



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 301 503**

51 Int. Cl.:
G01N 30/60 (2006.01)
B01D 15/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **01107999 .3**
86 Fecha de presentación : **29.03.2001**
87 Número de publicación de la solicitud: **1143243**
87 Fecha de publicación de la solicitud: **10.10.2001**

54 Título: **Columna de cromatografía.**

30 Prioridad: **06.04.2000 DE 100 17 756**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.07.2008

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.07.2008

73 Titular/es: **K.D. Pharma Bexbach Gesellschaft mit
beschränkter Haftung
Am Kraftwerk 6
66540 Bexbach, DE**

72 Inventor/es: **Krumbholz, Ernst Rudolf y
Schirra, Norbert**

74 Agente: **Roeb Díaz-Álvarez, María**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

ES 2 301 503 T3

DESCRIPCIÓN

Columna de cromatografía.

5 La invención se refiere a una columna de cromatografía, compuesta de un cilindro hueco, en particular de al menos 200 mm de diámetro interior y al menos 300 mm de longitud, que contiene el empaquetado de la columna de cromatografía en una sección de la cámara del cilindro y que está relleno con el eluyente como medio de presión en otra sección de la cámara del cilindro, estando ambas secciones separadas por un émbolo y estando previsto un conducto para el eluyente que se aproxima a alta presión a través del émbolo, cuya salida está formada por un elemento que subdivide el flujo del eluyente en una multitud de pequeños flujos parciales.

10 Se conoce una columna de cromatografía de este tipo por el documento DE-A-19533694. El eluyente se aproxima hacia el émbolo a través del vástago del émbolo, que atraviesa la sección rellena con el medio de presión de la cámara del cilindro. El émbolo ejerce una fuerza sobre el empaquetado e impide con ello que se generen huecos en el empaquetado por la deformación plástica del empaquetado durante el funcionamiento. Para la generación de presión suficiente sobre el émbolo, en el documento DE-A-19533694 se propone que exista una fuente de presión en la bomba de alimentación de la columna de cromatografía y que el émbolo esté configurado como émbolo diferencial o que el eluyente se introduzca en la columna de cromatografía a través de una válvula de desahogo de presión dispuesta en dirección del flujo tras una ramificación hacia la cámara del cilindro afectada, de forma que la presión en la otra sección citada de la cámara del cilindro sea mayor que la presión del eluyente que se aproxima al vástago del émbolo y se introduce por el émbolo.

20 Se conoce del documento US-A-5486289 una columna de cromatografía que en principio funciona igual. Sin embargo, en este caso no experimenta una sobrepresión en el lado exterior del émbolo, sino que la sección de la cámara del cilindro que contiene el empaquetado a pesar del flujo del eluyente experimenta una subpresión. En vez de un vástago de émbolo hueco está presente una alimentación flexible para el eluyente; está colocada a través de un extremo, aquí abierto, del cilindro.

La invención tiene el objetivo de crear un dispositivo simplificado.

30 Según la invención este objetivo se consigue en una columna del tipo descrito al principio, abriendo la entrada del conducto del eluyente a través del émbolo directamente hacia la otra sección citada de la cámara del cilindro.

El conducto del eluyente a través del émbolo se alimenta por el medio de presión.

35 Una alimentación separada del eluyente por medio de un vástago de émbolo o alimentación flexible no es necesaria.

40 Como se demuestra, es totalmente suficiente la diferencia resultante de las condiciones de flujo entre las presiones delante y detrás del émbolo para que se ejerzan fuerzas sobre el empaquetado. Sobre todo, es importante que el eluyente salga del émbolo como una multitud de pequeños flujos parciales distribuidos, lo más homogéneos posible, sobre la superficie del émbolo y se introduzca en el empaquetado de la misma forma al apoyarse el émbolo completamente sobre el empaquetado y de este modo no preestablecer la formación de canales en el empaquetado.

45 De forma adecuada, la entrada del conducto del eluyente a través del émbolo también está formada por un elemento que subdivide el flujo del eluyente en una multitud de pequeños flujos parciales y, por cierto, sólo está presente un elemento de este tipo, de tal manera que el émbolo sólo se compone de un filtro o tejido filtrante, o tela no tejida, o similar sujeto entre dos placas filtrantes, que está preferiblemente provisto de un armazón a modo de guía adyacente a la pared del cilindro.

50 El émbolo usado según la invención puede estar dispuesto, de forma simple y múltiple, con ventaja también en el empaquetado en una configuración, en la que también la entrada del conducto del eluyente a través del émbolo esté formada por un elemento que subdivide el flujo del eluyente en multitud de pequeños flujos parciales, y dispuesto también con ventaja en el empaquetado una o varias veces. Éste impide aquí igualmente la formación de canales y huecos semejantes, en todo caso en la medida en que no puede continuar a través del émbolo.

55 Esta disposición del émbolo en el empaquetado es independiente de que se disponga un émbolo igual en el empaquetado o de que se realice una disposición según el estado de la técnica.

60 Para cumplir su función como guía, que permite seguir al filtro o similar sin inclinación los movimientos de deposición del empaquetado, el armazón tiene preferiblemente una superficie envolvente en forma de cilindro plano, pero justo suficientemente alto. Dos superficies de apoyo más estrechas dispuestas a una distancia suficiente entre sí serían igualmente posibles.

65 La columna de cromatografía es especialmente para la cromatografía preparatoria prevista con una fase móvil supercrítica o líquida, evidente pero en general aplicable.

ES 2 301 503 T3

Por ejemplo, entran en consideración también pequeñas columnas de cromatografía de por ejemplo 4 a 10 mm de diámetro para cromatografía analítica o semipreparatoria, en las que hasta el momento no se ha dispuesto ningún émbolo en el empaquetado.

- 5 Para los diámetros más pequeños también son posibles dado el caso formas de émbolo más sencillas, por ejemplo, una frita cilíndrica o sólo una placa perforada sin guía especial en la pared del cilindro contra la basculación. Sería también posible la combinación de una placa perforada, o algo parecido, con un émbolo cilíndrico fijado débilmente, que presenta uno o varios taladro(s) axial(es) preferiblemente de este tipo de secciones transversales, de manera que
10 tenga una resistencia al flujo algo mayor que la placa perforada y, por ello, ejerza una fuerza sobre la placa perforada, que intenta mantener equilibrada. El émbolo podría presentar una escotadura en su lado inferior y estar colocado sobre la placa perforada sólo por el borde.

El dibujo reproduce un ejemplo de realización de la invención.

- 15 Muestra una sección de una columna de cromatografía en corte longitudinal axial.

Un cilindro hueco 1, por ejemplo, de acero fino, está cerrado mediante dos paredes frontales, de las cuales sólo la pared frontal 2 aparece en el dibujo. La pared frontal 2 está atornillada con 3 al cilindro hueco 1 y sellada mediante anillos de obturación 30. Una pieza insertada 5, que forma el extremo de un tubo de alimentación 4 mediante una placa
20 20 atornillada a la pared frontal 2 y una junta 21 atornillada, y que se sujeta por ésta, desemboca en una cámara de presión 6 conformada en la pared frontal 2, de la que salen hacia fuera los taladros de salida 7 en orientación en forma radial.

- 25 Entre ellos se encuentra una sección de la cámara del cilindro 9 limitada por un émbolo 8. El émbolo 8 está colocado sobre el empaquetado 10 de la columna de cromatografía.

El émbolo 8 está compuesto de un armazón 11 y una disposición de un tejido filtrante 12 entre dos placas perforadas 13, que están ajustadas adyacentes frontalmente al armazón 11 y unidas con el armazón 11 mediante tres tornillos 14. Los tornillos 14 agarran con resaltes 15 radiales de la estrecha sección transversal del armazón. En dirección axial,
30 el armazón 11, con una superficie exterior cilíndrica adyacente a la pared interior del cilindro hueco 1, tiene una prolongación con la que se protege el émbolo 8 contra basculaciones y bloqueos. Un anillo de obturación 16 en una hendidura de contorno del émbolo 8 no es completamente indispensable para la función.

- 35 El eluyente introducido en la sección de la cámara del cilindro 9 pasa a través del conducto de alimentación 4, la pieza insertada 5, la cámara de presión 6 y los taladros de salida 7, como se indica con el grupo de flechas paralelas, a través de las placas perforadas 13 y el tejido filtrante 12 del émbolo 8 hacia el empaquetado 10, a través del cuál entonces sigue fluyendo en dirección axial.

Como consecuencia de la resistencia de flujo formada por el émbolo 8 predomina en la cámara del cilindro 9 delante del émbolo 8 una presión algo mayor que en la dirección del flujo detrás del émbolo 8. La diferencia de presión es suficiente para mantener el émbolo en asiento lleno en el empaquetado e impedir la generación de cualquier tipo de irregularidades en la superficie del empaquetado. La distribución homogénea del flujo sobre la sección transversal libre del armazón 11 y, con ello, esencialmente sobre toda la sección transversal del cilindro hueco 1 a través de la placa perforada 13 y el tejido filtrante 12 consigue desde el principio un perfil de flujo homogéneo en el empaquetado,
45 que previene la formación de huecos. A ello también contribuye la homogénea distribución de presión del eluyente sobre la sección transversal de las placas perforadas 13 y del tejido filtrante 12, que no se logra con la introducción del eluyente en el émbolo a través del vástago del émbolo conforme al estado de la técnica y la propagación dentro del émbolo mediante un sistema de canales. El émbolo 8 sigue la contracción del empaquetado 10 que se produce con el transcurso del tiempo por sí mismo.

- 50 Con una disposición de un émbolo igual o semejante en el empaquetado, particularmente en su zona superior, puede homogeneizarse otra vez el perfil de flujos en la zona correspondiente, dado el caso, otra vez más o varias veces más adelante.

55 Documentos citados en la descripción

Esta lista de documentos citados por el solicitante tiene por objeto únicamente ser de utilidad para el lector y no forma parte del documento de patente europea. Dicha lista de documentos ha sido elaborada con gran cuidado; no obstante, no se puede excluir completamente la posibilidad de errores u omisiones y la OEP declina toda responsabilidad a este respecto.

Documentos de patente citados en la descripción

- 65 • DE 19533694 A [0002] [0002] • US 5486289 A [0003]

REIVINDICACIONES

5 1. Columna de cromatografía, compuesta de un cilindro hueco (1) que contiene el empaquetado (10) de la columna de cromatografía en una sección de la cámara del cilindro y que está relleno, en otra sección (9) de la cámara del cilindro, con el eluyente como medio de presión, estando ambas secciones separadas por un émbolo (8) y estando previsto un conducto (12, 13) para el eluyente que se aproxima a alta presión a través del émbolo (8), cuya salida está formada por un elemento (12, 13) que subdivide el flujo del eluyente en una multitud de pequeños flujos parciales, **caracterizada** porque la entrada del conducto (12, 13) del eluyente a través del émbolo (8) está abierta directamente hacia la otra sección (9) citada de la cámara del cilindro.

15 2. Columna de cromatografía, compuesta de un cilindro hueco (1), que contiene el empaquetado (10) de la columna de cromatografía y por el que pasa el eluyente y que presenta un émbolo (8), en la que está previsto un conducto (12, 13) del eluyente sometido a alta presión a través del émbolo (8), cuya salida está formada por un elemento (12, 13) que subdivide el flujo del eluyente en una multitud de pequeños flujos parciales, **caracterizada** porque el émbolo (8) está dispuesto en el empaquetado (10) y también la entrada del conducto (12, 13) del eluyente a través del émbolo (8) está formada por un elemento que subdivide el flujo del eluyente en una multitud de pequeños flujos parciales.

20 3. Columna de cromatografía según la reivindicación 1, **caracterizada** porque también la entrada del conducto del eluyente a través del émbolo (8) está formada por un elemento (12, 13) que subdivide el flujo del eluyente en una multitud de pequeños flujos parciales.

25 4. Columna de cromatografía según la reivindicación 2 ó 3, **caracterizada** porque el émbolo (8) se compone sólo de un elemento (12, 13) que subdivide el flujo en una multitud de pequeños flujos parciales, que está provisto de un armazón (11) adyacente a la pared del cilindro a modo de guía.

5. Columna de cromatografía según la reivindicación 4, **caracterizada** porque el elemento es un filtro o un tejido (12) filtrante, o tela no tejida, sostenido al menos por un lado mediante una placa filtrante (13).

30 6. Columna de cromatografía según la reivindicación 4 ó 5, **caracterizada** porque el armazón (11) tiene una superficie envolvente en forma de un cilindro plano.

35 7. Columna de cromatografía según la reivindicación 2 ó 3, **caracterizada** porque, en caso de un diámetro de columna inferior a 50 mm, el émbolo (8) se compone de un filtro sin guía contra basculación adyacente a la pared del cilindro o un tejido (12) filtrante, o tela no tejida, sostenido al menos por una parte mediante una placa filtrante (13).

40 8. Columna de cromatografía según la reivindicación 7, **caracterizada** porque sobre el émbolo (8) hay un émbolo cilíndrico, que presenta uno o más taladros axiales y tiene preferiblemente una resistencia al flujo algo mayor que el filtro (13) o tejido (12) filtrante, o tela no tejida.

9. Columna de cromatografía según la reivindicación 8, **caracterizada** porque el émbolo (8) presenta una escotadura en su lado inferior de manera que está colocado sobre el filtro (13) o tejido (12) filtrante, o tela no tejida, sólo por el borde.

45 10. Columna de cromatografía según la reivindicación 2 ó 3, **caracterizada** porque en caso de un diámetro de columna inferior a 10 mm, el émbolo (8) se compone sólo de una frita.

