DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK

(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

PATENTSCHRIFT

(19) DD (11) 266 745 A1

4(51) B 04 B 15/02

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP B 04 B / 286 558 6 (22) 29.01.86 (44) 12.04.89

(71) VEB Kombinat Medizin- und Labortechnik Leipzig, Franz-Flemming-Straße 43/45, Leipzig, 7035, DD
(72) Baumert, Dieter, DD

(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 wird in die Zentrifuge eingesetzt. Der Zentrifugenmotor und das Wärme-Kälte-Aggregat werden in Betrieb genommen, nicht aber die Vakuumpumpe. 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 abgeschaltet und die Vakuumpumpe in Betrieb gesetzt.
Fig. 1

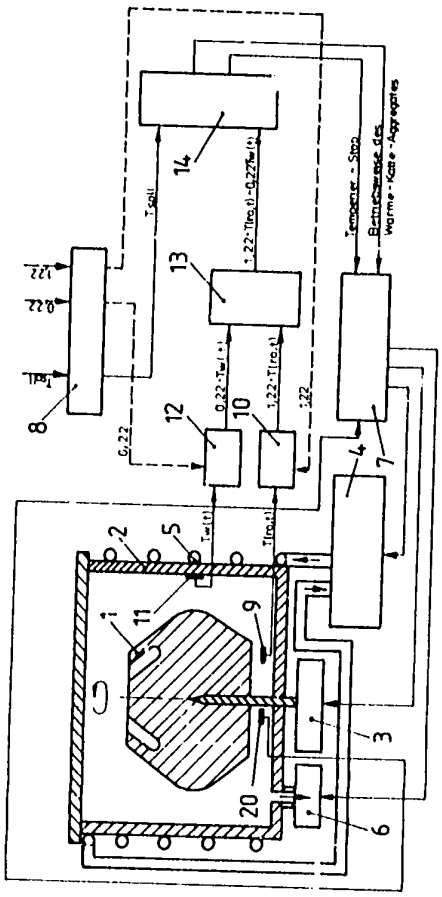


Fig.1

ISSN 0433-6461

10 Seiten

266 745

Erfindungsanspruch:

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 nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, daß an die Stelle der gemessenen Kesselmanteltemperatur ($T_W(t)$) mit dem Faktor 0,22 multiplizierte Temperaturwerte($T_W^+(t_i)$) von einer in einem Festwertspeicher (15) abgespeicherten Abkühlungskurve (a) oder Aufheizkurve (c) zu bestimmten Zeitpunkten (t_i) abgerufen werden und die Differenzbildung ($1{,}22\ T^+(r_o,t_i) - 0{,}22\ T_W^+(t_i)$ sowie der Vergleich mit der Solltemperatur (T_{soll}) zu bestimmten Zeitpunkten (t_i) erfolgen.

Hierzu 3 Blatt Patentzeichnungen

266 745

Verfahren zur Temperierung der Rotoren von Ultrazentrifugen

Anwendungsgebiet der Erfindung:

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.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen:

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

- 2 -

266745

in verlaufenden 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.

Ziel der Erfindung:

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.

Darlegung des Wesens der Erfindung:

Der Erfindung lag die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Temperierung der Rotoren in der Zentrifuge zu entwickeln, und zwar

266745

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 vorgesehen:
Der Rotor wird in die Zentrifuge eingesetzt. Der Antriebsmotor und das Wärme-Kälte-Aggregat werden in Betrieb genommen, nicht aber die Vakuumpumpe. 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 verstärkten Rotoroberflächentemperatur und der so reduzierten Kesselmanteltemperatur wird mit der Solltemperatur verglichen und bei Gleichheit der Werte werden der Antriebsmotor, abgeschaltet und die Vakuumpumpe in Betrieb gesetzt.
Die Erfindung soll nachstehend anhand von zwei Ausführungsbeispielen näher erläutert werden:

Ausführungsbeispiel 1:

In der zugehörigen Zeichnung zeigen

Figur 1 das Signalflußschema dieses Beispiels

Figur 2 den Zeitverlauf der maßgeblichen Temperaturen.

Das dargestellte Signalflußschema 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 Strah-

266745

lungsdetektor 9 erfaßte Rotoroberflächentemperatur $T(r_o,t)$ wird in der Funktionsstufe 10 mit dem Faktor 1,22 multipliziert, daß heißt verstärkt. Die vom Fühler 11 gemssene Kesselmanteltemperatur $T_W(t)$ wird in der Funktionsstufe 12 mit dem Faktor 0,22 multipliziert, d. h. reduziert. Im Differenzbildner 13 erfolgt die Differenzbildung der so faktorierten 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. Letztere kann im wesentlichen auf programmierte Mikrorechentechnik aufgebaut sein. Sie ist nicht Gegenstand der Erfindung.

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 Ausgangstemperatur T_o 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 infolgedessen ein großer Wärmestrom. Der sich im Rotor 1 ausbildende Temperaturgradient verschwindet nach Beendigung des Temperiervorganges. Fig. 2 zeigt den Temperaturverlauf der Rotoroberflächentemperatur $T(r_o,t)$ und der Kesselmanteltemperatur $T_W(t)$. Mit t_{end} ist der Abbruch des Temperiervorganges gekennzeichnet.

266 745

Ausführungsbeispiel 2:

In der zugehörigen Zeichnung zeigen:

Fig. 3 das Signalflußschema dieses Beispiels

Fig. 4 die Abkühlungs- und Aufheizkurve des Kesselmantels und den Temperaturverlauf der Rotoroberflächentemperatur.

Dieses Beispiel unterscheidet sich von dem ersten dadurch, 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 gemessenen Kesselmanteltemperatur $T_w(t)$ treten die punktweise in einen Festwertspeicher 15 eingespeicherten Abkühlungskurve (a) und Aufheizkurve (c) bei maximaler Leistung des Kälte-Wärme-Aggregates 4 und mittlerer Raumtemperatur T_o. Ein Zeitgeber 16 veranlaßt den Festwertspeicher 15, zu bestimmten Zeitpunkten t_i den zugehörigen Temperaturwert $T\overset{+}{w}(ti)$, multipliziert mit dem Faktor 0,22, an den Differenzbildner 17 auszugeben. Dieser erhält von der zeitgetakten Funktionsstufe 18 den faktorierten Wert der Rotoroberflächentemperatur $T^+_w(r_o,t_i)$. Die Differenz $1{,}22\ T^+(r_o,t_i) - 0{,}22\ T^+_w(t_i)$ wird in dem Komparator 19 mit dem Sollwert T_{soll} verglichen. Entspricht sie dem Sollwert T_{soll}, wird der Abbruch der Temperierung analog dem 1. Ausführungsbeispiel ausgelöst.
Der Wirkungsmechanismus des so ausgeführten Verfahrens entspricht dem des 1. Ausführungsbeispiels.
Da die Abkühlungskurven (a) und die Aufheizkurven (b) für verschieden große Rotoren (1) verschieden sind, wird die richtige Kurve vermittels eines durch den Rotorkennungsdetektors 20 gewonnenen Signals ausgewählt.

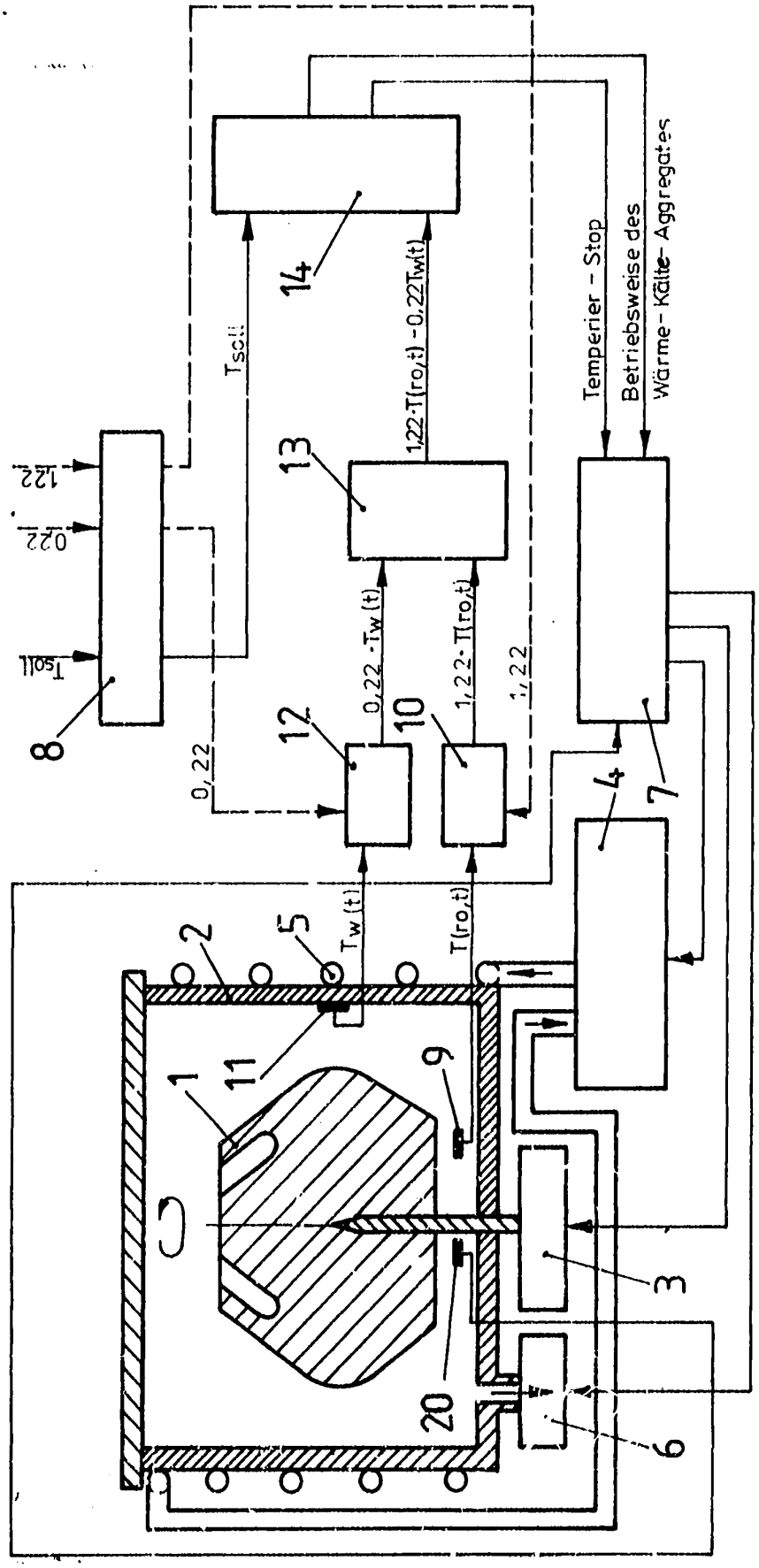

Temperier - Stop
Betriebsweise des
Wärme- Kälte- Aggregates
1,22·T(ro,t) - 0,22Tw(t)
Tsoll
0,22 - Tw(t)
1,22· T(ro,t)
1,22
0,22
Tw(t)
T(ro,t)
1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
20

Fig.1

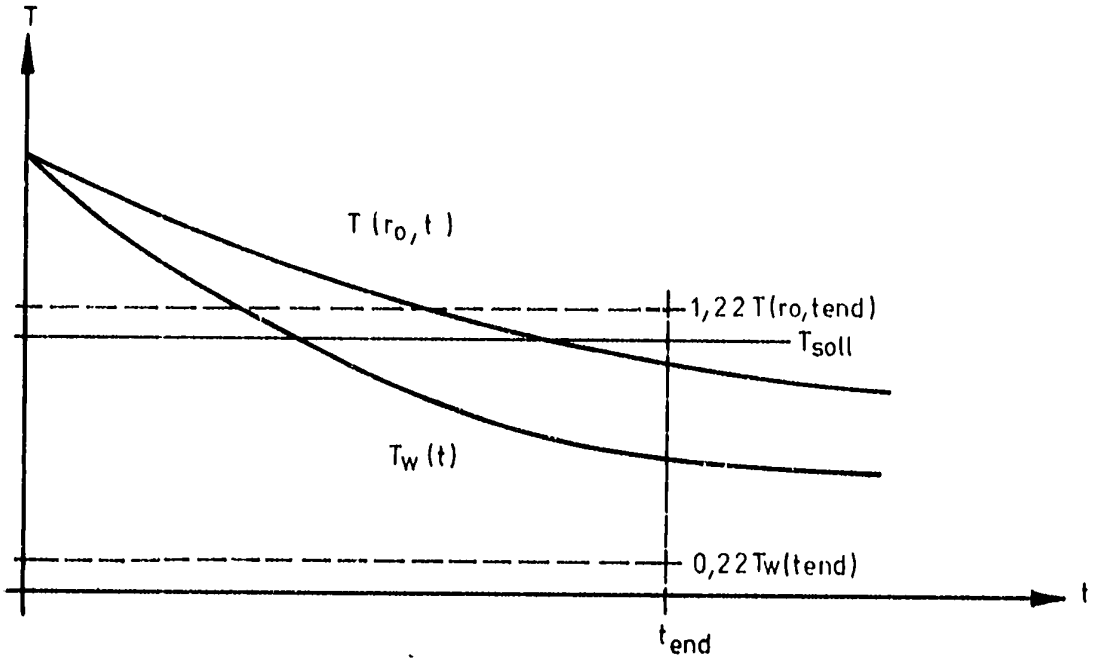

T
T (r0, t)
1,22 T(ro,tend)
Tsoll
Tw (t)
0,22 Tw(tend)
t
tend

Fig. 2

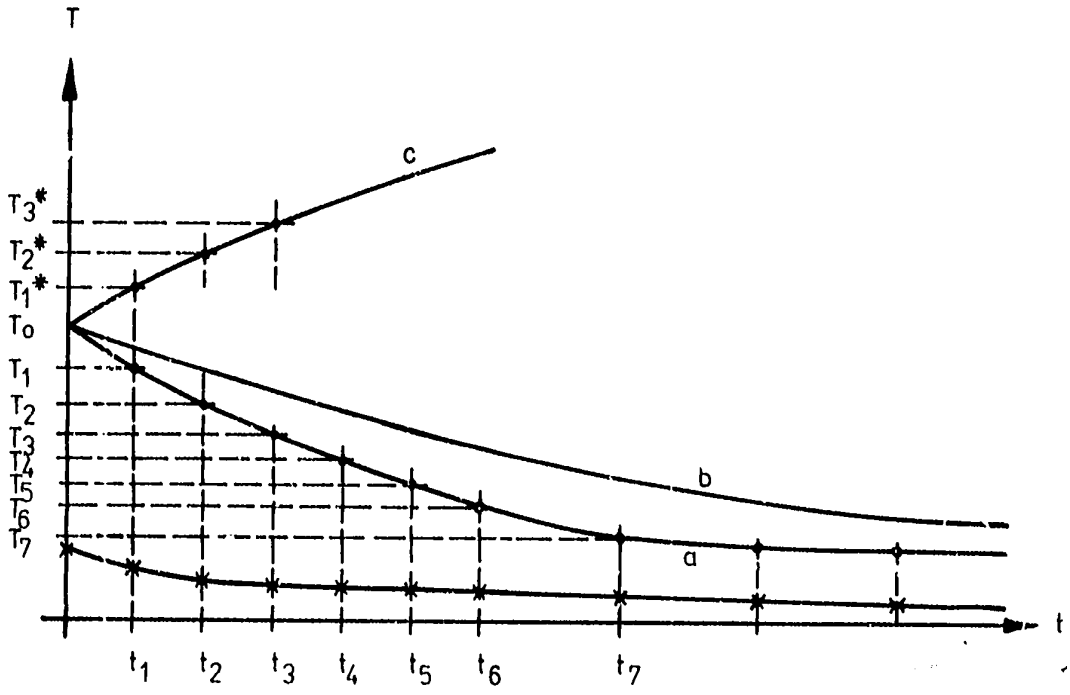

T
c
T3*
T2*
T1*
To
T1
T2
T3
T4
T5
T6
T7
b
a
t
t1
t2
t3
t4
t5
t6
t7

Fig.4

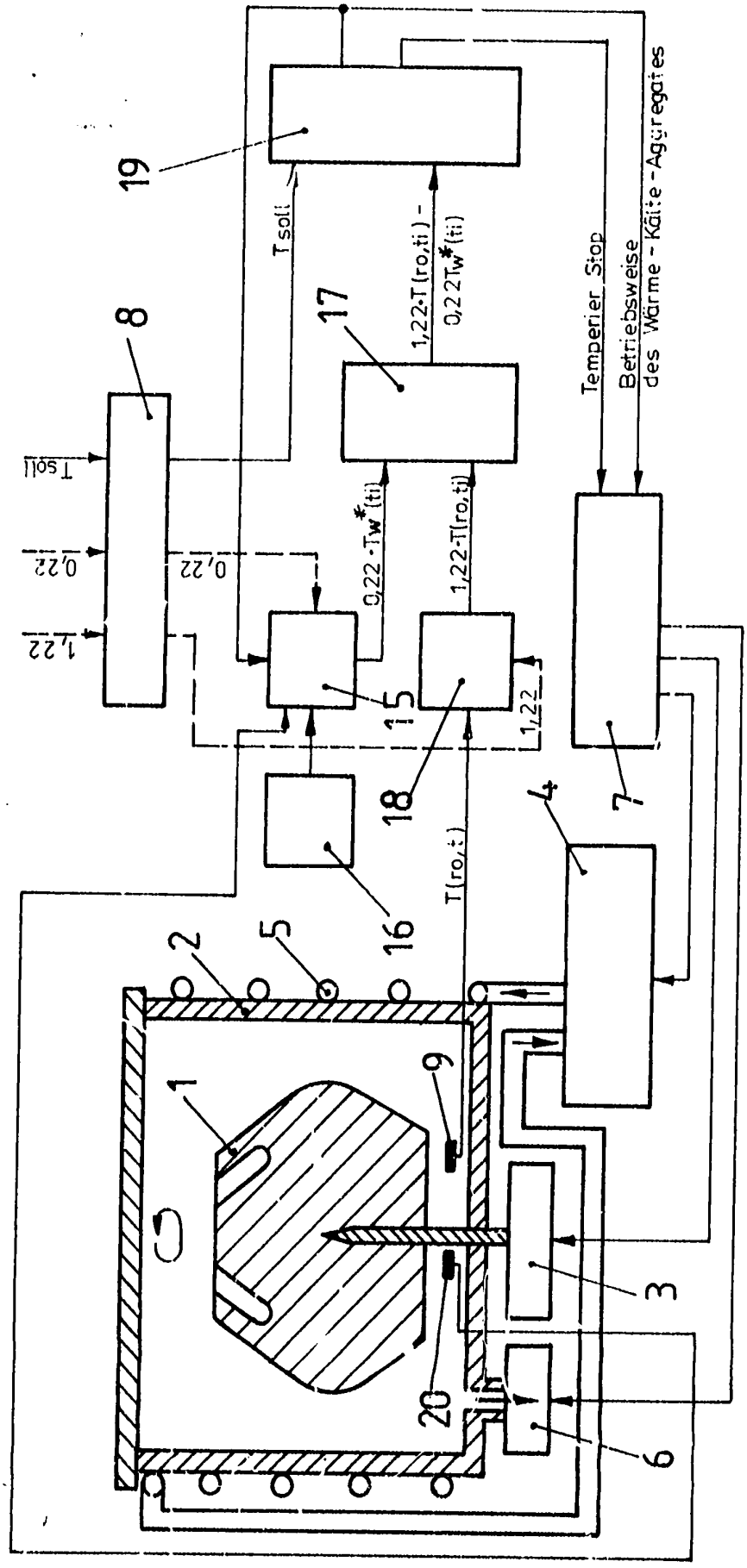

19
T soll
1,22·T(ro,ti) -
0,22 Tw*(ti)
17
8
Temperier Stop
Betriebsweise
des Wärme - Kälte - Aggregates
T soll
0,22
1,22
0,22 -Tw*(ti)
1,22·T(ro,ti)
15
1,22
18
7
4
16
T(ro,ti)
2
5
1
9
3
20
6

Fig. 3