



(12) Wirtschaftspatent

Teilweise bestätigt gemäß § 18 Absatz 1
Patentgesetz

(19) **DD** (11) **228 182 B1**

4(51) **B 01 L 3/02**

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

(21)	WP B 01 L / 257 466 4	(22)	05.12.83	(45)	14.03.90
				(44)	09.10.85

(71)	VEB Werk für Technisches Glas Ilmenau, Straße der DSF 1, Ilmenau, 6300, DD
(72)	Hertzsch, Lothar, Dipl.-Ing.; Schumm, Jürgen, Dipl.-Ing., DD

(54) **Vorrichtung zum Prüfen der Funktionssicherheit von µl-Spritzen**

Patentanspruch:

Vorrichtung zum Prüfen der Funktionssicherheit von Mikroliterspritzen auf Dichtheit und Dosiervolumen, **gekennzeichnet dadurch**, daß sie aus einer durchsichtigen Druckkammer (1) und einer in ihr angeordneten durchsichtigen volumenkalibrierten Meßkapillare (2) besteht und ein Septum (17) aufweist und an die Druckkammer (1) über eine Druckleitung (12) ein Druckerzeuger, bestehend aus einer an sich bekannten Druckflasche (7), einem Druckminderer (8), einem vorzugsweise als Magnetventil ausgebildeten Wegeventil (9), einem als Belüftungsventil ausgebildeten Wegeventil (10) und einer in die Druckleitung (12) eingebauten Drossel (13), angeschlossen ist und der Druckkammer (1) ein optoelektronischer Abnehmer zugeordnet ist und die Wegeventile (9; 10) mit einem Zeitglied (15) gekoppelt sind.

Hierzu 3 Seiten Zeichnungen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zum Prüfen der Funktionssicherheit bezüglich der Genauigkeit des Dosiervolumens und der Dichtheit von Mikroliterspritzen, die vorzugsweise in der chromatografischen Analysentechnik als Probendosierer Anwendung finden.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Es sind gravimetrische, optische und radiologische Prüfmethoden zur Prüfung des ausgestoßenen Dosiervolumens von Mikroliterspritzen bekannt.

Bei der gravimetrischen Methode wird das von der Spritze dosierte Volumen einer schweren Flüssigkeit gewogen und so auf die Maßhaltigkeit der Spritze geschlossen.

Bei der optischen Methode wird das von der Mikroliterspritze abgegebene Flüssigkeitsvolumen in eine Vergleichsflüssigkeit eingeleitet, wodurch sich dessen optische Eigenschaften ändern. Aus der Größe der Änderung kann das Volumen der ausgestoßenen Dosiermenge Flüssigkeit ermittelt werden.

Die radiologische Methode arbeitet analog der optischen, dabei wird die Änderung der Radioaktivität zur Bestimmung des Volumens benutzt.

Die gravimetrischen, optischen und radiologischen Methoden haben den Nachteil, daß sie sehr zeitaufwendig sind und ihre Durchführung einen hohen Grad an Erfahrungen erfordern, wobei die radiologischen Methoden zusätzlich entsprechende Schutzmaßnahmen erfordern.

Außerdem sind die Prüfgeräte für diese Methoden grundsätzlich so aufgebaut, daß die Meßfehler in das Meßergebnis übertragen werden und der Meßfehler durch die Apparatur am Gerät nicht sichtbar kontrolliert werden kann. Deshalb sind die bekannten Prüfgeräte für diese Methoden für die Prüfung der Funktionssicherheit von Mikroliterspritzen kleiner und kleinster Dosiervolumen ungeeignet.

Weiterhin ist eine Vorrichtung bekannt, die aus zwei Gefäßen besteht, die miteinander durch eine Kapillare verbunden sind und in denen ein bestimmter Flüssigkeitsdruck herrscht, wobei das eine Gefäß geschlossen und das andere Gefäß offen ausgeführt ist.

Zur Prüfung des Dosiervolumens der Mikroliterspritzen wird dabei die Kanüle der Mikroliterspritze durch eine elastische Gummidichtung (Septum) in das eine Gefäß eingeführt und der Flüssigkeitsinhalt aus der Mikroliterspritze in das Gefäß dosiert. Der dabei im ersten Gefäß entstehende Druckanstieg wird von einem Quecksilberfaden in der Verbindungskapillare zum zweiten Gefäß angezeigt und aus der Anzeige auf das dosierte Volumen geschlossen. Bei einer undichten Mikroliterspritze fällt der Druck im ersten Gefäß ab, wodurch sich der Quecksilberfaden aufgrund des Gegendruckes aus dem zweiten Gefäß in Richtung des ersten Gefäßes bewegt. Diese Methode, bei der die Kanüle der Mikroliterspritze in ein mit Flüssigkeit gefülltes Druckgefäß eingestochen wird, hat den Nachteil, daß Luftansammlungen, die unter Umständen unkontrolliert durch den Dosiervorgang in das Druckgefäß gelangen können, Elastizitäten der Dichtungen, die die durchstochenen Öffnungen im Septum konisch erweitern, können zu Störungen bei der Prüfung führen. Ein zeitaufwendiges und umständliches Reinigen der gesamten Vorrichtung ist dann erforderlich. Weiterhin treten durch die häufigen Einstiche der Kanüle in das Septum des ersten Druckgefäßes Druckabfälle im Druckgefäß auf, die die Prüfung nachteilig beeinflussen. Außerdem werden Lecke in und am Septum sowie Undichtheiten an den Verbindungsstellen der Kapillare zu den Druckgefäßen in das Meßergebnis unbeobachtbar und direkt in das Prüfergebnis für die Mikroliterspritze ohne eine definierte Korrekturmöglichkeit übernommen und dadurch brauchbare Mikroliterspritzen als unbrauchbar oder nacharbeitungsbedürftig aussortiert.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist die Schaffung einer Prüfvorrichtung, mit deren Hilfe das ausgestoßene Dosiervolumen und die Dichtheit von Mikroliterspritzen genau und schnell nach einem volumetrischen Meßprinzip unter Ausschaltung der Nachteile der bekannten Verfahren bestimmt und die dem technologischen Fertigungsfluß angepaßt werden kann.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine Prüfvorrichtung für Mikroliterspritzen zu schaffen, die unter Beibehaltung des technologischen Ablaufes nach der volumetrischen Meßmethode arbeitet und mit der eine exakte und schnelle Prüfung des ausgestoßenen Volumens und der Dichtheit möglich ist.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die Vorrichtung aus einer durchsichtigen Druckkammer und einer in ihr angeordneten durchsichtigen volumenkalibrierten Meßkapillare besteht und ein Septum aufweist und an die Druckkammer über eine Druckleitung ein Druckerzeuger, bestehend aus einer an sich bekannten Druckflasche, einem Druckminderer, einem vorzugsweise als Magnetventil ausgebildeten Wegeventil, einem als Belüftungsventil ausgebildeten Wegeventil und einer in die Druckleitung eingebauten Drossel, angeschlossen ist und der Druckkammer ein optoelektronischer Abnehmer zugeordnet ist und die Wegeventile mit einem Zeitglied gekoppelt sind.

Mittels der Kanüle der Mikroliterspritze wird das Dosiervolumen über das Septum direkt in die Meßkapillare hineindosiert und durch die zugeordneten optischen Meßmittel die Volummessung bzw. -prüfung durchgeführt. Dabei liegt durch den angeschlossenen Druckerzeuger im Innenraum der Druckkammer und an der Meßkapillare stets ein gleicher, konstant regelbarer Druck an.

Zur Prüfung der Dichtheit wird die Kanüle der Mikroliterspritze ebenfalls in die Meßkapillare der Druckkammer eingeführt.

In der Druckkammer, in der Prüfdruck vorherrscht, befindet sich ein neutrales Gas. Die Rückdrängung der dosierten Flüssigkeitssäule in der Meßkapillare durch Lecke an der Mikroliterspritze in diese hinein innerhalb einer vorgesehenen Zeitspanne ergibt die Leckrate der Mikroliterspritze.

Ein vorteilhaftes Merkmal der Erfindung besteht darin, daß der gesamte Prüfvorgang, insbesondere das Dosieren, im Detail visuell beobachtet werden kann. Dadurch werden störende Teilchen, Verunreinigungen und Fehldosierungen vom Prüfenden sofort erkannt. Außerdem werden durch die optoelektronische Abtastung und Messung visuelle Fehler ausgeschaltet und es ist eine doppelte Kontrolle gesichert.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll nachfolgend durch Ausführungsbeispiele näher erläutert werden.

Die dazugehörigen Zeichnungen zeigen:

Fig. 1: Eine schematische Darstellung der erfindungsgemäßen Prüfvorrichtung für Mikroliterspritzen, vorzugsweise mit einem Nennvolumen von 1 µl bis 10 µl;

Fig. 2: Eine schematische Darstellung der erfindungsgemäßen Prüfvorrichtung für Mikroliterspritzen, vorzugsweise mit einem Nennvolumen von 50 µl bis 200 µl;

Fig. 3: Eine Darstellung der erfindungsgemäßen Meßkapillare zur Prüfung von Mikroliterspritzen mit einem Nennvolumen von 50 µl bis 200 µl.

Die Prüfvorrichtung für Mikroliterspritzen mit einem Nennvolumen von 1 µl bis 10 µl besteht aus der Druckkammer 1 aus Glas, in der sich die auswechselbare, volumenkalibrierte Meßkapillare 2 aus Glas befindet. Die Druckkammer 1 ist auf dem axial zur Meßkapillare 2 verstellbaren Tisch 3 befestigt. Über der Druckkammer 1 befindet sich das Meßmikroskop 4, das im Gesichtsfeld eine Meßteilung hat, die durch die Meßschraube 5 in axialer Richtung zur Meßkapillare 2 verstellbar ist. Der volumenkalibrierte Innenraum der Meßkapillare 2 steht mit der übrigen Druckkammer 1 durch die Druckausgleichsöffnung 6 in Verbindung.

Weitere Bestandteile der Prüfvorrichtung sind ein zur Erzeugung des Kammerdruckes notwendiger Druckerzeuger, vorzugsweise eine Druckflasche 7, ein Druckminderer 8, sowie zwei Ventile 9 und 10 und ein Druckmesser 11 zur Messung des Prüfdruckes in der Druckkammer 1.

Wird das Ventil 9 geöffnet, so strömt das Gas, vorzugsweise Stickstoff, aus der Druckflasche 7 über die Druckleitung 12 in die Druckkammer 1. Mit dem Druckminderer 8 kann der gewünschte Prüfdruck eingestellt werden. In der Druckleitung 12 befindet sich vor dem Druckmesser 11 die Drossel 13, welche den Gasdruck in der Druckkammer 1 allmählich ansteigen läßt. Zur Belüftung der Druckkammer 1 dient das Ventil 10. Die Ventile 9 und 10 werden entweder durch den Schalter 14 oder durch die Zeitschaltuhr 15 gesteuert.

Zum Prüfen wird die Kanüle der gefüllten Mikroliterspritze 16 durch das Septum 17 in die Druckkammer 1 gestochen und die Spitze der Kanüle in die Öffnung der Meßkapillare 2 soweit eingeführt, daß beim Dosieren alle Flüssigkeit von der Meßkapillare 2 aufgenommen wird. Danach wird die Mikroliterspritze 16 so weit zurückgezogen, daß die Kanülspritze gerade aus dem Kapillarrohr der Meßkapillare 2 entfernt ist. Mit dem Meßmikroskop 4 wird nunmehr die Länge der Flüssigkeitssäule in der Meßkapillare 2 gemessen. Aus der gemessenen Säulenlänge wird das Volumen der dosierten Flüssigkeitsmenge abgeleitet.

Für die Prüfung der Dichtheit wird erneut die Kanülspritze in das Kapillarrohr der Meßkapillare 2 eingeführt und durch Betätigung des Schalters 14 oder der Zeitschaltuhr 15 Druckgas in die Druckkammer 1 eingeleitet. Weist die Mikroliterspritze 16 Undichtheiten auf, so wird die Flüssigkeitssäule im Kapillarrohr der Meßkapillare 2 in die Kanüle gedrängt.

Durch Umschalten des Schalters 14 oder durch die Zeitschaltuhr 15 wird die Druckkammer 1 belüftet und mit dem Meßmikroskop 4 die Länge der Flüssigkeitssäule im Kapillarrohr der Meßkapillare 2 ausgemessen und ihr Volumen ausgewertet. Aus dem vor und nach der Druckprüfung gemessenen Volumen wird die Leckrate der Mikroliterspritze 16 als Differenz bezogen auf die Druckprüfzeit errechnet.

Die Prüfvorrichtung für die Mikroliterspritzen 16 mit einem Nennvolumen von 50 µl bis 200 µl besteht im Unterschied zu der bereits beschriebenen Prüfvorrichtung für Mikroliterspritzen 16 von 1 µl bis 10 µl aus einer senkrecht angeordneten Druckkammer 1, in der sich die in Fig.3 dargestellte volumenkalibrierte Meßkapillare 2 befindet, welche direkt auf dem Septum 17 aufsitzt. Die Meßkapillare 2 besteht aus dem Kapillarteil 21 und dem angesetzten Erweiterungsteil 22, welches die überwiegende Menge der von der Mikroliterspritze 16 ausgestoßenen Flüssigkeitsmenge aufnimmt. Auf dem Kapillarteil 21 ist eine Justiermarke 23, die das Nennvolumen der Meßkapillare 2 kennzeichnet, angebracht. Weitere Marken 24 und 25 legen die Toleranzgrenzen des Nennvolumens der Mikroliterspritze 16 fest. Die Kanüle der Mikroliterspritze 16 wird von unten durch das Septum 17 in die Meßkapillare 2 eingeführt. Der Prüfvorgang erfolgt in der bereits beschriebenen Weise. Das Ablesen der Höhe der Flüssigkeitssäule erfolgt an der Meßkapillare 2.

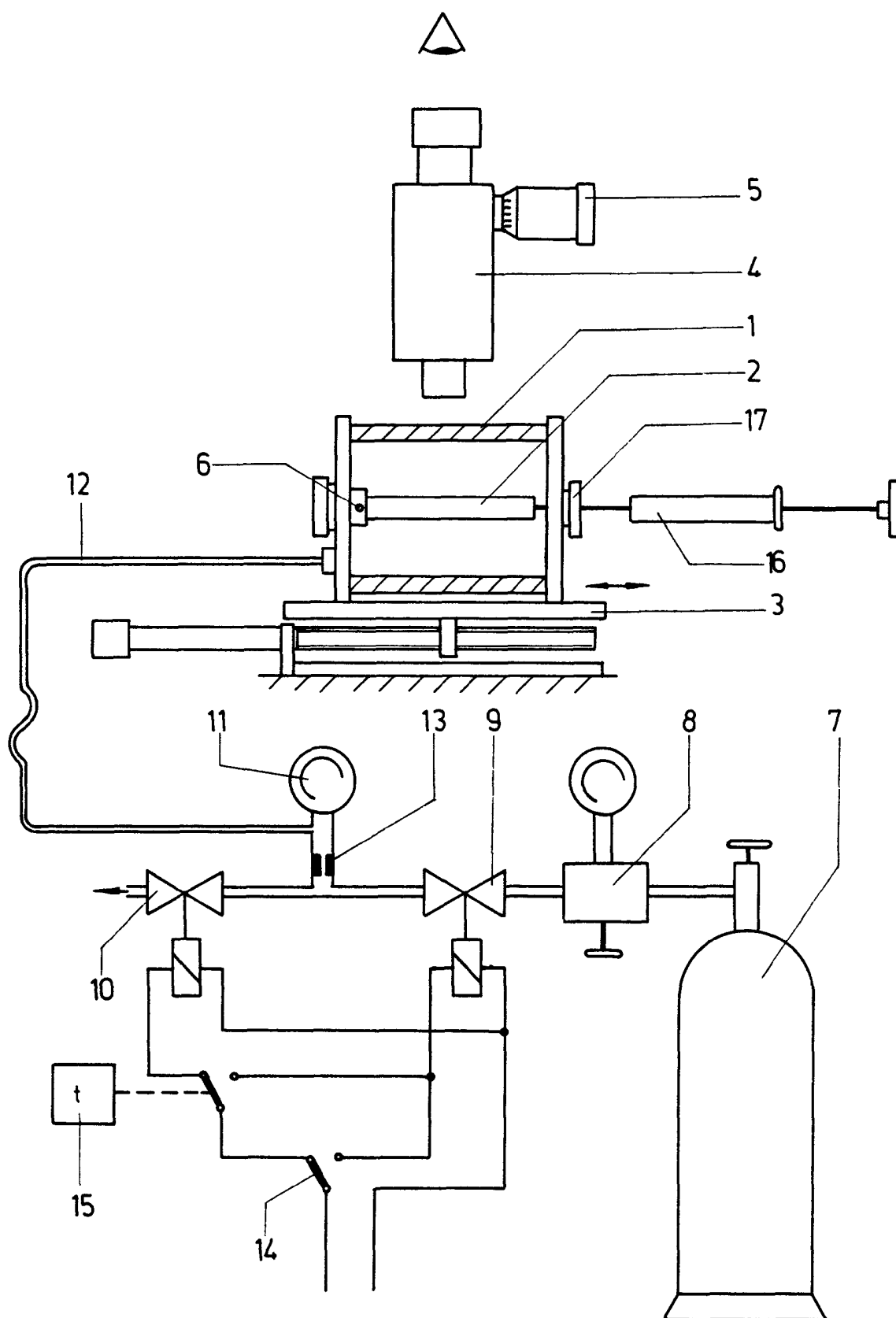


Fig. 1

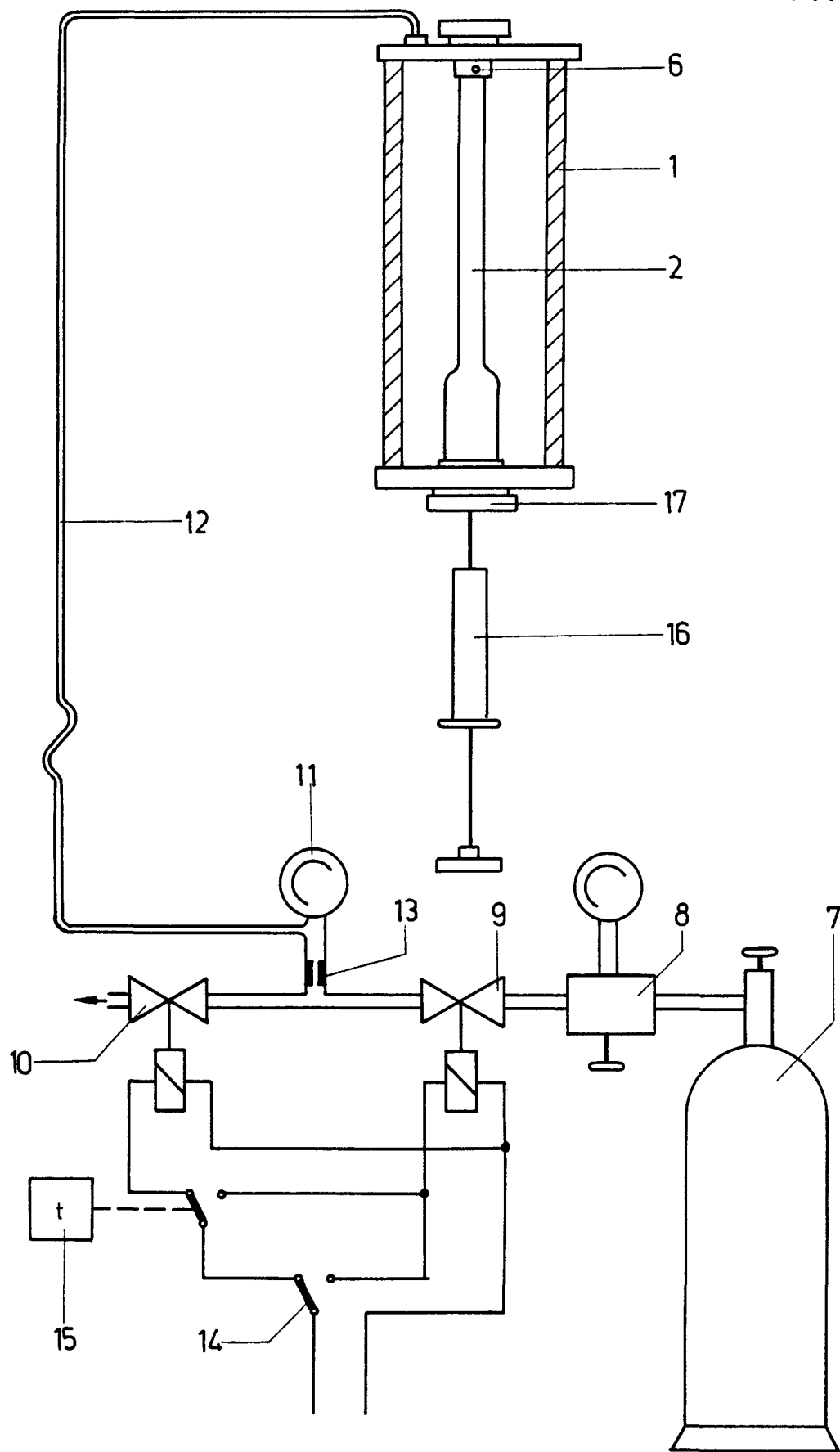


Fig.2

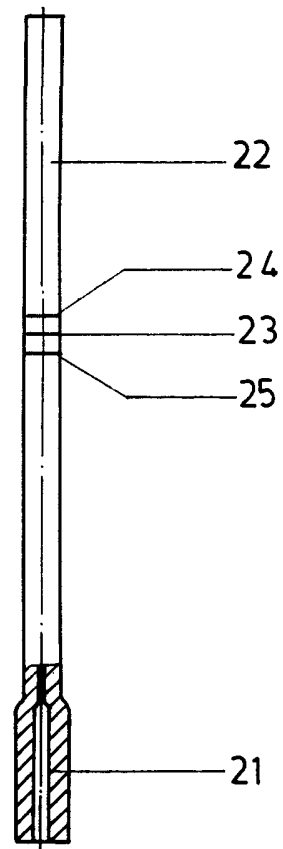


Fig 3