



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

① CH 670 402 A5

⑤ Int. Cl.⁴: B 04 B 15/02

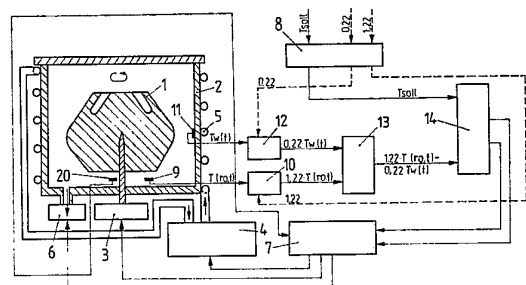
Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein
Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

⑫ PATENTSCHRIFT A5

<p>⑰ Gesuchsnummer: 4100/86</p> <p>⑳ Anmeldungsdatum: 14.10.1986</p> <p>㉓ Priorität(en): 29.01.1986 DD 286558</p> <p>㉔ Patent erteilt: 15.06.1989</p> <p>④⑤ Patentschrift veröffentlicht: 15.06.1989</p>	<p>⑦③ Inhaber: VEB Kombinat Medizin- und Labortechnik Leipzig, Leipzig (DD)</p> <p>⑦② Erfinder: Baumert, Dieter, Coswig (DD)</p> <p>⑦④ Vertreter: Cabinet Moser & Cie., conseils en propriété industrielle S.A., Genève</p>
--	---

⑤④ Verfahren zur Temperierung der Rotoren von Ultrazentrifugen.

⑤⑦ Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Temperierung der Rotoren von Ultrazentrifugen. Ihr Ziel ist die Verkürzung der Temperierzeit, den apparativen Aufwand und den Energieverbrauch zu senken und sofortige Zentrifugation von Probengut zu ermöglichen. Ihr lag die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Temperierung der Rotoren in der Zentrifuge zu entwickeln, und zwar für den häufigen Fall, dass die Ausgangstemperaturen der Rotoren und der Rotorkessel gleich oder nahezu gleich sind. Die Lösung schliesst als bekannt die Eingabe der Solltemperatur und die Erfassung der Ausgangstemperatur des Rotors ein. Erfindungsgemäss ist vorgesehen: Der Rotor (1) wird in die Zentrifuge eingesetzt. Der Zentrifugenmotor (3) und das Wärme-Kälte-Aggregat (4) werden in Betrieb genommen, nicht aber die Vakuumpumpe (6). Die Rotoroberflächentemperatur wird gemessen und um den Faktor 1,22 verstärkt. Die Kesselmanteltemperatur wird gemessen und um den Faktor 0,22 reduziert. Die Differenz der so gewonnenen Werte wird mit der Solltemperatur verglichen. Bei Gleichheit werden der Zentrifugenmotor (3) abgeschaltet und die Vakuumpumpe (6) in Betrieb gesetzt.



PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zur Temperierung der Rotoren von Ultrazentrifugen mit Eingabe der Solltemperatur und Erfassung der Ausgangstemperatur des Rotors, dadurch gekennzeichnet, dass der Rotor (1) in die Zentrifuge eingesetzt wird, der Antriebsmotor (3) und das Kälte-Wärme-Aggregat (4) in Betrieb genommen werden, nicht aber die Vakuumpumpe (6), die Rotoroberflächentemperatur ($T(r_o, t)$) gemessen und um den Faktor 1,22 verstärkt wird, die Kesselmanteltemperatur ($T_w(t)$) gemessen und um den Faktor 0,22 reduziert wird, die Differenz der so verstärkten Rotoroberflächentemperatur ($T(r_o, t)$) und der so reduzierten Kesselmanteltemperatur ($T_w(t)$) mit der Solltemperatur (T_{soll}) verglichen wird und bei Gleichheit der Werte der Antriebsmotor (3) abgeschaltet und die Vakuumpumpe (6) in Betrieb gesetzt werden.

2. Verfahren zur Temperierung der Rotoren von Ultrazentrifugen mit Eingabe der Solltemperatur und Erfassung der Ausgangstemperatur des Rotors, dadurch gekennzeichnet, dass der Rotor (1) in die Zentrifuge eingesetzt wird, der Antriebsmotor (3) und das Kälte-Wärme-Aggregat (4) in Betrieb genommen werden, nicht aber die Vakuumpumpe (6), die Rotoroberflächentemperatur ($T(r_o, t)$) gemessen und um den Faktor 1,22 verstärkt wird, mit dem Faktor 0,22 multiplizierte Temperaturwerte ($T_w^+(t_i)$) des Kesselmantels (2) von einer in einem Festwertspeicher (15) abgespeicherten Abkühlungskurve (a) oder Aufheizkurve (c) zu bestimmten Zeitpunkten (t_i) abgerufen werden, die Differenz der so verstärkten Rotoroberflächentemperatur ($T^+(r_o, t_i)$) und der so reduzierten Temperaturwerte ($T_w^+(t_i)$) mit der Solltemperatur (T_{soll}) zu den bestimmten Zeitpunkten (t_i) verglichen wird und bei Gleichheit der Werte der Antriebsmotor (3) abgeschaltet und die Vakuumpumpe (6) in Betrieb gesetzt werden.

BESCHREIBUNG

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Temperierung der Rotoren von Ultrazentrifugen. Ultrazentrifugen werden heute in vielen Labors der Forschung, Medizin und Industrie zur Trennung von Teilchensuspensionen oder -gemischen mit relativ niedrigen Molekulargewichten eingesetzt.

Alle bekannten Ultrazentrifugen sind mit einem Temperaturregelsystem zum Temperieren der Rotoren ausgerüstet. Die Temperaturkonstanz spielt besonders bei biologischen Substanzen zur Gewährleistung physiologisch aktiver Bedingungen und bei analytischen Arbeiten eine wichtige Rolle. Da die Wärmeleitung infolge des Vakuums sehr gering ist und nur durch Wärmestrahlung erfolgt, würde das alleinige Temperieren in der Zentrifuge zuviel Zeit und Energie beanspruchen. Deshalb wird die Temperierung bei grösseren Abweichungen zwischen Soll- und Ausgangstemperaturen der Rotoren, was bei biologisch aktiven Substanzen stets der Fall ist, in zwei Schritten durchgeführt: die Vortemperierung der Rotoren ausserhalb der Zentrifugen in Kühlschränken und die Feinregelung in der laufenden Zentrifuge unter Vakuum. Diese Verfahrensweise ist allen bekannten Ultrazentrifugen eigen, z. B. «UP 65» des VEB MLW Medizintechnik Leipzig, DD, «L 8 M» der Fa. Beckman, US, «Centrikon T – 2070» der Fa. Kontron, CH, und «SCP 70 – H» der Fa. Hitachi, JP. Sie setzt das Vorhandensein von Kühlschränken voraus. Insgesamt ist die Temperierzeit der Rotoren gross, wobei der weitaus grössere Zeitbedarf in der Vortemperierung anfällt. Die Energiebilanz ist zwar günstiger als bei alleiniger Temperierung in der Zentrifuge (geringere Laufzeit der Zentrifuge), aber immer noch unbefriedigend.

Wegen der erforderlichen Vortemperierung ist die sofortige Zentrifugation von Probengut unmöglich. Eine Vortemperierung auf «Abruf» einer Anzahl Rotoren für Probengut mit unterschiedlichen Solltemperaturen ist kaum durchführbar und sinnvoll.

Ausserdem beinhaltet diese Verfahrensweise die Temperaturgenauigkeit beeinträchtigende Faktoren: die Überführung der Rotoren aus den Kühlschränken in die Zentrifuge, das Einbringen des Probengutes in die Probenbecher und die Anlaufphase der Zentrifuge ohne Vakuum. Durch diese Faktoren ist die Ausgangstemperatur des Rotors nicht sicher definiert. Die Anzeige der indirekt gemessenen Oberflächentemperatur des Rotors repräsentiert nicht mit hoher Sicherheit die tatsächliche Temperatur des Probengutes.

Die Erfindung hat den Zweck, die Temperierzeit zu verkürzen, den Energieverbrauch für die Temperierung zu senken, sofortige Zentrifugation von Probengut zu ermöglichen, den apparativen Aufwand für die Temperierung zu senken und eine hohe Temperaturgenauigkeit zu gewährleisten.

Der Erfindung lag die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Temperierung der Rotoren in der Zentrifuge zu entwickeln, und zwar für den häufigen Fall, dass die Ausgangstemperaturen der Rotoren und der Rotorkessel nur wenig oder nicht voneinander abweichen.

Die Lösung dieser Aufgabe schliesst als bekannt die Eingabe der Solltemperatur und die Erfassung der Ausgangstemperatur des Rotors ein. Erfindungsgemäss ist das Verfahren durch die Merkmale der Patentansprüche 1 oder 2 gekennzeichnet.

Die Erfindung soll nachstehend anhand von zwei Ausführungsbeispielen näher erläutert werden.

Ausführungsbeispiel 1

In der zugehörigen Zeichnung zeigen Figur 1 das Signalflossschema dieses Beispiels Figur 2 den Zeitverlauf der massgeblichen Temperaturen.

Das dargestellte Signalflossschema beinhaltet zur Verdeutlichung der Zusammenhänge auch wichtige Strukturelemente einer Ultrazentrifuge: den Rotor 1, den Rotorkessel 2, den Antriebsmotor 3, das Kälte-Wärme-Aggregat 4 mit den Kühl-Heiz-Schlangen 5 um den Rotorkessel 2, die Vakuumpumpe 6, die Zentralsteuerung 7, die Eingabeeinrichtung 8 und den Strahlungsdetektor 9 für die Rotoroberflächentemperatur.

Vor Auslösung der Temperierphase wird die zu erreichende Solltemperatur T_{soll} in die Eingabeeinrichtung 8 analog oder digital eingegeben und gespeichert. Mit Auslösung der Temperierphase wird durch die Zentralsteuerung 7 der Antriebsmotor 3 in Betrieb gesetzt. Der Rotor 1 beginnt zu rotieren. Die vom Strahlungsdetektor 9 erfasste Rotoroberflächentemperatur $T(r_o, t)$ wird in der Funktionsstufe 10 mit dem Faktor 1,22 multipliziert, das heisst verstärkt. Die vom Fühler 11 gemessene Kesselmanteltemperatur $T_w(t)$ wird in der Funktionsstufe 12 mit dem Faktor 0,22 multipliziert, das heisst reduziert. Im Differenzbildner 13 erfolgt die Differenzbildung der so faktorisierten Werte: $1,22 \cdot T(r_o, t) - 0,22 T_w(t)$. Diese Differenz wird in dem Komparator 14 mit dem Sollwert T_{soll} verglichen. Bei Gleichheit wird die Vakuumpumpe 6 in Betrieb gesetzt, wodurch die Rotorkammer evakuiert wird. Ist ein bestimmter Unterdruck erreicht, löst die Zentralsteuerung 7 das Abbremsen des Antriebsmotors 3 und damit des Rotors 1 aus. Nach Stillstand des Rotors 1 wird die Rotorkammer wieder belüftet.

Die mitgenannte Funktionsstruktur der Signalverarbeitung beinhaltet nur die idealisierte Darstellung der Schaltungsstruktur, nicht aber deren konkrete Ausführung. Letz-

tere kann im wesentlichen auf programmierte Mikrorechen-
technik aufgebaut sein. Sie ist nicht Gegenstand der Erfin-
dung.

Das beschriebene Verfahren bewirkt auf folgende Art
und Weise eine Rotortemperierung:

Die Kesselwand wird vom Beginn der Temperierung an
mit maximaler Leistung beheizt oder gekühlt, je nachdem,
ob die Solltemperatur T_{soll} über oder unter der Ausgangs-
temperatur T_0 liegt. Durch das Rotieren des Rotors 1 mit einer
dafür optimalen Drehzahl wird die Luftschicht zwischen
der Kesselwand und der Rotoroberfläche stark verwirbelt.
Zwischen der Kesselwand und der Rotoroberfläche entsteht
eine grosse Wärmekonvektion, durch die Rotoroberfläche
fließt infolge dessen ein grosser Wärmestrom. Der sich im
Rotor 1 ausbildende Temperaturgradient verschwindet nach
Beendigung des Temperiervorganges. Figur 2 zeigt den Tem-
peraturverlauf der Rotoroberflächentemperatur $T(r_o, t)$ und
der Kesselmanteltemperatur $T_w(t)$. Mit t_{end} ist der Abbruch
des Temperiervorganges gekennzeichnet.

Ausführungsbeispiel 2

In der zugehörigen Zeichnung zeigen

Figur 3 das Signalflussschema dieses Beispiels

Figur 4 die Abkühlungs- und Aufheizkurve des Kessel-
mantels und den Temperaturverlauf der Rotoroberflächen-
temperatur.

Dieses Beispiel unterscheidet sich von dem ersten da-
durch, dass der Vergleich nur in kurzzeitigen Abständen zu
bestimmten Zeitpunkten t_i erfolgt und eine Messung der
Kesselmanteltemperatur $T_w(t)$ entfällt. An die Stelle der ge-
messenen Kesselmanteltemperatur $T_w(t)$ treten die punkt-
weise in einen Festwertspeicher 15 eingespeicherten Abküh-
lungskurve (a) und Aufheizkurve (c) bei maximaler Leistung
des Kälte-Wärme-Aggregates 4 und mittlerer Raumtempera-
tur T_0 . Ein Zeitgeber 16 veranlasst den Festwertspeicher 15,
zu bestimmten Zeitpunkten t_i den zugehörigen Temperatur-
wert $T_w^+(t_i)$, multipliziert mit dem Faktor 0,22, an den Dif-
ferenzbildner 17 auszugeben. Dieser erhält von der zeitge-
takteten Funktionsstufe 18 den faktorierten Wert der Rotor-
oberflächentemperatur $T_w^+(r_o, t_i)$. Die Differenz $1,22 T_w^+(r_o, t_i) - 0,22 T_w^+(t_i)$ wird in dem Komparator 19 mit dem Soll-
wert T_{soll} verglichen. Entspricht sie dem Sollwert T_{soll} , wird
der Abbruch der Temperierung analog dem 1. Ausführungs-
beispiel ausgelöst.

Der Wirkungsmechanismus des so ausgeführten Verfah-
rens entspricht dem des 1. Ausführungsbeispiels.

Da die Abkühlungskurven (a) und die Aufheizkurven (b)
für verschieden grosse Rotoren (1) verschieden sind, wird die
richtige Kurve mittels eines durch den Rotorkennungsdetek-
tor 20 gewonnenen Signals ausgewählt.

30

35

40

45

50

55

60

65

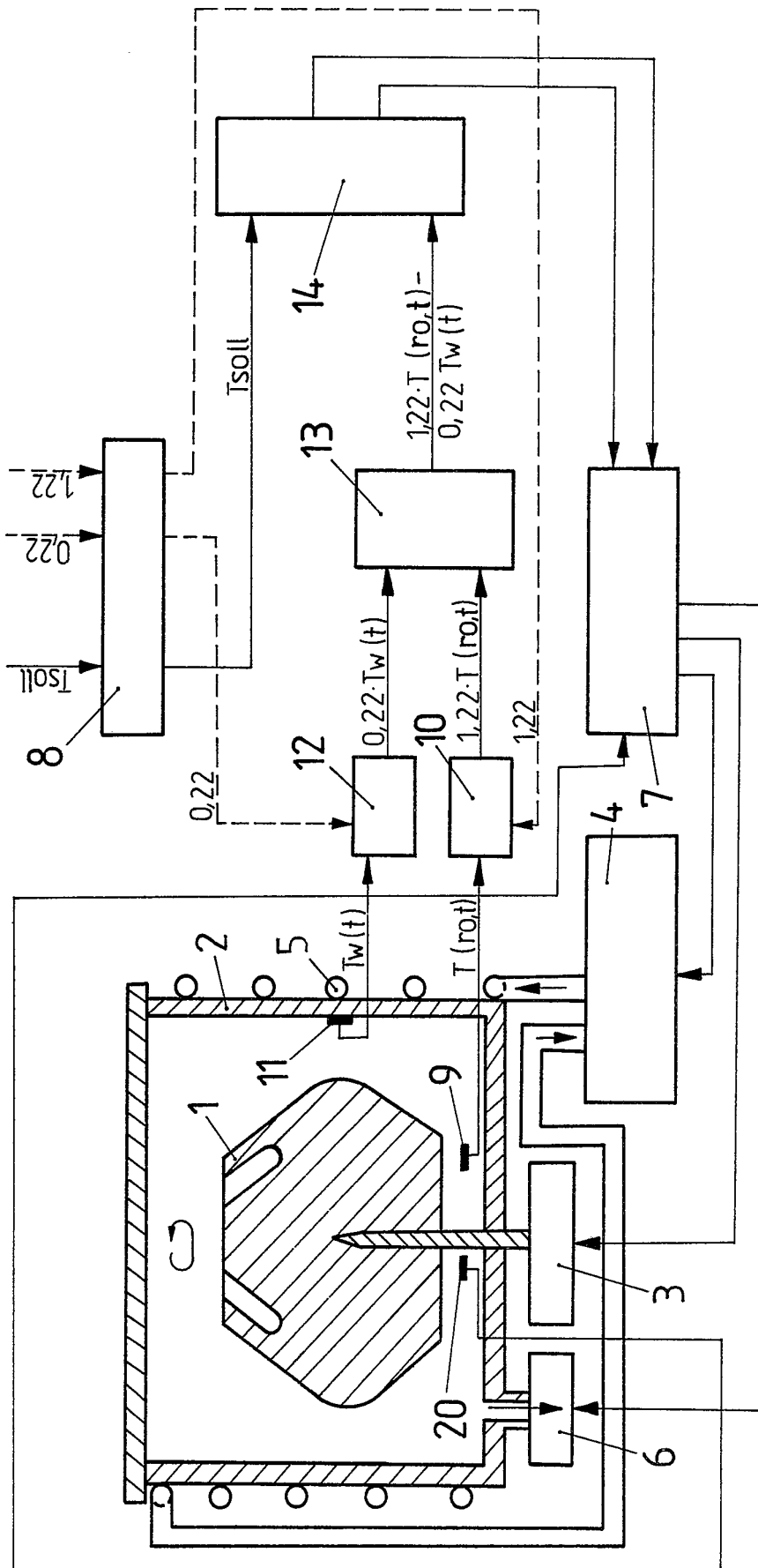


Fig.1

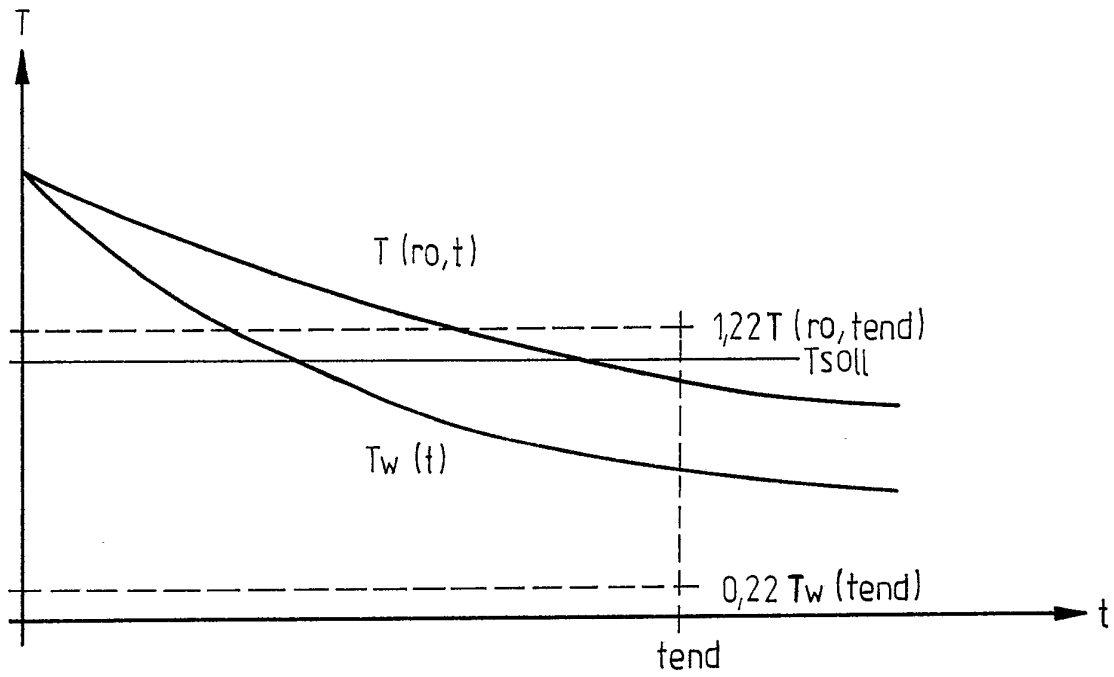


Fig. 2

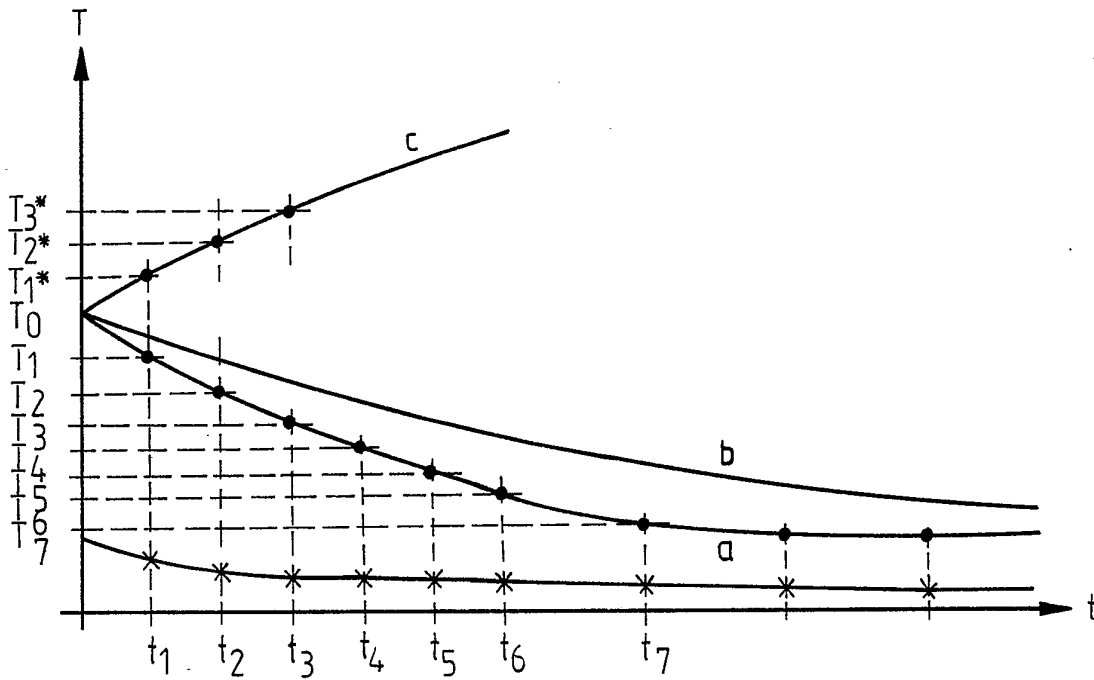


Fig. 4

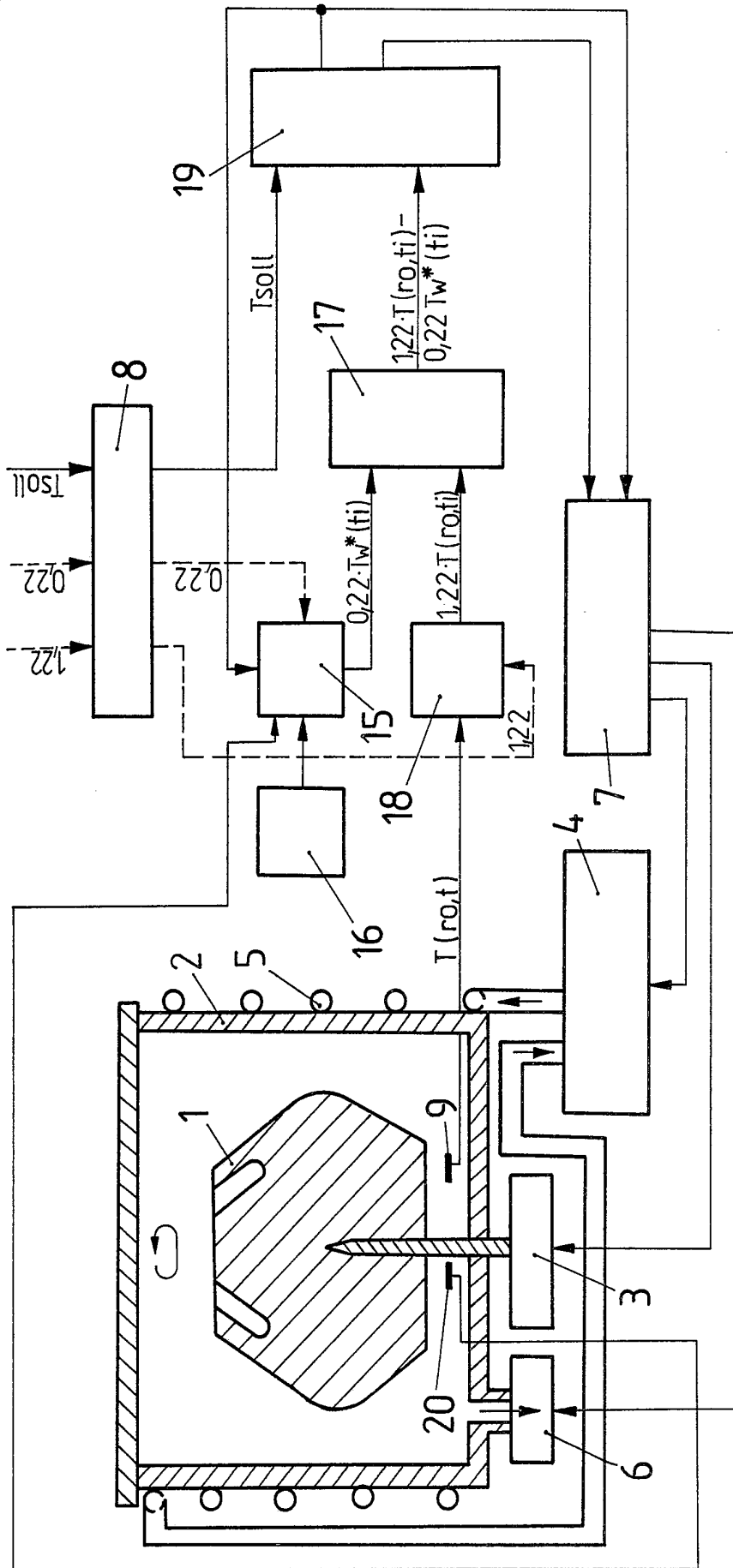


Fig. 3