



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 362 129**

51 Int. Cl.:
B01L 3/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **07107643 .4**

96 Fecha de presentación : **07.05.2007**

97 Número de publicación de la solicitud: **1854542**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **14.11.2007**

54 Título: **Dispositivo de filtración de múltiples pozos.**

30 Prioridad: **12.05.2006 EP 06405198**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
28.06.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
28.06.2011

73 Titular/es: **F. Hoffmann-La Roche AG.**
Grenzacherstrasse 124
4070 Basel, CH

72 Inventor/es: **Hochstrasser, Remo Anton;**
Voegelin, Dieter;
Schwitter, Urs y
Hidber, Pirmin

74 Agente: **Ponti Sales, Adelaida**

ES 2 362 129 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

Campo de la técnica

[0001] La presente invención se refiere a un dispositivo de filtración de múltiples pozos para filtrar una suspensión en general, y más particularmente a un sistema y a un procedimiento para el análisis de la fase sólida de una suspensión.

5 Antecedentes de la técnica

[0002] En particular en la industria farmacéutica, diversos procesos industriales y procesos de investigación para la creación de ciertos compuestos químicos implican suspensiones. Las suspensiones básicamente comprenden de una fase sólida y una fase líquida en donde la fase líquida puede ser, por ejemplo, una solución que comprende un soluto disuelto en un solvente. Para poder disolver una cantidad favorable de soluto, la solución a menudo se equilibra a una temperatura elevada cercana a la temperatura de ebullición del disolvente. Para recibir la solución con menos fase sólida, que necesitan las siguientes etapas del proceso, en una cierta etapa de los procesos mencionados anteriormente, la suspensión a menudo se separa en la fase sólida, es decir, cristales u otros sólidos, y en la solución.

[0003] Un tipo prevalente de esta separación de la suspensión es la filtración. En los dispositivos de filtración conocidos, con frecuencia la suspensión es forzada a través de un filtro mediante una presión negativa aplicada en ese lado del filtro alejado de la suspensión. La presión negativa impulsa la suspensión a través del filtro. El filtro retiene la fase sólida hasta cierto punto, formando así un producto de filtración. Un efecto secundario de esta filtración como puede ser que dicha presión negativa cause la formación de cristales de la solución y, por lo tanto, disminuye la cantidad de soluto disuelto en el solvente. Además, la temperatura de la solución es a menudo reducida por esta filtración, provocando de nuevo la formación de cristales en la solución y reduciendo la cantidad de soluto disuelto en el disolvente.

[0004] En particular en procesos de investigación, es común el uso de microplacas estándar que tiene una pluralidad de pozos. Por ejemplo, estas microplacas están estandarizadas en términos de las dimensiones de la huella, dimensiones de altura, dimensiones del reborde inferior externo y posiciones de los pozos. Las microplacas estándar comúnmente utilizadas comprenden, 96, 384 ó 1536 pozos.

[0005] Además, otra vez en particular en los procesos de investigación, el análisis de la fase sólida mencionada anteriormente, es decir, cristales u otros sólidos, se ha vuelto más y más importante, por ejemplo, para obtener una comprensión más profunda y un mejor control de los procesos químicos y de las formas polimórficas de los compuestos químicos. Dicho análisis se realiza, preferentemente, mediante procedimientos tales como la difracción de polvo de rayos X (XRPD) o espectroscopia infrarroja y Raman. Para poder llevar a cabo dichos procedimientos, los cristales y sólidos usualmente tienen que ser retirados del dispositivo de filtración y transferirse a dispositivos de análisis específico, que puede ser una tarea incómoda bastante delicada. Dispositivos de preparación de muestras de múltiples pozos incluyen el filtrado de las muestras se conocen a partir de los documentos EP-A-1 477 812 , WO-A-01/19520 y GB-A-2 246 081, con GB-A-2 246 981 mostrando un dispositivo de acuerdo el preámbulo de la reivindicación independiente dirigida a un dispositivo de filtración de múltiples pozos.

[0006] Hay una necesidad de un dispositivo mejorado compatible con microplacas estándar que sea capaz de separar la fase sólida de la fase líquida de una suspensión proporcionando la fase sólida de una forma que sea fácilmente accesible para su posterior procesamiento, por ejemplo, análisis.

Descripción de la invención

[0007] Según la invención, esta necesidad se resuelve mediante un dispositivo de filtración de múltiples pozos para filtrar una suspensión tal como se define mediante las características de la reivindicación independiente 1, y mediante un sistema y un procedimiento para el análisis de la fase sólida de una suspensión tal como se define en las reivindicaciones independientes 9 y 11. Realizaciones preferidas son objeto de las reivindicaciones dependientes.

[0008] En particular, la invención trata de un dispositivo de filtración de múltiples pozos para filtrar una suspensión, que comprende una placa de filtración con una serie de cámaras de filtración y una placa de recogida con un correspondiente número de pozos de recogida. Cada cámara de filtración está conectada a un pozo colector correspondiente y un elemento de filtro que tiene pasajes está situado entre cada cámara de filtración y el correspondiente pozo de recogida. Una capa de separación está dispuesta entre la placa de la filtración y el elemento de filtro.

[0009] El uso de una capa de separación permite una fácil separación de la placa de filtración de la placa de recogida. Como una serie de cámaras de filtración están dispuestas en una placa de filtración única, la capa de separación asegura que la fase sólida de cada cámara de filtración se mantenga separada de la fase sólida de las otras cámaras de filtración. Además, la placa de filtración separada se puede transferir cómodamente a un dispositivo de análisis, en el que la fase sólida de cada cámara de filtración se puede analizar por separado a través de la capa de separación, sin retirar la fase sólida. Utilizando el dispositivo de filtración de acuerdo con la invención, la fase sólida (torta de filtro) del proceso de filtración puede analizarse sin acondicionamiento adicional de la fase sólida.

[0010] Preferiblemente, el tamaño de los poros del elemento de filtro es de aproximadamente 1 μm a aproximadamente 2 μm .

5 **[0011]** La capa de separación es transparente, en la que la transparencia se refiere a procedimientos adecuados para el análisis de la fase sólida de una suspensión, es decir, cristales u otros sólidos. En particular, se refiere a procedimientos para el análisis de formas polimórficas cristalizadas de compuestos químicos. Preferiblemente, estos procedimientos son procedimientos tales como difracción de polvo de rayos X o espectroscopia infrarroja y Raman. En estos casos, transparente significa transparente para rayos X, para luz infrarroja o para rayo láser. Por lo tanto, la capa de separación está hecha preferiblemente de un fluoropolímero amorfo, en particular, de un fluoropolímero amorfo como se conoce por los expertos en la materia tal como Teflón AF.

10 **[0012]** La capa de separación tiene orificios en un área que está en contacto con el elemento de filtro, teniendo dichos orificios un diámetro mayor que el diámetro de los pasajes del elemento de filtro. Esta disposición proporciona una estructura de filtración de dos etapas. En una etapa, el efecto de filtración está regulado por los pasajes del elemento de filtro, en el que se crea una torta de filtro durante la filtración. En la segunda etapa, la torta de filtro se contiene mediante la capa de separación en el interior de la correspondiente cámara de filtración. El tamaño de los orificios está adaptado para poder contener la torta de filtro sin efectuar substancialmente la filtración.

15 **[0013]** En una realización preferida del dispositivo de filtración de múltiples pozos, cada pozo de recogida en una sección transversal axial tiene una forma alargada y una porción más profunda del pozo de recogida está dispuesta en una región del extremo longitudinal del pozo de recogida. La forma alargada en el sentido de la invención comprende todas las formas geométricas que son adecuadas para el uso tal como se describe a continuación. En particular, comprende formas ovales y formas de rectángulos redondeados adecuados para reunir dos pozos, que están dispuestos en una estructura de microplacas estándar que tiene 96, 384 ó 1536 pozos.

20 **[0014]** Una ventaja de la forma alargada es que el suministro de la suspensión y la extracción del filtrado mediante medios de suministro y de extracción es fácilmente posible en cada pozo de recogida único, en el que es posible una disposición compacta. En particular, si múltiples pozos de recogida están dispuestos en una placa de recogida, por ejemplo adecuada para una microplaca estándar que comprende 96, 384 ó 1536 pozos, esta disposición compacta puede ser esencial. Para bajar el volumen muerto del filtrado del pozo de recogida y para permitir una extracción más o menos completa del filtrado fuera del pozo de recogida, la parte inferior del pozo de recogida puede estar ligeramente inclinada y bien redondeada, de manera que la parte más profunda del pozo de recogida está dispuesta en una región de extremo longitudinal del pozo de recogida que tiene la forma alargada, donde es accesible mediante medios de extracción.

25 **[0015]** Preferiblemente, el dispositivo de filtración de múltiples pozos también comprende una placa de embudo inferior que está situada entre la placa de filtración y la placa de recogida. La placa de embudo inferior tiene un número correspondiente de embudos de filtrado que conectan cada cámara de filtración con el correspondiente pozo de recogida y el elemento de filtro está dispuesto en una parte superior de cada embudo de filtrado adyacente a la capa de separación. El elemento de filtro está así dispuesto por debajo de la capa de separación, de manera que se mantiene en la placa de embudo inferior que está conectada a la placa de recogida cuando la placa de filtración se separa y se transfiere. Preferiblemente, el elemento de filtro está dispuesto como una malla de metal redonda que se inserta en una parte superior ampliada del embudo de filtrado y está comprimida con la parte superior ampliada del correspondiente embudo de filtrado. Además, la malla de metal se invierte preferiblemente alrededor del embudo de filtrado en su sección de extremo lateral de manera que la malla metálica se encaja a presión con placa de embudo inferior.

30 **[0016]** Además, el dispositivo de filtración de múltiples pozos comprende preferiblemente una placa de embudo superior con canales de transición, donde la placa de filtración tiene orificios pasantes de extracción, con cada orificio pasante conectado con un pozo de recogida respectivo. El canal de puente respectivo se extiende a través del respectivo orificio pasante para la extracción en el pozo de recogida respectivo, de manera que la placa de embudo superior está conectada con la placa de la recogida a través de los canales de puente. Con este canal de puente, unos medios de extracción, por ejemplo, una aguja de extracción, se pueden llevar fácilmente al dispositivo de filtración de múltiples pozos para extraer el filtrado. Como el canal de puente correspondiente se extiende directamente en el respectivo canal de recogida, ningún medio de sellado adicional tiene que colocarse entre la placa de embudo superior y la placa de recogida.

35 **[0017]** En una realización preferida, el dispositivo de filtración de múltiples pozos también comprende una placa superior con embudos de aguja, y un tabique que se puede perforar con aberturas de tabique correspondientes. El tabique está dispuesto entre la placa superior y placa de embudo superior o la placa de filtración, respectivamente, de tal manera que los embudos de aguja están conectados a una cámara de filtración correspondiente y que las aberturas del tabique están dispuestas adyacentes a los embudos de aguja respectivos. En uso, medios de suministro, por ejemplo, una aguja de suministro, se pueden insertar a través de la abertura del tabique en la parte superior de la cámara de filtración. La suspensión puede llenarse en la cámara de filtración a un nivel de presión elevada conduciendo la suspensión a través del elemento de filtro al pozo de recogida. Para la creación de dicho nivel de presión elevada, los medios de suministro pueden estar provistos de medios de sobrepresión. Aunque están dispuestos a través de la abertura del tabique, los medios de suministro están estrechamente vinculados con el tabique.

- [0018]** Además, la placa superior puede comprender respectivos segundos embudos de aguja conectados a los canales de puente de la placa de embudo superior. En uso, los medios de extracción, por ejemplo, una aguja de extracción, se pueden insertar a través de una abertura del tabique adicional en el pozo de recogida respectivo, lo que permite que el filtrado se extraiga del pozo de recogida.
- 5 **[0019]** La placa superior puede tener una cavidad alrededor de cada embudo de aguja en la cara orientada hacia el tabique, y la placa de embudo superior o la placa de filtración, respectivamente, pueden tener un nervio correspondiente en el lado encarado con el tabique, de manera que al unirse, el tabique es presionado en la cavidad mediante el nervio. Es evidente para un experto en la materia que la disposición de la cavidad y el nervio puede ser también al revés, es decir, la placa superior con el nervio y la placa de embudo superior o la placa de filtración, respectivamente, con la
- 10 cavidad. Con esta disposición, es posible garantizar una conexión estanca entre el tabique y sus capas adyacentes en su región esencial, es decir, alrededor del embudo de aguja, de manera que es posible proporcionar una presión elevada en la cámara de filtración.
- [0020]** En una realización preferida, el dispositivo de filtración de múltiples pozos también comprende canales de igualación de presión para igualar la presión en cada pozo de recogida, de manera que el suministro de la suspensión en las cámaras de filtración no es obstruida por una presión creciente en los pozos de recogida. En caso de que el dispositivo de filtración de múltiples pozos tenga una placa de embudo superior con un canal de puente y un orificio pasante que está conectado a la cámara de filtración respectiva, el canal de igualación de presión se puede colocar fácilmente entre dicho canal de puente y dicho orificio pasante.
- 15 **[0021]** Preferiblemente, un fieltro de sellado está dispuesto entre dos placas adyacentes, teniendo dicho fieltro de sellado orificios que están situados correspondientes a aberturas adyacentes de las dos placas. Una de dichas dos placas tiene un nervio de sellado en el lado encarada al fieltro de sellado, que es capaz así de recibir el borde del orificio en la parte superior del nervio de sellado. Con esta disposición, se pueden usar fieltros de sellado planos garantizando un efecto de estanqueidad suficiente alrededor del orificio.
- 20 **[0022]** Un segundo aspecto de la invención trata de un sistema para el análisis de la fase sólida de una suspensión, que comprende el dispositivo de filtración de múltiples pozos descrito anteriormente. El sistema comprende además una serie de agujas de suministro para el suministro de la suspensión en la correspondiente serie de cámaras de filtración a un nivel de presión elevada y una serie correspondiente de agujas de extracción para extraer el filtrado de la correspondiente serie de pozos de recogida. Aún más, comprende un dispositivo de análisis dispuesto para el análisis de la fase sólida de la suspensión filtrada mediante el dispositivo de filtración de múltiples pozos a través de la capa de separación, mientras que la torta de filtro respectiva de la fase sólida de la suspensión está situada en las cámaras de
- 25 filtración respectivas de la placa de filtración del dispositivo de filtración de múltiples pozos. La capa de separación es transparente tal como se ha descrito anteriormente. Este sistema permite un procedimiento de análisis eficaz de la fase sólida de una suspensión que se filtra en un dispositivo de filtración de múltiples pozos.
- 30 **[0023]** Preferiblemente, cada aguja de suministro tiene una ranura longitudinal para realizar la igualación de la presión en el pozo de recogida respectivo, mientras que la aguja de suministro suministra la suspensión a la cámara de filtración correspondiente. Esta ranura se puede conectar a los medios de igualación de presión mediante el dispositivo de filtración de múltiples pozos, por ejemplo, un canal de igualación de presión, de tal manera que la presión en el pozo de recogida y la cámara de filtración puede igualarse fácilmente.
- 35 **[0024]** Un tercer aspecto de la invención trata de un procedimiento para el análisis de la fase sólida de una suspensión mediante un sistema de análisis descrito anteriormente. El procedimiento comprende las etapas de: suministrar la suspensión a las cámaras de filtración a un nivel de presión elevada a través de las respectivas agujas de suministro, impulsando así la suspensión a través del elemento de filtro en los pozos de recogida; eliminar la placa de filtración, junto con la capa de separación de la placa de recogida; transferir la placa de filtración con las tortas de filtración de la fase sólida de la suspensión contenida en las cámaras de filtración respectivas al dispositivo de análisis; y analizar la
- 40 fase sólida a través de la capa de separación transparente. Este procedimiento permite un análisis eficaz de la fase sólida de una suspensión que se filtra en un dispositivo de filtración de múltiples pozos.
- 45

Breve descripción de los dibujos

- [0025]** El dispositivo de filtración de múltiples pozos según la invención se describirá con más detalle a continuación mediante un ejemplo de realización y con referencia a los dibujos adjuntos, en los que:
- 50 **[0026]** La figura 1 muestra una vista superior de un dispositivo de filtración de múltiples pozos según la invención;
- [0027]** La figura 2 muestra una vista en sección transversal a lo largo de la línea A-A del dispositivo de filtración de múltiples pozos de la figura 1;
- [0028]** La figura 3 muestra una vista en despiece de la vista en sección transversal de la figura 2;
- 55 **[0029]** La figura 4 muestra una vista expandida de una parte de la de la sección transversal de la figura 2, donde una aguja de suministro penetra en un tabique;

[0030] La figura 5 muestra una elevación en forma de escalera de dos escalones para la recepción de un fieltro de sellado del dispositivo de filtración de múltiples pozos de la figura 1;

[0031] La figura 6 muestra una vista en perspectiva en despiece de una unidad de transferencia para el dispositivo de filtración de múltiples pozos de la figura 1;

5 **[0032]** La figura 7 muestra una vista superior de la unidad de transferencia de la figura 6; y

[0033] La figura 8 muestra una vista en despiece en sección transversal a lo largo de la línea A-A de la unidad de transferencia de la figura 7.

Modo(s) para la realización de la invención

10 **[0034]** En la siguiente descripción, ciertos términos se utilizan por razones de conveniencia y no deben interpretarse como una limitación. Los términos “derecha”, “izquierda”, “abajo” y “encima” se refieren a las direcciones en las figuras. La terminología comprende los términos mencionados explícitamente, así como sus derivaciones y términos con un significado similar.

15 **[0035]** La figura 1 muestra una vista superior de una placa superior 1 de un dispositivo de filtración de múltiples pozos según la presente invención. La placa superior 1 comprende 96 embudos de aguja de suministro 11 y 96 embudos de aguja de extracción 13. A modo de ejemplo, uno de los embudos de aguja de suministro 11 está equipado con una aguja de suministro 91 y uno de los embudos de aguja de extracción 13 está equipado con una aguja de extracción 92. En la figura 1, en el lado derecho y en el lado anterior de la placa superior 1, el lado superior de una placa de filtración 4 es visible. La placa de filtración 4 está dispuesta por debajo de la placa superior 1, tal como se muestra en la figura 2 y en la figura 3. La placa superior 1, los embudos de aguja de suministro 11 y los embudos de aguja de extracción 13 están dispuestos en una estructura compatible de microplaca estándar de 96 pozos.

20 **[0036]** En general, las estructuras estándar de microplacas compatibles permiten el uso del dispositivo de filtración de múltiples pozos en una infraestructura estandarizada. En particular, se pueden utilizar dispositivos de manejo de líquidos y de análisis estandarizados.

25 **[0037]** Lo siguiente se aplica al resto de esta descripción. Si, para aclarar los dibujos, una figura contiene signos de referencia que no se explican en la parte directamente asociada de la descripción, entonces se refiere a las partes previas de la descripción.

30 **[0038]** La figura 2 y la figura 3 muestran una vista en sección transversal o una en sección transversal en despiece, respectivamente, del dispositivo de filtración de múltiples pozos a lo largo de la línea A-A de la figura 1. Además de la placa superior 1 visible en la figura 1, el dispositivo de filtración de múltiples pozos comprende un tabique 2 situado entre una placa superior de embudo 3 y la placa superior 1. La placa superior de embudo 3 está seguida de arriba a abajo por: un primer fieltro de sellado 6; una placa de filtración 4; un segundo fieltro de sellado 6; una capa transparente de separación 5; un tercer fieltro de sellado 6; una placa de embudo inferior 7; un cuarto fieltro de sellado 6; y una placa de recogida 8.

35 **[0039]** La placa de embudo superior 3 tiene dispuestos alternativamente orificios pasantes de suministro 33 y canales de puente 31 que están interconectados mediante canales de igualación de presión 34. Cada orificio pasante de suministro 33 de la placa de embudo superior 3 está conectado a uno de los embudos de aguja de suministro 11 de la placa superior 1 a través de una abertura de tabique 21 del tabique 2. Por lo tanto, cada canal de puente 31 de la placa de embudo superior 3 está conectada a uno de los embudos de aguja para la extracción 13 de la placa superior 1 a través de una abertura de tabique 21 del tabique 2. Para proporcionar una conexión estanca entre la placa superior 1, el tabique 2 y la placa de embudo superior 3, la placa superior 1 tiene cavidades 12 alrededor de los embudos de aguja de suministro 11 y alrededor de los embudos de aguja de extracción 13 en su lado inferior y la placa de embudo superior 3 tiene nervios 32 alrededor de los orificios pasantes de suministro 33 y canales de puente 31 en su lado superior. Cuando está conectado, el tabique 2 se presiona en las cavidades 12 mediante los nervios 32.

40 **[0040]** La placa de filtración 4 tiene dispuestos alternativamente orificios pasantes de extracción 42 y cámaras de filtración 41, en donde cada cámara de filtración 41 está conectada a uno de los orificios pasantes de suministro 33 de la placa de embudo superior 3. Cada canal de puente 31 se extiende a través de uno de los orificios de extracción 42 de la placa de filtración 4 que sobresale por debajo de la placa de filtración 4.

45 **[0041]** La placa de filtración 4 está conectada a la capa de separación transparente 5, estando de nuevo conectada a la placa de embudo inferior 7, en donde un fieltro de sellado 6 está dispuesto entre la capa de separación transparente 5 y la placa de embudo inferior 7. La placa de embudo inferior 7 tiene dispuestos alternativamente orificios pasantes de extracción 72 y embudos de filtrado 71, en donde cada embudo de filtrado 71 está conectado a una de las cámaras de filtración 41. Cada canal de puente 31 de la placa de embudo superior 3 se extiende otra vez a través de uno de los orificios pasantes de extracción 72.

50 **[0042]** La parte superior de cada embudo de filtrado 71 está equipada con un elemento de filtro 73 que tiene pasajes de un cierto diámetro. En el área que está adyacente a los elementos de filtro 73, la capa de separación transparente 5

tiene orificios (que no se muestra en las figuras) que tienen un diámetro mayor que el diámetro de los pasajes de los elementos de filtro 73. Preferiblemente, cada uno de los elementos de filtro 73 está dispuesto como una malla de metal redondo que se inserta en una parte superior ampliada del correspondiente embudo de filtrado 71 y está comprimida con la parte superior ampliada del correspondiente embudo de filtrado 71. Además, cada malla metálica está preferible invertida alrededor del embudo de filtrado 71 en su sección de extremo lateral, de manera que la malla metálica está ajustada a presión con placa de embudo inferior 7. Preferiblemente, el tamaño de los poros del elemento de filtro es de aproximadamente 1 μm a aproximadamente 2 μm .

[0043] La placa de embudo inferior 7 está conectada a la placa de recogida 8, en donde un fieltro de sellado 6 está colocado entre las mismas. La placa de recogida 8 tiene pozos de recogida 81 con secciones transversales alargadas que tienen forma de rectángulos redondeados. Cada uno de dichos pozos de recogida 81 está conectado a un embudo de filtrado 71 de la placa de embudo inferior 7 y a un canal de puente 31 de la placa de embudo superior 3. Los fondos de los pozos de recogida 81 están ligeramente inclinados y bien redondeados, en donde cada pozo de recogida 81 tiene un punto más profundo 811 que se extiende esencialmente recto por debajo del canal de puente 31 que está conectado a dicho pozo de recogida 81.

[0044] En uso, una de las aberturas del tabique 21 que está conectada a una de las cámaras de filtración 41 es penetrada por una aguja de suministro 91, de tal manera que la aguja de suministro 91 se extiende en dicha cámara de filtración 41. Tal como puede apreciarse mejor en la figura 4, la aguja de suministro 91 tiene una porción afilada para alojar la abertura del tabique 21 del tabique 2. Otra vez en uso, la aguja de suministro 91 suministra una suspensión a la cámara de filtración 41, creando así una sobrepresión en el interior de la cámara de filtración 41 con el fin de impulsar la suspensión a través del elemento de filtro 73 al pozo de recogida 81. El exceso de presión puede proporcionarse mediante medios de presión de la aguja de suministro 91. En particular, cuando la suspensión comprende una solución como la fase líquida, dicha provisión de sobrepresión para la conducción de la filtración tiene la ventaja de que la formación de cristales en la suspensión es baja en comparación con la conducción de filtración mediante la creación de un vacío en el pozo de recogida 81. Por lo tanto, es posible obtener un filtrado con una alta concentración de soluto comparable sin interferir en las semillas.

[0045] Otra vez, para poder tener una alta concentración de soluto en la suspensión, las partes del dispositivo de filtración de múltiples pozos que posiblemente está en contacto con la suspensión se hace preferiblemente de un material aislante, de tal manera que el enfriamiento de la suspensión que se filtra a una temperatura elevada es lo más bajo posible.

[0046] Para evitar una presión elevada en el pozo de recogida 81, que puede obstruir el suministro de suspensión a la cámara de filtración 41, la aguja de suministro 91 tiene una ranura longitudinal que está conectada al canal de igualación de presión 92 correspondiente. Por lo tanto, la presión se puede igualar entre el pozo de recogida 81 y la presión del aire fuera del dispositivo de filtración de múltiples pozos.

[0047] El elemento de filtro 73 retiene los sólidos de la suspensión suministrada, que no son capaces de pasar los pasajes. De esta manera, una torta de filtro se crea en la parte superior de la capa de separación transparente 5. El diámetro de los orificios de la capa de separación transparente 5 es lo suficientemente grande como para no efectuar esencialmente la filtración y, al mismo tiempo, es lo suficientemente pequeño como para poder contener la torta de filtro.

[0048] Para extraer el filtrado del pozo de recogida 81, la abertura del tabique 21 que está conectada con el canal de puente 31 correspondiente es penetrada por una aguja de extracción 92, de tal manera que se extiende cerca del punto más profundo 811 del fondo del pozo de recogida 81. Como el fondo del pozo de recogida 81 está ligeramente inclinado y bien redondeado, el filtrado puede ser extraído de manera eficiente evitando un volumen muerto comparativamente grande de filtrado en el pozo de recogida 81.

[0049] Después de la filtración, la placa de filtración 4 se puede separar fácilmente de la placa de embudo inferior 7 mediante la capa de separación transparente 5. La torta de filtro que contiene cristales y otros sólidos a analizar se sigue manteniendo dentro de las cámaras de filtrado 41 mediante la capa de separación transparente 5. Sin ninguna etapa de preparación laboriosa la torta de filtración puede ser transferida a un dispositivo de análisis y se puede analizar a través de la capa de separación transparente 5 mediante un procedimiento de análisis apropiado, tal como difracción de polvo de rayos X o espectroscopia infrarroja y Raman.

[0050] La figura 5 muestra una elevación en forma de escalera de dos escalones para la recepción de un fieltro de sellado 6. Con el fin de proporcionar una conexión de sello entre dos aberturas adyacentes de dos capas, es decir, orificios pasantes, embudos y canales, utilizando fieltros de sellado planos comunes 6, el borde alrededor de una de las dos aberturas tiene preferentemente una elevación en forma de escalera de dos escalones. El fieltro de sellado 6 se levanta y se coloca en la parte superior de un nervio de sellado 74 tocando un nervio de guía 75. Por lo tanto, el fieltro de sellado 6 se levanta alrededor de la abertura y cuando las dos capas se conectan está comprimido en dicha área levantada.

[0051] En la figura 6, la figura 7 y la figura 8 se muestra una unidad de transferencia que comprende la placa de filtración 4 con los dos fieltros de sellado adyacentes 6 y la capa de separación 5. En la parte superior del fieltro de sellado superior 6, está dispuesta una capa de cierre 5A seguida de una placa superior 1A. Por consiguiente, una capa

de cierre 5B seguida de una placa inferior 1B están dispuestas por debajo de la capa de separación 5.

5 **[0052]** Después de la filtración, la capa de filtración 4, junto con los dos fieltros de sellado adyacentes 6 y la capa de separación 5 se pueden separar fácilmente del resto del dispositivo de filtración de múltiples pozos, tal como se describe anteriormente. La placa de filtración 4 entonces se puede cerrar, así como en su superficie superior como en su fondo mediante capas de cierre 5A y 5B seguidas de una placa superior 1A o una placa inferior, respectivamente. En este estado, la placa superior 1A puede estar firmemente conectada a la placa inferior 1B con el fin de formar una unidad de transferencia compacta. Para la conexión firme, la placa superior 1A está provista de orificios de tornillos 12A, la placa de filtración 4 está provista de orificios de tornillos 43 y la placa inferior 12B está provista de orificios de tornillos 12B, de manera que la placa superior 1A puede estar bien conectada con la placa de fondo 1B mediante tornillos que se extienden a través de dichos orificios de tornillos 12A, 43 y 12B.

10 **[0053]** La unidad de transferencia, que también comprende tortas de filtración dentro de las cámaras de filtración 41 de la placa de filtración 4, se puede mover, almacenar o transferir entonces con comodidad al dispositivo de análisis correspondiente. Preferiblemente, la placa superior 1A y la placa inferior 1B están provistas de orificios pasantes 11A y 11B que están dispuestos adyacentes a las cámaras de filtración 41, así como las capas de cierre 5A y 5B están hechas de un material transparente, de manera que las tortas de filtración pueden ser analizadas a través de los orificios 11A y 11B y las capas de cierre 5A y 5B mediante un procedimiento de análisis apropiado, tal como difracción de polvo de rayos X o espectroscopia infrarroja y Raman.

15 **[0054]** Son concebibles otras realizaciones alternativas del dispositivo de filtración de múltiples pozos según la invención. Se mencionan explícitamente en este contexto:

20 - Los pozos, embudos y orificios pasantes de las diferentes capas se pueden colocar en cualquier otra estructura adecuada, en particular en una estructura compatible de microplaca estándar de 384 ó 1536 pozos.

- La unidad de transferencia también puede estar formada por las capas de cierre descritas, la placa superior y la placa inferior, junto con otra placa de múltiples pozos apropiada que la placa de filtración entre las mismas.

25 - Para ser particularmente adecuada para el análisis de rayos X, la capa de separación se puede hacer de un fluoropolímero amorfo, en particular, de un fluoropolímero amorfo tal como es conocido por las personas expertas en la materia como el teflón AF.

REIVINDICACIONES

1. Dispositivo de filtración de múltiples pozos para filtrar una suspensión, que comprende una placa de filtración (4) con una serie de cámaras de filtración (41) y una placa de recogida (8) con un número correspondiente de pozos de recogida (81), en donde cada cámara de filtración (41) está conectada a un pozo de recogida correspondiente (81) y en el que un elemento de filtro (73) que tiene pasajes está dispuesto entre cada cámara de filtración (41) y el correspondiente pozo de recogida (81), **caracterizado por el hecho de que** una capa de separación (5) está dispuesta entre la placa de filtración (4) y el elemento de filtro (73), siendo dicha capa de separación (5) transparente y tiene orificios en un área que está en contacto con el elemento del filtro, teniendo dichos orificios un diámetro mayor que el diámetro de los pasajes del elemento de filtro y estando adaptado para ser capaz de detener una torta de filtración de una fase sólida de la suspensión dentro de cada cámara de filtración sin efectuar substancialmente la filtración.
2. Dispositivo de filtración de múltiples pozos según la reivindicación 1, en el que cada pozo de recogida (81) en una sección transversal axial tiene una forma alargada y en el que una porción más profunda (811) del pozo de recogida (81) está dispuesta en una región de extremo longitudinal del pozo de recogida.
3. Dispositivo de filtración de múltiples pozos según cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 2, que también comprende una placa de embudo inferior (7), que está dispuesta entre la placa de filtración (4) y la placa de recogida (8), en el que la placa de embudo inferior (7) tiene un número correspondiente de embudos de filtrado (71) que conectan cada cámara de filtración (41) con el correspondiente pozo de recogida (81), y en el que el elemento de filtro (73) está dispuesto en una parte superior de cada embudo de filtrado (71) adyacente a la capa de separación.
4. Dispositivo de filtración de múltiples pozos según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, que también comprende una placa de embudo superior (3) con canales de puente (31), en el que la placa de filtración (4) tiene orificios pasantes de extracción (42), con cada orificio pasante conectado con un pozo de recogida respectivo (81), y en el que el canal de puente respectivo (31) se extiende a través de un orificio pasante respectivo de extracción (42) en el pozo de recogida respectivo (81), de tal manera que la placa de embudo superior (3) está conectada con la placa de recogida (8) a través de los canales de puente (31).
5. Dispositivo de filtración de múltiples pozos según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, que también comprende una placa superior (1) con embudos de aguja (11, 13) y un tabique perforable (2) que tiene aberturas del tabique correspondientes (21), en el que el tabique (2) está dispuesto entre la placa superior (1) y la placa de embudo superior (3) o la placa de filtración, respectivamente, de manera que los embudos de aguja (11, 13) están conectados a una cámara de filtración correspondiente (41) y que las aberturas del tabique (21) están dispuestas adyacentes a los embudos de aguja (11, 13).
6. Dispositivo de filtración de múltiples pozos según la reivindicación 5, en el que la placa superior (1) tiene una cavidad (12) alrededor de cada embudo de aguja (11, 13) en el lado encarado al tabique (2) y en el que la placa de embudo superior (3) o la placa de filtración, respectivamente, tiene un nervio correspondiente (32) en el lado encarado con el tabique, de manera cuando se monta, el tabique (2) se presiona en la cavidad (12) mediante el nervio (32).
7. Dispositivo de filtración de múltiples pozos según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, que también comprende canales de igualación de presión (34) para igualar la presión en cada pozo de recogida (81).
8. Dispositivo de filtración de múltiples pozos según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que un fieltro de cierre (6) está dispuesto entre dos placas adyacentes, teniendo dicho fieltro de sellado (6) orificios que están situados correspondientes a las aberturas adyacentes de las dos placas, y una de dichas dos placas tiene un nervio de sellado (74) en el lado encarado al fieltro de cierre (6), siendo así capaz de recibir el borde del orificio en la parte superior del nervio de sellado (74).
9. Sistema para el análisis de la fase sólida de una suspensión, que comprende una serie de agujas de suministro (91) para el suministro de la suspensión en un número correspondiente de cámaras de filtración (41) en un nivel de presión elevado, un número correspondiente de agujas de extracción (92) para la extracción del filtrado de un número correspondiente de pozos de recogida (81),
- y un dispositivo de análisis para el análisis de una fase sólida de la suspensión filtrada mediante un dispositivo de filtración de múltiples pozos, **caracterizado por** un dispositivo de filtración de múltiples pozos según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, y porque la torta de filtro respectiva de la fase sólida de la suspensión es analizado mediante el dispositivo de análisis a través de la capa de separación (5), mientras que la torta de filtro respectiva está situada en la cámara de filtración respectiva (41) de la placa de filtración (4) del dispositivo de filtración de múltiples pozos.
10. Sistema según la reivindicación 9, en el que cada aguja de suministro (91) tiene una ranura longitudinal para realizar la igualación de la presión en el respectivo pozo de recogida, mientras la aguja de suministro (91) suministra de la suspensión en la cámara de filtración correspondiente (41).
11. Procedimiento para el análisis de la fase sólida de una suspensión filtrada, que comprende las etapas de:

suministrar una suspensión en una serie de cámaras de filtración (41),

conducir a la suspensión a través de un elemento de filtro (73) en un correspondiente número de pozos de recogida (81), y

analizar una fase sólida de la suspensión retenida por el elemento de filtro (73),

5 **caracterizado por**

utilizar un sistema según la reivindicación 8 o la reivindicación 9, en el que dicha suspensión se suministra a la cámara de filtración respectiva (41) de la placa de filtración (4) en un nivel de presión elevada mediante una aguja de suministro correspondiente (91),

10 después de la filtración retirar la placa de filtración (4) junto con la capa de separación (5) de la placa de recogida (8), transfiriendo la placa de filtración (4) con una torta de filtro de la fase sólida de la suspensión contenida en la cámara de filtración respectiva el dispositivo de análisis, y

analizar la respectiva torta de filtro a través de la capa de separación (5).

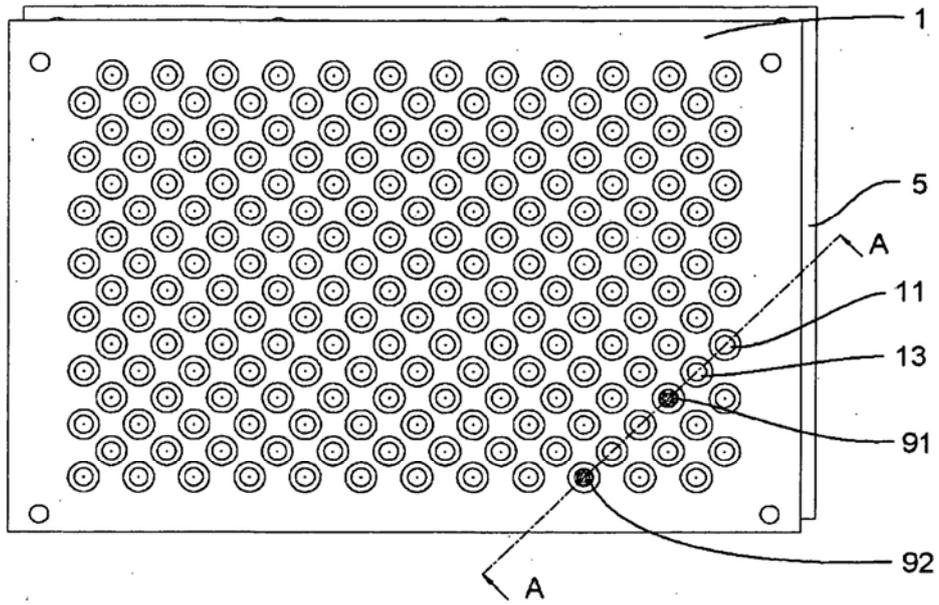


Fig. 1

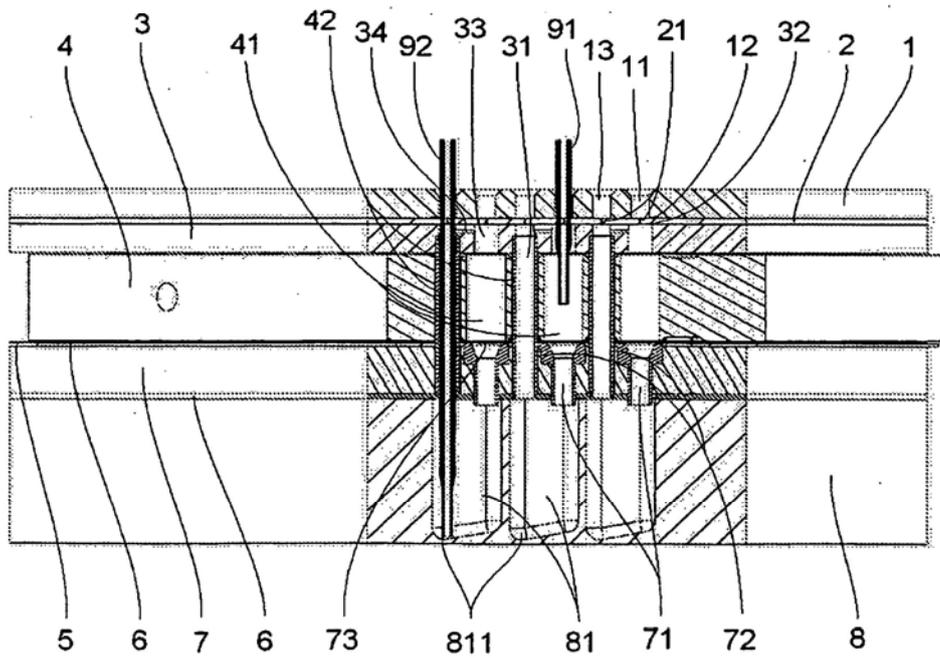


Fig. 2

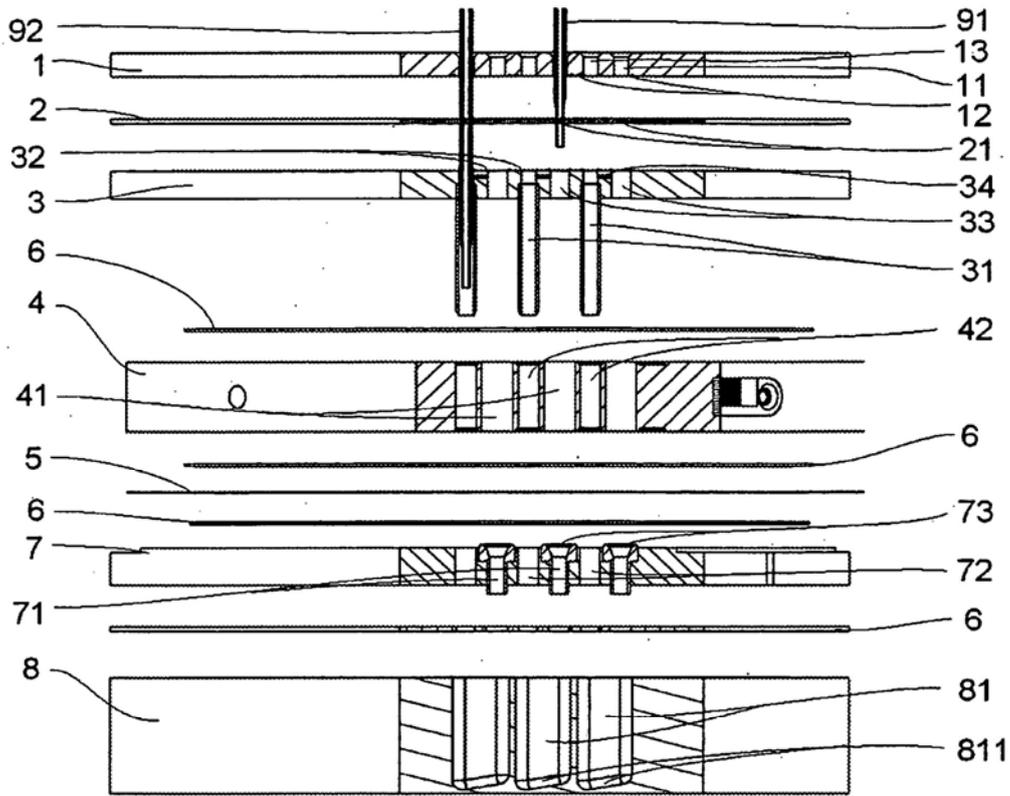


Fig. 3

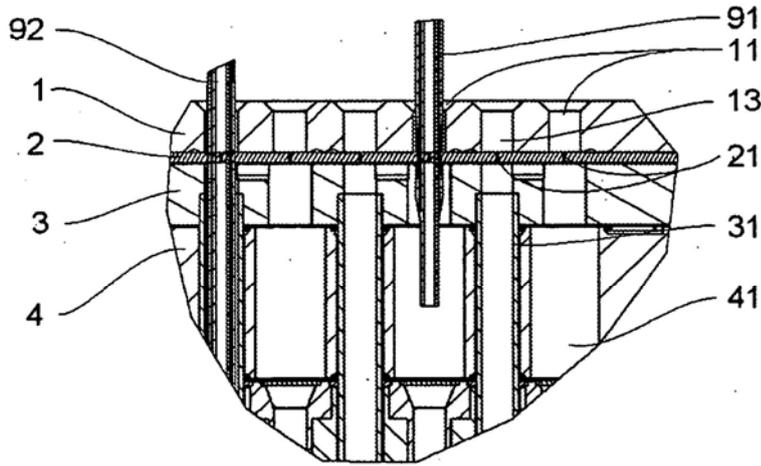


Fig. 4

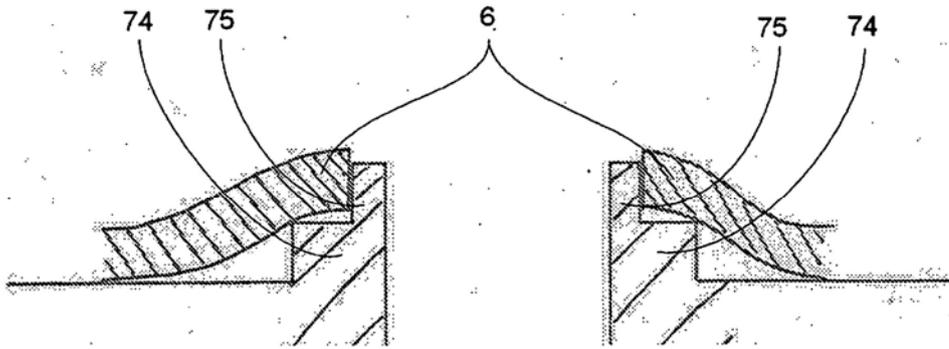


Fig. 5

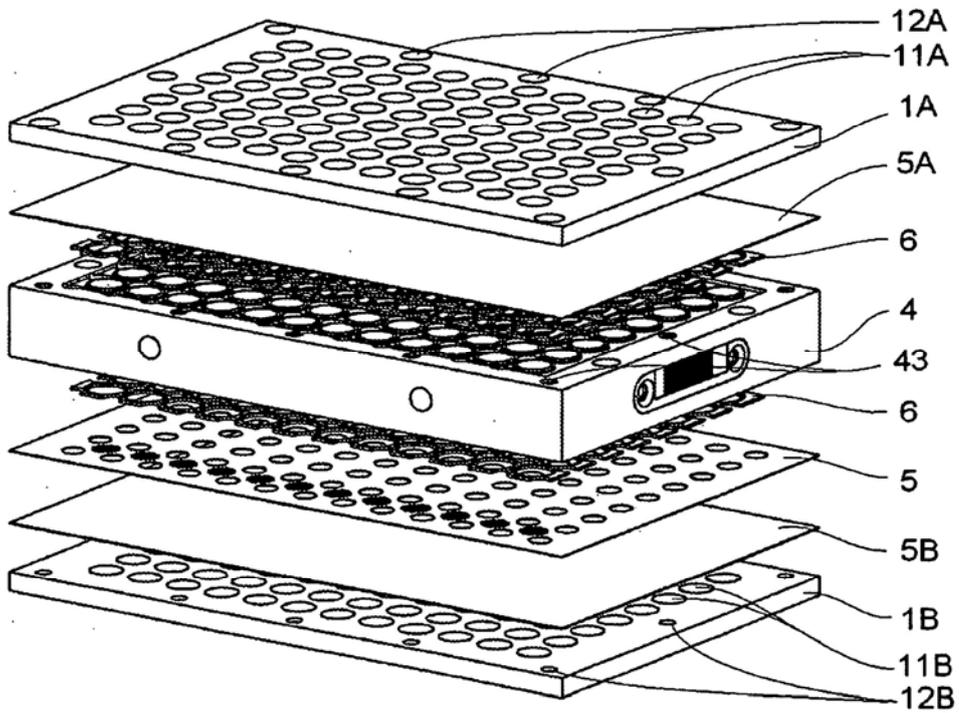


Fig. 6

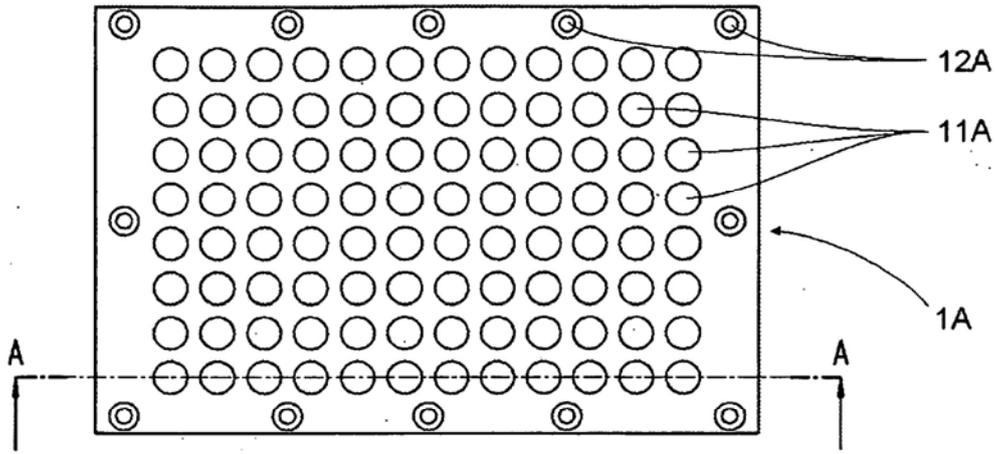


Fig. 7

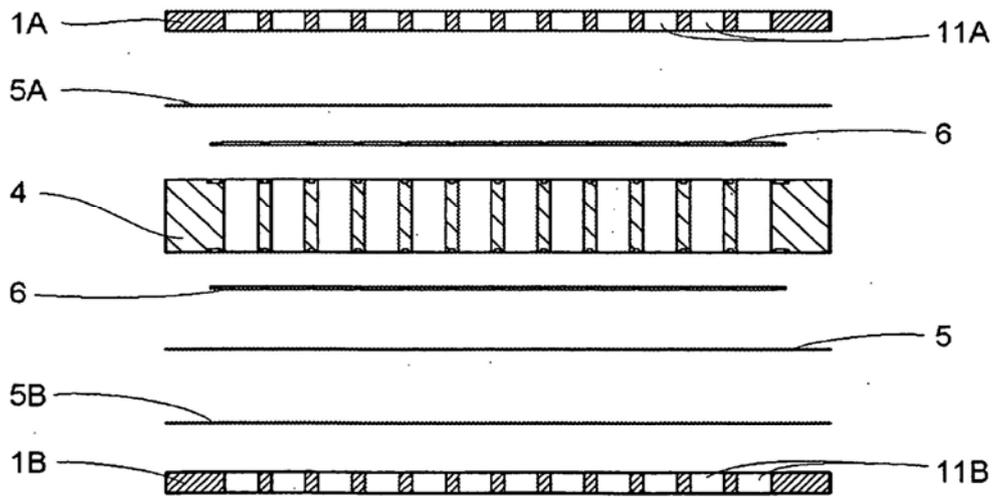


Fig. 8