

(12) SOLICITUD INTERNACIONAL PUBLICADA EN VIRTUD DEL TRATADO DE COOPERACIÓN EN MATERIA DE PATENTES (PCT)

(19) Organización Mundial de la Propiedad
Intelectual
Oficina internacional



(43) Fecha de publicación internacional
23 de Noviembre de 2006 (23.11.2006)

PCT

(10) Número de Publicación Internacional
WO 2006/122993 A1

(51) Clasificación Internacional de Patentes:
G01N 30/46 (2006.01) *B01D 15/08* (2006.01)

(21) Número de la solicitud internacional:
PCT/ES2006/000154

(22) Fecha de presentación internacional:
30 de Marzo de 2006 (30.03.2006)

(25) Idioma de presentación: español

(26) Idioma de publicación: español

(30) Datos relativos a la prioridad:
P200501284 20 de Mayo de 2005 (20.05.2005) ES

(71) Solicitante (para todos los Estados designados salvo US): **UNIVERSIDAD DE CASTILLA-LA MANCHA** [ES/ES]; Plaza De La Universidad Nº 2, E-02071 Albacete (ES).

(72) Inventores; e

(75) Inventores/Solicitantes (para US solamente): **VAZQUEZ MOLINI, Ana, Maria** [ES/ES]; Plaza De La Universidad Nº 2, E-02071 Albacete (ES). **VILLEN ALTAMIRANO, Jesus** [ES/ES]; Plaza De La Universidad Nº 2, E-02071 Albacete (ES). **SANCHEZ SANTIAGO, Raquel** [ES/ES]; Plaza De La Universidad Nº 2, E-02071 Albacete (ES). **GIBERT FORTUNY, Roger** [ES/ES]; Konik-Tech, Avda. De Cerdanyola 73, E-08190 Sant Cugat Del Valles (Barcelona) (ES).

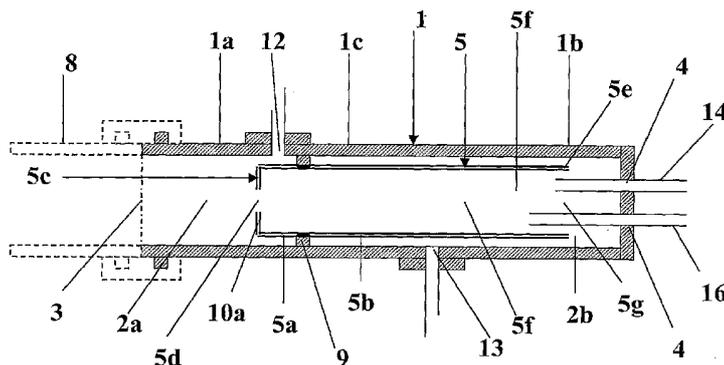
(74) Mandatario: **CARPINTERO LOPEZ, Francisco**; Hertero & Asociados, S.L., Alcala, 35, E-28014 Madrid (ES).

(81) Estados designados (a menos que se indique otra cosa, para toda clase de protección nacional admisible): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LC, LK, LR,

[Continúa en la página siguiente]

(54) Title: INTERPHASE INJECTOR DEVICE FOR THE DIRECT COUPLING OF LIQUID CHROMATOGRAPHY AND GAS CHROMATOGRAPHY

(54) Título: DISPOSITIVO INYECTOR INTERFASE PARA ACOPLAMIENTO DIRECTO DE CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS Y CROMATOGRAFÍA DE GASES



(57) Abstract: The invention relates to an interphase injector device for the direct coupling of liquid chromatography and gas chromatography. The inventive device consists of: an outer body (1) comprising an inner cavity with two internal chambers (2a, 2b) which are separated by a divider element (9, 11a); a first passage (3) which extends from the first chamber (2a) to a waste product conduit (8); and an inner tube (5) which is disposed in the inner cavity and which extends through the divider element (9, 11a). The aforementioned inner tube is equipped with: a first segment (5a) in the first inner chamber (2a); a second segment (5b) in the second inner chamber (2b); an inner channel (5f) which can house an adsorbent material (6) and at least one inorganic wool material (7) which is retained inside the first segment (5a) of the inner tube by retaining means (7); and a first opening (10) which is communicated with the waste product conduit (8) solely by means of the first inner chamber (2a).

[Continúa en la página siguiente]

WO 2006/122993 A1



LS, LT, LU, LV, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(84) Estados designados (*a menos que se indique otra cosa, para toda clase de protección regional admisible*): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), euroasiática (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europea (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK,

Publicada:
— *con informe de búsqueda internacional*

Para códigos de dos letras y otras abreviaturas, véase la sección "Guidance Notes on Codes and Abbreviations" que aparece al principio de cada número regular de la Gaceta del PCT.

(57) Resumen: Un dispositivo inyector interfase para acoplamiento directo de cromatografía de líquidos y cromatografía de gases, que comprende un cuerpo exterior (1) con una oquedad interna con dos cámaras internas (2a, 2b) separadas por un elemento divisor (9, 11a); un primer paso (3) de la primera cámara (2a) hacia un conducto de desecho (8); un tubo interior (5) dispuesto en la oquedad interna y que atraviesa el elemento divisor (9, 11a), y que presenta un primer tramo (5a) en la primera cámara interior (2a), un segundo tramo (5b) en la segunda cámara interior (2b), y un canal interno (5f) susceptible de alojar un material adsorbente (6), y al menos un material de lana inorgánica (7) retenido en el primer tramo (5a) del tubo interior por medios de retención (7), una primera abertura (10) comunicada con la conducción de desecho (8) exclusivamente a través de la primera cámara interior (2a).

**DISPOSITIVO INYECTOR INTERFASE PARA ACOPLAMIENTO DIRECTO
DE CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS Y CROMATOGRAFÍA DE GASES**

CAMPO TÉCNICO DE LA INVENCION

5

La presente invención pertenece al campo técnico de los sistemas del análisis instrumental en química analítica y, particularmente, al sector de los dispositivos que permiten acoplar directamente cromatografía de líquidos y cromatografía de gases.

10

ESTADO DE LA TÉCNICA ANTERIOR A LA INVENCION

15

El uso del acoplamiento directo de la cromatografía de líquidos de alta eficacia y la cromatografía de gases es de gran utilidad para el análisis de mezclas complejas. Las ventajas del empleo de tal sistema multidimensional se centran fundamentalmente en la posibilidad de combinar el potencial de la cromatografía de líquidos como técnica de preparación de muestras con el de la cromatografía de gases con relación a la eficacia del sistema (Grob, K On-Line Coupled LC-GC. Hüthig, Heidelberg, Alemania, 1991; Mondello, L.; Dugo, G.; Bartle, KD. J. Microcol. Sep. 1996, 8, 275-310). De esta forma, es posible disponer de métodos de análisis que no requieren el empleo de procedimientos convencionales de preparación de muestras que, además de ser laboriosos y poco fiables, tienen el gran inconveniente de exigir el empleo de volúmenes relativamente elevados de disolventes orgánicos contaminantes.

20

25

Un aspecto especialmente problemático en relación con al empleo del acoplamiento directo de cromatografía de líquidos y cromatografía de gases se refiere a las características de la interfase necesaria para hacer posible dicho acoplamiento. Se trata de un aspecto que ofrece la dificultad que supone compatibilizar dos sistemas esencialmente diferentes en los que los parámetros de operación son sustancialmente distintos. Las interfases desarrolladas inicialmente permitían exclusivamente el empleo de fase

30

normal en la pre-separación realizada por líquidos ya que, en ese caso, los pequeños volúmenes de vaporización producidos durante la transferencia no suponen dificultades adicionales. Por esta razón, se han diseñado y utilizado diferentes interfases ("autosampler", "on-column", "loop-type") que permiten
5 realizar el acoplamiento directo entre la cromatografía de líquidos en fase normal y la cromatografía de gases (Grob, K. J. Chromatogr. A 1995, 703, 265-76; Vreuls, J.J.; de Jong, G.J.; Ghijsen, R.T.; Brinkman, U.A.Th. J. AOAC. Int. 1994,77,306-27).

Sin embargo, en muchos casos es necesario recurrir al uso de fase
10 inversa en la etapa de cromatografía de líquidos para lograr una determinada separación y, por consiguiente, la ampliación del campo de aplicabilidad del acoplamiento directo de cromatografía de líquidos y cromatografía de gases exige el desarrollo de interfases adecuadas para realizar el acoplamiento directo entre cromatografía de líquidos en fase
15 inversa y cromatografía de gases (Señorans, F.J.; Villén, J; Tabera, J.; Herraiz, M. J. Agric. Food Chem. 1998, 46,1028-27. Villén, J; Blanch, G.P.; Ruiz del Castillo, M. L.; Herraiz, M. J. Agric. Food Chem. 1998, 46, 1027-31). Con este objetivo se han propuesto en los últimos años varios sistemas ("retention gap", "concurrent solvent evaporation", "open tubular trap", etc)
20 (Grob, K. J. Chromatogr. A 1995, 703, 265-76; Vreuls, J.J.; de Jong, G.J.; Ghijsen, R.T.; Brinkman, U.A. Th. J. AOAC. Int. 1994, 77, 306-27) aunque las limitaciones que implica el empleo de eluyentes polares (fundamentalmente los elevados volúmenes de vaporización producidos durante la transferencia y la dificultad de enfocar adecuadamente la banda
25 cromatográfica) han impedido el desarrollo de una interfases que reúna las condiciones exigibles en cuanto a simplicidad, fiabilidad, versatilidad y posibilidad de automatización.

La solicitud de patente WO99/061127, correspondiente a la patente
estadounidense US-6402947-B1 cuyo contenido se incluye en la presente
30 memoria descriptiva por referencia, describe un dispositivo de interfase para el acoplamiento directo de cromatografía de líquidos y cromatografía de

gases, diseñado sobre un esquema básico de un inyector PTV (vaporizador con temperatura programada) modificado de modo que se puede emplear para el acoplamiento directo de cromatografía, de líquidos, en fase normal en fase inversa, y cromatografía de gases y para la introducción de elevados volúmenes en cromatografía de gases. Este dispositivo de interfase comprende un cuerpo exterior con una primera parte extrema, una segunda parte extrema, un tramo intermedio entre dichas partes extremas, y una oquedad interna dividida en una primera cámara interna y una segunda cámara interna, así como un tubo interior dispuesto en dicha oquedad interna. El tubo interior presenta un primer tramo dispuesto en la primera cámara interior, un segundo tramo dispuesto en la segunda cámara interior, terminando el primer tramo en un primer extremo con una primera abertura y terminando el segundo tramo en un segundo extremo, así como un canal interno para alojar un material adsorbente aprisionado entre dos "tapones" de material de lana inorgánica, como por ejemplo lana de vidrio. El primer tramo del tubo interior está comunicado con una conducción de desecho. Asimismo, el cuerpo del inyector comprende un elemento divisor que rodea el tubo interior, y que divide la oquedad interna en la primera cámara interior y la segunda cámara interior. El dispositivo comprende además un sistema para seleccionar una fracción de cromatografía de líquidos y conducirla al tubo interior mediante un primer conducto que penetra al interior del tubo por su extremo libre y una primera válvula conectada al extremo opuesto del primer conducto, y un sistema de descarga para descargar la fracción de cromatografía de líquido al tubo interior.

Este sistema de descarga está diseñado para evitar que, cuando el dispositivo opera en modo de adsorción, que la fracción de cromatografía de líquidos entre en una columna de cromatografía de gases. Para ello, el extremo libre del primer conducto que termina en el interior del tubo interior y un segundo conducto comunicado con la columna de cromatografía de gases que penetra al interior del tubo interior más allá que el primer conducto, de manera que termina más cerca del material adsorbente que el

extremo libre del primer conducto. Asimismo, el sistema de descarga comprende una primera entrada de gas para la entrada de un flujo de gas presurizado a la primera cámara interior del cuerpo exterior y un sistema de evacuación de disolvente que comprende una válvula de salida conectada a un tubo de desecho y que, cuando el sistema opera en modo de desorción está cerrada y está abierta cuando el sistema opera en modo de adsorción, así como un sistema hidráulico para gases que comprende dispositivos reductores de presión, válvulas de apertura y cierre y válvulas de control de flujo conectados a la mencionada primera entrada de gases, a la segunda entrada de gases y a un depósito de gas que contiene gas presurizado para suministrar el flujo de gas presurizado antes mencionado.

Se ha podido constatar que dispositivo inyector interfase descrito en el documento WO99/061127, si bien permite cambiar de una manera eficaz mediante el acoplamiento directo de cromatografía de líquidos y cromatografía de gases, operando en un modo de adsorción y en un modo de desorción, adolece de una serie de inconvenientes. Así, en primer lugar, durante la etapa de adsorción en la que la válvula de salida conectada al tubo de desecho está abierta, se produce una sobrepresión en la primera cámara debida a una paulatina obstrucción del tubo de desecho por trozos del material de lana inorgánica arrastrada por el flujo del disolvente vaporizado y el flujo de gas, produciendo esta sobrepresión una drástica disminución de la sensibilidad de análisis. Estos trozos de material de lana inorgánica provienen de su roce con el extremo del tubo que se aloja en el "tapón" de dicho material que se encuentra entre el material adsorbente y la primera abertura en el primer extremo del tubo interior. Por otra parte, del desprendimiento de estos trozos del material de lana inorgánica también conduce a la progresiva obstrucción de la mencionada válvula de salida y los malfuncionamientos correspondientes.

30

DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

La presente invención tiene por objeto superar los inconvenientes

antes mencionados mediante un dispositivo inyector interfase para acoplamiento directo de cromatografía de líquidos y cromatografía de gases, susceptible de trabajar en un modo de adsorción y en un modo de desorción, que comprende

5 un cuerpo exterior con una primera parte extrema, una segunda parte extrema, un tramo intermedio entre dichas partes extremas, y una oquedad interna en la que se encuentra una primera cámara interna y una segunda cámara interna;

10 al menos un primer paso de la primera cámara hacia un tubo de desecho, y al menos un segundo paso de la segunda cámara hacia el exterior del cuerpo del inyector;

un tubo interior dispuesto en dicha oquedad interna;

un elemento divisor que rodea el tubo interior, y divide la oquedad interna en dicha primera cámara interior y dicha segunda cámara interior;

15 presentando el tubo interior un primer tramo dispuesto en la primera cámara interior, un segundo tramo dispuesto en la segunda cámara interior, terminando el primer tramo en un primer extremo con una primera abertura y terminando el segundo tramo en un segundo extremo, un canal interno que se extiende entre dicha primera y dicha segunda abertura, siendo dicho
20 canal susceptible de alojar al menos un material adsorbente, y al menos un material de lana inorgánica dispuesto en el primer tramo del tubo interior, y estando el primer tramo del tubo interior comunicado con una conducción de desecho;

en cuyo dispositivo

25 el primer extremo del tubo interior presenta medios de retención del material de lana inorgánica,

la primera abertura del tubo interior comunica con el primer paso hacia el tubo de desecho exclusivamente a través de la primera cámara interior.

30 Esta estructura permite la retención del "tapón" del material de lana inorgánica, como lo es la lana de vidrio, sin necesidad de un contacto con el

tubo de desecho por lo que no se produce el roce entre dicho tubo y dicho material. Por otra parte, el hecho de que entre la entrada del tubo de desecho esté interpuesta la primera cámara interior, implica que, al poder tener el tubo de desecho tenga el mismo diámetro que dicha cámara, los trozos de dicho material no puede llegar a obstruir el tubo de desecho ni tampoco la válvula de salida dispuesta en dicho tubo.

De acuerdo con la invención, los medios de retención pueden ser un tabique ocluser en el que se encuentra dicha primera abertura, teniendo dicha primera abertura un diámetro menor que el diámetro del tubo interior, o pueden estar materializados por un estrechamiento progresivo del volumen interior del primer extremo en dirección hacia dicha primera abertura, estando definida dicha primera abertura al final del estrechamiento, por ejemplo mediante una configuración interior troncocónica del primer extremo del tubo interior.

En una realización de la invención, el elemento divisor y la primera cámara interior están definidos por un elemento postizo inmovilizado en dicha primera parte extrema del cuerpo del inyector. A su vez, según otra realización de la invención, el elemento divisor puede estar definido por un primer elemento postizo y la primera cámara interior puede estar definida en un segundo elemento postizo, estando en contacto dicho primer y dicho segundo elemento postizo e inmovilizados en dicha primera parte extrema del cuerpo del inyector. El elemento divisor puede ser por ejemplo un elemento anular con un primer bisel y el segundo elemento postizo un elemento cilíndrico con un segundo bisel, teniendo dichos biseles configuraciones complementarias de tal forma que se contactan en unión de forma.

De acuerdo con la invención, el dispositivo inyector de interfase puede comprender una primera entrada de gas a la primera cámara interior y/o una segunda entrada de gas a la segunda cámara interior. Asimismo, el dispositivo puede comprender un primer conducto conectable a un dispositivo de cromatografía de gases, y un segundo conducto conectable a

un dispositivo de cromatografía de líquidos, penetrando dichos conductos en el canal interior en el segundo tramo de tubo interior por el segundo extremo del tubo interior. Preferentemente, el segundo conducto penetra en dicho canal a una profundidad mayor que el primer conducto.

5 Preferentemente, el tubo interior es de un material inerte, como por ejemplo de cristal.

Puede observarse que el dispositivo de la presente invención resuelve los inconvenientes en los dispositivos inyectoros de interfase de una forma eficaz y mediante una estructura simple y económica, a la vez que puede
10 incorporarse en el sistema descrito en la solicitud de patente WO99/061127 sin necesidad de sustanciales cambios estructurales.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

A continuación se describirán algunos modos de realizar la invención
15 sobre la base de unas figuras en las que

la figura 1 es una vista en sección lateral de una primera realización de la invención;

la figura 2 es una vista en sección lateral correspondiente a la figura 1, pero en la que el tubo interior está relleno de un material adsorbente retenido
20 entre dos "tapones" de lana inorgánica;

la figura 3 es una vista en sección lateral de una segunda realización de la invención;

la figura 4 es una vista en sección lateral de una tercera realización de la invención;

25 la figura 5 es una vista en sección lateral de una cuarta realización de la invención;

la figura 6 es una vista en sección lateral de la cuarta realización de la invención incorporada a un sistema de acoplamiento directo de cromatografía de líquidos y cromatografía de gases;

30 la figura 7 es una vista del área enmarcada con una línea de puntos y rayas en la figura 5.

En estas figuras aparecen referencias numéricas que identifican los siguientes elementos:

- 1 cuerpo del inyector
- 1a primera parte extrema,
- 5 1b segunda parte extrema
- 1c tramo intermedio
- 2a primera cámara interna
- 2b segunda cámara interna
- 3 primer paso de la primera cámara hacia el exterior
- 10 4 segundo paso de la segunda cámara hacia el exterior
- 5 tubo interior dispuesto en la oquedad interna
- 5a primer tramo
- 5b segundo tramo
- 5c primer extremo
- 15 5d primera abertura
- 5e segundo extremo
- 5f canal interno
- 5g segunda abertura
- 6 material adsorbente
- 20 7 material de lana inorgánica
- 8 conducción de desecho
- 9 elemento divisor
- 10a tabique ocluser
- 10b estrechamiento..
- 25 11 elemento postizo inmovilizado en dicha primera parte extrema del cuerpo del inyector.
- 11a primer elemento postizo
- 11b segundo elemento postizo
- 11c primer bisel
- 30 11d segundo bisel
- 12 primera entrada de gas a la primera cámara interior

- 12a entrada en el cuerpo exterior
12b cámara anular
13 segunda entrada de gas a la segunda cámara interior
14 primer conducto
5 15 dispositivo de cromatografía de gases
16 segundo conducto
17 dispositivo de cromatografía de líquidos
18 primer depósito de desecho
19 segundo depósito de desecho
10 20 horno de cromatografía de gases
21 válvula multivía
22 depósito de gas inerte
23 primera electroválvula
24 segunda electroválvula
15 25 tercera electroválvula
26 primer dispositivo controlador con regulador de presión y regulador de flujo
27 segundo dispositivo controlador con regulador de presión y regulador de flujo

20

MODOS DE REALIZAR LA INVENCION

La figura 1 muestra una primera realización del dispositivo de la presente invención, que comprende que presenta un cuerpo exterior 1 con una primera parte extrema 1a, una segunda parte extrema 1b y un tramo intermedio 1c entre dichas partes extremas 1a,1b. En su interior, el cuerpo 1 presenta una oquedad dividida en una primera cámara interna 2a y una segunda cámara interna 2b. La primera cámara presenta un primer paso 3 hacia el exterior del dispositivo, conectado a una conducción de desecho 8. A su vez, la segunda cámara presenta dos pasos 4 hacia el exterior. En la oquedad interna, está dispuesta un tubo interior 5 rodeado por un tabique divisor 9 rodea el tubo interior, y divide la oquedad interna en la primera

30

cámara interior 2a y la segunda cámara interior 2b.

El tubo interior 5, hecho de cristal inerte en sí convencional, comprende un primer tramo 5a dispuesto en la primera cámara interior 2a, un segundo tramo 5b dispuesto en la segunda cámara interior 2b. El primer tramo 5a del tubo interior se remata en un primer extremo 5c con una
5 abertura 5d, mientras su segundo tramo 5b se remata en un segundo extremo 5e con una segunda abertura 5g. Entre la primera y la segunda abertura 5d, 5e se extiende un canal interno 5f en el cual, de acuerdo con lo que puede apreciarse en la figura 2, puede alojarse un material adsorbente 6
10 en si convencional (como por ejemplo TENAX TA) aprisionado entre dos "tapones" de un material de lana inorgánica 7 como por ejemplo fibra de vidrio.

El primer extremo 5c del tubo interior 5 presenta medios de retención en forma de un tabique oclusor 10 que retiene el material de lana inorgánica, y en el que se encuentra la primera abertura 5d, de tal forma que la primera
15 abertura 5d del tubo interior 5 comunica con el primer paso 3 exclusivamente a través de la cámara interior 2a.

El dispositivo inyector de interfase mostrado en las figuras 1 y 2, comprende además una primera entrada de gas 12 a la primera cámara interior 2a, y una segunda entrada de gas 13 a la segunda cámara interior
20 2b.

Asimismo, el dispositivo presenta un primer conducto 14 que atraviesa uno de los pasos 4 en el segundo extremo del cuerpo exterior, para su conexión a un dispositivo de cromatografía de gases (no mostrado en las
25 figuras 1 a 5), y un segundo conducto 16 que atraviesa el otro paso 4 para su conexión a un dispositivo de cromatografía de líquidos (no mostrado en las figuras 1 a 5). Los conductos 14,16 penetran al canal interior 5f del tubo interior 5 por el segundo extremo 5e del tubo. El segundo conducto 16 penetra en dicho canal 5f a una profundidad mayor que el primer conducto
30 14.

La segunda realización de la invención mostrada en la figura 3 se

diferencia de la primera realización mostrada en las figuras 1 y 2 sólo en que los medios de retención están estar materializados por un estrechamiento 10b progresivo del volumen interior del primer extremo 5c del tubo 5 en dirección hacia la primera abertura 5d del tubo 5, de tal forma que esa primera abertura 5d queda definida al final del estrechamiento 10b que, en la
5 realización mostrada en la figura 3 tiene una configuración interior troncocónica.

En la tercera realización de la invención mostrada en la figura 4, el elemento divisor 9 y la primera cámara interior 2a están definidos por un
10 elemento postizo 11 cilíndrico que está inmovilizado en la primera parte extrema 2a del cuerpo exterior 1. En esta realización, la primera entrada de gas 12 penetra a través del cuerpo exterior 1 y el elemento postizo 11. El tubo de desecho 8 se conecta directamente al extremo abierto del elemento postizo 11 que define el paso 3 de la primera cámara 2a al exterior.

En la cuarta realización de la invención mostrada en las figuras 5 y 7,
15 el dispositivo comprende dos elementos postizos 11a, 11b. En la realización mostrada, el primer elemento postizo 11a es un elemento anular provisto de un primer bisel 11c y forma el elemento divisor que separa la primera cámara 2a de la segunda cámara. A su vez, el segundo elemento postizo
20 11b es un cuerpo cilíndrico en cuyo interior queda definida la segunda cámara y que en uno de sus bordes extremos presenta un segundo bisel 11d complementario al primer bisel 11c. El primer elemento postizo 11a y el segundo elemento postizo 11b, están en contacto e inmovilizados en la primera parte extrema del cuerpo exterior 1a. Los biseles 11c, 11d tienen
25 configuraciones complementarias de tal forma que se contactan en unión de forma. La entrada de gas 12 a la cámara interior 2a está comunicada con la entrada en el cuerpo del inyector 12a a través de un espacio anular 12b.

La figura 6 muestra el dispositivo de las figuras 5 y 7 incorporado en un sistema de acoplamiento directo de cromatografía de líquidos y
30 cromatografía de gases que comprende un primer depósito de desecho 18 conectado al paso 3 de la primera cámara interna 2a a través de la

conducción de desecho 8. En la conducción de desecho 8 está dispuesta una primera electroválvula 23, de apertura y cierre.

5 Un depósito de gas inerte 22, como por ejemplo helio, está conectado a la entrada de gas 12 de la primera cámara 2a a través de la entrada 12a y el espacio anular 12b. En el conducto de conexión entre la entrada 12a y el depósito de gas 22, está interpuesta una segunda electroválvula 24, también de apertura y cierre, así como un primer dispositivo controlador con regulador de presión y regulador de flujo. A su vez, el depósito de gas también está conectado, a través de una tercera electroválvula 25 de
10 apertura y cierre, y un primer dispositivo controlador con regulador de presión y regulador de flujo 27, con la segunda entrada 13 que comunica con la segunda cámara interna 2b.

El primer conducto 14 que emerge de la segunda cámara 2b, está conectado a un dispositivo de cromatografía de gases 15 que comprende un
15 horno 20, mientras que el segundo conducto 16 está conectado, a través de una válvula multivía 21, selectivamente con un dispositivo de cromatografía de líquidos 17 y con un segundo depósito de desecho 19.

REIVINDICACIONES

1. Un dispositivo inyector interfase para acoplamiento directo de cromatografía de líquidos y cromatografía de gases, Susceptible de trabajar en un modo de adsorción y en un modo de desorción, que comprende
- 5 un cuerpo exterior (1) con una primera parte extrema (1a), una segunda parte extrema (1b), un tramo intermedio (1c) entre dichas partes extremas (1a,1b), y una oquedad interna en la que se encuentran una primera cámara interna (2a) y una segunda cámara interna (2b);
- 10 al menos un primer paso (3) de la primera cámara (2a) hacia un conducto de desecho (8), y al menos un segundo paso (4) de la segunda cámara (2b) hacia el exterior del cuerpo del inyector;
- un tubo interior (5) dispuesto en dicha oquedad interna;
- un elemento divisor (9,11a) que rodea el tubo interior (5) y que separa
- 15 dicha primera cámara interior (2a) de dicha segunda cámara interior (2b);
- presentando el tubo interior (5)
- un primer tramo (5a) dispuesto en la primera cámara interior (2a), un segundo tramo (5b) dispuesto en la segunda cámara interior (2b), terminando el primer tramo (5a) en un primer extremo (5c) con una primera
- 20 abertura (10) y terminando el segundo tramo (5b) en un segundo extremo (5e) con una segunda abertura (5g);
- un canal interno (5f) que se extiende entre dicha primera y dicha segunda abertura (5d,5g), siendo dicho canal (5e) susceptible de alojar al menos un material adsorbente (6), y al menos un material de lana inorgánica
- 25 (7) dispuesto el primer tramo (5a) del tubo interior;
- caracterizado** porque
- el primer extremo (5c) del tubo interior (5) presenta medios de retención (10a,10b) del material de lana inorgánica (7),
- la primera abertura (10) del tubo interior (5) comunica con el primer
- 30 paso (3) hacia la conducción de desecho (8) exclusivamente a través de la primera cámara interior (2a).

- 5 2. Un dispositivo inyector interfase según la reivindicación 1, caracterizado porque dichos medios de retención son un tabique oclisor (10) en el que se encuentra dicha primera abertura (5d), teniendo dicha primera abertura (5d) un diámetro menor que el diámetro interno del tubo interior (5).
- 10 3. Un dispositivo inyector interfase según la reivindicación 1, caracterizado porque los medios de retención están definidos por un estrechamiento del volumen interior del primer extremo (5c) del tubo (5) se estrecha progresivamente en dirección hacia dicha primera abertura (5d), estando definida dicha primera abertura (5d) al final del estrechamiento (10b).
- 15 4. Un dispositivo inyector interfase según la reivindicación 3, caracterizado porque el primer extremo del tubo (5c) interior tiene una configuración interior troncocónica.
- 20 5. Un dispositivo inyector interfase según la reivindicación 1, caracterizado porque el elemento divisor (9) y la primera cámara interior (2a) están definidos por un elemento postizo (11) inmovilizado en dicha primera parte extrema (1a) del cuerpo del inyector (1).
- 25 6. Un dispositivo inyector interfase según la reivindicación 1, caracterizado porque el elemento divisor está definido por un primer elemento postizo (11a) y la primera cámara interior (2a) está definida en un segundo elemento postizo (11b), estando en contacto dicho primer y dicho segundo elemento postizo (11a,11b) e inmovilizados en dicha primera parte extrema (1a) del inyector (1).
- 30 7. Un dispositivo inyector interfase según la reivindicación 6, caracterizado porque el primer elemento postizo (11a) es un elemento anular

con un primer bisel (11c) y el segundo elemento postizo (11b) es un elemento cilíndrico con un segundo bisel (11d), teniendo dichos biseles (11c,11d) configuraciones complementarias de tal forma que se contactan en unión de forma.

5

8. Un dispositivo inyector interfase según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el tubo interior (5) es de cristal.

10

9. Un dispositivo inyector interfase según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque comprende una primera entrada de gas (12) a la primera cámara interior (2a).

15

10 Un dispositivo inyector interfase según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque comprende una segunda entrada de gas (13) a la segunda cámara interior (2a).

20

11. Un dispositivo inyector interfase según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque comprende un primer conducto (14) conectable a un dispositivo de cromatografía de gases (15), y un segundo conducto (16) conectable a un dispositivo de cromatografía de líquidos (17), penetrando dichos conductos (14,16) en el canal interior (5f) en el segundo tramo (5b) de tubo interior (5) por el segundo extremo (5e) de dicho tubo interior (5).

25

12. dispositivo inyector interfase según la reivindicación 11, caracterizado porque el segundo conducto (16) penetra en dicho canal (5f) a una profundidad mayor que el primer conducto (14).

30

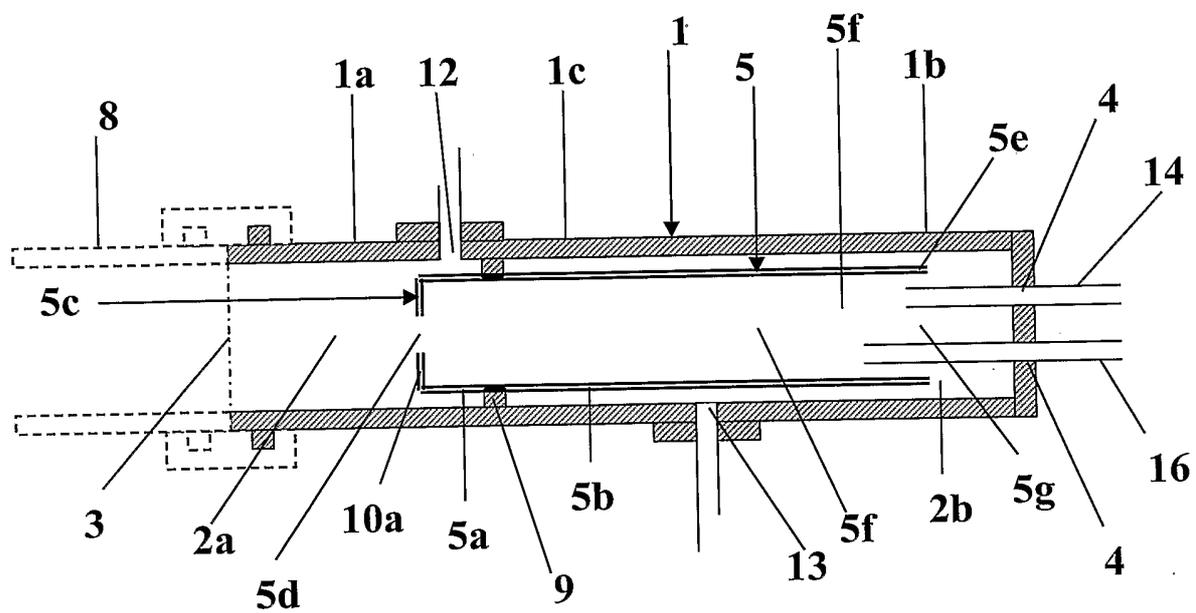


Fig. 1

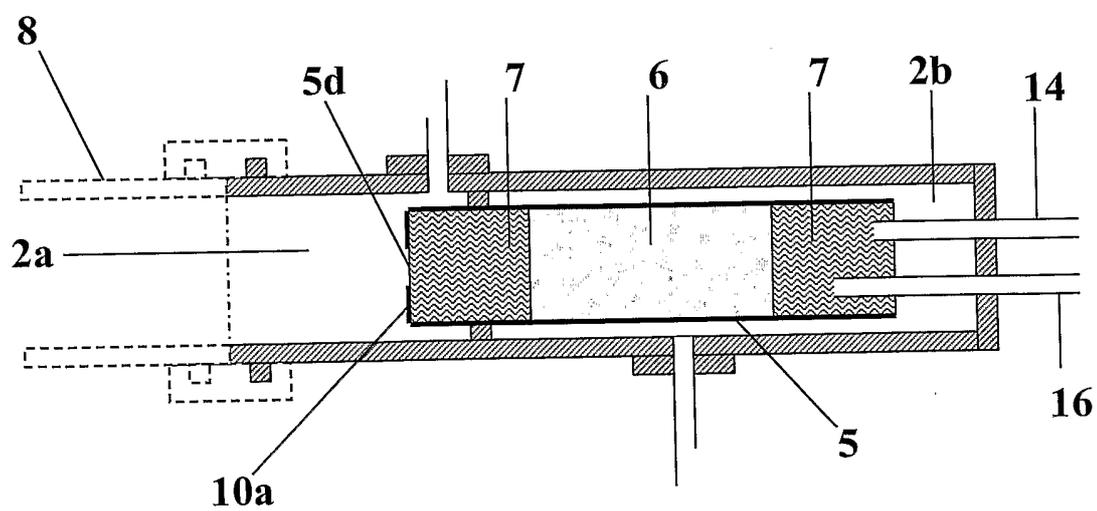


Fig. 2

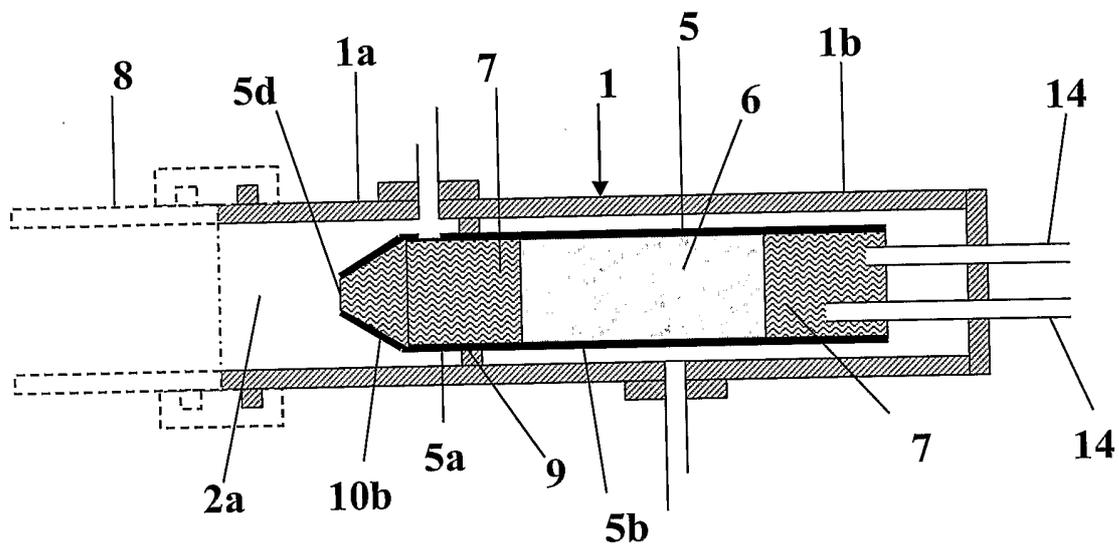


Fig. 3

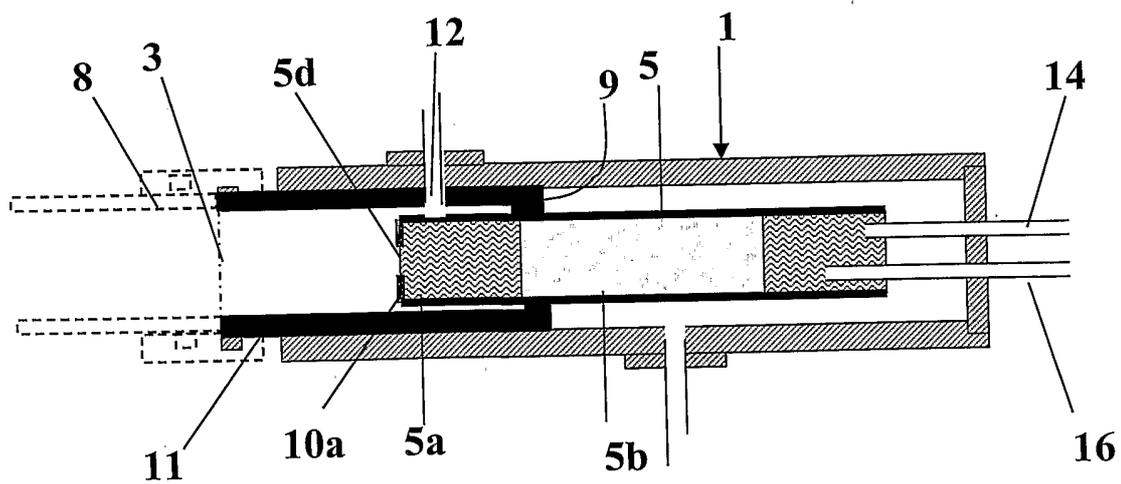


Fig. 4

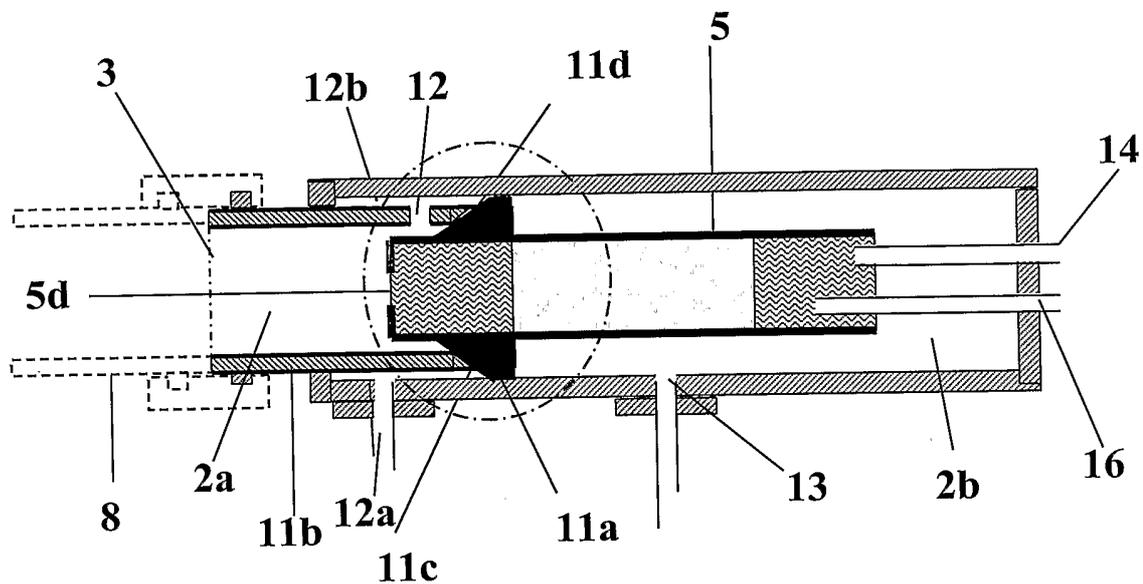


Fig. 5

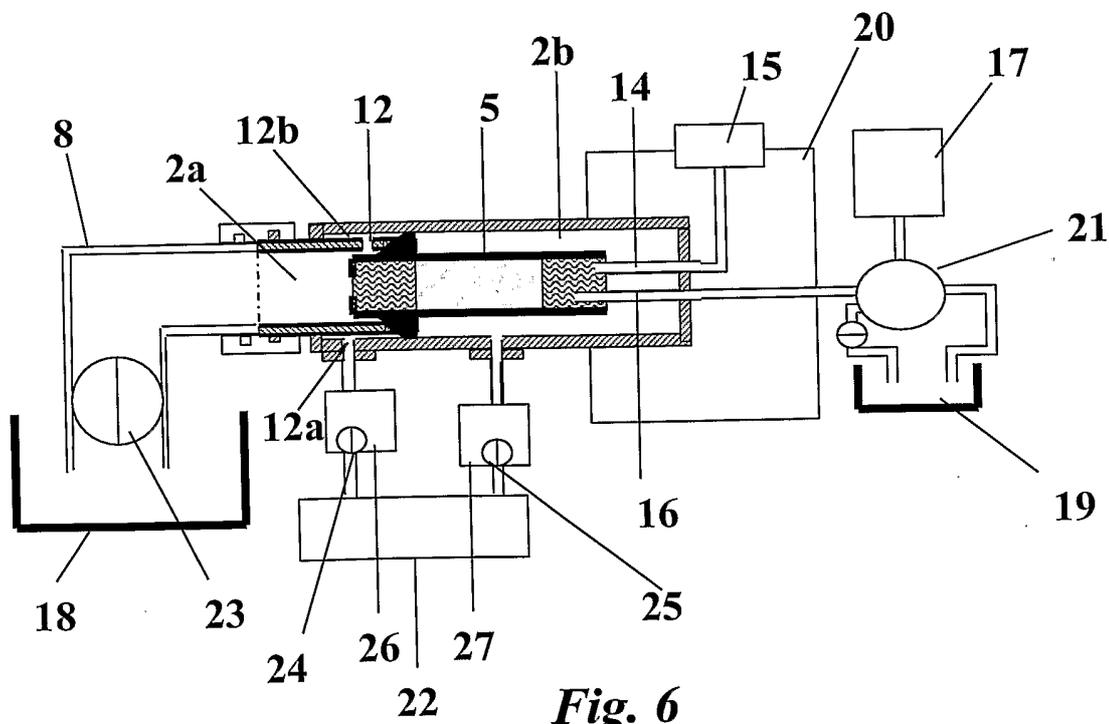


Fig. 6

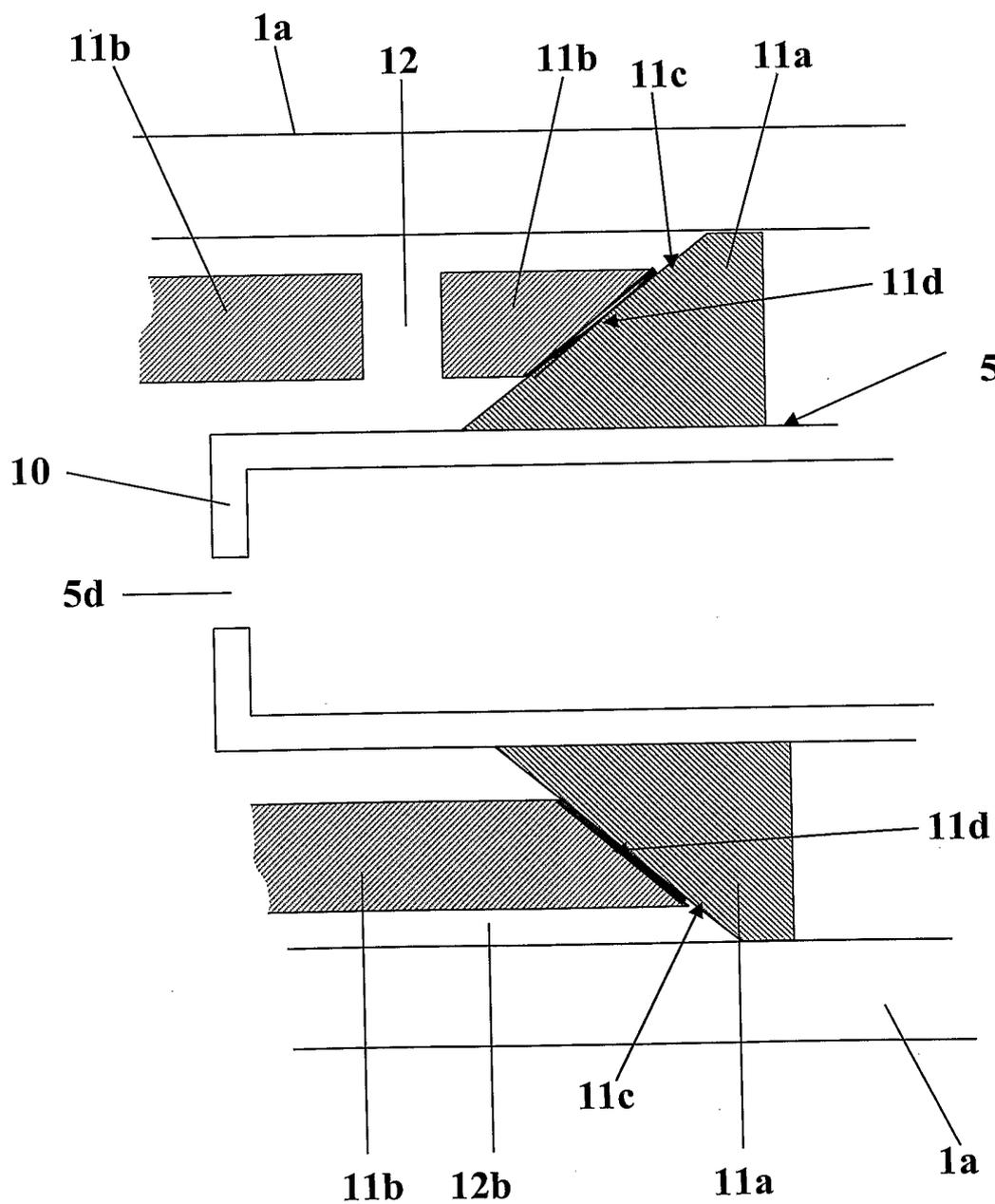


Fig. 7

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/ES 2006/000154

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

see extra sheet

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

G01N, B01D

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CIBEPAT, EPODOC, WPI, TXTE

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	WO 99/61117 A1 (CONSEJO SUPERIOR DE INVESTIGACIONES CIENTIFICAS et al.) 02.12.1999, abstract; page 6, line 5 - page 7, line 31; figure 1	1-12
Y	US 2005/032230 A1 (JALIL) 10.02.2005, figure 2, paragraphs [16-18];	1-12
A	US 3258467 A (US ATOMIC ENERGY COMMISSION) 28.06.1966, column 2, line 62 - column 3, line 2; figure 2	1-4
A	US 4793920 A (CORTES et al.) 27.12.1988, abstract; column 1, lines 43-53	

 Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance.

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure use, exhibition, or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

09.Aout.2006 (09.08.2006)

Date of mailing of the international search report

17-08-2006

Name and mailing address of the ISA/
O.E.P.M.Paseo de la Castellana, 75 28071 Madrid, España.
Facsimile No. 34 91 3495304

Authorized officer

A. Figuera González

Telephone No. + 34 91 3495516

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No.

PCT/ ES 2006/000154

Patent document cited in the search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 9961127 A	02.12.1999	AU 3711399 A ES 2152153 A US 6402947 B	13.12.1999 16.01.2001 11.06.2002
-----	-----	-----	-----
US2005032230A A	10.02.2005	NONE	-----
-----	-----	-----	-----
US3258467A A	28.06.1966	NONE	-----
-----	-----	-----	-----
US 4793920 A	27.12.1988	EP 0231684 A JP 62282262 A JP 7040026 B JP 2004743 C CA 1274190 A DE 3679901 D	12.08.1987 08.12.1987 01.05.1995 20.12.1995 18.09.1990 25.07.1991
-----	-----	-----	-----

CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

G01N 30/46 (2006.01)

B01D 15/08 (2006.01)

INFORME DE BÚSQUEDA INTERNACIONAL

Solicitud internacional nº
PCT/ ES 2006/000154

A. CLASIFICACIÓN DEL OBJETO DE LA SOLICITUD

Ver hoja adicional

De acuerdo con la Clasificación Internacional de Patentes (CIP) o según la clasificación nacional y CIP.

B. SECTORES COMPRENDIDOS POR LA BÚSQUEDA

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

G01N, B01D

Otra documentación consultada, además de la documentación mínima, en la medida en que tales documentos formen parte de los sectores comprendidos por la búsqueda

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda internacional (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

CIBEPAT, EPODOC, WPI, TXTE

C. DOCUMENTOS CONSIDERADOS RELEVANTES

Categoría*	Documentos citados, con indicación, si procede, de las partes relevantes	Relevante para las reivindicaciones nº
Y	WO 99/61127 A1 (CONSEJO SUPERIOR DE INVESTIGACIONES CIENTIFICAS et al.) 02.12.1999, resumen; página 6, línea 5 - página 7, línea 31; figura 1	1-12
Y	US 2005/032230 A1 (JALIL) 10.02.2005, figura 2, párrafos [16-18]; figura 2	1-12
A	US 3258467 A (US ATOMIC ENERGY COMMISSION) 28.06.1966, columna 2, línea 62 - columna 3, línea 2; figura 2	1-4
A	US 4793920 A (CORTES et al.) 27.12.1988, resumen; columna 1, líneas 43-62	1-4

En la continuación del Recuadro C se relacionan otros documentos Los documentos de familias de patentes se indican en el Anexo

<p>* Categorías especiales de documentos citados:</p> <p>“A” documento que define el estado general de la técnica no considerado como particularmente relevante.</p> <p>“E” solicitud de patente o patente anterior pero publicada en la fecha de presentación internacional o en fecha posterior.</p> <p>“L” documento que puede plantear dudas sobre una reivindicación de prioridad o que se cita para determinar la fecha de publicación de otra cita o por una razón especial (como la indicada).</p> <p>“O” documento que se refiere a una divulgación oral, a una utilización, a una exposición o a cualquier otro medio.</p> <p>“P” documento publicado antes de la fecha de presentación internacional pero con posterioridad a la fecha de prioridad reivindicada.</p>	<p>“T” documento ulterior publicado con posterioridad a la fecha de presentación internacional o de prioridad que no pertenece al estado de la técnica pertinente pero que se cita por permitir la comprensión del principio o teoría que constituye la base de la invención.</p> <p>“X” documento particularmente relevante; la invención reivindicada no puede considerarse nueva o que implique una actividad inventiva por referencia al documento aisladamente considerado.</p> <p>“Y” documento particularmente relevante; la invención reivindicada no puede considerarse que implique una actividad inventiva cuando el documento se asocia a otro u otros documentos de la misma naturaleza, cuya combinación resulta evidente para un experto en la materia.</p> <p>“&” documento que forma parte de la misma familia de patentes.</p>
--	--

Fecha en que se ha concluido efectivamente la búsqueda internacional.

09.Agosto.2006 (09.08.2006)

Fecha de expedición del informe de búsqueda internacional

17 AGOSTO 1006 (17-08-2006)

Nombre y dirección postal de la Administración encargada de la búsqueda internacional

O.E.P.M.

Funcionario autorizado

A. Figuera González

Paseo de la Castellana, 75 28071 Madrid, España.

Nº de fax 34 91 3495304

Nº de teléfono + 34 91 3495516

CLASIFICACIÓN DEL OBJETO DE LA SOLICITUD

G01N 30/46 (2006.01)

B01D 15/08 (2006.01)