(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 265 838**

(51) Int. Cl.:
***G01N 30/56*** (2006.01)
***B01D 15/08*** (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Número de solicitud europea: **00115694 .2**
(86) Fecha de presentación : **21.07.2000**
(87) Número de publicación de la solicitud: **1074835**
(87) Fecha de publicación de la solicitud: **07.02.2001**

(54) Título: **Columna cromatográfica con propiedades de suspensión mejoradas.**

(30) Prioridad: **02.08.1999 DE 199 36 337**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
**01.03.2007**

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
**01.03.2007**

(73) Titular/es: **InfraServ GmbH & Co. Höchst KG.**
**65926 Frankfurt am Main, DE**

(72) Inventor/es: **Simon, Klaus-Jürgen y**
**Itter, Klaus**

(74) Agente: **Lehmann Novo, María Isabel**

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).



Venta de fascículos: Oficina Española de Patentes y Marcas. Pº de la Castellana, 75 – 28071 Madrid

## DESCRIPCIÓN

Columna cromatográfica con propiedades de suspensión mejoradas.

La invención concierne a una columna cromatográfica que presenta un cuerpo de columna cilíndrico con un eje del cilindro, un diámetro D, un primer extremo y un segundo extremo que está situado enfrente del primer extremo, una capa de separación en el primer extremo y varias unidades de suspensión.

Se conocen columnas cromatográficas de la clase citada -en lo que sigue llamadas también abreviadamente columnas-, por ejemplo por el documento SE 9801433 A correspondiente al documento WO-A-99/22,234. Este documento revela una columna con al menos una válvula de suspensión central que está posicionada en el dispositivo de la celda superior y/o en el dispositivo de la celda del fondo. La válvula de suspensión central posee un casquillo de válvula neumáticamente atendido que se puede desplazar para generar tres normas de flujo diferentes. Una de las formas de flujo permite una resuspensión y una retirada de medio cromatográfico (material de relleno, gel) de la columna, así como un nuevo llenado subsiguiente de la columna con gel fresco sin desmontaje de ninguna clase. La suspensión del gel es necesaria para cargar la columna nuevamente con gel fresco u otro gel que sea específico para aplicaciones determinadas. Sin embargo, la columna conocida adolece del inconveniente de que, para diámetros D de columna a partir de 500 mm, la válvula de suspensión no actúa sobre toda la superficie de la sección transversal de la columna. Particularmente en columnas a partir de diámetros de 1000 mm y un volumen del lecho de la columna de más de aproximadamente 500 l, el gel tiene que suspenderse manualmente por medio de paletas, lo que ocasiona un consumo de trabajo y un coste considerables.

Sen conoce por el documento US-A-4,549,584 un procedimiento para el llenado de columnas cromatográficas, así como un dispositivo adecuado para el mismo. Se revelan válvulas de llenado en calidad de unidades de suspensión.

Ante este estado de la técnica, la invención se ha basado en el problema de proporcionar una columna con propiedades de suspensión mejoradas.

Este problema se resuelve según la invención con una columna de la clase citada en principio en la que al menos dos de las unidades de suspensión están dispuestas en el primero y/o en el segundo extremo a una distancia de al menos D/6 al eje del cilindro y que se caracteriza porque las unidades de suspensión están realizadas al menos parcialmente en forma de órganos agitadores.

Por tanto, es objeto de la invención una columna cromatográfica que presenta un cuerpo de columna cilíndrico con un eje del cilindro, un diámetro D, un primer extremo y un segundo extremo que está enfrente del primer extremo, una capa de separación en el primer extremo y una o varias unidades de suspensión, estando dispuestas al menos dos de las unidades de suspensión en el primero y/o en el segundo extremos a una distancia de al menos D/6 al eje del cilindro y estando realizadas las unidades de suspensión al menos parcialmente en forma de órganos agitadores.

En las reivindicaciones subordinadas se revelan ejecuciones especiales. Algunas características individuales o varias de las características reveladas en las reivindicaciones subordinadas pueden formar también, junto con la reivindicación principal, soluciones inventivas del problema de la invención, y las características individuales se pueden combinar también de cualquier manera.

Ventajosamente, al menos cuatro unidades de suspensión están dispuestas alrededor del eje del cilindro a una distancia de aproximadamente D/4 o, en circunstancias prácticas, de D/4, simétricamente o a la misma distancia angular. Las unidades de suspensión pueden estar realizadas también en parte como toberas. Los órganos agitadores pueden presentar agitadores de palas o agitadores de hélice o agitadores de barras o tornillos sinfín o cuchillas descortezadoras en calidad de medios de agitación. En una ejecución especial algunas partes de las unidades de suspensión se han insertado, como toberas cilíndricas con agujeros de tobera, en la capa de separación, estando practicados los agujeros de tobera en su mayoría en la superficie envolvente de la tobera o de cada tobera.

Preferiblemente, las unidades de suspensión son desplazables paralelamente al eje del cilindro, por ejemplo por vía hidráulica, neumática o electromecánica, siendo preferiblemente controlables por medio de un microprocesador. Las unidades de suspensión pueden estar posicionadas en el primer extremo (fondo) o en el segundo extremo (tapa) de la columna o en ambos. En otra ejecución preferida las unidades de suspensión están fijadas a un travesaño que se extiende sobre el segundo extremo, es decir, el extremo superior del cuerpo cilíndrico de la columna. El travesaño exterior está unido con medios de accionamiento hidráulicos o neumáticos o electromecánicos y es desplazable así paralelamente al eje del cilindro. En una ejecución preferida las unidades de suspensión y/o los medios de accionamiento pueden ser activados por vía eléctrica y están unidos con una unidad de control programable, de modo que el manejo puede ser realizado de forma totalmente automática y con ajustes preseleccionables respecto de, por ejemplo, la intensidad y la duración del proceso de suspensión.

En lo que sigue, se explica la invención con más detalle ayudándose de los dibujos de las figuras 1 y 2. No se pretende así limitar la invención en modo alguno.

Muestran:

La figura 1, una representación esquemática de una ejecución preferida de la columna cromatográfica según la invención con sección transversal lateral; y

La figura 2, otra ejecución preferida en el sitio del detalle X de la figura 1 en sección transversal lateral.

La figura 1 muestra una columna vertical 1 según la invención que presenta un cuerpo de columna cilíndrico 2 de diámetro D, con un eje 13 del cilindro, un primer extremo (inferior) 3 y un segundo extremo (superior) 4 que está enfrente del primer extremo 3. En el extremo inferior está dispuesta de la manera usual una placa de filtro 5. Debajo de la placa de filtro se encuentra una placa distribuidora 6 que está soportada por una tapa de apoyo 7. La placa distribuidora 6 y la tapa de apoyo 7 están perforadas por una salida 8. La placa distribuidora 6 está achaflanada en su lado superior descendiendo en dirección a la salida 8, de modo que, en funcionamiento, el líquido de elución llega a la placa distribuidora 6 a través de la placa de filtro 5 y afluye a la salida 8 a través del chaflán. Sobre la placa de filtro 5 se encuentra un material de relleno (gel) 9. En el lado exterior del cuerpo 2 de la

columna están fijados varios dispositivos de accionamiento 12, preferiblemente cilindros hidráulicos, con los cuales se puede elevar una tapa o bien se puede desplazar un pistón en el cuerpo de la columna. En la estructura según la invención, las unidades de accionamiento 12 están unidas con un medio de retención 13, esto es, con un travesaño. En éste están dispuestas según la invención varias unidades de suspensión 11, en el ejemplo cuatro de cinco órganos agitadores (el del medio de la figura es un órgano central, y no son visibles un órgano delantero y un órgano trasero), a una distancia de al menos D/6 al eje 13 del cilindro.

Una vez concluido el proceso de cromatografía, se desmonta la tapa o el pistón y, en lugar de éstos, se une el travesaño 10 con los órganos agitadores 11 mediante los cilindros hidráulicos 12. Seguidamente, se trasladan los órganos agitadores 11 hacia abajo en dirección al interior de la columna por medio del travesaño 10 y los cilindros hidráulicos 12, con lo que los medios agitadores se sumergen en el lecho de gel y, al ser accionados, ponen a éste en suspensión.

La figura 2 muestra otra ejecución especial en la que las unidades de suspensión 11 están configuradas como toberas y se hallan posicionadas en el extremo inferior 3 de la columna, concretamente en un lugar correspondiente al detalle X de la figura 1. La tobera 11 está constituida sustancialmente por un tubo 14 que está enchufado desde fuera a través de la placa de apoyo 7, la placa distribuidora 6 y la placa de filtro 5. Termina con un extremo a haces de la superficie superior de la placa de filtro 5. Un anillo inserto 19 inmoviliza este extremo en la placa distribuidora 6. En el tubo 14 está inserto un tubo de tobera 15 que puede desplazarse longitudinalmente. El tubo de tobera 15 es más largo que el tubo 14, de modo que puede sobresalir al mismo tiempo de ambos extremos del tubo 14. El tubo de tobera 15 tiene en su extremo superior un capuchón de sellado 17 que está diseñado de modo que, según la posición del tubo de tobera desplazable 17, pueda cerrar el extremo superior del tubo 14 de una manera hermética a la presión. En el extremo inferior del tubo 17 está apoyado el tubo de tobera en forma deslizante y sellada (por ejemplo, por medio de un prensaestopas), de modo que también el espacio comprendido entre los dos tubos 14, 15 está sellado con respecto al ambiente. En el extremo superior del tubo de tobera 15 se encuentran varios agujeros de tobera 18 distribuidos por todo el perímetro de la pared de dicho tubo de tobera 15. En el extremo inferior está montada una acometida 16 para líquidos. El tubo 14 presenta, además, una acometida 20 para líquidos.

Durante el proceso de cromatografía el tubo de tobera 15 (o todos los tubos de tobera) se encuentran en la posición que se ha designado con los números 16, 17, 18. Para la formación de la suspensión, se desplaza el tubo de tobera un trecho hacia arriba, es decir, hacia el interior de la columna, de modo que los agujeros de tobera 18 dispuestos por encima de la placa de filtro se encuentran en una posición 18'. El capuchón de sellado 17 se encuentra en una posición 17' y establece así un acceso del espacio situado entre los tubos al espacio interior de la columna. A continuación, se suministra un líquido a presión, por ejemplo agua a presión, a la acometida 16, que se encuentra ahora en la posición 16', y dicho líquido sale después radialmente de los agujeros de tobera 17' con alto impulso y pone así en suspensión al material de relleno 9. En caso necesario, se puede añadir o extraer material de relleno 9 a través de la acometida 20 o bien este material puede ser barrido con otro líquido. Al menos dos de estas toberas 11 están dispuestas, según la invención, a una distancia de al menos D/6 al eje 13 de la columna. Según el tamaño de la columna, pueden estar presentes tres a diez o más toberas (u órganos agitadores) 11. Las toberas 11 pueden estar dispuestas también en el travesaño y ser introducidas así desde arriba en la columna. En las figuras 1 y 2 se ha representado una disposición mixta de toberas y órganos agitadores.

La ventaja de la columna según la invención estriba sustancialmente en que se puede suprimir una puesta en suspensión manual, muy trabajosa y, por tanto, costosa, en una columna con un diámetro de más de 1000 mm y un volumen de lecho (de gel) de más de 500 l.

## REIVINDICACIONES

1. Columna cromatográfica (1) que presenta un cuerpo de columna cilíndrico (2) con un eje (13) del cilindro, un diámetro D, un primer extremo (3) y un segundo extremo (4) que está enfrente del primer extremo (3), una capa de separación (5) en el primer extremo (3) y varias unidades de suspensión (11), al menos dos de las cuales están dispuestas en el primero y/o en el segundo extremo (3, 4) a una distancia de al menos D/6 al eje (13) del cilindro, **caracterizada** porque las unidades de suspensión (11) están realizadas al menos parcialmente en forma de órganos agitadores.

2. Columna cromatográfica según la reivindicación 1, en la que al menos cuatro unidades de suspensión (11) están dispuestas simétricamente alrededor del eje (13) del cilindro a una distancia de aproximadamente D/4.

3. Columna cromatográfica según la reivindicación 1 ó 2, en la que las unidades de suspensión (11) están insertas al menos parcialmente, como toberas cilíndricas con agujeros de tobera (18), en la capa de separación (5) y en la que los agujeros de tobera (18) están practicados en su mayoría en la superficie envolvente de la tobera o de cada tobera.

4. Columna cromatográfica según una o más de las reivindicaciones 1 a 3, en la que las unidades de suspensión (11) son desplazables paralelamente al eje (13) del cilindro.

5. Columna cromatográfica según una o más de las reivindicaciones 1, 2 y 4, en la que las unidades de suspensión (11) están fijadas a un travesaño (10) que está posicionado en el segundo extremo (4) del cuerpo (2) de la columna y puede ser desplazado paralelamente al eje (13) del cilindro con ayuda de medios de accionamiento (12) hidráulicos o neumáticos o electromecánicos.

6. Columna cromatográfica según una o más de las reivindicaciones 1 a 5, en la que los órganos agitadores (11) presentan agitadores de palas o agitadores de hélice o tornillos sinfín o cuchillas descortezadoras en calidad de medios agitadores.

7. Columna cromatográfica según una o más de las reivindicaciones 3, 5 y 6, en la que las unidades de suspensión (11) y/o los medios de accionamiento (12) pueden ser eléctricamente activados y están unidos con una unidad de control programable.

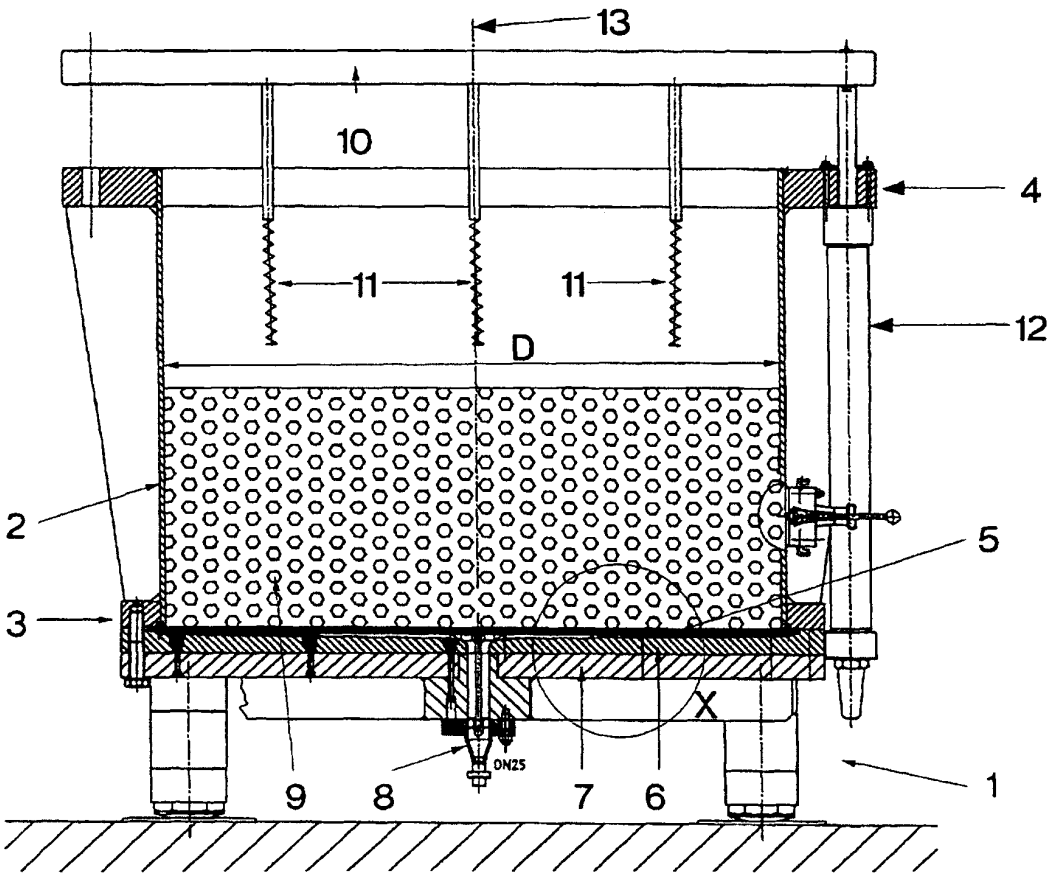



Fig. 1

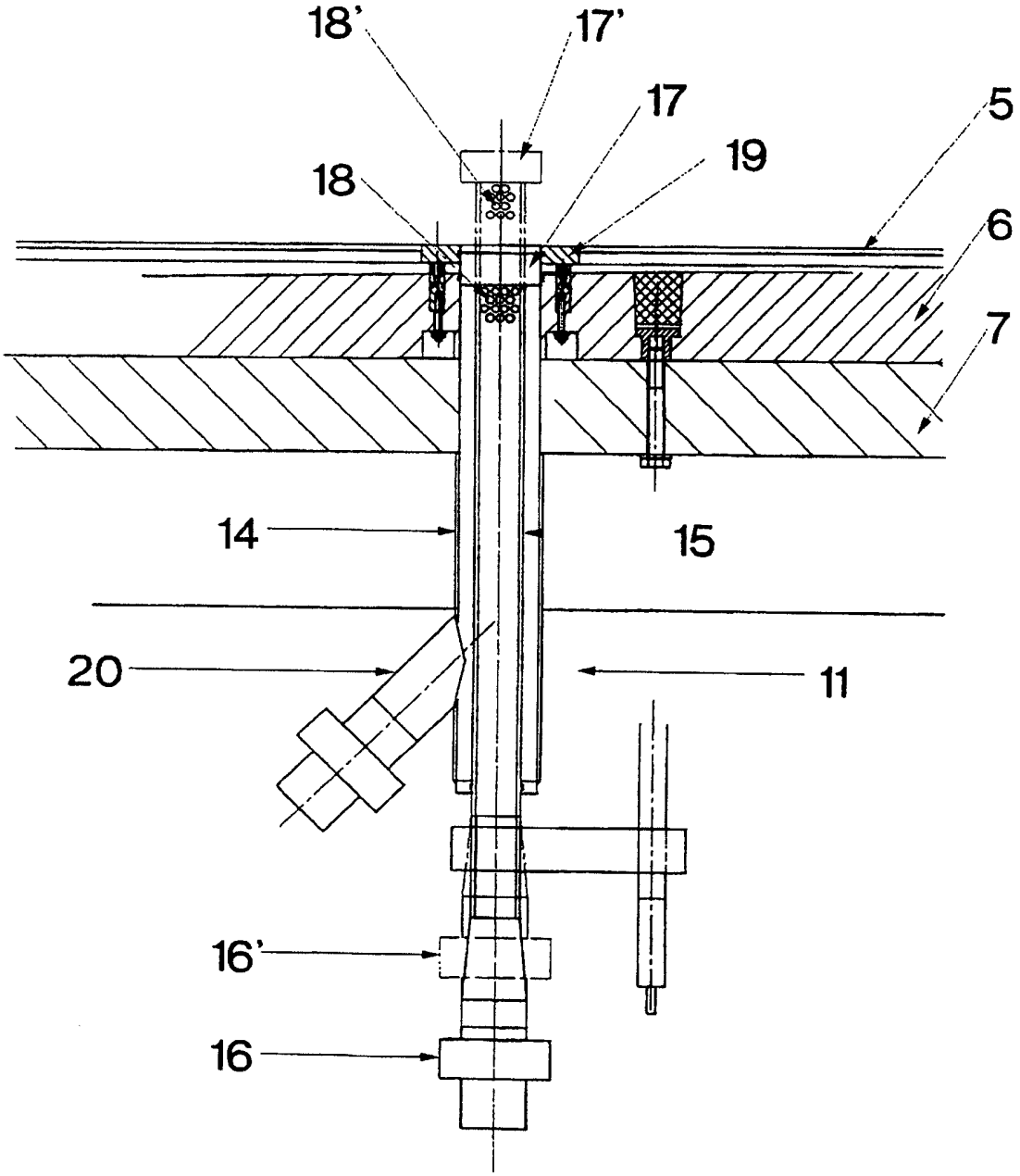



Fig. 2