt, der zur einfachen Halterung der Pipettenspitze am Pipettenkörper 6 vorgesehen ist. Die Verengung 5 des Innendurchmessers des Kupplungsteiles bildet die Dichtung zwischen Hubkolben 8 und Kolbenhubraum 7. Flansch 9 und Verengung 5 werden durch Stauchen des pipettierkörperseitigen Kupplungsteiles realisiert. Der Austrittsteil 3, der als kapillares Rohr mit einem Innendurchmesser von 0,3 mm sowie einer konstanten Wandstärke von 0,1 mm ausgebildet ist, wird mittels des Ziehvorganges hergestellt. Der Ziehvorgang bewirkt ebenfalls, daß sich der Übergang 2 vom Kupplungsteil 1 zum Austrittsteil 3 flaschenhalsförmig verjüngt. Die Länge des kapillaren Rohres des Austrittsteiles 3 ist abhängig von der Starrheit des verwendeten Materials. Bei der Verwendung von Polyäthylenschlauch beträgt sie ca 10 mm und wird erreicht, indem die Austrittsöffnung 4 rechtwinklig zur Rohrachse plangeschnitten wird.

Beispiel 2 - Verfahren zur Herstellung

Als Ausgangsmaterial für das erfindungsgemäße Verfahren werden 30 mm lange Polyäthylenschlauchstücke mit der Abmessung 2,3 mm x 1,4 mm verwendet. Mehrere Schlauchmaterialstücke werden gleichzeitig in eine Halterung senkrecht eingespannt. Mittels einer Vertikalbewegung werden die frei nach unten hängenden Schlauchenden auf eine elektrisch beheizte Platte aufgesetzt und mit einer Vorschubgeschwindigkeit von $0,4 \text{ mm}^{-1}$ und einem Vorschub von 3 mm angeschmolzen. Nachdem der plastische Zustand in Form einer zähflüssigen, kugelförmigen Schmelze an den Schlauchenden erreicht ist, werden diese kurz angehoben, die Heizplatte herausgeklappt und die Schlauchenden in Ansaugkegel eingefahren. Die Ansaugkegel sind mit einer zentrischen Bohrung versehen, über die ein Unterdruck geleitet wird. Durch den anstehenden Unterdruck werden die plastischen Schlauchenden arretiert. Anschließend erfolgt der mit einer Kurvenscheibe gesteuerte

239556 5 - 6 -

Ziehvorgang nach folgenden Parametern:

α	0	20	40	60	80	100	120	140	160	180
s	0	2	22	45	45	60	65	67	69	70

α - Drehung der Kurvenscheibe in grad

s - Ziehstrecke in mm

Die gezogenen Pipettenspitzenrohlinge werden aus der Vorrichtung entnommen und der Kupplungsteil auf eine Länge von 26 mm geschnitten. Das pipettenkörperseitige Ende des Kupplungsteiles wird mittels einer Heizplatte bis zum plastischen Zustand erwärmt, ein Dorn in die Öffnung des Kupplungsteiles eingeführt und das plastische Ende des Kupplungsteiles gestaucht, so daß der Innendurchmesser der Verengung dem Außendurchmesser des Dornes entspricht. Gleichzeitig entsteht am Außendurchmesser des Kupplungsteiles ein Flansch. Abschließend wird durch Planschneiden des Austrittsteiles die Länge der Pipettenspitze von 34 mm hergestellt.

Erfindungsanspruch

1. Pipettenspitze für Mikrolitervolumina, dadurch gekennzeichnet, daß sie aus hydrophobem Material mit äußerst glatter Außen- und Innenfläche besteht, daß ihr Austrittsteil als kapillares Rohr mit einer Länge von mindestens 1 mm und einem Innendurchmesser von 0,1 bis 1,0 mm, vorzugsweise 0,3 mm, ausgebildet ist, eine über die Länge des kapillaren Rohres konstante Wandstärke von 0,05 bis 0,2 mm, vorzugsweise 0,1 mm aufweist, daß die Ebene der Austrittsöffnung rechtwinklig zur Rohrachse liegt, der Übergang zum Kupplungsteil flaschenhalsförmig verläuft und daß ihr Kupplungsteil am pipettenkörperseitigen Ende derart verengt ist, daß sein Innendurchmesser zur Erreichung einer Dichtwirkung dem Außendurchmesser eines Hubkolbens entspricht.
2. Pipettenspitze nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, daß als hydrophobes Material vorzugsweise Polyäthylen oder Polypropylen verwendet wird.
3. Pipettenspitze nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Kupplungsteil pipettenkörperseitig vorzugsweise einen Flansch aufweist.
4. Verfahren zur Herstellung von Pipettenspitzen für Mikrolitervolumina, dadurch gekennzeichnet, daß an sich bekanntes thermoplastisches Schlauchmaterial verwendet wird, ein Schlauchende bis zum plastischen Zustand derart erwärmt wird, daß sich eine zähflüssige, kugelförmige Schmelze bildet, diese mittels Unterdruck arretiert und das Schlauchmaterial mit gesteuert abnehmender Beschleunigung in Längsrichtung gezogen wird.

Hierzu 1 Seite Zeichnungen

8

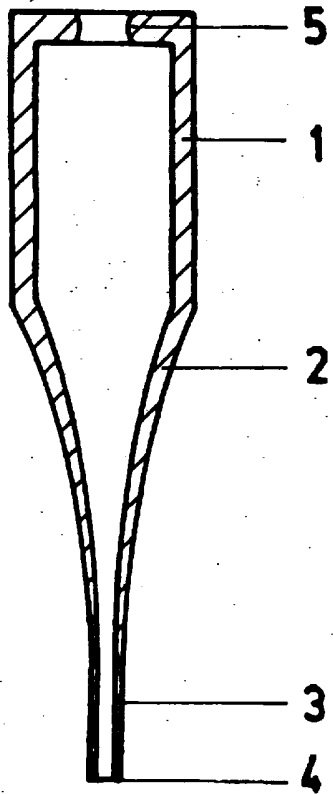
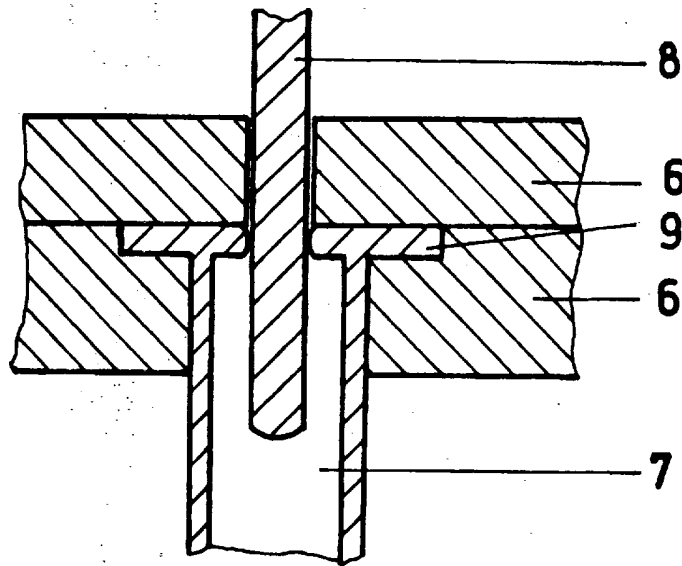


Fig 1

Fig 2



-A MA: 1940 * 1175A t G