

ROYAUME DE BELGIQUE

BREVET D'INVENTION



NUMERO DE PUBLICATION : 1001399A6

NUMERO DE DEPOT : 8701499

MINISTERE DES AFFAIRES ECONOMIQUES

Classif. Internat.: G01N B01D

Date de délivrance : 24 Octobre 1989

Le Ministre des Affaires Economiques,

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 30 Décembre 1987 à 11h25
à l' Office de la Propriété Industrielle

ARRETE:

ARTICLE 1.- Il est délivré à : SCLAVONS Michel
rue J. F. Debecker 81, 1200 BRUXELLES(BELGIQUE)

un brevet d' invention d' une durée de 6 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles, pour : APPAREILLAGE DE CHROMATOGRAPHIE LIQUIDE.

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) demandeur(s).

Bruxelles, le 24 Octobre 1989
PAR DELEGATION SPECIALE :

D. VANDERGHEYNST
Conseiller-adjoint à l'Office
de la Propriété industrielle

5

- 1 -

10

APPAREILLAGE DE CHROMATOGRAPHIE LIQUIDE

La présente invention est relative à un appareillage de chromatographie en phase liquide, notamment 15 destiné à la chromatographie liquide à haute performance.

Il est connu d'utiliser, aux fins d'une chromatographie en phase liquide, des colonnes de verre. Toutefois, comme la pression exercée par le liquide d'élu-
20 tion est totalement transmise sur la paroi de la colonne de verre, les procédés de chromatographie ne peuvent être mis en oeuvre qu'à des pressions relativement réduites, telles que par exemple 2 à 3 bars. Les pressions radiales dirigées du centre de la colonne vers la périphérie ne peuvent que rarement dépasser 5 bars, notamment au vu de
25 la constitution des colonnes de verre classiques. Il en résulte que les vitesses linéaires de phase mobile sont limitées et ne sont pas toujours adaptées à une résolution efficace.

Le but de la présente invention consiste à four-
30 nir un appareillage de chromatographie en phase liquide qui supporte des pressions de liquide d'élu- tion notablement plus élevées, par exemple de l'ordre de 50 à 150 bars.

Un but complémentaire de la présente invention
35 consiste à fournir un appareillage de chromatographie en phase liquide qui fait appel à des colonnes de verre classiques.

Un autre but complémentaire consiste à fournir

un appareillage de chromatographie plus efficace et plus performant permettant d'adapter les vitesses linéaires de phase mobile à la résolution.

Selon la présente invention, l'appareillage de chromatographie en phase liquide comporte au moins une colonne de verre classique logée dans une gaine extérieure, le volume compris entre la colonne de verre classique et la gaine l'enveloppant étant destiné à être rempli d'un fluide équilibrant la pression intérieure de la colonne de verre classique.

Selon une forme d'exécution préférée, l'appareillage conforme à la présente invention est équipé de dispositifs annexes qui permettent l'introduction dans le volume compris entre la colonne de verre et la gaine extérieure du liquide d'élution utilisé dans la colonne, sous une pression sensiblement égale.

Dans le cas de l'appareillage conforme à la présente invention, la pression existante à l'intérieure de la colonne de verre est intégralement et continuellement compensée par une pression extérieure, si bien que des deux côtés de la paroi de verre, les pressions sont identiques quelle que soit la gamme des pressions utilisées. En pratique, l'appareillage décrit, fonctionne sous des pressions notablement plus élevées, 70 à 90 bars étant utilisés en routine. Il est à noter que des séparations chromatographiques ont été réalisées avec succès à des pressions de l'ordre de 120 bars.

Un avantage de la présente invention réside dans le fait que l'appareillage décrit peut accommoder n'importe quelle colonne en verre et permet de les utiliser sous des pressions et donc à des vitesses bien supérieures à celles utilisées de manière classique.

Il en résulte que l'on peut

- sélectionner les vitesses linéaires de phase mobile les plus adéquates à une résolution efficace;
- réaliser l'élution, tant de façon isocratique qu'en gradient, des colonnes de phase normale ou inverse;
- utiliser des colonnes chromatographiques analytiques,

semi-préparatives et préparatives.

L'appareillage de la présente invention est décrit plus ci-dessous à l'appui des figures dans lesquelles:

- 5 - la figure 1 est une vue schématique d'une installation de chromatographie liquide comportant l'appareillage de l'invention, et
- la figure 2 est une vue éclatée d'une forme d'exécution préférée d'une gaine extérieure équipant l'appareillage de l'invention.

10 Dans les figures, des repères de référence identiques se rapportent à des éléments identiques ou analogues.

La figure 1 représente schématiquement une installation de chromatographie en phase liquide à haute performance. On y distingue essentiellement:

- 15 - une colonne en verre classique prête à l'emploi pour la chromatographie liquide 1,
- un gainage en acier 3 permettant d'enfermer complètement la colonne précitée,
- 20 - les tuyauteries de connexions et les vannes permettant la distribution judicieuse des solvants d'élution, l'introduction des échantillons à chromatographier et l'équilibrage des pressions à l'intérieur et l'extérieur de la colonne chromatographique.

25 Le solvant d'élution est injecté dans l'installation au moyen d'une pompe classique de chromatographie liquide à haute performance 5. A la sortie de cette pompe 5, grâce à un raccord en T 7, le solvant d'élution suit deux voies 9 et 11. Par la voie 9, le solvant d'élution
30 remplit l'espace compris entre l'intérieur de la gaine 3 et l'extérieur de la colonne de chromatographie 1. Ceci permet de créer une contre-pression égale à celle exercée par ce même solvant lorsqu'il est introduit à l'intérieur de la colonne de verre 1 par la voie 11. Une vanne d'injection classique d'échantillon 13 est placée dans la voie
35 11, en aval du raccord en T 7, évitant ainsi toute diffusion de l'échantillon à chromatographier dans la chambre

interne de la gaine 3. A l'intérieur de la gaine 3, la colonne de chromatographie 1 est raccordée directement à la voie 11. A la sortie de la gaine 3, le flux de solvant est dirigé vers un système classique de détection et de
5 collecte 15 des échantillons ainsi chromatographiés.

Les pressions mises en jeu sont continuellement visualisées grâce à deux manomètres 17, 19 placés judicieusement dans l'installation.

La tête et la queue de la gaine 3 sont équipées
10 de raccords en T 21 et 23. Le raccord 21 reçoit la tuyauterie de la voie 11 pour envoyer le solvant directement dans la colonne, et celle de la voie 9 pour introduire le solvant dans le volume compris entre la colonne 1 et la gaine 3. Le raccord 23 permet d'une part l'évacuation du
15 solvant sortant de la colonne 1 vers un dispositif de détection classique et, d'autre part, l'adaptation d'un dispositif classique de vidange de la gaine 3, via une vanne 25.

Il est bien entendu que le circuit représenté à
20 la figure 1 peut être fermé moyennant un recyclage adéquat du solvant.

A la figure 2 on a représenté, à titre d'exemple, une vue éclatée de la gaine 3 utilisée dans l'appareillage conforme à la présente invention .

25 La gaine 3 se compose, de part et d'autre d'un tube central 27 fileté à ses deux extrémités 29 et 31, de préférence en acier, un joint torique 33, 35, de préférence en caoutchouc, un bouchon 37, 39, de préférence en
30 acier, muni d'une gorge circulaire permettant d'accueillir le joint précité 33, 35, et muni en son centre d'un filetage interne, une bague 41 et 43 de serrage, de préférence en acier, avec un filetage interne permettant le serrage de ladite bague et dudit joint sur le tube central 27, un
35 raccord en T 23 et 21 dont l'un des bras 45, 47 s'applique au centre du bouchon 37, 39 et dont les deux autres bras 49 et 51, 53 et 55, reçoivent les tuyauteries. Leur étanchéité peut être avantageusement réalisée par un jeu de joints coniques 57 et 59 associés à des écrous de serrage

61 et 63.

Les connexions de la colonne en verre classique 1 à la voie 11 se font par un moyen classique connu en soi dans le domaine de la chromatographie en phase liquide à haute performance.

L'appareil selon la présente invention permet d'effectuer des chromatographies en phase liquide à haute performance, sous des pressions de l'ordre de 50 à 150 bars, en fonction de la résolution optimale.

10 Ces techniques de chromatographie peuvent être analytiques ou préparatives et l'intérêt principal pour y avoir recours selon l'invention est le gain important de temps qu'elles permettent.

15

20

25

30

35

REVENDEICATIONS

1. Appareillage de chromatographie en phase
liquide caractérisé en ce qu'il comporte au moins une
colonne de verre classique (1) logée dans une gaine exté-
5 rieure (3), le volume compris entre la colonne de verre
classique (1) et la gaine (3) l'enveloppant étant destiné
à être rempli d'un fluide équilibrant la pression inté-
rieure de la colonne de verre classique (1).

2. Appareillage selon la revendication 1 carac-
10 térisé en ce qu'il est équipé de dispositifs annexes (5,
7, 13) qui permettent l'introduction dans le volume com-
pris entre la colonne de verre (1) et la gaine extérieure
(3) du liquide d'élution utilisé dans la colonne (1), sous
une pression sensiblement égale.

15 3. Appareillage selon l'une quelconque des re-
vendications précédentes caractérisé en ce qu'il est monté
dans une installation de chromatographie liquide compor-
tant au moins une pompe classique de chromatographie li-
quide (5) dont la tuyauterie aval comporte un raccord en T
20 (7), répartissant le solvant d'élution selon deux voies
(9, 11) dont une première (9) remplit l'espace compris
entre la colonne (1) et la gaine extérieure (3) et dont
la deuxième (11) introduit le solvant d'élution dans la-
dite colonne (1); une vanne d'injection d'échantillon
25 (13) étant agencée dans la voie (11).

4. Appareillage selon l'une quelconque des re-
vendications précédentes caractérisé en ce que la tête de
la gaine (3) est équipée d'un raccord en T (21) qui reçoit
la tuyauterie de la voie (9) qui amène le solvant directe-
30 ment dans le volume compris entre la colonne (1) et la
gaine (3) et la tuyauterie de la voie (11) qui envoie le
solvant directement dans la colonne (1) et en ce que la
queue de la gaine (3) est équipée d'un raccord en T (23)
qui permet, d'une part, l'évacuation du solvant sortant de
35 la colonne (1) vers un dispositif de détection classique
et, d'autre part, l'adaptation d'un dispositif classique
de vidange de la gaine (3), via une vanne (25).

5. Utilisation de l'appareillage selon l'une

quelconque des revendications précédentes pour la mise en oeuvre de chromatographies liquides, notamment des chromatographies en phase liquide à haute performance, sous des pressions de l'ordre de 50 à 150 bars, en fonction de la

5 résolution optimale.

6. Utilisation selon la revendication 5 en chromatographie analytique ou préparative.

10

15

20

25

30

35

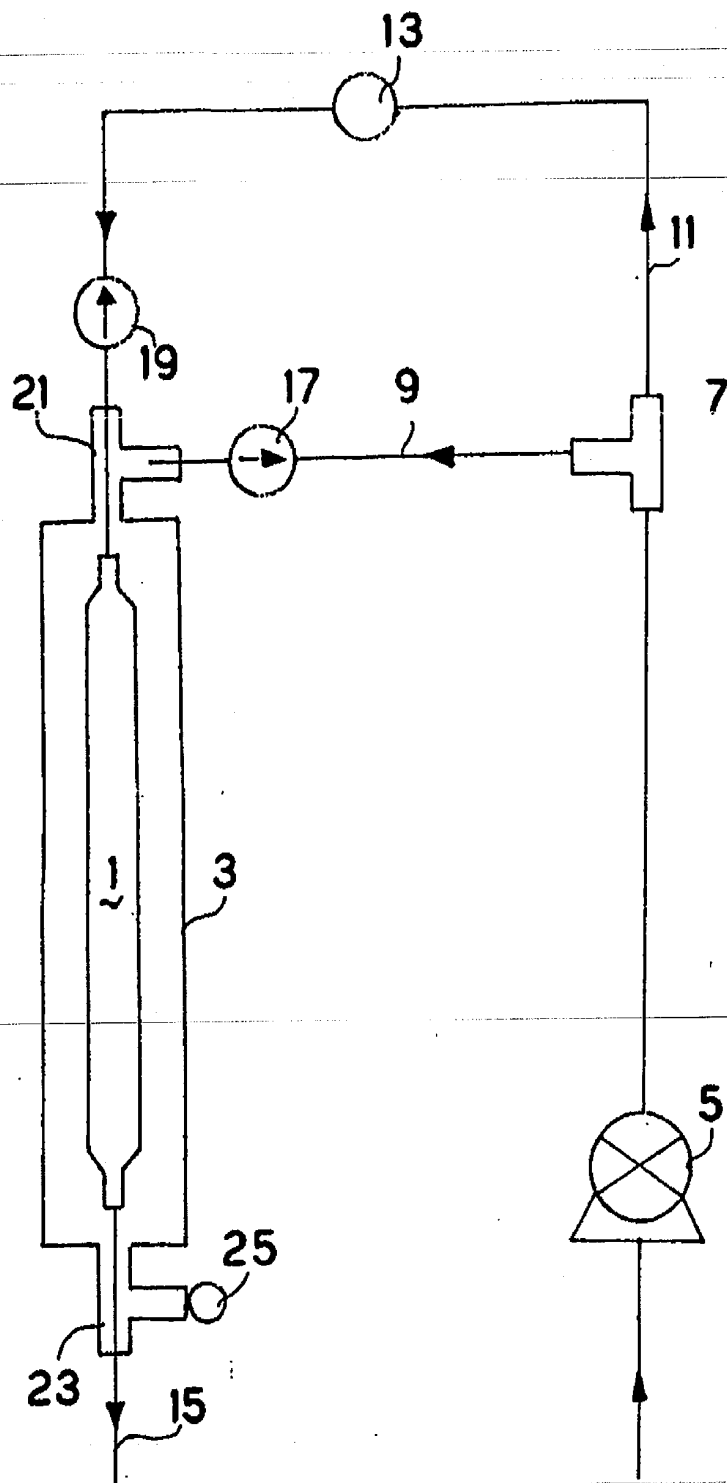


FIG.1

FIG. 2

