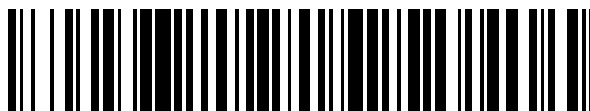


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 627 284**

51 Int. Cl.:

G01N 30/20 (2006.01)

B01L 3/02 (2006.01)

F16K 11/074 (2006.01)

G01N 35/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **24.01.2008 PCT/US2008/000897**

87 Fecha y número de publicación internacional: **07.08.2008 WO08094431**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.01.2008 E 08724750 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.05.2017 EP 2121188**

54 Título: **Válvula de inyección rotatoria para un sistema cromatográfico**

30 Prioridad:

26.01.2007 US 698368

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
27.07.2017

73 Titular/es:

**TELEDYNE INSTRUMENTS, INC. (100.0%)
1049 Camino Dos Rios
Thousand Oaks, CA 91360, US**

72 Inventor/es:

DAVISON, DALE, A.

74 Agente/Representante:

ELZABURU SLP, .

ES 2 627 284 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

Válvula de inyección rotatoria para un sistema cromatográfico

La presente invención se refiere a válvulas para inyección de muestras en cromatografía de líquidos.

5 Se conocen válvulas de inyección de muestras que tienen un estátor, un rotor y orificios, siendo el rotor movable en posición para conectar pares de orificios. Las válvulas de inyección de muestras de la técnica anterior tienen curvas o esquinas en pasos entre el orificio de entrada de muestra o un punto más arriba del orificio de entrada de muestra que está conectado a la fuente de muestra y el orificio de inyección, que está conectado a la entrada de la columna. Uno de dichos sistemas de inyección de muestras de la técnica anterior se describen en la patente de los Estados Unidos 3.999.439, presentada el 28 de diciembre de 1976. Dichas válvulas de inyección de muestras de la técnica anterior tienen el inconveniente de que, cuando se utilizan para algunas separaciones cromatográficas preparatorias, tales como, por ejemplo, separaciones de cromatografía flash, los conductos que transportan la muestra pueden quedar obstruidos debido a la gran cantidad de muestra que se utiliza.

10 El documento EP 1 536 228 A1 se refiere a un sistema para separar compuestos en una muestra dada, por lo que el sistema comprende una válvula de inyección de múltiples vías y un primer y un segundo bucle de muestra que están conectados entre los respectivos orificios de válvula de la válvula de inyección de múltiples vías. El sistema comprende una o más trayectorias de flujo de carga, siendo la válvula de inyección de múltiples vías accionable para acoplar el primer bucle de muestra y el segundo bucle de muestra por separado con, por lo menos, una de las trayectorias de flujo de carga. El sistema comprende una o más vías de flujo, siendo la válvula de inyección de múltiples vías accionable para acoplar el primer bucle de muestra y el segundo bucle de muestra por separado con una de las vías de flujo para la separación de muestras.

15 El documento DE 38 31 548 A1 describe un detector para detectar la presencia de una solución de muestra eléctricamente conductora en una válvula dosificadora de inyección de muestras mediante la detección eléctrica del borde delantero de la solución de muestra, en el que se minimiza la cantidad de solución de muestra que supera la cantidad medida necesaria para iniciar la detección. Una sonda conductora está situada en el cuerpo de la válvula justo por debajo del paso de dosificación de la muestra de la válvula, estando la sonda aislada eléctricamente del cuerpo de la válvula. La sonda y el cuerpo de la válvula forman electrodos que detectarán la llegada del borde delantero de una solución de muestra conductora que completa un circuito conductor entre los electrodos.

20 En consecuencia, un objeto de la invención es proporcionar una válvula de inyección de muestras de acuerdo con la reivindicación 1, en la que no existen curvas u obstrucciones entre una entrada de una válvula en la que recibe la muestra y una salida de la válvula que tienden a obstruirse cuando se utilizan grandes cantidades de muestra en cromatografía preparatoria.

Con este fin, una válvula de inyección de muestras incluye un rotor, un estátor, un accionador para mover el rotor de una posición a otra con respecto al estátor; y una serie de orificios de salida.

25 La válvula de inyección de muestras se caracteriza por que el rotor tiene un paso liso, rectilíneo, a través de su centro. Debido a esto, los orificios de salida que están separados 180 grados entre sí se comunican a través de dicho paso liso, rectilíneo, del rotor. El rotor también tiene una ranura de conexión con un primer extremo de ranura de conexión y un segundo extremo de ranura de conexión. Los extremos de las primera y segunda ranuras de conexión están situados para proporcionar una trayectoria a través de la ranura de conexión entre orificios de salida contiguos.

30 Para proporcionar las conexiones deseadas a través del rotor: (1) un primer orificio de salida comunica con el sistema disolvente; (2) un segundo orificio de salida comunica con la columna; (3) un tercer orificio de salida comunica con un extremo de salida de la fuente de muestra; y (4) un cuarto orificio de salida comunica con un extremo de entrada de la fuente de muestra. Los segundo y tercero orificios de salida están separados 180 grados entre sí, y los cuarto y tercero orificios de salida son contiguos entre sí. Con esta disposición, el disolvente y la muestra pueden fluir desde el sistema disolvente a través de la fuente de muestra hasta el tercer orificio de salida y, desde allí, hacia la columna a través del paso liso, rectilíneo, cuando el rotor está en una primera posición. El disolvente también puede fluir desde el sistema disolvente a través de la ranura de conexión hacia la fuente de muestra cuando el rotor está en una primera posición.

35 Ventajosamente, un quinto orificio de salida de la válvula está conectado a una fuente de gas de purga. Los cuarto y quinto orificios de salida están separados 180 grados entre sí, de manera que la fuente de la muestra y la tubería y pasos relacionados se pueden purgar cuando el rotor está en una segunda posición. El primer orificio de salida es contiguo al segundo orificio de salida, de manera que el disolvente del sistema disolvente fluye a través de la ranura de conexión a través de la columna cuando el rotor está en una segunda posición. Un sexto orificio de salida comunica con un lugar de desecho. El sexto orificio de salida está separado 180 grados de dicho primer orificio de salida, de manera que el disolvente puede fluir a través del tubo hasta el desecho para purgarlo cuando el rotor está en una tercera posición.

5 Como se puede comprender a partir de la descripción anterior, la válvula de inyección de la presente invención tiene varias ventajas tales como: (1) es de construcción simple y formada fácilmente de un material barato; (2) es de funcionamiento simple, moviendo un solo elemento de la válvula para conectar las combinaciones que permiten la purga y el preacondicionamiento con facilidad; y (3) permite la inyección de la muestra en un paso de flujo directo sin curvas u obstrucciones, para reducir el taponamiento de la muestra durante la cromatografía de líquidos preparatoria.

Los objetos antes mencionados y otros objetos de la invención se entenderán más completamente cuando se consideren en relación con los dibujos adjuntos, en los que:

10 la figura 1 es un diagrama en parte esquemático y en parte de bloques de un sistema de cromatografía de líquidos;

la figura 2 es un dibujo esquemático de una válvula utilizada en el sistema cromatográfico de la figura 1 en una posición de funcionamiento;

la figura 3 es un diagrama esquemático de una válvula de inyección de muestras útil en la realización de la figura 1 en otra posición de funcionamiento;

15 la figura 4 es una vista en alzado de una válvula de inyección de muestras de acuerdo con una realización de la invención;

la figura 5 es una vista inferior de la válvula de la figura 4;

la figura 6 es una vista en sección tomada a través de las líneas 6 - 6 de la figura 5;

20 la figura 7 es una vista en perspectiva en despiece ordenado de la válvula de la figura 4 desde un punto de vista;

la figura 8 es una vista en perspectiva en despiece ordenado de la válvula de la figura 1 desde otro punto de vista;

la figura 9 es una vista en perspectiva de un rotor utilizado en la válvula de la figura 7;

la figura 10 es una vista en alzado desde un ángulo de la válvula de la figura 9;

25 la figura 11 es una vista en alzado lateral de la válvula de la figura 9 desde otro ángulo;

la figura 12 es una vista en sección tomada a través de las líneas 12 - 12 de la figura 11;

la figura 13 es una vista en perspectiva del elemento de válvula de la figura 9 tomado desde otro punto de vista;

la figura 14 es una vista en perspectiva del estátor utilizado en la válvula de la figura 7;

30 la figura 15 es una vista desde arriba del estátor de la figura 14;

la figura 16 es una vista en sección del estátor de la figura 14 tomada a través de las líneas 16 - 16 de la figura 15;

la figura 17 es una vista en perspectiva del estátor de la figura 14 tomado desde otro punto de vista;

la figura 18 es una vista inferior del estátor de la figura 17; y

35 la figura 19 es un diagrama de flujo de un proceso para cromatografía de líquidos preparatoria.

En la figura 1, se muestra un diagrama en parte esquemático y en parte de bloques de un sistema de cromatografía 10 de líquidos utilizado para separaciones preparatorias, que incluye una válvula de inyección de muestras 12, un controlador y sistema disolvente 14, componentes de más abajo 16, un lugar de desecho 18 y una fuente de gas de purga 20. Los componentes de más abajo 16 son una columna, detector, lector, grabador y colector de fracciones. 40 Con esta disposición, la válvula de inyección de muestras 12 en la realización preferente está dimensionada para aplicaciones preparatorias, e incluye una fuente 24 para las muestras y una válvula 22 de seis orificios. La válvula 22 incluye un elemento de válvula 32 dentro de su alojamiento que tiene un paso liso, rectilíneo 46 y una ranura de conexión 48 de abertura contigua. En la realización preferente, el accionador 32 puede ser movido manualmente de una posición a otra e incluye seis orificios 26A-26F.

45 En la realización preferente, el paso liso 46 conecta orificios que están separados 180 grados entre sí para proporcionar un paso liso desde la salida de un cartucho de muestra, un cartucho de múltiples muestras u otra

fuelle de muestra, tal como, por ejemplo, una muestra que es inyectada por presión desde un cuerpo más grande de muestra en la columna o en un bucle de entrada para la columna y, a continuación, movida por el disolvente desde el controlador y el sistema disolvente 14 hasta la columna. En la presente memoria descriptiva, las palabras "paso liso" significan un paso que no presenta giros bruscos que podrían hacer que la muestra obstruya el inyector si el inyector recibiera una muestra de tamaño preparatorio. No debe haber esquinas ni arcos que tengan un ángulo de menos de 20 grados. Un paso liso a través de un elemento de válvula está entre un orificio en un lado del elemento de válvula a un orificio en el lado opuesto del elemento de válvula dentro de un margen de 170 grados y 190 grados desde el orificio opuesto y, preferiblemente, 180 grados desde el orificio opuesto. En la presente memoria descriptiva, la expresión "muestra de tamaño preparatorio" significa un tamaño de muestra utilizado para la cromatografía de líquidos preparatoria. La cantidad de muestra inyectada para un ensayo variará con el material a separar. En la presente memoria descriptiva, la cantidad de muestra está relacionada con el tamaño de la muestra necesaria y con el tamaño de la válvula de inyección de muestra disponible y útil para la separación.

En la figura2, se muestra un diagrama esquemático del sistema de cromatografía 10 con la válvula colocada para el preacondicionamiento de la columna del sistema de cromatografía 10 de líquidos. En esta posición, el orificio de entrada 26E recibe el disolvente del controlador y del sistema disolvente 14. El disolvente fluye a través de la ranura de conexión 48 de abertura contigua hacia el orificio 26D para preacondicionar la columna. En este momento, el paso liso 46 comunica entre los orificios 26F y 26C y no fluye ningún disolvente a través del mismo o a través del cartucho de muestra que conecta los orificios 26F y 26A.

En la figura3, se muestra un diagrama esquemático del sistema de cromatografía 10 con la válvula 22 en posición para una operación de purga. Durante el funcionamiento, el paso liso 46 comunica con los orificios 26E y 26B para lavar el tubo entre el suministro de disolvente y el residuo con disolvente, y la fuente de gas de purga 20 comunica a través de la ranura de conexión 48 de abertura contigua entre el orificio 26C y el orificio 26D para suministrar aire de purga a la columna dentro de los componentes de más abajo 16, incluyendo la columna, el detector, el lector, el grabador y el colector de fracciones.

Los seis orificios 26A-26F de la válvula 22 están conectados de manera que tres posiciones del rotor proporcionan las conexiones para: (1) inyección de muestra y una operación de cromatografía; (2) una operación de purga; y (3) preacondicionamiento de la columna. Con este fin, el orificio 26A está conectado a la salida de la fuente de muestra 24, el orificio 26B está conectado a la posición de desecho 18, el orificio 26C está conectado a la fuente de gas de purga 20, el orificio 26D está conectado a los componentes más abajo 16 para purgar la columna y el colector de fracciones, el orificio 26E está conectado al controlador y al sistema disolvente 14 y el orificio 26F está conectado a la entrada de la fuente de muestra 24. El elemento de válvula 32 incluye el paso liso 46 y una ranura de conexión 48 de abertura contigua que conecta las dos aberturas entre el extremo del paso liso 46.

En funcionamiento, se inserta una muestra de tamaño preparatorio o muestras de tamaño preparatorio en la fuente de muestra 24 y después de que el fluido ha fluido entre el controlador y el sistema disolvente 14 para acondicionar la columna, se inyecta una muestra en la columna de los componentes 16 de más abajo para la separación y recogida en el colector de fracciones. Cuando el elemento de válvula está en la primera de las tres posiciones (véase la figura 1), la fuente de disolvente está conectada a la columna a través del orificio 26E, al paso 48 de abertura contigua, al orificio 26F, a la entrada a la fuente de muestra 24, al orificio 26A, al paso liso 46 y al orificio 26D. Cuando la válvula se desplaza a la segunda posición, el paso liso 46 se mueve desde una posición entre los orificios 26A y 26D hasta una posición entre el orificio 26F y el orificio 26C, la conexión de abertura contigua 48 se mueve desde una ubicación que conecta el orificio 26F y el orificio 26E hasta una ubicación que conecta el orificio 26E y el orificio 26D. En la segunda posición (véase la figura 2), la fuente de disolvente está conectada a la columna para el preacondicionamiento a través del orificio 26E, al paso 48 de abertura contigua y al orificio 26D. En esta posición, la fuente de gas de purga 20 está conectada al orificio 26A, que está bloqueado por el elemento de válvula a través del orificio 26C, el paso liso 46, el orificio 26F y la fuente de muestra 24. En la tercera posición (véase la figura 3), la fuente de disolvente está conectada a los residuos a través del orificio 26E, del paso liso 46 y del orificio 26B. La fuente de gas de purga está conectada a la columna, al controlador y al sistema disolvente 14 a través del orificio 26C, al paso de abertura contigua y al orificio 26D.

En la figura 4, se muestra la vista en alzado frontal de la válvula 22 que tiene un eje 28 para el rotor 40 (representado ahora en la figura 4; mostrado en las figuras 6 a 9), un cuerpo o alojamiento de válvula 30, una tuerca de ajuste 34, y seis orificios de salida 26A-26F separados circunferencialmente (solo los orificios 26A, 26D, 26E y 26F se muestran en la figura 4). Con esta disposición, el eje 28 para el rotor 40 puede ser girado manual o automáticamente desde la posición para girar el accionador 32 (solo el eje 28 del rotor 40 se muestra en la figura 4) para inyectar una muestra y realizar la separación, realizar una operación de purga o una operación de preacondicionamiento. Las conexiones apropiadas se realizan cuando se va de posición en posición en la única operación de giro del eje 28 para el rotor 40.

En la figura 5, se muestra una vista inferior de la válvula de inyección de muestras 22 que muestra las aberturas de salida 26A-26F conformadas para recibir las conexiones apropiadas, que son generalmente tubos (para el

funcionamiento del sistema de cromatografía 10).

En la figura6, se muestra una vista en alzado y en sección tomada a través de las líneas 6-6 de la figura 5 que muestra el cuerpo de válvula 30, el accionador 32, la tuerca de ajuste 34, el rotor 40, un estátor 42 y un separador 44. Estas partes cooperan entre sí, de manera que cuando se hace girar el accionador 32, el rotor 40 gira para conectar dos orificios que están separados entre sí 180 grados y, al mismo tiempo, para conectar otros dos orificios que son contiguos entre sí.

Con este fin, el accionador 32 incluye el eje 28 del accionador, que se extiende en un extremo a través de la tuerca de ajuste 34 fuera del cuerpo de válvula 30 y, en el otro extremo, incluye un casquillo 36 que recibe un tapón 50 del rotor 40. El separador 44 tubular cilíndrico y la tuerca de ajuste 34 tubular soportan de forma giratoria el eje 28 del accionador a lo largo del centro del cuerpo 30 para girar el casquillo 36. El casquillo 36 incluye una parte aplanada que se acopla a una parte aplanada del tapón 50 para girar el rotor 40 junto con la rotación del eje 28 del accionador. Para apretar el accionador 32 a la tensión apropiada para la rotación, la tuerca de ajuste 34 incluye una cabeza hexagonal 38 y un taladro roscado externamente 56 dimensionado para acoplarse a la periferia exterior del separador 44 tubular cilíndrico y para acoplar roscas en el extremo superior del cuerpo de válvula 30, de modo que pueda ser apretado hacia abajo forzando el separador 44 contra el saliente del casquillo 36 del accionador.

El rotor 40 tiene una guía giratoria o pestaña 52 central anular con el tapón 50 en su extremo superior conformado para ser recibido dentro del casquillo 36 del accionador, y en su extremo inferior por debajo de la guía giratoria o pestaña 52 central anular se encuentra el cuerpo 54 de rotor cilíndrico que sirve como un elemento de válvula. El cuerpo 54 de rotor incluye el paso liso 46 y el paso 48 de abertura contigua (el paso 48 de abertura contigua no se muestra en la figura 6). Para sostener la pestaña 52 central anular, el estátor 42 cilíndrico descansa en la parte inferior del cuerpo de válvula 30 y se mantiene estacionario en el mismo, de modo que el rotor 40 gira dentro de su abertura cilíndrica.

En la figura7, se muestra una vista en perspectiva en despiece ordenado de la válvula 22 que muestra el cuerpo 30 de válvula, el estátor 42, el rotor 40, el accionador 32, el separador 44 y la tuerca de ajuste 34 en ese orden. En este sentido, se puede mostrar cómo se sitúa el rotor 40 para alinear su paso liso con orificios separados 180 grados para proporcionar una trayectoria de flujo en línea recta y, al mismo tiempo, conectarse a los orificios contiguos. Con esta disposición, se proporciona una válvula 22 simple, robusta, que está singularmente libre de taponamiento bajo la carga de una muestra pesada tal como en cromatografía de líquidos preparatoria. Está singularmente libre de bloqueo y obturación debido a que existe un paso liso, rectilíneo, desde la fuente de muestra 24 (véanse las figuras 1-3) hasta la salida de la válvula donde entrará en la columna de cromatografía.

En la figura 8, se muestra otra vista en perspectiva en despiece ordenado tomada desde el ángulo inverso para mostrar más claramente la manera en la que el tapón 50 del rotor 40 encaja en el casquillo 36 del accionador 32 y el rotor 40 coopera con el estátor 42 para alinear los orificios a través del estátor 42 a los orificios de salida del cuerpo de válvula 30. Tal como se muestra en las figuras 7 y 8, el estátor 42 incluye una serie de dichas aberturas 58A-58F (58E y 58F mostradas en las figuras 7 y 58A, 58E y 58F mostradas en la figura 8) que se alinean con los orificios 26A-26F (26A, 26B, 26E y 26F mostrados en las figuras 7 y 26A, 26E y 26F mostrados en la figura 8).

En la figura9, se muestra una vista en perspectiva del rotor 40 que tiene el cuerpo de rotor 54, la pestaña 52 central anular y el tapón 50. Tal como se muestra en esta vista, el cuerpo de válvula 54 incluye el paso liso 46 y el paso 48 de abertura contigua, que es una ranura capaz de formar un canal entre dos aberturas contiguas, y que está situada entre los extremos opuestos del paso liso 46 para que haya una separación de 90 grados en su punto central entre los extremos del pasaje liso 46. De esta manera, conecta los dos orificios contiguos que están entre los dos orificios extremos del paso liso 46, de manera que cuando el rotor 40 se mueve, las aberturas contiguas se conectan para proporcionar un paso para el disolvente dentro y fuera de la válvula 12 (véase la figura 6) y para el disolvente que lleva la muestra y los componentes de la muestra directamente a través del elemento de válvula 54 sin desviarse hacia la columna.

En la figura10, se muestra una vista frontal simplificada y en alzado del rotor 40 que ilustra mejor el paso liso 46 y el paso 48 de conexión de abertura contigua en lados opuestos de la pestaña 52 central. En el extremo superior, el tapón 50 se muestra con un extremo biselado 60 hacia arriba y un lado de corte plano 62. El extremo biselado 60 proporciona flexibilización y centrado, y el lado de corte plano 62 sujeta con seguridad la parte plana del casquillo del accionador 36 para hacer que el rotor 40 gire a medida que se gira el accionador 32.

Para ilustrar más completamente la estructura del rotor 40, la figura 11 es una vista en alzado lateral simplificada del rotor 40 que muestra el paso 48 de abertura contigua más claramente en la parte inferior del cuerpo de la válvula 54, la figura 12 es una vista en alzado tomada a través de las líneas 12-12 de la figura11, que muestra más claramente el paso liso 46 pasante y el lado plano cortado 62, y la figura13 es una vista en perspectiva del rotor 40 desde otro ángulo que muestra más claramente la parte recortada plana 62 que sujeta la parte plana correspondiente en el interior del casquillo 36 del accionador.En la figura 14, se muestra una vista en perspectiva del estátor 42 que tiene una pared superior 64 anular, una pared externa cilíndrica 66 y una pared 68 inferior anular para formar un cilindro

tubular con una abertura cilíndrica 70 adaptada para recibir el cuerpo de rotor 56 de manera giratoria dentro de su centro. Separados alrededor de su periferia exterior, existen unos taladros cilíndricos con aberturas que se extienden a través de la abertura cilíndrica 70 interior mostrada en 58A-58C en la la figura14 (la abertura 58D-58F no se muestra en la figura 14). Estas aberturas centrales se alinean con los orificios 26A-26F y se mantienen firmemente en posición con ellos (véase la figura 5). En el extremo inferior 68 en el borde en el que el extremo inferior 68 se une a la pared lateral 66, hay una serie de ranuras 76 separadas que se acoplan a los correspondientes retenes ascendentes en el fondo del cuerpo de la válvula 30 para impedir la rotación del estátor 42 con el rotor 40.

En la figura15, se muestra una vista desde arriba del estátor 42 que muestra los taladros cilíndricos con aberturas centrales 58A-58F, extendiéndose las aberturas centrales hasta la abertura cilíndrica 70 del estátor 42. En la figura16, se muestra una vista en sección del estátor 42 tomada a través de las líneas 16-16 de la la figura15, que muestra más claramente que las aberturas 58A y 58D se extienden hacia el interior de la abertura cilíndrica 70 desde la periferia curvada exterior. En la figura17, se muestra una vista en perspectiva del estátor 42 mirando desde el extremo opuesto para mostrar los taladros cilíndricos con aberturas centrales y las ranuras 76 que encajan en los retenes en la parte inferior del cuerpo de la válvula 30 para mantener el estátor estacionario. En la figura18, se muestra una vista inferior del rotor 40 que muestra la ubicación de las tres ranuras 76A-76C.

En la figura19, se muestra un diagrama de flujo de un proceso 80 para realizar cromatografía de líquidos preparatoria utilizando la válvula de inyección de muestras 12 de acuerdo con una realización de la invención que tiene la etapa 82 de colocar una muestra de tamaño preparatorio en la fuente de muestra. La fuente de muestra puede ser un único cartucho de muestra o múltiples cartuchos, o las muestras pueden ser extraídas de un cuerpo de muestra y bombeadas a un inyector de muestra. Todas estas técnicas son conocidas en la técnica y no son en sí mismas parte de la invención.

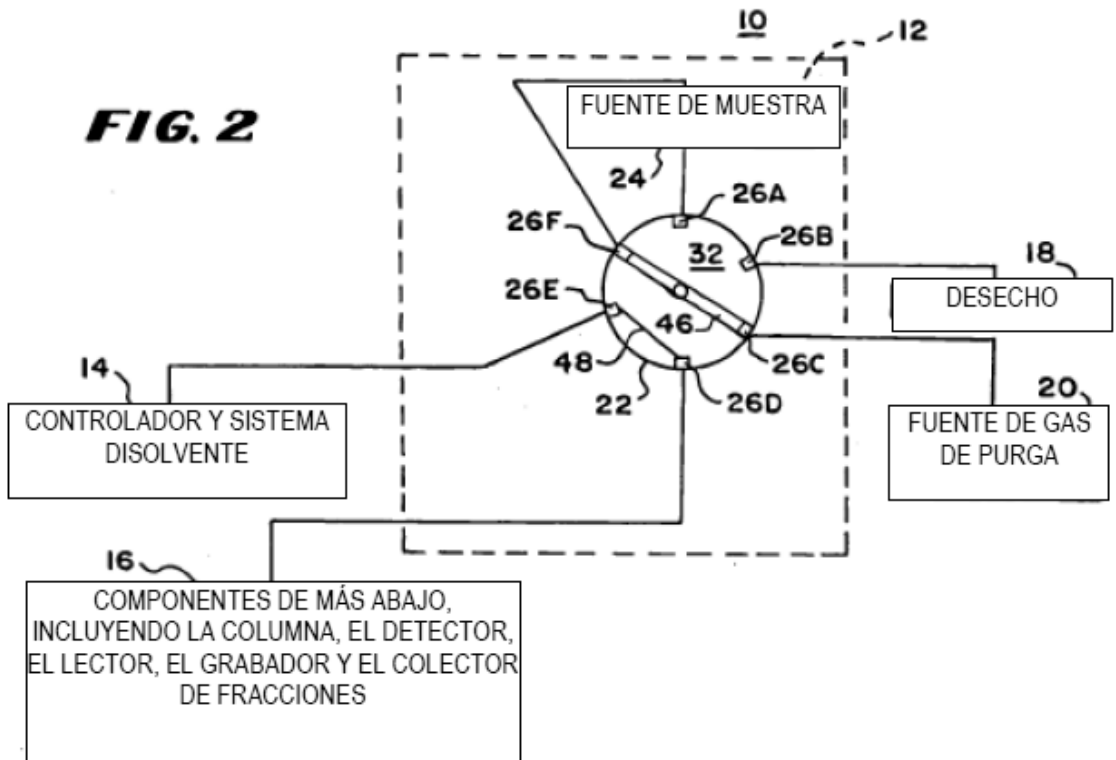
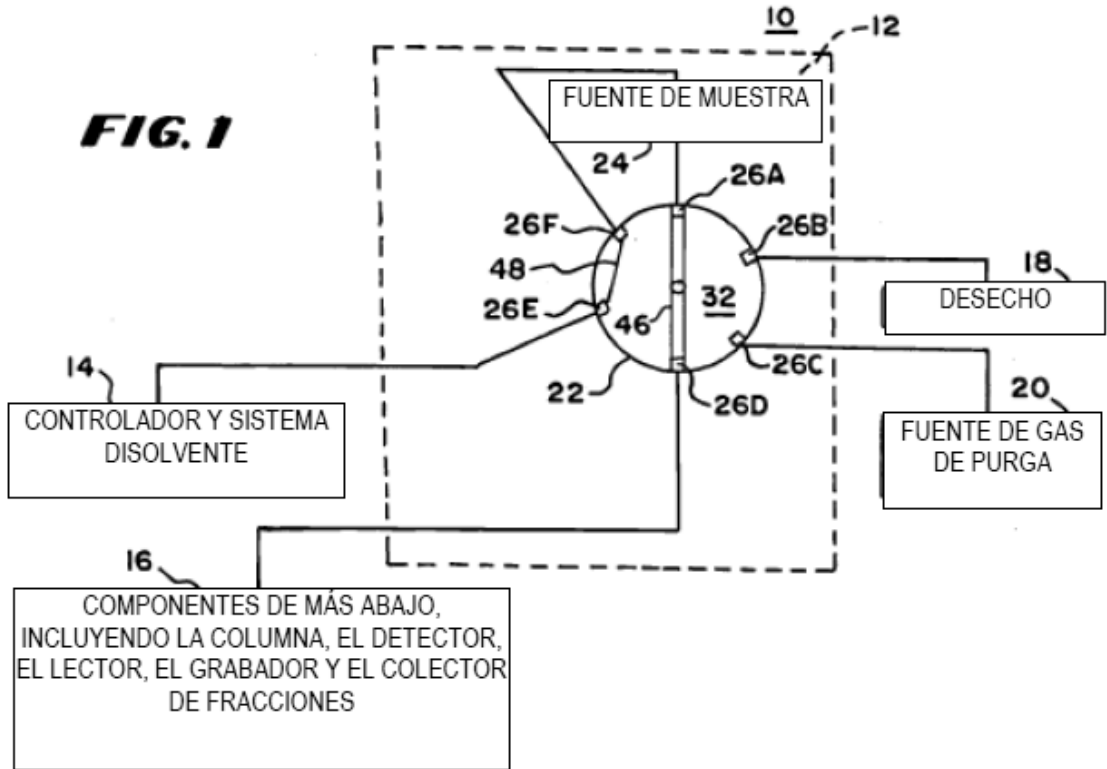
Cuando la muestra está en el cartucho, la columna de cromatografía se acondiciona tal como se muestra en la etapa 84, aplicando disolvente cromatográfico a la columna a través del primer orificio y el elemento de válvula a un segundo orificio de la válvula y desde el segundo orificio a la columna. Cuando la columna de cromatografía ha sido preconditionada, tal como estabilizándola en presión, se hace girar el elemento de válvula para desconectar el disolvente del elemento de válvula y conectar una salida de la fuente de muestra a una entrada de la columna de cromatografía a través de un tercer orificio, a través del elemento de válvula y desde un segundo orificio hasta la entrada de la columna, tal como se muestra en la etapa 86. El disolvente se bombea a continuación a través del cartucho para transportar la muestra a través del paso liso en el elemento de válvula e inyectar la muestra en la columna, tal como se muestra en la etapa 88. Una vez que la muestra está en la columna, se completa el recorrido cromatográfico y se hace girar el elemento para desconectar el disolvente de la fuente de muestra, conectarse al lugar de desecho 18 a través del paso liso 46 para lavar el tubo y conectar el gas purgado a través del cromatógrafo a través del elemento de válvula, tal como se muestra en la etapa 90.

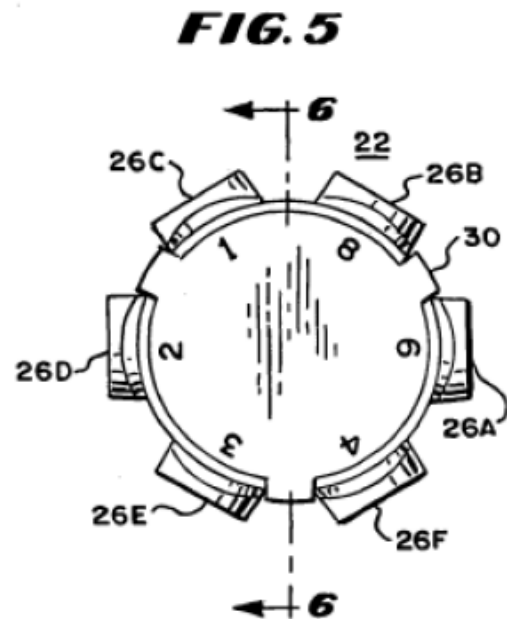
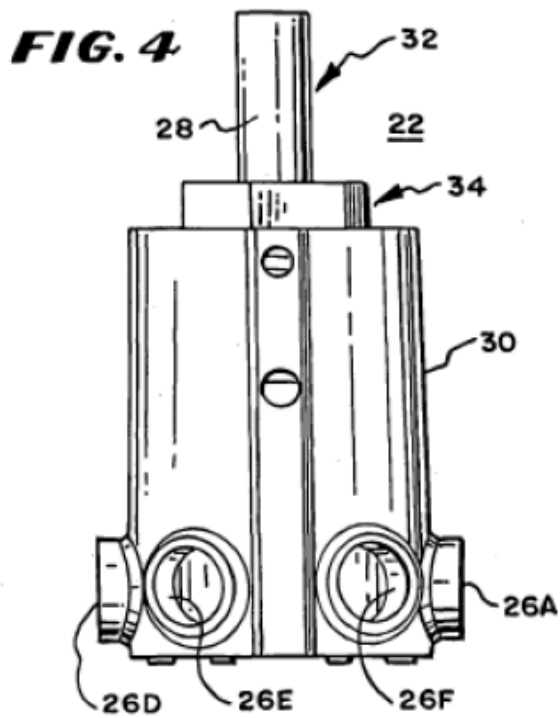
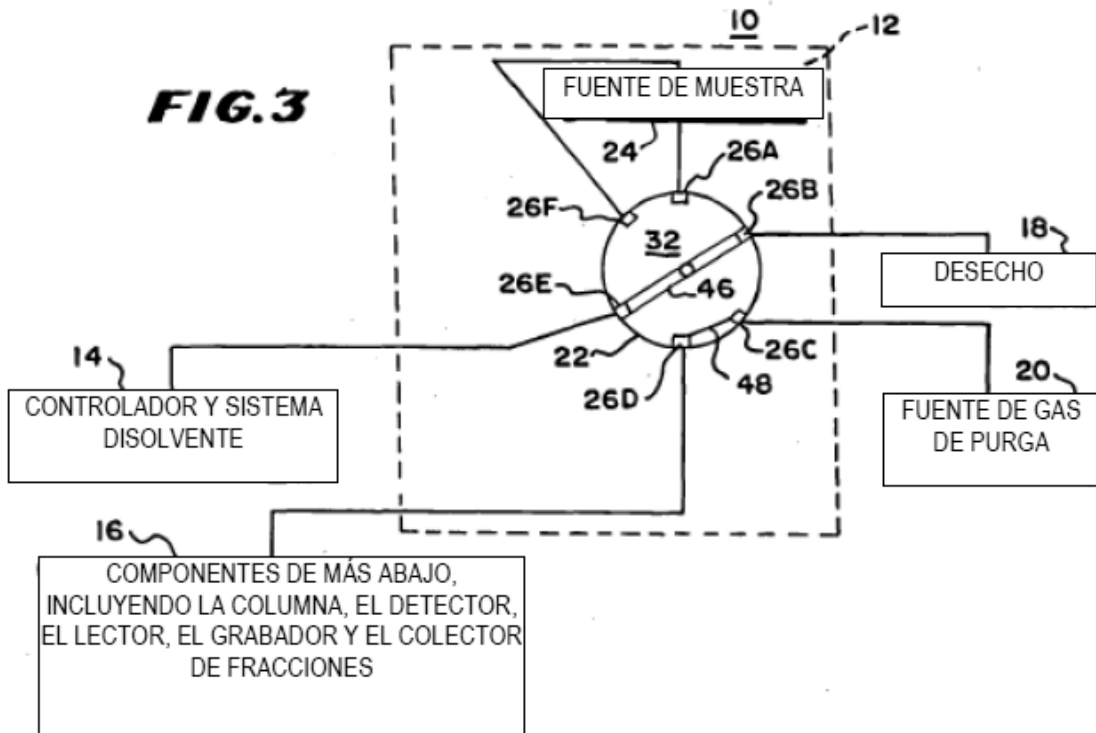
Como se puede comprender a partir de la descripción anterior, la válvula de inyección de la presente invención tiene varias ventajas tales como: (1) es de construcción simple y fácilmente formada de un material barato; (2) es de funcionamiento simple, moviendo un solo elemento de la válvula para conectar las combinaciones que permiten la purga, y el preconditionamiento con facilidad; y (3) permite la inyección de la muestra en un paso de flujo directo sin curvas u obstrucciones para reducir el taponamiento de la muestra durante la cromatografía de líquidos preparatoria.

Aunque la realización preferente de la invención ha sido descrita con gran detalle, debe entenderse que, dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas, la invención se puede poner en práctica de manera distinta de la descrita específicamente.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Una válvula de inyección de muestra (12) para una columna de cromatografía (16) que comprende al menos un rotor (40) y un estátor (42), un accionador (32) para mover el rotor (40) de posición en posición con respecto al estátor (42); y una serie de orificios de salida (26A-26F); caracterizado por que dicho rotor (40) tiene un paso liso, rectilíneo (46) a través de su centro, por lo que los orificios de salida (26A-26F) que están separados 180 grados entre sí están conectados a través de dicho paso liso, rectilíneo (46) del rotor (40), teniendo dicho rotor una ranura de conexión (48) con un primer extremo de ranura de conexión y un segundo extremo de ranura de conexión; estando situados dichos primer y segundo extremos de ranura de conexión para proporcionar una vía a través de dicha ranura de conexión (48) a través de orificios de salida contiguos, siendo adecuado un primer orificio de salida (26E) para comunicarse con un sistema disolvente (14), un segundo orificio de salida (26D) adecuado para comunicarse con la columna (16) y un tercer orificio de salida (26A) adecuado para comunicarse con un extremo de salida de una fuente de muestra (24), un cuarto orificio de salida (26F) adecuado para comunicarse con un extremo de entrada de dicha fuente de muestra (24), estando dichos segundo y tercer orificios (26D) y (26A) están separados 180 grados entre sí, y siendo dichos cuarto y tercer orificios de salida contiguos, en los que el disolvente y la muestra pueden fluir desde dicho sistema disolvente (14) a través de dicha fuente de muestra (24) hacia dicho tercer orificio de salida hacia dicha columna (16) a través de un flujo desde el sistema disolvente (14) a través de dicha ranura de conexión (48) hacia dicha fuente de muestra (24) cuando dicho rotor (40) está en una primera posición.
- 10
- 20 2. Una válvula de inyección de muestra de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizada por que un quinto orificio de salida (26C) se puede conectar a una fuente de gas de purga (20); estando dichos cuarto y quinto orificios de salida (26F y 26C) separados 180 grados entre sí, en la que la fuente de muestra (24) y la tubería y pasos relacionados pueden purgarse cuando dicho rotor (40) está en una segunda posición.
- 25 3. Una válvula de inyección de muestra de acuerdo con la reivindicación 2, caracterizada por que dicho primer orificio de salida (26E) es contiguo a dicho segundo orificio de salida (26D), en la que dicho disolvente procedente de dicho sistema disolvente (14) puede fluir a través de dicha ranura de conexión (48) a través de dicha columna (16) cuando dicho rotor (40) está en una segunda posición.
- 30 4. Una válvula de inyección de muestra de acuerdo con la reivindicación 3, caracterizada por que un sexto orificio de salida (26B) es adecuado para comunicarse con un lugar de desecho (18), estando dicho sexto orificio de salida (26B) separado 180 grados de dicho primer orificio de salida (26E), en la que dicho disolvente puede fluir a través del tubo hasta el lugar de desecho (18) para purgarlo cuando el rotor (40) está en una tercera posición.





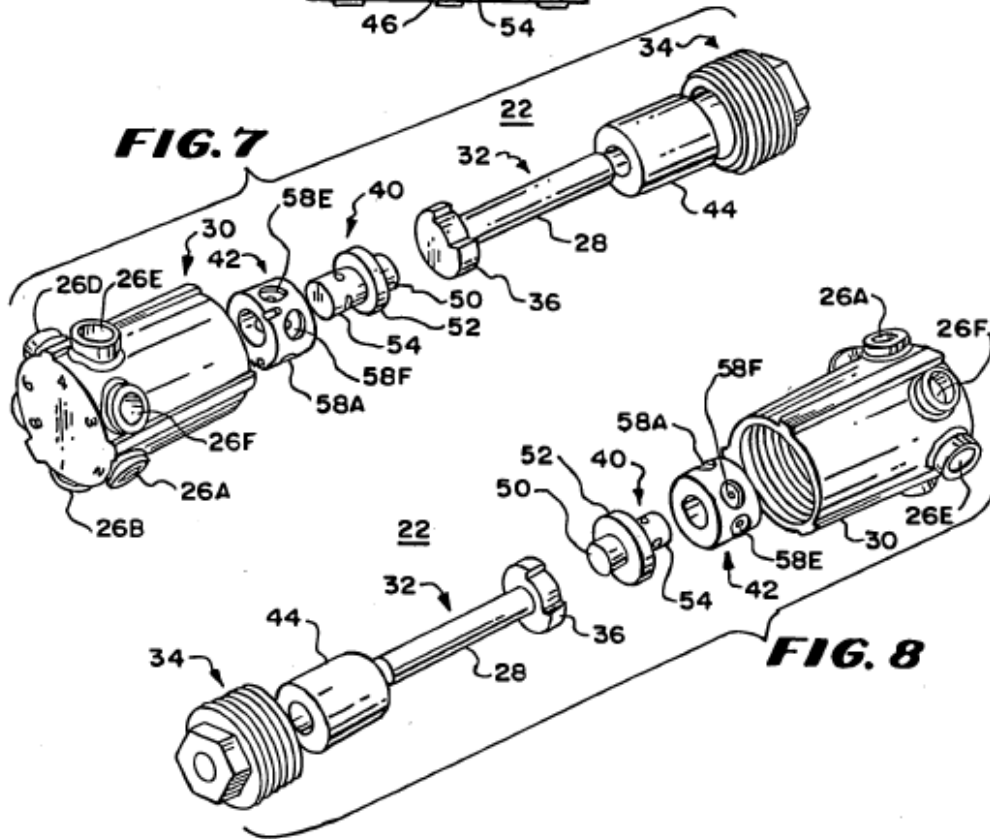
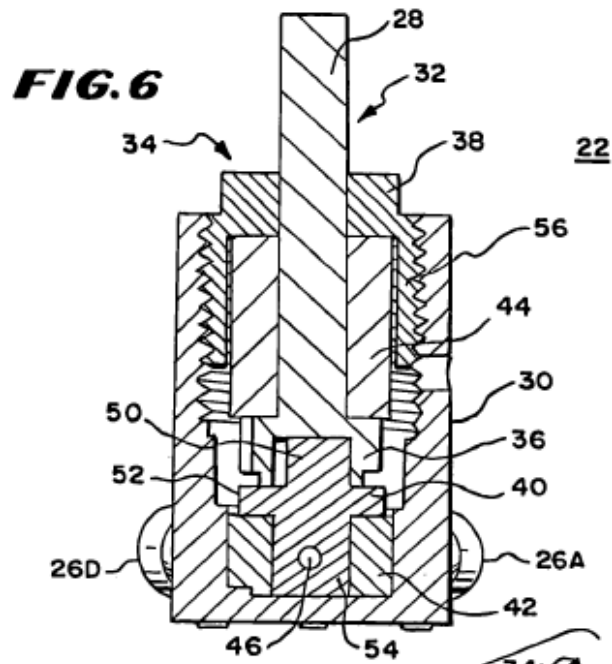


FIG. 9

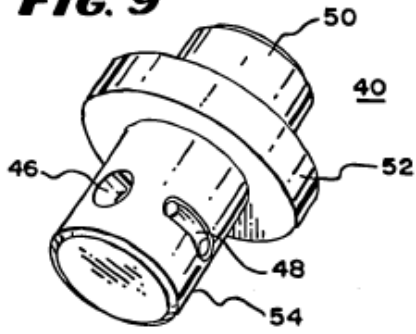


FIG. 10

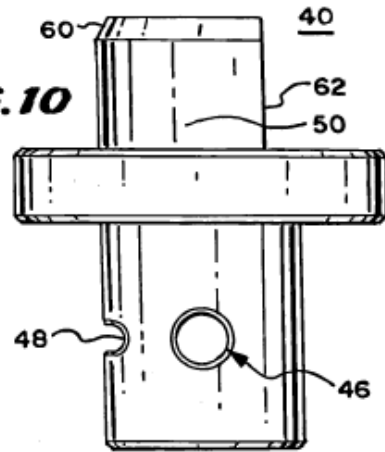


FIG. 11

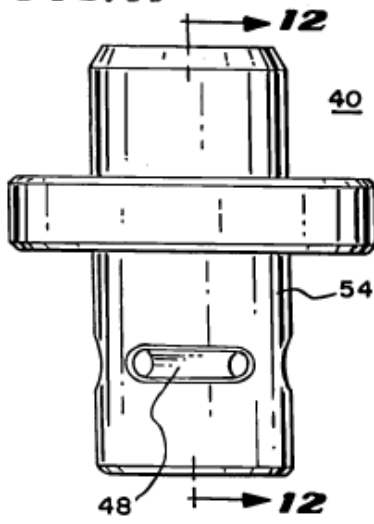


FIG. 12

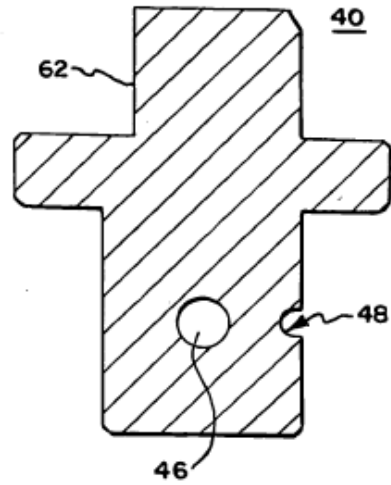


FIG. 13

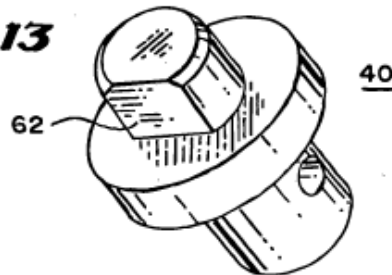


FIG. 14

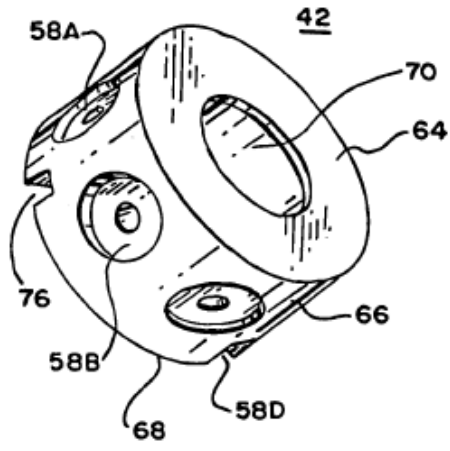


FIG. 15

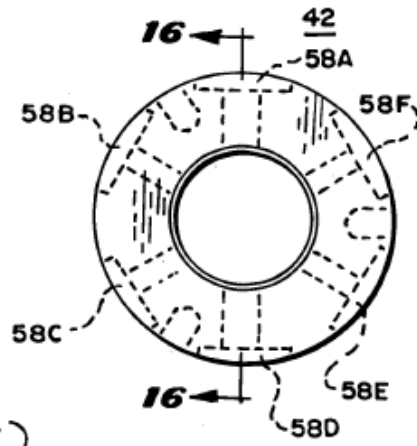


FIG. 16

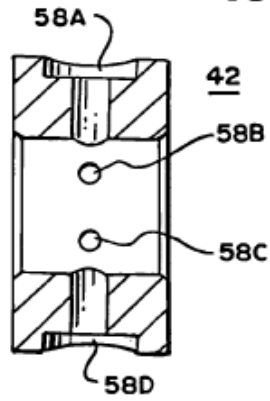


FIG. 17

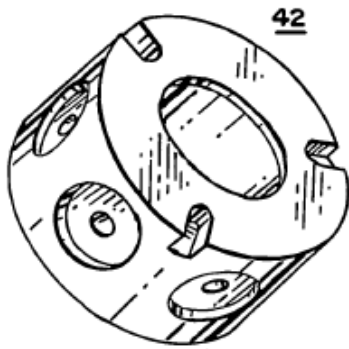


FIG. 18

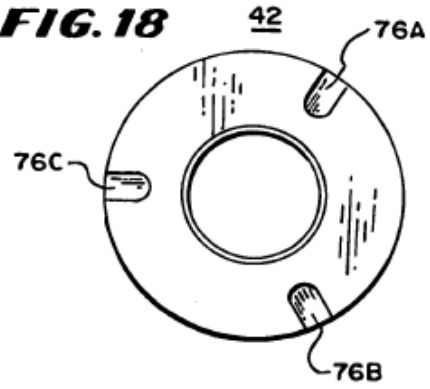


FIG. 19

