(11) **EP 1 375 921 A1** 

(12)

### **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

- (43) Veröffentlichungstag: 02.01.2004 Patentblatt 2004/01
- (51) Int CI.<sup>7</sup>: **F04B 53/16**, F04B 11/00, F04B 53/14

- (21) Anmeldenummer: 02405509.7
- (22) Anmeldetag: 19.06.2002
- (84) Benannte Vertragsstaaten:

AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC NL PT SE TR

Benannte Erstreckungsstaaten:

AL LT LV MK RO SI

(71) Anmelder: Gyger, Fritz CH-3645 Thun-Gwatt (CH)

- (72) Erfinder: Gyger, Fritz CH-3645 Thun-Gwatt (CH)
- (74) Vertreter: Störzbach, Michael Andreas Ammann Patentanwälte AG Bern Schwarztorstrasse 31 3001 Bern (CH)

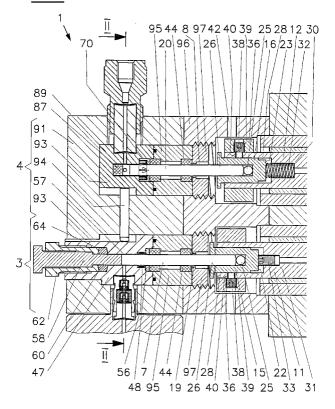
### (54) Hochdruck-Kleinvolumen-Verdrängerpumpe

- (57) Eine verbesserte Hochdruckpumpe (1) für genauen, weitgehend pulsationsfreien Fluss des Arbeitsmediums, insbesondere eine HPLC-Pumpe, weist eine oder mehrere folgender Massnahmen auf:
- verringertes Totvolumen durch angepasste Dichtungen (48, 70);
- verringertes Totvolumen durch Einstelleinrichtung (15, 16; 32; 36, 38) der Verdrängerkolbenlänge;

einstellbares Totvolumen und damit Justierbarkeit der Pulsationsfreiheit durch Verdrängerkammer mit verstellbarem Gegenkolben (58); und

 Konstruktionstoleranzen-kompensierende Dichtungen durch Kombination von bombierter Dichtfläche mit kegelförmiger Dichtfläche.

### FIG. 1



#### Beschreibung

**[0001]** Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf Pumpen gemäss Oberbegriff des Anspruchs 1. Weiterhin bezieht sich die Erfindung auf Justierverfahren und Verwendungen derartiger Pumpen.

[0002] Insbesondere für die HPLC ("High Performance Liquid Chromatography") werden Pumpen benötigt, die kleinste Flüssigkeitsmengen mit geringsten Verlusten bei hohem Druck, möglichst geringer Pulsation und entsprechend exakten bestimmtem Fluss fördern. Heutzutage gängig sind z. B. Durchflussmengen bis ca. 5 ml/min (Milliliter pro Minute) bei einem Betriebsdruck der Chromatographiesäule von z. b. 100 Bar. Die Gradiententauglichkeit erstreckt sich dabei bis herunter zu 100 μl/min (Mikroliter pro Minute). Bereits heute kommen jedoch Drücke bis 700 Bar zur Anwendung, und es besteht auch die Tendenz, kleinere Mengen bis 1 µl/min und damit kleinere Flüsse zu verwenden. In diesen Anwendungen sind daher bereits Verluste von unter einem Mikroliter wenigstens spürbar, wenn nicht sogar unzulässig.

[0003] Eine gängige Bauform weist zwei Verdrängerpumpeneinheiten auf, die seriell angeordnet sind. Die erste Einheit ist die Förderpumpe, die Flüssigkeit unter niedrigem Druck, z. B. Umgebungsdruck, ansaugt und unter Betriebsdruck zur zweiten Einheit, der Speicherpumpe, fördert. Die Speicherpumpe arbeitet im wesentlichen im Gegentakt zur ersten Einheit. Sie sorgt für einen Flüssigkeitsstrom, während die erste Einheit ansaugt, und nimmt den Überschuss auf, wenn die erste Einheit das Arbeitsmedium unter Betriebsdruck ausstösst. Damit kann ein gleichmässiger Strom mit geringer Pulsation erreicht werden.

[0004] Besonderes bei hochwertigen Pumpen für diese Anwendung bestehen die Kolben aus Hartstoff, insbesondere Keramik, die in Steinlagern, also Lagern aus Rubin, Saphir, synthetischem Korund oder Keramik, geführt sind. Die Abdichtung erfolgt über Kolbendichtungen, die zum Arbeitsvolumen offen sind. Da damit das unter Druck stehende Arbeitsmedium Zugang zur Aussenseite der Dichtlippe hat, wird sie mit dem Arbeitsdruck gegen die Kolbenoberfläche gepresst und sorgt damit selbst für die dem Druck entsprechende Dichtwirkung. Die mit dem Arbeitsmedium in Berührung kommenden Teile sind aus qualitativ hochwertigem Material, Metall und Edelsteinen, ausgeführt, um die benötigte Druckbeständigkeit und chemische Inertheit zu gewährleisten. Gängig ist z. B. die Verwendung von Titan. Der Antrieb der Kolben erfolgt über Nockenwellen, die auf das Hinterende der Kolben einwirken, in Verbindung mit federnden Rückstellelementen.

[0005] Wegen der bei hohen Drücken und der geforderten Genauigkeit spürbaren Kompressibilität der Flüssigkeiten kann in der Regel eine solche Pumpe jedoch nur bei einem bestimmten Druck auf minimale Kompressibilität abgeglichen werden, indem die Bewegungsabläufe der beiden Pumpeinheiten aufeinander

abgestimmt werden. Erschwerend tritt hinzu, dass die bekannten derartigen Pumpen gegenüber dem Fördervolumen bei Gradientenanwendung von ca. 20-50 Mikrolitern pro Hub ein relativ grosses Totvolumen aufweisen, das sogar grösser als das Fördervolumen ist. Hauptursachen für das grosse Totvolumen sind der minimale Abstand des Kolben vom Verdrängerkammerboden und die Kolbendichtung. Der minimale Abstand muss vorgesehen werden, um trotz Fertigungs- und Montagetoleranzen zu vermeiden, dass der Kolben im Betrieb am Boden anstösst: Ein derartige Kollision würde den Kolben, den Boden oder andere Pumpenteile beschädigen. Bei der Kolbendichtung macht sich bemerkbar, dass sie bei der zum Arbeitsmedium offenen Einbaulage, mit dem Arbeitsmedium gefüllt wird, wofür relativ grosse Mengen benötigt werden, z. B. in etwa von ähnlicher Grösse wie das Fördervolumen. Totvolumen wie geringste Undichtigkeiten, die bei den geringfügigen Mengen nicht einmal visuell erkennbar sind, beeinträchtigen damit die Förderqualität der Pumpe, insbesondere das Einhalten des eingestellten Flusses und die Pulsationsfreiheit.

[0006] Das Totvolumen begrenzt insbesondere die Gradiententauglichkeit, d. h. legt die minimale Förderrate fest, bei der noch ohne wesentliche Durchmischung ein Arbeitmedium mit sich verändernder Zusammensetzung von der Pumpe gefördert werden kann. Ein grosses Totvolumen enthält entsprechend grosse Mengen an Arbeitsmedium, die bei Gradientenbetrieb ebenfalls ausgetauscht werden müssen, um ein Vermischen zu vermeiden.

**[0007]** Die Pumpen unterliegen auch einer Alterung, die ihre Wartung nötig macht. Wegen der hohen Anforderungen insbesondere beim Zusammenbau ist in der Regel ein Fachmann dafür nötig.

[0008] Geeignete Pumpen sind z. B. aus der DE-A-43 08 467 bekannt. Die Pumpen zeichnen sich dadurch aus, dass sie aus scheibenförmigen Funktionsblocks aufgebaut ist, die in einer Spannvorrichtung zusammengespannt werden. Da die Übergänge von Block zu Block verlaufen, entfallen äussere Verbindungsleitungen zwischen den Einheiten.

[0009] Nachteilig an dieser Anordnung ist jedoch, dass beim Zusammensetzen der Pumpe höchste Sorgfalt angewendet werden muss, um die benötigte Dichtheit zu erzielen, da sich die Toleranzen addieren. U. a. sind daher zwei Rubinführungen in den Pumpblöcken nötig, um eine exakte Führung der Kolben in der Verdrängerkammer zu erreichen: Ein direkter Kontakt des Kolben mit der Kammerwand ist wegen des entstehenden Abriebs zu vermeiden, der u. a. das Ergebnis der HPLC verfälschen und die Kolbendichtung zerstören kann.

**[0010]** Es kommt hinzu, dass bei Wartungsarbeiten in der Regel die gesamte Anordnung abgebaut werden muss. Schliesslich weist diese Pumpe ein beträchtliches Totvolumen auf.

[0011] Eine Aufgabe der vorliegenden Erfindung be-

steht daher darin, eine derartige Pumpe anzugeben, die eine geringeren Einfluss von Konstruktionstoleranzen auf die Förderqualität bietet.

**[0012]** Eine andere Aufgabe besteht darin, den Einfluss des Totvolumens zu kontrollieren und/oder zu verringern.

**[0013]** Derartige Pumpen, die wenigstens eine der oben genannten Aufgaben erfüllen, sind in den Vorrichtungsansprüchen angegeben. Verfahren zum Betrieb der Pumpen und Verwendungen sind Gegenstand weiterer Ansprüche.

[0014] Ein Hauptaspekt der Erfindung besteht daher darin, das Totvolumen einstellbar zu machen und ansonsten generell zu verringern. Eine Massnahme hierzu ist eine Konstruktion der Verdrängerkammer und/oder des Kolben, die die Justierung auf minimales Totvolumen erlaubt oder auf ein Totvolumen, das optimales Verhalten der Pumpe beim gewünschten Betriebsdruck ergibt. Zum einen wird dafür vorgeschlagen, die Gesamtlänge des Kolben einstellbar zu gestalten, in dem er in den eigentlichen Kolben und eine Kolbenstange aufgeteilt wird. Die Verbindung zwischen Kolben und Kolbenstange ist dabei in der Länge veränderlich ausgeführt, so dass eine Einstellung auf minimalen Abstand des Kolben zum Verdrängerkammerboden möglich ist. Der Abstand kann sogar auf Null justiert werden, wenn zur Vermeidung von Schäden der Kammerboden durch einen Einsatz hergestellt wird, der unter Betriebsdruck hinreichend inkompressibel ist, aber doch bei Anschlag des Kolben soweit nachgibt, dass eine Schaden nicht auftritt. Ein anderer Ansatz besteht darin, einen Gegenkolben vorzusehen, dessen Vorderende im wesentlichen den Kammerboden darstellt. Damit kann der Kammerboden verschoben werden kann.

[0015] Der Verringerung dienen auch neuartige Bauformen der Dichtungen zwischen Kolben und Verdrängerkammer, die ein geringeres Totvolumen bieten. Die klassische Kolbendichtung weist eine Spiralfeder auf, die in der Kolbendichtung liegt und um die Dichtlippe verläuft. Insbesondere der Innenraum der Spiralfeder ergibt ein grosses Totvolumen.

[0016] In einer ersten Variante wird ein seitlich offenes Federelement angegeben. Durch die Öffnung kann ein Füllkörper in das Federelement eingelegt werden, so dass der Hohlraum innerhalb des Federelements grösstenteils ausgefüllt ist. In der zweiten Variante besteht das Federelement im wesentlichen aus einem bandförmig die Dichtlippe umgebenden Element. Bevorzugt handelt es sich dabei um eine Spirale aus einem federelastischen Material, insbesondere Metall. Die flache Form des Federelements gestattet es, die Innenwand der Verdrängerkammer auch im Bereich der Dichtung mit einem kleinen Querschnitt auszuführen und damit das Totvolumen klein zu halten.

**[0017]** Durch die Verringerung bzw. die Einstellbarkeit 55 des Totvolumens wird auch der Wirkung von Herstellungstoleranzen entgegengewirkt.

[0018] Eine andere Problemzone von Toleranzen bei

Zusammenbau besteht in geringfügigem Versatz oder Winkelfehlern der Anschlussteile, die an den Ein- und Auslässen der Pumpeinheiten, also den Arbeitsmediumzugängen, angebracht werden müssen. In den bekannten Ausführung wird dabei zwischen Anschlussteil und Zugang eine sogenannte Patrone als Verbindungsteil eingesetzt. Eine Patrone kann dabei im wesentlichen ein Leitungsstück (Verbindungshülse) sein oder z. B. ein Rückschlagventil enthalten ("Ventilpatrone"). Gemäss einem weiteren Aspekt der Erfindung wird vorgeschlagen, die beteiligten Flächenpaare als eine Kombination von Bombierung (konvexe, sphärische Oberfläche) und Hohlkegelfläche auszuführen. Bei einem Versatz von Mediumeingang und Anschlussteil ergibt sich ein leicht verkanteter Sitz der verbindenden Patrone. Durch die genannte Ausbildung resultiert trotzdem eine kreisförmige Kontaktlinie und ein gleichmässiger Andruck. Die beteiligten Flächenpaare können dabei nicht nur zwischen den genannten Teilen, sondern auch zwischen dem Teil und einem Dichtkörper (einer Kapsel) ausgebildet sein. Bevorzugt befindet sich dabei auf der Kapsel die bombierte Fläche.

[0019] Die Erfindung wird weiter an einem Ausführungsbeispiel unter Bezugnahme auf Figuren erläutert. 5 Es zeigen:

- Fig. 1: Längsschnitt durch einen erfindungsgemässen Pumpkopf gemäss I-I in Fig. 2;
- Fig. 2: Schnitt gemäss II-II in Fig. 1;
  - Fig. 3: Ausschnitt III in Fig. 1: Erste Ausführungsform einer Kolbendichtung (vergrössert);
- Ausschnitt IV in Fig. 1: Zweite Ausführungsform einer Kolbendichtung (vergrössert; Schnitt);
- Fig. 5: Ausschnitt V in Fig. 1: Dichtung Anschlüsse (vergrössert; Schnitt);
  - Fig. 6: Detailvergrösserung aus Fig. 7: schematische Darstellung eines Versatzes;
  - Fig. 7: Ausschnittvergrösserung eines Übergangs Verdrängerkammer/Anschluss;
    - Fig. 8: Variante einer Dichtung an einem Anschluss: Schnitt in starker Vergrösserung;
    - Fig. 9: Ausbildung Dichtfläche: vergrösserter Teilausschnitt IX aus Fig. 7;
    - Fig. 10: Variante der Dichtfläche gemäss Fig. 9;
    - Fig. 11: Schnitt durch eine Dichtung für einen Gegenkolben;

5

Fig. 12: Teilschnitt durch eine Variante der Anschlüsse;

Fig. 13: Längsschnitt durch eine Verbindungsanordnung in gestrecktem Zustand.

[0020] Figg. 1 und 2 zeigen in einer Schnittdarstellung einen erfindungsgemäss ausgestalteten Kopf 1 einer HPLC-Pumpe. Die nicht dargestellten Teile (Antriebe mit Nockenscheiben usw.) sind entsprechend dem Stand der Technik ausgeführt. Die Kolbenanordnungen für Förderpumpeinrichtung 3 (Förderpumpe) und Speicherpumpeinrichtung 4 (Speicherpumpe), die die bekannten einteiligen Kolben ersetzen, bestehen jeweils aus einem Kolben 7, 8 und einer Kolbenstange 11, 12. Die Kolbenstangen sind in hochwertigen Linearführungen im Antriebsgehäuse geführt, insbesondere in Linearkugellagern (nicht dargestellt). Derartige Lager sind an sich dem Fachmann bekannt.

[0021] An den Hinterenden der Kolben 7, 8 ist jeweils eine Hülse 15, 16 auf einen Hartmaterialstab 19, 20 (z. B. aus Keramik) fest aufgesetzt. Die Hülsen 15, 16 sind am Hinterende geschlossen. Um die Gesamtlänge der Kolben 7, 8 (Distanz zwischen Vorderende der Hartmaterialstäbe 19, 20 und Hinterenden 22, 23 der Hülsen 15, 16) beim Zusammenbau genau festzulegen, wird zunächst jeweils eine Stahlkugel 25 (z. B. aus gehärtetem Stahl) in die Bohrungen 26 eingesetzt und dann der jeweilige Hartmaterialstab 19, 20 in den Kragen eingepresst. Durch die Kugeln 25 ergibt sich eine definierte Auflage zum einen im Zentrum der Hartmaterialstäbe und zum anderen ringförmig auf dem durch die üblichen Bohrerspitzen konisch geformten Boden der Bohrungen

[0022] Die Hülsen 15, 16 sitzen in Aufnahmebohrungen 28 in den Enden der Kolbenstangen 11, 12. In einer kleineren Aufnahmebohrung 30 im Boden der Aufnahmebohrungen 28 ist im Falle des Kolbens 8 der Speicherpumpe 4 eine Feder 32 eingesetzt, deren freies Ende am Boden 22, 23 der Hülsen 15, 16 anliegt. Aussen um die Kolbenstangen 11, 12 herum liegt je ein Stellring 36. In jedem Stellring 36 befindet sich in einem Gewinde 39 eine Stellschraube 38, deren Ende durch eine Bohrung 40 in der Kolbenstange 11, 12 auf die Hülse 15, 16 aufsetzbar ist. Durch Eindrehen der Schraube 38 ist damit der Kolben 7, 8 in der jeweiligen Kolbenstange feststellbar. Durch eine Ausnehmung 42 im Gehäuse des Pumpenkopfes 1 ist die Schraube 38 der Speicherpumpe 4 von aussen zugänglich.

[0023] Bei der Förderpumpe ist dagegen in der Kolbenstange 11 die Bohrung 31 mit einem Gewinde versehen, in das ein Gewindezapfen 33 eingeschraubt ist, der an der Hülse 15 angesetzt ist. Durch Verdrehen des Gewindezapfens 33 kann damit die Länge des Kolbens genau eingestellt werden. Gegen eine ungewollte Längenänderung ist es in der Regel aber auch hier nötig, eine Feststellvorrichtung vorzusehen, z. B. ein Stellring 36 mit Stellschraube 38. Die Einstellung des Totvolu-

mens im zusammengesetzten Zustand kann bei dieser Ausführung durch Verändern der Verdrängerkammer erfolgen, wofür weiter unten eine Lösung angegeben wird.

[0024] Beide Hartmaterialstäbe 19, 20 ragen durch eine konventionelle Kolbendichtung 44, eine Steinführung 46 (z. B. aus künstlichem Edelstein wie Rubin) und schliesslich eine erfindungsgemässe Kolbendichtung mit verringertem Totvolumen in die eigentliche Verdrängerkammer 47. Die Kammer 47 besteht aus hochfestem und chemisch inertem Material, z. B. Titan.

[0025] Auslass 112 der Förderpumpe 3 ist über eine an sich gängige flexible Leitung 114 mit kleinem Innenvolumen mit dem Einlass 115 der Speicherpumpe 4 verbunden. die Leitung 114 ist über an sich bekannte Schraubverbindungen dicht an den Anschlüssen befestigt

[0026] Am Förderkolben ist eine erste Ausführung 48 einer erfindungsgemässen Kolbendichtungs gezeigt, die in Fig. 3 vergrössert dargestellt ist. Sie besteht im wesentlichen aus einem Dichtkörper 50 von im wesentlichen L-förmigem Querschnitt, wobei ein Schenkel 52 eine hülsenförmige Dichtlippe bildet, durch die der Hartmaterialstab 19, 20 eines Kolbens 7, 8 gesteckt werden kann. Um die Dichtlippe herum verläuft eine Feder 54 derart, das sich die Spiralwindungen selbst um die Dichtlippe winden. Wie in Fig. 1 zu sehen, kann damit die Innenwand 56 um die Dichtung 48 herum relativ eng ausgeführt werden im Vergleich zur Ausbildung um die konventionelle Kolbendichtung 44, wodurch das Totvolumen deutlich reduziert wird. Zur Verdeutlichung dienen die folgenden Angaben für eine Ausführung einer Pumpe mit einem Ausstossvolumen von 23 Mikrolitern: Totvolumen einer konventionellen Kolbendichtungs selbst: 18 Mikroliter; Totvolumen des zusätzlichen Raums vor der Kolbendichtung innerhalb der Verdrängerkammer: 11 Mikroliter; insgesamt Totvolumen für eine Kolbendichtung konventionell: 29 Mikroliter. Die beschriebene erfindungsgemässe Dichtung erlaubt eine Reduktion auf ca. 20 %, also ca. 6 Mikroliter. Das Totvolumen sinkt auf einen Bruchteil des Ausstossvolumens.

Die Verdrängerkammer 47 der Förderpumpe 3 [0027] ist unten offen ausgeführt und mit einem Gegenkolben 58 verschlossen, dessen vorderes Ende den (beweglichen) Boden der Verdrängerkammer bildet. Der Gegenkolben 58 besteht ebenfalls aus Titan. Der Gegenkolben durchläuft eine Dichtbüchse 60, die von einer Klemmhülse 62 in einer Erweiterung 64 der Verdrängerkammerbohrung 57 festgehalten wird. Denkbar ist auch, eine Verschraubung sowohl der Hülse 62 in der Erweiterung 64 als auch des Gegenkolbens 58 in der Hülse 62 vorzusehen, um durch Verdrehen des Gegenkolbens seine Verschiebung und damit eine Veränderung des Volumens der Verdrängerkammer bewirken zu können. [0028] Fig. 11 zeigt eine bekannte Dichtung 64, die anstelle der Dichtbüchse 60 einsetzbar ist und ein geringes Totvolumen aufweist. Da der Gegenkolben 58

während des Betriebs nicht und auch sonst nur selten bewegt wird, werden an diese Dichtung wesentlich geringere Anforderungen gestellt. Die Dichtung 64 weist einen Dichtungskörper 65 mit einer Dichtlippe 66 auf, die an den Gegenkolben 58 (nicht gezeigt) angedrückt wird. Der Andruck wird zunächst vom eingebetteten O-Ring 67 aufgebracht und während des Betriebs vom Innendruck der Pumpe, der auf den O-Ring 67 und auf die Dichtlippe wirkt, verstärkt. Als Material für den Dichtungskörper kommen druckbeständige und unter den Betriebbedingungen chemisch inertes Materialien zum Einsatz, wie insbesondere PTFE. Für den O-Ring ist ein entsprechenden Elastomer, z. B. KALREZ (DuPont) zu wählen. Derartige Dichtungen sind an sich bekannt.

[0029] In der Speicherpumpe ist eine andere Ausführungsform 70 einer erfindungsgemässen Kolbendichtung dargestellt. Eine Vergrösserung der verwendeten Kolbendichtungs 70 zeigt Figur 4 und das spezielle Federelement Fig. 5. Das Dichtelement 72 der Kolbendichtungs hat einen C-förmigen Querschnitt wie auch das Federelement 74. Am Ende der innenliegenden Dichtlippe 73 ist eine Verdickung oder Bombierung 75 ausgebildet. Das Federelement 74 ist an der Innenfläche 76 und an der Krümmung 77 mehrfach durch Schlitze 79 aufgetrennt. Je nach gewünschter Steifigkeit unterteilen die Schlitze auch die Aussenfläche 81, wobei die Steifigkeit mit der Breite der verbleibenden Stege 82 abnimmt. Die Krümmung 77 beschreibt einen Winkel, der etwas kleiner als 180° ist, so dass die Innenfläche leicht schräg nach innen verläuft. Damit wird, wenn das Federelement 74 in das Dichtelement 72 eingefügt ist, eine Vorspannung der Dichtlippe 73 erzielt.

[0030] Gemäss Fig. 4 ist das Federelement 74 in dem Dichtelement 72 mit parallel ausgerichteten Querschnitten angeordnet und in den gebildeten Ringspalt ein ringförmiger Füllkörper 83 eingelegt. Der Füllkörper besteht aus einem Material, das chemisch gegenüber dem Arbeitsmedium inert und unter dem Arbeitsdruck im wesentlichen inkompressibel ist. Der Füllkörper ist dabei so bemessen, dass der den Innenraum des Federelements weitgehend ausfüllt, d. h. mindestens die Hälfte, bevorzugt mindestens 90 % und weiter bevorzugt mindestens 99%. Grundsätzlich wird möglichst voluminös gewählt, ohne dabei jedoch die Federwirkung des Federelements unter das benötigte Mass zu beeinträchtigen.

**[0031]** Durch das Füllen des Leervolumens wird das von der Dichtung erzeugte Totvolumen wesentlich reduziert und gleichzeitig ein Einbaumass wie für eine konventionellen Kolbendichtung beibehalten.

[0032] Die Speicherpumpe weist ebenfalls eine Vorkehrung zur Justierung des Totvolumens auf, die die Verstellvorrichtung zwischen Kolben 8 und Kolbenstange 16 und einen Einsatz 87 in der Verdrängerkammer 89 umfasst. Das Material des Einsatzes 87 ist so gewählt, dass eine Kontakt zwischen dem Hartmaterialstab 20 und dem Einsatz 87 möglich ist, ohne dass ein Schaden entsteht. Insbesondere wird ein Material ge-

wählt, das gegenüber dem Arbeitsmedium inert und unter Betriebsdruck praktisch inkompressibel ist, jedoch vom Hartmaterial noch geringfügig verformbar ist. Dabei ist auch zu berücksichtigen, dass der Umfang der Vorderenden der Hartmaterialstäbe 19, 20 abgerundet ausgeführt ist, um sie ohne Beschädigung der Dichtungen und der Führungen in die Verdrängerkammern einführen zu können. Das Material des Einsatzes 87 kann sich etwas an diese Randrundung anschmiegen, wodurch das Totvolumen zusätzlich verringert wird.

**[0033]** Die Verdrängerkammern 47, 89 sind in Bohrungen in einem Pumpenblock 91 eingesetzt. Für die korrekte Ausrichtung mit den seitlich angeordneten Zugangsbohrungen 92 weisen die Verdrängerkammern 47, 89 eine Nut 93 auf, in die ein Stift 94 eingreift.

**[0034]** Auf die Verdrängerkammern 47, 89 folgt ein Verlängerungsring 95, der in der Blockverlängerung 96 durch einen Gewindering 97 fixiert ist. Die Blockverlängerung 96 ist am Block 91 angeschraubt.

[0035] Sämtliche dem Arbeitsmedium ausgesetzte Teile bestehen aus einem Material, das gegenüber dem Arbeitsmedium inert ist. Soweit sie auch dem Betriebsdruck ausgesetzt sind, müssen sie auch ohne spürbare Kompression oder Verformung dem Druck standhalten. Für Gehäuseteile, wie Verdrängerkammern, Patronen, Anschlüsse, aber auch für metallische Dichtmembranen, hat sich als Metall insbesondere Titan bewährt. Das Hartmaterial für die Kolben stellt hinsichtlich Druckbeständigkeit in der Regel kein Problem dar. Allenfalls auf die chemische Inertheit ist zu achten, die aber in der Regel ebenfalls ohne weiteres gegeben ist. Für Teile, die eine gewisse Elastizität aufweisen müssen (Einsatz 87, Körper der Kolbendichtungen, Dichtungen usw.) ist eine Elastomer, bevorzugt der Kunststoff PTFE (Polytetrafluorethylen), verwendbar, insbesondere ein mit Graphitfasern verstärktes PTFE, das eine erhöhte Verschleissfestigkeit, Druck- und Temperaturbeständigkeit aufweist. Insbesondere bei Dichtungen ist auch PEEK (Polvetheretherketon) verwendbar.

[0036] Abschliessend ist zu erwähnen, dass Förderpumpe und Speicherpumpe auch identisch ausgeführt werden können. Insbesondere können also beide mit den gleichen erfindungsgemässen Kolbendichtungen der einen oder anderen Art ausgestattet werden.

[0037] Die Förderpumpe kann in einer weiter bevorzugten Ausführung statt eines Gegenkolbens eine geschlossene Verdrängerkammer mit einem Einsatz 87 aufweisen, also wie die beschriebene Speicherpumpe ausgebildet sein, und umgekehrt die Speicherpumpe wie die beschriebene Förderpumpe. Damit kann das Totvolumen bei der Förderpumpe auf nahezu Null eingestellt werden, was unter praktisch allen Betriebszuständen optimal ist. Durch Verschieben des Gegenkolbens in der Speicherpumpe ist es dann möglich, die Pulsation zu minimieren, also die Pumpe auf den Arbeitsdruck und die Kompressibilitäseigenschaften des Arbeitsmedium einzustellen.

[0038] Da die Speicherpumpe unter konstantem

Druck arbeitet und daher geringeren Anforderungen genügen muss, kann bei geringeren Anforderungen bei ihr auch auf Massnahmen in der Verdrängerkammer zur Verminderung bzw. Einstellung des Totvolumens verzichtet werden. In Anwendungen, wo an die Qualität besonders geringe Anforderungen gestellt werden, kann einerseits in der Speicherkammer sogar eine konventionelle Kolbendichtung eingesetzt werden und andererseits auf die eine oder andere Massnahme zur Verminderung des Totvolumens auch in der Förderpumpe verzichtet werden.

[0039] Die Einstellung eines bestimmten Totvolumens zum Boden der Verdrängerkammer, im Extremfall eines praktisch auf Null reduzierten Totvolumens, erfolgt in jedem Fall dadurch, dass zunächst der jeweilige Kolben auf den oberen Totpunkt gestellt wird, d. h. der Antrieb auf die Position gestellt wird, an der der Kolben maximal in die Verdrängerkammer eingeschoben ist, wobei die entsprechende Stellschraube gelöst ist. In der Ausführung mit einem Einsatz 87 liegt nun der Hartmaterialstab des Kolbens an dem Einsatz 87 an. Die Stellschraube 38 wird angezogen, wodurch das Totvolumen auf das Minimum einjustiert ist.

**[0040]** Ist ein Gegenkolben vorhanden, so kann danach das Totvolumen durch Zurückziehen des Gegenkolbens wieder auf ein gewünschtes Mass vergrössert werden.

**[0041]** Ein weiterer, grundlegender Aspekt für die Qualität einer Pumpe dieser Art ist die Dichtigkeit, wobei zu berücksichtigen ist, dass bereits geringste Leckagen, die äusserlich wegen der geringen Mengen von z. B. deutlich weniger als 1 Mikroliter und auch im Nanoliterbereich praktisch nicht feststellbar sind, das Ergebnis beeinflussen. Dabei stellt die Abdichtung der verschiedenen Anschlüsse gegenüber den Verdrängerkammern ein erstrangiges Problem dar.

[0042] Bekannt ist dabei, die Anschlüsse über Patronen 101, 102 direkt an Dichtflächen der Verdrängerkammern anzuschliessen. Wie üblich können dabei die Patronen sowohl einfach Durchgänge darstellen (s. Fig. 7: Patrone 101), aber auch z. B. Rückschlagventile 102 wie in Figg. 1 und 2 an Eingang 111 und Ausgang 112 der Förderpumpe.

[0043] Unvermeidbar ist dabei jedoch die Gefahr eines seitlichen Versatzes 113 (Fig. 6) der Verdrängerkammern-Zugänge 103 gegenüber den aussen am Block 91 befestigten Anschlüssen bzw. deren Zugängen 105. Ein solcher Versatz führt zu einem geringfügigen Verkanten der Patrone 101 (s. Fig. 6). Bei den bekannten Ausführungen mit planen oder auch kegelförmigen Dichtflächen an den Zugängen führt dies zu einem geringfügig ungleichmässigem Andruck an der Dichtlinie, da die Dichtflächen von Patrone und Zugang in einem kleinen Winkel zueinander stehen. Bei den vorliegenden hohen Drücken führt dies zu Undichtigkeiten und kann sogar zu einem Herausdrücken der Dichtung in Richtung der Öffnung des Winkels führen.

[0044] Wie die Figuren 6-8 zeigen, werden an einer

Verbindungsstelle zur Lösung dieses Problems die eine Dichtfläche bombiert, insbesondere konvex sphärisch ausgeführt, die jeweils korrespondierende hohlkegelförmig. Bei einer solchen Dichtflächenpaarung bleibt auch bei Schrägstellung der einen Dichtfläche, d. h. der Längsachse des darin angeordneten Kanals für das Arbeitsmedium gegenüber derjenigen des Kanals des anliegenden Teils eine kreisförmige Kontaktlinie erhalten, auf der auch der Andruck im wesentlichen konstant ist. Sofern die beiden Kontaktflächen dabei aus Metall bestehen, wird dazwischen bevorzugt eine Dichtmembran 117 aus Metall, insbesondere wegen des Kontakt mit dem Arbeitsmedium aus Titan, oder aus Kunststoff, insbesondere PEEK, angeordnet.

[0045] Im Beispiel befinden sich dabei die runden Dichtflächen an den Anschlüssen und den Verdrängerkammen, die kegelförmigen an den Patronen 102. Denkbar ist jedoch die umgekehrte Ausführung. Denkbar ist aber auch, eine Dichtkapsel 119, z. B. aus PEEK, mit beidseitig runden Dichtflächen vorzusehen (siehe Fig. 8: Übergang zwischen einem Anschluss 100 und einer einfachen Patrone 101).

**[0046]** Auf die gleiche Art werden auch Undichtigkeiten durch Winkelfehler zwischen den zu verbindenden Teilen mit der angegebenen Konstruktion vermieden.

[0047] In einer weiter bevorzugten Ausbildung kann in jeder Verbindung eine 120 der beiden Dichtflächen, denkbarerweise aber auch im Falle zweier, insbesondere metallischer, Dichtflächen mit dazwischenliegender Membran beide Dichtflächen, stufenförmig 121 ausgebildet werden (s. Fig. 9). Dadurch ergibt sich eine stufenförmige Dichtwirkung oder ein Mehrzahl von Linienkontakten, wodurch die Dichtwirkung weiter verbessert wird

**[0048]** Eine andere, bewährte Möglichkeit besteht im Vorsehen von konzentrischen Rillen 123 (Fig. 10).

[0049] In Figg. 12 und 13 wird eine weiter bevorzugte Ausführungsform der Verbindungen für den Anschluss einer Kapillarleitung ohne Zusatzfunktion gezeigt. Die Leitung 114 besteht aus Titan und ist an ein Endstück 130 angeschweist. Das Anschlussstück 100 ist als Schraubmanschette ausgebildet, die auf der Kapillarleitung verschiebbar ist.

[0050] Die Durchführung für die Leitung 114 durch das Anschlussstück 100 ist am inneren Ende 132 aufgeweitet, um der Schweissnaht 134 Platz zu bieten. Die Dichtfläche 136 des Endstücks 130 ist wie oben beschrieben ausgeführt, um auch bei Versatz eine perfekte Dichtung zu ermöglichen. Insbesondere kann die Ausführung mit Dichtkapsel oder die Ausführung mit Dichtmembran (s.o.) ausgebildet werden. Zum Anbringen der Leitung wird die Schraubmanschette wie an sich bekannt in das Pumpengehäuse geschraubt.

[0051] Die Kontaktflächen 138 zwischen Endstück 130 und Anschluss 100 sind komplementär bombiert, kegelförmig o. ä. ausgeführt, um eine selbsttätige Zentrierung beim Einschrauben des Anschlusses in den Pumpenkörper zu bewirken. Die Kontaktflächen 138 ha-

15

ben jedoch keine Dichtfunktion. Der Anschluss 100 besteht aus PEEK oder Stahl.

[0052] Gegenüber der zuerst beschriebenen Ausführung treten bei dieser Lösung zwei Dichtflächen weniger auf, und das Totvolumen durch den Kanal in der Leerkartusche, der einen relativ grossen Durchmesser aufweist, und um die zusätzlichen, in die Anschlüsse 100 geschraubten Schraubmanschetten herum wird vermieden.

[0053] Fig. 13 zeigt eine Verbindungsleitung 114, an deren Enden die obengenannten Anschlussanordnungen angebracht sind. Vor dem Anschweissen des zweiten der Endstücke 130 müssen die beiden Schraubmanschetten 100 auf die Leitung 114 aufgeschoben werden. Das Biegen der Leitung 114 in die nötige Form, z. B. U-förmig, kann danach erfolgen.

[0054] Jede der Massnahmen führt zu einer Erhöhung einer Qualität der Pumpe, kann aber auch dazu genutzt werden, die Wartung zu vereinfachen, d. h. insbesondere die an Fähigkeiten des Wartungsperson geringere Anforderungen zu stellen. Insbesondere ist es damit möglich, dass die Wartung vor Ort vom Anwender durchführbar ist, ohne Qualitätseinbussen hinzunehmen.

**[0055]** Aus der Beschreibung des bevorzugten Ausführungsbeispiels gehen weitere erreichbare Vorteile hervor:

- Gradiententauglichkeit bis 30 μl/min und weniger, insbesondere wegen des verringerten Totvolumens (im praktischen Beispiel: 9,45 μl gegen 36 μl im Stand der Technik);
- · Steigerung des Betriebsdrucks bis 1000 Bar;
- Möglichkeit, die Patronen 101, 102 mit anderen oder zusätzlichen Funktionen zu versehen, z.B. zur Durchflussoder Betriebszustandüberwachung;
- sichererer und einfacherer Zusammenbau, dadurch Erleichterung der Wartung; und/oder
- Verwendung für Hochdruckgradientensysteme, bei denen die Mischung der verschiedenen Komponenten im Hochdruckteil erfolgt.

[0056] Das beschriebene Ausführungsbeispiel gestattet dem Fachmann, naheliegende Abwandlungen und Ergänzungen zu finden, ohne den Schutzbereich der Erfindung zu verlassen, der durch die Ansprüche definiert wird. Eine Anzahl derartiger Abwandlungen ist bereits oben erwähnt. Denkbar sind daneben auch, für weniger hohe Anforderungen keine Einstellmöglichkeit der Länge der Kolben vorzusehen oder auf die Kugel 25 für die exakte Positionierung der Hartmaterialstäbe der Kolben in den Hülsen 15, 16 zu verzichten. Derartige Vereinfachungen sind dabei noch eher denkbar bei der Speicherpumpe wegen des geringeren Einflusses auf die Eigenschaften der Pumpe. Denkbar ist auch, die erfindungsgemässe Ausbildung der Dichtflächen nur dort vorzusehen, wo der Arbeitsdruck herrscht. Denkbar. ist auch eine Pumpe mit nur einer Pumpeinheit, d. h. nur

der Förderpumpe, z. B. in Anwendungen, in denen nur eine genaue Dosierung kleiner Mengen eines fliessfähigen Mediums, insbesondere einer Flüssigkeit, gefordert ist (Spritzenoder Dosierpumpen).

[0057] Die Anschlüssen können statt eingeschraubt auch angeflanscht oder anderweitig am Pumpenkörper befestigt sein. Bevorzugt sind sie jedoch abnehmbar, um Wartung- und Reparaturarbeiten nicht zu erschweren.

### Patentansprüche

- 1. Pumpe (1) zur Förderung genau bestimmter kleiner Flüssigkeitsströme, insbesondere von Strömen bis maximal 5 ml/min, mit mindestens einer Pumpeinrichtung (8), die einen in einer Verdrängerkammer (89) bewegbaren Kolben (8) umfasst, wobei der Kolben wenigstens eine vorderste, den Kolben gegen die Verdrängerkammer abdichtende erste Dichtung (70) aufweist und die erste Dichtung ein Dichtelement (72) mit einer den Kolben umfassenden Dichtlippe (73) aufweist, deren erste Oberfläche mittels eines federelastischen Elements (74), das an der gegenüberligenden zweiten Oberfläche anliegt, gegen den Kolben vorgespannt ist, wobei die zweite Oberfläche mit der Verdrängerkammer in Verbindung steht, dadurch gekennzeichnet, dass das Dichtelement (72) und das Federelement einen im wesentlichen C-förmigen Querschnitt aufweisen und darin ein unter Betriebsbedingungen der Pumpeinrichtung im wesentlichen inkompressibler Füllkörper (83) angeordnet ist, um das von der Dichtung herrührende Totvolumen der Pumpeinrichtung zu vermindern.
- Pumpe gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Breite des Schlitzes des C-Profils im wesentlichen gleich der Höhe des Inneren des C ist, so dass der Füllkörper (83) axial in das Federelement (74) einschiebbar ist und im wesentlichen den Innenraum des C wenigstens zum überwiegenden Teil, bevorzugt nahezu vollständig, ausfüllt.
- 3. Pumpe, insbesondere gemäss einem der Ansprüche 1 bis 2, zur Förderung genau bestimmter kleiner Flüssigkeitsströme, insbesondere von Strömen bis maximal 5 ml/min, mit mindestens einer Pumpeinrichtung (3), die einen in einer Verdrängerkammer (47) bewegbaren Kolben (7) umfasst, wobei der Kolben wenigstens eine vorderste, den Kolben gegen die Verdrängerkammer abdichtende zweite Dichtung (48) aufweist und die zweite Dichtung eine den Kolben umfassende Dichtlippe (52) aufweist, deren erste Oberfläche mittels eines federelastischen Elements (54), das an der gegenüberliegenden zweiten Oberfläche anliegt, gegen den Kolben

vorgespannt ist, wobei die zweite Oberfläche mit der Verdrängerkammer in Verbindung steht, dadurch gekennzeichnet, dass das Federelement im wesentlichen die Form eines geschlossenen, in der Länge federelastischen Bandes aufweist, das mit seiner Innenseite an der zweiten Oberfläche der Dichtlippe anliegt, und die Innenwand der Verdrängungskammer mit geringem Abstand zur Aussenfläche des Fedeelements ausgeführt ist, um das von der Dichtung herrührende Totvolumen der Pumpeinrichtung zu vermindern.

- **4.** Pumpe (1) gemäss Anspruch 3, **dadurch gekennzeichnet**, **dass** das bandartige Federelement (54) im wesentlichen aus einer Spirale aus federelastischem Material besteht, wobei die Spiralwindungen um die Dichtlippe (52) verlaufen.
- 5. Pumpe (1), insbesondere gemäss einem der Ansprüche 1 bis 4, zur Förderung genau bestimmter kleiner Flüssigkeitsströme, insbesondere von Strömen bis maximal 5 ml/min, mit mindestens einer Pumpeinrichtung (3; 4), die einen in einer Verdrängerkammer (47; 89) bewegbaren Kolben (7; 8) umfasst, dadurch gekennzeichnet, dass der Kolben über eine Kolbenstange (11; 12) mit dem Pumpantrieb in Wirkverbindung steht, der Kolben über eine Kolbenjustiereinrichtung (15, 28, 31, 33, 36, 38; 16, 28, 30, 32, 36, 38) mit der Kolbenstange verbunden ist, und die Kolbenjustiereinrichtung zwischen Kolben und Kolbenstange in der Länge verstellbar ausgeführt ist, um die Gesamtlänge der Anordung von Kolben und Kolbenstange an die Distanz zwischen Antrieb und Verdrängerkammerboden und damit das Totvolumen einstellen zu können.
- **6.** Pumpe (1) gemäss Anspruch 5, **dadurch gekennzeichnet**, **dass** der Kolben (7; 8) an der Kolbenstange (11; 12) längsbeweglich angeordnet ist.
- 7. Pumpe gemäss einem der Ansprüche 5 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Kolbenjustiereinrichtung (15, 28, 31, 33, 36, 38; 16, 28, 30, 32, 36, 38) mit einem Klemmmittel (36, 38) ausgestattet ist, um den Kolben (7; 8) in einer bestimmten Position gegenüber der Kolbenstange (11; 12) feststellen zu können.
- 8. Pumpe (1) gemäss einem der Ansprüche 5 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass in der Kolbenjustiereinrichtung (15, 28, 31, 33, 36, 38; 16, 28, 30, 32, 36, 38) ein Federmittel (32) zwischen Kolben (7; 8) und Kolbenstange (11; 12) angeordnet ist, so dass eine Verkürzung der Gesamtlänge der Anordung aus Kolben und Kolbenstange gegen die Rückstellkraft des Federelements erfolgt.
- 9. Pumpe (1) gemäss einem der Ansprüche 5 bis 8,

dadurch gekennzeichnet, dass in der Verdrängerkammer (89) als Verdängerkammerboden ein Körper (87) vorhanden ist, der aus einem unter Betriebsdruck der Pumpe höchstens vernachlässigbar kompressiblem, jedoch einem hinreichend elastischeren Material als der Kolben besteht und den Querschnitt der Verdrängerkammer vollständig ausfüllt, so dass der Kolben (8) bis auf eine beliebig geringe Distanz zum Verdrängerkammerboden am oberen Totpunkt einstellbar ist, insbesondere bis auf ein im wesentlichen nicht mehr vorhandenes Totvolumen, ohne dass die Gefahr einer Beschädigung des Kolbens bei einem Kontakt mit dem Verdrängerkammerboden während des Einstellungsvorganges oder des Betriebes besteht.

- 10. Pumpe (1) gemäss einem der Ansprüche 7 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass der Kolben (7; 8) einen stabförmigen Kolbenteil (19; 20) aus einem Hartmaterial, insbesondere aus Keramik, kristallinem oder mineralischem Material, aufweisen, dessen Hinterende in einer Aufnahme in einer Hülse (15; 16) gefasst ist, so dass das Klemmittel (38, 39) im wesentlichen punktförmig auf der Hülse aufsetzbar und diese damit in der Kolbenstange (11; 12) fixierbar ist, ohne dass durch das Klemmittel das stabförmige Kolbenteil beschädigbar ist.
- 11. Pumpe (1), insbesondere gemäss einem der Ansprüche 1 bis 10, zur Förderung genau bestimmter kleiner Flüssigkeitsströme, insbesondere von Strömen bis maximal 5 ml/min, mit mindestens einer Pumpeinrichtung (3), die einen in einer Verdrängerkammer (47) bewegbaren Kolben (7) umfasst, dadurch gekennzeichnet, dass der Boden der Verdrängerkammer mindestens einer Pumpeinrichtung im wesentlichen aus dem Vorderende eines Gegenkolbens (58) gebildet ist, der in der Verdrängerkammer verschiebbar ist, so dass das Totvolumen der Pumpeinrichtung einstellbar ist.
- 12. Pumpe (1) gemäss Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, dass der Gegenkolben (58) mit einer Verstelleinrichtung mit Positionsanzeigeeinrichtung versehen ist, um das Totvolumen in der Verdrängerkammer von aussen feststellbar, insbesondere ablesbar, einstellen zu können.
- 13. Pumpe (1), insbesondere gemäss einem der Ansprüche 1 bis 12, zur Förderung genau bestimmter kleiner Flüssigkeitsströme bei hohem Druck, insbesondere von Strömen bis maximal 5 ml/min und/oder bei Drücken von mindestens 100 Bar, mit mindestens einer Pumpeinrichtung (3; 4), die einen in einer Verdrängerkammer (47; 89) bewegbaren Kolben (7; 8) umfasst, wobei an wenigstens einem Arbeitsmediumzugang der Pumpeinrichtung eine lösbare Anschlussanordnung (100, 101; 100, 102;

35

40

20

100, 130) vorhanden ist, die wenigstens ein Paar von Dichtflächen aufweist, die einen gegenüber dem Arbeitsmedium dichten Übergang bilden, wovon die eine Dichtfläche im wesentlichen kalottenförmig konvex und die andere im wesentlichen hohlkegelförmig ausgebildet ist und in deren Zentrum, insbesondere an der jeweils höchsten bzw. tiefsten Stelle, jeweils eine Öffnung eines Kanals für das Arbeitsmedium vorhanden ist, so dass auch bei nicht genau fluchtender Anordnung der Kanalöffnungen eine ringförmige Kontaktlinie zwischen den beiden Dichtflächen vorliegt.

- 14. Pumpe gemäss Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, dass zwischen den Dichtflächen mindestens eines Paares von Dichtflächen, bevorzugt aller derartiger Paare, eine Dichtung (117) angeordnet ist, insbesondere in Form eines membranartigen Elements aus Metall oder einem hochdruckfesten Kunststoff, bevorzugt aus PEEK.
- 15. Pumpe (1) gemäss Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, dass mindestens ein erstes und ein zweites Paar von Dichtflächen vorhanden und zwischen den beiden Paaren von Dichtflächen ein Dichtkörper (119) angeordnet ist, an dem die jeweils innere Dichtfläche der beiden Dichtflächenpaare ausgebildet ist und der aus einem formstabilen, hochdruckfesten Kunststoff, bevorzugt aus PEEK, besteht.
- 16. Pumpe (1) gemäss einem der Ansprüche 13 bis 15, dadurch gekennzeichnet, dass mindestens ein erstes und drittes Paar von Dichtflächen vorhanden ist, wobei vom ersten und dritten Paar die beiden inneren, jeweils dem anderen Paar zugewandte Dichtflächen an einem Verbindungskörper (101, 102) ausgebildet sind, der zwischen den beiden anderen, äusseren Dichtflächen der beiden Paare angeordnet ist, so dass die beiden Dichtflächenpaare je einen dichten Übergang zum Verbindungskörper darstellen.
- 17. Pumpe gemäss einem der Ansprüche 13 bis 16, dadurch gekennzeichnet, dass zusätzlich zu einem Dichtflächenpaar ein Paar (138) aus einer ersten und einer zweiten Kontaktfläche vorhanden ist, wobei die erste und die zweite Kontaktfläche aneinander anliegen, die erste Kontaktfläche und eine Dichtfläche an einem zweiten Verbindungskörper (130) in der Anschlussanordung (100, 130) ausgebildet sind und der zweite Verbindungskörper zwischen der zweiten Kontaktfläche und der anderen der Dichtflächen gehalten ist und mit einer Leitung (114) für das Arbeitsmedium fest verbunden ist, die in den Kanal mündet, dessen Öffnung sich in der Dichtfläche am zweiten Verbindungskörper befindet.

- 18. Pumpe gemäss Anspruch 17, dadurch gekennzeichnet, dass die Kontaktflächen (138) gewölbt und komplementär zueinander ausgebildet sind, um eine Zentrierung des zweiten Verbindungskörpers (130) in der zweiten Kontaktfläche zu bewirken.
- 19. Pumpe gemäss einem der Ansprüche 13 bis 18, dadurch gekennzeichnet, dass mindestens in einem der ersten Dichtflächenpaare, bevorzugt in allen ersten Dichtflächenpaaren, mindestens eine der Dichtflächen (120) eine konzentrisch stufenförmige Oberfläche (121) aufweist, um eine Mehrzahl Dichtlinien zu erhalten.
- 20. Pumpe mit mindestens einer ersten (7) und einer zweiten (8) Pumpeinrichtung bestehend aus Verdrängerkammer (47; 89) und Kolben (7; 8), wobei die der ersten Pumpanordnung nachgeschaltete Pumpanordnung als Speichereinrichtung der Pulsation der ersten Pumpeinrichtung betreibbar ist und die Pumpeinrichtungen jeweils gemäss einem der Ansprüche 1 bis 19 ausgebildet sind.
- 21. Verfahren zum Einstellen des Totvolumens in einer Pumpe (1) gemäss einem der Ansprüche 5 bis 12 oder gemäss einem der Ansprüche 5 bis 12 und einem der Ansprüche 13 bis 20, dadurch gekennzeichnet, dass die Kolbenstange (11; 12) auf den oberen Totpunkt gestellt wird, der Kolben (7; 8) bis zum gewünschten Totvolumen in die Verdrängerkammer vorgeschoben wird und der Kolben in der Kolbenstange durch Betätigen einer Feststelleinrichtung (38) der Kolbenjustiereinrichtung festgestellt wird.
- 22. Verwendung der Pumpe gemäss einem der Ansprüche 1 bis 20 und gemäss einem der Ansprüche 11 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass der Gegenkolben (58) entsprechend dem vorgesehenen Betriebsdruck verstellt wird, um eine geringe Pulsation zu erreichen.
- **23.** Hochdruckchromatographievorrichtung, insbesondere für HPLC, mit einer Pumpe gemäss einem der Ansprüche 1 bis 20 als Mediumpumpe.

## FIG. 1

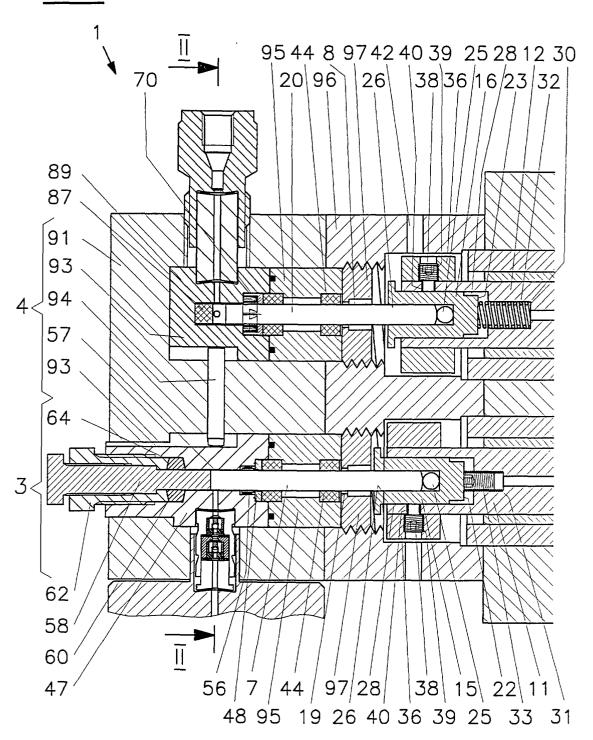
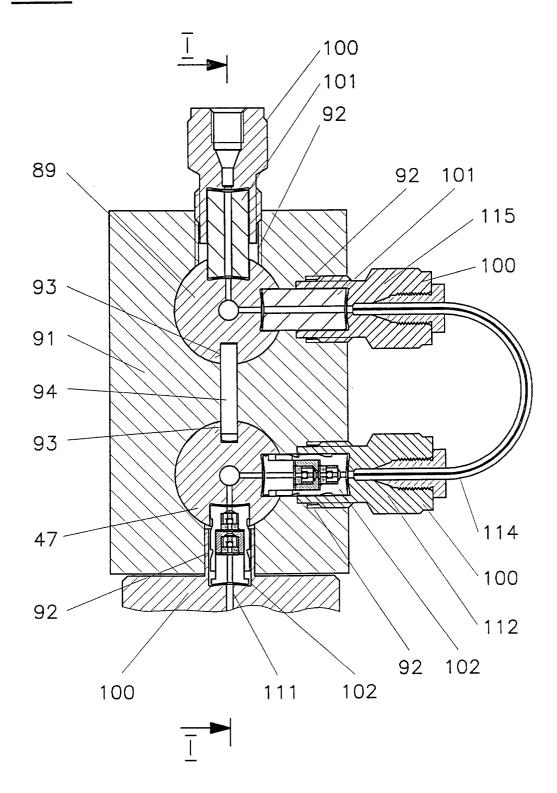
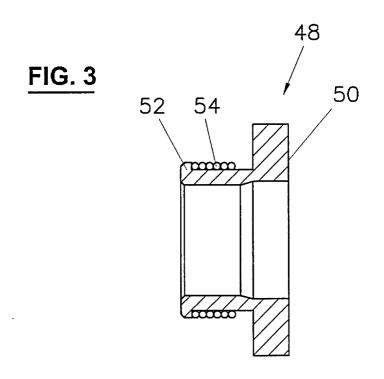
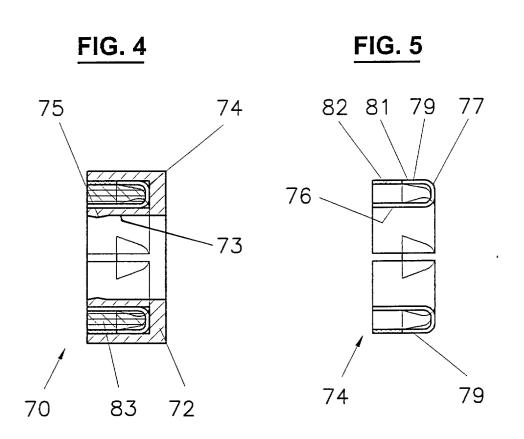
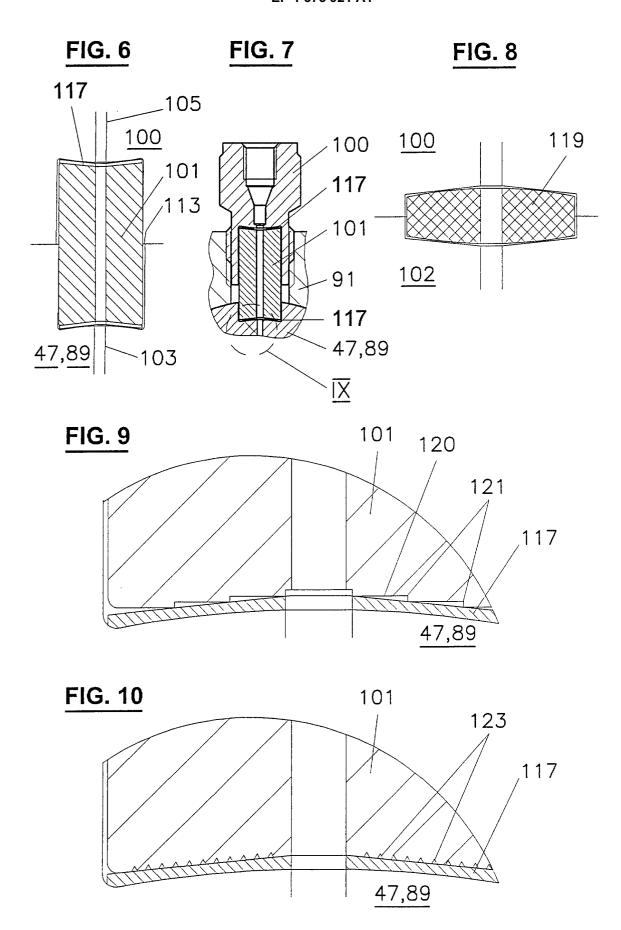


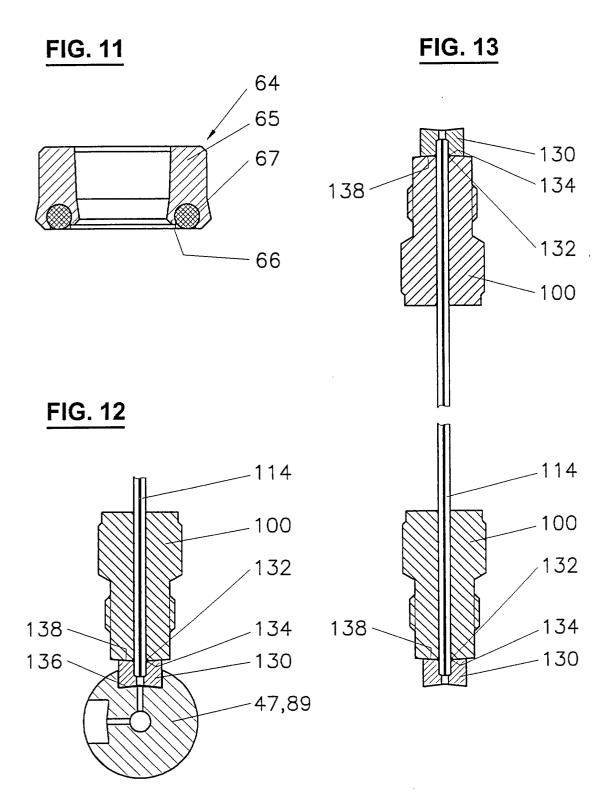
FIG. 2













# EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung EP 02 40 5509

	EINSCHLÄGIGI	E DOKUME	NTE				
Kategorie	Kennzeichnung des Dokur der maßgeblich		e, soweit erford	erlich,	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.CI.7)	
X A	24. Februar 1999 (1 * Zusammenfassung	0 898 077 A (HYDRAIR LTD) Februar 1999 (1999-02-24) usammenfassung * eite 3, Zeile 14 - Seite 6, Zeile 17 *				F04B53/16 F04B11/00 F04B53/14	
X Y A	US 3 981 620 A (ABF 21. September 1976 * Zusammenfassung * * Spalte 6, Zeile 1 * Abbildungen 4,5 *	(1976-09- 6 - Zeile	21)		3,23 20 1,4,5,13	3	
D,Y A	DE 43 08 467 A (FUN 5. Mai 1994 (1994-0 * Zusammenfassung * * Spalte 1, Zeile 1 * Abbildungen 1,2,6	)5-05) Zeile :			20 1,3		
Α	US 4 706 970 A (RAM 17. November 1987 ( * Zusammenfassung * * Spalte 3, Zeile 4 * Abbildungen *	1987–11–1	7)		1-4	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.CI.7)	
Α	US 4 592 558 A (HOF 3. Juni 1986 (1986- * Zusammenfassung * * Spalte 2, Zeile 4 Abbildungen *	06-03)		e 67;	1-4		
A	US 5 799 953 A (HEN 1. September 1998 ( * Zusammenfassung * * Spalte 2, Zeile 6 Abbildungen *	1998-09-0	1)		1-4		
Der vo	rliegende Recherchenbericht wu	rde für alle Pate	ntansprüche ers	tellt			
<del></del>	Recherchenort	Absch	lußdatum der Rechei	rche		Prûfer	
	DEN HAAG	6.	Februar 2	003	Ko1	by, L	
X : von l Y : von l ande A : techi O : nich	ATEGORIE DER GENANNTEN DOK besonderer Bedeutung allein betrach besonderer Bedeutung in Verbindung ren Veröffentlichung derselben Kateg nologischer Hintergrund tschriftliche Offenbarung chenliteratur	tet ı mit einer	E : älteres F nach der D : in der Ai L : aus ande	Patentdokum Anmelden nmeldung eren Gründ der gleich	runde liegende ument, das jedo edatum veröffer angeführtes Do den angeführtes	Theorien oder Grundsätze ch erst am oder htlicht worden ist kument	

EPO FORM 1503 03.82 (P04C03)



## EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung EP 02 40 5509

	EINSCHLÄGIG			
Kategorie	Kennzeichnung des Doku der maßgeblic	ments mit Angabe, soweit erforderlich hen Teile	, Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.7)
X	US 2 733 664 A (MI 7. Februar 1956 (1		5,6	
Α		31 – Spalte 4, Zeile 61	1; 1,3,11, 13,16, 21,23	
χ	US 2 346 964 A (HA 18. April 1944 (19		5,6,13, 14	
A		2, Zeile 43 - Seite 4,	16,17	
х	EP 0 677 659 A (CR 18. Oktober 1995 (		5,6	
A	* Zusammenfassung		1,3,7, 11,21,23	
	* Spaite 2, Zeile *  * Abbildung 1 *	49 - Spalte 4, Zeile 25		
A	US 2 841 092 A (BA 1. Juli 1958 (1958 * Spalte 2, Zeile ( * Abbildung 1 *		* 1,5,9, 13,16	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.7)
A	30. August 1977 (19 * Zusammenfassung * Spalte 9, Zeile		<b>1,3,</b> 13	
	* * Spalte 12, Zeile 2; Abbildungen 2,3	26 - Spalte 13, Zeile * 		
Der vo	rliegende Recherchenbericht wu Recherchenort	urde für alle Patentansprüche erstellt Abschlußdatum der Recherche		Prüter
	DEN HAAG	6. Februar 2003	Ko1b	av. I

EPO FORM 1503 03.82 (P04C03)

- Y: von besondere Bedeutung allein betrachtet
  Y: von besondere Bedeutung in Verbindung mit einer
  anderen Veröffentlichung derselben Kategorie
  A: technologischer Hintergrund
  O: nichtschriftliche Offenbarung
  P: Zwischenliteratur

- D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument
- & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument



Nummer der Anmeldung

EP 02 40 5509

GEBÜHRENPFLICHTIGE PATENTANSPRÜCHE
Die vorliegende europäische Patentanmeldung enthielt bei ihrer Einreichung mehr als zehn Patentansprüche.
Nur ein Teil der Anspruchsgebühren wurde innerhalb der vorgeschriebenen Frist entrichtet. Der vorliegende europäische Recherchenbericht wurde für die ersten zehn sowie für jene Patentansprüche erstellt, für die Anspruchsgebühren entrichtet wurden, nämlich Patentansprüche:
Keine der Anspruchsgebühren wurde innerhalb der vorgeschriebenen Frist entrichtet. Der vorliegende europäische Recherchenbericht wurde für die ersten zehn Patentansprüche erstellt.
MANGELNDE EINHEITLICHKEIT DER ERFINDUNG
Nach Auffassung der Recherchenabteilung entspricht die vorliegende europäische Patentanmeldung nicht den Anforderungen an die Einheitlichkeit der Erfindung und enthält mehrere Erfindungen oder Gruppen von Erfindungen, nämlich:
Siehe Ergänzungsblatt B
Alle weiteren Recherchengebühren wurden innerhalb der gesetzten Frist entrichtet. Der vorliegende europäische Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.
Da für alle recherchierbaren Ansprüche die Recherche ohne einen Arbeitsaufwand durchgeführt werden konnte, der eine zusätzliche Recherchengebühr gerechtfertigt hätte, hat die Recherchenabteilung nicht zur Zahlung einer solchen Gebühr aufgefordert.
Nur ein Teil der weiteren Recherchengebühren wurde innerhalb der gesetzten Frist entrichtet. Der vorliegende europäische Recherchenbericht wurde für die Teile der Anmeldung erstellt, die sich auf Erlindungen beziehen, für die Recherchengebühren entrichtet worden sind, nämlich Patentansprüche:
Keine der weiteren Recherchengebühren wurde innerhalb der gesetzten Frist entrichtet. Der vorliegende europäische Recherchenbericht wurde für die Teile der Anmeldung erstellt, die sich auf die zuerst in den Patentansprüchen erwähnte Erfindung beziehen, nämlich Patentansprüche:



### MANGELNDE EINHEITLICHKEIT DER ERFINDUNG ERGÄNZUNGSBLATT B

Nummer der Anmeldung

EP 02 40 5509

Nach Auffassung der Recherchenabteilung entspricht die vorliegende europäische Patentanmeldung nicht den Anforderungen an die Einheitlichkeit der Erfindung und enthält mehrere Erfindungen oder Gruppen von Erfindungen, nämlich:

1. Ansprüche: 1-4,20,23

Hochdruckpumpe mit Federelement im Dichtelement

2. Ansprüche: 5-10,11,12,21,22

Hochdruckpumpe mit Kolbenjustiereinrichtung Hochdruckpumpe mit Gegenkolben

3. Ansprüche: 13-19

Hochdruckpumpe mit lösbare Anschlussanordnung

# ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.

EP 02 40 5509

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben. Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

06-02-2003

	Im Recherchenbe geführtes Patentdo		Datum der Veröffentlichung		Mitglied(er) Patentfam		Datum der Veröffentlichun
ΕP	0898077	A	24-02-1999	EP	08 <b>98077</b>	A1	24-02-1999
US	3981620	A	21-09-1976	US CA DE DE FR GB JP JP JP	3855129 991950 2311016 2366193 2175029 1429854 49047908 61032620 3958898	A1 C2 A1 A A B	17-12-1974 29-06-1976 20-09-1973 11-10-1984 19-10-1973 31-03-1976 09-05-1974 28-07-1986 25-05-1976
DE	4308467	А	05-05-1994	DE AT AU WO DE EP US	4308467 178975 5368494 9410445 59309519 0682749 5653876	T A A1 D1 A1	05-05-1994 15-04-1999 24-05-1994 11-05-1994 20-05-1999 22-11-1995 05-08-1997
US	4706970	A	17-11-1987	KEINE			
US	4592558	Α	03-06-1986	KEINE			
US	<b>57999</b> 53	Α	01-09-1998	KEINE			
US	2733664	Α	07-02-1956	KEINE			
US	2346964	A	18-04-1944	KEINE			
EP	0677659	Α	18-10-1995	CH DE EP	68 <b>8919</b> 595 <b>088</b> 73 06 <b>7765</b> 9	D1	29-05-1998 04-01-2001 18-10-1995
US	2841092	Α	01-07-1958	KEINE			
US	4045343	A	<b>30</b> -08-1977	CA DE FR GB JP JP JP	1077739 2649593 2331021 1516760 1005254 1531049 52060187	A1 A1 A B C	20-05-1980 12-05-1977 03-06-1977 05-07-1978 30-01-1989 15-11-1989 18-05-1977

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82

**EPO FORM P0461**