

**Ausschliessungspatent**

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

ISSN 0433-6461

(11) **202 346**Int.Cl.³ 3(51) G 01 N 31/08**AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN**

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	AP G 01 N / 235 202 4	(22)	27.11.81	(44)	07.09.83
(31)	2921-80	(32)	05.12.80	(33)	HU

(71) siehe (73)
 (72) TYIHÁK, ERNŐE, DR., DIPL.-CHEM.; MINCSOVICS, EMIL, DIPL.-CHEM.-ING.; SZÉKELY, TIBOR, DIPL.-LEHRER;
 LENGYEL, ZOLTAN, DIPL.-ING.; HU;
 KOERMENDI, FERENC, DIPL.-ING.; SZIGETI, TIBOR; HU;
 (73) LABOR MŰESZERIPARI MŰVEK VEZÉRGÁZGATÓSÁGA; ESZTERGOM, HU
 (74) PATENTANWALTSBUERO BERLIN 1479257 1130 BERLIN FRANKFURTER ALLEE 286

(54) STEUEREINHEIT FÜR EIN GERÄT ZUR ÜBERDRUCK-SCHICHTCHROMATOGRAPHIE

(57) Die Erfindung betrifft eine Steuereinheit für ein Gerät zur Überdruck-Schichtchromatographie. Das Gerät zur Überdruck-Schichtchromatographie (die Instrumentengruppe) besteht somit aus zwei Einheiten. Die eine Einheit ist die eigentliche Vorrichtung zur Überdruck-Schichtchromatographie (die Überdruck-Ultramikrokammer UM), die andere die Steuereinheit VL, an die periphere Geräte angeschlossen werden können, sofern diese nicht in der Steuereinheit VL enthalten sind. Die zwei Pumpen P_e und P_p , die Behälter für Wasser und Eluent, der Thermostat T , sowie die Instrumente zur Kontrolle, Regelung, Messung, Datensammlung und Speicherung sind in der Steuereinheit enthalten. Die Untereinheiten der Steuereinheit sind die Tastatur BL, die Operation einstellenden Organe K_{sz} , die Anzeiger K_j , die Drucker N_j und die Interface-Einheit J verbunden mit einem Computer, die sämtlich dem gesetzten Ziel entsprechend angeordnet sind.

Figur

Steuereinheit für ein Gerät zur
Überdruck-Schichtchromatographie

Anwendungsgebiet der Erfindung:

Die Erfindung betrifft eine Steuereinheit für ein Gerät zur Überdruck-Schichtchromatographie, die zur automatischen Durchführung der Überdruck-Schichtchromatographie dient.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen:

Bei der in den vergangenen Jahren entwickelten neuen flüssigkeitschromatographischen Technik planarer Anordnung, d. h. bei der Überdruck-Schichtchromatographie, wird die Sorbensschicht von einer, unter äußerem Druck stehenden Deckplatte völlig abgedeckt, wobei das Lösungsmittel zwischen den Körnern der Sorbensschicht in einer Zwangsströmung (mit Hilfe einer Dosiervorrichtung) gehalten wird. Eine derartige Lösung ist in der HU-PS 173 749 beschrieben. Die sogenannte Überdruck-Ultramikrokammer ist in einer zirkularen Ausführung (J. Chromatog. 174, 74/1979) und in einer linearen Ausführung bekannt.

Die beiden Versionen der Überdruck-Schichtchromatographie bieten gegenüber der klassischen Schichtchromatographie, aber auch der sogenannten Hochleistungs-Schichtchromatographie mehrere Vorteile, und zwar:

- kurze Laufzeit, auch bei größeren Laufstrecken (30 bis 40 cm) und auch auf feinkörnigen Sorbensschichten;
- bessere Auflösung;
- Möglichkeit der visuellen Bewertung;
- Beschleunigung der Wanderung der viskosen Lösungsmittelgemische;
- Modellierung der hochleistungs-säulenchromatographischen Verhältnisse.

Zu den operativen Kennzeichen der linearen und zirkularen Vorrichtung zur Überdruck-Schichtchromatographie gehören die folgenden:

- a) Die Trennung erfolgt stets auf einer bestimmten Strecke und mit einer bestimmten Strömungsgeschwindigkeit des Lösungsmittels. Diese Werte hängen von der jeweiligen Aufgabe (Trennung zweier oder mehrerer Komponenten verschiedener Verbindungsgruppen), der Schichtdicke, der Größe der Sorbenskörner usw. ab.
- b) Der Kissendruck ist auf einem konstanten Wert zu halten (beim Schadhafwerden des Kissens ist das Aufrechterhalten eines konstanten Niveaus nicht möglich).
- c) Der von der Flüssigkeits-Dosierpumpe erzeugte Eingangswert des Lösungsmitteldruckes ändert sich nach der entsprechenden Funktion, wobei der Kissendruck in dem System eine gewisse beschränkende Wirkung ausübt. Eine Abweichung von der Zielfunktion führt zu einer regelwidrigen Entwicklung.
- d) In den bisher entwickelten Ultramikrokammern kann die Grundplatte thermostiert werden, wodurch ein gut reproduzierbares Ergebnis zur Verfügung steht. Bei einer Ab-

weichung des Temperaturwertes von dem gewählten Temperaturprogramm ist die Reproduzierbarkeit nicht möglich. Die Wahrnehmung der Abweichung und deren Korrektur stellen also äußerst wichtige Faktoren dar.

Es kann daher festgestellt werden, daß bei den üblichen Geräten das Bedienungspersonal die Temperatur, den Kissen-
druck, den Druck und die Menge des Eluenten, den Verlauf und das Ende des Laufes unbedingt beobachten muß.

Das Erfordernis, zahlreiche Parameter zu überwachen, stellt für das Bedienungspersonal eine erhebliche Belastung dar, und es ist nicht möglich, daß das Bedienungspersonal während dieser Zeit sonstige Tätigkeiten (z.B. Vorbereitung der Probe, qualitative Auswertung usw.), ausführt. Außerdem kann es zu zahlreichen subjektiven Fehlern kommen.

Ziel der Erfindung:

Ziel der Erfindung ist es, die oben erwähnten Mängel zu beseitigen und die Forderungen der Praxis durch die Entwicklung einer Steuereinheit zu erfüllen.

Darlegung des Wesens der Erfindung:

Um das gesetzte Ziel zu erreichen, wird der Apparat zur Überdruck-Schichtchromatographie (Gerätegruppe) aus zwei Einheiten aufgebaut. Die eine Einheit ist das eigentliche Gerät zur Überdruck-Schichtchromatographie (die Überdruck-Ultramikrokammer), die andere die Steuereinheit, an die die peripheren Geräte angeschlossen werden können, sofern diese nicht in der Einheit mit enthalten sind. In der Steuereinheit sind die beiden Pumpen, die Wasser- und Eluentenbehälter, der Thermostat und die zur Kontrolle, Regelung, Messung, Datensammlung und Speicherung dienenden Instrumente angeordnet.

Die Erfindung beruht auf der Erkenntnis, daß bei der schichtchromatographischen Trennung eine erhöhte Standardisierung, Reproduzierbarkeit und Betriebssicherheit durch die Steuerung der gesamten Operation erreicht werden können, wodurch diese Technik, nämlich die Überdruck-Schichtchromatographie, der Gruppe der modernen trennungstechnischen Methoden zugeordnet werden kann.

Die Erfindung beruht auf der weiteren Erkenntnis, daß durch die Anwendung der automatischen Steuerung die subjektiven Fehler der Überdruck-Schichtchromatographie erheblich verringert werden können.

Weiterhin wurde erkannt, daß die automatische Steuerung zur besseren Ausnutzung der Arbeitszeit des Bedienungspersonals führt (Vorbereitung der Muster, quantitative Bewertung mit Instrumenten).

Demnach bezieht sich die Erfindung auf eine Steuereinheit für ein Gerät zur Überdruck-Schichtchromatographie, zu deren Untereinheiten die folgenden Bedienungsorgane gehören: der Netzhauptschalter, der gleichzeitig auch den Thermostaten betätigt und der Startschalter, der das Laufprogramm in Gang setzt, das das Bedienungspersonal mit dem Stoppschalter abstellen kann. Desweiteren können der Kissen- druck, die Strömungsgeschwindigkeit und der Operations- druck des Eluenten, die Dauer des Laufes (der Entwicklung) und die Operationstemperatur des Gerätes eingestellt werden. Der aufgeheizte Zustand des Thermostaten, also das Erreichen der eingestellten Betriebstemperatur, wird von einer Lampe angezeigt. Wenn der Druck des Eluenten einen kritischen Wert erreicht, leuchtet eine Signallampe auf und der Lauf wird abgestellt (oder die Leistung der Pumpe auf einen entsprechenden Wert herabgesetzt). Das Gerät zeigt an, wenn es sich im eingeschalteten Zustand befindet, wenn die Flüssigkeit (zweckmäßig Wasser) zum Aufpumpen des

Kissens nicht ausreicht, und wenn ungenügend Eluent zur Verfügung steht oder die Temperatur von dem gegebenen Wert abweicht. Das Ende des Laufes wird von einem akustischen und Lichtsignal begleitet. Die genannten Parameter werden von Anzeigeelementen angezeigt. Zu der Gruppe der Parameterfühler und Meßgeräte gehören die Temperatur-, Strömungs- und Druckmesser und der Chronometer.

Ausführungsbeispiel:

In der zugehörigen Zeichnung ist der Aufbau eines Gerätes zur Überdruck-Schichtchromatographie als Blockschema beigefügt. Die wichtigsten Phasen der Funktion des mit einer Steuereinheit versehenen Gerätes für die Überdruck-Schichtchromatographie sind die folgenden:

- 1) Nach erfolgtem Eindrücken des Netzhauptschalters wird der Thermostat betätigt und zeigt die Betriebsbereitschaft an.
- 2) Die Einstellung der Parameter.
- 3) Das Einsetzen der Schichtplatte und das Abschließen des Gerätes von Hand.
- 4) Nach dem Abdrücken des Startknopfes wird das Kissen auf den gewählten Wert (z.B. mit Wasser) aufgepumpt.
- 5) Die Strömung des Eluenten mit der vorgewählten Geschwindigkeit wird in Gang gesetzt.
- 6) Nachdem eine gewisse Zeit abgelaufen ist, bzw. eine bestimmte Menge von Lösungsmittel verbraucht worden ist, wird die Eluentenströmung abgestellt.
- 7) Der Kissendruck fällt auf den Nullwert zurück.

- 8) Das Gerät gibt ein akustisches und/oder Lichtsignal ab und zeigt damit an, daß das Gerät geöffnet werden kann,
- 9) Aus dem geöffneten Gerät wird die Schichtplatte herausgenommen und ausgewertet,

Die Ultramikrokammer UM wird von der Eluent-Pumpe P_e , der Pumpe P_p für das Kissen und den Thermostaten T_t der Pumpe komplettiert. Der Thermostat T_t regelt die Temperatur für die Steuereinheit V_1 , die gleichzeitig mit den Pumpen P_e und P_p in Wirkverbindung steht.

Über die Tastatur B1 und die Bedienungsorgane K_{sz} wird die Steuereinheit V_1 eingestellt, die den Drücker N_y , den Anzeiger K_i und die Interface-Einheit beaufschlagt. Die Interface-Einheit J ist, wie durch einen Pfeil angedeutet, mit einem Computer verbunden,

Erfindungsanspruch:

1. Gerät zur Überdruck-Schichtchromatographie, gekennzeichnet dadurch, daß der automatische Betrieb des Gerätes durch eine Steuereinheit sichergestellt wird, deren Untereinheiten, nämlich die Bedienungsorgane, die Anzeiger, sowie die Parametermesser zweckmäßig dem gesetzten Ziel entsprechend angeordnet sind.
2. Gerät nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß die Steuereinheit mit der Überdruck-Ultramikrokammer lösbar verbunden ist.
3. Gerät nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß die Steuereinheit und die peripheren Einheiten getrennt voneinander angeordnet sind.
4. Gerät nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß die Steuereinheit mit den peripheren Einheiten eine Einheit bildet, also mit diesen zusammengebaut ist.
5. Gerät nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß die Steuereinheit, sämtliche peripheren Einheiten und die Überdruck-Ultramikrokammer eine Gesamteinheit bilden.

- Hierzu 1 Bl. Zeichnung -

235 202 4

