

Celda de extracción para un cromatógrafo de partición centrífuga, un cromatógrafo de partición centrífuga que contiene dicha celda y un procedimiento para producir dicha celda de extracción

El objeto de la presente invención se refiere a una celda de extracción para un cromatógrafo de partición centrífuga, cuya celda de extracción contiene una cámara de extracción delimitada por paredes de la celda, y tiene una abertura de entrada de líquido y una abertura de salida de líquido.

El objeto de la invención también se refiere a un cromatógrafo de partición centrífuga que contiene dicha celda de extracción.

El objeto de la invención también se refiere a un procedimiento para producir dicha celda de extracción.

La cromatografía es la denominación colectiva de los métodos de separación de mezclas que se basan en procesos cuasi-balanceados de múltiples etapas y de alta eficiencia, que hoy, entre los procesos de tecnología de separación, se ha convertido en uno de los métodos analíticos que se utilizan con más frecuencia. Los campos de aplicación incluyen análisis farmacéuticos, industria alimentaria, pruebas de análisis toxicológico y ambiental.

La base del procedimiento es que los componentes en una mezcla a separar se distribuyen en proporciones diferentes entre una fase estacionaria y una fase móvil (eluyente) que fluye a través de la fase estacionaria en una dirección específica. Mediante el uso de este procedimiento, las moléculas, los iones de los componentes pueden separarse selectivamente entre sí de soluciones con composiciones complejas. La separación es posible debido a que los componentes individuales se desplazan a diferentes velocidades mientras la fase móvil fluye. La velocidad depende del grado de interacción entre el componente y la fase estacionaria. Por lo tanto, los componentes de la mezcla se desplazan a diferentes velocidades debido a su distribución entre la fase

estacionaria y la fase móvil, en otras palabras, su coeficiente de partición es diferente.

Durante la cromatografía de partición centrífuga, la fase estacionaria líquida se mantiene en su lugar mediante un fuerte campo centrífugo. En esta técnica, como se ve en el diagrama esquemático en la Figura 1a, el cromatógrafo contiene un sistema de bombeo líquido 102 que sirve para alimentar la fase móvil 30m, una unidad de alimentación de muestra que sirve para alimentar el material de mezcla 106 que se separará, un rotor 24 que gira alrededor de un eje, un detector 110 y un sistema de recolección de fracciones 112. Un producto 114 deja el sistema como el resultado final del proceso de separación, que preferentemente contiene un único componente de la mezcla 106. En el rotor 24, una red de celdas de extracción conectadas en serie 10 conectadas entre sí mediante tubos de conexión 18 que aseguran que la conexión del líquido gire alrededor del eje del rotor 24. El proceso de separación ocurre en la cascada de celdas de extracción conectadas en serie que contienen una abertura de entrada y una de salida, que giran alrededor de un eje común a una velocidad determinada. Como resultado del bombeo, la fase móvil ingresa a la celda que contiene la fase estacionaria a través de la abertura de entrada y se divide en pequeñas gotas. El resultado de la fuerza centrífuga y la flotabilidad se ejercerá sobre las pequeñas gotas de la fase móvil, por lo cual las gotitas fluirán a través de la fase estacionaria. Las dos fases entran en contacto entre sí sobre un área superficial grande dentro de la celda. Cerca de la abertura de salida, las dos fases se separan entre sí y la fase móvil abandona la celda.

La fuerza de Coriolis aparece en el marco de referencia de las celdas debido a la rotación, y como resultado se desvía la vía de la fase móvil. Al usar métodos de simulación de líquidos, puede demostrarse que la fuerza de Coriolis reduce la eficiencia de la mezcla de las dos fases, a medida que las gotas desviadas descienden por la pared lateral,

reduciendo así la interfaz de contacto. La fuerza de Coriolis provoca flujo circular y remezcla en la celda, que es un factor fuertemente degradante desde el punto de vista de la separación (véase la Figura 1b).

En la bibliografía se pueden hallar diversos procedimientos para la producción de celdas de extracción. El cromatógrafo de partición centrífuga Partitron protegido por la patente con número de registro US6913692 consiste en un cilindro de titanio, en el cual las celdas de extracción y los canales que las conectan se producen mediante fresado. Se requiere una máquina fresadora CNC especial ya que el dispositivo se fresa dentro y fuera de un único cilindro de aleación de titanio. La aleación de titanio que se utiliza es muy cara y durante el mecanizado se desperdicia una gran parte del cilindro. Por lo tanto, la fabricación del dispositivo es costosa y resulta en una gran cantidad de residuos. Los canales fresados y las celdas se conectan mediante placas de cobertura, con juntas planas que se utilizan entre sí. El material de las juntas planas de acuerdo con la especificación es fluoroelastómero (Viton), que, sin embargo, no tolera los disolventes orgánicos utilizados para limpiar bien el dispositivo. Al entrar en contacto, se hinchan, se ablandan y disminuye su capacidad de sellado.

El documento de patente con número de registro US4968428 presenta un cromatógrafo de placas apiladas en el cual la red de celdas y canales se mecaniza en una placa de acero inoxidable. Las placas de sellado de teflón se encuentran entre las placas de acero inoxidable, que se perforan en los lugares donde el flujo debe tener lugar entre las placas. La mayor desventaja de la disposición es que la relación del volumen útil en comparación con la masa total del dispositivo es muy baja, y el mecanizado es caro, ya que se produce una gran cantidad de residuos durante el mecanizado. Una desventaja adicional de la disposición de placas es que, debido a las juntas de Teflon utilizadas, la resistencia a la presión es baja, y después de un tiempo las placas de Teflón se deforman, reduciendo así la presión hermética. Para limpiar

perfectamente el dispositivo, éste debe desmontarse por completo, lo cual es complicado y solo es posible con una presión.

El objetivo de la invención es proporcionar una celda de extracción, un cromatógrafo de partición centrífuga que contenga dicha celda de extracción y un procedimiento para la producción de dicha celda de extracción que esté libre de las desventajas de las soluciones de acuerdo con el estado de la técnica, en otras palabras, poder proporcionar una celda de extracción a bajo costo en la cual el efecto de la fuerza de Coriolis que se produce pueda reducirse efectivamente. El objetivo de la invención es también proporcionar una celda de extracción que pueda fabricarse de manera que produzca menos residuos que las soluciones de acuerdo con el estado de la técnica.

La invención se basa en el reconocimiento de que la celda de extracción puede producirse con la ayuda de una cámara de extracción en forma de cuerpo tubular y un tapón de ingreso de líquido y un tapón de salida de líquido conectados a sus extremos, durante cuya producción se generan menos residuos y la relación de volumen/masa interna útil es mucho mayor en comparación con las soluciones según el estado de la técnica.

También se reconoció que un inserto por el que puede pasar líquido puede colocarse en la celda de extracción, el cual reduce eficazmente el flujo circular no deseado en la celda causado por la fuerza de Coriolis y la corriente líquida de la fase móvil que ingresa a la celda se divide más eficazmente en gotitas al golpear el inserto, por ello aumenta la interfaz entre las dos fases.

La tarea se resolvió en el sentido de la invención con la celda de extracción según la reivindicación 1.

La tarea establecida para la invención también se resolvió con el cromatógrafo de partición centrífuga según la reivindicación x.

Los modos de realización de la invención que se prefieren de manera individual se especifican en las reivindicaciones adjuntas.

Los detalles de la invención se presentan en relación con los modos de realización, con la ayuda de dibujos. En los dibujos adjuntos

La Figura 1a muestra un diagrama esquemático descriptivo de un modo de realización ejemplar de un cromatógrafo de partición centrífuga,

La Figura 1b es una imagen simulada del flujo de líquido en una celda de extracción que no contiene un inserto, que ilustra el efecto de remezcla perjudicial de la fuerza de Coriolis en la celda,

La Figura 2a representa una imagen descriptiva en sección transversal longitudinal que ilustra un modo de realización preferible de la cámara de extracción con forma tubular de la celda de extracción de acuerdo con la invención,

La Figura 2b representa una imagen descriptiva en sección transversal lateral de la cámara de extracción con forma tubular de la celda de extracción de acuerdo con la figura 2a,

La Figura 3 es una imagen simulada del flujo de líquido en una celda de extracción que contiene el inserto de acuerdo con la invención,

La Figura 4a representa una sección transversal longitudinal de un modo de realización preferible del tapón de entrada de líquido de acuerdo con la invención,

La Figura 4b representa una sección transversal lateral de un modo de realización preferible del tapón de entrada de líquido de acuerdo con la figura 4a,

La Figura 5a representa una sección transversal longitudinal de un modo de realización preferible del tapón de salida de líquido de acuerdo con la invención,

La Figura 5b representa una sección transversal lateral del tapón de salida de líquido de acuerdo con la figura 5a,

La Figura 6a representa una sección transversal longitudinal de otro modo de realización preferible del tapón de entrada de líquido de acuerdo con la invención,

La Figura 6b representa una sección transversal lateral de un

modo de realización preferible del elemento de cono truncado de acuerdo con la figura 6a,

La Figura 7 representa una sección transversal longitudinal de otro modo de realización preferible del tapón de salida de líquido de acuerdo con la invención,

La Figura 8 representa una imagen esquemática de un módulo que contiene las celdas de extracción de acuerdo con la invención,

La figura 9 representa una imagen esquemática de un rotor que contiene el módulo presentado en la figura 9.

Las Figuras 2a y 2b muestran secciones transversales longitudinales y laterales descriptivas que ilustran un modo de realización preferible de la cámara de extracción con forma tubular 12 de la celda de extracción 10 de acuerdo con la invención.

La celda de extracción 10 contiene una cámara de extracción 12 delimitada por una membrana de la celda 12c y acomoda la fase estacionaria líquida 30á, y en sus lados opuestos tiene una abertura de entrada de líquido 13b y una abertura de salida de líquido 13k que sirve para permitir que entre y salga la fase móvil líquida 30m para que fluya a través de la celda de extracción 10. El material de la membrana de la celda 12c que delimita la cámara de extracción 12 es preferentemente acero inoxidable, pero también son posibles otros materiales, tales como aleación de titanio, aluminio, PEEK (poliéter éter cetona), Teflón, etc.

En el caso de un modo de realización preferente, la cámara de extracción 12 está construida como un cuerpo tubular. Este modo de realización de la cámara de extracción 12 preferentemente se produce utilizando una tecnología de producción libre de residuos, tal como impresión 3D o moldeo por inyección o fundición de metales. El PEEK preferentemente se utiliza en impresión 3D, pero por supuesto también se pueden usar otros materiales, como lo sabe una persona experta en la técnica.

En la cámara de extracción 12 se coloca un inserto 14 a través del cual puede pasar líquido de acuerdo con la invención entre la abertura de entrada de líquido 13b y la abertura de salida de líquido 13k. En el contexto de la presente invención, un inserto 14 a través del cual puede pasar líquido significa un inserto que tiene pasajes internos a través de los cuales los líquidos pueden fluir a través del inserto 14. El diámetro promedio de los pasajes internos del inserto 14, en otras palabras, el diámetro promedio de su sección transversal es de 1 a 30 veces, más preferentemente de 1 a 20 veces, e incluso más preferentemente de 4 a 10 veces el diámetro promedio de las gotitas de la fase móvil 30m creadas cuando la fase móvil 30m fluye en la fase estacionaria 30a. La sección transversal de los pasajes internos no es necesariamente circular. Pueden ser cuadrados, rectangulares, triangulares o cualquier otra figura plana irregular. En este caso, el diámetro promedio puede verse como el diámetro de un círculo con un área igual a la del área de la figura plana.

En el caso de un modo de realización preferido, el inserto 14 contiene uno o más elementos por los que puede pasar líquido y se eligen del siguiente grupo: red enrollada hecha de alambre metálico, tejido de tela fibrosa, lana de vidrio, lana de acero, aunque también pueden utilizarse otros materiales como es obvio para una persona experta en la técnica. En un caso determinado, el inserto 14 puede fijarse a la membrana de la celda 12c, por ejemplo, mediante encolado, soldadura, sellado o mediante otro proceso de fijación mecánica. En el caso de otro modo de realización ejemplar, la abertura de entrada de líquido 13b y la abertura de salida de líquido 13k están dimensionadas de manera que el inserto no las pueda atravesar, y debido a esto no es necesario fijar el inserto 14 dentro de la cámara de extracción 12.

Con respecto a su estructura, el inserto 14 puede tener una estructura irregular (lana de vidrio, lana de acero), una estructura regular (alambre metálico, rejilla metálica), o ser un inserto grueso. Éste último se

puede llevar a cabo mediante la utilización de un granulado, esferas y/u otros materiales granulares.

En el caso de un modo de realización especialmente preferido, con la celda de extracción 10 en su posición en el cromatógrafo de partición centrífuga 20, el inserto 14 se selecciona para reducir el efecto de la fuerza de Coriolis que se produce en la celda de extracción 10 cuando está en funcionamiento.

Al proporcionar el inserto 14 a través del cual puede pasar líquido, la celda de extracción 10 se llena con fase estacionaria líquida 30á, luego la fase móvil líquida 30m fluye a través de la fase estacionaria 30á de tal manera que la fase móvil 30m se divide en gotitas cuando la fase estacionaria 30á penetra. Luego, se determina el diámetro promedio de las gotitas de la fase móvil 30 m que penetra la fase estacionaria 30á y se divide en gotitas. Esto ocurre, por ejemplo, mediante experimento, sobre la base de una imagen grabada del interior de la celda de extracción, o teóricamente, con la ayuda de fórmulas. En un caso determinado, las gotitas también pueden tener una forma irregular, en este caso el diámetro de una gotita puede definirse por tener el mismo diámetro que la esfera con el mismo volumen de la gotita. En el caso de un modo de realización preferido, el diámetro promedio de las gotitas de la fase móvil se determina sobre la base de la ley de Stokes. Durante este proceso, las gotitas dentro de la celda de extracción 10 se consideran esféricas, cuyo diámetro promedio puede calcularse, con una buena aproximación, usando la siguiente fórmula:

$$d = \frac{9 * v * \eta}{2 * \Delta\rho * \omega * \omega * R}$$

donde v es la velocidad de la fase móvil 30m que penetra la fase estacionaria 30á en comparación con la fase estacionaria 30á, η es la viscosidad de la fase estacionaria 30á, $\Delta\rho$ es el valor absoluto de la diferencia de densidad entre la fase estacionaria 30á y la fase móvil 30 m, ω es la velocidad angular de la rotación de la celda de extracción 10, y R

es la distancia de la celda de extracción 10 desde el eje de rotación. Por supuesto es posible utilizar otras relaciones para calcular el diámetro promedio de las gotitas aparte de la fórmula anterior, como es obvio para una persona experta en la técnica.

Al utilizar la información obtenida sobre el diámetro promedio de las gotitas, se proporciona un inserto 14 que tiene pasajes internos a través de los cuales puede pasar líquido, y el diámetro promedio de los pasajes es de 1 a 30 veces, preferentemente de 1 a 20 veces, incluso más preferentemente de 4 a 10 veces el diámetro promedio de las gotitas.

En el caso de un modo de realización preferido, se proporciona un inserto 14 de un tamaño tal que su volumen es de 1 a 30%, preferentemente de 1 a 20%, incluso más preferentemente de 2 a 20% del volumen de la celda de extracción 10. El volumen que llena el inserto 14 en el contexto de la presente invención es la relación del volumen neto del inserto 14 y el volumen interno de la celda de extracción 10, donde el volumen neto del inserto 14 es igual a ese volumen de líquido, un inserto 14 completamente sumergido se expulsaría de un recipiente completamente lleno.

El inserto 14 descrito anteriormente puede producirse, por ejemplo, a partir de una red (enrollada) de alambre metálico, tejido de tela fibrosa, lana de vidrio, lana de acero y a partir de productos similares, o una combinación de los mismos.

Como resultado del efecto del inserto 14, se reduce el flujo circular de la fase móvil líquida 30m que entra en la cámara de extracción 12, ya que debido a su viscosidad se requiere una gran cantidad de fuerza para que atraviese los pasajes internos del inserto 14, que representa una resistencia de frenado al flujo. Esta resistencia de frenado es siempre opuesta a la dirección del movimiento del líquido, y su extensión es comparable, o en un caso determinado mayor que la extensión de la fuerza de Coriolis que se produce en la celda de extracción 10, y de esta manera reduce o elimina completamente su

efecto. Como la fase móvil 30m es impulsada por la diferencia entre la fuerza centrífuga y la flotabilidad, cuya fuerza resultante es mayor que la fuerza de Coriolis, la fase móvil 30m que ingresa en la abertura de entrada de líquido 13b puede seguir fluyendo a través de la cámara de extracción 12 hasta a la abertura de salida de líquido 13k, a través de la cual sale de la cámara de extracción 12 (véase la Figura 3).

Otra característica preferida del inserto 14 es que la corriente líquida de la fase móvil 30m que ingresa en la cámara de extracción 12 llena con fase estacionaria 30a se divide más eficazmente en gotitas cuando golpea el inserto 14, y se ondula significativamente después de pasar a través del inserto 14. Debido a este efecto, la mezcla entre la fase móvil 30m y la fase estacionaria 30a mejora, y aumenta la superficie de transferencia entre los dos líquidos.

En el caso de un modo de realización preferido, se establecen uno o más pozos 15 que aseguran la sujeción de la celda de extracción 10 a la estructura de soporte externa 22 (véase la Figura 8) sobre la superficie externa de la pared de la celda 12c de la cámara de extracción 12.

En el caso de un modo de realización especialmente preferido, la celda de extracción 10 puede unirse a la cámara de extracción 12, ésta contiene el tapón de entrada de líquido 16b de acuerdo con las figuras 4a y 4b que allí incluye la abertura de entrada de líquido 13b y el tapón de salida de líquido 16k de acuerdo con las figuras 5a y 5b que incluye allí la abertura de salida de líquido 13k. En este caso, la abertura de entrada de líquido 13b se establece en el tapón de entrada 16b, y la abertura de salida de líquido 13k se establece en el tapón de salida de líquido 16k. El tapón de entrada de líquido 16b y/o el tapón de salida de líquido 16k están fijados a la pared de la celda 12c de la cámara de extracción 12 preferentemente con una conexión desmontable, tal como una rosca de tornillo. Por supuesto, se pueden utilizar otros métodos de fijación desmontable (como la fijación mediante sujeción) o métodos de fijación no

desmontables (como soldadura, sellado, pegado, remachado, etc.), como sabrá una persona experta en la técnica.

En un caso determinado, se puede concebir un modo de realización en el que la abertura de entrada de líquido 13b se establece en el tapón de entrada de líquido 16b y la abertura de salida de líquido 13k se establece en la pared de la celda 12c, o viceversa, en otras palabras, la abertura de salida de líquido 13k se establece en el tapón de salida de líquido 16k y la abertura de entrada de líquido 13b se establece en la pared de la celda 12c. El tapón de entrada de líquido 16b y el tapón de salida de líquido 16k preferentemente están hechos a partir de uno o más materiales de la siguiente lista: acero inoxidable, aleación de titanio, aluminio, PEEK, Teflón. El tapón de entrada de líquido 16b y el tapón de salida de líquido 16k también pueden realizarse al utilizar una de las tecnologías de producción libre de residuos indicadas anteriormente, y/o al utilizar otras tecnologías de trabajo de materiales (como fresado, trituración, perforación, etc.).

En las Figuras 4a y 4b se pueden ver las secciones transversales longitudinales y laterales de un tapón de entrada de líquido 16b que consiste en una única parte. En el caso de un modo de realización preferido, el tapón de entrada 16b que conduce la fase móvil 30m a la cámara de extracción 12 se establece como un cuerpo cilíndrico, en cuyo lateral orientado al espacio interno de la cámara de extracción 12 hay una rosca 28 formada del lado externo, como una rosca NPT(F) de 3/8" externa. En el caso de este modo de realización, la cámara de extracción 12 se establece en forma de un cuerpo tubular, y al menos en un extremo del tubo en la superficie interna también se establece una rosca de 28', como una rosca NPT(F) de 3/8", en la cual la rosca 28 NPT(F) de 3/8" del tapón de entrada 16b puede atornillarse. Una rosca externa 29 se establece en el otro extremo del tapón de entrada 16b, como una rosca 5/16-20 UN. Preferentemente, se puede encontrar una formación de tuerca hexagonal entre la NPT(F) 3/8" y las roscas 5/16-20 UN 28, 29,

que cuando se mantienen con una llave de horquilla convencional, la rosca 28 del tapón de entrada 16b puede accionarse fácilmente en la rosca de 28' de la cámara de extracción 12.

En el caso de un modo de realización preferido, la abertura de entrada de líquido 13b del tapón de entrada 16b contiene una o más perforaciones inclinadas 17f que dividen el líquido que fluye a través de allí en varias corrientes de líquido (véanse las Figuras 4a y 4b). En el caso de un modo de realización ejemplar, los diámetros de las perforaciones 17f están comprendidos entre 0,1 mm y 1 mm, pero por supuesto también se pueden concebir diámetros diferentes. La función de las perforaciones 17f es dividir la corriente de líquido de la fase móvil 30m en varias partes y pulverizarlo uniformemente en la cámara de extracción 12. La división puede incluir cualquier cantidad opcional de orificios, sin embargo, al proceder con las perforaciones es preferible que se tengan en cuenta los siguientes aspectos:

- al momento de la división el líquido que fluye debe dividirse en proporciones iguales,
- el líquido que fluye en las diversas perforaciones debe tomar vías con la misma longitud.

Según las pruebas de simulación líquida, la división de la fase móvil 30m en varias corrientes de líquido tiene un efecto positivo en la configuración del flujo, ya que se mejora la atomización o, en otras palabras, aumenta la interfaz entre las dos fases, lo que especialmente se desea desde un punto de vista de cromatografía.

En el caso de un modo de realización ejemplar, el tapón de salida 16k también es tubular, que, sin embargo, contiene preferentemente una única abertura de salida de líquido ramificada 13k, y el mecanizado cónico 17k se forma en su lateral orientado al espacio interno de la cámara de extracción 12 (véanse las Figuras 5a y 5b).

De manera similar al tapón de entrada 16b, sobre el lateral del tapón de salida 16k orientado al espacio interno de la cámara de

extracción 12 hay una rosca externa 28 formada en el exterior, como una rosca NPT(F) de 3/8", y en el otro lateral hay una rosca externa 29 formada en el exterior, como una rosca 5/16-20 UN. El tapón de salida 16k también puede fijarse en la rosca 28' de la cámara de extracción 12 usando la rosca 28 externa NPT(F) de 3/8". El tubo de conexión 18 que se ve en la Figura 9 puede estar conectado a la rosca 29 externa 5/16-20 UN del tapón de entrada 16b y el tapón de salida 16k, con cuya ayuda puede realizarse una conexión de líquido entre la abertura de salida de líquido 13k de una celda de extracción 10 y la abertura de entrada de líquido 13b de otra celda de extracción 10 conectada en serie con ésta.

El propósito del mecanizado cónico 17k es que las gotitas de la fase móvil se dividan en gotitas que pasen a través de la cámara de extracción 12 para combinarse fácilmente, y por ello, solo la fase móvil 30m sale por la abertura de salida de líquido 13k.

En el caso que la cámara de extracción 12 tenga un diámetro de tubo mayor, el tapón de entrada de líquido 16b y/o el tapón de salida de líquido 16k se construyen a partir de varias partes que pueden separarse entre sí, como puede verse en las Figuras 6a y 7. En el caso de este modo de realización, el tapón de entrada de líquido 16b contiene un elemento de cono truncado de entrada 19b responsable de la división de la corriente líquida de la fase móvil 30m y para el sellado, un cuerpo cilíndrico 19h montado en él, y un extremo roscado 19m que fija el cuerpo cilíndrico 19h a la cámara de extracción 12. El material del elemento de cono truncado de entrada 19b es preferentemente PEEK, pero aparte de esto puede estar hecho de Teflón, HDPE u otro material que se mecanice fácilmente. El cuerpo cilíndrico 19h preferentemente está hecho de acero inoxidable ANSI 316, pero también puede estar hecho a partir de aleación de titanio, aluminio, PEEK, Teflón, etc., como resulta obvio para una persona experta en la técnica.

En el caso de un modo de realización preferido, se forman cuatro ramas mediante fresado en el elemento de cono truncado de entrada 19b,

y tres orificios 17f dividen cada rama, como se puede observar en la Figura 6b. Por lo tanto, hay un total de doce perforaciones 17f situadas en el elemento de cono truncado de entrada 19b, a través de los cuales la fase móvil 30m entra en la cámara de extracción 12 después de dividirse de manera uniforme. Una sección de superficie interna de la pared de celda 12c en el lateral hacia la abertura de entrada de líquido 13b está grabada, que está seguida de una sección mecanizada de forma cónica en la cual el elemento de cono truncado de entrada 19b encaja para formar un sellado.

El cuerpo cilíndrico 19h contiene una parte de base 19t que se perfora en el centro y encaja en el mecanizado interno de la cámara de extracción 12 y un vástago hueco 19sz que se fija a la parte de base 19t, como puede observarse en la Figura 6a. El interior del vástago 19sz incluye una parte cónica de 45 grados 119 y un descenso de 6,45 mm, una rosca 27 se forma preferentemente sobre su superficie externa, como una rosca 7/16-20 UNC, con cuya ayuda el tubo de conexión 18 se puede fijar al vástago 19sz.

En el caso de este modo de realización, se forma una rosca métrica fina M60x3 sobre la superficie externa de la pared de la celda 12c, en ambos extremos de la cámara de extracción 12 en forma de cuerpo cilíndrico, sobre la cual se puede atornillar el extremo roscado 19m. El borde del extremo roscado 19m atornillado a la cámara de extracción 12 fija el elemento de cono truncado de entrada 19b y el cuerpo cilíndrico 19h ubicado en la cámara de extracción 12. El material del extremo roscado 19m es preferentemente acero resistente.

También es posible un modo de realización en el cual el elemento de cono truncado de entrada 19b y el cuerpo cilíndrico 19h se fijan a la cámara de extracción 12 con la rosca formada sobre la superficie externa del cuerpo cilíndrico 19h y la rosca formada sobre la superficie interna de la pared de la celda 12c. En este caso, no es necesario usar un extremo roscado 19m. El atornillado del cuerpo cilíndrico 19h preferentemente

ocurre al utilizar la formación de tuerca hexagonal dispuesta sobre el cuerpo cilíndrico.

La construcción del tapón de salida de líquido 16k según la figura 7 difiere de la indicada anteriormente en que en lugar de un cono truncado de entrada 19b, ésta contiene un cono truncado de salida 19k, sobre el cual se forman una abertura de salida de líquido de derivación única 13k y un mecanizado cónico 17k orientado hacia el espacio interno de la cámara de extracción 12.

La Figura 8 ilustra un módulo 40 de un rotor 24 de acuerdo con la invención, que contiene varias celdas de extracción 10 conectadas en serie con tubos de conexión 18. En el caso de este modo de realización, el módulo 40 también incluye en sí la estructura de soporte 22 que fija las celdas de extracción 10 al módulo 40. Preferentemente, el módulo 40 se fija al rotor 24 de una manera desmontable, como mediante el uso de tornillos. La estructura de soporte 22 posee preferentemente resistencia alta y tiene una estructura ligera, similar a una rejilla o similar a una red. La estructura de soporte 22 puede construirse a partir de, por ejemplo, metal, aleación de metal, plástico, otro material compuesto, etc., como resulta obvio para una persona experta en la técnica. La cámara de extracción 12 se fija a la estructura de soporte 22 utilizando uno o más pozos 15 formados en la superficie externa de la pared de la celda 12c, preferiblemente de una manera desmontable. Por supuesto, las celdas de extracción 10 pueden fijarse a la estructura de soporte 22 de otras maneras desmontables o no desmontables, aparte de la fijación con los pozos 15.

La Figura 9 ilustra un rotor de disco 24 con una sección transversal anular construida utilizando los módulos 40 que se ilustran en la Figura 8. Este modo de realización del cromatógrafo de partición centrífuga 20 tiene una estructura modular compuesta de módulos sustancialmente idénticos, en cuyo caso cada uno de los módulos 40

contiene una o más celdas de extracción 10 conectadas con tubos de conexión 18 que aseguran una conexión de líquido entre sí.

Alrededor de la circunferencia del rotor 24 los módulos 40 se conectan en serie con tubos de conexión 18 de tal manera que la entrada de líquido de un módulo seleccionado 40 se conecta preferentemente a la entrada de líquido en el eje principal del rotor 24 a través de un tubo de alimentación 26, mientras que la salida de líquido del módulo adyacente 40 se conecta preferentemente a la salida de líquido en el eje principal del rotor 24 a través de un tubo de descarga 26'.

A continuación se presenta la operación de la célula de extracción según la invención y del cromatógrafo de partición centrífuga 20 que contiene la celda de extracción 10.

Antes de la separación, las celdas de extracción 10 se llenan al menos parcialmente con la fase estacionaria líquida 30á, luego se inicia la rotación del rotor 24 junto con las celdas de extracción 10. Luego, se inicia el bombeo de la fase móvil 30m a través de las celdas 10 de extracción conectadas en serie y como consecuencia de la rotación se produce una fuerza centrífuga en ellas. Esta fuerza centrífuga inmoviliza la fase estacionaria 30á, en otras palabras, mantiene la fase estacionaria 30á en las celdas. Posteriormente, la mezcla que se separará se añade a la fase móvil 30m con la unidad de entrada de muestra, preferentemente en dosis similares a un impulso.

La dirección del bombeo se selecciona de la siguiente manera dependiendo de la relación entre las densidades de la fase estacionaria 30á y la fase móvil 30m:

- si la fase estacionaria 30á es la fase más pesada (modo ascendente), entonces la fase móvil 30m fluye en la dirección del eje de rotación del rotor 24;
- si la fase estacionaria 30á es la fase menos pesada (modo descendente), entonces la fase móvil 30m fluye desde el centro de rotación en la dirección de la circunferencia de rotación.

Debido al bombeo, la fase móvil 30 m entra en la celda de extracción 10 a través de la abertura de entrada de líquido 13b, luego se divide en pequeñas gotas en la fase estacionaria 30á. En un caso ideal, la distribución de las gotitas es homogénea dentro de la cámara de extracción 12. El inserto 14 colocado en la cámara de extracción 12 mejora adicionalmente la homogeneización.

La fuerza de Coriolis se crea en las celdas de extracción 10 del rotor giratorio 24 como resultado de la rotación, que intenta desplazar el flujo de la fase móvil 30m que entra en la cámara de extracción 12 en la dirección lateral. El inserto 14 ejerce resistencia con respecto al flujo, cuya resistencia es comparable con la fuerza de Coriolis, lo que reduce significativamente su efecto. Dado que la diferencia entre la fuerza centrífuga y la flotabilidad se ejerce sobre la fase móvil 30m, cuya fuerza resultante es mayor que la fuerza de Coriolis, la fase móvil 30m que ingresa a través de la abertura de entrada de líquido 13b puede fluir a través de la cámara de extracción 12 que contiene el inserto 14. En un caso ideal, las dos fases están en contacto entre sí desde la abertura de entrada de líquido 13b hasta la abertura de salida del líquido 13k. La fase móvil 30m y la fase estacionaria 30á se separan en la proximidad de la abertura de salida de líquido 13k debido al mecanizado cónico 17k y al efecto de la diferencia de densidad entre las dos fases. La fase con menor densidad se impulsa por flotabilidad hacia la abertura de entrada de líquido 13b, mientras que la fase más pesada continúa moviéndose hacia la abertura de salida de líquido 13k debido a la mayor fuerza centrífuga que se ejerce sobre ella. En un caso ideal, solo la fase móvil sale de la celda de extracción 10. Los procesos indicados anteriormente se llevan a cabo y se repiten en cada una de las celdas conectadas en serie 10. Si la mezcla que va a separarse se añade a la fase móvil 30m (preferentemente de manera intermitente), entonces los componentes caracterizados por diferentes coeficientes de partición se separan entre sí en las celdas de extracción 10.

En el caso de un modo de realización preferido, varias celdas de extracción 10 conectadas en serie forman módulos 40 que pueden eliminarse individualmente del cromatógrafo de partición centrífuga 20. Una de las mayores ventajas de la construcción modular es que en el caso que una única celda de extracción 10 se vuelva defectuosa (por ejemplo, se bloquee) la celda de extracción 10 puede repararse o reemplazarse fácilmente, además, la limpieza periódica de las celdas de extracción 10 también se realiza de manera más simple. En el caso de aquellos modos de realización en los cuales la abertura de entrada de líquido 13b y la abertura de salida de líquido 13k se forman en el tapón de entrada 16b y el tapón de salida 16k, la limpieza de las celdas de extracción puede realizarse de manera simple a desenroscar los tapones, a diferencia de las soluciones según el estado de la técnica, en las cuales se debe dismantelar todo el dispositivo para proceder con la limpieza.

Está claro que habrá soluciones alternativas evidentes para una persona experta en la técnica en comparación con los modos de realización descritos en el presente que, sin embargo, están dentro del alcance de protección que determinan las reivindicaciones.

Reivindicaciones

1. Una celda de extracción para un cromatógrafo de partición centrífuga, cuya celda de extracción contiene una cámara de extracción delimitada por una pared de la celda y acomoda una fase estacionaria líquida, y tiene una abertura de entrada de líquido y una abertura de salida de líquido que sirve para permitir que entre y salga la fase móvil líquida que fluye a través de la celda de extracción, **en donde** contiene una cámara de extracción establecida como un cuerpo tubular y un tapón de entrada de líquido que incluye una abertura de entrada de líquido y un tapón de salida de líquido que incluye una abertura de salida de líquido, que puede conectarse a la cámara de extracción.

2. La celda de extracción según la reivindicación 1, **en donde** un inserto a través del cual pueden pasar los líquidos se coloca en la cámara de extracción entre la abertura de entrada de líquido y la abertura de salida de líquido, que tiene pasajes internos, y el diámetro promedio de los pasajes es de 1 a 30 veces, preferentemente de 1 a 20 veces, incluso más preferentemente de 4 a 10 veces el diámetro promedio de las gotitas de fase móvil creadas cuando la fase móvil fluye en la fase estacionaria.

3. La celda de extracción según la reivindicación 1 o 2, **en donde** ésta se hace utilizando tecnología de producción libre de residuos, tal como impresión 3D, extrusión, estiramiento, soldadura, moldeo por inyección o fundición de metales.

4. La celda de extracción según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, **en donde** el inserto tiene una estructura irregular, o una estructura regular, o se crea como un inserto grueso.

5. La celda de extracción según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, **en donde** el inserto contiene uno o más componentes por los que puede pasar el líquido, los componentes se eligen del siguiente grupo: red (enrollada) hecha de alambre metálico, tejido de tela fibrosa, lana de vidrio, lana de acero.

6. La celda de extracción según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, **en donde** la porosidad del inserto se selecciona para reducir el efecto de la fuerza de Coriolis que se produce en la celda de extracción como resultado del movimiento de rotación de la celda de extracción cuando ésta se encuentra en el cromatógrafo de partición centrífuga en funcionamiento.

7. La celda de extracción según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, **en donde** el material de la pared de la celda que delimita la cámara de extracción se selecciona a partir de uno o más elementos del siguiente grupo: acero inoxidable, aleación de titanio, aluminio, PEEK, Teflón.

8. La celda de extracción según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, **en donde** el tapón de entrada de líquido y/o el tapón de salida de líquido se fijan a la pared de la celda de la cámara de extracción con una conexión desmontable, preferentemente con una rosca de tornillo.

9. La celda de extracción según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, **en donde** se forman uno o más pozos en la superficie externa de la pared de la celda de la cámara de extracción para asegurar la fijación de la celda de extracción a la estructura de soporte externa.

10. La celda de extracción según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, **en donde** el tapón de entrada de líquido contiene una o más perforaciones que dividen el líquido y lo hacen fluir a través de

éste hacia varias corrientes de líquido.

11. La celda de extracción según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, **en donde** el mecanizado cónico se forma en el lateral del tapón de salida de líquido frente al espacio interno de la cámara de extracción.

12. La celda de extracción según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, **en donde** el tapón de entrada de líquido y/o el tapón de salida de líquido se construyen a partir de varias partes que pueden separarse entre sí.

13. La celda de extracción según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, **en donde** el material del tapón de entrada de líquido y el tapón de salida de líquido se selecciona a partir uno o más de los siguientes elementos: acero inoxidable, aleación de titanio, aluminio, PEEK, Teflón.

14. Un cromatógrafo de partición centrífuga, **en donde** éste contiene al menos una celda de extracción según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 15.

15. Un cromatógrafo de partición centrífuga según la reivindicación 14, **en donde** éste contiene varias celdas de extracción conectadas en serie con canales que aseguran una conexión de líquido.

16. Un cromatógrafo de partición centrífuga según la reivindicación 15, **en donde** varias celdas de extracción conectadas en serie forman módulos extraíbles individualmente.

17. Un cromatógrafo de partición centrífuga según la reivindicación 16, **en donde** éste posee una estructura modular

compuesta de módulos sustancialmente idénticos, donde cada uno de los módulos contiene una o más celdas de extracción conectadas con tubos de conexión que aseguran una conexión de líquido entre sí, además, los módulos individuales se conectan entre sí en serie a través de tubos.

18. Un procedimiento para producir celdas de extracción que pueden utilizarse en un cromatógrafo de partición centrífuga, durante el cual:

- las celdas de extracción se llenan con fase estacionaria líquida,
- la fase móvil líquida fluye a través de la fase estacionaria,

en donde:

- se determina el diámetro promedio de las gotitas de la fase móvil que se divide en gotitas y penetra en la fase estacionaria,

- en la celda de extracción que tiene pasajes internos se dispone un inserto a través del cual puede pasar el líquido y el diámetro promedio de los pasajes es de 1 a 30 veces, preferentemente de 1 a 20 veces, incluso más preferentemente de 4 a 10 veces el diámetro promedio de las gotitas.

19. El procedimiento según la reivindicación 18, **en donde** el diámetro promedio de las gotitas de la fase móvil se determina sobre la base de la ley de Stokes.

20. El procedimiento según la reivindicación 18 o 19, **en donde** se proporciona un inserto de un tamaño cuyo volumen es de 1 a 30%, preferentemente de 1 a 20%, incluso más preferentemente de 2 a 20% del volumen interno de la cámara de extracción.

21. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 18 a 20, **en donde** se proporciona un inserto en la cámara de extracción que contiene una red (enrollada) de alambre metálico, tejido de tela fibrosa,

lana de vidrio, lana de acero o de productos similares, o una combinación de los mismos.

RESUMEN

Celda de extracción para un cromatógrafo de partición centrífuga, un cromatógrafo de partición centrífuga que contiene dicha celda y un procedimiento para producir dicha celda de extracción

El objeto de la invención se refiere a una celda de extracción para un cromatógrafo de partición centrífuga, cuya celda de extracción contiene una cámara de extracción delimitada por una pared de celda y acomoda la fase estacionaria líquida, y tiene una abertura de entrada de líquido y una abertura de salida de líquido que sirve para permitir que entre y salga la fase móvil líquida que fluye a través de la celda de extracción. La esencia de la celda de extracción es que contiene una cámara de extracción establecida como cuerpo tubular y un tapón de ingreso de líquido que incluye una abertura de entrada de líquido y un tapón de salida de líquido que incluye una abertura de salida de líquido, que puede conectarse a la cámara de extracción.

El objeto de la invención también se refiere a un cromatógrafo de partición centrífuga que contiene dicha celda de extracción, y a un procedimiento para producir dicha celda de extracción.

(Figura 2)