



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

⑪ CH 658 727 A5

⑤① Int. Cl.: G 01 N 30/90

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein

Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

⑫ **PATENTCHRIFT** A5

⑳ Gesuchsnummer: 7340/81

㉔ Anmeldungsdatum: 16.11.1981

㉓ Priorität(en): 05.12.1980 HU 2921/80

㉔ Patent erteilt: 28.11.1986

④⑤ Patentschrift
veröffentlicht: 28.11.1986

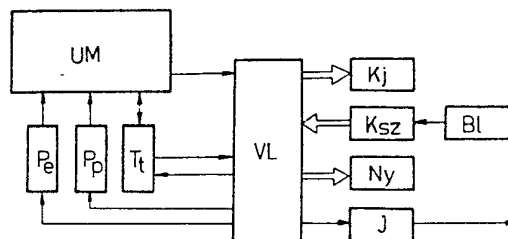
㉗ Inhaber:
Labor Műszeripari Művek Vezérigazgatósága,
Esztergom (HU)

㉗ Erfinder:
Tyihak, Ernő, Dr. Dipl.-Ing.-Chem., Budapest (HU)
Mincsovics, Emil, Dipl.-Ing.-Chem., Szentendre (HU)
Szekely, Tibor, Budapest (HU)
Lengyel, Zoltan, Dipl.-Ing., Budapest (HU)
Körmendi, Ferenc, Dipl.-Ing., Budapest (HU)
Szigeti, Tibor, Pécel (HU)

㉗ Vertreter:
Katzarov SA, Genève

⑤④ **Steuereinheit zu einem Gerät für die Ueberdruck-Schichtchromatographie.**

⑤⑦ Die Steuereinheit besteht aus zwei Einheiten. Die eine Einheit ist die eigentliche Vorrichtung für die Überdruck-Schichtchromatographie (die Überdruck-Ultramikrokammer (UM)), die andere ist der Steuerteil (VL), welchem die peripheralen Geräte angeschlossen sind. Dazu gehören zwei Pumpen (Pe, Pp), die Behälter für das Wasser und Eluent, der Thermostat (Tt), sowie die Instrumente für die Kontrolle, Regelung, Messung, Datensammlung und Speicherung. Untereinheiten des Steuerteils sind die Manipulation einstellenden Organe (Ks), wie die Anzeiger (Kj) und die Parameterrmesser (Ny, J).



POOR QUALITY

PATENTANSPRÜCHE

1. Steuereinheit zu einem Gerät für die Überdruck-Schichtchromatographie die Anzeige- und Manipulationseinheiten enthält, dadurch gekennzeichnet, dass die Anzeigeeinheiten (K_A) und die Manipulationseinheiten (K_M) einem logischen Steuerteil (VL) angeschlossen sind, wobei der letztere durch Steuerausgänge mit Einheiten zur Bedienung einer Überdruck-Ultramikrokammer (UM), d.h. mit einer ein Druckkissen ausfüllenden Pumpe (P_P), einer einen Eluenten dosierenden Pumpe (P_D) sowie einem Thermostat (T_i), sowie durch Ausgänge mit Einheiten zum Erfassen des Zustands der Überdruck-Ultramikrokammer (UM) sowie dem Thermostat (T_i) verbunden ist.

2. Steuereinheit nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der logische Steuerteil (VL) einem Drucker (N_y) und/oder einem mit einer Rechenmaschine koppelbaren Interface (J) verbunden ist.

3. Steuereinheit nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass zwischen dem logischen Steuerteil (VL) und der Überdruck-Ultramikrokammer (UM) eine lösbare Verbindung vorhanden ist.

4. Steuereinheit nach Anspruch 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, dass der logische Steuerteil (VL) und das Interface (J) als separate Teile der Anzeigeeinheiten (K_A) und der Manipulationseinheiten (K_M) ausgebildet sind.

5. Steuereinheit nach Anspruch 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, dass der logische Steuerteil (VL) und das Interface (J) zusammengebaut als ein einheitlicher Teil ausgebildet sind.

6. Steuereinheit nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass der logische Steuerteil (VL) als ein Teil der Überdruck-Ultramikrokammer (UM) ausgebildet ist.

Die Erfindung betrifft eine Steuereinheit zu einem Gerät für die Überdruck-Schichtchromatographie. Die Steuereinheit dient zur automatischen Durchführung der überdruck-schichtchromatographischen Entwicklung (des Laufes).

Bei der in den vergangenen Jahren entwickelten neuen flüssigkeitschromatographischen Technik planarer Anordnung, d.h. bei der Überdruck-Schichtchromatographie, ist die Sorbensschicht mit einer, unter äusserem Druck stehenden Deckplatte vollkommen abgedeckt, wobei das Lösungsmittel zwischen den Körnern des Sorbens in einer Zwangsströmung (mit Hilfe einer Dosiervorrichtung) strömt; eine derartige Lösung ist in dem ungarischen Patent HU-PS 173 749 beschrieben. Die sogenannte Überdruck-Ultramikrokammer ist in einer zirkulären Ausführung (J. Chromatog. 174, 74/1979) und in einer linearen Ausführung bekannt.

Die beiden Versionen der Überdruck-Schichtchromatographie bieten mehrere Vorteile gegenüber der klassischen Schichtchromatographie, aber auch der sogenannten Hochleistungs-Schichtchromatographie. Diese Vorteile sind die folgenden:

- kurze Laufzeit auch in grösseren Laufstrecken (30–40 cm) und auch auf feinkörnigen Sorbensschichten;
- bessere Auflösung;
- die Möglichkeit der visuellen Bewertung;
- Beschleunigung der Wanderung der viskosen Lösungsmittelgemische;
- Modellierung der hochleistungs-säulenchromatographischen Verhältnisse.

Zu den operativen Charakteristiken der linearen und zir-

kularen Vorrichtung für die Überdruck-Schichtchromatographie gehören die folgenden:

a) Die Trennung findet immer auf einer gegebenen Strecke und mit einer gegebenen Strömungsgeschwindigkeit des Lösungsmittels statt. 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 thermostetiert werden, wodurch ein gut reproduzierbares Ergebnis zur Verfügung steht. Die Abweichung des Temperaturwertes von dem gewählten Temperaturprogramm ermöglicht die Reproduzierbarkeit nicht, die Wahrnehmung der Abweichung, sowie die Korrektur derselben stellen äusserst wichtige Standpunkte dar.

Es kann daher festgestellt werden, dass bei den üblichen Geräten das Bedienungspersonal die Temperatur, den Kissendruck, den Druck und die Menge des Eluenten, den Verlauf und das Ende des Laufes zu beobachten verpflichtet ist.

Diese vielseitigen Beobachtungsverpflichtungen beansprucht das Bedienungspersonal in vollem Masse, und entzieht es von sonstigen Tätigkeiten (z.B. Vorbereitung der Probe, qualitative Auswertung, usw.), was zu zahlreichen subjektiven Fehlern führen kann.

Der Erfindung wurde das Ziel gesetzt, die obenerwähnten Mängel zu beseitigen und die praktischen Forderungen durch die Entwicklung einer Steuereinheit zu befriedigen.

Die Steuereinheit zu einem Gerät für die Überdruck-Schichtchromatographie die Anzeige- und Manipulationseinheiten enthält, ist dadurch gekennzeichnet, dass die Anzeigeeinheiten (K_A) und die Manipulationseinheiten (K_M) einem logischen Steuerteil (VL) angeschlossen sind, wobei der letztere durch Steuerausgänge mit Einheiten zur Bedienung einer Überdruck-Ultramikrokammer (UM), d.h. mit einer ein Druckkissen ausfüllenden Pumpe (P_P), einer einen Eluenten dosierenden Pumpe (P_D) sowie einem Thermostat (T_i), sowie durch Ausgänge mit Einheiten zum Erfassen den Zustand der Überdruck-Ultramikrokammer (UM) sowie dem Thermostat (T_i) verbunden ist.

Die Erfindung beruht auf der Erkenntnis, dass bei der schichtchromatographischen Trennung eine erhöhte Standardisierung, Reproduzierbarkeit und Betriebssicherheit durch die Steuerung der ganzen Operation erreicht werden kann, wodurch diese Technik nämlich die Überdruck-Schichtchromatographie umso mehr der Gruppe der zeitgemässen trennungstechnischen Methoden zugeordnet werden kann.

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

Desweiter wurde es erkannt, dass die automatische Steuerung zur besseren Ausnutzung der Arbeitszeit des Bedienungspersonals führt (Vorbereitung der Muster; quantitative Bewertung mit Instrumenten).

Die Steuereinheit zu einem Gerät für die Überdruck-Schichtchromatographie, gemäss der Erfindung enthält

Untereinheiten zu welchen vorzugsweise die folgenden Bedienungsorgane gehören: der Netzhauptschalter, der gleichzeitig auch den Thermostat betätigt, der Startschalter, der das Laufprogramm in Gang setzt, das das Bedienungspersonal mit dem Stoppschalter abstellen kann. Des weiteren können der Kissendruck, die Strömungsgeschwindigkeit und Operationsdruck des Eluenten, die Dauer des Laufes (der Entwicklung) und die Operationstemperatur des Geräts eingestellt werden. Zu der Gruppe der Anzeige-Einheiten gehören die folgenden: der aufgeheizte Zustand des Thermostats, 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 in einem eingeschalteten Zustand befindet, wenn die Flüssigkeit (zweckmässig Wasser) zum Aufpumpen des Kissens nicht reicht, 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. Zu der Gruppe der Parameterfühler und Messgeräte gehören die Temperatur-, Strömungs- und Druckmesser und der Chronometer.

Das Blockschema der Figur stellt den Aufbau des Geräts für die Überdruck-Schichtchromatographie dar.

Dabei haben die verwendeten Bezugszeichen folgende Bedeutung:

UM: Ultramikrokammer
Pe: Eluent-Pumpe

Pp: Pumpe für das Kissen
Tt: Thermostat
VL: Steuerteil
Kj: Anzeigegerät
5 KSZ: Bedienungsorgane
Bl: Tastatur
Ny: Drucker
J: Interface-Einheit, die mit einem Rechner zu verbinden ist, wie der Pfeil zeigt.

10 Die wichtigsten Phasen der Funktion des mit einer Steuereinheit versehenen Geräts für die Überdruck-Schichtchromatographie sind die folgenden:

- 1) Nach erfolgten Eindrücken des Netzhauptschalters wird der Thermostat betätigt und zeigt die Betriebsbereitschaft an.
- 2) Die Einstellung der Parameter.
- 3) Das Einsetzen der Schichtplatte und Abschiessen des Geräts mit der Hand.
- 20 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.
- 25 7) Der Kissendruck fällt auf den Nullwert zurück.
- 8) Das Gerät gibt ein akustisches und/oder Lichtsignal ab, signalisierend, dass das Gerät geöffnet werden kann.
- 30 9) Aus dem geöffneten Gerät wird die Schichtplatte herausgenommen und ausgewertet.

