



F1000092472B



SUOMI-FINLAND
(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen

(B) (11) **KUULUTUSJULKAISU**
UTLAGGNINGSSKRIFT

92472

(15) Patentti hakemus
Patent publikerat 05 11 1994
(51) Kv.1k.5 - Int.c1.5

B 01D 15/08, G 01N 30/60

(21) Patentihakemus - Patentansökning	875589
(22) Hakemispäivä - Ansökningsdag	18.12.87
(24) Alkupäivä - Löpdag	03.06.87
(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig	18.12.87
(44) Nähtäväksipanon ja kuul.julkaisun pvm. - Ansökan utlagd och utl.skriften publicerad	15.08.94
(86) Kv. hakemus - Int. ansökan	PCT/US87/01370
(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet	
05.06.86 US 871076 P	29.04.87 US 043701 P

(71) Hakija - Sökande

1. Separations Technology Inc., 2 Columbia Street, Wakefield, R.I. 02879, USA, (US)

(72) Keksijä - Uppfinnare

1. Ritacco, Robert P., 22 Hull Street, Jamestown, R.I. 02835, USA, (US)
2. Hampton, Thomas W., 66 Tern Road, Narraganset, R.I. 02882, USA, (US)

(74) Asiamies - Ombud: Oy Kolster Ab

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning

HPLC-kolonne
HPLC-kolonn

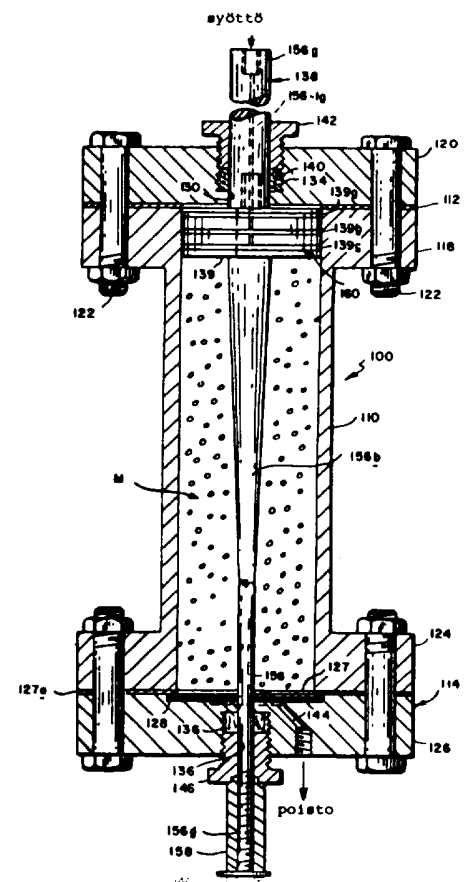
(56) Viitejulkaisut - Anförda publikationer

GB B 837363 (B 01d), US A 3487938 (B 01d 15/08)

(57) Tiivistelmä - Sammandrag

Esillä olevan keksinnön kohteena on valmistavaa suurtehoista nestekromatografiaa (STNK) varten tarkoitettu pylväs, jonka rakenne on sellainen, että se varmistaa toistettavan tiivistysaluserroksen yhtenäisyyden käytetyn väliaineen ainesosakoosta riippumatta.

STNK pylvään lieriömäiseen koteloon (10) asetettu ainesosamateriaali (M) tiivistetään aksiaalisesti ja radiaalisesti uppomännän (138) avulla toistettavan tiivistysaluserroksen yhtenäisyyden takaamiseksi. Uppomäntä (138) sisältää kannen (120) läpi kulkevan lieriömäisen osan (156a), kartiomaisen osan (156b) läpimitaltaan sitä pienemmän lieriömäisen osan vieressä, ja kannen (126) läpi kulkevan lieriömäisen osan (156d). Uppomännän (138) aksiaalinen liike ainesosamateriaalin (M) kautta saa aikaan tiivistyksen.



92472

Föreliggande uppfinning avser en kolonn avsedd för preparativ högtrycks-vätskekromatografi (HPLC) med sådan konstruktion att den möjliggör en reproducerbar likformighet i en packningsbädd oberoende av partikelstorleken i det använda mediet.

Partikelformigt material (M) placerat i ett cylindriskt kärl (10) i en HPLC-kolonn sammanpressas axiellt och radiellt medelst en kolv (138) för att säkerställa en reproducerbar likformighet packningsbädden. Kolven (138) omfattar en cylindrisk del (156a), som går genom ett lock (120), en konisk del (156) intill den cylindriska delen med mindre diameter, och en cylindrisk del (156d) gående genom ett lock (126). Kolvens (138) axiala rörelse genom det partikelformiga materialet (M) åstadkommer komprimering.

HPLC-kolonnei

Yleisimpinä valmistavina HPLC-kolonneina ovat yksinkertaisesti olleet putket, joihin tiivistysaine syötetään, sekä aluskerros, jonka annetaan asettua tärytyksen ja liuotinvirtauksen avulla. Tämä menetelmä on ollut hankala ja sen toistettavuuden yhteydessä on esiintynyt ongelmia. Muitakin menetelmiä on yritetty käyttää näiden rajoitusten voittamiseksi, mutta niilläkin on haittansa. Eräässä menetelmässä käytetään radiaalista puristusta ja sen yhteydessä joustavassa putkessa oleva väliaine asetetaan kammioon ja puristetaan pneumaattisen tai hydraulisen paineen alaisena. Tämän menetelmän ilmeisenä rajoituksena on joustavan putken kestävyys, erityisesti sen ollessa kosketuksessa kromatografisten prosessien aikana käytettyjen erilaisten liuottimien kanssa.

Toisissa menetelmissä käytetään jossain muodossa aksiaalista puristusta tietyn elimen vaikuttaessa kolonnin yhdessä päässä sen puristamiseksi. Näiden menetelmien rajoituksina on se, että tiivistysaineen kolonnin seinään aiheuttama kitka synnyttää jonkinlaisen puristusgradientin aluskerroksessa, mikä johtaa tiiviimpään aluskerrokseen lähinnä elimen päätä olevalla alueella. Tämän menetelmän toisena rajoituksena on ollut puristusaine, jonka käyttö on rajoittunut vain suurempiin ainesosakokoihin ja teholtaan vähäisempiin tiivistysaineisiin.

Esillä olevan keksinnön tarkoituksena on tarjota käyttöön rakenteeltaan sellainen kolonnei, joka varmistaa aluskerroksen toistettavuuden sen väliaineen ainesosakoosta riippumatta, jota käytetään aluskerroksen poikkileikkauksen epäyhtenäiseksi vähentämiseksi aksiaalisessa suunnassa.

Tämän keksinnön lisätarkoituksena on myös puristaa aluskerrosta sen yhdestä päästä vähentäen samalla aluskerroksen poikkileikkausta aluskerroksen tehokkuuden säilyttämiseksi pitkäksi ajaksi kolonneia käytettäessä.

Esillä olevan keksinnön kohteena oleva HPLC-kolonne käsittää onton lieriömäisen kotelon, joka sisältää ainesosamateriaalikerroksen, jolle on pääasiallisesti tunnusomaista, että koteloon on sovitettu kara, jossa on kartiomainen osa ja joka on keskeisesti tuettu koteloon, jolloin kara on siirrettävissä aksiaalisesti kotelon sisällä radiaalisen ja aksiaalisen paineen kohdistamiseksi kotelossa olevana ainesosamateriaaliin.

Tämän keksinnön mukaisen HPLC-kolonnin eräessä parannetussa muunnelmassa käytetään kotelon sisällä liikkuvaa sylinteriä myös pakottamaan väliaineen muodostaman aluskerroksen yksi pää kotelon sisällä kohti kotelon toista päätä. Kuten tästä parannetusta sovellutusmuodosta näkyy, on sylinteri kytketty uppomäntään (karaan) liikkumista varten sen kanssa voiman kohdistamiseksi kromatografiseen väliainealuskerrokseen.

Kolonnin käyttöä edeltävän valmistusmenetelmän mukaisesti ainesosaväliainetta syötetään kolonnin sisään uppomännän ympärille kansien ollessa kiinnitettyinä paikoilleen, aluskerros kostutetaan hitaasti kyseistä tiivistystyyppiä varten sopivalla liuottimella ja uppomännän päässä olevaa mutteria tiukennetaan sellaisella vääntömomenttiarvolla, että puristusaine ei ole liian suuri murskatakseen ainesosamateriaalin. Tämän keksinnön parannetussa muunnelmassa sylinteri kytketään uppomäntään, väliainealuskerroksen yhden pään ollessa sen kanssa yhteydessä aluskerroksen syöttöpään työntämiseksi kartiomaisen uppomännän kohdistuessa työntövoiman aluskerrokseen liikkuessaan kohti kotelon poistopäätä.

Keksinnön kohteena on myös menetelmä kromatografisen väliaineen tiivistämiseksi HPLC-kolonnissa sen molempien päiden ja sisäseinän välissä, jolle on pääasiallisesti tunnusomaista, että osittain kartiomainen kara asetetaan keskeisesti väliainekerroksen ensimmäiseen päähän, jolloin karan kartiomainen osa on muodostettu siten, että se siirtyessään väliainekerroksen toista päätä kohti pa-

kottaa kartiomaisen osan kanssa kosketuksessa olevan väli-
ainekerroksen sekä kolonnin sisäseiniä vasten että kauim-
pana kartiomaista olevaa kolonnin päätä kohti, ja että ka-
raa siirretään kartiomaisesta osasta kauimpana olevaa ko-
5 lonnin päätä kohti.

Tässä yhteydessä lyhennettä HPLC-kolonne käytetään
merkitsemään suurtehoista nestekromatografista kolonnia,
jota kutsutaan toisinaan myös suurpaineiseksi nestekroma-
tografiseksi kolonniksi. Tässä yhteydessä voidaan viitata
10 US-patenttijulkaisuun 4 582 608, jossa selostetaan HPLC-
kolonnin käyttöä.

Keksintöä selostetaan seuraavassa oheisiin piirus-
tuksiin viitaten, joissa

kuvio 1 esittää pystysuoraa leikkausta HPLC-kolon-
nista asetettuna asentoon, jossa sen syöttöpää on kuvion
15 yläosassa ja poistopää kuvion alaosassa;

kuvio 2 esittää suurennettua poikkileikkauskuvan-
toa kuvion 1 mukaisen kolonnin syöttöpäässä olevan pääte-
kannen osasta;

20 kuvio 3 esittää suurennettua poikkileikkauskuvan-
toa syöttöpäässä olevasta virtauksen jakopäästä, joka so-
pii kuvion 2 esittämään päätetekanteen;

kuvio 4 esittää päällyskuvantoa kuvion 3 mukaises-
ta jakopäästä;

25 kuvio 5 esittää suurennettua päällyskuvantoa jako-
virtauslevystä kuvion 1 esittämän kolonnin syöttöpäässä;

kuvio 6 esittää poikkileikkauskuvantoa kuvion 5
linjaa 6-6 pitkin otettuna;

30 kuvio 7 esittää pohjakuvantoa kuvion 5 mukaisesta
levystä;

kuvio 8 esittää suurennettua päällyskuvantoa jako-
tukilevystä kuvion 1 mukaisen kolonnin poistopäässä;

kuvio 9 esittää leikkauskuvantoa kuvion 8 linjaa
9-9 pitkin otettuna;

35 kuvio 10 esittää pohjakuvantoa kuvion 8 mukaisesta
jakolevystä;

kuvio 11 esittää poikkileikkauskuvantoa erilaisesta virtauksen jakopäästä, jota käytetään kuvioiden 3 ja 4 esittämän pään sijasta;

5 kuvio 12 esittää poikkileikkauskuvantoa keksinnön mukaisesti parannetusta HPLC-kolonnista;

kuvio 13 esittää suurennettua leikkauskuvantoa osittain avoimessa muodossa kuvion 12 mukaisesta parannetusta kolonnista;

10 kuvio 14 esittää leikkauskuvantoa kuvion 13 linjaa 14-14 pitkin otettuna;

kuvio 15 esittää päällyskuvantoa kuvion 12 mukaisesta virtauksen jakopäästä; ja

kuvio 16 esittää päällyskuvantoa kuvion 12 mukaisesta virtauksen jakolevystä.

15 Piirustuksiin viitaten käsittää tämän keksinnön mukainen kuviossa 1 esitetty HPLC-kolonne onton lieriömäisen kotelon 10, jolla on yhtenäinen sisäläpimitta ja jonka sisäseinä 10-1 on varustettu ylä- ja alapäässään olevilla sulkimilla 12 ja vastaavasti 14, näiden sulkimien rajoittaessa yhdessä onton sylinterimäisen kotelon 10
20 kanssa suljetun kammion 16, jonka sisälle ainesosamateriaali M syötetään. Kotelo on ylemmässä eli syöttöpäässään varustettu siihen hitsatulla rengasmaisella kauluksella 18, kannen 20 ollessa irrotettavasti kiinnitettynä
25 kaulukseen 18 pulttien 22 avulla. Samalla tavoin kotelo on ala- eli poistopäässään varustettu hitsatulla kauluksella 24 ja siihen pulteilla 28 kiinnitetyllä kannella 26. Kannen 20 keskelle on tehty reikä 30 ja kannen 26 keskelle reikä 32 samassa linjassa reiän 30 kanssa. Kannet 20 ja 26
30 on varustettu syvennyksillä 34 ja 36, jotka ovat samakeskisiä aukkojen 30 ja 32 kanssa. Pitkänomainen uppomäntä (kara) 38 on asennettu kotelon sisään männän vastakkaisten päiden ulottuessa vastaavasti aukkojen 30 ja 32 läpi tuettuina aksiaalisesti näihin aukkoihin tiivistyslaippojen
35 avulla, esimerkiksi tiivisteen 40 sisältävän teflonrenkaan

ollessa asetettuna syvennykseen 34 kierremutterin 42 kiinnipitäjänä, mutterin 46 pitäessä kiinni tiivistettä tai teflonrengasta 44 syvennyksessä 36. Tiivisterenkaat 48 ja 50 on asetettu vastaavien kaulusten ja kansien väliin.

5 Yläkansi 20 on varustettu syöttötiehyellä 52, jonka sisäpää päättyy uppomännän (karan) 38 akselin läheisyyteen, kannen 26 ollessa varustettuna poistotiehyellä 54, jonka sisäpää on uppomännän akselin vieressä. Jakolaitteet 60 ja 61 on sopivimmin asetettu kansissa oleviin syvennyksiin kotelon vastakkaisissa päissä liuottimen yhtenäisen 10 jakamisen ja keräämisen varmistamiseksi tavalliseen tapaan. Tyypillinen jakolaite on selostettu esimerkiksi US-patenttijulkaisussa 4 582 608.

Keksinnön mukaisesti uppomäntä (kara) 38 on varustettu osalla 56a, joka ulottuu kannen 20 läpi. Suippeneva tai kartiomainen osa 56b, jonka kaltevuuskulma on noin 3,02°, ulottuu lieriömäisestä osasta 56a osittain kammion läpi ja läpimitaltaan lieriömäistä osaa 56a pienempi lieriömäinen osa 56c ulottuu jäljelläolevan matkan kammion ja 20 kannen 26 läpi. Uppomännän suippeneva tai kartiomainen osa 56b sijaitsee keskeisesti kotelon suhteen ainesosaväliainetta sisältävän kolonnin sisällä käsittäen siihen asetettun tiivistysaluskerroksen ja kohdistuen ollessaan säädettyinä aksiaalisesti kolonnin sisälle paineen sekä radiaalisesti 25 että aksiaalisesti ainesosaväliaineeseen ainesosamateriaalin yhtenäisen ja toistettavan tiivistyksen aikaansaamiseksi. Uppomännän (karan) 38 pituussuuntaiseksi siirtämiseksi ja siten tiivistyspaineen säätämiseksi tämä kara on varustettu alapäässään kotelon ulkopuolella olevalla 30 kierteitettyllä osalla 56, jonka ympärille on asetettu suojavaippa 58, tämän vaipan yhden pään nojatessa kantta 26 vasten ja toisen pään sisältäessä aukon, jonka kautta kierteitetty osa 56 ulottuu ja johon on kiinnitetty mutteri 60. Mutteria 60 kiertämällä karaa voidaan vetää alas- 35 päin kotelon sisällä sekä aksiaalisen että radiaalisen paineen kohdistamiseksi kotelossa olevaan materiaaliin.

Ainesosamateriaali syötetään koteloon karan ympärille, päätekannet asetetaan paikoilleen ja ainesosamateriaalin muodostama aluskerros kostutetaan hitaasti kyseistä tiivistettä varten sopivalla liuottimella, minkä jälkeen mutteri 60 kiristetään sellaiseen vääntömomenttitarvoon asti, että tiivistysväliaineeseen kohdistettu puristus-
5 paine ei ylitä arvoa 300 naulaa/neliötuuma tai muuta ennalta määrättyä arvoa ainesosamateriaalin murskautumisen estämiseksi. Kartiomaisen uppomännän aiheuttamilla voimilla on sekä pysty- että vaakasuorat komponentit, jotka saavat aikaan erittäin yhtenäisen ja toistettavan tiivistetyn aluskerroksen.

Seuraavassa viitataan kuvioihin 2 ja 7, jotka esittävät elintä 20 näyttäen syöttötiehyen 52 kolonniin syötettävää nestettä varten, tämän tiehyen käsittäessä kehäkanavan 52-1, joka syöttää nesteen jakolaitteeseen 60. Jakolaite 60 käsittää pään 60-1, jossa on kanavan 52-1 kanssa samassa linjassa olevat reiät 60-1a sekä kupolimainen osa 60-1c. Neste kulkee reikien 60-1a kautta tullen
15 sitten rei'illä 60-2a varustetun jakolevyn 60-2 päälle levyn ollessa rei'istä 60-2a syrjässä olevassa asennossa, niin että neste ei kulje suoraan reikien 60-1a ja sitten suoraan reikien 60-2a kautta. Tämän jälkeen näytteen sisältävä neste kulkee reikien 60-2a kanssa samassa linjassa
20 oleviin jakokanaviin 60-2b ja siitä tavanomaisen sulatelevyn (kiekon) 60-3 kautta, joka voi olla tavanomaista sint-rattua tyyppiä ja huokoisuusarvoltaan 2 ja jota on saatavissa Mott Metallurgical Farmingtonista, Connecticut, USA.

Kuviot 8 - 10 esittävät tukilevyä 61-1 (poistopäässä), jonka ainesosaväliaineen aluskerrosta M vasten oleva sivu on varustettu rei'illä 61-1a. Aluskerroksesta tuleva neste kulkee ensin sulatetun tai sintratun huokoisen kiekolevyn 61-1, huokoisuusarvo esimerkiksi 2, kautta, tämän levyn ollessa yhteydessä tukilevyn 61-1 kanssa (ks. kuvio
25 1). Kanavista 61-2b tuleva neste kulkee poistotiehyeseen
35 54 kehäkanavan 54-1 kautta.

On ymmärrettävä, että syöttöjakolaitteen 60 ja poistojakolaitteen 61 tarkka luonne voi vaihdella, kuten alaan perehtyneet henkilöt hyvin tietävät.

5 Kuviossa 11 esitetään vielä toinen jakopää rengas-
maisen kehäkupolin 70-2 muodostavilla rei'illä 70-1 varus-
tettuna, jolloin tätä jakolaitetta voidaan käyttää tämän
keksinnön mukaisen tiivistyslaitteen sisältävän edellä-
mainitun kolonnin yhteydessä.

10 Kuvioissa 12 - 16 esitetään parannettu muunnelma
edellä selostetusta HPLC-kolonnia.

Näiden kuvioiden 12 - 16 mukainen HPLC-kolonne kä-
sittää onton lieriömäisen kotelon varustettuna vastakkai-
sissa päissään sulkimilla, joiden kanssa kotelo rajoittaa
suljetun kammion aineosamateriaalin tiivistysaluskerroksen
15 (väliainealuskerroksen) vastaanottamista varten. Sulkimet
sisältävät keskeisesti asetetut aksiaalisesti linjatut
aukot ja poistotiehyen yhdessä päässä, koteloon asennetun
uppomännän (karan) päiden ulotessa kotelosta sanottujen
aksiaalisten aukkojen kautta. Aukkoihin on asetettu tii-
20 visterenkaat uppomännän ympärille, sanotun uppomännän
liikkuessa aksiaalisesti kotelon sisällä ja sisältäessä
aksiaalisesti ulottuvan kartiomaisen osan, joka on kytket-
ty syöttöpäässä olevaan lieriömäiseen segmenttiosaan. Up-
pomäntä ulottuu syöttöpäästä poistopäätä kohti ja männän
25 yhteen päähän kannen ulkopuolelle on asetettu laite uppo-
männän ja lieriömäisen segmenttiosan liikuttamiseksi aksi-
aalisesti kammion sisällä kammiossa olevan ainesosamateri-
aalin tiivistyksen säätämiseksi, uppomännän vastakkaisen
pään ollessa varustettuna laitteella syöttötiehyen muodos-
30 tamiseksi liuotinta ja näytevirtausta varten. Laite uppo-
männän aksiaalisen liikkeen suorittamista varten käsittää
männän yhdessä päässä olevan ulkoisen kierteen ja tähän
kierteitettyyn päähän mäntää vasten kierretyn mutterin.
Männän syöttöpäässä oleva lieriömäinen segmenttiosa sisäl-
35 tää sopivimmin kaksi halkaistua teflonista tehtyä ohjaus-

rengasta ja suurpaineisen teflongrafiittisen mäntätiivis-
teen, joka on läheisessä kosketuksessa onton lieriömäisen
kotelon sisäseinän kanssa, sekä laitteen tasaisesti jakau-
tuneen virtauksen syöttämiseksi tiivistysaluskerroksen
5 päälle. Tiivisterenkaat on sopivimmin varustettu niiden
aukkojen suhteen samakeskisillä syvennyksillä, joiden si-
sään tiiviste-elementit asetetaan ja pidetään tiivistet-
tyinä uppomännän ympärillä syvennyksiin tiivisterenkaita
vasten kierrettyjen mutterien välityksellä.

10 Kolonnin käyttöä varten tarkoitettun valmistusmene-
telmän mukaisesti kiinnitetään uppomäntä syöttöpään kan-
nen kanssa paikoilleen, kolonni käännetään ylösalaisin,
ainesosaväliaine syötetään kolonniin uppomännän ympärille
poistopään kannen ollessa irrotettuna, minkä jälkeen pois-
15 topään kansi kiinnitetään paikoilleen, kolonni asetetaan
normaaliin pystysuoraan asentoonsa (kuten kuviosta 12 nä-
kyy), aluskerros kostutetaan hitaasti kyseistä tiiviste-
tyyppiä varten sopivalla liuottimella ja uppomännän päässä
oleva mutteri kiristetään sellaiseen vääntömomenttiarvoon,
20 että puristusaine ei tule liian suureksi murskatakseen
ainesosamateriaalin sylinteriä (lieriömäistä segmentti-
osaa) ja uppomäntää vedettäessä alaspäin.

Yksityiskohtaisemmin tarkasteltuna nämä kuviot 12
- 16 esittävät tämän keksinnön mukaista HPLC-kolonnia 100,
25 joka käsittää sisäläpimitaltaan yhtenäisen onton lieriö-
mäisen kotelon 110 varustettuna ylä- ja vastaavasti ala-
päässään sulkimilla 112 ja 114, jotka yhdessä onton lie-
riömäisen kotelon 110 kanssa rajoittavat suljetun kammion
116, jonka sisään ainesosamateriaali M syötetään. Kotelo
30 110 on yläpäässään varustettu siihen hitsatulla rengasmai-
sella kauluksella 118, kannen 120 ollessa irrotettavasti
kiinnitettynä tähän kaulukseen pulttien 122 välityksellä.
Samalla tavoin kotelo on alapäässään varustettu kauluksel-
la 124, johon kansi 126 on kiinnitetty pulttien 128 avul-
35 la. Kannen 120 keskelle on muodostettu aukko 130 ja kannen

126 keskelle aukon 130 kanssa samassa linjassa oleva aukko 132. Kannet 120 ja 126 on varustettu aukkojen 130 ja 132 kanssa samakeskisillä syvennyksillä 134 ja 136. Pitkänomainen uppomäntä (kara) 138 siihen kytkettyine sylintereinään 139 on asennettu kolonnin 110 sisään uppomännän 138 vastakkaisten päiden ulottuessa vastaavasti aukkojen 130 ja 132 kautta, uppomännän 138 ollessa aksiaalisesti tuettuna tiivistelaippojen avulla, jotka käsittävät esimerkiksi teflonrenkaana tehdyn tiivisteeseen 140 asetettuna syvennykseen 134 kierteillä varustetun mutterin 142 kiinnittämänä ja esimerkiksi teflonista tehdyn tiivisteeseen 144, jota mutteri 146 pitää kiinni syvennyksessä 136. Lieriömäinen osa (segmentti) 139 on varustettu ohjausrenkailla 139a ja 139b, esimerkiksi teflonista tehdyillä O-renkailla, ja mäntätiivisteellä 139c, esimerkiksi Bal-Seal laatutiivisteellä, jota valmistaa Bal-Seal Engineering of Santa Ana, California, USA. Tiivisterenkaat asetetaan vastaavien kaulusten ja kansien väliin.

Alakansi 126 on varustettu poistotiehyellä 154, jonka sisäpää on aivan uppomännän akselin vieressä. Poistopään kansi 126 on myös varustettu syvennyksellä huokoisen sintratus elementin 127 ja tukilevyn 128 vastaanottamista varten tiivistetyn aluskerroksen vetävyyden ja liuottimen yhtenäisen poiston aikaansaamiseksi. Sintrattu elementti 127 on lisäksi varustettu teflongrafiittisella "hattutiivisteellä" 127a varustetulla reikäsovituksella, tämän tiivisteeseen estäessä tehokkaasti tiivistysväliaineen ja liuottimen vuotamisen uppomännän osan 156c ympärillä.

Keksinnön mukaisesti kara (uppomäntä) 138 sisältää neljä erillistä segmenttiosaa: kannen 120 läpi ulottuvan lieriömäisen osan 156a, joka muodostaa syöttötiehyen; kapenevan tai kartiomaisen osan 156b; lieriömäisen osan 156c, jonka poikkileikkaus on pienempi kuin lieriömäisen osan 156d ja joka ulottuu jäljelläolevan matkan kammion ja kannen 126 läpi; ja lieriömäisen osan 139, joka tekee tii-

vistetyn aluskerroksen, esimerkiksi piidioksidikromatografiaväliainekerroksen, vetäväksi sekä laitteen 160 liuottimen lopullista yhtenäistä jakamista varten sintratun elementin 139d kautta, joka muodostaa osan lieriömäisestä osasta 139. Segmenttien 156b ja 156c muodostama karaosa on varustettu laitteella, esimerkiksi kierteitettyllä osalla, tiivistä kiinnittymistä varten segmenttiosaan 156a, joka kulkee sylinterin 139 keskustan kautta pitäen sen kiinni kaikkine elementteineen ja muodostaen laitteen 156a-1 liuottimen syöttämiseksi sylinterin 139 jako-osaan. Tiivisterenkaita käytetään nestetiiviin tiivistyksen varmistamiseksi segmenttiosan 156a, sylinterin 139 ja segmenttiosan 156b välille. Kapeneva tai kartiomainen osa 156b sijaitsee keskeisesti kotelossa yhdessä lieriömäisen osan 139 kanssa. Säädettyinä aksiaalisesti kolonnin sisällä käytetään uppomäntäosaa 165b ja puristus-paineen kohdistamiseen ainesosaväliaineeseen sekä radiaalisesti että aksiaalisesti tarkoitettua sylinteriä 139 tiukasti tiivistetyn aluskerroksen, so. ainesosamateriaalin muodostaman tiivistyksen, aikaansaamiseksi. Uppomännän 138 pituussuuntaista liikettä ja siten tiivistys-paineen säätämistä varten uppomäntä on alapäässään kotelon ulkopuolella varustettu kierteitettyllä osalla 156, jonka ympäri on asetettu ontto sylinteri 158, jonka yksi pää nojaa mutteria 146 vasten, kierteitetyn osan 156 kulkiessa sylinterin toisen pään kautta, johon myös mutteri 160 kiinnitetään. Mutteria 160 kiertämällä karaa voidaan vetää alaspäin kotelon sisällä sekä radiaalisten että aksiaalisten voimien kohdistamiseksi kotelon sisällä olevaan ainesosamateriaaliin.

Kolonnin ollessa ylösalaisin käännettyssä asennossa ja syöttöpään kannen 120 ja uppomännän (karan) 138 kiinnitettyinä paikoilleen, syötetään ainesosamateriaalia koteloon karan ympärille. Poistopään kansi 126 kiinnitetään paikoilleen yhdessä kaikkien muiden elementtien kanssa ja ainesosamateriaali kostutetaan hitaasti kyseistä tiiviste-

tyyppiä varten sopivalla liuottimella, minkä jälkeen mutteri 160 kiristetään sellaiseen vääntömomenttiarvoon, että tiivistysaineen paine ei ylitä arvoa 300 naulaa/neliötuuma tai muuta ennalta määrättyä arvoa ainesosamateriaalin

5 murskautumisen estämiseksi. Pystysuorasti sintratun levyn kautta suuntautuvan voiman, levyn liikkuesssa alaspäin yhdessä karan kanssa, johon se on kytketty yhteistä liikettä varten, kohdistavan sylinterin ja sekä pysty- että vaaka-

10 suoraa voimakomponentin kohdistavan uppomännän synnyttämät voimat johtavat erittäin yhtenäiseen ja toistettavaan tiivistettyyn aluskerrokseen.

Kuvioissa 13, 14, 15 ja 16 esitetään laite 160 nesteen jakamiseksi kanavasta 156-2a ja kanavasta 156-2b väliainealuskerrokseen M. Kanavasta 156-2b tuleva neste

15 kulkee kanavaan 160-1b ja sitten pään 160-1 reikien 160-la reikien kautta. Tämän jälkeen aluskerroksen erottamaksi tarkoitettu neste suunnataan kulkemaan levyä 160-2 vasten ja sen reikien 160-2a kautta sylinteriin 139d, sintratussa huokoisessa levyssä 139d oleviin kanaviin 160-1b ja sen

20 jälkeen aluskerrokseen M. Katso kuvioita 5-7 levyn yksityiskohtien suhteen. Sulate- tai sintratun kiekkolevyn poistopäätä on merkitty numerolla 127 ja tukilevyä numerolla 128, tukilevyn ollessa samaa tyyppiä kuin kuvioissa 1-10 selostettu. Neste kulkee levyn yläosassa olevien reikien 128-1 kautta ja sitten kanaviin 128-2, jotka ovat

25 yhteydessä poistotiehyen 154 kehäkanavan 154-1 kanssa. Uppomännän sopiva kapeneva tai kartiomainen osa 156-b on kaltevuuskulmaltaan noin 2,20°.

On selvää, että edelläoleva selostus on annettu

30 vain esimerkin tavoin ja että se sisältää kaikki mahdolliset muutokset ja parannukset oheisten patenttivaatimusten määrittämisen suojapiirin rajoissa.

Patenttivaatimukset

1. HPLC-kolonne, joka käsittää onton lieriömäisen kotelon (10), joka sisältää ainesosamateriaalikerroksen (M), t u n n e t t u siitä, että koteloon (10) on sovitettu kara (38), jossa on kartiomainen osa (56b) ja joka on keskeisesti tuettu koteloon, jolloin kara on siirrettävissä aksiaalisesti kotelon sisällä radiaalisen ja aksiaalisen paineen kohdistamiseksi kotelossa olevana ainesosamateriaaliin.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen HPLC-kolonne, t u n n e t t u siitä, että kara (38) käsittää lähinnä kotelon (10) syöttöpäätä olevan kartiomaisen osan (56b) sekä lähinnä kotelon poistopäätä olevan lieriömäisen osan (56c).

3. Patenttivaatimuksen 1 mukainen HPLC-kolonne, t u n n e t t u siitä, että onton lieriömäisen kotelon (10) vastakkaisiin päihin on kiinnitetty syöttö- ja poistokannet (20, 26), jotka kotelon (10) kanssa rajoittavat suljetun kammion (16) ainesosamateriaalikerroksen (M) vastaanottamista; koteloon (10) sovitettun karan (38) vastakkaiset päät ulottuvat kansien (20, 26) ulkopuolelle, jolloin kara (38) on siirrettävissä aksiaalisesti kotelossa (10) kansien (20, 26) läpi; karan (38) kartiomainen osa (56b) kulkee syöttökannesta (20) osittain kohti poistokantta (26); ja karan (38) toiseen päähän poistokannen (26) ulkopuolelle on sovitettu laitteet (56, 60), jotka siirtävät karaa (38) aksiaalisesti kammiossa (16) ainesosamateriaalin (M) puristuksen säätämiseksi kammion (16) sisällä.

4. Patenttivaatimuksen 1 mukainen HPLC-kolonne, t u n n e t t u siitä, että karan (38) päät ulkonevat kotelon (10) päistä ja että karan (38) toiseen ulkonevaan päähän (56) on kierretty mutteri (60), joka liittyy samassa päässä olevaan sulkimeen (58), jolloin karaa voidaan mutterin avulla siirtää aksiaalisesti kotelon sisällä.

5. Patenttivaatimuksen 1 mukainen HPLC-kolonnei,
t u n n e t t u siitä, että kotelo (10) on täytetty ai-
nesosamateriaalilla (M), joka on aksiaalisesti ja radiaa-
lisesti sovitettu kokoonpuristettavaksi paineella, joka ei
5 murskaa ainesosamateriaalia.

6. Patenttivaatimuksen 1 mukainen HPLC-kolonnei,
t u n n e t t u siitä, että ontto kotelo (110) käsittää
ensimmäisen ja toisen pään (112, 114); kotelon (110) en-
simmäiseen päähän (112) tai sen läheisyyteen asetetun sy-
10 linterin (139), jotka voidaan liikuttaa kotelossa; sylin-
teriin (139) kytketyn ja sen kanssa liikkuvan karan (138),
jolloin karan (138) sylinteriä (139) lähinnä oleva osa
(156b) on kartiomainen sen suurimman läpimitan ollessa
lähinnä sylinteriä (139) ja jolloin karan lieriömäinen osa
15 (156d) ulottuu kartiomaisesta osasta; ja ensimmäisen lait-
teen (126, 146), joka on sovitettu kotelon (110) toiseen
päähän karan (138) ja sylinterin (139) liikuttamiseksi.

7. Patenttivaatimuksen 6 mukainen HPLC-kolonnei,
t u n n e t t u siitä, että sylinteri (139) käsittää
20 laitteet (156a-1, 160) nesteen vastaanottamiseksi ja syöt-
tämiseksi karan (138) kartiomaista osaa (156b) lähimpänä
olevaan kotelon (110) osaan.

8. Patenttivaatimuksen 6 mukainen HPLC-kolonnei,
t u n n e t t u siitä, että ensimmäinen laite käsittää
25 laitteet (128) nesteen vastaanottamiseksi kotelon (110)
sisäpuolelta ja nesteen saattamiseksi tämän poistoaukkoon.

9. Patenttivaatimuksen 1 mukainen HPLC-kolonnei,
jonka onttoon koteloon (110) on sovitettu sylinteri (139)
aksaalista liikettä varten, t u n n e t t u siitä, että
30 kara (138) on kytketty sylinteriin (139) yhteistä liikettä
varten sen kanssa, jolloin kara (138) on osittain kartio-
mainen siten, että lähinnä sylinteriä (139) olevan kartio-
maisen osan (156b) poikkileikkaus on suurempi kuin kauim-
pana sylinteristä (139) olevan kartiomaisen osan (156b)
35 poikkileikkaus.

10. Menetelmä kromatografisen väliaineen tiivistämiseksi HPLC-kolonnissa sen molempien päiden ja sisäseinän välissä, t u n n e t t u siitä, että osittain kartiomainen kara (38; 138) asetetaan keskeisesti väliainekerroksen (M) ensimmäiseen päähän, jolloin karan (38; 138) kartiomainen osa (56b; 156b) on muodostettu siten, että se siirtyessään väliainekerroksen (M) toista päätä kohti pakottaa kartiomaisen osan kanssa kosketuksessa olevan väliainekerroksen sekä kolonnin sisäseiniä vasten että kauimpana kartiomaista olevaa kolonnin päätä kohti, ja että karaa (38; 138) siirretään kartiomaisestä osasta (56b; 156b) kauimpana olevaa kolonnin päätä kohti.

Patentkrav

1. HPLC-kolonn omfattande en ihålig cylindrisk kapsel (10) innehållande en bädd av partikelmaterial (M),
5 k ä n n e t e c k n a d därav, att i kapseln (10) är anordnat en spindel (38) med en konisk del (56b), vilken spindel är centrerat stödd i kapseln (10), varvid spindeln är axiellt förskjutbar i kapseln för att utöva radiellt och axiellt tryck mot partikelmaterialiet i kapseln.

10 2. HPLC-kolonn enligt patentkrav 1, k ä n n e t e c k n a d därav, att spindeln (38) omfattar en konisk del (56b) närmast kapselns (10) inloppsände och en cylindrisk del (56c) närmast kapselns (10) utloppsände.

15 3. HPLC-kolonn enligt patentkrav 1, k ä n n e t e c k n a d därav, att inlopps- och utloppslock (20, 26) är fästa vid den ihåliga cylindriska kapselns (10) motstående ändar, vilka tillsammans med kapseln (10) bildar en sluten kammare (16) för upptagning av en bädd av partikelformigt material (M); den i kapseln (10) anordnade spindelns (38) motstående ändar sträcker sig utanför locken (20, 26), varvid spindeln (38) kan förskjutas axiellt i kapseln (10) genom locken (20, 26); spindelns (38) koniska del (56b) går från inloppslocket (20) delvis mot utloppslocket (26); och vid spindelns (38) ena ände
20 utanför utloppslocket (26) är anordnade anordningar (56, 60), som förskuter spindeln (38) axiellt i kammaren (16) för reglering av sammanpressningen av partikelmaterialiet (M) i kammaren (16).

25 4. HPLC-kolonn enligt patentkrav 1, k ä n n e t e c k n a d därav, att spindelns (38) ändar står ut från kapselns (10) ändar och att en mutter (60) är skruvad på spindelns (38) ena utstående ände (56) i kontakt med en förslutning (58) i samma ände, varvid spindeln medelst muttern kan förskjutas axiellt inom kapseln.

5 5. HPLC-kolonn enligt patentkrav 1, k ä n n e -
t e c k n a d därav, att kapseln (10) är fylld med parti-
kelmaterial (M), som är anordnat att axiellt och radiellt
sammanpressas medelst ett tryck som ej krossar partikelma-
terialet.

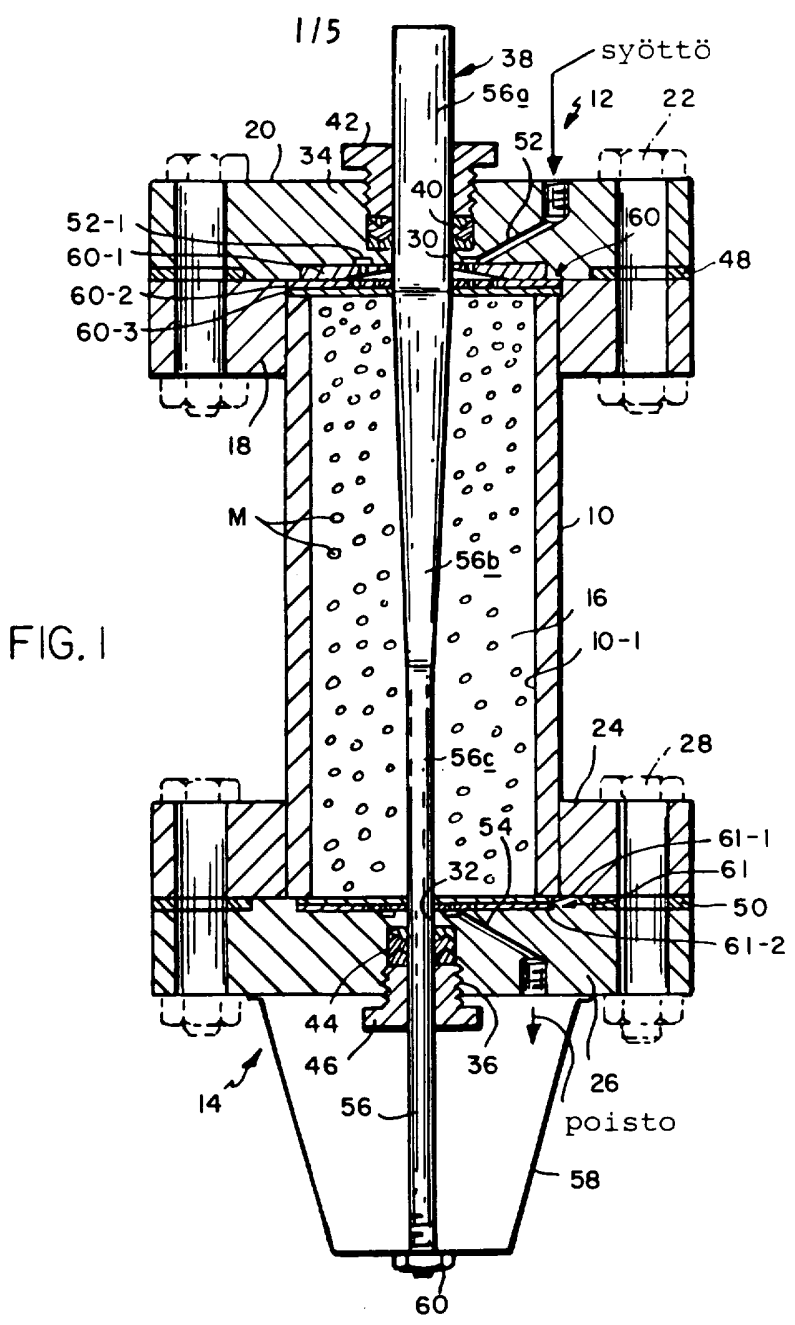
10 6. HPLC-kolonn enligt patentkrav 1, k ä n n e -
t e c k n a d därav, att den ihåliga kapseln (110) omfat-
tar en första och en andra ände (112, 114); en i kapseln
(116) första ände (112) eller i dess närhet anordnad cy-
linder (139) som är rörlig i kapseln; en till cylindern
(139) kopplad och tillsammans med denna förskjutbar spin-
del (138), varvid spindelns (138) närmast cylindern (139)
belägna del (156b) är konisk med sin största diameter när-
mast cylindern och varvid en cylindrisk del (156d) hos
15 spindeln (138) utgår från den koniska delen; och en första
anordning (126, 146), som är anordnad i kapseln (110)
andra ände för förskjutning av spindeln (138) och cylin-
dern (139) i kapseln (110).

20 7. HPLC-kolonn enligt patentkrav 6, k ä n n e -
t e c k n a d därav, att cylindern (139) omfattar anord-
ningar (156a-1, 160) för upptagning av vätska och matning
av vätska till den närmast spindelns (138) koniska del
(156b) befintliga delen av kapseln (110).

25 8. HPLC-kolonn enligt patentkrav 6, k ä n n e -
t e c k n a d därav, att den första anordningen omfattar
anordningar (128) för upptagning av vätska inne i kapseln
(110) och för ledning av vätska till den utloppsöppning.

30 9. HPLC-kolonn enligt patentkravet 1 i vars ihåliga
kapsel (110) är anordnad en cylinder (139) för axiell
förskjutning, k ä n n e t e c k n a d därav, att spindeln
(138) är kopplad till cylindern (139) för en samgående
rörelse med denna, varvid spindeln (138) är delvis konisk
så att den koniska delen (156b) närmast cylindern (139)
uppvisar ett större tvärsnitt än den koniska delen (156b)
35 längst bort från cylindern (139).

10. Förfarande för sammanpressning av ett kromatografiskt medium i en HPLC-kolonn mellan dess båda ändar och innervägg, k ä n n e t e c k n a t därav, att den delvis konisk spindel (38; 138) placeras centralt i en första ände av en mediumbädd (M), varvid spindelns (38; 138) koniska del (56b; 156b) är utformad så att den då den förskjuts mot mediumbäddens (M) andra ände tvingar det med den koniska delen i beröring varande mediumbädden både mot kolonnens innervägg och mot den längst bort ifrån den koniska delen belägna änden av kolonnen, och att spindeln (38; 138) förskjutes mot den längs bort ifrån den koniska delen (56b; 156b) belägna änden av kolonnen.



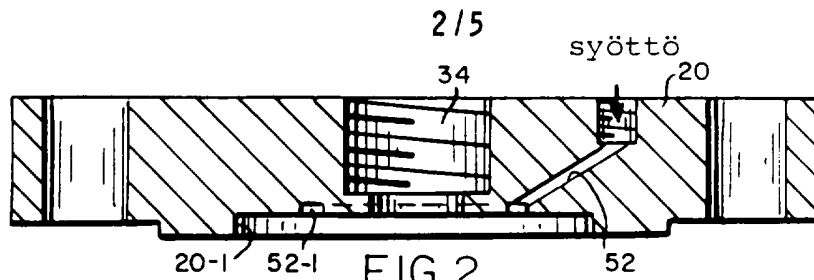


FIG. 2

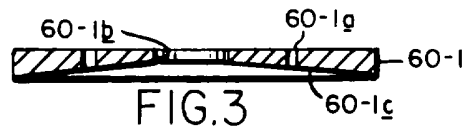


FIG. 3

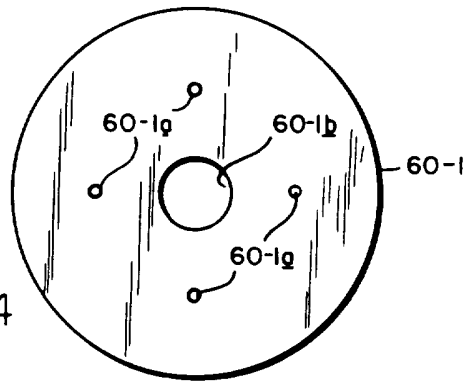


FIG. 4

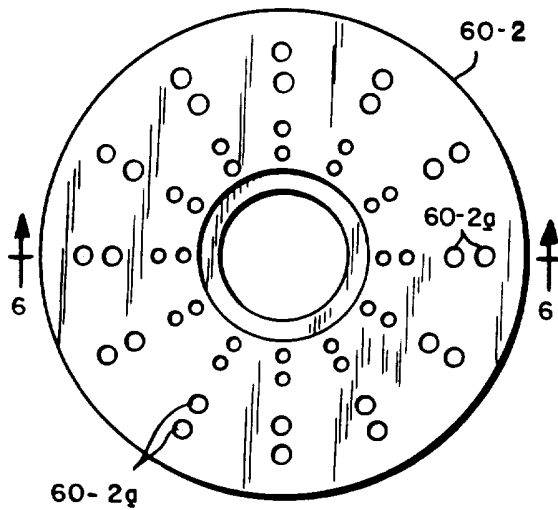


FIG. 5

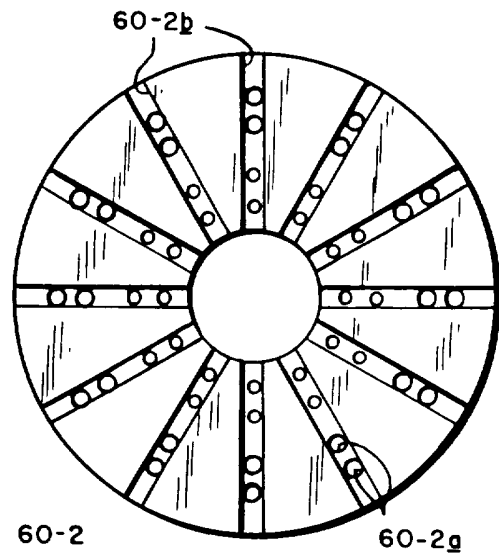


FIG. 7

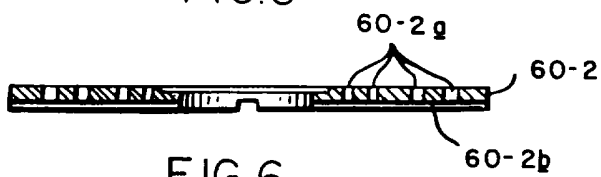


FIG. 6

3/5

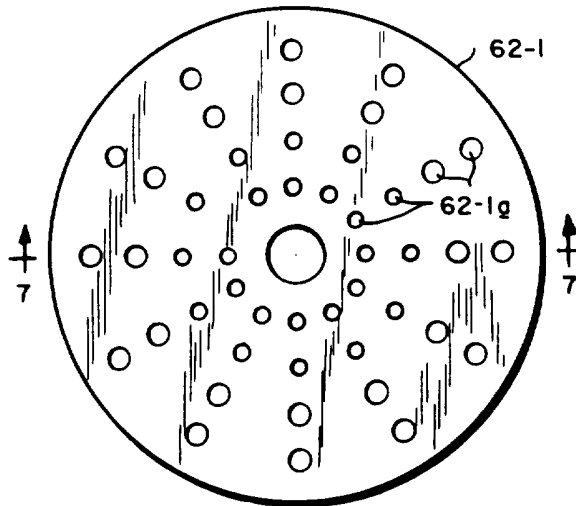


FIG. 8

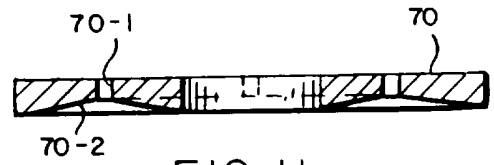


FIG. 11

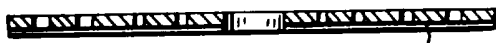


FIG. 9

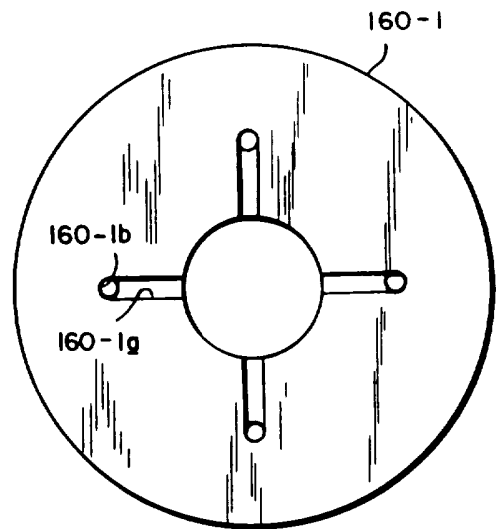


FIG. 15

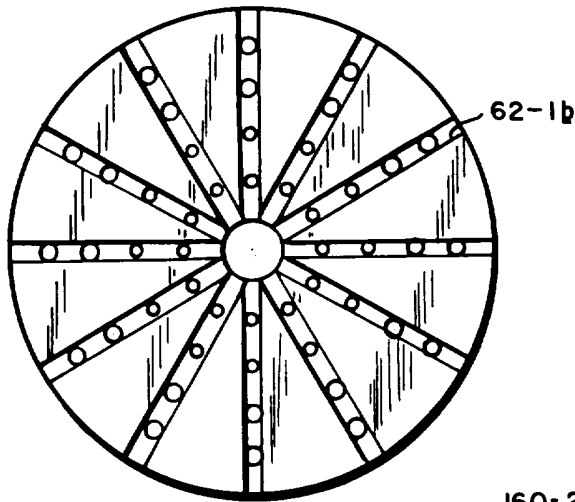


FIG. 10

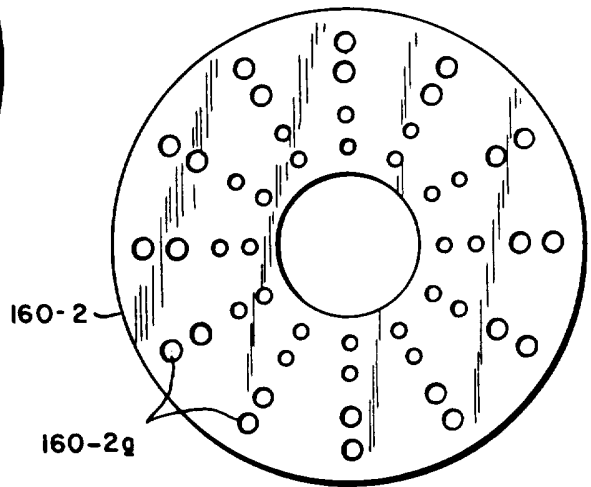
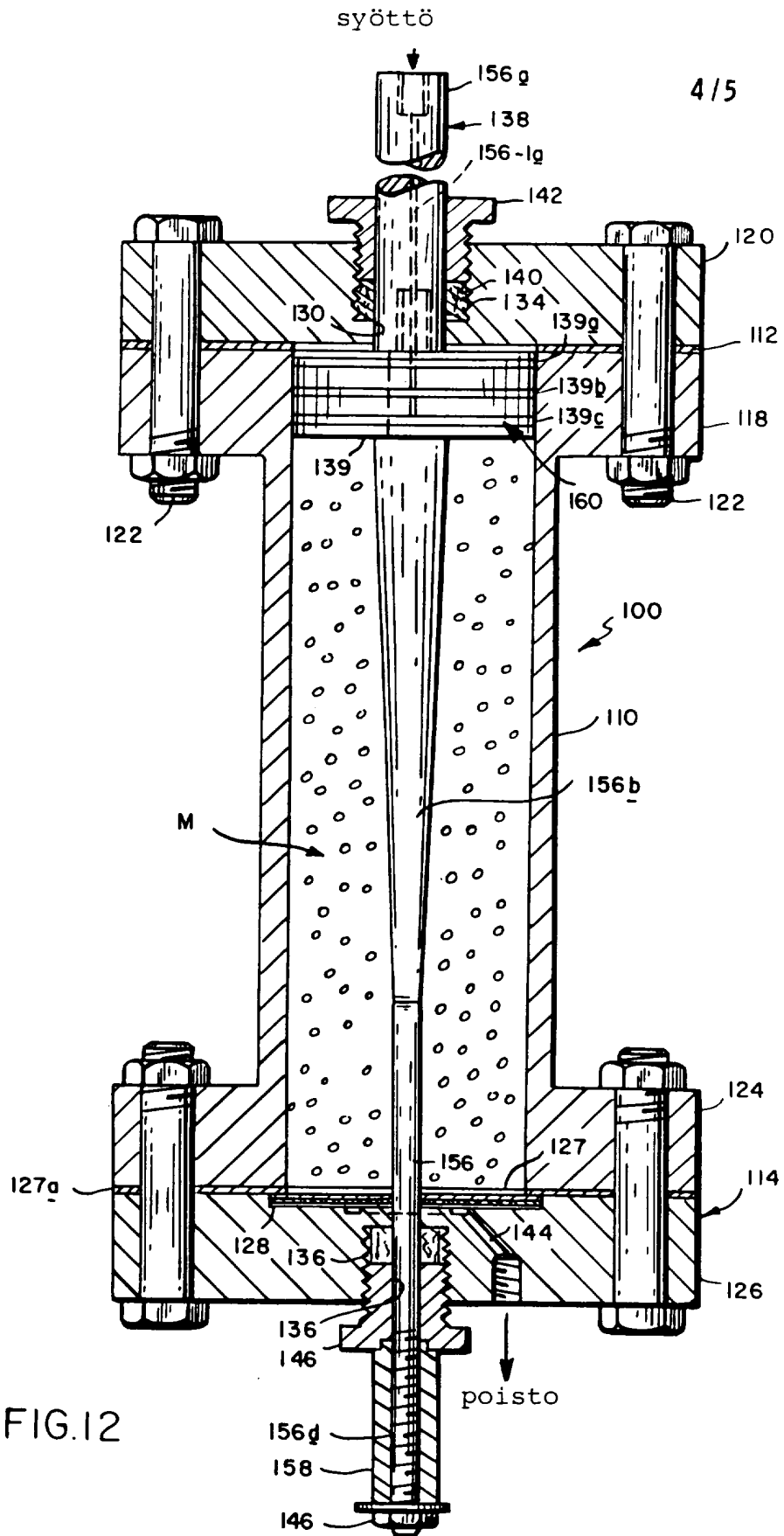


FIG. 16



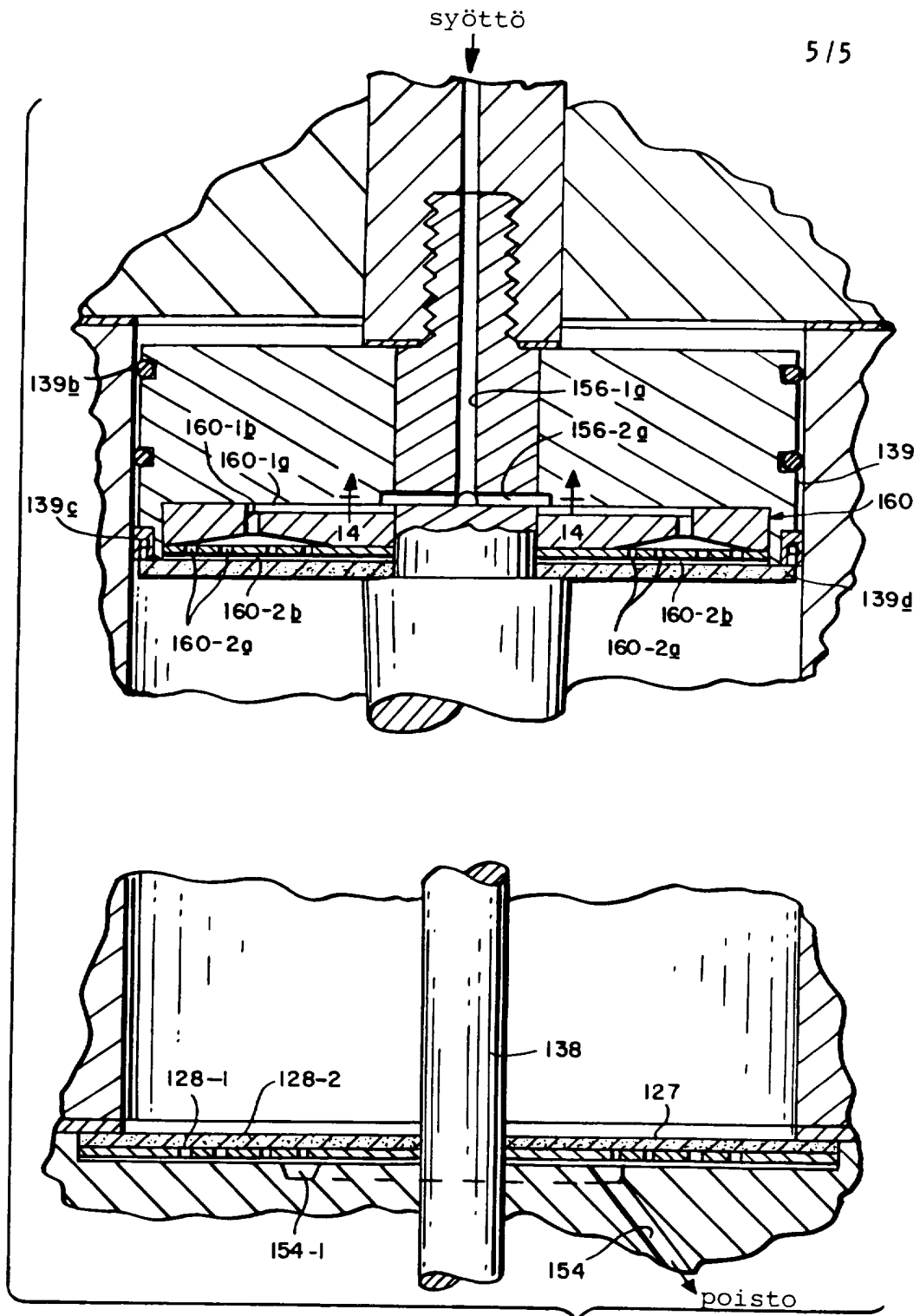


FIG. 13

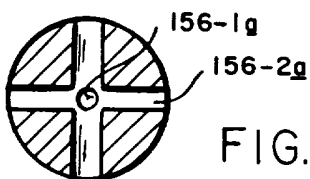


FIG. 14