ROYAUME DE BELGIQUE

BREVET D'INVENTION

NUMERO DE PUBLICATION : 1014658A5

NUMERO DE DEPOT : 2002/0121

Classif. Internat. : G01N

Date de délivrance le : 03 Février 2004

SPF ECONOMIE, P.M.E.,

CLASSES MOYENNES & ENERGIE

Le Ministre de l'Economie,

Vu la Convention de Paris du 20 Mars 1883 pour la Protection de la propriété intellectuelle;

Vu la loi du 28 Mars 1984 sur les brevets d'invention, notamment l'article 22;

Vu l' arrêté royal du 2 Décembre 1986 relatif à la demande, à la délivrance et au maintien en vigueur des brevets d'invention, notamment l'article 28;

Vu le procès verbal dressé le 22 Février 2002 à 14H40 à l 'Office de la Propriété Intellectuelle

ARRETE:

ARTICLE 1.- Il est délivré à : AGILENT TECHNOLOGIES, INC.
395 Page Mill Road, PALO ALTO, CA 94306(ETATS-UNIS D'AMERIQUE)

représenté(e)(s) par : ADYNS Gilbert, OFFICE KIRKPATRICK S.A., Avenue Wolfers 32 - B 1310 LA HULPE.

un brevet d' invention d' une durée de 20 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles, pour : TECHNIQUE DE SCELLAGE D'UNE COLONNE CAPILLAIRE.

INVENTEUR(S) : Rittenhouse David, 8609 Ackerman Way, Fair Oaks, CA 95628 (USA)

PRIORITE(S) 23.02.01 US USA09791332

ARTICLE 2.- Ce brevet est délivré sans examen préalable de la brevetabilité de l'invention, sans garantie du mérite de l'invention ou de l'exactitude de la description de celle-ci et aux risques et périls du(des) demandeurs(s).

Pour expédition certifiée conforme

PETIT M.
Conseiller adjoint

Bruxelles, le 03 Février 2004
PAR DELEGATION SPECIALE :

PETIT M.
Conseiller adjoint

Technique de scellage d'une colonne capillaire.

Domaine technique.

L'invention concerne des colonnes capillaires utilisées pour analyser des substances chimiques. Plus spécifiquement, l'invention concerne un nouveau procédé pour la création d'un joint étanche aux fluides entre une colonne capillaire et un connecteur.

Arrière-plan de l'invention.

Un appareil chromatographique utilisé pour la chromatographie à la fois en phase gazeuse et en phase liquide emploie typiquement des colonnes capillaires pour former des passages de réglage pour les substances à analyser. Comme domaines d'application techniques pour les colonnes capillaires, on peut citer la chromatographie en phase gazeuse, la chromatographie en phase liquide à micro-orifice, l'électrophorèse capillaire et la chromatographie en phase fluide supercritique. Dans la plupart des applications analytiques d'aujourd'hui, on utilise des colonnes capillaires de verre, de métal ou de silice fusionnée souple. Occasionnellement, des capillaires polymères sont également utilisés. Fréquemment, il est nécessaire de joindre deux pièces de colonnes capillaires ensemble pour réparer une colonne brisée, pour optimiser une séparation chimique en joignant des colonnes différentes, pour étendre la longueur de la colonne ou pour ajouter des intervalles de rétention ou des colonnes de garde. Dans la plupart des applications analytiques, les extrémités de la colonne doivent être

également raccordées à un injecteur d'échantillon et à un détecteur.

On connaît dans la technique des connecteurs pour recevoir un flux de fluide dans un premier conduit porteur de fluide et pour distribuer ensuite le flux de fluide reçu à un second conduit porteur de fluide. Dans de nombreux cas, le raccordement de fluide est obtenu par manipulation manuelle de composants séparés qui constituent le connecteur, notamment par alignement et compression d'une virole sur une colonne qui est ajustée sur un dispositif récepteur.

Les exigences imposées à un connecteur capillaire pratique pour une utilisation générale dans des applications de chromatographie sont fortes. Le connecteur doit être à même de résister au contact normal avec des substances chimiquement réactives et des solvants organiques. Il ne doit pas fuir lorsqu'il fonctionne à des pressions internes absolues de zéro à plusieurs milliers de kg/m^2 et sur des cycles de température allant d'une température sous-ambiante à plusieurs centaines de degrés Celsius. La masse thermique doit être petite et la conductibilité thermique élevée pour maintenir l'équilibre thermique entre la colonne et son voisinage immédiat. Le volume mort dans le joint doit être aussi proche que possible de zéro.

De nombreux connecteurs ont été conçus pour traiter le besoin de la mise en œuvre d'un couplage étanche aux fluides entre des extrémités de colonne et des connecteurs. Certains connecteurs utilisent une virole avec un extérieur tronconique et un orifice

longitudinal. L'extrémité de la colonne est insérée par l'orifice de la virole et, ensuite, l'ensemble colonne-virole est inséré à l'intérieur du connecteur. L'intérieur du connecteur est façonné pour recevoir la virole. On applique ensuite une pression à la virole par le biais d'un élément de fixation fileté pour créer un joint étanche aux fluides. D'autres connecteurs connus sous le nom de connecteurs à ajustage serré sont constitués d'un tube allongé en verre creux qui a une configuration conique. Les connecteurs à ajustage serré ont un orifice interne conique qui se rétrécit de l'extrémité à la partie centrale. En service, une extrémité de la colonne est insérée dans l'extrémité ouverte du connecteur et déplacée en position d'ajustage serré. Des tubes de verre à ajustage serré ont été également utilisés avec une virole et un ajustage à compression à chaque extrémité pour se sceller contre la colonne capillaire. Ces procédés sont également utilisés pour raccorder les extrémités de deux colonnes ensemble par un joint étanche aux fluides.

Les connecteurs connus offrent un faible volume mort et des raccordements chimiquement inertes, mais souffrent de plusieurs inconvénients. Les connecteurs du style à virole et compression requièrent plusieurs pièces mobiles et un assemblage soigné. De nombreux connecteurs requièrent des joints d'étanchéité élastomères séparés pour assurer un raccordement étanche aux fluides. Les composants utilisés pour constituer le joint d'étanchéité doivent être chimiquement inertes aux substances utilisées dans le procédé chromatographique analytique et doivent présenter une bonne stabilité à la

température. Ces composants augmentent le coût et la complexité du joint étanche aux fluides et du connecteur. Tous ces raccordements présentent des fuites plus importantes aux températures élevées, des fuites plus importantes après un cycle thermique et une sensibilité aux tensions/couples appliqués à l'emplacement d'étanchéité aux fluides. Le connecteur conique de la variété à ajustage serré a la réputation de souffrir d'une étanchéité aux fluides inconsistante, en particulier avec des colonnes capillaires de silice fusionnée à haute température modernes. A température élevée, le joint étanche aux fluides a la réputation de fuir et de se détacher.

Résumé de l'invention.

On décrit un procédé et un appareil pour l'établissement d'un joint étanche aux fluides entre des colonnes capillaires et des connecteurs à orifice interne conique effilé. Ces procédés et appareils peuvent être utilisés pour fixer l'extrémité d'une colonne à un orifice d'injecteur ou à un détecteur. Les procédés et appareils peuvent également être utilisés pour joindre deux colonnes capillaires ensemble bout à bout en utilisant un connecteur de raccordement. Outre l'établissement de joints étanches aux fluides pour tubes capillaires, ces procédés et appareils peuvent être utilisés sur une variété d'objets tubulaires, tels que sur des tubes à orifice plus grand tels que des colonnes à micro-orifice et des colonnes à méga-orifice.

Le joint étanche aux fluides amélioré est généralement obtenu par les étapes suivantes : 1) une longueur auxiliaire de tube est ajustée étroitement sur

le diamètre extérieur de la colonne capillaire de sorte qu'une courte longueur de la colonne capillaire reste exposée; 2) la colonne capillaire est ajustée de manière serrée dans un connecteur ayant un orifice interne de forme conique effilée pour créer un joint étanche aux fluides; et 3) le tube auxiliaire est ensuite déplacé dans le connecteur et ajusté de manière serrée dans la section conique effilée du connecteur pour créer un second joint étanche aux fluides.

Un des avantages de ces procédés et appareils est qu'ils simplifient l'installation d'une colonne dans un connecteur. L'assemblage de la longueur auxiliaire de tube est très simple et aucune vis, virole ni outil supplémentaire ne sont nécessaires pour créer un joint étanche aux fluides. Le diamètre extérieur du tube auxiliaire ne doit pas être fixé ou collé dans l'orifice interne du connecteur pas plus que le diamètre extérieur de la colonne capillaire ne doit être collé ou fixé à l'intérieur du tube auxiliaire. La colonne capillaire et le tube auxiliaire sont ajustés en place de manière serrée pour créer un joint étanche aux fluides fiable.

Lorsqu'il est assemblé, le tube auxiliaire offre un joint d'étanchéité supplémentaire qui a divers avantages de fonctionnement. L'augmentation de la surface d'étanchéité aux fluides augmente la stabilité du joint étanche aux fluides lors de vibrations mécaniques. Cela augmente à son tour la résistance à la traction nécessaire pour endommager le joint étanche aux fluides, ce qui réduit considérablement le taux de fuite du joint étanche aux fluides. En outre, le tube

auxiliaire n'ajoute essentiellement pas de masse physique ni thermique, est fiable et bon marché.

Brève description des dessins.

Les Fig. 1A et 1B illustrent chacune un seul connecteur,

la Fig. 2 illustre un raccord de verre à ajustage serré,

la Fig. 3 illustre un raccord de verre à trois voies, et

la Fig. 4 illustre un seul connecteur avec des joints étanches aux fluides primaire et secondaire.

Description détaillée de l'invention.

On décrit un procédé et un appareil simples pour l'établissement d'un joint étanche aux fluides entre un tube et un dispositif de raccordement qui présente un orifice conique effilé interne. Le procédé et l'appareil s'appliquent, par exemple, à des colonnes capillaires et des tubes capillaires, et d'autres tubes tels que des colonnes et des tubes à micro-orifice et à méga-orifice. Dans l'ensemble de la description du brevet, toute référence à des colonnes capillaires s'appliquera à des tubes capillaires, des colonnes et des tubes à micro-orifice et à méga-orifice, sauf indication contraire.

Le procédé utilise une longueur auxiliaire de tube pour renforcer le joint étanche aux fluides entre une colonne capillaire et un connecteur. Initialement, la longueur auxiliaire de tube est "ajustée étroitement" sur une colonne capillaire. Dans l'ensemble de cette demande, l'expression "ajusté étroitement" indique que le diamètre interne du tube auxiliaire a une longueur ou

est "dimensionné" de sorte que la colonne capillaire puisse être insérée à travers le tube auxiliaire, mais qu'il y ait un contact entre la surface externe de la colonne capillaire et la surface interne du tube auxiliaire. Le serrage de l'ajustement est tel que le tube auxiliaire restera en place à l'extérieur de la colonne capillaire lorsqu'il est soumis à des vibrations mécaniques.

L'extrémité de la colonne capillaire est insérée sur la longueur auxiliaire du tube en laissant une certaine longueur de colonne capillaire exposée. La longueur exposée de colonne capillaire est suffisamment longue pour que la colonne capillaire puise être insérée et ajustée de manière serrée dans le connecteur sans que le bord avant du tube capillaire ne vienne en contact avec l'orifice interne du connecteur. La colonne capillaire est ajustée de manière serrée dans un connecteur présentant un orifice conique effilé interne pour créer un premier joint étanche aux fluides. Ensuite, la longueur auxiliaire de tube est ajustée de manière serrée dans le connecteur pour créer un second joint étanche aux fluides.

La force appliquée au cours de l'assemblage déforme le tube auxiliaire si bien qu'un joint étanche aux fluides sera établi entre le bord avant du tube auxiliaire et l'orifice effilé du connecteur. La force presse également le tube auxiliaire étroitement sur la colonne capillaire, créant un joint étanche aux fluides entre le tube auxiliaire et la colonne capillaire. Le premier joint étanche aux fluides constitué avec le tube capillaire et le second joint étanche aux fluides

constitué avec la longueur auxiliaire de tube sont tous deux établis dans la section de l'orifice conique effilé interne du connecteur ou de l'ajustement.

La Fig. 1 illustre une vue en coupe d'une forme de réalisation pour colonnes capillaires. La Fig. 1A illustre un joint étanche aux fluides amélioré selon l'invention et réalisé par les étapes suivantes : 1) une longueur auxiliaire de tube 30 est ajustée étroitement sur le diamètre extérieur d'une colonne capillaire 20 de sorte qu'une certaine longueur de la colonne capillaire 20 reste exposée; 2) la colonne capillaire 20 est ajustée de manière serrée dans un connecteur 40 qui a un orifice de forme conique effilée interne 55; et 3) le tube auxiliaire 30 est ensuite déplacé dans le connecteur 40 et ajusté de manière serrée dans l'orifice de forme conique effilée 55.

Le connecteur 40 comprend un corps 45 qui a une entrée évasée 50 à une extrémité. L'entrée évasée 50 se rétrécit en un orifice conique effilé interne 55. L'orifice interne 55 s'effile vers une partie 60 qui a un diamètre essentiellement stable et se termine à l'extrémité 65 du corps 45 du connecteur 40. Le corps 45 est fabriqué de préférence en céramique, en verre, en métal tel que de l'acier inoxydable ou en matériaux polymères tels que la PEEK. D'autres matériaux peuvent être utilisés pour autant qu'ils soient à même de résister aux conditions auxquelles le connecteur sera exposé. L'entrée évasée 50 a un diamètre qui suffisamment large pour faciliter l'insertion de la colonne capillaire 20 et la longueur auxiliaire de tube 30. L'orifice conique effilé interne 55 est dimensionné

de sorte qu'un joint à friction soit créé entre la paroi de l'orifice conique effilé interne 55 et le diamètre externe de l'extrémité insérée à la fois de la colonne capillaire 20 et du tube auxiliaire 30. L'orifice interne 55 s'étend sur la longueur du corps 45 du connecteur 40 et sous-tend un angle d'environ 2 degrés. Cependant, cela n'est qu'illustratif; la longueur, l'angle et le diamètre de l'orifice conique effilé peuvent varier en fonction du type de connecteur utilisé. Comme exemples, on peut citer les connecteurs utilisés pour des tubes à micro-orifice et à méga-orifice. Le diamètre de la partie 60 qui est essentiellement stable peut varier également selon le type de connecteur utilisé, mais il est plus petit que le diamètre de la colonne capillaire 20.

La colonne capillaire 20 est un tube capillaire quelconque, notamment ceux utilisés comme colonnes pour la chromatographie en phase gazeuse et en phase liquide. En outre, le procédé de l'invention couvre des tubes de plus grand diamètre que celui d'un tube capillaire. Comme exemples de tubes à diamètre plus grand, on peut citer les tubes à micro-orifice et à méga-orifice.

La longueur auxiliaire du tube 30 est formée de préférence d'un polyimide, mais pourrait être formée d'un autre matériau et n'est limitée que par la compatibilité chimique et mécanique et la plage de températures prévue du joint. Le diamètre interne de la longueur auxiliaire de tube 30 et le diamètre externe de la colonne capillaire 20 ont un rapport de 1/1 à 2/1. De préférence, le tube auxiliaire 30 a un diamètre interne

tel que la colonne capillaire 20 puisse être insérée dans le tube auxiliaire, mais que la surface intérieure du tube auxiliaire 30 soit en contact avec la surface extérieure de la colonne capillaire 20. Le tube auxiliaire 30 a un diamètre externe tel qu'il puisse être ajusté de manière serrée dans l'orifice interne 55.

La surface externe de la longueur auxiliaire de tube 30 ne nécessite pas de colle ni d'agents adhésifs pour créer le second joint ou joint secondaire étanche aux fluides. Néanmoins, dans une forme de réalisation de l'invention, on procède à l'addition d'un agent adhésif approprié. L'agent adhésif est appliqué à la surface externe de la colonne capillaire 20 avant que la longueur auxiliaire de tube 30 ne soit ajustée étroitement sur la colonne capillaire 20. En variante, l'agent adhésif peut être appliqué sur la surface externe du tube auxiliaire 30 avant que celui-ci soit ajusté de manière serrée dans le connecteur 40. L'addition d'un agent adhésif augmentera la résistance du joint étanche aux fluides et l'intégrité mécanique du raccordement. Le choix des agents adhésifs est limité par la compatibilité chimique avec le matériau du tube, la plage de températures prévue et le cycle thermique de l'application. Un agent adhésif préféré est une résine de polyimide. Dans une autre forme de réalisation encore, la longueur auxiliaire de tube est constituée d'un matériau partiellement durci qui est le même matériau que le matériau de revêtement de la colonne capillaire 20. Ce procédé de fixation permettra à la longueur auxiliaire de tube 30 et à la colonne capillaire 20 de durcir et d'adhérer ensemble sans

l'addition d'un agent adhésif lorsqu'elles sont soumises à des températures élevées. Ce procédé peut également encore augmenter l'intégrité mécanique du raccordement entre la colonne capillaire 20 et le tube auxiliaire 30.

Les Fig. 1B, 2 et 3 illustrent d'autres formes de réalisation. En général, la discussion des composants de la Fig. 1A s'applique aux Fig. 1B, 2 et 3.

La Fig. 1B illustre une vue en coupe d'une autre forme de réalisation. Les composants sont essentiellement les mêmes que ceux de la Fig. 1A, sauf que la colonne capillaire 20 de la Fig. 1A est remplacée par une colonne à méga-orifice 70. Le connecteur à méga-orifice 90 est conçu essentiellement de la même manière que le connecteur 40 de la Fig. 1A, si ce n'est qu'il est dimensionné pour recevoir une colonne à méga-orifice.

La longueur auxiliaire du tube 80 est ajustée étroitement sur le diamètre extérieur de la colonne à méga-orifice 70. La colonne à méga-orifice 70 est insérée dans le connecteur à méga-orifice 90 et ajustée de manière serrée dans l'orifice conique interne 105. La longueur auxiliaire de tube 80 est ensuite ajustée de manière serrée dans l'orifice interne 105.

La Fig. 2 illustre la vue en coupe d'une autre forme de réalisation. La Fig. 2 illustre deux colonnes capillaires individuelles 110a et 110b chacune avec une longueur auxiliaire de tube 120a et 120b ajustée étroitement sur le diamètre extérieur des colonnes capillaires 110a et 110b. Les colonnes capillaires 110a et 110b et les longueurs auxiliaires de tube 120a et

120b sont ajustées de manière serrée dans un connecteur de raccord 130.

Le connecteur de raccord 130, un modèle de raccord à ajustage serré, comprend un corps 135 qui a des entrées évasées 140a et 140b aux deux extrémités. Les entrées évasées 140a et 140b se rétrécissent en orifices coniques effilés internes 145a et 145b. Les orifices internes 145a et 145b s'effilent en une partie 150 d'un orifice interne qui a un diamètre essentiellement stable. La partie 150 de l'orifice interne a un diamètre qui est plus petit que le diamètre de l'une ou l'autre colonne capillaire 110a ou 110b. Le connecteur est un raccord de verre à ajustage serré, mais d'autres modèles de raccords peuvent être utilisés. La seule caractéristique exigée d'un raccord utilisé dans l'invention est que les orifices internes 145a et 145b soient dimensionnés de sorte que, à la fois, les tubes capillaires 110a et 110b et les longueurs auxiliaires de tube 120a et 120b puissent être insérés et ajustés de manière serrée dans les orifices internes 145a et 145b.

Les colonnes capillaires 110a et 110b peuvent être des tubes capillaires quelconques; il peut s'agir de colonnes capillaires identiques ou différentes en fonction de l'utilisation envisagée. Les colonnes capillaires 110a et 110b peuvent être également des tubes de plus grand diamètre tels qu'un micro-orifice ou un méga-orifice.

Les longueurs auxiliaires de tube 120a et 120b opèrent de la même manière que dans les Fig. 1A et 1B. L'orifice interne des longueurs auxiliaires de tube 120a

et 120b et le diamètre extérieur des colonnes capillaires 110a et 110b sont dimensionnés de sorte que soit créé un ajustage étroit entre les colonnes capillaires 110a et 110b et les longueurs auxiliaires de tube 120a et 120b. Le diamètre extérieur des longueurs auxiliaires de tube 120a et 120b est dimensionné de sorte que les longueurs auxiliaires de tube 120a et 120b puissent être ajustées de manière serrée dans des orifices internes 145a et 145b.

La Fig. 3 illustre la vue en coupe d'une autre forme de réalisation. La Fig. 3 représente trois colonnes capillaires individuelles 150a, 150b et 150c, chacune avec une longueur auxiliaire de tube 160a, 160b et 160c ajustée étroitement sur le diamètre extérieur des colonnes capillaires 150a, 150b et 150c. Les colonnes capillaires 150a, 150b et 150c et les longueurs auxiliaires de tube 160a, 160b et 160c sont ajustées de manière serrée dans un connecteur de raccord à ajustage serré à trois voies 170. L'installation des colonnes capillaires 150a, 150b et 150c est effectuée de la même manière que dans la Fig. 2.

La Fig. 4 illustre une vue en coupe à plus grande échelle d'un seul connecteur incorporant l'invention. La Fig. 4 illustre les joints étanches aux fluides primaire et secondaire de l'invention. Les composants sont les mêmes que dans la Fig. 1A. La colonne capillaire 20 est ajustée de manière serrée dans le connecteur 40 pour créer le premier joint ou joint primaire étanche aux fluides 180. La longueur auxiliaire de tube 30 est ultérieurement ajustée de manière serrée dans le connecteur 40 pour créer le second joint ou

joint secondaire étanche aux fluides 190. Les deux joints d'étanchéité sont typiquement présents dans chacune des formes de réalisation illustrées dans les Fig. 1A, 1B, 2 et 3.

Habituellement, la force imposée au cours de l'assemblage déforme la colonne capillaire 20 de sorte qu'un joint étanche aux fluides soit établi entre le bord avant 21 de la colonne capillaire 20 et la section à orifice conique effilé interne 55 du connecteur 40. En outre, la force imposée au cours de l'assemblage déforme habituellement la longueur auxiliaire de tube 30 de sorte qu'un joint étanche aux fluides soit établi entre le bord avant 31 de la longueur auxiliaire de tube 30 et la section à orifice conique effilé interne 55 du connecteur 40. La force presse également la longueur auxiliaire de tube 30 étroitement sur la surface extérieure de la colonne capillaire 20 pour créer un joint étanche aux fluides entre la surface intérieure de la longueur auxiliaire de tube 30 en éliminant un trajet d'écoulement de fluide entre la colonne capillaire 20 et la longueur auxiliaire de tube 30. En variante, l'un quelconque des joints d'étanchéité précités peut être formé par un ajustage par frottement. Le raccordement obtenu a une meilleure stabilité mécanique avec un volume mort minimal et qui est simple à installer.

2002/0121

REVENDICATIONS

1.- Procédé d'établissement d'un joint étanche aux fluides entre une colonne capillaire (20, 110) et un connecteur (40, 90) comprenant les étapes suivantes :

(i) l'insertion d'une colonne capillaire (20, 110) dans une longueur de tube auxiliaire (30, 80, 120) en laissant une partie de la colonne capillaire (20, 110) exposée,

(ii) l'ajustage serré de la colonne capillaire (20, 110) dans un connecteur (40, 90) avec un orifice conique effilé (55, 105) pour créer un premier joint étanche aux fluides (180) entre la partie exposée et le connecteur (40, 90), et

(iii) le déplacement du tube auxiliaire (30, 80, 120) dans le connecteur (40, 90) avec l'orifice conique effilé (55, 105) et l'ajustage serré du tube auxiliaire (30, 80, 120) dans la section conique du connecteur (40, 90) pour créer un second joint étanche aux fluides (190) entre le tube auxiliaire (30, 80, 120) et le connecteur (40, 90).

2.- Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comprend l'application d'un agent adhésif à l'extérieur du tube auxiliaire (30, 80, 120) avant l'étape (iii).

3.- Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comprend l'utilisation d'un matériau partiellement durci pour le tube auxiliaire (30, 80, 120).

2002/0121

4.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce qu'il comprend l'utilisation d'un connecteur (40, 90) qui est d'un modèle de raccord à ajustage serré ou d'un modèle de raccord à ajustage serré à 3 voies.

5.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'il comprend le dimensionnement du connecteur (40, 90) et du tube auxiliaire (30, 80, 120) de manière à abriter une colonne à méga-orifice (70).

6.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'il comprend le dimensionnement du connecteur (40) et du tube auxiliaire (30, 120) pour abriter une colonne à micro-orifice.

7.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que la colonne capillaire (20, 110) est un tube capillaire.

8.- Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que la colonne à méga-orifice (70) est un tube à méga-orifice.

9.- Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que la colonne à micro-orifice est un tube à micro-orifice.

10.- Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il comprend l'utilisation du joint étanche aux fluides pour la chromatographie en phase gazeuse ou la chromatographie en phase liquide.

11. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le

connecteur (40, 90) comprend un orifice interne (55, 105) sous-tendant un angle d'environ 2 degrés.

12. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le diamètre interne de la longueur de tube auxiliaire (30, 80, 120) et le diamètre externe de la colonne capillaire (20, 110) ont un rapport de 1/1 à 2/1.

13. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il y a un contact entre la surface externe de la colonne capillaire (20, 110) et la surface interne du tube auxiliaire (30, 80, 120).

14. Assemblage à connecteur caractérisé en ce qu'il comprend :

un connecteur (40, 90) ayant un orifice interne (55, 105) façonné en forme de cône, dimensionné de façon à ce qu'une colonne capillaire (20, 110) et un tube auxiliaire (30, 80, 120) puissent être ajustés par serrage dans la section conique de l'orifice (55, 105); et

la longueur de tube auxiliaire (30, 120) ayant un diamètre intérieur dimensionné de sorte qu'un ajustage étroit soit créé lorsqu'une colonne capillaire (20, 110) est insérée à travers le tube auxiliaire (30, 80, 120), ayant un diamètre extérieur dimensionné de sorte que le tube auxiliaire (30, 80, 120) puisse être ajusté par serrage dans la section conique de l'orifice et étant apte à créer un joint étanche entre le tube auxiliaire (30, 120) et le connecteur (40, 90).

15. Assemblage à connecteur selon la revendication 14, caractérisé en ce que le connecteur

(40, 90) et la longueur du tube auxiliaire (30, 80, 120) sont dimensionnés pour recevoir une colonne à méga-orifice (70).

16. Assemblage à connecteur selon l'une quelconque des revendications 14 et 15, caractérisé en ce que le connecteur (40, 90, 170) est un modèle de raccord à ajustage serré ou un modèle de raccord à ajustage serré à 3 voies.

17. Assemblage à connecteur selon l'une quelconque des revendications 14 à 16, caractérisé en ce que le connecteur (40, 90) comprend un orifice interne (55, 105) sous-tendant un angle d'environ 2 degrés.

18. Assemblage à connecteur selon l'une quelconque des revendications 14 à 17, caractérisé en ce que le diamètre interne de la longueur de tube auxiliaire (30, 80, 120) et le diamètre externe de la colonne capillaire (20, 110) ont un rapport de 1/1 à 2/1.

19. Assemblage à connecteur selon l'une quelconque des revendications 14 à 18, caractérisé en ce qu'il y a un contact entre la surface externe de la colonne capillaire (20, 110) et la surface interne du tube auxiliaire (30, 80, 120).

20. Assemblage à joint hermétiquement étanche aux fluides caractérisé en ce qu'il comprend

un connecteur (40, 90, 130) ayant un orifice interne (55, 105, 140) en forme de cône ;

une colonne capillaire (20, 110) apte à être ajustée par serrage dans la section conique de l'orifice (50, 105, 140) ;

un tube auxiliaire (30, 80, 120) ayant un diamètre intérieur dimensionné de façon à ce qu'un ajustage étroit soit créé lorsque la colonne capillaire (20, 110) est insérée à travers le tube auxiliaire (30, 80, 120), le tube auxiliaire (30, 80, 120) ayant un diamètre extérieur de sorte que le tube auxiliaire (30, 80, 120) puisse être ajusté par serrage dans la section conique du connecteur (130).

21. Assemblage à joint hermétiquement étanche aux fluides selon la revendication 20 caractérisé en ce qu'il comprend en outre un agent adhésif appliqué sur le tube auxiliaire (30, 80, 120).

22. Assemblage à joint hermétiquement étanche aux fluides selon la revendication 20 caractérisé en ce que le tube auxiliaire (30, 80, 120) comprend un matériau partiellement durci qui durcit et colle ensemble avec la colonne capillaire (20, 110) lorsqu'il est soumis à une température particulière.

23. Assemblage à joint hermétiquement étanche aux fluides selon l'une quelconque des revendications 20 à 22 caractérisé en ce que la colonne capillaire (20, 110) comprend une colonne à méga-orifice et en ce que le tube auxiliaire (30, 80, 120) a un diamètre intérieur pour recevoir la colonne à méga-orifice.

24. Assemblage à joint hermétiquement étanche aux fluides selon l'une quelconque des revendications 20 à 22 caractérisé en ce que la colonne capillaire (20, 110) comprend une colonne à micro-orifice et en ce que le tube auxiliaire (30, 80, 120) a un diamètre intérieur pour recevoir la colonne à micro-orifice.

2002/0121

25. Assemblage à joint hermétiquement étanche aux fluides selon l'une quelconque des revendications 20 à 24, caractérisé en ce que le connecteur (40, 90) comprend un orifice interne (55, 105) sous-tendant un angle d'environ 2 degrés.

26. Assemblage à joint hermétiquement étanche aux fluides selon l'une quelconque des revendications 20 à 25, caractérisé en ce que le diamètre interne de la longueur de tube auxiliaire (30, 80, 120) et le diamètre externe de la colonne capillaire (20, 110) ont un rapport de 1/1 à 2/1.

27. Assemblage à joint hermétiquement étanche aux fluides selon l'une quelconque des revendications 20 à 26, caractérisé en ce qu'il y a un contact entre la surface externe de la colonne capillaire (20, 110) et la surface interne du tube auxiliaire (30, 80, 120).

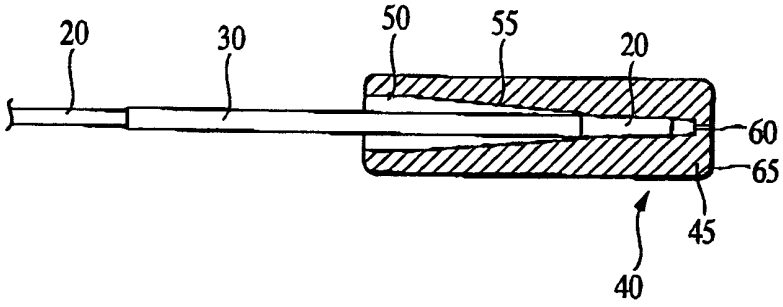


FIG. 1A

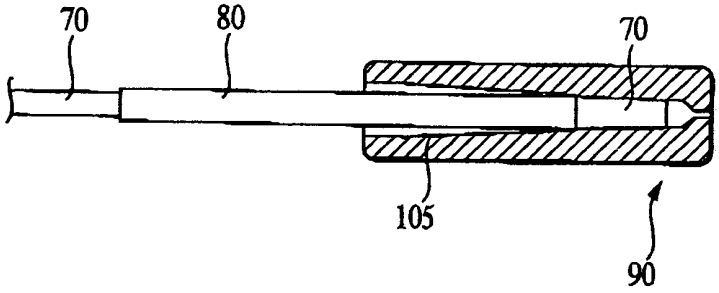


FIG. 1B

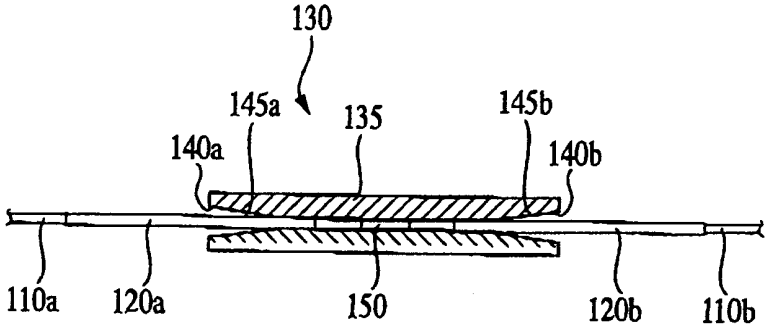


FIG. 2

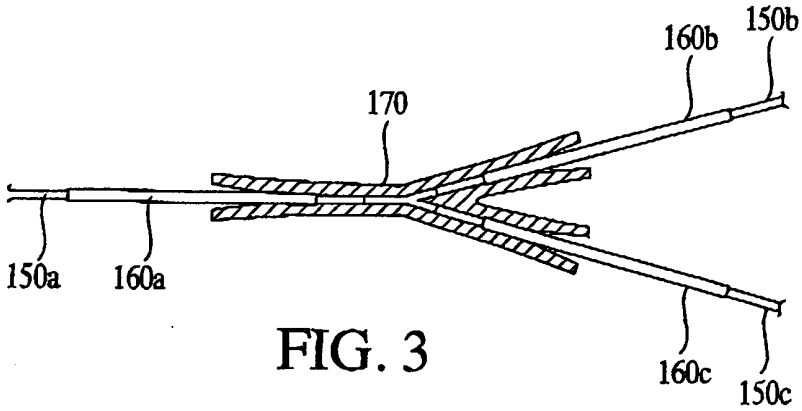


FIG. 3

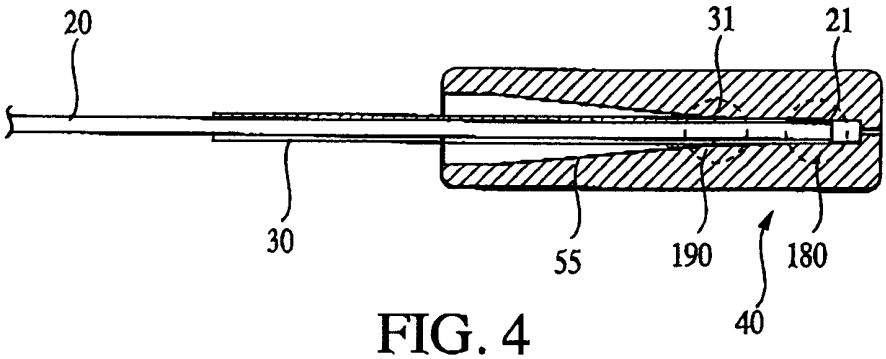


FIG. 4

ABREGE

Technique de scellage d'une colonne capillaire

Procédé et appareil pour créer un joint étanche aux fluides entre une colonne capillaire (20) et un connecteur (40), faciles à utiliser sans vis, viroles ou outils supplémentaires, pour des chromatographies en phases gazeuse et liquide; procédé à utiliser pour un tube capillaire quelconque et des colonnes (70) et des tubes à méga-orifice et micro-orifice. Dans le procédé, une longueur de tube auxiliaire (30) est placée sur l'extérieur d'un tube nécessitant un joint étanche aux fluides (180), tel qu'une colonne capillaire (20). Après insertion de la colonne capillaire (20) dans le connecteur (40), la longueur de tube auxiliaire (30) est ajustée de manière serrée dans le connecteur pour créer un joint étanche aux fluides secondaire (190).

Fig. 4

Numero de la demande nationale

Office européen des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE

établi en vertu de l'article 21 § 1 et 2
de la loi belge sur les brevets d'invention
du 28 mars 1984

BO 8532
BE 200200121

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.7)
X A	US 5 494 641 A (KRSTANOVIC SRDJAN) 27 février 1996 (1996-02-27) * colonne 4, ligne 17 * * colonne 4, ligne 20-62; figure 1B * ---	11-15, 17,18 1	G01N30/60
X A	US 5 601 785 A (HIGDON WILLIAM R) 11 février 1997 (1997-02-11) * colonne 4, ligne 5-19 * * colonne 5, ligne 20-28 * * colonne 6, ligne 12-41 * * figures 9-12 * ---	11 1	
A	US 5 611 846 A (CARNEY KENNETH R ET AL) 18 mars 1997 (1997-03-18) * colonne 10, ligne 1-19; figure 3 * ---	1,11	
A	US 4 792 396 A (GUNDELFINGER RICHARD) 20 décembre 1988 (1988-12-20) * colonne 4, ligne 41-57; figure 4 * -----	1,11	

DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.7)
G01N

Date d'achèvement de la recherche	Examinateur
24 octobre 2002	Zinngrebe, U

CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES

X : particulièrement pertinent à lui seul
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie
A : arrière-plan technologique
O : divulgation non-écrite
P : document intercalaire

T : théorie ou principe à la base de l'invention
E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date
D : cité dans la demande
L : cité pour d'autres raisons

& : membre de la même famille, document correspondant

EPO FORM 1503 03.82 (P04C48)

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET BELGE NO.

BO 8532
BE 200200121

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche visé ci-dessus.
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

24-10-2002

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)		Date de publication
US 5494641	A	27-02-1996	US	5744100 A	28-04-1998
			EP	0617278 A1	28-09-1994
US 5601785	A	11-02-1997	US	5298225 A	29-03-1994
			US	5236668 A	17-08-1993
			DE	69430342 D1	16-05-2002
			DE	69430342 T2	24-10-2002
			EP	0636882 A1	01-02-1995
			US	5578157 A	26-11-1996
			JP	7253422 A	03-10-1995
			AU	3324493 A	28-07-1993
			DE	69232549 D1	16-05-2002
			DE	69232549 T2	26-09-2002
			EP	0724722 A1	07-08-1996
			JP	7502811 T	23-03-1995
			JP	3167031 B2	14-05-2001
			WO	9313415 A1	08-07-1993
US 5611846	A	18-03-1997	AUCUN		
US 4792396	A	20-12-1988	AUCUN		

EPO FORM P0483