



(12) Ausschließungspatent

(11) DD 286 752 A5

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1
Patentgesetz der DDR
vom 27. 10. 1983
in Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

4(51) B 01 L 3/02
G 01 F 25/00
A 61 M 5/31

DEUTSCHES PATENTAMT

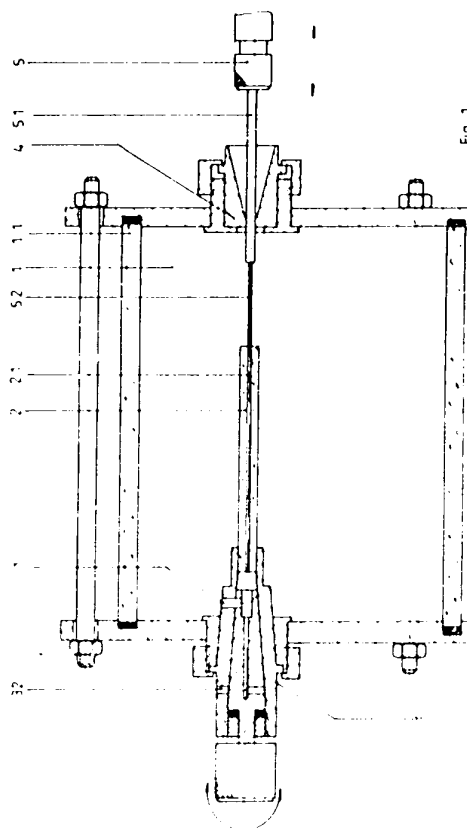
In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) DD B 01 L / 331 692 8 (22) 11.08.89 (44) 07.02.91

(71) siehe (73)
(72) Hertzsch, Lothar, Dipl.-Ing.; Helm, Anne, Dipl.-Chem.; Schumm, Jürgen, Dipl.-Ing., DE
(73) VEB Werk für Technisches Glas Ilmenau, Straße der D5F 1, O - 6300 Ilmenau, DE
(74) siehe (73)

(54) Vorrichtung zum Messen des Volumens und der Leckrate von Mikroliterdosierspritzen, insbesondere von On column-Spritzen

(55) Mikroliterdosierspritze; On column-Spritze; Volumen; Leckrate; Septum, elastisch; Druckkammer; Meßkapillare; Meßkanal; Belüftungshahn; Dichtungsteil; Dichtlippe
(57) Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zum Messen des Volumens und der Leckrate von Mikroliterdosierspritzen, insbesondere von On column-Spritzen. Die erfindungsgemäße Vorrichtung wird im Rahmen der Fertigung bei der abschließenden Prüfung der genannten Spritzen eingesetzt. Ziel und Aufgabe der Erfindung ist eine Vorrichtung, die schnell und exakt arbeitet, bei der kein elastisches Septum verwendet wird und bei der die Benetzungsrückstände der Prüfflüssigkeit in der Meßkapillare ohne deren Ausbau aus der Druckkammer schnell und zuverlässig beseitigt werden können. Gelöst wird die Aufgabe dadurch, daß die in der Druckkammer befindliche Meßkapillare mit einem Belüftungshahn verbunden und in der Druckkammer der Meßkapillare axial gegenüberliegend ein Dichtungsteil angeordnet ist. Weiterhin dadurch, daß der Belüftungshahn so gestaltet ist, daß er den Meßkanal der Meßkapillare beiderseitig mit der Druckkammer bzw. mit der Atmosphäre verbindet. Hinzu kommt noch, daß das Dichtungsteil an der dem Inneren der Druckkammer zugewandten Seite eine konzentrische Dichtlippe aufweist, die in Richtung der Meßkapillare konisch ausgebildet ist. Fig. 1



Patentansprüche:

1. Vorrichtung zum Messen des Volumens und der Leckrate von Mikroliterdosierspritzen, insbesondere von On-column-Spritzen, bestehend aus einer Druckkammer, einer Meßkapillare und einem Septum, **gekennzeichnet dadurch**, daß die in der Druckkammer (1) befindliche volumenkaliibrierte Meßkapillare (2) mit einem Belüftungshahn (3) verbunden und in der Druckkammer (1) der Meßkapillare (2) axial gegenüberliegend ein Dichtungsteil (4) bzw. (4') angeordnet ist.
2. Vorrichtung nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß der Belüftungshahn (3) mit einem Verbindungskanal (3.1), einer Öffnung (3.2) und weiteren Bohrungen als Zweiwegehahn ausgebildet ist, wobei der Meßkanal (2.1) der Meßkapillare (2) in der einen Stellung des Belüftungshahnes (3) über den Verbindungskanal (3.1) allseitig mit der Druckkammer (1) und in der anderen Stellung über die Öffnung (3.2) mit der Atmosphäre verbunden ist.
3. Vorrichtung nach Anspruch 1 und 2, **gekennzeichnet dadurch**, daß das Dichtungsteil (4') an der dem Inneren der Druckkammer (1) zugewandten Seite eine konzentrische Dichtlippe (4'.3), die in Richtung der Meßkapillare (2) konisch ausgebildet ist, aufweist.

Hierzu 2 Seiten Zeichnungen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zum Messen der ausgestoßenen Volumina und der Leckraten von Mikroliterdosierspritzen, wie sie im Rahmen der Fertigung der genannten Spritzen bei der abschließenden Prüfung und genauen Bestimmung der Qualitätsparameter zum Einsatz kommt.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Es sind gravimetrische, optische und radiologische Methoden zur Messung des ausgestoßenen Volumens von Mikroliterdosierspritzen bekannt. Die gravimetrische Methode beruht auf dem Wiegen der ausgestoßenen Flüssigkeitsmenge. Die optische Methode nutzt die Veränderung der Lichtdurchlässigkeit einer Vergleichsflüssigkeit durch die Zugabe einer zweiten, von der Mikroliterdosierspritze dosierten Vergleichsflüssigkeit, zur Messung des Volumens der Mikroliterdosierspritze aus. Die radiologische Methode arbeitet analog der optischen Methode, nutzt aber die Veränderung der Radioaktivität aus, um das Volumen der Mikroliterdosierspritze zu bestimmen. Auch mittels eines Chromatografs kann eine Messung des ausgestoßenen Volumens erfolgen. Die gravimetrischen, optischen und radiologischen Methoden haben die Nachteile, daß sie sehr zeitaufwendig sind, geübtes Laborpersonal benötigen, die Zubereitung der entsprechenden Vergleichsflüssigkeiten erforderlich machen und eine Auswertung der gefundenen Meßwerte verlangen. Die radiologische Methode fordert zusätzlich besondere Sicherheitsvorkehrungen.

Die Bestimmung des Volumens der Mikroliterdosierspritze mittels Chromatograf eignet sich beim Anwender der Spritze, da dieser in den meisten Fällen über das notwendige Know-how der Chromatografie verfügt. Für eine Fertigungsüberwachung für Mikroliterdosierspritzen ist dieses Verfahren jedoch nicht geeignet.

Zur Messung des ausgestoßenen Volumens von Mikroliterdosierspritzen sind mehrere Vorrichtungen bekannt.

Eine dieser Vorrichtungen besteht aus zwei Gefäßen, die miteinander durch eine Kapillare verbunden sind und in denen ein bestimmter Flüssigkeitsdruck herrscht. Zum Messen des ausgestoßenen Volumens der Mikroliterdosierspritze wird deren Kanüle durch ein elastisches Medium (Septum) in das eine Gefäß der Vorrichtung eingeführt und der Flüssigkeitsinhalt aus der Spritze in dieses Gefäß dosiert. Der dabei im ersten Gefäß entstehende Druckanstieg wird von einem Quecksilberfaden in der Verbindungskapillare, die zwischen den beiden Gefäßen angeordnet ist, angezeigt und aus dieser Anzeige auf das dosierte Volumen geschlossen.

Äußerst nachteilig wirken sich bei dieser Vorrichtung Undichtheiten, in das System eingedrungene Luft, Elastizitäten durch Dichtungen und Temperaturschwankungen aus. Diese Unzulänglichkeiten führen zu unkontrollierbaren Meßfehlern und damit ist die Vorrichtung für eine rationale Fertigungsüberwachung ungeeignet.

Gemäß DD-WP 228 182 ist eine Vorrichtung bekannt, bei der das ausgestoßene Volumen der Mikroliterdosierspritze in eine kalibrierte Meßkapillare dosiert und in dieser gemessen wird. Das Prinzip dieser Lösung beruht darauf, daß sich in einer Druckkammer eine volumenkaliibrierte Meßkapillare aus Glas befindet, in welche mittels der Kanülenspitze der Mikroliterdosierspritze das Flüssigkeitsvolumen hineindosiert wird und durch optische Meßmittel die Volumenmessung erfolgt. Zur Prüfung der Dichtheit wird die Kanülenspitze der Mikroliterdosierspritze in die Meßkapillare eingeführt und die Druckkammer mit einem neutralen Gas mit einem bestimmten Prüfdruck gefüllt.

Die in einer vorgegebenen Zeit erfolgte Rückdrängung der Flüssigkeitssäule über die Meßkapillare in die Mikroliterdosierspritze ergibt die Leckrate der genannten Spritze. Die Druckkammer, in der sich die volumenkaliibrierte Meßkapillare befindet, ist mit einem Septum versehen. Dieses muß zwecks Einführung der Kanüle der Mikroliterdosierspritze in die Druckkammer, von dieser Kanüle durchstochen werden.

Das neutrale Gas wird aus einem Druckerzeuger, beispielsweise einer Druckflasche, über ein Reduzierventil und ein Steuerventil in die Druckkammer geleitet. Dadurch, daß bei der Vorrichtung eine durchsichtige Druckkammer und eine durchsichtige

Meßkapillare zur Anwendung kommen, kann die von der Mikroliterdosierspritze ausgestoßene Flüssigkeit bei der Volumen- und Dichtungsprüfung visuell beobachtet werden.

Nachteilig am Stand der Technik bezüglich des DD-WP 228 182 ist, daß die Abdichtung der Druckkammer gegenüber der Atmosphäre durch ein elastisches Septum, welches von der Kanüle der Mikroliterdosierspritze durchstochen werden muß, erfolgt.

Mikroliterdosierspritzen vom Typ On column sind mit einer sehr dünnen Kanüle aus Kieselglas ausgerüstet, die nicht geeignet ist, ein elastisches Septum zu durchstechen. In der Meßkapillare verbleiben außerdem nach jedem Prüfvorgang geringe Mengen an Prüfflüssigkeit, so daß die Meßkapillare nach jedem Prüfvorgang aus der Druckkammer entfernt und getrocknet werden muß.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist eine Meßvorrichtung, mit welcher das ausgestoßene Volumen und die Leckrate von Mikroliterdosierspritzen, insbesondere von On-column-Spritzen, exakt und schnell gemessen werden können.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine Vorrichtung zum Messen des Volumens und der Leckrate von Mikroliterdosierspritzen, insbesondere von On-column-Spritzen zu schaffen, die ohne elastisches Septum arbeitet und bei der die Benetzungsrückstände der Prüfflüssigkeit in der Meßkapillare ohne deren Ausbau aus der Druckkammer schnell und zuverlässig beseitigt werden können.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die in der Druckkammer befindliche volumenkalibrierte Meßkapillare mit einem Belüftungshahn verbunden und in der Druckkammer der Meßkapillare axial gegenüberliegend ein Dichtungsteil angeordnet ist. Der Belüftungshahn ist mit einem Verbindungskanal, einer Öffnung und weiteren Bohrungen so versehen, daß der Meßkanal der Meßkapillare in der einen Stellung des Belüftungshahnes über den Verbindungskanal allseitig mit der Druckkammer in Verbindung steht. In der anderen Stellung des Belüftungshahnes ist der Meßkanal über die betreffende Öffnung mit der Atmosphäre verbunden.

Für spezielle Mikroliterdosierspritzen ist das Dichtungsteil an der dem Inneren der Druckkammer zugewandten Seite mit einer konzentrischen Dichtlippe, die in Richtung der Meßkapillare konisch ausgebildet ist, versehen. An der Stelle, wo die als Kieselglaskapillare ausgebildete Kanüle der Mikroliterdosierspritze in die Druckkammer eintritt, wird sie von der Dichtlippe umschlossen. Wird Prüfgas in die Druckkammer geleitet, legt sich die Dichtlippe fest an die Kanüle an und gewährleistet eine exakte Abdichtung.

Nach Ableiten des Prüfgases aus der Druckkammer öffnet sich die Dichtlippe selbsttätig, so daß die mechanisch empfindliche als Kieselglaskapillare ausgebildete Kanüle problemlos in die Druckkammer eingeführt bzw. aus dieser entfernt werden kann. Bei On-column-Spritzen, bei denen zusätzlich ein Metallschutzrohr über der Kieselglaskapillare angeordnet ist oder bei Mikroliterdosierspritzen mit Metallkanüle reicht es aus, als Dichtungsteil eine konisch durchbohrte Buchse aus einem weichen elastischen Werkstoff zu verwenden. Die kleinere Bohrung des Dichtungsteils ist der Druckkammer zugewandt und ihr Durchmesser ist geringfügig kleiner zu wählen als der Durchmesser des Metallschutzrohres oder der Metallkanüle.

Durch den Belüftungshahn wird bewirkt, daß zuerst der Meßkanal der Meßkapillare mit dem Druckraum der Druckkammer allseitig in Verbindung steht. Auf diese Weise wirkt während des Meßvorganges auf die beiden Seiten der Flüssigkeitssäule in der Meßkapillare der gleiche Druck. Dadurch wird eine neutrale Lage, die für eine störungsfreie Längenmessung unerlässlich ist, erreicht. Danach wird der Meßkanal der Meßkapillare mit der Atmosphäre verbunden und durch einen Überdruck in der Druckkammer die Benetzungsrückstände an Prüfflüssigkeit aus der Meßkapillare herausgeblasen, und zwar so lange, bis die Wände des Meßkanals völlig trocken sind.

Durch den Einsatz der erfindungsgemäßen Vorrichtung wird gewährleistet, daß das ausgestoßene Volumen und die Leckrate von Mikroliterdosierspritzen, insbesondere von On-column-Spritzen im Fertigungsprozeß schnell und präzise gemessen werden können. Bei der erfindungsgemäßen Vorrichtung ist es nicht mehr erforderlich, mit den Kanülen der Mikroliterdosierspritzen ein Septum zu durchstechen. Durch die Vorrichtung wird ermöglicht, daß die Kanülen sehr einfach in die Druckkammer eingeführt und aus dieser entfernt werden können.

Es ist deshalb möglich, daß diese Vorrichtung auch bei Mikroliterdosierspritzen vom On column-Typ, die mit sehr dünnen Kanülen aus Kieselglas ausgerüstet sind, zum Einsatz kommt.

Dadurch, daß die Meßkapillare nicht nach jedem Meßvorgang aus der Vorrichtung entfernt und getrocknet werden muß, ist der Meßvorgang sehr schnell reproduzierbar.

Unter diesen Bedingungen kann der Meßvorgang bei der Fertigungsüberwachung und bei der genauen Bestimmung der Qualitätsparameter bei einem großen Sortiment von Mikroliterdosierspritzen sehr rationell durchgeführt werden.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll nachstehend an einem Ausführungsbeispiel näher erläutert werden. In den zugehörigen Zeichnungen zeigen

Fig. 1: eine Schnittdarstellung der erfindungsgemäßen Vorrichtung mit der zu messenden Mikroliterdosierspritze und

Fig. 2: einen Schnitt durch ein spezielles Dichtungsteil in stark vergrößerter Darstellung.

Die Vorrichtung zum Messen des Volumens und der Leckrate von Mikroliterdosierspritzen, insbesondere von On-column-Spritzen besteht gemäß Fig. 1 aus der Druckkammer 1, der erfindungsgemäß belüftbaren Meßkapillare 2 und dem erfindungsgemäßen Dichtungsteil 4 bzw. 4', wie es in Fig. 2 dargestellt ist. Die Meßkapillare 2 und das Dichtungsteil 4 stehen sich

in der Druckkammer 1 axial gegenüber. Beim Meßvorgang wird die Kanüle der Mikroliterdosierspritze 5 durch das Dichtungsteil 4 in den Meßkanal 2.1 der Meßkapillare 2 eingeführt. Die Meßkapillare 2 besteht aus einer volumenkalibrierten Glaskapillare, die an ihrem dem Dichtungsteil 4 gegenüberliegenden Ende an einem Belüftungshahn 3 befestigt ist. Wie schon dargelegt, wird beim Meßvorgang die Kanüle der mit Prüfflüssigkeit gefüllten Mikroliterdosierspritze 5, die gemäß Fig. 1 bei On-column-Spritzen als Kieselglaskapillare 5.2 mit einem Metallschutzrohr 5.1 ausgebildet sein kann, soweit in die Druckkammer 1 eingeführt, daß die Kieselglaskapillare 5.2 in den Meßkanal 2.1 hineinragt. Gleichzeitig ist der Belüftungshahn 3 so eingestellt, daß der Verbindungskanal 3.1 den Druckausgleich im Meßkanal 2.1 gewährleistet. Danach wird die Prüfflüssigkeit durch die Mikroliterdosierspritze 5 in den Meßkanal 2.1 der Meßkapillare 2 dosiert und die sich ausbildende Flüssigkeitssäule gemessen. Die Länge der Flüssigkeitssäule ist ein Maß für das von der Mikroliterdosierspritze 5 ausgestoßene Volumen. Zur Bestimmung der Leckrate wird in die Druckkammer 1 ein neutrales Gas so eingeleitet, daß in der Druckkammer 1 in einer bestimmten Zeit ein bestimmter Druck zu verzeichnen ist. Durch diese bestimmten Parameter „Druck“ und „Zeit“ wird die Prüfflüssigkeitssäule im Meßkanal 2.1 in die Mikroliterdosierspritze 5 zurückgedrängt, bzw. ein Teil der Prüfflüssigkeit entweicht an undichten Stellen der Mikroliterdosierspritze 5. Nach Aufheben und Ausgleichen des Druckes in der Druckkammer 1 wird eine erneute Messung der Länge der Prüfflüssigkeitssäule im Meßkanal 2.1 vorgenommen. Mittels der durch den Druck bedingten Verkürzung der Prüfflüssigkeitssäule und der Druckeinwirkungszeit wird die Leckrate der Mikroliterdosierspritze 5 ermittelt. Nach Beendigung der Meßvorgänge wird die Kieselglaskapillare 5.2 aus dem Meßkanal 2.1 und dem Dichtungskanal 4 entfernt und der Belüftungshahn 3 in eine solche Stellung gebracht, daß das Innere der Druckkammer 1 über den Meßkanal 2.1 und die im Belüftungshahn 3 befindliche Öffnung 3.2 mit der Atmosphäre in Verbindung steht. Wird danach erneut Gas in die Druckkammer 1 eingeleitet, so strömt dieses über den Meßkanal 2.1 und die Öffnung 3.2 des Belüftungshahnes 3 nach außen, wobei gleichzeitig alle Prüfflüssigkeitsrückstände aus dem Meßkanal 2.1 entfernt werden.

Da die Wandung 1.1 der Druckkammer 1 und die Meßkapillare 2 aus Glas bestehen, kann visuell beobachtet werden, zu welchem Zeitpunkt der Meßkanal 2.1 restlos frei von Prüfflüssigkeitsrückständen ist.

Bei Messungen an On-column-Spritzen mit Kanülen ohne Metallschutzrohr 5.1 wird vorzugsweise das in Fig. 2 dargestellte Dichtungsteil 4' verwendet. Das Dichtungsteil 4' besteht aus einem konischen Führungsabschnitt 4'.1 und einem zylindrischen Führungsabschnitt 4'.2. Die dem Inneren der Druckkammer 1 zugewandte Seite des Dichtungsteils 4' wird von einer konzentrischen Dichtlippe 4'.3 abgeschlossen. In der Mitte der Dichtlippe 4'.3 befindet sich eine Bohrung, deren Durchmesser nur etwas größer ist als der Durchmesser der Kanüle der On-column-Spritze. Beim Einlassen des neutralen Gases in die Druckkammer 1 legt sich die Dichtlippe 4'.3 allseitig an die Kanüle der On-column-Spritze an und bewirkt so eine ausreichende Abdichtung. Nach dem Ablassen des neutralen Gases aus der Druckkammer 1 kehrt die Dichtlippe 4'.3 selbständig in ihre Ausgangslage zurück, so daß die Kanüle problemlos aus der Druckkammer 1 bzw. dem Dichtungsteil 4' entfernt werden kann. Das Dichtungsteil 4' besteht aus einem elastischen Werkstoff. Bei der Herstellung der Dichtlippe 4'.3 wird das Dichtungsteil 4' zunächst durch mechanische Bearbeitung in die Form gebracht, wie sie in Fig. 2 mit Strichlinie dargestellt ist. Danach wird die Dichtlippe 4'.3 unter Druck und Wärmeeinwirkung in einem geeigneten Werkzeug in ihre endgültige Form gebracht.

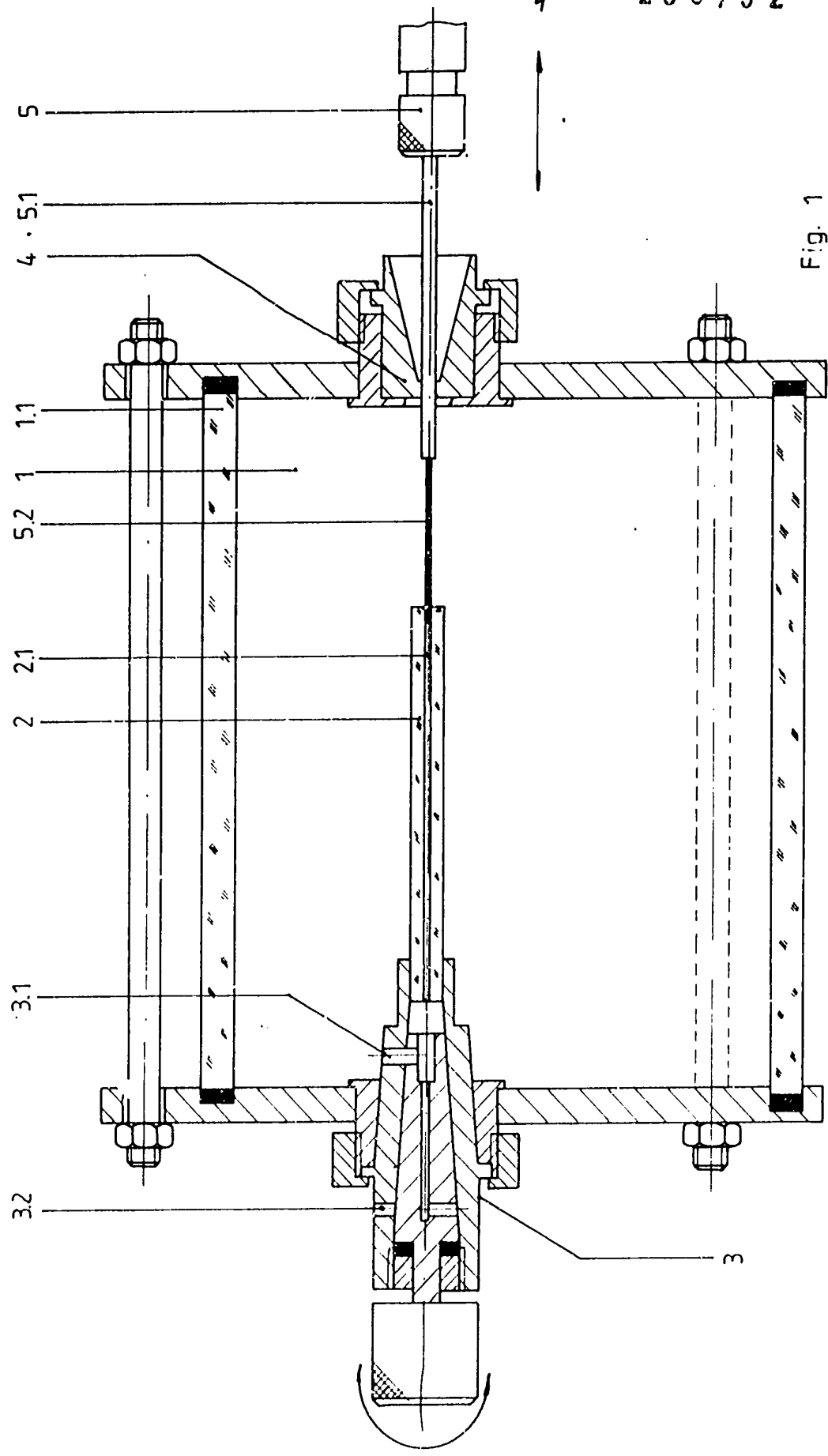


Fig. 1

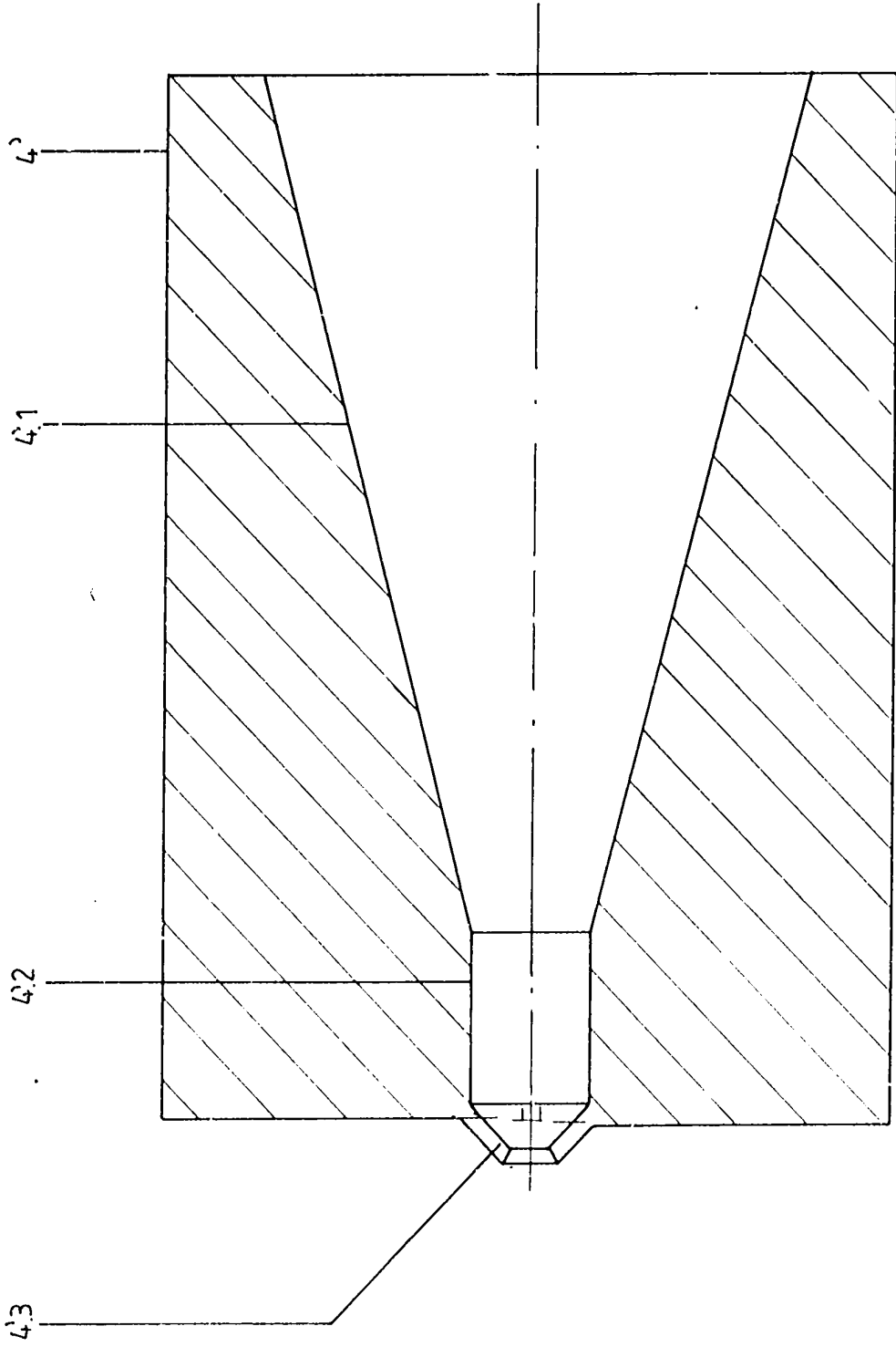


Fig. 2