

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 905 759**

51 Int. Cl.:

B04B 15/02 (2006.01)

B04B 7/02 (2006.01)

B04B 13/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **13.09.2017 PCT/US2017/051400**

87 Fecha y número de publicación internacional: **22.03.2018 WO18053026**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.09.2017 E 17772235 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.01.2022 EP 3512638**

54 Título: **Regulación térmica de los rotores durante la centrifugación**

30 Prioridad:

15.09.2016 US 201662395261 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

12.04.2022

73 Titular/es:

**BECKMAN COULTER, INC. (100.0%)
250 S. Kraemer Boulevard
Brea, CA 92821, US**

72 Inventor/es:

**RAMIN, THOMAS;
VON SEGGERN, ERIC;
HUNTING, BRAD y
SCHORSCH, JOE**

74 Agente/Representante:

PONS ARIÑO, Ángel

ES 2 905 759 T3

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).

DESCRIPCIÓN

Regulación térmica de los rotores durante la centrifugación

5 ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Una centrífuga se usa comúnmente para separar sustancias en una muestra al someter la muestra a una fuerza centrífuga. La fuerza centrífuga se genera haciendo girar un rotor que contiene la muestra a una velocidad seleccionada. Las sustancias se separan en función de las diferencias de tamaño, peso o densidad, ya que las sustancias más grandes, más pesadas y más densas sedimentan más rápido en respuesta a la fuerza centrífuga. Por ejemplo, la centrifugación se usa para separar materiales sólidos que precipitan de una solución líquida o para formar un gradiente de densidad para separar moléculas en función del tamaño y la densidad.

Para algunas centrífugas de alta velocidad, como las ultracentrífugas, la cámara de centrifugado es una cámara de vacío. El aire de la cámara de centrifugado se evacúa durante el centrifugado para mantener una presión de aire baja y constante. Esta presión reducida disminuye el calentamiento por fricción del rotor causado por las moléculas de aire en la cámara que golpean el rotor mientras gira.

En una ultracentrífuga analítica, las características físicas de una partícula, como el peso molecular, se pueden calcular en función de una tasa determinada de sedimentación de la partícula durante la centrifugación. La tasa de sedimentación se determina controlando la posición de la partícula a lo largo de la longitud radial (es decir, a lo largo del eje de la fuerza centrífuga) de una celda de muestra que contiene la muestra durante la centrifugación. La celda de muestra incluye una ventana en la parte superior e inferior para que la muestra y las partículas en ella puedan observarse durante la centrifugación. La posición de la partícula se detecta mediante cambios en la absorbancia, la interferencia o la fluorescencia a lo largo de la longitud radial de la celda de muestra. Para detectar estos cambios, la ultracentrífuga analítica tiene un módulo analítico que incluye una fuente de luz, un detector y un elemento óptico. La fuente de luz y el elemento óptico están configurados para entregar un rayo de luz iluminador a la ventana de la celda de muestra y el detector está configurado para medir la cantidad o el patrón de la luz iluminada después de que la luz pasa a través de la muestra a través de las ventanas de la celda de muestra.

Para proporcionar el haz de luz de iluminación, las ultracentrífugas analíticas del estado de la técnica comprenden un subsistema óptico iluminador que incluye una fuente de luz y una óptica de formación/direccionamiento de haz colocadas dentro de la cámara de centrifugado. Es deseable que los componentes del subsistema óptico de iluminación se mantengan en una alineación precisa para proporcionar una medida exacta y precisa de la posición de las partículas durante la centrifugación. Sin embargo, debido a que el subsistema óptico de iluminación está colocado dentro de la cámara de centrifugado, está sujeto a las condiciones variables de temperatura y presión dentro de la cámara de centrifugado. Los cambios de temperatura pueden provocar una variación en la posición de los componentes, inducida por la expansión o contracción térmica, provocando de este modo una desalineación óptica. Las temperaturas reducidas pueden causar condensación en las superficies ópticas, lo que reduce la efectividad o el rendimiento de los componentes ópticos.

Una ultracentrífuga analítica de la técnica anterior mantiene todos los componentes del subsistema óptico de iluminación y el subsistema de detección fuera de la cámara de centrifugado. Al menos una parte del subsistema óptico de iluminación se coloca por encima de la cámara de centrifugado y el módulo de detección se coloca por debajo de la cámara de centrifugado. Una ventana en la pared superior de la cámara permite que la luz de iluminación brille sobre la muestra a través de la parte superior del rotor, y una ventana en la pared inferior de la cámara permite que la luz que emana de la muestra llegue al detector. La colocación de al menos una parte del subsistema óptico de iluminación por encima del rotor puede interferir con el acceso de un usuario al rotor, por ejemplo, bloqueando la inserción o la extracción del rotor.

En muchos casos, la muestra procesada por una centrífuga es una muestra biológica. Normalmente, estas muestras se mantienen a una temperatura constante por debajo de la temperatura ambiente para preservar la estructura molecular o la actividad biológica de la muestra. Normalmente, la muestra biológica se mantiene a una temperatura de refrigeración de aproximadamente 0 °C a 40 °C. Para mantener una temperatura de refrigeración de una muestra durante la centrifugación, el rotor que contiene la centrifugación de la muestra generalmente se refrigera o se calienta.

En algunos sistemas de la técnica anterior, el rotor se refrigera indirectamente enfriando una pared de la cámara de centrifugado que contiene el rotor mientras gira. La pared refrigerada mantiene una temperatura reducida dentro de toda la cámara de centrifugado, refrigerando de este modo indirectamente el rotor mientras gira dentro de la cámara. Por ejemplo, en algunos sistemas de la técnica anterior, la pared de la cámara de centrifugado puede refrigerarse mediante un elemento termoeléctrico colocado en contacto directo con la pared en el exterior de la cámara de centrifugado. De manera alternativa, las bobinas que contienen un fluido refrigerante en circulación se pueden colocar en contacto directo con la pared en el exterior de la cámara de centrifugado. La pared refrigerada puede ser una pared lateral o el suelo de la cámara de centrifugado. La temperatura de la pared se controla ajustando la corriente eléctrica

entregada al elemento termoelectrico o controlando la temperatura del fluido refrigerante circulante, como es común en los sistemas de refrigeración. Debido a que toda la cámara normalmente se refrigera, estos sistemas pueden ser ineficientes y requieren más energía y más tiempo para refrigerar un rotor en comparación con un sistema que refrigera el rotor localmente colocando una superficie de refrigeración muy cerca del rotor. Además, la precisión de temperatura requerida para una ultracentrífuga analítica es muy difícil de lograr con un sistema basado en refrigeración que refrigera un rotor a través de serpentines de refrigeración en las paredes de la cámara. Otra desventaja de los sistemas que controlan la temperatura de la pared de la centrífuga para controlar la temperatura del rotor dentro de la cámara es que toda la cámara se refrigera a la misma temperatura. Esto puede tener efectos nocivos en otros componentes dentro de la cámara de centrifugado, como los delicados componentes ópticos de una ultracentrífuga analítica.

Las ultracentrífugas analíticas de la técnica anterior con un elemento termoelectrico en contacto directo con el suelo de la centrífuga incluyen un disipador de calor acoplado directamente al elemento termoelectrico para disipar el calor absorbido de la pared y componentes como el rotor del suelo de la centrífuga y el calor generado por el propio elemento termoelectrico. Normalmente, un ventilador sopla aire sobre las aletas de refrigeración del disipador de calor para transferir el calor absorbido al exterior del cuerpo o la carcasa de la centrífuga. Debido a que el disipador de calor está acoplado directamente al dispositivo termoelectrico fijado al suelo de la cámara de centrifugado, el disipador de calor está colocado debajo del suelo de la cámara de centrifugado. Por consiguiente, el disipador de calor ocupa espacio debajo del suelo de la cámara de centrifugado que, de lo contrario, podría usarse para albergar otros componentes de la centrífuga. En particular, los disipadores de calor ocupan espacio que, de lo contrario, podría usarse para los componentes del subsistema óptico de iluminación de una ultracentrífuga analítica, como la fuente de luz.

Otro sistema de la técnica anterior comprende un dispositivo termoelectrico acoplado directamente al rotor para controlar la temperatura del rotor mientras gira en la cámara. Esta disposición tiene el inconveniente de que el dispositivo termoelectrico se convierte en una pieza móvil que gira con el rotor y, por consiguiente, es más complejo que un elemento de refrigeración que permanece estacionario en el interior de la cámara de centrifugación. El documento GB985715 describe la refrigeración de un rotor de centrífuga con un manto de metal dispuesto alrededor del rotor y provisto externamente con una serie de elementos Peltier que están asociados con bolsillos a través de los cuales se puede alimentar un líquido refrigerante, como agua del grifo.

Lo que se necesita es un sistema de regulación de temperatura para refrigerar o calentar un rotor giratorio en una cámara de centrifugado que sea más eficiente, requiera menos energía y sea menos complejo que los sistemas de la técnica anterior. Idealmente, un elemento de control de temperatura de este tipo es compatible con una cámara de vacío y minimiza los cambios en la posición o la alineación de los componentes ópticos y/o electromecánicos dentro de la cámara de centrifugado a medida que el rotor gira y cambia su temperatura desde la temperatura a la que los componentes ópticos están alineados y optimizados. La alineación óptica normalmente se realiza a una temperatura ambiente controlada. Lo que se necesita más es un sistema de regulación de la temperatura en una ultracentrífuga analítica que conserve el espacio debajo de la cámara de centrifugado para la los componentes de iluminación y/o de detección de los módulos analíticos. La presente invención aborda estas y otras necesidades.

BREVE RESUMEN DE LA INVENCION

La presente invención proporciona una centrífuga que comprende: un rotor (404) que incluye una superficie de rotor, el rotor configurado para retener una muestra; una cámara de centrifugado (403) configurada para encerrar el rotor; y un conjunto de refrigeración (401) dispuesto dentro de la cámara de centrifugado (403), el conjunto de refrigeración (401) que incluye una superficie de refrigeración (408) y un elemento térmico (405), la superficie de refrigeración (408) dispuesta separada y mirando hacia el superficie del rotor para absorber calor de la superficie del rotor, el elemento térmico acoplado a la superficie de refrigeración para ajustar la temperatura de la superficie de refrigeración, caracterizado porque un tubo de calor (409) está acoplado al elemento térmico (405), el tubo de calor (409) dispuesto para transferir calor desde el elemento térmico (405) al exterior de la cámara de centrifugado (403).

La centrífuga de la invención comprende un tubo de calor acoplado térmicamente al elemento térmico. El tubo de calor está dispuesto para transferir calor desde el elemento térmico al exterior de la cámara de centrifugado. En algunas realizaciones, se dispone un disipador de calor fuera de la cámara de centrifugado. El disipador de calor está acoplado térmicamente al tubo de calor para disipar el calor transferido desde el elemento térmico.

En alguna realización, el rotor incluye una ventana para ver la muestra y la centrífuga comprende además un elemento óptico dispuesto dentro de la cámara de centrifugado para enviar un haz de luz a la ventana. En algunas realizaciones, la superficie de refrigeración está dispuesta entre el elemento óptico y la superficie del rotor. La centrífuga puede comprender además una fuente de luz y un detector dispuestos fuera de la cámara de centrifugado. La fuente de luz está dispuesta para entregar un haz de luz al elemento óptico, donde el rotor incluye una segunda ventana, y donde el detector está dispuesto para recibir un haz de luz emitido a través de la segunda ventana. En algunas realizaciones, la fuente de luz y el detector están dispuestos debajo del suelo de la cámara.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

La Figura 1 representa una vista lateral de una cámara de centrifugado de la invención.

La Figura 2 representa una vista lateral de una cámara de centrifugado de la invención.

La Figura 3A representa una vista lateral y la Figura 3B representa una vista desde arriba de una cámara de centrifugado de la invención.

La Figura 4A representa una vista lateral y la Figura 4B representa una vista desde arriba de una cámara de centrifugado de la invención.

La Figura 5 representa una vista lateral de una cámara de centrifugado de la invención.

Las Figuras 6A y 6B representan un conjunto de refrigeración de la invención.

Las Figuras 7A y 7B representan un conjunto de refrigeración de la invención. La Figura 7C representa una vista superior de una cámara de centrifugado de la invención.

La Figura 8 representa diferentes realizaciones de rotores y superficies de refrigeración de la invención.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

La invención proporciona centrífugas (por ejemplo, ultracentrífugas analíticas) en las que el rotor se refrigera localmente mediante una superficie de refrigeración posicionada cerca de la superficie del rotor y acoplada térmicamente a un elemento térmico situado en la cámara de centrifugado. Esto evita la necesidad de refrigerar toda la cámara de centrifugado y, por consiguiente, permite una refrigeración más rápida del rotor con menos energía y minimiza la refrigeración de otros componentes en la cámara. En el caso de las ultracentrífugas analíticas, la cámara de centrifugado se puede mantener a una temperatura más cercana a la temperatura ambiente, evitando, por consiguiente, los problemas de someter a los componentes optomecánicos presentes en la cámara a grandes cambios de temperatura.

Más específicamente, colocar la superficie de refrigeración dentro de la cámara de centrifugado permite posicionar la superficie de refrigeración lo más cerca posible de la superficie del rotor. Esta proximidad concentra la transferencia de calor hacia y desde el rotor, mientras que, al mismo tiempo, minimiza la transferencia de calor hacia o desde otros componentes en la cámara, como los componentes de un módulo analítico. Minimizar la transferencia de calor hacia o desde otros componentes que no necesitan calentarse o refrigerarse reduce el consumo de energía. Además, minimizar la transferencia de calor hacia o desde otros componentes en la cámara minimiza los efectos nocivos de la expansión y contracción térmica de esos componentes, como la desalineación de los componentes ópticos delicados de un módulo analítico provocada por la expansión o contracción térmica.

Además, colocar la superficie de refrigeración dentro de la cámara de centrifugado (*es decir*, separada de las paredes de la cámara) permite personalizar el tamaño y la forma de la superficie de refrigeración para lograr una refrigeración óptima del rotor y una refrigeración mínima de otros componentes en la cámara de centrifugado. El dimensionamiento de la superficie de refrigeración para cubrir la altura del rotor, por ejemplo, mejora el factor de forma geométrica, proporcionando una mayor tasa de transferencia de calor. Al no extender la superficie de refrigeración una distancia significativa por encima o más allá del rotor, se desperdicia menos energía, ya que una superficie de refrigeración en tales segmentos extendidos no refrigera el rotor de manera efectiva. Además, la reducción del tamaño de la superficie de refrigeración a la que cubre el rotor (*es decir*, la eliminación de superficies que no cubren el rotor), reduce la masa térmica de la superficie de refrigeración, proporcionando una mayor reducción del consumo de energía.

Colocar la superficie de refrigeración dentro de la cámara de centrifugado es más ventajoso porque permite el uso de superficies de refrigeración que son fácilmente reemplazables, cada superficie de refrigeración estando optimizada para un rotor determinado. Esto contrasta con las centrífugas de la técnica anterior que refrigeran el rotor al refrigerar la propia cámara de centrifugado, que no se puede eliminar y que tiene un tamaño fijo que no puede optimizarse para diferentes rotores.

La superficie de refrigeración se puede dividir en segmentos. El uso de superficies de refrigeración segmentadas, donde cada superficie de refrigeración cubre solo una parte del rotor, es ventajoso porque permite que cada segmento se coloque muy cerca del rotor en una posición óptima para refrigerar el rotor. Además, las posiciones de los segmentos individuales se pueden ajustar para permitir una refrigeración óptima de rotores de diferentes tamaños. Las superficies de refrigeración segmentadas también permiten que se coloquen espacios entre las superficies de refrigeración adyacentes para dejar espacio a fin de que otros componentes, como los de un módulo analítico, se coloquen alrededor del rotor.

La superficie de refrigeración puede acoplarse a un elemento térmico, como un dispositivo termoeléctrico, para ajustar la temperatura de la superficie de refrigeración. El posicionamiento del elemento térmico en el interior de la cámara de centrifugado facilita ventajosamente el posicionamiento de la superficie de refrigeración cerca del rotor (en el interior de la cámara). El posicionamiento del elemento térmico dentro de la cámara de centrifugado también permite que la

transferencia de calor se limite a la superficie de refrigeración, minimizando de este modo la energía desperdiciada en la refrigeración de otros componentes de la centrífuga, incluidas las paredes de la cámara de centrifugado.

El elemento térmico, posicionado dentro de la cámara de centrifugado, está acoplado a un tubo de calor para transferir calor desde el elemento térmico a una ubicación fuera de la cámara de centrifugado. El tubo de calor puede acoplarse a un disipador de calor posicionado fuera de la cámara de centrifugado para disipar el calor transferido desde el elemento térmico. El uso de un tubo de calor para transferir calor desde el elemento térmico al disipador de calor permite ventajosamente posicionar el disipador de calor en cualquier ubicación adecuada fuera de la cámara de centrifugado. Por consiguiente, a diferencia de los sistemas de la técnica anterior, las ultracentrífugas analíticas de la invención no limitan el posicionamiento del disipador de calor a una ubicación debajo de la cámara de centrifugado, ni a ninguna orientación particular relativa al rotor, lo que preserva el espacio debajo de la cámara de centrifugado para los subsistemas ópticos (por ejemplo, los componentes de iluminación y/o de detección) de la centrífuga.

Los componentes estándares de las centrífugas de la invención, incluidas las ultracentrífugas analíticas, resultan bien conocidos para los expertos en la materia y no se describen en detalle en esta invención. Las centrífugas normalmente comprenderán una carcasa, una cámara de centrifugado, un rotor, un accionamiento, elementos de control y equipo analítico integrado. Los elementos de control pueden incluir elementos de control de accionamiento para controlar la rotación del rotor y elementos de control de vacío para controlar la presión del aire dentro de la cámara de centrifugado. La centrífuga puede ser una centrífuga de modelo de suelo o de mesa.

La Figura 1 muestra una vista lateral de una cámara de centrifugado 101 en una centrífuga de la invención. La cámara de centrifugado 101 forma un compartimiento de contención que encierra el rotor 102 y aísla el rotor de otros componentes mecánicos de la centrífuga. La cámara de centrifugado comprende paredes laterales 103, un suelo de cámara 104 y una pared superior (no mostrada). La pared superior normalmente incluye una puerta para permitir el acceso a la cámara de centrifugado para insertar y retirar el rotor. En algunas realizaciones, la cámara de centrifugado 101 es una cámara de vacío sellada, donde una fuente de vacío (no mostrada) está acoplada a la cámara de centrifugado para reducir la presión atmosférica dentro de la cámara durante un ciclo de centrifugado. Por ejemplo, la presión atmosférica dentro de la cámara de centrifugación se puede mantener entre 1 y 5 micrómetros de mercurio durante la centrifugación.

El rotor 102 está configurado para retener muestras y someterlas a una fuerza centrífuga haciendo girar las muestras en la cámara de centrifugado 101. En algunas realizaciones, la muestra está contenida en un tubo y el rotor 102 tiene cavidades para recibir los tubos. Las cavidades se pueden fijar en un ángulo constante. En otras realizaciones, se permite que las cavidades oscilen a una posición horizontal bajo la fuerza centrífuga. El rotor 102 puede estar hecho de metal, fibra de vidrio, plástico o cualquier material adecuado que sea lo suficientemente resistente para soportar las fuerzas durante la centrifugación. En algunas realizaciones, el rotor 102 incluye una celda de muestra que contiene ventanas en la parte superior e inferior de la celda de muestra. Esto permite monitorear la sedimentación de partículas en la muestra mediante módulos ópticos en una ultracentrífuga analítica.

Un accionamiento 105 está acoplado al rotor 102 para provocar la rotación del rotor 102 en la centrífuga. En algunas realizaciones, el accionamiento 105 incluye un motor y un husillo (no mostrado). El rotor 102 se monta de forma reversible sobre el husillo; el motor hace girar el husillo, provocando la rotación del rotor 102 montado en el husillo. El motor puede ser un motor de inducción, un motor de CC o cualquier motor adecuado.

En la realización que se muestra en la Figura 1, un elemento térmico 107 está unido a una pared lateral 103 de la cámara 101. El elemento térmico 107 controla directamente la temperatura del rotor 102 dentro de la cámara de centrifugado 101. En algunas realizaciones, el elemento térmico 107 está acoplado a una placa de transferencia 109 para proporcionar un área de superficie más grande para controlar la temperatura del rotor 102. La placa de transferencia 109 incluye una superficie de refrigeración 108 para absorber el calor de la superficie del rotor 102. En una realización típica, la superficie de refrigeración 108 funciona entre una temperatura mínima de -20 °C y 60 °C. En las realizaciones en las que no se usa una placa de transferencia, la superficie de refrigeración 108 es una superficie del elemento térmico 107. La superficie de refrigeración 108 normalmente se posiciona próxima a, pero separada de, el rotor 102. Debido a que está posicionada separada del rotor 102, la superficie de refrigeración 108 permanece estacionaria en la cámara de centrifugado mientras el rotor 102 gira. Esto simplifica el diseño mecánico, ya que no es necesario unir cables u otros componentes acoplados a un elemento que gira con el rotor a altas RPM. La superficie de refrigeración 108 se posiciona cerca del rotor 102 para que el calor se pueda absorber de manera efectiva desde el rotor 102 y, de este modo, controlar la temperatura del rotor 102, mientras se minimizan los cambios de temperatura en otras partes de la cámara de centrifugado 101, incluidas las paredes de la cámara de centrifugado o los componentes ópticos o electromecánicos sensibles posicionados dentro de la cámara de centrifugado.

La superficie de refrigeración 108 se posiciona a una distancia del rotor 102 lo suficientemente cerca para proporcionar un intercambio de calor eficiente entre la superficie de refrigeración 108 y el rotor 102, mientras mantiene una separación segura del rotor 102. Por ejemplo, la superficie de refrigeración 108 se puede posicionar de manera que la distancia mínima entre el rotor 102 y la superficie de refrigeración 108 pueda ser inferior a unos 15 milímetros, inferior a 10 milímetros o inferior a unos 5 milímetros. Un experto en la materia reconocerá que la distancia se puede seleccionar para mantener un comportamiento de temperatura deseado del rotor y que la distancia determinará la

transferencia de calor, la potencia y los parámetros de control del sistema.

Un experto en la materia reconocerá que, si se pretende que el intercambio de calor se limite al rotor y la superficie de refrigeración, el espacio entre la superficie de refrigeración y el rotor, junto con los medios de transferencia de calor y las propiedades de transporte de radiación de las superficies participantes, dictan la tasa de transferencia de calor. Una ultracentrífuga normalmente funciona en un entorno de vacío donde la transferencia de calor es una función de las temperaturas, las propiedades de las superficies (por ejemplo, emisividad y absorción) y las relaciones del factor de visualización geométrica entre las superficies. El factor de visualización geométrica entre dos superficies es una medida de la fracción de la radiación térmica emitida por una superficie que es interceptada por la otra superficie. Las relaciones geométricas superficiales entre las superficies de refrigeración y los rotores de la invención se diseñan normalmente para tener un alto factor de visualización geométrica. Una implementación de un factor de visualización geométrica alto es disponer la superficie de refrigeración lo más cerca posible y sobre una región tan grande de la superficie del rotor como sea posible. El tamaño mínimo del espacio lo dictan las restricciones mecánicas, como el descentramiento y la oscilación del rotor, para evitar colisiones entre el rotor y la superficie de refrigeración. En algunas realizaciones, para optimizar el factor de visualización geométrica y minimizar la transferencia de calor a otros componentes dentro de la cámara de centrifugado, la altura de la superficie de refrigeración 108 es menor o aproximadamente igual a la altura del rotor 102. En algunas realizaciones, la altura de la superficie de refrigeración 108 es menor que el 120 %, menor que el 115 %, menor que el 110 % o menor que el 105 % de la altura del rotor 102.

Para maximizar la tasa de transferencia de calor entre el rotor y la superficie de refrigeración, las condiciones de la superficie del rotor y la superficie de refrigeración deben seleccionarse de modo que la absorbencia y la emisividad sean altas en sus intervalos de temperatura operativa. Otras regiones de la placa de transferencia y el rotor que no participan en la transferencia de calor se diseñan normalmente para tener propiedades superficiales de refrigeración por calor de radiación deficientes para minimizar la refrigeración de otros componentes en la cámara de centrifugado. El factor de visualización geométrica entre la superficie de refrigeración 108 y la superficie del rotor 102 puede ser superior a 0,5, superior a 0,6, superior o igual a 0,7. En algunas realizaciones, el factor de visualización se aproxima a 1,0, por ejemplo, a 0,97 o más.

La superficie de refrigeración 108 está diseñada para refrigerar el rotor 102. El calor del rotor 102 se absorbe a través del aire (o vacío) que separa el rotor 102 y la superficie de refrigeración 108. El calor se transfiere en la dirección opuesta cuando la superficie de refrigeración 108 se usa para calentar el rotor 102. El elemento térmico 107 controla la cantidad y la tasa de refrigeración (o calentamiento) del rotor 102 controlando la temperatura de la superficie de refrigeración 108.

El elemento térmico 107 puede refrigerar o calentar el rotor 102 mediante varios mecanismos. Por ejemplo, el elemento térmico 107 puede comprender bobinas que contienen un fluido circulante para calentar o refrigerar el elemento térmico 107 y, por consiguiente, el rotor 102. En algunas realizaciones, el elemento térmico 107 es un dispositivo termoelectrico (también llamado dispositivo Peltier). Dichos dispositivos tienen dos caras, una "caliente" y una "fría". Cuando la corriente continua fluye a través del dispositivo, el calor de la cara "fría" se lleva a la cara "caliente". La cara "caliente" normalmente se conecta a un disipador de calor para que permanezca a temperatura ambiente, mientras que la "fría" cae por debajo de la temperatura ambiente. Al invertir la polaridad, se puede invertir la temperatura de las dos caras. Un dispositivo termoelectrico típico utilizado en las centrífugas de la invención funciona a 60 W como máximo, a una delta T de 0 °C a través del mismo. La delta T máxima a través del dispositivo usada en esta invención es generalmente de 55 °C.

El elemento térmico 107 está acoplado térmicamente a un disipador de calor 110 para disipar el calor absorbido por el elemento térmico 107 y el calor generado por la operación del propio elemento térmico 107. El acoplamiento térmico del disipador de calor 110 es a través de tubos de calor. El disipador de calor 110 a menudo se refrigera con aire ambiente. Un ventilador puede soplar aire sobre el disipador de calor para ayudar a disipar el calor del disipador de calor hacia el exterior de la centrífuga. De manera alternativa, se puede usar un fluido circulante para disipar el calor del disipador de calor.

La Figura 2 es una vista lateral de otra realización de una cámara de centrifugado 201 de la invención que comprende un suelo 202 y una pared 203. En esta realización, el elemento térmico 204 (*por ejemplo*, un dispositivo termoelectrico) y la placa de transferencia 206 que comprende una superficie de refrigeración 205 están separados de la pared 203 de la cámara de centrifugado 201. El elemento térmico 204 está unido a una interfaz mecánica 208, que encierra un tubo de calor 209 conectado a un disipador de calor 210. La interfaz mecánica, 208 está diseñada para transferir energía térmica de manera efectiva a los tubos de calor integrados. Los tubos de calor son bien conocidos por los expertos en la materia y no se describen en detalle aquí. De manera breve, un tubo de calor comprende un fluido (por ejemplo, amoníaco, alcohol o agua) dentro de una superficie sólida térmicamente conductora (*por ejemplo*, cobre). El fluido se convierte en vapor al absorber calor de la superficie sólida termoconductora en la interfaz caliente y viaja a lo largo del tubo de calor hasta la interfaz fría y se condensa nuevamente en un líquido. A continuación, el líquido se vuelve a calentar y el ciclo se repite. Un experto en la materia reconocerá que diferentes diseños de tubos de calor tienen diferentes intervalos operativos. Por ejemplo, el intervalo operativo de los tubos de calor llenos de agua es normalmente de 5 °C a 120 °C. La conexión entre la interfaz mecánica 208 y el suelo 202 puede incluir un sello 211 para mantener un vacío en la cámara 201.

En algunas realizaciones, para proporcionar el máximo calentamiento o refrigeración del rotor 207 mientras se minimiza el calentamiento o refrigeración de las paredes de la cámara 203, la superficie de refrigeración 205 se posiciona próxima al rotor 207 y separada de las paredes 203 de la cámara, de modo que la distancia mínima entre la superficie de refrigeración 205 y la superficie del rotor 207 sea menor que la distancia mínima entre la superficie de refrigeración 205 y cualquier pared 203 de la cámara de centrifugado 201. En algunas realizaciones, la distancia promedio entre la superficie de refrigeración 205 y la superficie del rotor 207 es menor que la distancia promedio entre la superficie de refrigeración 205 y las paredes 203. Otros factores también pueden afectar la tasa de transferencia de calor, tales como la emisividad/absorción, el factor de visualización y temperatura de la superficie. Por ejemplo, agregar una tapa refrigerada activamente al sistema de refrigeración puede afectar la refrigeración al mejorar el factor de visualización. En algunas realizaciones, la superficie del elemento térmico 205 puede hacer contacto con una pared 203. En estas realizaciones, para maximizar el intercambio de calor entre la superficie de refrigeración 205 y el rotor 207, mientras se minimiza el intercambio de calor entre la superficie de refrigeración 205 y la pared 203, el área del elemento térmico 204 en contacto con la pared 203 es menor que el área de la superficie de refrigeración 205 próxima al rotor. De manera alternativa, la distancia mínima entre el centro de la superficie de refrigeración 205 y la superficie del rotor 207 puede ser menor que la distancia mínima entre el centro de la superficie de refrigeración 205 y la superficie de la pared 203. Minimizar el calentamiento o refrigeración de las paredes de la cámara minimiza la energía desperdiciada al calentar o refrigerar el rotor 207. De manera alternativa, para minimizar la transferencia de calor a otros componentes en la cámara de vacío, se puede agregar una capa de aislamiento térmico a las partes de la superficie de refrigeración 205 que miran hacia las paredes de la cámara. Esto normalmente estaría compuesto por una o una pluralidad de superficies altamente reflectantes que tienen una trayectoria de conducción minimizada entre las superficies reflectantes.

La Figura 3A es una vista lateral y la Figura 3B es una vista desde arriba de otra realización de la invención. En esta realización, una pluralidad de conjuntos de refrigeración 301 están posicionados en el suelo de la cámara 302 de la cámara de centrifugado 303 que rodea el rotor 304. Cada conjunto de refrigeración 301 comprende un elemento térmico 305 (que puede ser un dispositivo termoelectrico) conectado a una placa de transferencia de calor 308 y un disipador de calor 307 a través de tubos de calor 309 y difusores de calor 306. El calor es absorbido desde el rotor 304 por la superficie de la placa de transferencia 308 y transferido a los tubos de calor 309 y finalmente al disipador de calor 307.

La Figura 4 es una vista lateral y la Figura 4B es una vista desde arriba de una realización de la invención similar a la que se muestra en las Figuras 3A y 3B. En esta realización, una pluralidad de conjuntos de refrigeración 401 están posicionados en el suelo 402 de la cámara de centrifugado 403 que rodea el rotor 404. Cada conjunto de refrigeración 401 comprende un elemento térmico 405 (que puede ser un dispositivo termoelectrico), el cual se posiciona entre una placa de transferencia 408 y un disipador de calor 406. El calor es absorbido desde el rotor 404 por la superficie de la placa de transferencia 408 y transferido a través de los tubos de calor 409 y finalmente al disipador de calor 407.

La Figura 5 es una vista lateral de otra realización en la que la superficie de refrigeración 508 está separada de la pared 502 de la cámara 503 y está próxima al rotor 509. En esta realización, el conjunto de refrigeración 501 está unido a la pared 502 de la cámara 503, en lugar del suelo 510. Como en otras realizaciones, una pluralidad de conjuntos de refrigeración 501 pueden posicionarse en la cámara 503. Cada módulo comprende un elemento térmico 504 conectado a un disipador de calor 505. Los tubos de calor 506 conectan el elemento térmico 504 a la placa de transferencia 507 para que la superficie de refrigeración 508 esté próxima al rotor 509.

Las Figuras 6A y 6B representan un conjunto de refrigeración 601 que comprende placas de transferencia 602, elementos térmicos 603 y tubos de calor 604, que acoplan térmicamente los elementos térmicos 603 al disipador de calor 605. El conjunto de refrigeración 601 está unido al suelo 606 por una placa base 607, que incluye un sello de vacío 608.

Las Figuras 7A, 7B y 7C representan conjuntos de refrigeración 701 que comprenden placas de transferencia 703 y 702, que conducen calor hacia y desde un dispositivo termoelectrico (no mostrado) dentro del conjunto de refrigeración 701 y un rotor. En esta realización, se incluye un bloque TE 704 para proporcionar una interfaz mecánica al dispositivo termoelectrico y para proporcionar una trayectoria térmica desde el dispositivo termoelectrico hasta los tubos de calor 710. Los conductos de calor 710 proporcionan una conexión térmica al conjunto de disipador de calor 706, que incluye un ventilador 707 para refrigerar el disipador de calor. El conjunto de refrigeración 701 se mantiene en su lugar en el suelo de la cámara de centrifugado mediante abrazaderas de vacío 708, que tiran de la superficie de sellado al vacío 705 y la junta tórica 709 contra el suelo para proporcionar un sello al vacío. La Figura 7B muestra la posición de 6 tubos de calor 710 dentro del conjunto de refrigeración 701. La Figura 7C muestra el posicionamiento de los conjuntos de refrigeración 701 alrededor de un rotor 711 creando de este modo un compartimento térmico 712 alrededor del rotor 711. Un elemento óptico 713 está fuera del compartimento térmico 713. El elemento óptico 713 recibe un haz de luz de una fuente de luz y envía el haz de luz a una ventana en el rotor 711 para iluminar una muestra en el rotor 711. El elemento óptico 713 puede ser cualquier combinación adecuada de espejos, lentes, fibras ópticas o similares para definir una trayectoria de luz. En la realización que se muestra en la Figura 7C, el elemento óptico 713 puede girar a lo largo de un eje vertical para permitir el acceso al rotor 711.

La superficie de refrigeración definida por las placas de transferencia 703 en los elementos térmicos 701 puede tener una variedad de dimensiones y formas. Por ejemplo, la superficie de refrigeración puede tener la forma de un anillo de una pieza que rodea completamente el rotor 711 cuando se mira hacia abajo desde arriba del rotor 711. En esta realización, el anillo tiene una parte inferior con las aberturas necesarias para el módulo analítico, rodeando el rotor por tres caras y formando una lata térmica. Esta realización también puede comprender una parte superior acoplada térmicamente unida a las paredes de la lata. Esto encerraría completamente el rotor. La parte superior tiene aberturas correspondientes para permitir la operación de los módulos analíticos.

En otra realización, cada elemento térmico 701 incluye dos superficies de refrigeración. El primero está dispuesto dentro de la cámara de centrifugado 712 cerca del rotor 711 para controlar la temperatura del rotor 711, generalmente la cara del rotor 711. El segundo está dispuesto cerca de la transmisión para refrigerar la transmisión mientras el rotor 711 gira. La segunda superficie se puede unir al suelo de la centrífuga. Las superficies primera y segunda pueden ser continuas. En otras realizaciones, la superficie de refrigeración está formada por dos o más segmentos curvos o arqueados posicionados alrededor del rotor.

En otras realizaciones, la superficie de refrigeración está formada por dos o más segmentos rectos posicionados fuera de la periferia del rotor. En algunas realizaciones, la posición radial de la superficie de refrigeración es ajustable para acomodar rotores de diferentes tamaños en la cámara de centrifugado. En tales realizaciones, el elemento térmico está acoplado de manera reversible a la superficie de refrigeración para permitir la eliminación y/o preposicionamiento de la superficie de refrigeración desde la cámara de centrifugado. En una realización, la centrífuga es una ultracentrífuga analítica y la superficie de refrigeración comprende tres segmentos de arco centrados con 120° de separación entre sí. El espacio entre los segmentos de arco proporciona espacio para posicionar hasta tres módulos ópticos dentro de la cámara de centrifugado entre los segmentos de arco. Los módulos ópticos pueden incluir, por ejemplo, un módulo de exploración de absorbancia, un módulo de exploración de fluorescencia y un módulo de formación de imágenes de interferencia. El módulo óptico se puede posicionar debajo del suelo de la cámara e incluir un tubo de luz para entregar luz de iluminación en la parte superior del rotor para irradiar una muestra en el rotor.

La Figura 8 muestra diferentes realizaciones de la invención que muestran diferentes disposiciones de rotores 801 y superficies de refrigeración 802 de la invención. Como se muestra allí, la forma de la superficie de refrigeración opuesta al rotor puede ser plana o curva. La superficie puede ser curva para coincidir con una curva de la superficie exterior del rotor. La superficie de control térmico puede extenderse por encima o por debajo de la superficie opuesta del rotor. La superficie de refrigeración puede extenderse incluso con la superficie opuesta del rotor. El rotor 801 puede tener una sección transversal no circular, con un diámetro efectivo definido como el doble de la distancia desde el eje de rotación hasta el punto más alejado del eje en la superficie del rotor 801. En algunas realizaciones de la invención, la(s) superficie(s) de refrigeración 802 forma(n) un anillo alrededor del rotor 801, donde la relación entre el diámetro efectivo del rotor 801 y el diámetro del anillo formado por las superficies de refrigeración 802 es mayor que 0,5, superior a 0,6, o de más de 0,7.

Puede producirse un gradiente de temperatura y, en consecuencia, una mezcla convectiva en la celda de muestra debido a las diferencias en la transferencia de calor por radiación desde la parte superior/inferior de la celda de muestra y del fluido de muestra. Este diferencial convectivo puede ser causado por un gradiente de temperatura en todo el rotor o por una diferencia en la transferencia de calor por radiación directa al fluido de muestra desde arriba y debajo de la muestra.

Para disminuir el desequilibrio de transferencia de calor por radiación en la parte superior e inferior de la muestra, se mantienen superficies de refrigeración por encima y por debajo del rotor que están lo más cerca posible de la misma temperatura y tan cerca como sea posible de la temperatura del rotor. Esto minimiza la mezcla convectiva que ocurre en la muestra.

La disminución del desequilibrio de la transferencia de calor por radiación también se puede lograr aumentando la altura de la pared de las superficies de refrigeración, agregando una cubierta a las superficies de refrigeración, agregando escudos térmicos en las partes inferiores del elemento óptico y/o añadiendo un material parcialmente aislante entre la parte inferior y las paredes de la superficie de refrigeración. A través de estos medios, el sistema puede ajustarse para minimizar la mezcla convectiva en la muestra.

El exterior de las superficies de refrigeración puede ser brillante para reducir la absorción y la emisividad y, por lo tanto, la transferencia de calor entre la cámara y las superficies de refrigeración. La cubierta puede incluir una doble capa de material aislante para minimizar la transferencia térmica entre la cubierta y la cámara.

REIVINDICACIONES

1. Una centrífuga que comprende:

a. un rotor (404) que incluye una superficie de rotor, el rotor estando configurado para retener una muestra;

b. una cámara de centrifugado (403) configurada para encerrar el rotor; y

c. un conjunto de refrigeración (401) dispuesto dentro de la cámara de centrifugado (403), el conjunto de refrigeración (401) incluyendo una superficie de refrigeración (408) y un elemento térmico (405), la superficie de refrigeración (408) dispuesta separada y frente al rotor superficie para absorber calor de la superficie del rotor, el elemento térmico acoplado a la superficie de refrigeración para ajustar la temperatura de la superficie de refrigeración, **caracterizado porque** un tubo de calor (409) está acoplado al elemento térmico (405), el tubo de calor (409) estando dispuesto para transferir calor desde el elemento térmico (405) al exterior de la cámara de centrifugado (403).

2. La centrífuga de la reivindicación 1, que comprende además un disipador de calor (407) dispuesto fuera de la cámara de centrifugado, el disipador de calor acoplado al tubo de calor para disipar el calor transferido desde el elemento térmico.

3. La centrífuga de la reivindicación 1 o la reivindicación 2, donde el rotor incluye una ventana para ver la muestra, comprendiendo la centrífuga además un elemento óptico dispuesto dentro de la cámara de centrifugado para enviar un haz de luz a la ventana, donde se dispone la superficie de refrigeración entre el elemento óptico y la superficie del rotor.

4. La centrífuga de la reivindicación 3, que comprende además una fuente de luz y un detector dispuestos fuera de la cámara de centrifugado, donde la fuente de luz está dispuesta para entregar un haz de luz al elemento óptico, donde el rotor incluye una segunda ventana, donde el detector está dispuesto para recibir un haz de luz emitido a través de la segunda ventana.

5. La centrífuga de la reivindicación 4, donde la cámara de centrifugado incluye un suelo de la cámara, donde la fuente de luz y el detector están dispuestos debajo del suelo de la cámara.

6. La centrífuga de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, donde el elemento térmico está acoplado de manera reversible a la superficie de refrigeración para permitir la eliminación y/o el preposicionamiento de la superficie de refrigeración desde la cámara de centrifugado.

7. La centrífuga de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, donde la altura de la superficie de refrigeración es menor o aproximadamente igual a la altura del rotor.

8. La centrífuga de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, donde la distancia de separación entre la superficie de refrigeración y la superficie del rotor es de un espacio de menos de 15 milímetros.

9. La centrífuga de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, donde la distancia de separación entre la superficie de refrigeración y la superficie del rotor es de un espacio de menos de 5 milímetros.

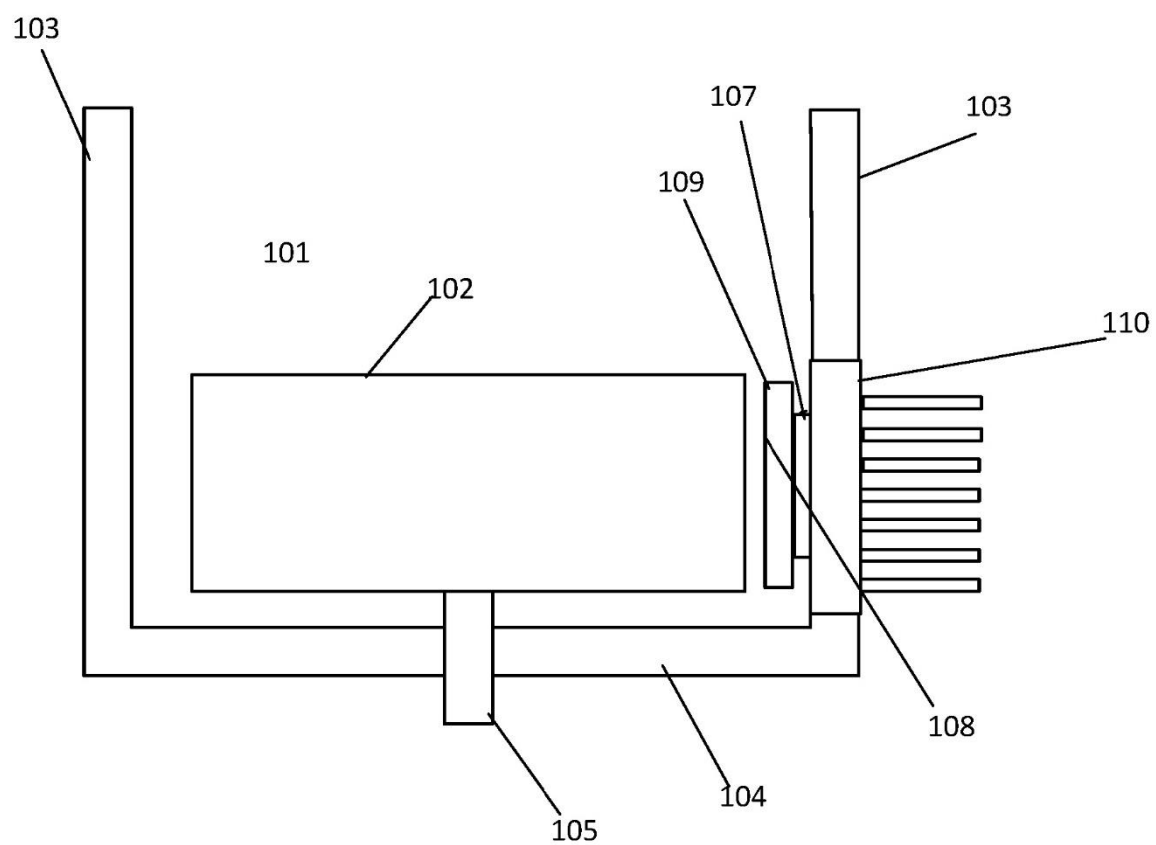


FIG. 1

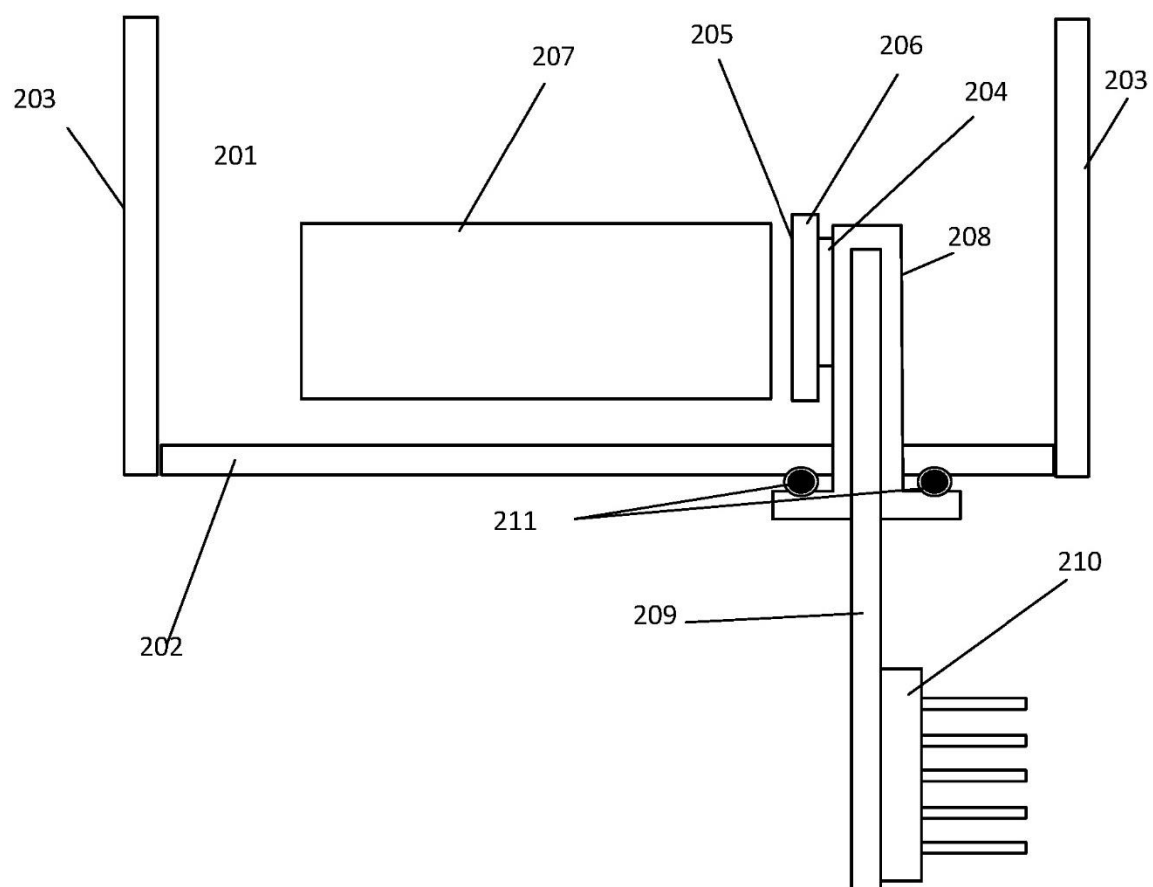


FIG. 2

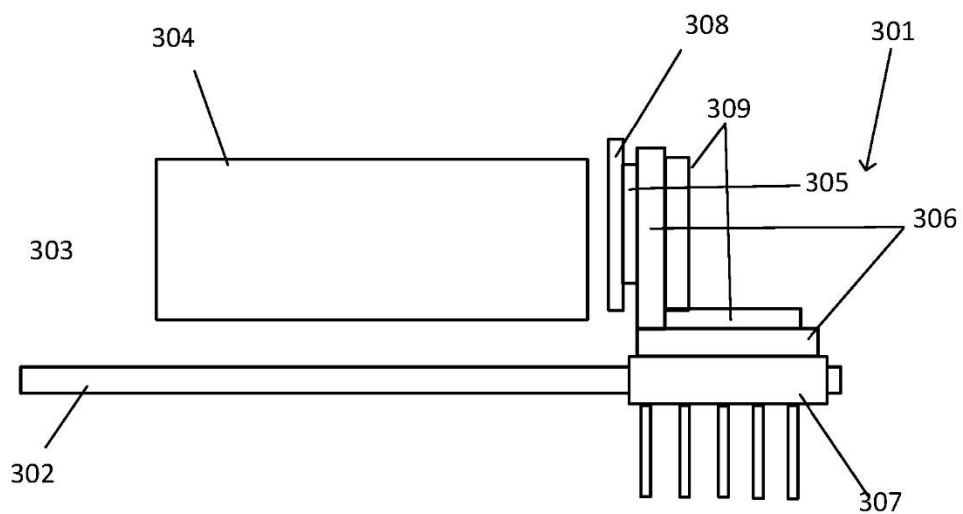


FIG. 3A

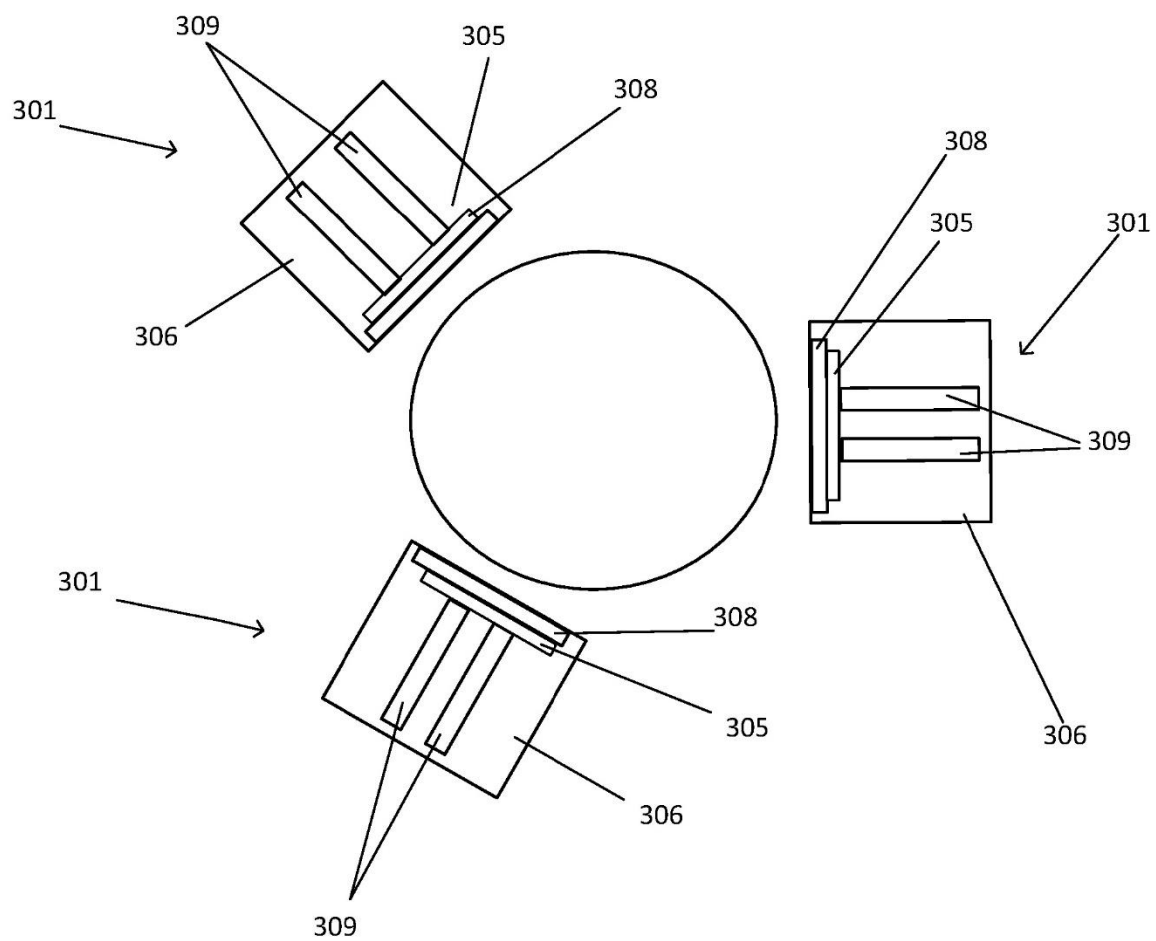


FIG. 3B

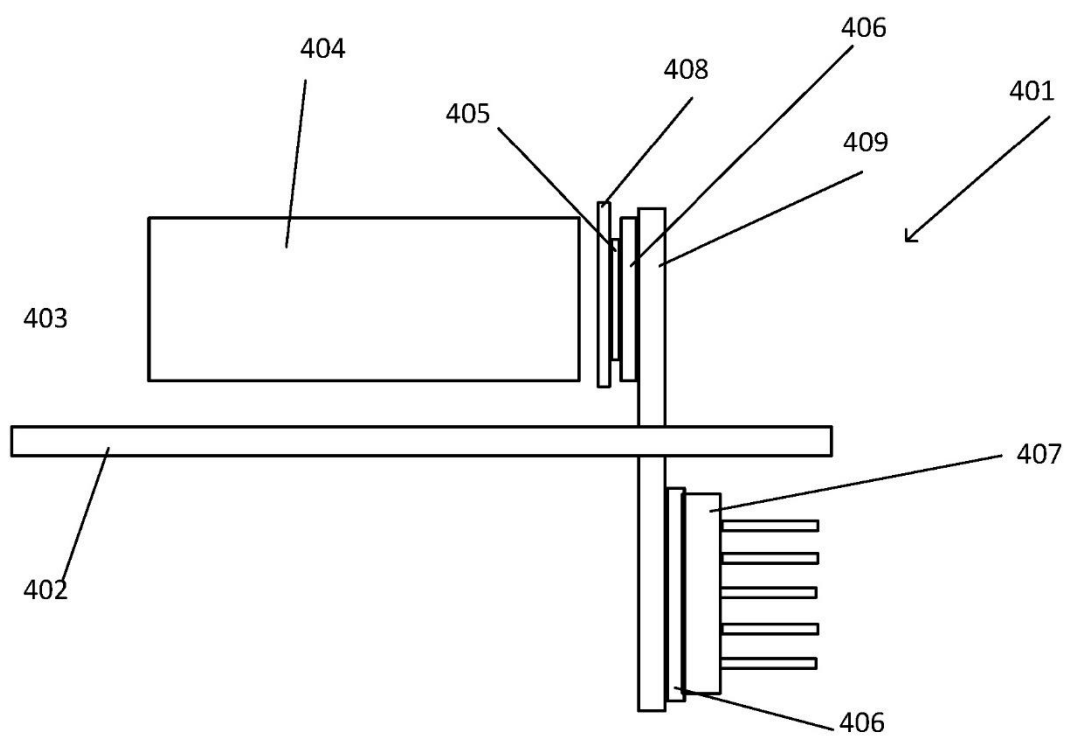


FIG. 4A

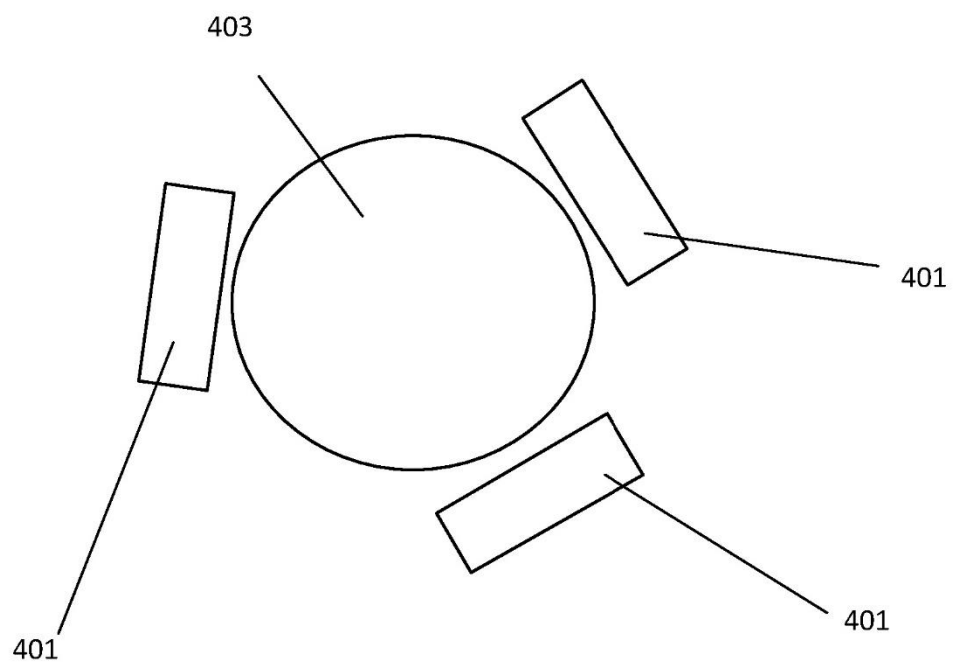


FIG. 4B

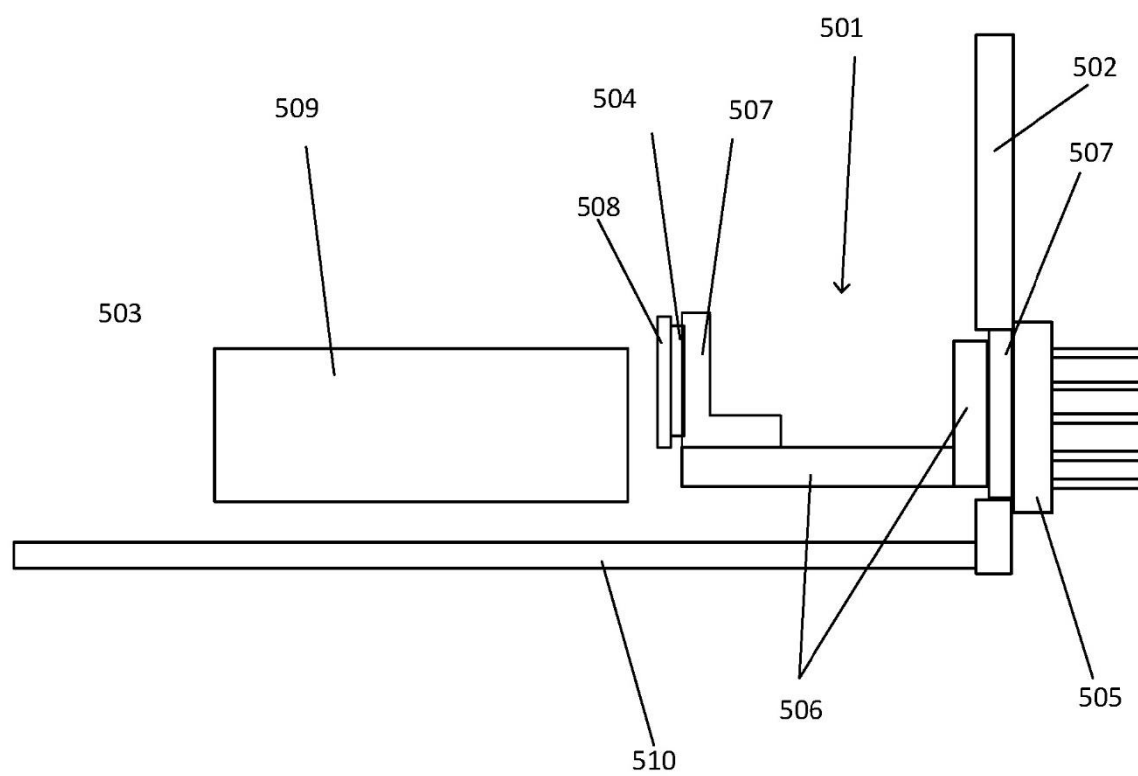


FIG. 5

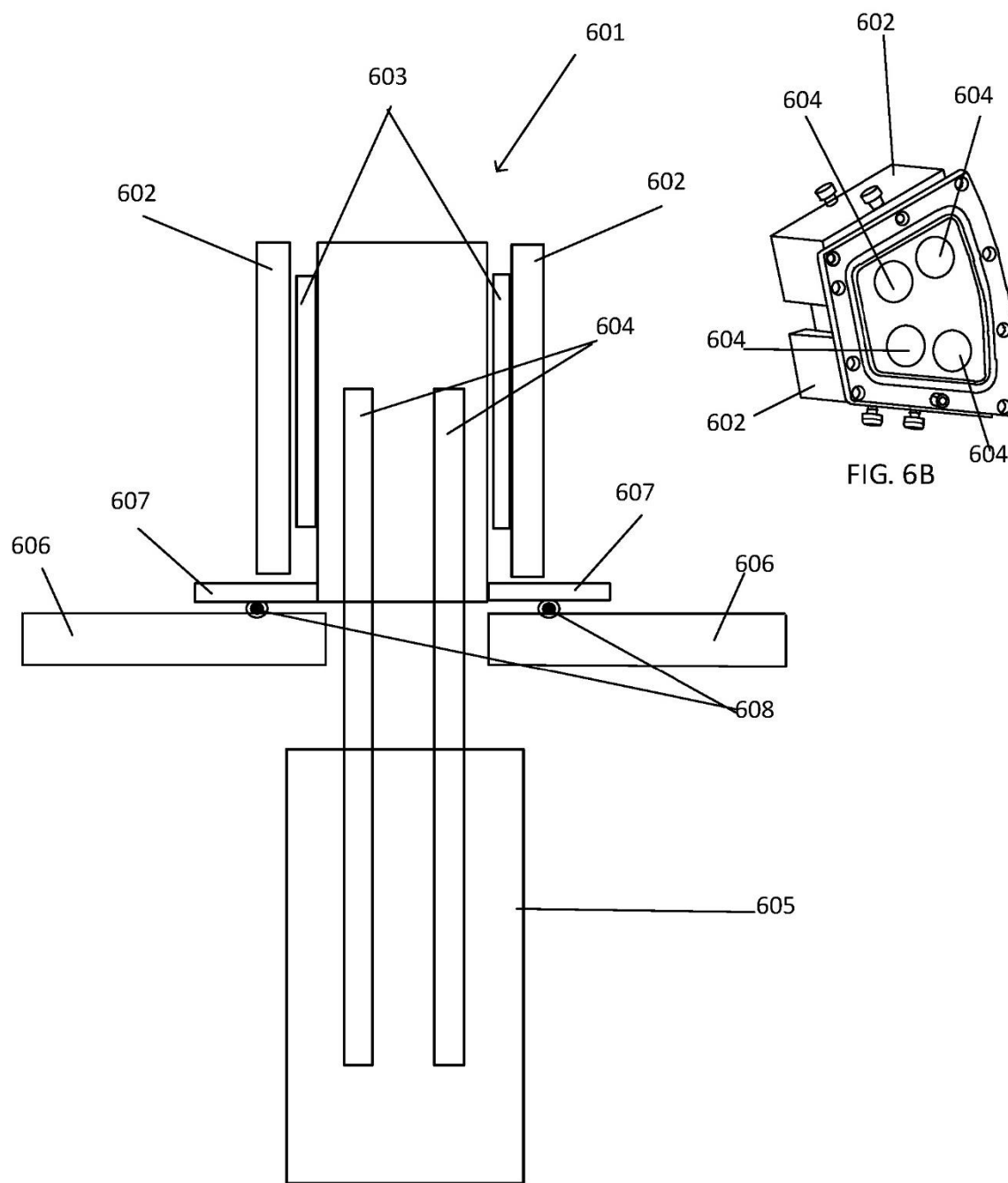


FIG. 6A

FIG. 6B

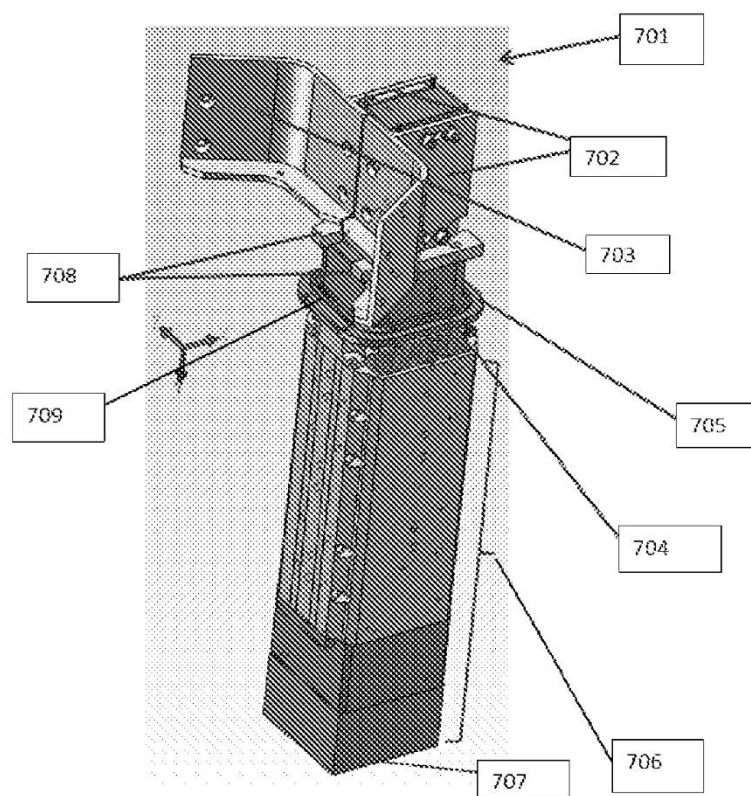


FIG. 7A

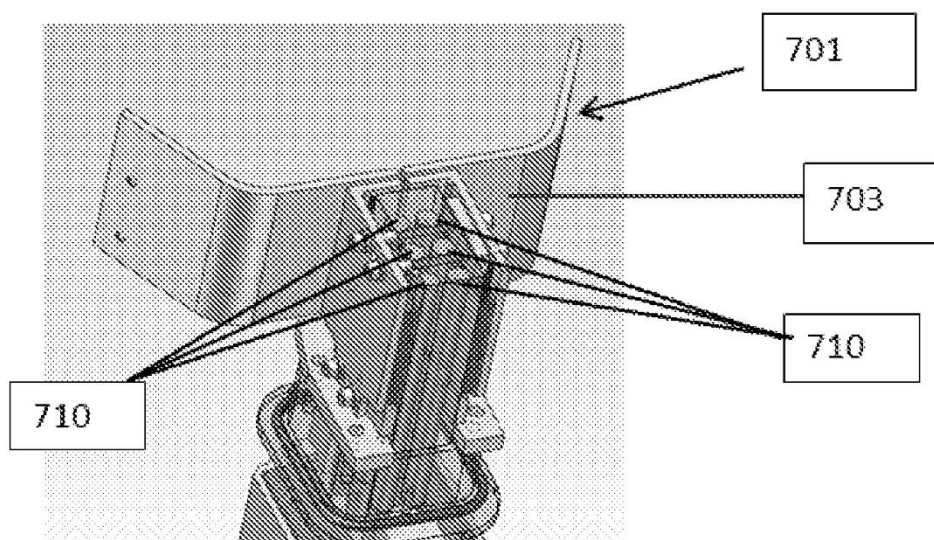


FIG. 7B

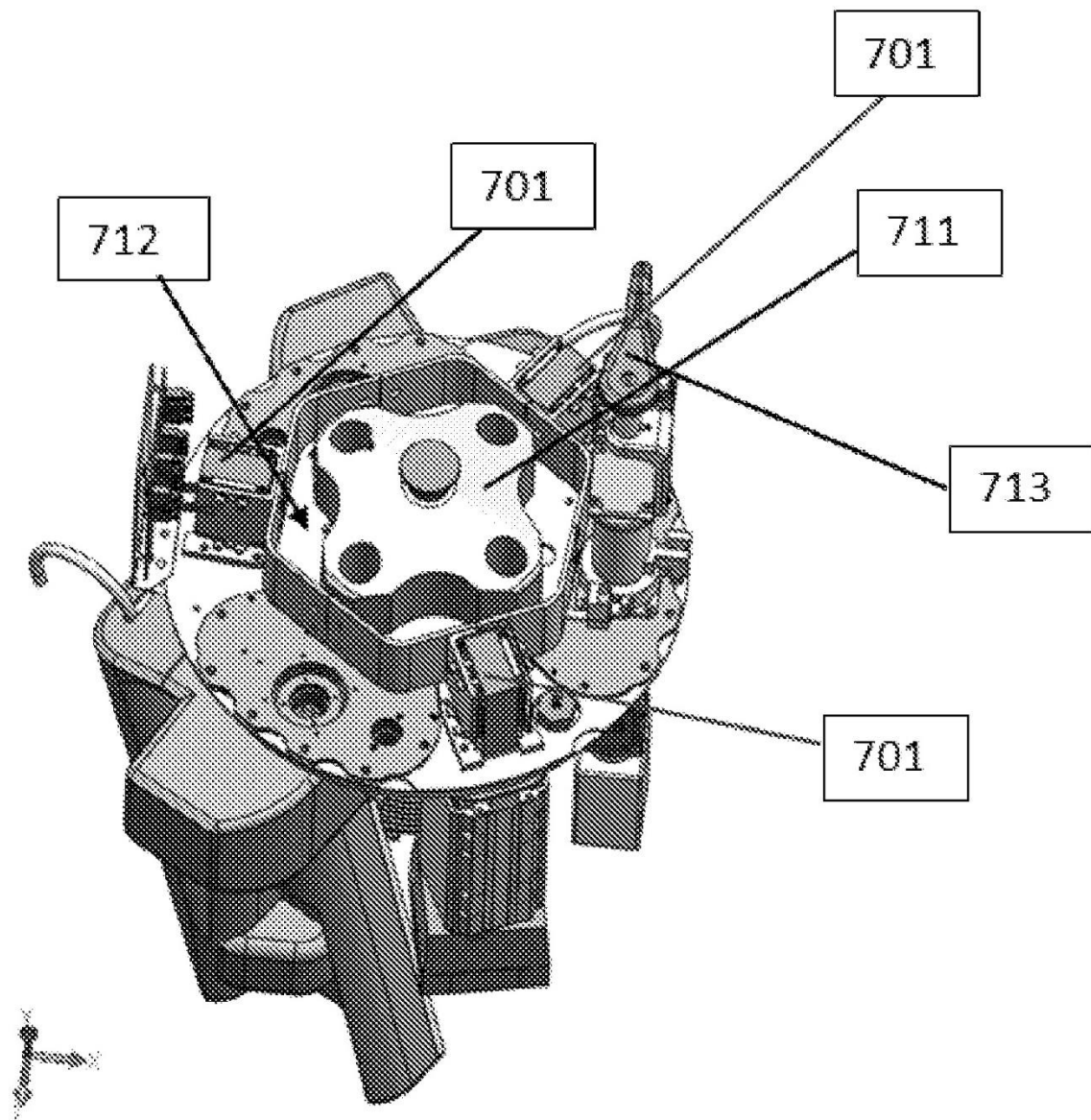


FIG. 7C

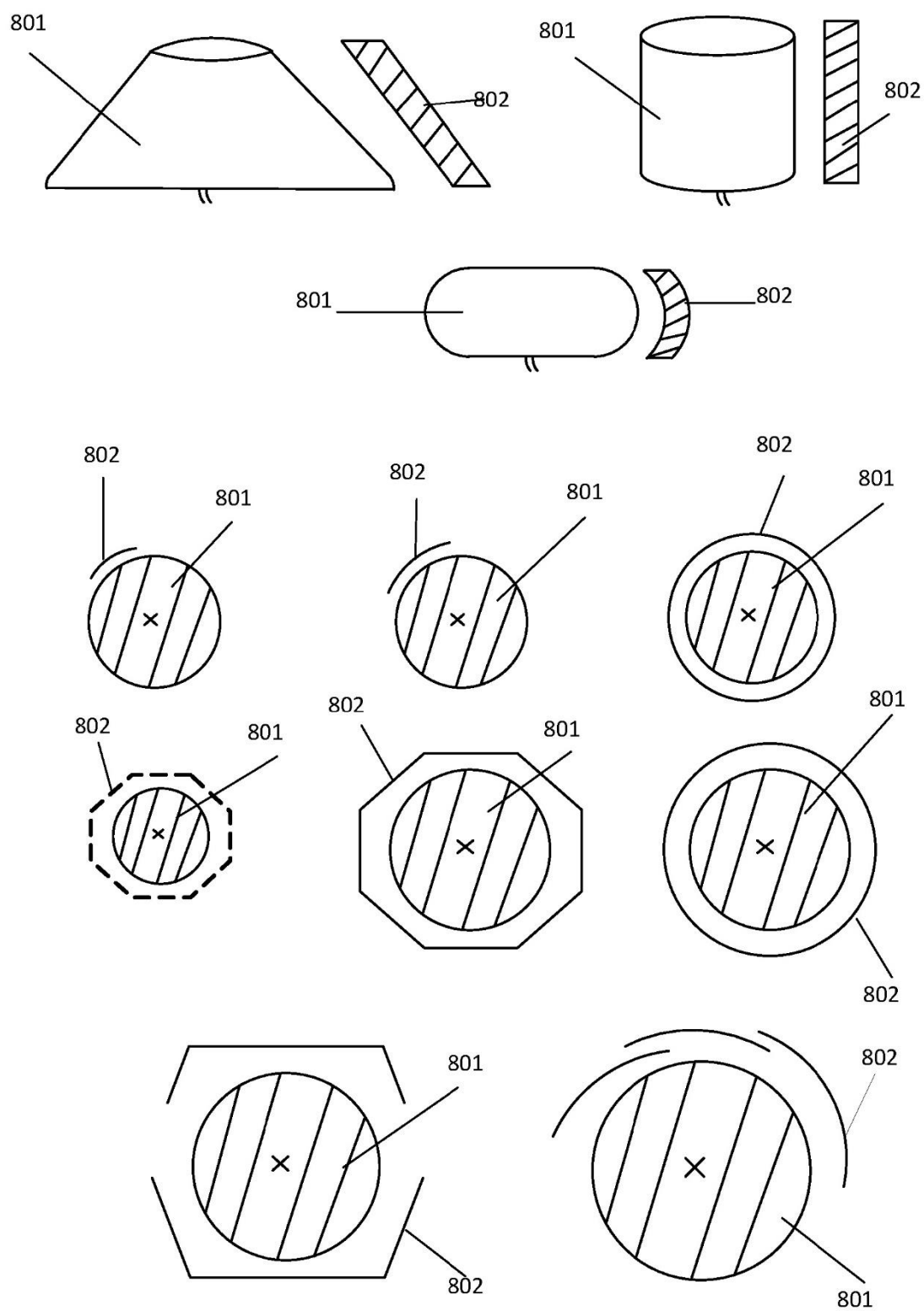


FIG. 8