

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 643 989 B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des
Hinweises auf die Patenterteilung:
09.12.1998 Patentblatt 1998/50

(51) Int. Cl.⁶: **B01F 13/02**

(21) Anmeldenummer: **94114512.0**

(22) Anmeldetag: **15.09.1994**

(54) Verfahren und System zur Mischung von Flüssigkeiten

Method and system for mixing fluids

Procédé et système pour mélanger des liquides

(84) Benannte Vertragsstaaten:
DE ES FR GB IT

(30) Priorität: **21.09.1993 DE 4331997**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
22.03.1995 Patentblatt 1995/12

(73) Patentinhaber:
BOEHRINGER MANNHEIM GMBH
68298 Mannheim (DE)

(72) Erfinder:
• **Schels, Hans, Dr.**
D-80687 München (DE)

- **Mann, Karl-Heinz**
D-82362 Weilheim (DE)
- **Menzler, Horst**
D-82347 Bernried (DE)
- **Geissler, Leonhard**
D-82327 Tutzing (DE)
- **Kuffer, Georg**
D-84095 Furth (DE)

(56) Entgegenhaltungen:
EP-A- 0 589 363 **WO-A-85/03571**

- **PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 13, no. 24**
(C-561)(3372) 19. Januar 1989 & JP-A-63 229 134
(TOSHIBA)

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

EP 0 643 989 B1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Mischung einer Flüssigkeit mit einer weiteren Flüssigkeit oder einem Feststoff durch Aufblasen von Luft auf die Flüssigkeitsoberfläche, sowie ein System zur Durchführung des Verfahrens.

Chemische und medizinische Analysen werden häufig mit Apparaturen durchgeführt, die eine schnelle, gezielte und einheitliche Behandlung einer Vielzahl von Proben ermöglichen. Im Vergleich zu manuellen Verfahren wird hierdurch nicht nur eine Kostensenkung sondern auch eine verbesserte Zuverlässigkeit und Genauigkeit der Analysen erreicht.

Eine große Zahl der heute auf dem Markt befindlichen Analysenautomaten für medizinische Zwecke sind sogenannte Diskretanalysatoren, bei denen jede einzelne Analyse in einem separaten Reaktionsgefäß durchgeführt wird. Zur Analyse wird jedes einzelne Analysengefäß einer Vielzahl von Operationen unterzogen. Die Gefäße werden durch die Analysenapparatur transportiert, es werden Stoffe hinzugegeben oder entnommen, der Gefäßinhalt wird gemischt, und der Gefäßinhalt wird Messverfahren, zum Beispiel einer Photometrie oder Potentiometrie unterzogen.

Jeder dieser Schritte ist mit einer Vielzahl von Schwierigkeiten verbunden. Besonders Schritte der Zugabe, Entnahme und Durchmischung von Flüssigkeiten, die unter dem Begriff "liquid handling" zusammengefasst werden können, weisen trotz ihrer Einfachheit eine Vielzahl von Problemen auf. Ein vorrangiges Problem, da es die Genauigkeit der Analyse beeinflusst, ist die sogenannte Verschleppung. Wird im Rahmen des "liquid handlings" eine Pipette oder ein Rührer in das Reaktionsgefäß eingetaucht, so sind in der Regel weitere Maßnahmen erforderlich, die eine Übertragung der Analysenflüssigkeit in ein folgendes Analysegefäß verhindern. Um diese Verschleppung zu vermeiden, wurden bereits Vorschläge gemacht, das Mischen des Reaktionsgemisches ohne Berührung der Reaktionsflüssigkeit zu bewerkstelligen.

Bei dem sogenannten Vortex-Prinzip wird das jeweilige Analysengefäß in eine Kammer gegeben, in der die Reaktionsflüssigkeit durch eine Rüttelbewegung durchmischt wird. Bei diesem Verfahren sind jedoch zusätzliche und zeitaufwendige Transportschritte notwendig.

Bei einem weiteren Verfahren wird das Analysengefäß an eine Ultraschall-Quelle gekoppelt und der Inhalt des Gefäßes durch Ultraschall durchmischt. Die Durchmischung auf diese Weise verläuft jedoch häufig nicht vollständig und besitzt außerdem den Nachteil, daß viele Stoffe, besonders größere organische Moleküle, zerstört werden können.

In der Patentanmeldung WO-A-85 03571 wird ein Mischverfahren beschrieben, bei dem die Flüssigkeit in einem Analysegefäß durch Aufblasen von Luft durchmischt wird. Figur 10 dieser Anmeldung zeigt, daß eine

Düse oberhalb des Gefäßrandes angeordnet wird. Ein Herausschleudern von Flüssigkeit durch den Luftstrahl wird verhindert, indem ein definierter Flüssigkeitsstand eingestellt wird. Dieses Verfahren besitzt den Nachteil, daß Vorkehrungen getroffen werden müssen, um einen definierten Flüssigkeitsstand zu gewährleisten.

Patent Abstracts of Japan, vol. 13, no. 24, (C-561) (3372), Januar 1989, zeigt ein ähnliches Verfahren zur Mischung einer Flüssigkeit mit mindestens einer weiteren Flüssigkeit.

Der Erfindung lag die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren und ein System zum Mischen einer Flüssigkeit vorzuschlagen, welches verschleppungsfrei arbeitet und eine schnelle, effektive und zuverlässige Durchmischung der Flüssigkeit ermöglicht. Insbesondere war es Aufgabe der Erfindung, ein Verfahren vorzuschlagen, mit dem auch bei verschiedenen Flüssigkeitsständen im Gefäß eine schnelle und möglichst vollständige Durchmischung erreicht werden kann. Zur Gewährleistung einer gleichbleibenden Analysequalität war es ebenfalls Aufgabe der Erfindung, ein Verfahren zur Verfügung zu stellen, mit dem unabhängig von Flüssigkeitsvolumen und Gefäßform eine weitgehende Durchmischung sichergestellt werden kann.

Die Aufgabe wird durch ein Verfahren zur Mischung einer Flüssigkeit mit mindestens einer weiteren Flüssigkeit oder mit mindestens einem Feststoff in einem durch eine Öffnung zugänglichen Gefäß mit mindestens einem aus einem Mischelement austretenden Gasstrahl gelöst, das die Schritte beinhaltet

- Bewegen des Mischelementes in Richtung auf die Flüssigkeitsoberfläche,
- Optische Messung des Abstandes zwischen Flüssigkeitsoberfläche und Mischelement von außerhalb des Gefäßes mit einer Vorrichtung,
- Beendigung der Bewegung des Mischelementes wenn ein vorbestimmter Abstand von Mischelement und Flüssigkeitsoberfläche erreicht ist,
- Aufblasen eines Gases aus dem Mischelement auf die Flüssigkeitsoberfläche, so daß die Flüssigkeit in Bewegung versetzt wird.

Gegenstand der Erfindung ist ebenfalls ein System zur Mischung einer Flüssigkeit mit mindestens einer weiteren Flüssigkeit oder mit mindestens einem Feststoff, das ein Gefäß mit den zu mischenden Substanzen, ein Mischelement, eine Detektionsvorrichtung, eine Vorrichtung zur Bewegung des Mischelementes und eine Steuereinheit aufweist.

Bei Einhaltung der erfindungsgemäßen Verfahrensbedingungen wird eine schnelle Durchmischung erreicht, ohne daß das Mischelement wesentlich kontaminiert wird oder, daß Flüssigkeit aus dem Gefäß herausgeschleudert wird. Zur Erzielung dieser günstigen Eigenschaften ist es wesentlich, daß die Absenkung der Düse durch eine Detektionsvorrichtung kontrolliert wird und ein optimaler Abstand zwischen Düse und Flüssig-

keitsoberfläche eingehalten wird.

Ein erfindungsgemäßes Verfahren bezieht sich vor allem aber nicht ausschließlich auf Durchmischungen in klinischen Analyseapparaturen. Die zu durchmischende Flüssigkeit befindet sich bei den Analyseapparaturen in der Regel in zylinderischen Gefäßen mit rundem oder viereckigem Querschnitt, die nach oben geöffnet sind.

Im Rahmen der Erfindung soll eine Flüssigkeit mit mindestens einer weiteren Flüssigkeit oder mit mindestens einem Feststoff vermischt werden. Flüssigkeiten in diesem Sinne können beispielsweise Analyseproben oder Reagenzlösungen, sowie Wasch- und Hilfslösungen sein. Unter Probenlösungen werden Flüssigkeiten, wie zum Beispiel Wasserproben, Urin, Blut, Speichel usw. verstanden. Bei der Durchmischung von Flüssigkeiten braucht nicht notwendigerweise eine Phasengrenze bestehen. Eine Durchmischung kann auch dann erwünscht sein, wenn miteinander mischbare Flüssigkeiten durch aufeinanderfolgende Pipettiervorgänge in ein gemeinsames Gefäß zusammengegeben wurden, da in der Regel durch das Zusammengeben noch keine vollständige Durchmischung eintritt. Bei der Mischung einer Flüssigkeit mit einem Feststoff wird in der Regel der Zweck verfolgt, daß sich der Feststoff in der Flüssigkeit auflöst.

Es sollen jedoch auch solche Verfahren umfaßt sein, bei denen der Feststoff nicht in der Flüssigkeit gelöst, sondern lediglich aufgewirbelt bzw. suspendiert wird. Dies kann beispielsweise wichtig sein, wenn ein Reaktionspartner auf einem festen Träger immobilisiert ist und die Flüssigkeit vollständig in Kontakt mit dem Reaktionspartner gebracht werden soll.

Bei einem erfindungsgemäßen Verfahren wird ein Mischelement, aus dem ein Gasstrahl austritt, auf die Flüssigkeitsoberfläche im Analysengefäß zubewegt. Vorteilhaft tritt bereits während des Bewegungsprozesses Gas aus dem Mischelement aus. Aus Kostengründen wird als Gas in der Regel Luft eingesetzt. Für spezielle Anwendungen, bei denen beispielsweise der Gefäßinhalt vor Oxidation geschützt werden muß, können aber auch andere Gase, zum Beispiel Inertgase eingesetzt werden.

Während der Bewegung des Mischelementes erfolgt eine Detektierung, ob ein Kontakt des Mischelementes mit der Flüssigkeitsoberfläche erreicht ist. Die Detektierung kann zum Beispiel durch ein optisches System von außerhalb des Reaktionsgefäßes erfolgen. Besonders vorteilhaft kann das Mischelement mechanisch mit einer Detektionsvorrichtung gekoppelt werden. Die Detektion der Flüssigkeitsoberfläche wird allgemein als "liquid level detection" bezeichnet.

Die Erfindung nutzt die verschiedenen zur "liquid level detection" bekannten Verfahren, um der Durchmischung durch Aufblasen von Luft einen weiteren Anwendungsbereich zu erschließen und ihre Wirkungsweise zu verbessern. Erfindungsgemäß erfolgt dies durch Kopplung eines Mischelementes mit einer Detektionsvorrichtung.

Das Mischelement wird erfindungsgemäß von der Flüssigkeit entfernt, sobald ein Kontakt mit der Flüssigkeit detektiert wurde. Sind Detektionsvorrichtung und Mischelement mechanisch miteinander verbunden, jedoch höhenversetzt, so kann über die Höhenversetzung der Abstand der Mischvorrichtung von der Flüssigkeitsoberfläche reguliert werden. In diesem Falle ist nicht unbedingt eine zusätzliche Wegbewegung des Mischelementes von der Oberfläche notwendig.

Erfindungsgemäß hat sich ergeben, daß ein Abstand der Gasaustrittsöffnung des Mischelementes von der Flüssigkeitsoberfläche von 3 bis 6 mm optimal ist. Experimentiell hat sich jedoch auch gezeigt, daß Gasstrom, Abstand von der Oberfläche und Aufblaswinkel auf die Oberfläche aufeinander abgestimmt werden müssen. Wird ein zu großer Gasstrom aus einem kurzen Abstand auf die Oberfläche aufgeblasen, so kommt es zu einem Verspritzen der Flüssigkeit, was wiederum eine Kontaminierung zur Folge haben kann. Wird hingegen für einen bestimmten Volumenstrom ein zu großer Abstand gewählt, so ist der Energieübertrag des Gases auf die Flüssigkeit relativ gering und demnach vergrößert sich die Zeitspanne um eine Durchmischung zu erzielen. Weitere zu berücksichtigende Faktoren sind Größe und Form des Gefäßes und Formgebung des Mischelementes, bzw. verschiedene Düsenkonstruktionen des Mischelementes.

Bevorzugt sind die Gefäße nicht vollständig mit Flüssigkeit gefüllt, so daß ein Rand von mehreren Millimetern bis wenigen Zentimetern übersteht. Wird ein Mischelement in das Gefäß gebracht, so ergibt sich daraus eine Verengung des Gefäßes, was bei eingeschaltetem Gasstrom zu einer Stauwirkung und damit zu einer verringerten Verspritzungsgefahr der Flüssigkeit führt.

Der oder die aus dem Mischelement austretenden Gasstrahlen können auf unterschiedliche Arten auf die Oberfläche der Flüssigkeit gerichtet sein. Mögliche Arten der Ausrichtung werden im folgenden exemplarisch für einen einzelnen Gasstrahl beschrieben. Der Gasstrahl kann radial zur Gefäßachse versetzt an einen Punkt zwischen Gefäßachse und Gefäßwand auf die Flüssigkeitsoberfläche auftreffen, wobei er nicht unmittelbar auf die Flüssigkeitsoberfläche gerichtet sein muß, sondern auch unter einem flachen Winkel auf die Gefäßwand gerichtet sein kann und von dort indirekt auf den wandnahen Bereich der Flüssigkeitsoberfläche auftrifft. Der Gasstrahl kann auch so ausgerichtet sein, daß das austretende Gas eine Rotationsbewegung um die Achse des Gefäßes ausführt. Durch diese Anordnung werden oberflächennahe Bereiche der Flüssigkeit ebenfalls in eine zirkulierende Bewegung versetzt, wobei nahezu verzögerungsfrei auch tiefere Flüssigkeitsschichten bewegt werden und damit eine schnelle Durchmischung erreicht wird.

Eine berührungslose Messung des Abstandes zwischen Flüssigkeitsoberfläche und Mischelement erfolgt auf optischem Wege. Die meisten Analysengefäße sind

aus optisch durchlässigem Material gefertigt, da in der Regel an den Analysenlösungen optische Messungen vorgenommen werden. In diesen Fällen ist es möglich, eine Anordnung, in der sich ein Mischelement über der Flüssigkeitsoberfläche befindet, seitlich mit Licht zu bestrahlen und dieses nach dem Passieren des Gefäßes auf einen optischen Sensor, zum Beispiel einen optischen Array abzubilden.

Bei vielen in der Praxis auftretenden Analyseprozessen befindet sich auf der Flüssigkeit eine Schaumschicht. Eine "liquid level detection" spricht hier bereits bei Berührung dieses Schaumes an, wodurch ein idealer Abstand der Luftdüse zur Flüssigkeit nicht mehr eingehalten werden kann. Wird der Mischungsprozess wie weiter oben beschrieben, gesteuert, so fährt die Nadel um die Dicke der Schaumschicht zu weit zurück, wodurch sich die Mischzeiten unnötig verlängern. Dieses Problem wird erfindungsgemäß umgangen, indem zunächst die Schaumschicht mit einer der beschriebenen Methoden detektiert wird und darauf die Schaumschicht durch Aufblasen von Luft auf die Oberfläche verdrängt wird. Bei dieser Verdrängung kann es vorteilhaft sein, den Luftstrom zu pulsen. Ebenfalls ist es von Vorteil, eine Düse vorzusehen, deren Luftstrahl senkrecht zur Flüssigkeitsoberfläche auftrifft, so daß ein Bereich für das Mischelement freigeblasen wird.

Nach dem Verdrängen der Schaumschicht wird das Mischelement weiter an die Flüssigkeitsoberfläche herangefahren und die wahre Flüssigkeitsoberfläche detektiert. Das Mischelement wird um einen vorbestimmten Betrag von der Oberfläche entfernt und Gas vorzugsweise aus zusätzlichen Düsen aufgeblasen.

Die beschriebenen Verfahren können mit einem Verfahren zur Detektion der Durchmischung kombiniert werden. Es ist zum Beispiel möglich, die Flüssigkeit zu durchstrahlen und die Konstanz eines Meßwertes, z. B. der Lichtabsorption, als Kriterium einer erfolgten Durchmischung zu verwerten.

Ein erfindungsgemäßes System kann ebenfalls mit einer Vorrichtung zur Abgabe von Flüssigkeiten, z. B. einer Pipettier Vorrichtung, gekoppelt werden. Eine besonders günstige Kombination ergibt sich, wenn eine Pipettier Vorrichtung in ein Mischelement integriert ist.

Die Erfindung umfaßt ebenfalls ein System zur Mischung einer Flüssigkeit mit mindestens einer weiteren Flüssigkeit oder mit mindestens einem Feststoff, das folgende Elemente beinhaltet:

- ein Gefäß aus optisch durchlässigem Material, das die zu mischenden Substanzen enthält und mindestens eine Öffnung besitzt,
- ein Mischelement, das mindestens eine Öffnung besitzt, durch die ein Gasstrahl austreten kann,
- eine Vorrichtung zur optischen Messung des Abstandes zwischen Flüssigkeitsoberfläche und Mischelement, die sich außerhalb des Gefäßes befindet.
- eine Vorrichtung zur Bewegung des Mischelementes, Richtung auf die Phasengrenze und von dieser

weg,

- eine Auswerte- und Steuervorrichtung, mit der aufgrund der Signale der Detektionsvorrichtung unter Berücksichtigung eines Programmablaufplanes Positionierung des Mischelements und der Austritt von Gas aus dem Mischelement gesteuert wird.

Ein Gefäß im Rahmen der Erfindung besitzt mindestens eine Öffnung. Erfindungsgemäß geeignet sind beispielsweise Küvetten, Reagenzgläser, Tüpfelplatten und dergleichen. Bevorzugt sind die Gefäße so groß, daß das Mischelement in das Gefäß zum Teil hineingeführt werden kann. Besonders bevorzugt sind zylindrische Gefäße.

Ein Mischelement im Sinne der Erfindung besitzt mindestens eine Austrittsöffnung für einen Gasstrahl. Vorzugsweise besitzt das Mischelement ebenfalls weitere Austrittsöffnungen, auch als Düsen bezeichnet. Unter Düse ist damit nicht unbedingt eine sich konisch verengende Austrittsöffnung gemeint, sondern auch solche Öffnungen, die einen konstanten Durchmesser besitzen. Da es sich bei Analysengeräten in der Regel um zylindrische Analysengefäße handelt, besitzt ein erfindungsgemäßes Mischelement selbst ebenfalls im wesentlichen zylindrische Gestalt mit einem Durchmesser, der kleiner als der des Analysengefäßes ist. Die Düsen des Mischelementes befinden sich bevorzugt auf der flüssigkeitszugewandten Seite des Mischelementes. Die Düsen können gegen die Achse des Mischelementes geneigt sein und/oder tangential Komponenten zur Achse des Mischelementes besitzen. Von Vorteil sind mehrere Düsen, bevorzugt 3, die sich auf einer Höhe des Mischelementes befinden. Es ist ebenfalls vorteilhaft, wenn weitere Düsen auf einem Kranz angebracht sind, der sich weiter von der Oberfläche weg befindet als der erste Satz Düsen. Durch diese Anordnung wird erreicht, daß der Gasstrom im Analysengefäß gestaut wird, was eine Ablösung von Tröpfchen aus der Flüssigkeit unterdrückt. Zur Erzielung einer Rotationskomponente des Luftstromes, kann der dem Analysengefäß zugewandte Teil des Mischelementes ebenfalls drehbar angelegt sein. Eine besonders bevorzugte Anordnung ergibt sich, wenn eine Düse fest unter einem tangentialen Winkel von 45° angeordnet ist und oberhalb dieser Düse ein Kranz aus 8, ebenfalls unter 45° achsial angebrachten Düsen vorhanden ist. Bevorzugte Durchmesser der Düsen liegen bei 0,3 bis 0,7 mm, wobei 0,4 bis 0,6 mm besonders bevorzugt sind. Bevorzugte Volumenströme liegen bei 4-11 Liter pro Minute.

Mit den genannten Detektionsvorrichtungen ist es möglich, eine Flüssigkeit oder auch Schaum bereits bei geringfügiger Berührung zu detektieren, so daß ein Eintauchen des Detektors minimal ist. Eine Verschleppung kann durch geeignete Wahl der Detektorspitze, z. B. durch Teflonbeschichtung, sehr gering gehalten werden. Zur Minimierung eines Eintauchens des Detektors ist außerdem eine kontinuierliche Auswertung der

Detektorsignale mit entsprechender Steuerung der Bewegung des Detektors von Vorteil.

Ein Bewegen des Mischelementes in Richtung auf die Flüssigkeitsoberfläche kann mit im Stand der Technik bekannten Vorrichtungen, zum Beispiel einem Spindeltrieb, erfolgen. Bevorzugt werden Schrittmotoren eingesetzt, da diese auf relativ einfache Weise durch einen Computer angesteuert werden können.

Die Erfindung wird im folgenden anhand von Figuren näher erläutert:

Figur 1: Schematische Darstellung eines System zur Mischung von Flüssigkeiten. Diese Detektionsvorrichtung liegt allerdings ein kapazitives Meßprinzip zugrunde und ist daher nicht gemäß der vorliegenden Erfindung.

Figur 2: Technische Zeichnung von Mischelementen.

Figur 3: Zeitlicher Verlauf einer Durchmischung.

Figur 1 zeigt schematisch ein erfindungsgemäßes System (1) zur Durchmischung von Flüssigkeiten. Dem System (1) liegt ein kapazitives Meßprinzip zugrunde. Das Mischelement (2) stellt einen Pol der Meßanordnung dar, während sich der zweite Pol (3) außerhalb an der Wandung des Gefäßes (4) befindet. Eine Berührung der Spitze (5) des Mischelementes (2) mit der Flüssigkeitsoberfläche führt zu einer Änderung der Kapazität zwischen Mischelement (2) und zweitem Pol (3), die von der Auswerte- und Steuervorrichtung (6) verarbeitet wird. Die Auswerte- und Steuervorrichtung (6) steuert sowohl einen Motor (7) als auch eine Pumpe (8). Der Motor (7) bewegt über eine Zahnstange das Mischelement (2) relativ zur Oberfläche der Flüssigkeit (9). Mit der Pumpe (8) wird Luft in ein Schlauchsystem (10) des Mischelementes (2) gepresst. Die Luft tritt über eine Düse (11), die ca. 40° gegen die Flüssigkeitsoberfläche geneigt ist, aus dem Mischelement aus.

Ein exemplarischer Verfahrensablauf der Durchmischung kann vereinfacht folgendermaßen dargestellt werden:

Das Mischelement (2) befindet sich zunächst in einer Ausgangsposition oberhalb der Flüssigkeit. Die Auswerte- und Steuervorrichtung setzt die Pumpe (8) in Gang, so daß ein schwacher Luftstrom gefördert wird. Das Mischelement (2) wird durch Ansteuerung des Motors (7) langsam auf die Flüssigkeitsoberfläche zubewegt und diese Bewegung gestoppt, sobald durch die kapazitive Flüssigkeitsdetektion eine Berührung der Spitze (5) des Mischelementes mit der Flüssigkeitsoberfläche detektiert wird. Das Mischelement (2) wird um 2 mm von der Flüssigkeitsoberfläche wegbewegt und die Pumpe (8) dermaßen angesteuert, daß ein Volumenstrom von 5 l/min durch die Düse (11) tritt.

Figur 2A zeigt einen Längsschnitt durch ein Misch-

element (20). Der Metallkörper (21) des Mischelementes (20) besitzt ein Innenrohr (22), dessen Öffnung senkrecht zur Längsachse des Mischelementes angeordnet ist. Dieses Innenrohr (22) ist geeignet, Schaum wegzublasen. Das Mischelement (20) besitzt ein Zuleitungsrohr (23), das in eine Düse (24) mündet. Die Düse (24) bildet mit der Längsachse des Mischelementes einen Winkel von 45°. Mit aus der Düse (24) austretender Luft können Flüssigkeiten gemischt werden.

Figur 2B zeigt den Querschnitt eines Mischelementes (30) mit tangential angeordneten Düsen. In der Mitte der Darstellung befindet sich ein Längsrohr (31) um Schaum wegzublasen zu können. Dieses Längsrohr (31) ist von jeweils drei Düsen auf zwei Höhen der Längsachse umgeben. Tangentialdüsen (32) des ersten Satzes besitzen eine Neigung gegen die Längsachse des Mischelementes, d. h., aus den Tangentialdüsen (32) austretendes Gas trifft unter einem Winkel gegenüber der Oberflächennormalen auf die Flüssigkeitsoberfläche auf. Der Satz der Vertikaldüsen (33) befindet sich weiter von der Spitze des Mischelementes entfernt. Aus diesen Düsen austretendes Gas bildet im Mischgefäß einen Staudruck, der ein Verspritzen von Flüssigkeit beim Durchmischen unterdrückt.

In Figur 3 ist der zeitliche Verlauf einer Durchmischung dargestellt. In ein zylindrisches Analysegefäß (Durchmesser 1 cm, Höhe 4 cm) wurden 10 µl Tinte gegeben und mit 1000 µl Wasser überschichtet. Die Durchmischung wurde mit einem Mischelement, das 3 tangentiale Bohrungen (Durchmesser 0.5 mm) besitzt in einem Abstand von 6 mm von der Flüssigkeitsoberfläche und einem Volumenstrom von 8.4 l/min durchgeführt. 9 mm oberhalb des Gefäßbodens wurde mit einer Photodiode und einem Empfänger eine Farbmessung durchgeführt. In Figur 3 ist auf der Abszisse die Zeit aufgetragen, die das Mischelement betrieben wurde und auf der Ordinate die resultierende Färbung der Lösung. Aus der Graphik ist zu erkennen, daß nach ca. 2,5 s eine vollständige Durchmischung erreicht ist.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Mischung einer Flüssigkeit mit mindestens einer weiteren Flüssigkeit oder mit mindestens einem Feststoff in einem durch eine Öffnung zugänglichen Gefäß aus optisch durchlässigem Material mit mindestens einem aus einem Mischelement austretenden Gasstrahl, das die Schritte beinhaltet

- Bewegen des Mischelementes in Richtung auf die Flüssigkeitsoberfläche,
- Messung des Abstandes von Mischelement und Flüssigkeitsoberfläche,
- Beendigung der Bewegung des Mischelementes wenn ein vorbestimmter Abstand von Mischelement und Flüssigkeitsoberfläche erreicht ist,

d) Aufblasen eines Gases aus dem Mischelement auf die Flüssigkeitsoberfläche, so daß die Flüssigkeit in Bewegung versetzt wird,

dadurch gekennzeichnet, daß die Abstandsmessung optisch von außerhalb des Gefäßes mittels einer Vorrichtung erfolgt. 5

2. Verfahren Anspruch 1, bei dem das Mischelement Vorrichtungen enthält, die zur Abgabe von Flüssigkeiten in das Gefäß dienen. 10

3. Verfahren gemäß Anspruch 1, bei dem der vorbestimmte Abstand von Mischelement und Flüssigkeitsoberfläche 3 bis 6,5 mm beträgt. 15

4. Verfahren gemäß Anspruch 1, bei dem aus dem Mischelement in Richtung der Flüssigkeitsoberfläche ein Gas aufgeblasen wird, um Schaum oder auf der Flüssigkeit befindliche Stoffe zu verdrängen. 20

5. Verfahren gemäß Anspruch 1, bei dem das Aufblasen des Gases zwischenzeitlich nicht unterbrochen wird. 25

6. Verfahren gemäß Anspruch 1 mit einem Schritt, der eine Detektierung einer Vermischung beinhaltet. 30

7. Apparatur zur Mischung einer Flüssigkeit mit mindestens einer weiteren Flüssigkeit oder mit mindestens einem Feststoff, das folgende Elemente beinhaltet: 35

a) ein Gefäß aus optisch durchlässigem Material, das die zu mischenden Substanzen enthält und mindestens eine Öffnung besitzt, 40

b) ein Mischelement, das mindestens eine Düse besitzt, durch die ein Gasstrahl austreten kann, 45

c) eine Vorrichtung zur Messung des Abstandes zwischen Flüssigkeitsoberfläche und Mischelement, 50

d) eine Vorrichtung zur Bewegung des Mischelementes in Richtung auf die Phasengrenze und von dieser weg, 55

e) eine Auswerte- und Steuervorrichtung, mit der aufgrund der Signale der Detektionsvorrichtung unter Berücksichtigung eines Programmablaufplanes Positionierung des Mischelementes und Austritt von Gas aus dem Mischelement gesteuert werden

dadurch gekennzeichnet, daß sich eine Vorrichtung zur optischen Messung des Abstandes außerhalb des Gefäßes befindet. 60

8. Apparatur gemäß Anspruch 7, bei dem das Misch-

element eine Düse mit Öffnung senkrecht zur Längsachse des Mischelementes und mindestens eine weitere Düse, deren Öffnung gegenüber der Längsachse des Mischelementes geneigt ist, besitzt.

9. Apparatur gemäß Anspruch 7, bei dem das Mischelement einen Satz von Düsen besitzt, deren Öffnungen im wesentlichen senkrecht zur Längsachse des Mischelementes ausgerichtet sind und die von der Spitze des Mischelementes weiter entfernt sind als die bereits genannten Düsen.

Claims

1. Method for mixing a liquid with at least one other liquid or with at least one solid in a vessel made of an optically transparent material that can be accessed through an opening, using at least one jet of gas emerging from a mixing element which comprises the steps

a) moving the mixing element towards the liquid surface,

b) measuring the distance between the mixing element and liquid surface,

c) ending the movement of the mixing element when a predetermined distance between the mixing element and liquid surface is reached,

d) blowing a gas from the mixing element onto the liquid surface so that the liquid is set in motion,

wherein the distance measurement is carried out optically by means of a device outside the vessel.

2. Method as claimed in claim 1, wherein the mixing element contains devices which serve to deliver liquids into the vessel.

3. Method as claimed in claim 1, wherein the predetermined distance between the mixing element and liquid surface is 3 to 6.5 mm.

4. Method as claimed in claim 1, wherein a gas is blown from the mixing element towards the liquid surface in order to displace foam or substances that are on the liquid.

5. Method as claimed in claim 1, wherein the blowing of the gas is not interrupted in the meantime.

6. Method as claimed in claim 1 including a step which comprises detection of mixing.

7. Apparatus for mixing a liquid with at least one other liquid or with at least one solid which comprises the following elements:

- a) a vessel made of an optically transparent material which contains the substances to be mixed and at least one opening,
- b) a mixing element which has at least one nozzle through which a jet of gas can emerge,
- c) a device for measuring the distance between the liquid surface and mixing element,
- d) a device for moving the mixing element towards and away from the phase boundary,
- e) an evaluation and control device with which the positioning of the mixing element and discharge of gas from the mixing element can be controlled based on signals from the detection device taking into account an operating cycle programme

wherein a device for the optical measurement of the distance is located outside the vessel.

- 8. Apparatus as claimed in claim 7, wherein the mixing element has a nozzle with an opening perpendicular to the longitudinal axis of the mixing element and at least one additional nozzle whose opening is tilted with respect to the longitudinal axis of the mixing element.
- 9. Apparatus as claimed in claim 7, wherein the mixing element has a set of nozzles whose openings are essentially perpendicular to the longitudinal axis of the mixing element and which are further away from the tip of the mixing element than the aforementioned nozzles.

Revendications

- 1. Procédé pour mélanger un liquide avec au moins un liquide de plus ou bien avec au moins un solide dans un récipient accessible par une ouverture constitué de matière optiquement transparente avec au moins un jet gazeux sortant d'un élément mélangeur, qui comprend les étapes consistant:

- (a) à déplacer l'élément mélangeur en direction de la surface du liquide,
- (b) à mesurer la distance entre l'élément mélangeur et la surface du liquide,
- (c) à terminer le déplacement de l'élément mélangeur lorsqu'une distance prédéterminée entre l'élément mélangeur et la surface du liquide est atteinte,
- (d) à insuffler un gaz provenant de l'élément mélangeur sur la surface du liquide, de manière à mettre le liquide en mouvement;

caractérisé en ce que la mesure de la distance s'effectue de manière optique à partir de l'extérieur du récipient au moyen d'un dispositif.

- 2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel l'élément mélangeur contient des dispositifs qui servent à introduire des liquides dans le récipient.

- 3. Procédé selon la revendication 1, dans lequel la distance prédéterminée entre l'élément mélangeur et la surface du liquide vaut de 3 à 6,5 mm.

- 4. Procédé selon la revendication 1, dans lequel un gaz est insufflé à partir d'un élément mélangeur en direction de la surface du liquide, pour déplacer de la mousse ou des substances se trouvant sur le liquide.

- 5. Procédé selon la revendication 1, dans lequel l'insufflation du gaz n'est pas interrompue entre-temps.

- 6. Procédé selon la revendication 1, avec une étape qui comporte une détection d'un mélange.

- 7. Appareillage pour mélanger un liquide avec au moins un liquide de plus ou avec au moins un solide, qui comporte les éléments suivants:

- (a) un récipient constitué de matière optiquement transparente, qui contient les substances à mélanger et qui possède au moins une ouverture,
- (b) un élément mélangeur, qui possède au moins une buse par laquelle un jet gazeux peut sortir,
- (c) un dispositif pour mesurer la distance entre la surface de liquide et l'élément mélangeur,
- (d) un dispositif pour déplacer l'élément mélangeur en direction de la frontière des phases et pour l'éloigner de celle-ci,
- (e) un dispositif d'analyse et de commande, avec lequel le positionnement de l'élément mélangeur et la sortie du gaz de l'élément mélangeur sont commandés en se basant sur les signaux du dispositif de détection et en tenant compte d'un plan de déroulement de programme,

caractérisé en ce qu'un dispositif se trouve à l'extérieur du récipient pour mesurer optiquement la distance.

- 8. Appareillage selon la revendication 7, dans lequel l'élément mélangeur possède une buse avec une ouverture perpendiculaire à l'axe longitudinal de l'élément mélangeur et au moins une buse de plus, dont l'ouverture est inclinée par rapport à l'axe longitudinal de l'élément mélangeur.

- 9. Appareillage selon la revendication 7, dans lequel l'élément mélangeur possède un jeu de buses, dont

les ouvertures sont orientées pour l'essentiel perpendiculairement à l'axe longitudinal de l'élément mélangeur et qui sont plus éloignées de la pointe de l'élément mélangeur que les buses déjà citées.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

FIG. 1

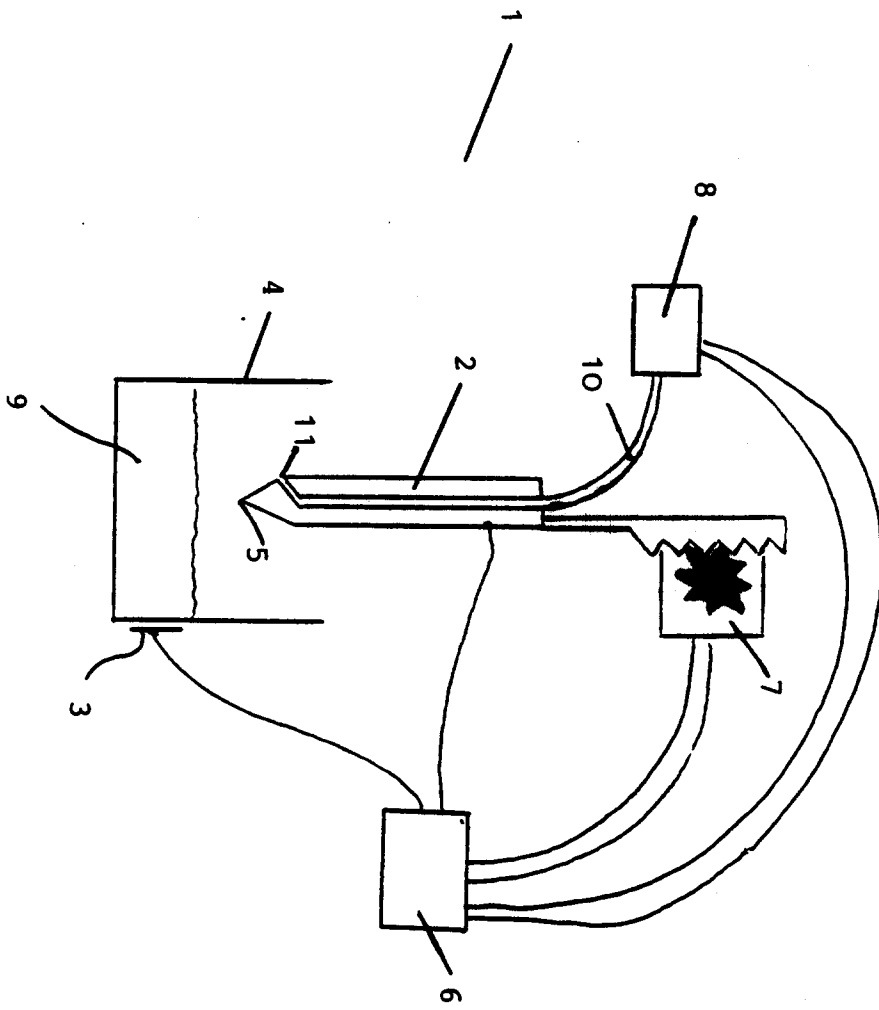


FIG. 2 A

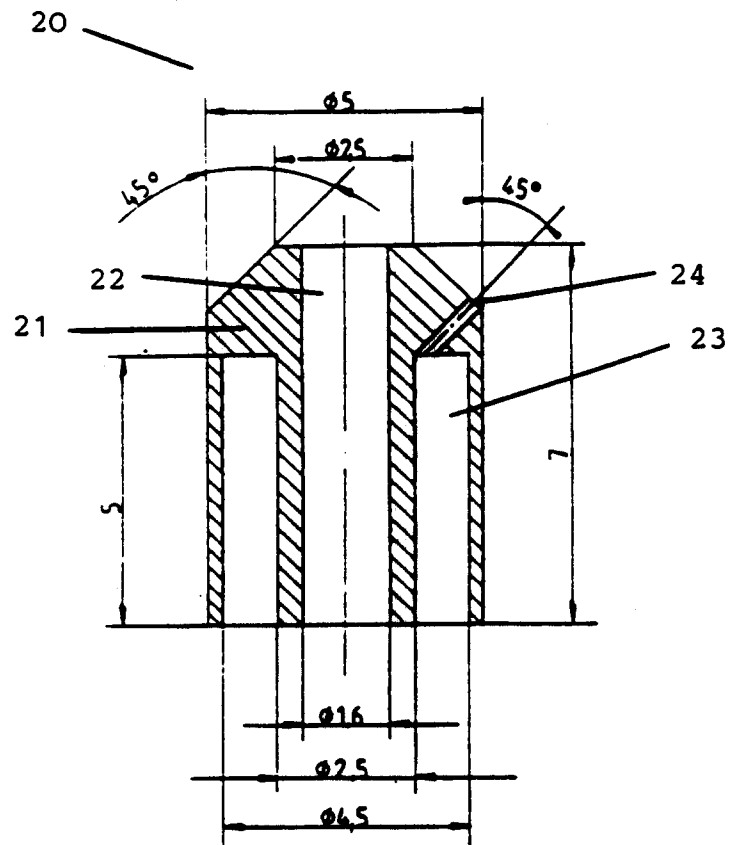


FIG. 2 B

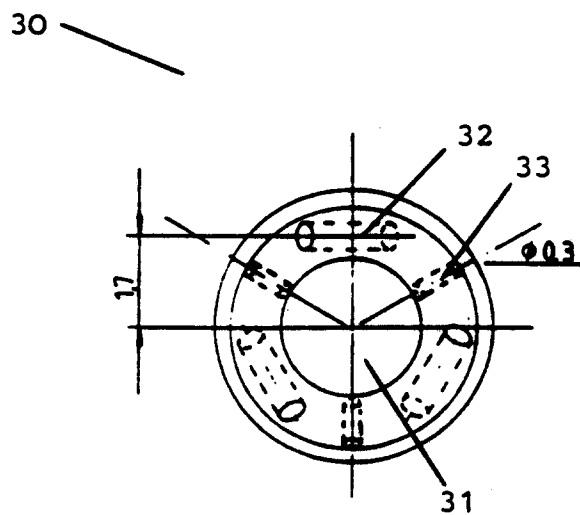


FIG. 3

