



CONFÉDÉRATION SUISSE

OFFICE FÉDÉRAL DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE

⑪ CH 649 478 A5

⑤① Int. Cl.4: B 04 B 5/00

**Brevet d'invention délivré pour la Suisse et le Liechtenstein**

Traité sur les brevets, du 22 décembre 1978, entre la Suisse et le Liechtenstein

⑫ **FASCICULE DU BREVET** A5

⑳ Numéro de la demande: 3643/82

㉔ Date de dépôt: 11.06.1982

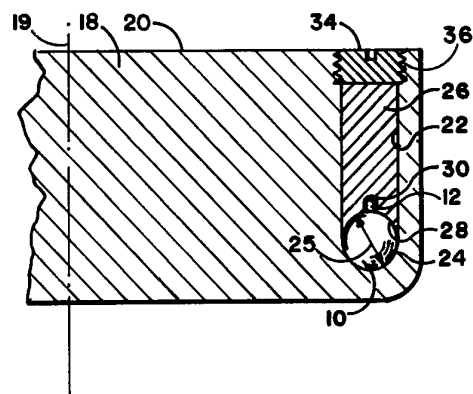
③① Priorité(s): 18.06.1981 US 274970

㉔ Brevet délivré le: 31.05.1985

④⑤ Fascicule du brevet  
publié le: 31.05.1985㉔ Titulaire(s):  
Beckman Instruments, Inc., Fullerton/CA (US)㉔ Inventeur(s):  
Ishimaru, Kenzo, San Jose/CA (US)  
Nielsen, Steven T., Sunnyvale/CA (US)㉔ Mandataire:  
Kirk & Cie SA, Genève⑤④ **Ensemble éprouvette et rotor de centrifugeuse.**

⑤⑦ Le rotor (18) contient plusieurs cavités cylindriques (22) distribuées uniformément autour de son axe de rotation (19). Les cavités sont ouvertes vers le haut et ont un fond hémisphérique concave (24). Un bouchon cylindrique (26) est placé dans chacune des cavités et l'extrémité inférieure du bouchon cylindrique a la forme d'un hémisphère concave (28). L'éprouvette d'échantillon (10) a la forme d'une sphère creuse et est placée entre l'hémisphère du fond de la cavité (24) et l'hémisphère du bouchon cylindrique (28), et des moyens (34) sont prévus pour retenir le bouchon cylindrique (26) dans la cavité.

La symétrie des éprouvettes d'échantillon de forme hémisphérique est avantageuse pour que toute perturbation d'un liquide à densité croissante soit maintenue minimale pendant une réorientation.



1. Ensemble éprouvette d'échantillon (10) et rotor de centrifugeuse (18, 38) pour réorienter les liquides à densité croissante et séparer les composants d'un échantillon, le rotor de centrifugeuse contenant au moins une cavité cylindrique (22; 42) ouverte à son sommet et avec un fond hémisphérique concave (24; 44) et comportant des moyens (26; 46; 34, 56, 57) pour soutenir la partie supérieure de l'éprouvette, caractérisé en ce que l'éprouvette a la forme d'une sphère creuse, la partie inférieure de l'éprouvette étant portée par le fond hémisphérique (24; 26) de la cavité, et par un bouchon cylindrique placé au-dessus de l'éprouvette et comportant une extrémité inférieure ayant la forme d'un hémisphère concave (28; 48; 58, 60) pour coopérer avec et soutenir la partie supérieure de l'éprouvette.

2. Ensemble selon la revendication 1, caractérisé en ce que la cavité cylindrique est pratiquement verticale et que des moyens de retenue maintiennent le bouchon cylindrique en contact avec l'éprouvette.

3. Ensemble selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que les moyens de retenue comprennent un bouchon fileté vissé dans les filets de la paroi de la cavité cylindrique.

4. Ensemble selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que le rotor de centrifugeuse contient plusieurs cavités cylindriques uniformément distribuées et agencées sous un angle d'orientation fixe par rapport à l'axe de rotation du rotor.

5. Ensemble selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé par une première éprouvette agencée selon la forme d'une sphère creuse placée dans la cavité cylindrique et supportée à sa partie inférieure par le fond hémisphérique concave de la cavité; un premier bouchon cylindrique dont les deux extrémités sont agencées selon la forme d'un hémisphère concave, l'extrémité inférieure coopérant avec et soutenant la partie supérieure de la première éprouvette; une seconde éprouvette agencée selon la forme d'une sphère creuse placée dans la cavité cylindrique au-dessus du sommet du premier bouchon cylindrique, sa partie inférieure coopérant avec et étant supportée par l'extrémité hémisphérique du bouchon cylindrique; un second bouchon cylindrique ayant son extrémité inférieure agencée selon la forme d'un hémisphère concave, cette extrémité coopérant avec et soutenant la partie supérieure de la seconde éprouvette; et des moyens pour retenir les premiers et seconds bouchons dans les cavités cylindriques.

La présente invention se rapporte à un ensemble éprouvette et rotor de centrifugeuse pour réorienter des liquides à densité croissante.

La centrifugation liquide à densité croissante est un procédé bien connu pour séparer des particules contenues dans un échantillon liquide. Dans ce procédé, les particules sont en suspension dans une colonne liquide de densité croissante.

Deux procédés de centrifugation dans un liquide à densité croissante sont généralement employés. Dans le procédé connu sous le nom de technique dynamique par strates, une solution échantillon contenant les particules à séparer est versée en couche sur une colonne de liquide à densité croissante préparée. Quand la force centrifuge agit, les particules se sédimentent à travers le liquide à densité croissante en strates différentes, de sorte que chaque strate se remplit avec des particules d'une densité spécifique. Dans le procédé dynamique par strates, il est nécessaire que la densité des particules soit plus grande que la densité du liquide à densité croissante et que la centrifugation soit terminée avant que les particules ne touchent le fond ou la paroi de l'éprouvette.

Un autre procédé de centrifugation avec liquide à densité croissante est connu comme technique isopycnique ou d'isodensité. Dans ce procédé, une particule se sédimente dans l'éprouvette de centrifu-

geuse jusqu'au point où la densité du liquide est égale à celle de la particule. Lorsqu'elles ont atteint cet état d'équilibre, les particules ne se déplacent plus le long de la colonne quelle que soit la centrifugation additionnelle.

Habituellement, ce sont des rotors portant des éprouvettes ou des rotors en forme de coupe avec des zones qui sont employés pour procéder à des séparations de densité à l'aide d'un liquide à densité croissante. La discussion qui va suivre est limitée aux rotors portant des éprouvettes, rotors dont il existe trois modèles: à godets suspendus, à orientation fixe et à éprouvettes verticales. De ces modèles, c'est seulement dans les deux derniers que se fait la réorientation des contenus de l'éprouvette: d'abord lorsque la force centrifuge est appliquée et à nouveau lorsqu'elle est supprimée. Ainsi, un liquide à densité croissante consistant en une colonne liquide étagée verticalement en strates se réoriente en colonne groupée horizontalement en strates pendant la centrifugation, puis se réoriente à nouveau à la fin de la centrifugation en une disposition verticale. Comme on l'a dit précédemment, la réorientation ne se fait pas dans les rotors à godets suspendus car, dans ces rotors, l'éprouvette centrifugée est toujours dirigée dans la direction du champ de forces.

Un problème fréquemment rencontré lors de la séparation avec liquide à densité croissante est que les particules séparées se mélangent à nouveau lorsque le liquide est réorienté. Le problème est plus marqué lorsque des rotors à éprouvettes verticales sont employés, car leur angle de réorientation est plus grand que pour les rotors à orientation fixe. On a observé que la forme cylindrique habituellement employée pour les éprouvettes de centrifugeuse n'est pas idéale pour que la perturbation de l'échantillon durant l'orientation finale soit minimale. Cela est dû au fait que des tensions de cisaillement agissent sur la zone de séparation lorsque le liquide à densité croissante tourne dans un récipient non symétrique. On peut s'en rendre compte par observation visuelle en remarquant que la réorientation dans un récipient cylindrique allongé conduit à une modification marquée de la largeur et de l'épaisseur des strates.

Par conséquent, la présente invention a pour but une éprouvette d'échantillon pour la centrifugation avec réorientation de liquide à densité croissante afin d'éviter les problèmes des techniques antérieures.

L'invention et ses caractéristiques seront mieux comprises à l'aide d'une description détaillée de formes d'exécution données à titre d'exemple et représentées sur des figures.

La fig. 1 est une coupe verticale d'une éprouvette d'échantillon selon l'invention avant que le col de remplissage ne soit scellé.

La fig. 2 est une perspective de l'éprouvette d'échantillon selon l'invention après le scellement du col de remplissage.

La fig. 3 est une représentation partielle et schématisée d'une coupe de centrifugeuse et d'un rotor construits selon une forme d'exécution de l'invention.

La fig. 4 est une représentation partielle et schématisée d'une coupe de centrifugeuse et d'un rotor construits selon une autre forme d'exécution de l'invention.

La fig. 5 est une représentation partielle et schématisée d'une coupe de centrifugeuse et d'un rotor construits selon encore une autre forme d'exécution de l'invention.

La fig. 1 représente une coupe d'une éprouvette 10 à échantillon selon l'invention. L'éprouvette 10 a la forme d'une sphère creuse et, dans la forme d'exécution préférée, elle a un col de remplissage 12, avec une ouverture 14 par laquelle l'éprouvette est remplie. L'éprouvette 10 peut être faite par moulage soufflé ou tourné d'un matériau thermoplastique adéquat tel que le polyallomère. L'emploi d'un tel matériau thermoplastique permet de sceller par fusion le col de remplissage 12 à l'aide d'une forme chauffée, telle que décrite dans le brevet US N° 4285904 de Sharples et coll., intitulé «Procédé et appareil pour sceller les éprouvettes de centrifugeuse», assigné au titulaire Beckman Instruments, Inc., titulaire également de la présente invention. La fig. 2 est une représentation perspective de l'éprouvette 10 après qu'elle a été remplie et que le col de remplissage 12 a été scellé avec une obturation arrondie 16.

Considérons maintenant la fig. 3, qui représente une coupe quelque peu schématisée d'une partie d'un rotor 18 de centrifugeuse avec un axe de rotation 19, une surface au sommet 20 et plusieurs cavités cylindriques 22 uniformément distribuées et en général parallèles à l'axe de rotation 19 du rotor. Chaque cavité 22 est ouverte vers le haut, et a un fond hémisphérique concave 24. Une pièce cylindrique 26 est placée dans chaque cavité 22. L'extrémité inférieure de chaque bouchon cylindrique 26 a la forme d'un hémisphère concave 28, et cette surface forme, ensemble avec le fond hémisphérique 24 de la cavité 22, une cavité sphérique 25 pour loger une éprouvette sphérique d'échantillon 10. La forme adaptée de la cavité sphérique 25 garantit que l'éprouvette sphérique 10 ne sera pas distendue par les forces de centrifugation. Tandis que les forces principales de centrifugation ont une direction radiale, dans les rotors à éprouvettes verticales, d'importantes forces hydrostatiques s'établissent également dans l'éprouvette à échantillon. Dans la centrifugeuse de la présente invention, les forces dirigées vers le haut s'exercent sur un bouchon fileté 34 qui se visse avec les filets 36 dans l'ouverture de la cavité 22.

On opère comme suit. L'éprouvette sphérique 10 est remplie par le col de remplissage avec un liquide de densité croissante convenable et l'échantillon liquide contenant les particules est ajouté comme couche supérieure. Le col de remplissage 12 de l'éprouvette à échantillon est alors scellé grâce à une forme chauffée (non représentée), qui donne une obturation arrondie 16 au col de remplissage 12. L'éprouvette d'échantillon 10 est alors placée dans une des cavités 22 du rotor de centrifugeuse 20. Puis le bouchon cylindrique 26 est placé dans la cavité, le trou 30 correspond au col de remplissage 12 de l'éprouvette de l'échantillon. Finalement, le bouchon fileté est monté dans l'ouverture de la cavité 22. On répète ces opérations pour une position symétrique afin que le rotor soit équilibré.

Considérons maintenant la fig. 4. L'invention y est représentée dans une autre forme d'exécution employant un rotor du type à orientation fixe. On a représenté dans une coupe quelque peu schématisée une partie du rotor 39 de centrifugeuse avec un axe de rotation 19, une surface au sommet 40 et plusieurs cavités cylindriques 42 uniformément distribuées et orientées selon un angle fixe par rapport à l'axe de rotation 19. Chaque cavité 42 est ouverte à son

sommet et a un fond hémisphérique concave 44. Un bouchon cylindrique 46 est placé dans chaque cavité 42. L'extrémité inférieure de chaque bouchon cylindrique 46 a la forme d'un hémisphère concave 48 et cette surface forme, en commun avec le fond hémisphérique 44 de la cavité 22, une cavité sphérique 45 pour y loger une éprouvette sphérique 10 d'échantillon. Pendant la centrifugation, une composante de force vers le bas s'établit dans le bouchon cylindrique 46. Cette force vers le bas agit à l'encontre de la force vers le haut développée dans l'éprouvette à échantillon 10. Le résultat de cette situation est que la masse du bouchon cylindrique 46 peut être faite assez grande pour que la force créée vers le bas soit plus grande que la force vers le haut, de sorte qu'il devient inutile d'employer un moyen de retenue attaché tel que le bouchon fileté 34 de la fig. 3.

A la fig. 5, l'invention est décrite dans une autre forme d'exécution, qui permet la centrifugation de plus d'une éprouvette d'échantillon dans chaque cavité d'un rotor du type à éprouvette verticale. Il s'agit d'un rotor de centrifugeuse 18, du type représenté, dans lequel une première pièce cylindrique 56 est placée dans la partie inférieure de la cavité 22 et une seconde pièce cylindrique 57 est placée au-dessus de la première. Les deux extrémités 58 et 59 de la première pièce cylindrique 56 ont la forme d'un hémisphère concave, comme l'extrémité inférieure 60 de la seconde pièce cylindrique 57 et le fond 24 de la cavité cylindrique 22 l'ont aussi. La disposition face à face des hémisphères 24 et 58 forme une première cavité sphérique 65 et, de même, la disposition face à face des hémisphères 59 et 60 forme une seconde cavité sphérique 70. Un trou 30 correspondant au col de remplissage 12 de l'éprouvette sphérique est prévu à l'extrémité inférieure 58 de la première pièce cylindrique 56 et à l'extrémité inférieure 60 de la seconde pièce cylindrique 57. Comme dans la forme d'exécution à éprouvette unique de la fig. 3, un bouchon fileté 34 se visse dans les filets 36 du rotor et permet de résister aux forces verticales créées par la centrifugation et retient les pièces cylindriques 56 et 57 dans la cavité 22. Quoique cette forme d'exécution soit illustrée avec un rotor du type à éprouvette verticale, on comprend qu'un rotor à angle d'orientation fixé peut aussi être employé avec des bouchons cylindriques correctement construits pour former deux ou plus de deux cavités sphériques dans les cavités agencées sous un certain angle du rotor à orientations fixes.

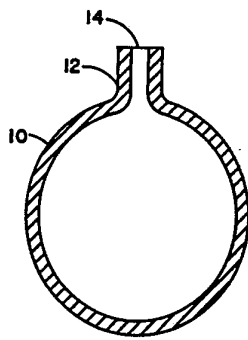


FIG. 1

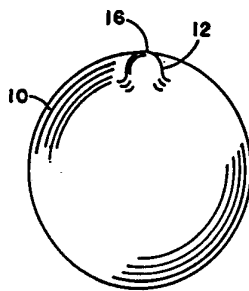


FIG. 2

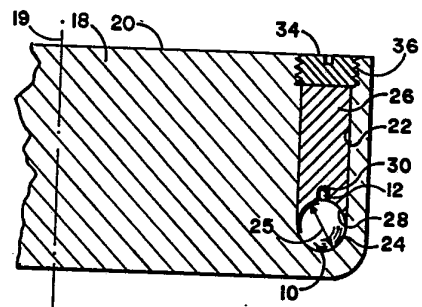


FIG. 3

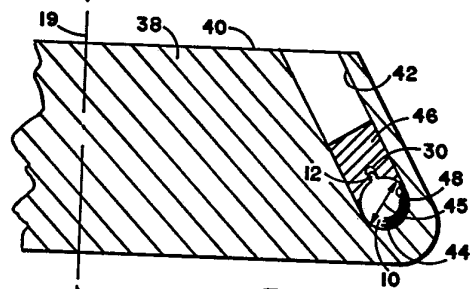


FIG. 4

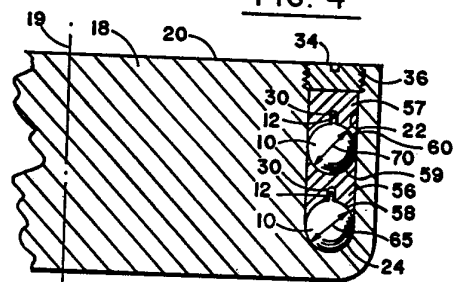


FIG. 5