

(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
9. Februar 2006 (09.02.2006)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2006/012836 A2

(51) Internationale Patentklassifikation:
G01N 30/00 (2006.01)

Schlossstr. 9g, 82140 Olching (DE). **MARTENS, Ger-
hard** [DE/DE]; Pfistermeisterstr. 9, 81677 München (DE).

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/DE2005/001264

(74) **Anwalt: EDER & SCHIESCHKE**; Elisabethstrasse 34,
80796 München (DE).

(22) Internationales Anmeldedatum:
18. Juli 2005 (18.07.2005)

(81) **Bestimmungsstaaten** (*soweit nicht anders angegeben, für
jede verfügbare nationale Schutzrechtsart*): AE, AG, AL,
AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH,
CN, CO, CR, CU, CZ, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI,
GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE,
KG, KM, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA,
MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ,
OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL,
SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC,
VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
10 2004 037 341.8 2. August 2004 (02.08.2004) DE

(71) **Anmelder** (*für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von
US*): **DIONEX SOFTRON GMBH** [DE/DE]; Dornier-
strasse 4, 82110 Germering (DE).

(84) **Bestimmungsstaaten** (*soweit nicht anders angegeben, für
jede verfügbare regionale Schutzrechtsart*): ARIPO (BW,
GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG,
ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU,
TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK,

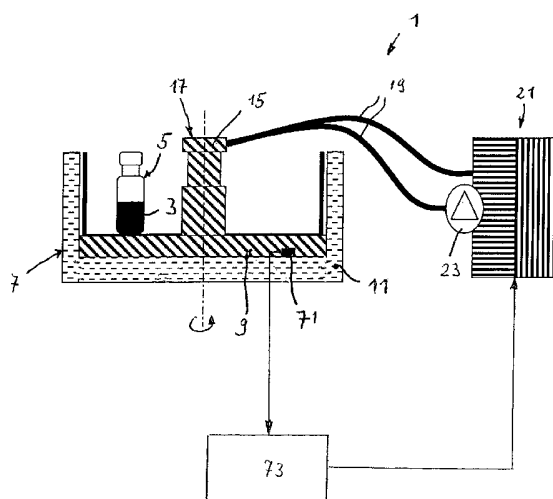
(72) **Erfinder; und**

(75) **Erfinder/Anmelder** (*nur für US*): **HOCHGRAEBER,
Hermann** [DE/DE]; Wildenforsterstrasse 19, 94560 Of-
fenburg-Neuhausen (DE). **SATZINGER, Adolf** [DE/DE];

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) **Title:** DEVICE FOR THE REFRIGERATED STORAGE AND DELIVERY OF SAMPLES AND AN INTEGRATED LIQ-
UID COOLING UNIT THAT IS SUITABLE THEREFOR

(54) **Bezeichnung:** VORRICHTUNG ZUM GEKÜHLTEN AUFBEWAHREN UND ABGEBEN VON PROBEN UND HIERFÜR
GEEIGNETE INTEGRIERTE FLÜSSIGKEITS-KÜHLEINHEIT



(57) **Abstract:** The invention relates to a device for the refrigerated storage and dispensing of substance samples, in particular a sample dispenser that is used in chromatography. Said device comprises a holder (7) for receiving one or more substance samples (3), at least one section of the holder (7) comprising at least one cavity (13) that is traversed by a liquid coolant (29), said cavity or cavities (13) being connected to a feed connection for supplying the coolant (29) and a return connection for evacuating the coolant (29). The device also comprises a liquid refrigeration unit (21), the feed connection of which is connected to the feed connection of the cavity or cavities (13) and the return connection of which is connected to the return connection of the cavity or cavities (13), a pump (23) for transporting the coolant (29) through the cavity or cavities (13) and a Peltier refrigeration unit (27) for cooling the coolant (29). In addition, the invention relates to an integrated liquid refrigeration unit (21) for a device of this type.

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

WO 2006/012836 A2



EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC,
NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG,
CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

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.

Veröffentlicht:

— *ohne internationalen Recherchenbericht und erneut zu veröffentlichen nach Erhalt des Berichts*

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zum gekühlten Aufbewahren und Abgeben von Probesubstanzen, insbesondere Probengeber für die Chromatographie, mit einer Aufnahmeeinrichtung (7) zur Aufnahme einer oder mehrerer Probesubstanzen (3), wobei zumindest ein Teil der Aufnahmeeinrichtung (7) wenigstens einen Hohlraum (13) aufweist, welcher von einem flüssigen Kühlmedium (29) durchströmt ist, wobei der wenigstens eine Hohlraum (13) mit einem Vorlaufanschluss für das Zuführen des Kühlmediums (29) und mit einem Rücklaufanschluss für das Abführen des Kühlmediums (29) verbunden ist, und mit einer Flüssigkeits-Kühleinheit (21), welche mit ihrem Vorlaufanschluss mit dem Vorlaufanschluss des wenigstens einen Hohlraums (13) und mit ihrem Rücklaufanschluss mit dem Rücklaufanschluss des wenigstens einen Hohlraums (13) verbunden ist und welche eine Pumpe (23) zur Förderung des Kühlmediums (29) durch den wenigstens einen Hohlraum (13) und eine Peltier-Kühleinheit (27) zur Kühlung des Kühlmediums (29) aufweist. Des Weiteren betrifft die Erfindung eine integrierte Flüssigkeits-Kühleinheit (21) für eine derartige Vorrichtung.

**Vorrichtung zum gekühlten Aufbewahren und Abgeben von Proben und
hierfür geeignete integrierte Flüssigkeits-Kühleinheit**

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zum gekühlten Aufbewahren und Abgeben von Proben, insbesondere einen Probengeber für die Chromatographie. Die Vorrichtung umfasst eine Aufnahmeeinrichtung zur Aufnahme einer oder mehrere Proben, welche temperiert wird, um die Proben über längere Zeit hin auf einer konstanten Temperatur halten zu können und auf diese Weise die temperaturabhängigen Eigenschaften der Probensubstanzen unabhängig von der Entnahmezeit konstant zu halten. Des Weiteren gewährleistet die Kühlung auf eine konstante Temperatur, dass die einzelnen Probensubstanzen bei gleicher Temperatur analysiert werden können und somit die Ergebnisse vergleichbar sind. Des Weiteren betrifft die Erfindung eine integrierte Flüssigkeits-Kühleinheit, die für eine derartige Vorrichtung zum gekühlten Aufbewahren und Abgeben von Proben geeignet ist.

Insbesondere in der Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (High Performance Liquid Chromatography; HPLC) finden überwiegend automatische Probengeber Verwendung, die mit einer großen Anzahl zu analysierender Proben, die gleiche oder unterschiedliche Probensubstanzen enthalten können, bestückbar sind. Die Probengeber führen die einzelnen Proben automatisch zum benötigten Zeitpunkt der weiteren Verarbeitung zu. Die Proben befinden sich in einer geeigneten Aufnahmeeinrichtung, die zum einen die Probenbehälter als solche und ggf. Halterungen hierfür und zum anderen einen sogenannten Probenteller umfassen können. Die Entnahme der jeweiligen Probe aus dem Probenbehälter erfolgt über eine Probennadel. Probennadel und die Aufnahmeeinrichtung können relativ zueinander bewegbar ausgebildet sein, so dass jede Probe einzeln und gezielt entnommen werden kann. In der Regel lässt sich die Probennadel in mehreren Bewegungsachsen verschieben, um jede gewünschte Probe erreichen zu können. In einem anderen Lösungsansatz verwendet man einen beweglichen, insbesondere drehbaren oder verschiebbaren Probenteller. Hierdurch vereinfacht sich die Mechanik,

die die Probennadel bewegen muss, da mindestens eine Bewegungsachse durch die Bewegung des Probentellers realisiert werden kann. Dies hat gleichzeitig den Vorteil, dass die fluidischen Leitungslängen zur Probennadel kurz gehalten werden können.

Da die Analysen unter Umständen sehr lange dauern können, und außerdem die Probenkapazität in den Probengebern immer größer wird, steigt die Aufenthaltsdauer der einzelnen Proben, die im Probengeber für die Messung bereit gehalten werden müssen. Aus den bereits vorstehend genannten Gründen und auch aufgrund der Tatsache, dass viele Probensubstanzen bei Zimmertemperatur ihre Zusammensetzung verändern können, ist eine Kühlung der Proben erforderlich.

Hierzu ist es bekannt, den Probenteller unmittelbar mittels einer Peltier-Kühleinheit, also durch einen thermoelektrischen Kühler, entsprechend zu temperieren. Neben der geforderten, ausreichend hohen Temperaturkonstanz kommt es bei derartigen Probengebern auch auf eine gleichmäßige Temperaturverteilung innerhalb der Aufnahmeeinrichtung für die Proben an, um vergleichbare Analyseergebnisse zu erhalten.

Bei den bekannten Probengebern mit direkter Peltier-Kühlung ist der Probenteller über einen gut wärmeleitfähigen Metallkörper, der auch Bestandteil des Probentellers sein kann, mit der Kalt-Seite der Peltier-Kühleinheit gekoppelt. Auf der Warmseite der Peltier-Kühleinheit ist ein Kühlkörper angebracht. Die Abwärme des Kühlkörpers wird durch einen Luftstrom, der durch einen zusätzlichen Lüfter bereit gestellt werden kann, abgeführt.

Um einen ausreichenden Wirkungsgrad zu erzielen, müssen die Wärmeübergangswiderstände zwischen der Peltier-Kühleinheit und dem Probenteller sowie zwischen der Peltier-Kühleinheit und der Umgebungsluft so gering wie möglich sein. Aus dieser Forderung ergibt sich als günstigste geometrische Anordnung eine Platzierung der Peltier-Kühleinheit unmittelbar unterhalb des zu kühlenden Probentellers. Der Kühlkörper muss damit an der Unterseite der Peltier-Kühleinheit befestigt sein. Im Fall eines drehbaren Probentellers dreht sich die Peltier-Kühleinheit einschließlich Kühlkörper mit.

Damit ergibt sich für diese Struktur der Nachteil, dass das gesamte Kühlsystem unterhalb des Probenhalters vorgesehen werden muss, was zwangsweise zu einer Vergrößerung der Bauhöhe des Gesamtgeräts führt. Ein weiterer Nachteil besteht darin, dass die Wärmeabfuhr auf der Warmseite der Peltier-Kühleinheit zwangsläufig in unmittelbarer Nähe des Probenhalters erfolgen muss. Somit ist eine aufwändige thermische Isolierung möglich, um eine Rückwirkung auf den Probenhalter bzw. die gesamte Aufnahmeeinrichtung und die darin aufgenommenen Proben infolge einer Erwärmung durch die von der Warm-Seite der Peltier-Kühleinheit abgeführte Wärme zu vermeiden.

Neben einer direkten thermoelektrischen Kühlung der Aufnahmeeinrichtung für die Proben ist es bekannt, eine Luftkühlung einzusetzen. Die Luft wird in einer entsprechenden Kühleinheit auf die gewünschte Temperatur gebracht. Ein Lüfter erzeugt eine hinreichend starke Luftströmung, die am Probenhalter bzw. der Aufnahmeeinrichtung vorbeigeleitet wird und diese kühlt. Die Kühleinheit kann auf unterschiedliche Weise realisiert sein, beispielsweise thermoelektrisch oder auf der Basis eines Verdampfungsprinzips.

Wegen der geringen Wärmekapazität von Luft ist ein entsprechend großer Volumenstrom nötig, um einen ausreichenden Wärmetransport zu erzielen. Dies bedingt große Querschnitte für die erforderlichen luftführenden Kanäle, was mit einem entsprechenden Platzbedarf und einer entsprechenden Baugröße einhergeht. Die geringe Wärmekapazität des Kühlmittels Luft macht es zudem schwierig, eine gleichmäßige Temperaturverteilung sicher zu stellen.

Schließlich ist es bekannt, eine Aufnahmeeinrichtung eines Probengebers mittels eines externen Kühlsystems zu kühlen. Es ist beispielsweise bekannt, ein externes Flüssigkeits-Kühlsystem in Form eines Kryostaten mit einem Probengeber zu koppeln. Der Kryostat stellt dabei eine auf den gewünschten Wert temperierte Kühlflüssigkeit zur Verfügung. Unterhalb des Probenhalters ist ein Bereich vorgesehen, der von der Kühlflüssigkeit durchströmt und damit auf etwa dieselbe Temperatur wie die Kühlflüssigkeit gebracht wird.

Nachteilig an dieser Lösung ist vor allem der große Platzbedarf durch das zusätzliche externe Gerät. Außerdem muss zur Inbetriebnahme zuerst das Kühlsystem angeschlossen, befüllt und entlüftet werden.

5 Da derartige bekannte Probengeber einen ortsfesten Probenhalter aufweisen, ist es in diesem Fall erforderlich, einen aufwändigeren Nadelantrieb zur Probenentnahme mit entsprechend langen Verbindungsleitungen vorzusehen. Ein weiterer Nachteil ist, dass die Temperaturregelung für die Kühlflüssigkeit im externen Gerät erfolgt. Damit hängt die Temperatur der Aufnahmeeinrichtung von weiteren Faktoren ab, wie z. B. der Umgebungstemperatur und der Luftbewegung sowie von der Länge der Leitungen für die
10 Kühlflüssigkeit.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, eine Vorrichtung zum gekühlten Aufbewahren und Abgeben von Probensubstanzen, insbesondere einen Probengeber für die Chromatographie, zu schaffen, wobei die vorgenannten Nachteile bekannter Systeme vermieden werden und insbesondere eine geringere Gerätebauhöhe ermöglicht wird.
15 Des Weiteren liegt der Erfindung die Aufgabe zugrunde, eine integrierte Flüssigkeits-Kühleinheit für eine derartige Vorrichtung bereit zu stellen.

Die Erfindung löst diese Aufgabe mit den Merkmalen der Patentansprüche 1 bzw. 7.

Die Erfindung geht von der Erkenntnis aus, dass der Einsatz einer Flüssigkeitskühlung in einer Vorrichtung zum gekühlten Aufbewahren und Abgeben von Proben, wie beispielsweise einem Probengeber für die Chromatographie, dann auf einfache Weise
20 möglich ist und zu einer geringen Baugröße, insbesondere geringen Bauhöhe, führt, wenn für die Flüssigkeits-Kühleinheit eine Peltier-Kühleinheit verwendet wird. Derartige Peltier-Kühleinheiten sind entsprechend bauklein und können an einer beliebigen Stelle innerhalb der Vorrichtung zum gekühlten Aufbewahren und Abgeben von Probensubstanzen vorgesehen werden, wenn durch den Einsatz eines flüssigen Kühlmediums die Wärme von der Aufnahmeeinrichtung an den Ort der Flüssigkeits-Kühleinheit
25 transportiert wird.

Durch die von der Aufnahmeeinrichtung entfernte Positionierung der Flüssigkeits-Kühleinheit und insbesondere der davon umfassten Peltier-Kühleinheit ergibt sich der Vorteil, dass die von der Warm-Seite der Peltier-Kühleinheit abzuführende Wärmeenergie unter Vermeidung einer hierdurch bedingten Erwärmung der Aufnahmeeinrichtung abgeführt werden kann.

Nach einer Ausführungsform der Erfindung kann der wenigstens eine vom flüssigen Kühlmedium durchströmte Hohlraum, der in zumindest einem Teil der Aufnahmeeinrichtung vorgesehen ist, in Form eines Kanals ausgebildet sein.

Durch eine entsprechende Führung des Kanals oder das Vorsehen mehrerer Kanäle mit den selben Querschnitten und dem selben Strömungswiderstand zwischen dem Vor- und Rücklauf kann eine gleichmäßige Temperierung der Aufnahmeeinrichtung, insbesondere des Probentellers, erreicht werden.

Beispielsweise ist es möglich, den wenigstens einen Kanal so auszubilden, dass er mit einem ersten Abschnitt von seinem Vorlaufanschluss bis zu einem Umkehrpunkt oder Umkehrbereich verläuft und mit einem zweiten Abschnitt von dem Umkehrpunkt oder Umkehrbereich bis zu seinem Rücklaufanschluss, wobei der erste Abschnitt im Wesentlichen über seine gesamte Länge parallel zum zweiten Abschnitt verläuft. Hierdurch ist gewährleistet, dass bei einer angenommenen gleichmäßigen Wärmeabgabe pro Längeneinheit in jedem Längenabschnitt des Doppelkanals, in dem ein Teil des ersten Abschnitts und ein Teil des zweiten Abschnitts des wenigstens einen Kanals verläuft, im Wesentlichen die selbe Wärmeleistung aufgenommen werden kann.

Dabei kann der wenigstens eine Kanal mit seinem ersten und zweiten Abschnitt eine Doppelspirale oder eine doppelt mäanderförmige Struktur bilden.

Nach einer weiteren Ausführungsform der Erfindung kann ein Temperatursensor vorgesehen sein, der die Ist-Temperatur der Aufnahmevorrichtung, vorzugsweise an einem den Probensubstanzen benachbarten Ort, erfasst. Durch das zusätzliche Vorsehen einer

Regeleinheit, welcher das Signal des Temperatursensors zugeführt ist, kann durch eine Regelung der Pumpenleistung und/oder der Leistung der Peltier-Kühleinheit mittels der Regeleinheit die erfasste Ist-Temperatur innerhalb vorgegebener Schranken gleich einer vorgegebenen Soll-Temperatur gehalten werden.

- 5 Eine für eine derartige Vorrichtung zum gekühlten Aufbewahren und Abgeben von Proben geeignete integrierte Flüssigkeits-Kühleinheit umfasst eine Pumpe zur Förderung des flüssigen Kühlmediums von einem Ansauganschluss zu einem Auslassanschluss, welche ein Pumpengehäuse aufweist, in dem der Ansauganschluss und der Auslassanschluss vorgesehen sind oder mit welchem der Ansauganschluss oder der Auslassanschluss verbunden sind. Die Wandung des Pumpengehäuses ist zumindest in einem Kühlbereich so ausgebildet, dass ein geringer Wärmedurchgangswiderstand gegeben ist. In diesem Kühlbereich ist wenigstens eine Peltier-Kühleinheit mit dem Pumpengehäuse gut wärmeleitend verbunden, um einen Transport von Wärmeenergie aus dem das Pumpengehäuse durchströmenden Kühlmedium zu einer Wärmesenke zu bewirken. Die Wärmesenke ist dabei unmittelbar mit der Warm-Seite der Peltier-Kühleinheit verbunden. Zwischen dem Pumpengehäuse und der Wärmesenke ist außerhalb des Bereichs, in dem die wenigstens eine Peltier-Kühleinheit zwischen der Außenwandung des Pumpengehäuses und der dieser zugewandten Wandung der Wärmesenke angeordnet ist, eine Isolierung vorgesehen. Hierdurch wird eine Rückwirkung von der Warm-Seite der Peltier-Kühleinheit auf deren Kalt-Seite und damit auf das Pumpengehäuse weitgehend vermieden und der Gesamtwirkungsgrad verbessert.

Die Wärmesenke kann insbesondere als Kühlkörper mit einer die Oberfläche vergrößernden Struktur ausgebildet sein.

- 25 Als Pumpenantrieb kann ein Elektromotor vorgesehen sein, der innerhalb der Einheit bestehend aus Wärmesenke, Pumpengehäuse, Peltier-Kühleinheit und Isolierung, vorzugsweise innerhalb des Volumens der Wärmesenke, angeordnet ist. Hierdurch ergibt sich eine extrem baukleine Flüssigkeits-Kühleinheit.

Der Pumpenantrieb kann bei dieser Anordnung seine Verlustleistung unmittelbar an die Wärmesenke abgeben, so dass diese sowohl für das Abführen der Wärmeenergie von der Warm-Seite der Peltier-Kühleinheit dient als auch für das Abführen der Verlustleistung des Pumpenantriebs. Auch hierdurch wird eine extrem kompakte Konstruktion der Flüssigkeits-Kühleinheit möglich.

Der Elektromotor kann besonders zweckmäßig als elektronisch kommutierter Motor mit Permanentmagnet-Rotor realisiert werden. In diesem Fall muss dem Rotor keine elektrische Energie zugeführt werden, so dass dieser unmittelbar im dichten Pumpengehäuse angeordnet werden kann. Das zum Antrieb des Rotors erforderliche elektromagnetische Drehfeld kann sowohl durch das Vorsehen entsprechender Statorwicklungen, als auch durch das Vorsehen eines äußeren Rotors, auf dem wiederum Permanentmagnete angeordnet sind.

Durch das Vorsehen der Permanentmagnete innerhalb des dichten Pumpengehäuses ergibt sich der Vorteil, dass aus dem Pumpengehäuse keine Antriebswelle herausgeführt werden muss. Ein weiterer Vorteil besteht darin, dass in einem Permanentmagnet-Rotor nahezu keine Verlustwärme freigesetzt wird. r Kühlkörper kann mittels eines ebenfalls mit der Flüssigkeits-Kühleinheit integriert ausgebildeten Lüfters gekühlt werden.

Die Welle des Elektromotors zum Antrieb der Pumpe kann selbstverständlich auch aus dem Pumpengehäuse herausgeführt und mit dem Lüfterrad des Lüfters verbunden sein. Hierbei ist zwar die dichte Durchführung der Welle des Pumpenantriebs durch das Pumpengehäuse erforderlich, jedoch kann ein separater Lüftermotor eingespart werden.

Nach einer anderen Ausführungsform kann selbstverständlich auch ein Lüfter mit einem separaten elektromotorischen Antrieb vorgesehen sein. Dieser elektromotorische Antrieb kann auch gleichzeitig für den Antrieb eines äußeren Rotors mit Permanentmagneten gekoppelt sein und diesen rotierend antreiben. Durch das von den Permanentmagneten des äußeren Rotors erzeugte elektromagnetische Drehfeld kann ein im Pumpengehäuse dicht aufgenommener Rotor (ohne herausgeführte Welle) angetrieben werden.

Nach der bevorzugten Ausführungsform der Erfindung ist die Pumpe selbst als Kreiselpumpe mit einem Pumpenflügelrad ausgebildet.

Das Pumpenflügelrad und die wenigstens eine Peltier-Kühleinheit können dabei so in bzw. an der Pumpe angeordnet sein, dass durch das Pumpenflügelrad eine Durchmischung des im Pumpengehäuse befindlichen Kühlmediums bewirkt wird, welches in einem an den Kühlbereich des Pumpengehäuse angrenzenden Volumen enthalten ist. Hierdurch ergibt sich der Vorteil, dass auf ansonsten benötigte Mischelemente zur Verwirbelung des Kühlmediums verzichtet werden kann, die den Strömungswiderstand innerhalb des Pumpengehäuses erhöhen würden.

Weitere Ausführungsformen der Erfindung ergeben sich aus den Unteransprüchen.

Die Erfindung wird nachfolgend anhand in der Zeichnung dargestellter Ausführungsbeispiele näher erläutert. In der Zeichnung zeigen:

Fig. 1 eine schematische Darstellung der wesentlichen Komponenten eines Probengebers für die Chromatographie mit einer Aufnahmeeinrichtung für die Probensubstanzen und einer integrierten Flüssigkeits-Kühleinheit nach der Erfindung;

Fig. 2 eine schematische Schnittansicht der integrierten Flüssigkeits-Kühleinheit in Fig. 1 und

Fig. 3 eine schematische Darstellung der Aufnahmeeinrichtung in Fig. 1 mit einem spiralförmigen Verlauf von Kanälen für das Kühlmedium in Draufsicht (Fig. 3a) und im Schnitt entlang der Linie A-A (Fig. 3b).

Fig. 1 zeigt in schematischer Darstellung eine Vorrichtung 1 zum gekühlten Aufbewahren und Abgeben von Proben 3, die beispielsweise in kleinen Behältern 5 aufgenommen sein können. Die Behälter 5 können selbstverständlich in entsprechenden Käfigen (nicht

dargestellt) gehalten sein. Alternativ können die Substanzen auch direkt in einer Aufnahme mit entsprechenden Vertiefungen eingebracht sein. Im Rahmen der folgenden Beschreibung seien jegliche Mittel zur Aufnahme der eigentlichen Probensubstanzen 3 als Aufnahmeeinrichtung 7 bezeichnet. Im dargestellten Ausführungsbeispiel umfasst die Aufnahmeeinrichtung 7 somit die Behälter 5 und einen topfförmig ausgebildeten Probesteller 9, der an seiner Unterseite und an seinen Außenwandungen mittels einer Wärmeisolierung 11 isoliert ist. Die Wärmeisolierung 11 besteht aus einem ausreichend gut wärmeisolierenden Material und weist eine ausreichende Dicke auf.

Zumindest im Boden des Probestellers 9 ist wenigstens ein Hohlraum, beispielsweise in Form eines Kanals 13 (Fig. 3) zum Führen eines flüssigen Kühlmediums vorgesehen. Das flüssige Kühlmedium wird dem Probesteller 9 über eine geeignete Drehdurchführung 15 (Fig. 3) zugeführt, die in einem coaxialen Zapfen 17 des Probestellers 9 ausgebildet ist. An dem coaxialen Zapfen 17 bzw. der Drehdurchführung 15 ist jeweils ein Vorlaufanschluss und ein Rücklaufanschluss vorgesehen, welche jeweils mit den betreffenden Enden des Kanals 13 verbunden ist. Der Vorlaufanschluss und der Rücklaufanschluss ist jeweils mittels einer Anschlussleitung 19 mit dem Vorlaufanschluss bzw. dem Rücklaufanschluss einer integrierten Flüssigkeits-Kühleinheit 21 verbunden. Die integrierte Flüssigkeits-Kühleinheit 21 umfasst eine Pumpe 23, zur Förderung des flüssigen Kühlmediums durch die Anschlussleitungen 19 und den damit verbundenen Kanal 13.

Durch die Drehdurchführung 15, die in dem coaxialen Zapfen 17 des Probestellers 9 vorgesehen ist, kann der Probesteller 9 um seine Achse rotierend angetrieben ausgebildet sein, um den jeweiligen Behälter 5, aus dem die Probensubstanz 3 entnommen werden soll, in eine Entnahmeposition zu bewegen. Die Drehdurchführung 15 gewährleistet dabei, dass unabhängig von der Winkelstellung des Probestellers eine Verbindung des Kanals 13 mit dem Vorlaufanschluss und Rücklaufanschluss der Drehdurchführung 15 und den damit verbundenen Anschlussleitungen 19 aufrecht erhalten bleibt.

Durch das räumliche Trennen der integrierten Flüssigkeits-Kühleinheit 21 und des Proben Tellers 9 bzw. der Aufnahmeeinrichtung 7 und den Transport der Wärme mittels des flüssigen Kühlmediums von der Aufnahmeeinrichtung 7 zur Flüssigkeits-Kühleinheit 21 ergibt sich der Vorteil einer flexiblen Anordnung der integrierten Flüssigkeits-Kühleinheit 21 innerhalb eines gemeinsamen Gehäuses (nicht dargestellt) der Vorrichtung 1. Gegenüber bekannten, direkt mittels einer Peltier-Kühleinheit an der Unterseite gekühlten Proben Tellers 9 ergibt sich insbesondere der Vorteil einer möglichen geringeren Bauhöhe einer derartigen Vorrichtung.

Des Weiteren kann durch die räumliche Trennung der integrierten Flüssigkeits-Kühleinheit 21 von der Aufnahmeeinrichtung 7 der Vorteil einer geringen Rückwirkung hinsichtlich der von der Flüssigkeits-Kühleinheit 21 abgeführten Wärme auf die Aufnahmeeinrichtung 7 erzielt werden. In jedem Fall kann, selbst bei einer unmittelbar angrenzenden Positionierung der Flüssigkeits-Kühleinheit 21 an die Aufnahmeeinrichtung 7 durch das Vorsehen einer entsprechenden Isolierung eine derartige Rückwirkung vermieden werden. In vielen Fällen wird eine derartige Isolierung jedoch nicht erforderlich sein, da die Flüssigkeits-Kühleinheit 21 ausreichend weit entfernt von der Aufnahmeeinrichtung 7 positioniert werden kann. Beispielsweise kann die Warm-Seite der Flüssigkeits-Kühleinheit 21 an der Rückseite oder einer anderen Außenwandung des Gehäuses der Vorrichtung 1 positioniert werden.

Fig. 2 zeigt eine Ausführungsform einer integrierten Flüssigkeits-Kühleinheit 21 schematisch im Schnitt. Die Flüssigkeits-Kühleinheit 21 umfasst eine Pumpe 23, die als Kreiselpumpe ausgebildet ist. Das Pumpengehäuse 25 besteht zumindest in einem Bereich, in welchem das Pumpengehäuse 25 mit der Kalt-Seite einer Peltier-Kühleinheit 27 verbunden ist, aus einem gut wärmeleitenden Material, so dass der Wärmedurchgangswiderstand für den Wärmetransport von dem im Pumpengehäuse 25 befindlichen flüssigen Kühlmedium 29 auf die Kalt-Seite der Peltier-Kühleinheit 27 ausreichend gering ist.

Die Kreislumppe 23 weist an ihrem Pumpengehäuse 25 einen Ansauganschluss 31 und einen Auslassanschluss 33 auf. Der Ansauganschluss 31 und der Auslassanschluss 33 können mittels der Anschlussleitungen 90 mit dem Vorlauf- und Rücklaufanschluss der Aufnahmeeinrichtung 7 bzw. der Drehdurchführung 15 verbunden sein (Fig. 1).

5 Im Pumpengehäuse 25 ist das Flügelrad 35 der Kreislumppe 23 vorgesehen. Das Flügelrad ist mittels einer Welle 37 rotierbar im Pumpengehäuse 25 gehalten. Das Pumpengehäuse 25 schließt dabei die Welle und die hierfür erforderlichen Lager vorzugsweise dicht ein, so dass keine abdichtende Durchführung der Welle 37 aus dem Pumpengehäuse 25 heraus vorgesehen sein muss. Aufwändige abgedichtete Drehdurchführungen durch das Pumpengehäuse können somit entfallen.
10

Das Flügelrad 35 befindet sich in einem Volumen innerhalb des Pumpengehäuses 25, welches sich in unmittelbarer Nachbarschaft des Bereichs der Gehäusewandung befindet, durch die der Wärmetransport in Richtung auf die Kalt-Seite der Peltier-Kühleinheit 27 erfolgt. Damit wird in der Umgebung dieses Bereichs der Gehäusewandung eine
15 turbulente Strömung erzeugt, die eine gute Durchmischung des von der Peltier-Kühleinheit bereits abgekühlten Kühlmediums mit dem einströmenden, relativ warmen Kühlmedium bewirkt. Hierdurch wird der Wärmeübergang von der Peltier-Kühleinheit und damit der Wirkungsgrad des Gesamtsystems wesentlich verbessert.

Die Welle 37 kann vorzugsweise aus einem keramischen Material bestehen, um den
20 Verschleiß der Lager im Pumpengehäuse gering zu halten. Durch die im Vergleich zu metallischen Werkstoffen geringere Wärmeleitfähigkeit lässt sich dadurch gleichzeitig das Einbringen von Wärmeenergie in das Pumpeninnere und das Übertragen dieser Wärme auf das im Pumpengehäuse 25 geführte flüssige Kühlmedium 29 vermeiden.

Wie in Fig. 2 dargestellt, kann das Pumpengehäuse 25 auch mit einem integrierten
25 Vorratsbehälter 39 ausgebildet sein, in dem ein zusätzliches Kühlmedium 29 enthalten sein kann. Durch das Vorsehen des Vorratsbehälters 39 im oberen Bereich erfolgt ein selbsttätiges Zufügen des darin bevorrateten Kühlmediums über eine Zuführöffnung 41

in den Kreislauf des Kühlmediums. Für das Befüllen des Vorratsbehälters 39 kann ein Befüllanschluss 43 vorgesehen sein. Indem der Vorratsbehälter 39 nur zum Teil mit Kühlmedium gefüllt wird, wirkt das mit Luft gefüllte restliche Volumen des Vorratsbehälters 39 gleichzeitig als Ausgleichsbehälter für die vom Betriebszustand abhängige Wärmedehnung der Kühlflüssigkeit. Bei einer insgesamt höheren Kühlmitteltemperatur steigt der Volumenbedarf des Kühlmittels an, so dass sich der Flüssigkeitsstand im Vorratsbehälter 39 erhöht und die darüber befindliche Luft komprimiert wird.

Die Warm-Seite der Peltier-Kühleinheit 27 ist unmittelbar mit einem Kühlkörper 45 verbunden. Dieser kann in üblicher Weise Kühlrippen 47 zur Vergrößerung der Oberfläche zur Übertragung der abzuführenden Wärmeenergie an die Umgebungsluft aufweisen.

Zur Verbesserung des Wärmeabtransports vom Kühlkörper 45 kann an dessen Abluftseite ein Lüfter 49 vorgesehen sein. Der Lüfter 49 umfasst vorzugsweise einen eigenständigen elektromotorischen Antrieb für den rotierenden Antrieb des Lüfterrads 51.

Der Antrieb der Pumpe erfolgt mittels eines elektromotorischen Antriebs 53, der aus an der Welle 37 angeordneten Permanentmagneten 55 besteht, die den Rotor des elektromotorischen Antriebs 53 innerhalb des Pumpengehäuses 25 bilden, und aus Statorspulen 57, die das für den Antrieb des Rotors erforderliche elektromagnetische Wechselfeld erzeugen. Der elektromotorische Antrieb 53 ist dabei, wie in Fig. 2 dargestellt, vorzugsweise innerhalb des Volumens des Kühlkörpers 45 vorgesehen. Hierdurch ergibt sich zum einen der Vorteil einer sehr kompakten Bauweise und zum anderen der Vorteil, dass die vom elektromagnetischen Antrieb 53, insbesondere den Statorspulen 57 erzeugte Wärmeenergie ebenfalls unmittelbar über den Kühlkörper 45 abgeführt werden kann.

Selbstverständlich sind jedoch auch andere elektromotorische Antriebe für die Kreiselpumpe 23 denkbar. Beispielsweise kann anstelle der Statorspulen 57 ein äußerer Rotor vorgesehen sein, der koaxial zur Welle 37 rotierbar gehalten ist. Dieser äußere Rotor

kann Permanentmagnete umfassen, durch deren Rotation das für den Antrieb des die Permanentmagneten 55 aufweisenden, pumpeninternen Rotors nötige Wechselfeld erzeugt wird. Dieser äußere Rotor kann seinerseits beispielsweise mit dem elektromotorischen Antrieb des Lüfters 49 gekoppelt und von diesem angetrieben sein.

5 Nach einer anderen, nicht dargestellten Ausführungsform der Erfindung kann die Pumpenwelle 37 an der rückwärtigen Seite des Kühlkörpers 45 herausgeführt und mit dem Lüfterrad 51 gekoppelt sein. Auf diese Weise kann auf einen eigenständigen elektromotorischen Antrieb für den Lüfter 49 verzichtet werden.

10 Zwischen dem Kühlkörper 45 und dem Pumpengehäuse kann ein Isolationsmaterial 59 vorgesehen sein. Das Pumpengehäuse kann, wie in Fig. 2 dargestellt, auch im Wesentlichen vollständig, das heißt bis auf den Bereich, in dem das Pumpengehäuse mit der Kalt-Seite der Peltier-Kühleinheit 27 verbunden ist, durch das Isolationsmaterial 59 umgeben sein. Selbstverständlich kann das Isolationsmaterial 59 auch von einer Außenwandung eines Isolationsgehäuses 61 umgeben sein, wodurch ein Schutz des Isolationsmaterials 59 gegen Umwelteinflüsse von außen gegeben ist. Aus dem Isolationsgehäuse 61 sind dann lediglich der Ansauganschluss 31, der Auslassanschluss 33 und
15 gegebenenfalls der Befüllanschluss 43 herauszuführen.

Die in Fig. 2 dargestellte integrierte Flüssigkeits-Kühleinheit weist somit einen extrem kompakten Aufbau auf, der baukleine Vorrichtungen zum gekühlten Aufbewahren und
20 Abgeben von Probensubstanzen ermöglicht.

Fig. 3a zeigt schematisch eine Schnittansicht eines horizontalen Schnitts des Bodens des Probentellers 9 in Fig. 1. Aus dem horizontalen Schnitt in Fig. 3a und der Schnittansicht in Fig. 3b wird klar, dass der Probenteller 9 in seinem Boden über einen Kanal 13 für das flüssige Kühlmedium verfügt, der im Wesentlichen in Form einer Doppelspirale verläuft. Ausgehend von der Drehdurchführung 15 gelangt das Kühlmedium in Richtung des Pfeils X von einem Vorlaufanschluss in den Kanal 13 und strömt im Wesentlichen spiralförmig bis zu einem Umkehrpunkt oder Umkehrbereich 63 des Kanals 13.
25

Nach dem Umkehrbereich 63 strömt das Kühlmedium im Wesentlichen parallel zum Verlauf des ersten Abschnitts des Kanals 13 zwischen dem Vorlaufanschluss und dem Umkehrbereich 63 zurück zum Rücklaufanschluss der Drehdurchführung 15 (Pfeilrichtung Y in Fig. 3a). Durch das parallele Führen des ersten Abschnitts des Kanals 13 und des zweiten Abschnitts des Kanals 13 zwischen dem Umkehrbereich 63 und dem Rücklaufanschluss wird eine hervorragend gleichmäßige Temperaturverteilung über den Boden des Probenbehälters 19 erreicht.

Wie in Fig. 3b dargestellt, kann der Kanal 13 dadurch realisiert werden, dass beispielsweise zwischen einer unteren Wandung 65 und einer oberen Wandung 67 des Bodens des Probentellers 9 ein Kanalelement 69 eingebracht ist, wobei der Kanal 13 durch das Zusammenwirken der Innenwandungen des Kanalelements 69 und der unteren bzw. oberen Wandung 65, 67 gebildet wird. Das Kanalelement 69 kann dabei beispielsweise durch Prägen der Doppelspiral-Struktur in ein zunächst ebenes Element, beispielsweise aus Blech oder dergleichen, hergestellt werden.

Selbstverständlich kann anstelle einer Doppelspiral-Struktur auch eine beliebige andere Struktur gewählt werden, die gewährleistet, dass jeweils ein erster Kanalabschnitt von einem Vorlaufanschluss bis zu einem Umkehrpunkt und ein zweiter Kanalabschnitt vom Umkehrpunkt bis zu einem Rücklaufanschluss im Wesentlichen parallel zueinander geführt sind.

Um die Temperatur der Aufnahmeeinrichtung 7 innerhalb möglichst enger Grenzen konstant halten zu können, kann, wie in Fig. 1 dargestellt, an der Aufnahmeeinrichtung, insbesondere am oder im Boden des Probentellers 9 ein Temperatursensor 71 vorgesehen sein, dessen Temperatursignal einer Regeleinheit 73 zugeführt ist. Die Regeleinheit 73 kann dann die Flüssigkeits-Kühleinheit 21, insbesondere die Leistung der Pumpe 23 und die Leistung der Peltier-Kühleinheit 27 so ansteuern, dass die Temperatur der Aufnahmeeinrichtung 7 auf einen konstanten Soll-Wert geregelt wird.

Patentansprüche

1. Vorrichtung zum gekühlten Aufbewahren und Abgeben von Proben, insbesondere Probengeber für die Chromatographie,

5 a) mit einer Aufnahmeeinrichtung (7) zur Aufnahme einer oder mehrerer Probensubstanzen (3), wobei zumindest ein Teil der Aufnahmeeinrichtung (7) wenigstens einen Hohlraum (13) aufweist, welcher von einem flüssigen Kühlmedium (29) durchströmt ist,

10 b) wobei der wenigstens eine Hohlraum (13) mit einem Vorlaufanschluss für das Zuführen des Kühlmediums (29) und mit einem Rücklaufanschluss für das Abführen des Kühlmediums (29) verbunden ist, und

15 c) mit einer Flüssigkeits-Kühleinheit (21), welche mit ihrem Vorlaufanschluss mit dem Vorlaufanschluss des wenigstens einen Hohlraums (13) und mit ihrem Rücklaufanschluss mit dem Rücklaufanschluss des wenigstens einen Hohlraums (13) verbunden ist und welche eine Pumpe (23) zur Förderung des Kühlmediums (29) durch den wenigstens einen Hohlraum (13) und eine Peltier-Kühleinheit (27) zur Kühlung des Kühlmediums (29) aufweist.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass der wenigstens eine Hohlraum (13) als vom Kühlmedium (29) durchströmter Kanal (13) ausgebildet ist.

20 3. Vorrichtung nach Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass der wenigstens eine Kanal (13) so ausgebildet ist, dass er mit einem ersten Abschnitt von seinem Vorlaufanschluss bis zu einem Umkehrpunkt (63) oder Umkehrbereich verläuft und mit einem zweiten Abschnitt von dem Umkehrpunkt (63) oder Umkehrbereich bis zu seinem Rücklaufanschluss, wobei der erste Abschnitt im Wesentlichen über seine gesamte Länge parallel zum zweiten Abschnitt verläuft.

25

4. Vorrichtung nach Anspruch 3, **dadurch gekennzeichnet**, dass der wenigstens eine Kanal (13) mit seinem ersten und zweiten Abschnitt eine Doppelspirale oder eine doppelt mäanderförmige Struktur bildet.
5. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass ein Temperatursensor (71) vorgesehen ist, der die Ist-Temperatur der Aufnahmevorrichtung (7), vorzugsweise an einem den Probensubstanzen (3) benachbarten Ort, erfasst und dass eine Regeleinheit (73) vorgesehen ist, welcher das Signal des Temperatursensors (71) zugeführt ist und welche die Pumpenleistung und/oder die Leistung der Peltier-Kühleinheit (27) so regelt, dass die erfasste Ist-Temperatur innerhalb vorgegebener Schranken gleich einer vorgegebenen Soll-Temperatur ist.
6. Integrierte Flüssigkeits-Kühleinheit für eine Vorrichtung zum gekühlten Aufbewahren und Abgeben von Probensubstanzen, insbesondere für einen Probengeber für die Chromatographie,
 - a) mit einer Pumpe (23) zur Förderung des flüssigen Kühlmediums (29) von einem Ansauganschluss (31) zu einem Auslassanschluss (33), welche ein Pumpengehäuse (25) aufweist, in welchem der Ansauganschluss (31) und der Auslassanschluss (33) vorgesehen sind oder mit welchem der Ansauganschluss (31) und der Auslassanschluss (33) verbunden sind,
 - b) wobei die Wandung des Pumpengehäuses (25) zumindest in einem Kühlbereich einen geringen Wärmedurchgangswiderstand aufweist,
 - c) mit wenigstens einer, mit seiner Kalt-Seite unmittelbar am Kühlbereich des Pumpengehäuses (25) angeordneten Peltier-Kühleinheit (27) zum Transport von Wärmeenergie aus dem das Pumpengehäuse (25) durchströmenden Kühlmedium (29) zu einer Wärmesenke (45),

- d) wobei die Wärmesenke (45) unmittelbar mit der Warm-Seite der Peltier-Kühleinheit (27) verbunden ist, und
- e) wobei zwischen dem Pumpengehäuse (25) und der Wärmesenke (45) außerhalb des Bereichs, in dem die wenigstens eine Peltier-Kühleinheit (27) angeordnet ist, eine Isolierung (59, 61) vorgesehen ist.

7. Flüssigkeits-Kühleinheit nach Anspruch 6, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Wärmesenke als Kühlkörper (45) ausgebildet ist.

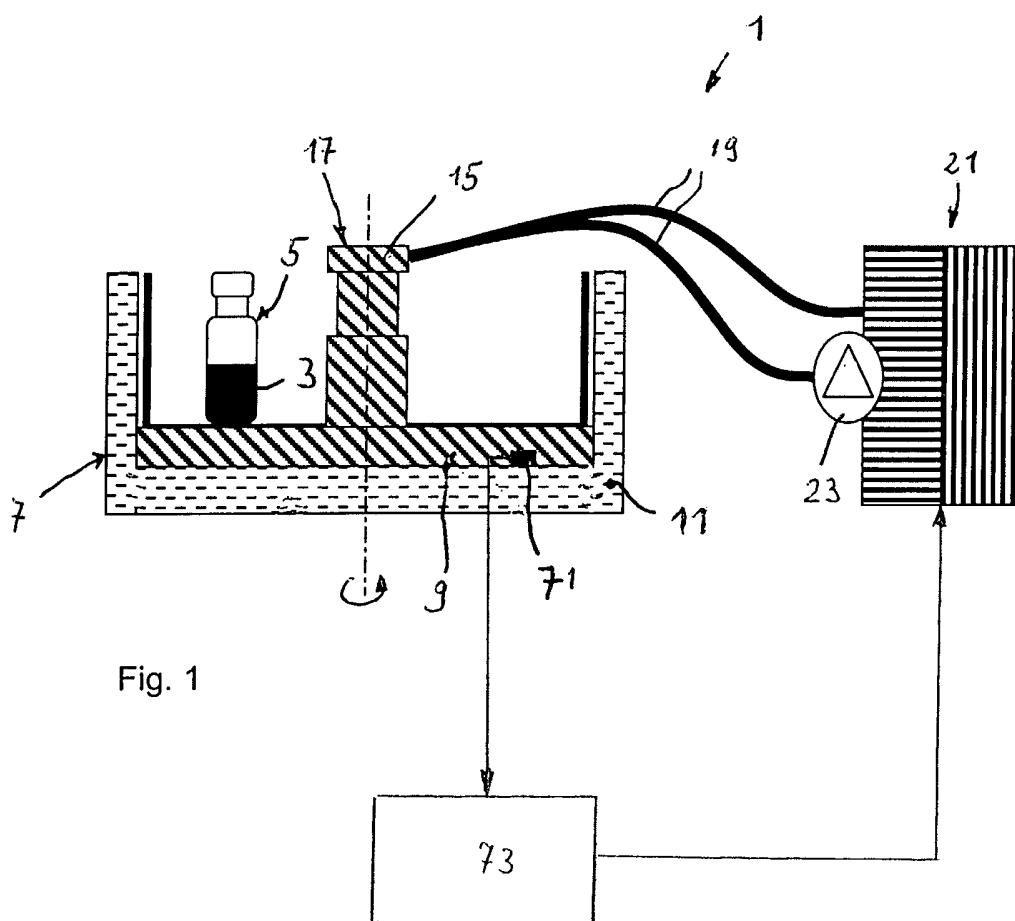
8. Flüssigkeits-Kühleinheit nach Anspruch 6 oder 7 **dadurch gekennzeichnet**, dass der Pumpenantrieb als Elektromotor (53) ausgebildet und innerhalb der Einheit bestehend aus Wärmesenke (45), Pumpengehäuse (25), Peltier-Kühleinheit (27) und Isolierung (59, 61), vorzugsweise innerhalb des Volumens der Wärmesenke (45), angeordnet ist.

9. Flüssigkeits-Kühleinheit nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Pumpenantrieb (53) seine Verlustleistung unmittelbar an die Wärmesenke (45) abgibt.

10. Flüssigkeits-Kühleinheit nach Anspruch 8 oder 9, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Elektromotor (53) einen Permanentmagnet-Rotor aufweist, wobei der Permanentmagnet-Rotor vorzugsweise im dichten Pumpengehäuse (25) angeordnet ist.

11. Flüssigkeits-Kühleinheit nach einem der Ansprüche 7 bis 10, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Kühlkörper (45) mittels eines Lüfters (49) gekühlt ist, wobei der Lüfter vorzugsweise mit der Flüssigkeits-Kühleinheit (21) integriert ausgebildet ist.

12. Flüssigkeits-Kühleinheit nach Anspruch 11, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Welle (37) des Elektromotors (53) sowohl mit der Pumpe als auch mit einem Lüfterrad eines Lüfters verbunden ist.
- 5 13. Flüssigkeits-Kühleinheit nach Anspruch 11, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Lüfter (49) einen separaten elektromotorischen Antrieb aufweist.
- 10 14. Flüssigkeits-Kühleinheit nach Anspruch 10 und 13, **dadurch gekennzeichnet**, dass der elektromotorische Antrieb des Lüfters (49) mit einer Permanentmagnet-Einheit gekoppelt und rotierend angetrieben ist, welche eine rotierendes Magnetfeld zum Antrieb des im dichten Pumpengehäuse (25) angeordneten Rotors erzeugt.
- 15 15. Flüssigkeits-Kühleinheit nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Pumpe (23) als Kreiselpumpe ausgebildet ist.
16. Flüssigkeits-Kühleinheit nach Anspruch 15, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Pumpenflügelrad (35) der Kreiselpumpe (23) und die wenigstens eine Peltier-Kühleinheit (27) so angeordnet sind, dass durch das Pumpenflügelrad (35) eine Durchmischung des im Pumpengehäuse befindlichen Kühlmediums (29) bewirkt wird, welches in einem an den Kühlbereich des Pumpengehäuses (25) angrenzenden Volumen enthalten ist.
- 20 17. Flüssigkeits-Kühleinheit nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass ein Vorratsbehälter (39) für das Kühlmedium (29) vorgesehen ist, der mit dem Pumpengehäuse (25) verbunden oder in dieses integriert ist.
- 25 18. Flüssigkeits-Kühleinheit nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass der gesamte Kalt-Teil der Flüssigkeits-Kühleinheit (21) bestehend aus dem Pumpengehäuse (25) und, falls vorhanden, dem Vorratsbehälter (39) im Wesentlichen vollständig mit einem Isoliermaterial (59) umschlossen ist.



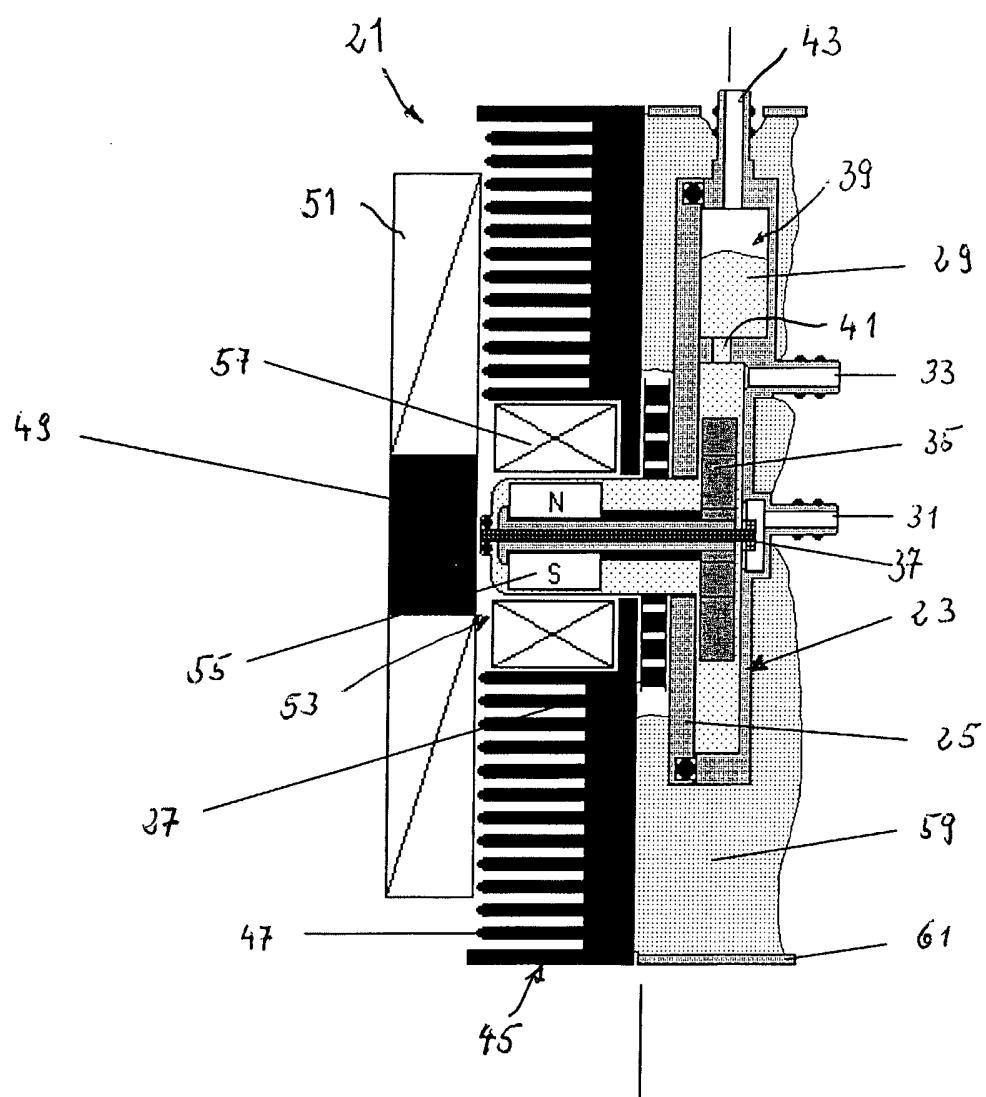


Fig. 2

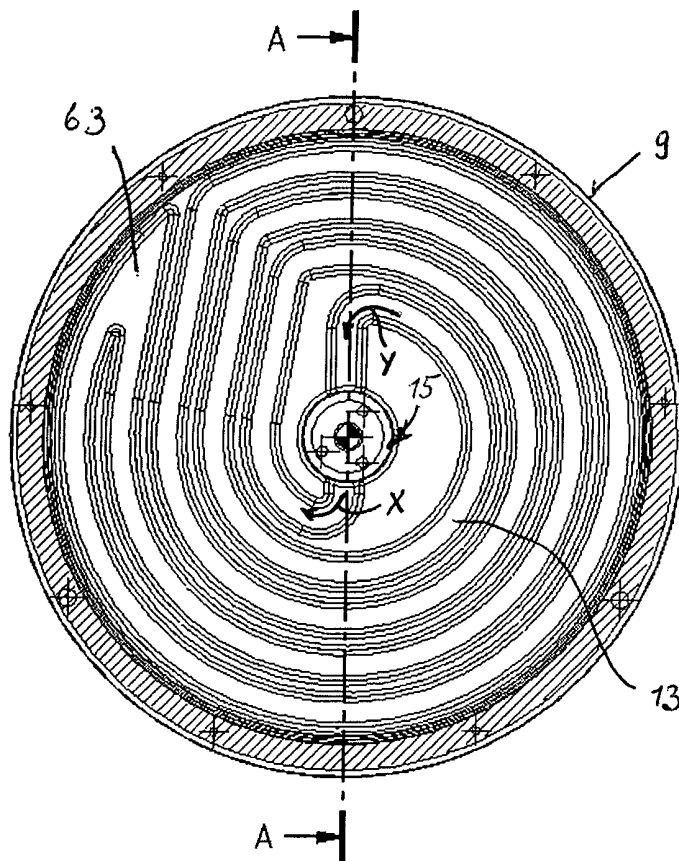


Fig. 3a

A-A (1 : 2)

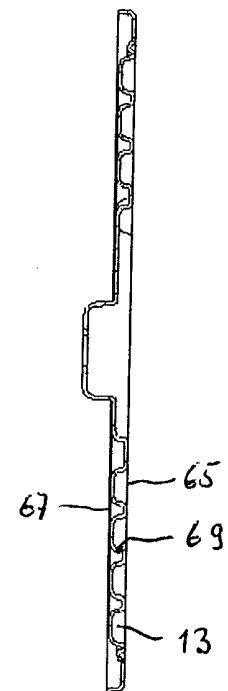


Fig. 3b