

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 628 614**

51 Int. Cl.:

G01N 30/30 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.08.2007 E 12177537 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.05.2017 EP 2541244**

54 Título: **Dispositivos para hacer circular aire en un sistema de cromatografía de gases**

30 Prioridad:

18.08.2006 US 822851 P
25.08.2006 US 823533 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
03.08.2017

73 Titular/es:

PERKINELMER, INC. (100.0%)
940 Winter Street
Waltham MA 02451, US

72 Inventor/es:

TIPLER, ANDREW;
BOTELHO, JAMES;
DALMIA, AVINASH;
RAFA, MICHAEL;
VANDERHOEF, JOHN;
SCHALLIS, PAUL;
GREEN, NEAL;
SCOTT, DAVID J.;
MCCAFFREY, JOHN;
ST. CYR, PAUL L.;
MCCORKLE, JOEL E. y
COPPOLA, GUISEPPE

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 628 614 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

Dispositivos para hacer circular aire en un sistema de cromatografía de gases

5 Campo tecnológico

Los ejemplos aquí descritos se refieren en general a métodos y sistemas para hacer circular aire. Más en concreto, algunos ejemplos aquí descritos se refieren en general a métodos y sistemas para hacer circular aire en un horno de un sistema de cromatografía.

10

Antecedentes

Los hornos de cromatografía de gases (GC) tienen que operar eficientemente en dos modos – calentamiento (durante el análisis) y enfriamiento (después de finalizar el análisis como preparación para el análisis siguiente). Un revestimiento de horno de pared doble y ventilador con envuelta mueven el aire de forma muy efectiva durante el enfriamiento (entrada y ventilación abiertas), pero no de forma tan efectiva durante el calentamiento (entrada y ventilación cerradas). US 2006/0008385 es un ejemplo de la técnica anterior que describe un módulo de horno con velocidad variable del ventilador en un aparato de cromatografía de gases.

15

20 Resumen

La invención reivindicada se refiere en general a un sistema de cromatografía de gases incluyendo un dispositivo de introducción de muestra; un horno que tiene un agujero de admisión de aire y un agujero de escape de aire, en el que al menos uno del agujero de admisión de aire y el agujero de escape de aire es ajustable entre una posición completamente abierta y una posición completamente cerrada durante una etapa de análisis del sistema de cromatografía de gases; un detector; un recorrido de flujo de fluido configurado para acoplar por fluido el dispositivo de introducción de muestra, y el detector; un ventilador acoplado por fluido a al menos uno del agujero de admisión de aire y el agujero de escape de aire; y un sensor de temperatura acoplado a un controlador, estando configurado el controlador para mover un primer motor para modular la velocidad del ventilador y para mover un segundo motor para modular el grado de abertura de uno del agujero de admisión de aire y el agujero de escape de aire. Toda la materia identificada a continuación como “invención”, “realización”, “aspecto”, etc, que sea más amplia que dicho sistema de cromatografía de gases no forma parte de la invención reivindicada y sirve como información acerca de la técnica anterior para una mejor comprensión de la invención.

25

30

Otros aspectos de la invención reivindicada se definen en las reivindicaciones dependientes a las que ahora se hará referencia.

35

Breve descripción de las figuras

Algunos aspectos y ejemplos se describen con más detalle más adelante con referencia a las figuras acompañantes en las que:

40

La figura 1 es un esquema de una columna de cromatografía, según algunos ejemplos.

La figura 2 es un cromatograma de gases que representa un efecto de árbol de Navidad, según algunos ejemplos.

45

La figura 3 es una versión procesada del cromatograma de gases de la figura 2, según algunos ejemplos.

La figura 4 es un cromatograma de gases que representa un efecto de árbol de Navidad extremo, según algunos ejemplos.

50

La figura 5 es una realización de un horno, según algunos ejemplos.

La figura 6 es otra realización de un horno, según algunos ejemplos.

55

Las figuras 7A-7C muestran varias vistas de una realización de un horno incluyendo un recorrido de recirculación configurado como una envuelta con al menos un agujero pasante, según algunos ejemplos.

Las figuras 8A-8B muestran realizaciones de una envuelta incluyendo una toma de admisión de aire, según algunos ejemplos.

60

La figura 8C representa una vista en perspectiva de un horno incluyendo una envuelta con una toma de admisión de aire en cada esquina de la envuelta, según algunos ejemplos.

Las figuras 9A-9F muestran varias formas de toma de admisión de aire, según algunos ejemplos.

65

- La figura 10 es una fotografía que muestra una vista superior de un agujero de admisión de aire de un horno, según algunos ejemplos.
- 5 La figura 11 es una fotografía que muestra una vista lateral de un agujero de escape de aire de un horno, según algunos ejemplos.
- La figura 12 es una fotografía que muestra un agujero de ventilación acoplado a un agujero de escape de aire de un horno, según algunos ejemplos.
- 10 La figura 13 es gráfico que representa el efecto de velocidad del ventilador en una base de detector, según algunos ejemplos.
- La figura 14 es un gráfico que representa el ruido vibracional generado por un ventilador a diferentes velocidades del ventilador, según algunos ejemplos.
- 15 La figura 15 es un esquema de un sistema de cromatografía de líquido, según algunos ejemplos.
- La figura 16 es un esquema de un sistema de cromatografía de fluido supercrítico, según algunos ejemplos.
- 20 La figura 17 es un esquema de un sistema de cromatografía de gases, según algunos ejemplos.
- La figura 18 es un esquema de un sistema de cromatografía de gases-espectrómetro de masas, según algunos ejemplos.
- 25 La figura 19 es un gráfico que representa una rampa de temperatura, según algunos ejemplos.
- La figura 20 es un esquema de un controlador acoplado a varios componentes de un horno, según algunos ejemplos.
- 30 La figura 21 es una fotografía que muestra una vista lateral de un horno que incluye un recorrido de recirculación configurado como una envuelta incluyendo una pluralidad de agujeros pasantes, según algunos ejemplos.
- Las figuras 22A-22C son cromatogramas de gases realizados con la envuelta de la figura 21 en posiciones diferentes, según algunos ejemplos.
- 35 La figura 23A es un cromatograma en tiempo real y la figura 23B es el cromatograma procesado de la figura 23A, según algunos ejemplos.
- La figura 24A es un cromatograma en tiempo real con una columna en la posición delantera y la figura 24B es el cromatograma procesado de la figura 24A, según algunos ejemplos.
- 40 La figura 25A es un cromatograma en tiempo real con una columna en la posición trasera y la figura 25B es el cromatograma procesado de la figura 25A, según algunos ejemplos.
- 45 La figura 26 es una fotografía que muestra una vista lateral de un recorrido de recirculación configurado como una envuelta de aire con una toma de admisión de aire en cada esquina, según algunos ejemplos.
- La figura 27 es una fotografía que muestra una vista lateral de un recorrido de recirculación configurado como una envuelta de aire con una toma de admisión de aire en cada esquina que ha sido instalada en un alojamiento de horno, según algunos ejemplos.
- 50 La figura 28 es una fotografía que muestra un conjunto de ventilador que ha sido instalado en un alojamiento de horno, según algunos ejemplos.
- 55 Y las figuras 29A y 29B son cromatogramas de gases que representan el rendimiento del horno cuando la columna está en una posición delantera y una posición trasera, respectivamente, y la figura 29C es un cromatograma de la misma muestra ejecutada en un horno típico, según algunos ejemplos.
- 60 Las personas con conocimientos ordinarios en la técnica reconocerán, obtenido el beneficio de esta descripción, que la referencia a los términos "parte superior", "lado", "parte inferior", "arriba" y "abajo" son a efectos ilustrativos solamente y no limitan los dispositivos aquí descritos a ninguna orientación, forma o estructura concretas. Además, algunas dimensiones o características en las figuras pueden haberse ampliado, distorsionado, alterado o representado de otro modo de manera no convencional para facilitar una mejor comprensión de la tecnología.
- 65 **Descripción detallada**

Algunas características, aspectos y ejemplos de la tecnología aquí descrita proporcionan ventajas significativas sobre los sistemas existentes incluyendo, aunque sin limitación, una mejor regulación de la temperatura, parámetros operativos más simples, menos entrada del usuario y análogos.

5 Las realizaciones de los hornos aquí descritos incluyen en general un alojamiento que contiene un elemento de calentamiento, un espacio para recibir un dispositivo cuya temperatura ha de ser controlada y uno o varios ventiladores. Dependiendo del diseño exacto del horno, el horno puede incluir además un recorrido de recirculación, un motor programable para modular la velocidad del ventilador y/o un motor para regular la posición de una admisión de aire y/o un escape de aire. Estos y otros componentes del horno se describen con más detalle más adelante.

10 Algunas realizaciones aquí descritas se refieren a un horno que está configurado para proporcionar una temperatura sustancialmente constante en un espacio en el horno. En algunas realizaciones aquí descritas, temperatura sustancialmente constante se refiere a una temperatura que varía no más de aproximadamente 2-3°C, por ejemplo, varía 1°C o menos. El espacio exacto en el horno donde la temperatura deberá ser sustancialmente constante puede variar dependiendo del uso previsto del horno. En aplicaciones de cromatografía, el espacio en el horno que tiene una temperatura sustancialmente constante puede ser al menos el espacio ocupado por una columna de cromatografía. En realizaciones no de cromatografía, por ejemplo, aplicaciones de cocción, deposición al vapor, procesamiento de semiconductores y análogos, el tamaño del espacio con la temperatura sustancialmente constante puede variar. En algunas realizaciones, todo el horno puede tener una temperatura sustancialmente constante.

20 Las personas con conocimientos ordinarios en la técnica reconocerán, obtenido el beneficio de esta descripción, que, aunque el espacio pueda tener una temperatura sustancialmente constante, la temperatura puede no ser sustancialmente constante en el tiempo. Por ejemplo, durante una ejecución de cromatografía de gases, puede ser deseable que la temperatura pase de una primera temperatura a una segunda temperatura. La temperatura del espacio en el horno ocupado por una columna de cromatografía es sustancialmente constante a la primera temperatura antes de la rampa. Después de la rampa, el espacio del horno ocupado por una columna de cromatografía tiene una temperatura sustancialmente constante que es aproximadamente la segunda temperatura. Aunque la temperatura puede cambiar periódicamente, preferiblemente el espacio ocupado por diferentes porciones de una columna de cromatografía está sustancialmente a la misma temperatura para evitar efectos aberrantes que pueden surgir de diferencias de temperatura en la columna. Estos efectos aberrantes y los dispositivos y los métodos para evitarlos se explican con más detalle más adelante. También puede ser deseable operar el sistema de cromatografía de gases a una o varias temperaturas durante una etapa de análisis, por ejemplo, una etapa donde se separan las especies en una muestra, y cambiar de nuevo la temperatura a una temperatura inicial durante una etapa de enfriamiento. Cuando el sistema pasa de una etapa de análisis a una etapa de enfriamiento, la temperatura del espacio ocupado por la columna también puede cambiar de tal manera que el espacio ocupado por la columna tenga una temperatura sustancialmente constante después de la etapa de enfriamiento y/o durante una etapa de análisis.

40 Según algunos ejemplos, se facilita un horno incluyendo un recorrido de recirculación. En algunos ejemplos, el horno puede ser usado en un sistema de cromatografía para proporcionar un control mejorado y más uniforme de la temperatura en particular en el espacio ocupado por una columna de cromatografía. En otros ejemplos, el horno puede ser usado en un entorno no de cromatografía para proporcionar un control mejorado y más uniforme de la temperatura. El horno puede ser usado para proporcionar una temperatura constante o puede ser usado para proporcionar una rampa de temperatura, como se explica mejor más adelante. En realizaciones donde el horno se usa en un sistema de cromatografía de gases, el horno puede ser especialmente útil para análisis de productos petroquímicos, alimentos, fragancias, análisis medioambientales, pruebas de materiales y otros análisis donde están presentes uno o varios analitos volátiles. Usos, ejemplos y dispositivos adicionales que usan realizaciones del horno se describen con más detalle más adelante.

50 Según algunos ejemplos, los hornos aquí descritos pueden usarse en un sistema de cromatografía de gases. La cromatografía de gases (GC) es una técnica con la que los componentes orgánicos volátiles de una muestra pueden separarse e identificarse. En algunos ejemplos puede usarse una temperatura de horno fija, mientras que en otros ejemplos la temperatura del horno puede estar en rampa de tal manera que diferentes componentes en la muestra se vaporicen en tiempos y a temperaturas diferentes. Por ejemplo, una muestra puede ser inyectada y la temperatura del horno puede incrementarse en un rango de temperatura que abarca los puntos de ebullición de los componentes en la muestra. Cuando los componentes son vaporizados, estos componentes son transportados a través de una columna de cromatografía. Los componentes eluyen de la columna en tiempos diferentes dependiendo, al menos en parte, de la composición química exacta de los componentes en la muestra y el material seleccionado como el medio cromatográfico. Cuando los componentes eluyen de la columna, pueden ser detectados usando un detector adecuado tal como, por ejemplo, los detectores ilustrativos aquí explicados. En algunos casos, esta detección puede ser enviada a una pantalla o dispositivo de impresión y se representa en general como un "pico" representativo de elución del componente.

65 En algunos ejemplos, un horno convencional puede proporcionar calentamiento inconsistente en varias regiones de una columna de cromatografía. Por ejemplo y con referencia a la figura 1, se representa una columna de cromatografía 100 que tiene una entrada 110 y una salida 120. En una configuración típica usada en cromatografía

de gases, la columna 100 está enrollada en forma generalmente circular para proporcionar mayor longitud reduciendo al mismo tiempo la cantidad de espacio ocupado por la columna. La temperatura de una columna de cromatografía, cuando está colocada en un horno convencional, puede ser diferente en diferentes regiones. Este resultado puede inducir los gradientes de concentración dentro de la columna que dan lugar a forma pobre de pico. Por ejemplo, cuando un componente de una muestra entra en la columna 100, la temperatura no uniforme de la columna puede hacer que el componente atraviese diferentes regiones de la columna a diferentes velocidades. En la región 125 de la columna 100, el componente se mueve a una velocidad más alta en comparación con la velocidad en la región 130 debido a que la temperatura en la región 125 es más alta que la temperatura en la región 130. Igualmente, la velocidad en la región 135 es más alta que la velocidad en la región 130 debido a la temperatura más alta en la región 135 en comparación con la temperatura en la región 130. Esta velocidad no constante del componente a través de la columna puede hacer que los picos se estiren y compriman, lo que proporciona una forma pobre de pico que hace más difícil cuantificar exactamente qué cantidad de cada componente está presente en una muestra. Este efecto puede ser peor con columnas de película fina con picos sobrecargados y con una rampa de temperatura lenta

En algunos ejemplos, un resultado de esta temperatura diferencial en la columna de cromatografía tiene el aspecto de un efecto de árbol de Navidad. Una ilustración de este efecto de árbol de Navidad se representa en la figura 2. El cromatograma representado en la figura 2 se obtuvo inyectando una solución a 5% p/v de cera de parafina en tolueno a un cromatógrafo de gas típico que tenía una columna de fenil/dimetilpolisiloxano de 15 m x 0,250 mm x 0,1 μm . La tasa de flujo de gas helio portador era 1,0 ml/min. La temperatura inicial era 220°C durante 1 minuto, y luego la temperatura pasó a 280°C a 2,5°C/min. Cuando el hidrocarburo (C29) entraba en el cromatógrafo de gas, la temperatura diferencial en la columna producía un ensanchamiento del pico 210 y proporcionaba un pico que tenía hombros. Esta forma pobre de pico puede hacer difícil cuantificar exactamente la concentración de la especie presente, que se mide típicamente como la zona debajo de la curva. Por ejemplo y con referencia a la figura 3, en el procesado automatizado del pico 210, el software del sistema de análisis puede identificar de forma inexacta el pico 210 como una mezcla de varios picos o puede identificar incorrectamente uno de los hombros como el pico máximo primario. Estos errores pueden dar lugar a identificación inexacta de la cantidad o porcentaje de un componente presente en la muestra. En casos extremos, una sola especie eluida de la columna puede ser identificada por el software de análisis como una pluralidad de picos. Un ejemplo de esto se representa en la figura 4. Un solo componente ha sido eluido de una columna de cromatografía de gases y tiene una forma de árbol de Navidad. Durante el análisis, el software del sistema de análisis identifica el único pico como seis picos diferentes 410, 420, 430, 440, 450 y 460. Este resultado aberrante puede hacer difícil la cuantificación de este componente.

En algunos ejemplos, las realizaciones del horno aquí descrito se pueden construir y disponer para proporcionar una temperatura sustancialmente constante a una columna de cromatografía. Aunque la temperatura del horno puede ser o no constante, por ejemplo, el horno puede operar a una sola temperatura o la temperatura puede pasar de una primera temperatura a una segunda temperatura o más, la temperatura de sustancialmente todas las regiones de la columna de cromatografía puede ser aproximadamente la misma temperatura. Como se explica mejor más adelante, tales temperaturas uniformes pueden proporcionarse mediante el uso de unos dispositivos y métodos para hacer circular aire en el horno para reducir la probabilidad de que haya puntos calientes y fríos en o cerca de la columna de cromatografía.

Según algunos ejemplos, en la figura 5 se representa un ejemplo de un horno construido y dispuesto para proporcionar una temperatura sustancialmente constante a una columna de cromatografía. El horno 500 incluye en general un alojamiento que tiene una parte superior 515, una parte inferior 520 y lados 525 y 530. El horno 500 incluye un agujero de admisión de aire 540, que puede tomar la forma de un orificio o una puerta, y un agujero de escape de aire 550, que también puede tomar la forma de un orificio o puerta. Tanto el agujero de admisión de aire 540 como el agujero de escape de aire 550 se representan en una posición abierta en la figura 5 para aspirar aire o para expulsar aire del horno. El horno 500 también puede incluir un ventilador 560 que es operado por un motor de ventilador 565. Durante la operación del horno, puede aspirarse aire al horno 500 a través del agujero de admisión de aire 540, como indican las flechas 580 y 582, encendiendo el ventilador 560. El aire también puede ser expulsado del horno 500 a través del agujero de escape de aire 550 como indica la flecha 590.

En algunos ejemplos, el horno puede incluir un solo agujero de admisión de aire y un solo agujero de escape, mientras que en otros ejemplos puede haber dos o más agujeros de admisión de aire y/o dos o más agujeros de escape de aire. La posición exacta del agujero de admisión de aire y el agujero de escape de aire puede variar, y en algunos ejemplos, la admisión de aire puede estar colocada en una superficie superior del horno y el agujero de escape de aire puede estar colocado en una superficie inferior del horno. Puede haber un recorrido de flujo de fluido operativo para acoplar el agujero de admisión de aire y el agujero de escape de aire en el horno de tal manera que se aspire aire ambiente o refrigerante al horno a través del agujero de admisión de aire, reciba calor del horno, y sea expulsado como aire caliente por el agujero de escape de aire. Uno o más orificios, conductos o canales pueden estar acoplados por fluido al agujero de admisión de aire y/o el agujero de escape de aire para introducir y sacar aire del horno.

En algunos ejemplos, el horno propiamente dicho se puede construir y disponer de modo que el horno pueda ventilarse rápidamente para reducir la temperatura del horno a la temperatura ambiente (o alguna otra temperatura

deseada). Un ejemplo de un horno de pared doble se representa en la figura 6. El horno de pared doble 600 incluye un agujero de escape de aire 610 en una superficie inferior del horno 600. El aire calentado puede ser expulsado del horno abriendo el agujero de escape de aire 610. Aire ambiente puede ser aspirado al horno abriendo una puerta de admisión de aire 615, que permite que entre aire refrigerante al horno como indican las flechas 620 y 630. Un ventilador 635, movido por un motor 640, puede encenderse para contribuir a aspirar aire al horno para enfriarlo. El agujero de admisión de aire está montado típicamente detrás y concéntrico con el ventilador 635 para aspirar aire al horno. Cuando entra aire al horno, puede pasar entre una pared interior 645 y una pared exterior 650 en el horno 600. La pared interior rodea un soporte de estructura de calor 652 que está configurado para recibir un elemento de calentamiento. La pared interior también rodea típicamente la columna de cromatografía y puede incluir uno o varios orificios para el acoplamiento de la columna a un detector y/o un dispositivo de introducción de muestra. La pared exterior 650 puede ser efectiva para reducir la pérdida de calor durante el calentamiento del horno, que puede mejorar la tasa de calentamiento y puede reducir las temperaturas no uniformes en la columna. Esta configuración de horno de pared doble permite que el aire refrigerante pase por encima de una mayor cantidad de área superficial calentada de la cámara interior alejando calor del horno de forma rápida. El espacio exacto entre la pared interior 645 y la pared exterior 650 puede variar, y en algunos ejemplos, hay un intervalo de aire de aproximadamente 0,5 a 1,5 pulgadas, más en concreto de aproximadamente 0,75 a 1,25 pulgadas, por ejemplo, de aproximadamente 0,75 a aproximadamente 1 pulgada del espacio entre la pared interior y pared exterior. Las personas con conocimientos ordinarios en la técnica reconocerán, obtenido el beneficio de esta descripción, que el espacio entre las paredes interior y exterior puede tomar otros tamaños dependiendo, al menos en parte, del tamaño general del horno.

En algunos ejemplos, la posición del agujero de admisión de aire y del agujero de escape de aire puede ser controlada enviando una señal adecuada desde un controlador. Cada uno del agujero de admisión de aire y el agujero de escape de aire puede estar acoplado a un motor de tal manera que el agujero se pueda abrir o cerrar, al menos en cierta medida. El motor puede ser accionado en respuesta a una señal de cierre de los agujeros de admisión de aire y escape durante un análisis y de apertura de los agujeros de admisión de aire y escape durante el enfriamiento. Los motores ilustrativos incluyen un motor paso a paso, un motor piezoeléctrico, un motor CC con escobillas, un motor CC sin escobillas, un motor CA, un motor CA asíncrono, o un motor CC de servoaccionamiento con realimentación de sensor una posición de motor o de puerta real. También se puede usar otros dispositivos de control de posición. En los ejemplos donde se usa un motor CC o CA, puede ser deseable incluir un resolvidor o codificador para proporcionar realimentación de posición.

según algunos ejemplos, durante la operación del horno, el agujero o agujeros de admisión de aire y el agujero o agujeros de escape de aire pueden estar cerrados para evitar que entre aire al horno. El ventilador puede ser usado para hacer circular aire a través del horno para reducir los gradientes de temperatura en la columna de cromatografía. En algunos ejemplos, como se explica con más detalle más adelante, el horno puede estar configurado con un recorrido de recirculación para hacer circular aire y además reduce la probabilidad de que surjan gradientes de temperatura en la columna. En otros ejemplos, la velocidad del ventilador puede ser modulada, durante el análisis, durante el enfriamiento o ambos, para aumentar más la eficiencia operativa general del horno. En algunos ejemplos, hay un recorrido de recirculación y la velocidad del ventilador puede modularse. Realizaciones adicionales que usan un recorrido de recirculación y/o modulación de velocidad del ventilador se describen más adelante, y otras realizaciones adecuadas serán fácilmente seleccionadas por las personas con conocimientos ordinarios en la técnica, obtenido el beneficio de esta descripción. Las realizaciones que incluyen un recorrido de recirculación, un ventilador cuya velocidad es modulada, o ambos pueden permitir el enfriamiento del horno desde aproximadamente 350°C a aproximadamente 50°C en aproximadamente un minuto, o desde aproximadamente 450°C a aproximadamente 30°C en cuatro minutos o menos. En algunas realizaciones, este enfriamiento rápido puede proporcionar una disminución de 50-75% del tiempo requerido para enfriar el horno a una temperatura de inicio de 30°C o menos en comparación con los hornos existentes usados en cromatografía de gases, por ejemplo, hornos cuyas velocidades de ventilador no son moduladas.

Según algunos ejemplos, los hornos aquí descritos pueden incluir un recorrido de recirculación. Un recorrido de recirculación proporciona una mayor mezcla de aire hacia abajo y hacia arriba del ventilador de tal manera que pueda haber una temperatura más uniforme en el horno, por ejemplo, el recorrido de recirculación proporciona más flujo de aire alrededor de las paletas de ventilador, mezcla de aire en ambos lados de las paletas de ventilador, o ambos, mejorando la circulación de aire en el horno. En algunos ejemplos, el recorrido de recirculación puede incluir uno o más agujeros pasantes en una envuelta para conectar la entrada de aire y el escape de aire para mejorar la circulación de aire. En otros ejemplos, el recorrido de recirculación puede incluir una o más tomas de admisión de aire construidas y dispuestas para facilitar el paso de aire al ventilador. En algunos ejemplos, el recorrido de recirculación puede incluir una envuelta con uno o más agujeros pasantes en combinación con una o más tomas de admisión de aire. Otras configuraciones son posibles y serán reconocidas por las personas con conocimientos ordinarios en la técnica, obtenido el beneficio de esta descripción.

En algunos ejemplos, se facilita una envuelta incluyendo uno o más agujeros pasantes que se han construido y dispuesto para proporcionar mezcla de aire dentro del horno para reducir la probabilidad de gradientes de temperatura. Un ejemplo de un recorrido de recirculación se representa en las figuras 7A-7C. Con referencia a la figura 7A se muestra una vista en perspectiva de un horno. El horno 700 incluye en general un alojamiento 710, que se representa como sustancialmente cuadrado aunque otras formas son posibles. Un recorrido de recirculación 720

5 en una envuelta incluye una pluralidad de agujeros pasantes, tal como, los agujeros 722 y 724 representados en la vista superior de la figura 7B. La envuelta 720 está configurada para insertarse en la parte delantera del horno 700 para realizar intercambio de aire entre la entrada de aire y el escape de aire. En algunos ejemplos, la forma y el perfil de la envuelta no altera sustancialmente el diámetro interior del horno, según se ve a través de la vista posterior del horno 700 representado en la figura 7C. Al no alterar el diámetro interior del horno, las columnas, inyectores, detectores y análogos existentes pueden ser usados sin modificación. Además, algunas realizaciones de la envuelta no alteran sustancialmente las dimensiones generales del horno.

10 En realizaciones donde se usa una envuelta incluyendo agujeros pasantes para proporcionar un recorrido de recirculación, el número exacto y la forma de los agujeros pasantes en la envuelta pueden variar. En algunos ejemplos, los agujeros pueden tener una forma circular, rectangular, elíptica, trapezoidal, hexagonal, octogonal, triangular y análogos. Los agujeros pueden tomar cualquier forma que permita la recirculación de aire. El número exacto de agujeros pasantes puede variar y, en algunos ejemplos, el número de agujeros pasantes es uno, dos o más, por ejemplo, cuatro o más. En algunos ejemplos, los agujeros pasantes pueden estar espaciados uniformemente alrededor de la circunferencia de la envuelta, mientras que, en otros ejemplos, los agujeros pasantes pueden estar agrupados en una superficie, por ejemplo, una superficie superior, de la envuelta. En algunos ejemplos, los agujeros pueden hacerse en la envuelta por taladrado, maquinado, corte o quitando de otro modo una cantidad deseada y forma de material de la envuelta para proporcionar una o más aberturas en la envuelta. En algunos ejemplos, la envuelta puede estar dimensionada y dispuesta para inserción y mantenimiento en una parte delantera de un horno para realizar la circulación de aire, por ejemplo, la envuelta puede montarse por rozamiento, con remaches, soldarse o sujetarse integrando un sujetador, tal como una lengüeta, en la envuelta para montar la envuelta en el horno. Otras realizaciones de una envuelta incluyendo uno o más agujeros pasantes para proporcionar mayor circulación de aire serán reconocidas por las personas con conocimientos ordinarios en la técnica, obtenido el beneficio de esta descripción.

25 Según algunos ejemplos, una vista superior de un recorrido de recirculación que está configurado como una toma de admisión de aire se representa en la figura 8A. La toma de admisión de aire 810 está integrada en una esquina de la envuelta 800. La envuelta tiene un cuerpo generalmente circular, y la toma de admisión de aire 810 es integral con la envuelta 800, aunque puede fabricarse por separado y acoplarse a la envuelta 800 mediante un sujetador o adhesivo adecuado. Un ventilador (no representado) puede montarse dentro de la envuelta y puede estar dimensionado y dispuesto de modo que pueda girar libremente dentro de la envuelta 800 sin chocar con las superficies de la envuelta 800. En algunos ejemplos, puede usarse el ventilador de tamaño más grande que pueda operar sin chocar con las superficies de la envuelta para proporcionar mayor circulación de aire. Seleccionando dicho ventilador grande, la entrada de aire detrás de las paletas de ventilador puede limitarse debido al espacio reducido entre las paletas de ventilador y la envuelta. La toma de admisión de aire 810 representada en la figura 8 toma la forma de un saliente de forma trapezoidal que se extiende radialmente a partir de la envuelta 800. La toma de admisión de aire 810 se puede construir y disponer para permitir la entrada de aire a la parte trasera de paletas de ventilador (no representadas) para aumentar la circulación del aire por el ventilador. Sin usar una toma de admisión de aire, un ventilador grande puede funcionar de forma más parecida a una pala y proporcionar pobre circulación de aire, lo que puede crear temperaturas no uniformes en el horno.

40 En algunos ejemplos, el número exacto de tomas de admisión de aire incluidas en la envuelta puede variar y en algunos ejemplos se puede incluir una, dos, tres, cuatro o más tomas de admisión de aire. Por ejemplo y con referencia a la figura 8B, se muestra una fotografía que muestra una vista en perspectiva de una envuelta 820 que incluye cuatro tomas de admisión de aire 822, 824, 826 y 828. Las tomas de admisión de aire 822-826 pueden colocarse en las esquinas de la envuelta 820 de manera generalmente simétrica alrededor de un eje central de la envuelta 820. En algunos ejemplos, sin embargo, las tomas de admisión de aire pueden colocarse asimétricamente en la envuelta. Como se representa en la figura 8B, las tomas de admisión de aire pueden incluir una superficie generalmente plana, tal como la superficie 830, que puede asistir a crear turbulencia para mejorar la circulación de aire dentro del horno. En algunos ejemplos, se puede disponer uno o más agujeros pasantes en las superficies planas o en la envuelta para aumentar la circulación de aire aún más.

50 En algunos ejemplos, las tomas de admisión de aire pueden ser un dispositivo de múltiples componentes que se mantenga en posición en el horno. Un ejemplo de esto se representa en la figura 8C. La toma de admisión de aire incluye tres componentes diferentes 852, 853 y 854 que acoplan con una envuelta circular 850 para proporcionar una transición desde la envuelta circular a un revestimiento de horno rectangular. El horno incluye un alojamiento 860, que se representa en la figura 8C en una vista despiezada. Uno o más sujetadores o lengüetas, tal como las lengüetas 855 y 858, son operativos para mantener el conjunto de toma de admisión de aire/envuelta en el horno. Cae dentro de la capacidad de las personas con conocimientos ordinarios en la técnica, obtenido el beneficio de esta descripción, seleccionar formas adicionales de montar una toma de admisión de aire y de instalar tal toma de admisión de aire en un horno.

60 Según algunos ejemplos, la forma y el tamaño exactos de las tomas de admisión de aire puede variar. En algunos ejemplos, la forma de las tomas de admisión de aire puede ser semicircular (figura 9A), rectangular (figura 9B), elíptica (figura 9C), triangular (figura 9D y 9E), trapezoidal, hexagonal (figura 9F) o puede asumir otras formas. El tamaño o las dimensiones de las tomas de admisión de aire también pueden variar y las tomas de admisión tienen

preferiblemente dimensiones adecuadas para realizar la mezcla de aire en el horno, pero sin ser demasiado grandes de tal manera que las dimensiones del horno deban alterarse sustancialmente para acomodar la envuelta incluyendo las tomas de admisión de aire. Cae dentro de la capacidad de las personas con conocimientos ordinarios en la técnica, obtenido el beneficio de esta descripción, diseñar y usar envueltas que tengan un tipo y número adecuado de tomas de admisión de aire para aumentar la circulación de aire dentro de un horno.

Según algunos ejemplos, la naturaleza y el tipo de materiales usados para hacer las tomas de admisión de aire puede variar y, en algunos ejemplos, se puede usar cualquier material que pueda resistir las temperaturas del horno. En algunos ejemplos, la toma de admisión de aire puede hacerse usando el mismo material que la envuelta para evitar cualesquiera diferencias en la expansión térmica cuando se calienta el horno, mientras que, en otros ejemplos, la envuelta y la toma de admisión de aire pueden hacerse usando materiales diferentes. Los materiales ilustrativos para uso al hacer la o las tomas de admisión de aire incluyen, aunque sin limitación, acero tal como acero inoxidable, metales tal como aluminio, titanio y análogos, polímeros de temperatura alta, y cerámica, y las personas con conocimientos ordinarios en la técnica, obtenido el beneficio de esta descripción, seleccionarán fácilmente los materiales adicionales adecuados.

En algunos ejemplos, el horno puede estar configurado con un ventilador que es movido por un motor CC programable. En hornos existentes usados en sistemas de cromatografía, el ventilador opera típicamente a una velocidad fija durante el análisis y durante el enfriamiento. Las realizaciones del horno aquí descrito incluyen un ventilador cuya velocidad puede ser modulada o alterada de forma continua o intermitente. Por ejemplo, el ventilador puede operar a una velocidad de 1400 rpm durante el análisis y la velocidad del ventilador puede incrementarse, por ejemplo, a aproximadamente 2800 rpm, durante el enfriamiento para aumentar la tasa a la que el horno se enfría a una temperatura inicial. En algunos ejemplos, el horno puede incluir un solo ventilador acoplado por fluido a la entrada de aire y el escape de aire, mientras que, en otros ejemplos, cada uno de la entrada de aire y el escape de aire puede incluir su propio ventilador cuya velocidad puede ser modulada para proporcionar un mayor control al ajustar la temperatura dentro del horno.

Según algunos ejemplos, el enfriamiento del horno a una temperatura inicial puede realizarse abriendo la entrada de aire y el escape de aire para proporcionar flujo de aire entre aire ambiente y la zona interna del horno. Un ventilador situado en el horno sirve para aumentar la cantidad de aire ambiente dentro del horno aspirando aire ambiente a través del conducto de aire de entrada y expulsando el aire más caliente del horno para enfriar el horno. Algunos hornos existentes llevan a cabo el enfriamiento usando un ventilador externo para impulsar aire ambiente a través de un conducto de aire de entrada y expulsarlo por un conducto de escape de aire. Los conductos de entrada y escape se abren típicamente en un tiempo definido usando algún control electromecánico, tal como un motor paso a paso. Cuando el sistema pide enfriamiento, estos conductos de entrada y escape se abren típicamente por completo hasta que el horno se enfría a la nueva temperatura pedida del horno detectada por un sensor de temperatura (generalmente un termómetro de resistencia de platino) situado dentro del horno. Tales sistemas pueden ser más complejos y costoso.

En algunos ejemplos, la temperatura de los hornos aquí descritos puede ser controlada modulando de forma continua o de forma intermitente la velocidad del ventilador. Alterando la velocidad del ventilador durante el análisis, se puede obtener una mayor circulación de aire dentro del horno para reducir la probabilidad de gradientes de temperatura dentro del horno. Igualmente, la velocidad del ventilador puede ser modulada durante el enfriamiento para aumentar el enfriamiento, reduciendo así el tiempo de inyección a inyección en un sistema de cromatografía que incluye tal horno. La modulación de la velocidad del ventilador también puede proporcionar un perfil de temperatura definido por el usuario, por ejemplo, una tasa de calentamiento definida por el usuario o una tasa de enfriamiento definida por el usuario.

Según algunos ejemplos, una posición de un agujero o puerta de la entrada de aire y/o el escape de aire también pueden ajustarse o modularse para facilitar más el control de la temperatura del horno. Ajustando la posición de la abertura de admisión de aire y/o del escape de aire, la cantidad de aire ambiente que puede pasar al horno puede ser controlada de tal manera que el horno siga un perfil de temperatura definido por el usuario, por ejemplo, una tasa de calentamiento definida por el usuario o una tasa de enfriamiento definida por el usuario. Con referencia a la figura 10, se muestra una fotografía de una puerta de admisión de aire completamente abierta. La posición de la puerta de admisión de aire 1010 puede ajustarse desde completamente abierta a completamente cerrada (o cualquier posición intermedia) por una articulación 1020 a un motor 1030. El motor es típicamente un motor CC programable para proporcionar control programable de la posición del agujero de admisión de aire. Igualmente, un motor CC programable puede estar acoplado al agujero de escape de aire para modular la posición del agujero de escape de aire. Por ejemplo y con referencia a la figura 11 donde se muestra una fotografía de un agujero de escape de aire, el agujero de escape de aire 1000 puede incluir una aleta aislada 1110 cuya posición pueda ser modulada durante el análisis y/o durante el enfriamiento. Una característica general de la invención es que al menos uno del agujero de admisión de aire y el agujero de escape de aire puede ajustarse entre una posición completamente abierta y una posición completamente cerrada durante una etapa de análisis del sistema de cromatografía de gases.

En algunos ejemplos, la tasa de enfriamiento real del horno (o la tasa de calentamiento) puede medirse comparando lecturas secuenciales en un sensor de temperatura estándar del horno. La señal de error entre la tasa definida por el

usuario y la tasa real puede usarse, por ejemplo, en un control integral proporcional convencional para mover un motor o motores (uno para el agujero de entrada de aire y un segundo para el agujero de escape de aire) que, a su vez, modulan de forma continua la posición de los agujeros de la entrada de aire y el escape de aire. Se deberá entender que, a una velocidad fija del ventilador del horno, cuanto más abiertos estén los conductos de entrada y escape, menor será la caída de presión dentro de estos conductos, y por lo tanto fluirá más aire refrigerante a través de estos conductos al horno.

En algunas realizaciones, microprogramas pueden enlazar linealmente la velocidad del ventilador del horno a la posición del agujero de entrada del horno de tal manera que cuando el agujero de entrada de aire esté completamente abierto (por ejemplo, 1100 pasos de un conducto motor paso a paso de conducto de entrada), la velocidad del ventilador sea máxima (por ejemplo, 2800 RPM, 4000 RPM, etc), y a continuación la velocidad del ventilador puede disminuir linealmente con las disminuciones de la posición del motor paso a paso del conducto de entrada hasta que la velocidad del ventilador alcance una velocidad operativa inferior o más baja (por ejemplo, 1400 RPM) cuando el motor paso a paso del conducto de entrada esté a un nivel correspondiente (por ejemplo, 400 pasos abierto). Las personas con conocimientos ordinarios en la técnica, obtenido el beneficio de esta descripción, entenderán que, con una abertura fija de los agujeros de entrada y escape, cuando aumenta la velocidad del ventilador del horno, la caída de presión entre el interior del horno y el aire ambiente exterior cambia de tal manera que fluirá más aire refrigerante a través de estos conductos al horno.

En algunos ejemplos, una posición de un agujero de entrada de aire puede ajustarse de forma continua mientras que la posición de un agujero de escape de aire permanece fija en una posición abierta. Igualmente, una posición de un agujero de escape de aire puede modularse de forma continua mientras que la posición de un agujero de entrada de aire permanece fija en una posición abierta. Además, la posición de los agujeros tanto de entrada como de escape de aire puede modularse para proporcionar calentamiento definido por el usuario o enfriamiento definido por el usuario. En algunos ejemplos, la posición del agujero de entrada de aire puede permanecer completamente abierta durante un primer período y luego puede modularse durante un segundo período a una posición parcial o totalmente cerrada. Igualmente, la posición del agujero de escape de aire puede permanecer completamente abierta durante un primer período y luego puede modularse durante un segundo período a una posición parcial o completamente cerrada. En algunos ejemplos, la posición de uno o varios agujeros de entrada de aire y de escape de aire puede ajustarse entre una posición completamente abierta y una posición completamente cerrada a una frecuencia seleccionada de tal manera que los agujeros sean operativos como si estuviesen abiertos durante algún período.

Según algunas realizaciones, los hornos aquí descritos pueden enfriarse con menos ruido ambiente que la cantidad de ruido que se produce durante el enfriamiento de hornos de manera convencional. Por ejemplo, algunos ejemplos aquí descritos pueden reducir el ruido audible del horno. Un problema de los hornos convencionales en sistemas de cromatografía tal como, por ejemplo, los cromatógrafos de gases, es que cuando entran en enfriamiento, el ruido ambiente audible es a menudo muy bajo durante un período largo y un problema para los operadores de instrumentos que se encuentren cerca. Usando los métodos aquí descritos, el horno puede ser enfriado de forma rápida para reducir el tiempo en el que se produce ruido ambiente sustancial.

En algunos ejemplos, el control de tasa de enfriamiento proporcionado por la modulación de los agujeros de entrada de aire y/o de escape de aire y/o la velocidad del ventilador puede mejorar la repetibilidad del tiempo de enfriamiento y por lo tanto mejorar la precisión del tiempo de inyección a inyección que es importante en particular donde tiene lugar carga automatizada de muestras. Además, usando el control de tasa de enfriamiento con un horno incluyendo un recorrido de recirculación, se puede lograr un mejor control de la temperatura junto con un tiempo de enfriamiento reducido logrando una mayor producción de muestras.

En algunos ejemplos, la modulación de la velocidad del ventilador y/o agujeros de aire puede proporcionar un enfriamiento mejorado después de una rampa de temperatura. En sistemas convencionales de cromatografía de gases (GC), la longitud de tiempo de enfriamiento se determina en parte por la historia térmica pasada del horno porque el aislamiento de la pared del horno guarda energía térmica residual durante más de una hora. Un método GC típico para una operación GC podría cambiar la temperatura del horno de aproximadamente 50°C a aproximadamente 350°C a una tasa de aproximadamente 20°C por minuto y luego enfriar de nuevo a 50°C antes de comenzar la operación siguiente. Durante esta operación, parte de la energía térmica del horno se almacena en el aislamiento de la pared del horno. Durante pasadas posteriores, usando el mismo método, se almacena cada vez más energía en el aislamiento de la pared del horno hasta que se logra algún valor de estado de régimen después de varias horas. Cuando la GC entra en enfriamiento durante cada pasada, dicha energía almacenada en el aislamiento de la pared del horno escapa de nuevo al horno y debe quitarse para lograr la temperatura final deseada del horno. Dado que esta energía térmica almacenada varía con cada pasada GC, la cantidad de tiempo a quitar también varía con cada pasada. La magnitud del problema depende de la temperatura final del horno que se desea con temperaturas finales más bajas que presentan más de un problema. Las realizaciones aquí descritas que incluyen uno o varios de un recorrido de recirculación, modulación de ventilador o ajuste de la abertura de admisión y de escape de aire pueden proporcionar un horno que se enfría a una tasa conocida reduciendo la incertidumbre acerca del enfriamiento del horno de una pasada a otra.

En algunos ejemplos, el horno aquí descrito puede incluir un agujero de ventilación o tubo acoplado por fluido al escape de aire para enrutar o proporcionar un recorrido para alejar el aire caliente del horno. Una fotografía que muestra tal ventilación se representa en la figura 12. El horno 1200 incluye un agujero de ventilación 1210 que está acoplado de forma fluida al agujero de escape de aire. En los casos donde el horno está colocado contra una pared, puede ser difícil sacar el aire caliente ventilado del entorno del horno debido al flujo pobre de aire alrededor del exterior del horno. El agujero de ventilación 1210 puede estar configurado de tal manera que el aire caliente de escape del horno pueda salir de la parte superior del horno a una altura tal que sea improbable que el aire calentado sea aspirado de nuevo al agujero de entrada de aire del horno. Tal diseño puede reducir el tiempo de enfriamiento y la portabilidad de los hornos, y puede reducir la interferencia con dispositivos adyacentes.

Según algunos ejemplos, también puede ser deseable sellar el detector del sistema con respecto al ventilador para evitar corrientes de aire que puedan afectar a la respuesta del detector. Por ejemplo, y con referencia a la figura 13, la línea base de un detector de conductividad térmica (TCD) se midió en función de la velocidad del ventilador. Un TCD responde a la conductividad térmica de un gas que pasa por filamentos calentados dispuestos en una configuración de puente Wheatstone. Como tal, es sensible a cualquier flujo que dé lugar a una temperatura diferencial a través del circuito puente. El TCD se puede construir usando un alojamiento de tolerancia estrecha en combinación con aislamiento para reducir el flujo de aire del horno alrededor del detector, reduciendo así la degradación del rendimiento debido a dicho flujo indeseado. El diseño de ventilador de velocidad variable aquí descrito proporciona un flujo de gas variable alrededor del alojamiento de TCD en respuesta a cambios en la velocidad del ventilador. Esta variación del flujo da lugar a un drástico desplazamiento de línea base que puede poner en peligro el rendimiento cromatográfico (véase la línea base 'no sellada' en la figura 13). Dado que los hornos solamente tienen una sola velocidad del ventilador, la respuesta del TCD debida a variación del flujo de gas del horno pasa generalmente inadvertida. El sellado hermético del recorrido del canal de flujo, usando un material de unión de alta temperatura (por ejemplo, Aremco PYROPUTTY 950) puede bloquear el recorrido de flujo y evitar desplazamiento de la línea base de TCD base (véase la línea base 'Sellada' verde en la figura 13). Este sellado hermético de los canales de flujo también evitará la degradación por ruido del rendimiento del TCD que resultaría de variaciones de la velocidad del ventilador (por ejemplo, inestabilidad de la velocidad del ventilador como resultado de fluctuaciones de voltaje).

Según algunos ejemplos, en realizaciones donde se modula la velocidad del ventilador, puede ser deseable modular la velocidad del ventilador en una posición donde el ruido vibracional o eléctrico no afecta sustancialmente al detector. El TCD responde a la conductividad térmica de un gas que pasa por filamentos calentados dispuestos en una configuración de puente Wheatstone. Para lograr la alta sensibilidad deseada a pequeños cambios en la conductividad térmica del gas que pasa por el filamento calentado, se usan filamentos finos de alambre de resistencia (por ejemplo, típicamente de 25 micras de diámetro). Tales hilos finos pueden ser sensibles a la vibración, y en particular pueden ser sensibles a vibraciones de resonancia producidas por la captación armónica de una fuente de ruido vibracional. El ventilador usado para hacer circular el aire dentro del horno es una fuente potencial de vibración. El ventilador en muchos hornos opera a una frecuencia fija de 1400 rpm. Midiendo el ruido TCD cuando la velocidad del ventilador se cambia, el perfil de ruido del TCD puede determinarse y usarse para evitar las regiones de velocidad del ventilador donde el TCD es sensible a vibraciones de resonancia. Un ejemplo de esta exploración de la velocidad del ventilador se representa en la figura 14, donde el ruido medido se compara con la especificación de ruido del detector. Con respecto a este TCD concreto, operar a 1370-1390 RPM proporcionaría un menor rendimiento que la operación a 1400-1410 RPM debido al ruido vibracional incrementado en torno a 1370-1390 rpm. La velocidad del ventilador por defecto (por ejemplo, nominalmente 1400 RPM) puede ajustarse, por ejemplo, con un potenciómetro de ajuste para proporcionar un rendimiento de ruido TCD mejorado.

Según algunos ejemplos, los hornos aquí descritos que incluyen un recorrido de recirculación, modulación de ventilador y/o ajuste de agujero de admisión de aire y de escape de aire pueden ser usados en un sistema de cromatografía. La naturaleza exacta del sistema de cromatografía seleccionado puede variar y, en algunos ejemplos, el sistema de cromatografía es un sistema de cromatografía de gases, un sistema de cromatografía de líquido, o un sistema de cromatografía de fluido supercrítico. Cuando se usa en un sistema de cromatografía de líquido, el horno puede proporcionar una temperatura fija o variable a la columna que está por debajo de la temperatura de vaporización de los disolventes usados. Igualmente, cuando se usa en cromatografía de fluidos supercríticos, el horno puede ser usado para proporcionar el control exacto de la temperatura de la fase móvil. Cuando se usa en un sistema de cromatografía de gases, el horno puede ser usado para proporcionar una temperatura constante o una rampa de temperatura. Ejemplos de cada uno de estos sistemas de cromatografía se describen con más detalle más adelante.

Según algunos ejemplos, se facilita un sistema de cromatografía de líquido incluyendo un horno, que puede ser alguno de los hornos ilustrativos aquí descritos, por ejemplo, un horno incluyendo uno o más de un recorrido de recirculación, modulación de ventilador y/o modulación de los agujeros de admisión de aire y escape de aire. El sistema de cromatografía de líquido puede ser un sistema de cromatografía de líquidos de alto rendimiento (HPLC), un sistema de cromatografía de líquidos de rendimiento rápido (FPLC) u otros sistemas adecuados de cromatografía de líquidos. Un ejemplo de un sistema HPLC se representa en la figura 15. El sistema HPLC incluye un dispositivo de introducción de muestra 1510, tal como un inyector de bucle de muestra que está acoplado de forma fluida a una columna de cromatografía 1520 a través de un recorrido de flujo de fluido 1515. La columna 1520 está colocada en

un horno 1530. Las realizaciones del horno aquí descrito pueden proporcionar una temperatura que sea sustancialmente la misma en el espacio ocupado por la columna de tal manera que las diferentes regiones de la columna no estén a diferentes temperaturas. La columna 1520 también está acoplada de forma fluida a un detector 1540 a través de un recorrido de flujo de fluido 1535. Una o más bombas, tal como la bomba 1550, pueden estar acopladas por fluido a la columna 1520 a través de un recorrido de flujo 1545 para proporcionar una fase móvil a la columna 1520 para separar la especie introducida al sistema 1500 a través del dispositivo de introducción de muestra 1510.

En el sistema HPLC representado en la figura 15, puede usarse columna y materiales de columna existentes, por ejemplo, partículas pelliculares y porosas, para producir fases estacionarias. Puede obtenerse columnas HPLC adecuadas disponibles en el mercado, tal como columnas PerkinElmer Brownlee™, por ejemplo, de PerkinElmer, Inc. (Waltham, MA). Puede usarse detectores existentes, tal como detectores de absorbancia, detectores de fluorescencia, detectores de infrarrojos, detectores de dispersión de luz, detectores de actividad óptica, detectores electroquímicos, detectores de índice de refracción, detectores de conductividad, espectrómetros de masas, detectores de selección de elemento, detectores de fotoionización u otros detectores adecuados para detectar especies eluidas de la columna. El sistema HPLC 1500 es controlado típicamente con un controlador que implementa uno o varios algoritmos para separar especies inyectadas a la columna. También puede incluirse software de análisis adecuado con el sistema para cuantificar picos de eluyente. Cae dentro de la capacidad de las personas con conocimientos ordinarios en la técnica, obtenido el beneficio de esta descripción, incluir otras características adecuadas en un sistema HPLC.

Según algunos ejemplos, se facilita un sistema de cromatografía de fluidos supercríticos (SFC) incluyendo un horno. Con referencia a la figura 16, el sistema SFC 1600 incluye una bomba 1610 acoplada por fluido a un dispositivo de introducción de muestra 1620. El dispositivo de introducción de muestra está acoplado de forma fluida a una columna 1630 en un horno 1640, que puede incluir uno o más de un recorrido de recirculación, modulación de ventilador y/o ajuste de los agujeros de admisión de aire y de escape de aire. El horno 1620 proporciona control exacto de la fase móvil y debido a la temperatura sustancialmente constante en diferentes regiones del horno, el horno ayuda a mantener una temperatura deseada, por ejemplo, una temperatura superior, inferior o igual a la temperatura crítica de una sustancia. Las realizaciones del horno aquí descritas pueden proporcionar una temperatura que es sustancialmente la misma en el espacio ocupado por la columna de tal manera que las diferentes regiones de la columna no estén a diferentes temperaturas. La columna 1630 puede estar acoplada por fluido a un restrictor 1650 para aumentar la presión en el sistema 1600 y convertir el fluido supercrítico a un gas para detección por el detector 1660. Alternativamente, la columna 1630 puede restringirse en un extremo a convertir el fluido supercrítico en un gas y el restrictor puede omitirse. Se usan típicamente detectores similares a los explicados más adelante con referencia a la cromatografía de gases para detectar la especie. El sistema es controlado típicamente con un controlador para controlar la presión/densidad en el sistema con el fin de controlar las tasas de flujo, la temperatura del horno, y análogos.

Según algunos ejemplos, se facilita un sistema de cromatografía de gases incluyendo un horno aquí descrito, por ejemplo, un horno con uno o más de un recorrido de recirculación, modulación de ventilador y/o ajuste de los agujeros de admisión de aire y de escape de aire. Con referencia a la figura 17, un sistema de cromatografía de gases 1700 incluye una fuente de gas portador 1710 acoplada por fluido a un dispositivo de introducción de muestra 1720. El gas portador es típicamente helio, nitrógeno, argón, dióxido de carbono o hidrógeno aunque también se puede usar otros gases. El dispositivo de introducción de muestra 1720 puede estar acoplado por fluido a una columna 1730, que contiene una fase estacionaria, en un horno 1740. Las especies son separadas por la columna 1730 y son detectadas por un detector 1770, que está acoplado de forma fluida a la columna 1730. Las realizaciones del horno aquí descrito pueden proporcionar una temperatura que es sustancialmente la misma en el espacio ocupado por la columna de tal manera que las diferentes regiones de la columna estén sustancialmente a la misma temperatura.

Según algunos ejemplos, los dispositivos de introducción de muestra de los sistemas de cromatografía aquí descritos pueden usarse para cargar manualmente la muestra en el sistema o pueden usarse para realizar la carga automatizada de la muestra en el sistema. En algunas realizaciones, el dispositivo de introducción de muestra incluye un inyector configurado para recibir muestra a través de una jeringa o una aguja. Una porción de la muestra inyectada o toda la muestra dependiendo del volumen de inyección, puede pasar a la columna de cromatografía para separación. El resto de la muestra puede pasarse a desecho. Las realizaciones del horno aquí descritas que proporcionan un tiempo de enfriamiento consistente son especialmente adecuadas para uso con muestreadores automáticos debido a los tiempos de enfriamiento consistente que proporcionan los hornos. Las personas con conocimientos ordinarios en la técnica reconocerán, obtenido el beneficio de esta descripción, que el tipo exacto de dispositivo de introducción de muestra puede depender, al menos en parte, del tipo de columna por ejemplo, columna capilar frente a no capilar. En un dispositivo típico de introducción de muestra para uso con una columna empacutada en un sistema de cromatografía de gases, puede inyectarse una cantidad pequeña de líquido, por ejemplo, unos pocos microlitros, a través de un tabique de caucho de silicona a un inyector GC caliente que puede estar recubierto con un tubo de vidrio inerte. El inyector puede calentarse usando un bloque calentador de metal que esté controlado termostáticamente. El inyector GC caliente vaporiza la muestra, y un gas portador presurizado, inerte, que fluye continuamente desde un regulador de gas a través del inyector y a la columna GC, barre la muestra

gaseosa, el solvente, el analito y todo, sobre la columna. En el inyector de columna empaquetada sustancialmente toda la muestra vaporizada entra sobre la columna. En otro dispositivo de introducción de muestra para uso con una columna capilar, puede haber una línea hendida o agujero de ventilación de tal manera que solamente una porción de la muestra inyectada pase a la columna. Incluyendo ir una línea hendida en el inyector, puede ser posible lograr mejor precisión en múltiples inyecciones.

Los hornos aquí descritos pueden ser usados con muchos tipos diferentes de columnas de cromatografía de gases incluyendo columnas empaquetadas convencionales y columnas capilares. Las columnas empaquetadas convencionales son aquellas en las que un medio cromatográfico ha sido empaquetado en el agujero de una columna. Las columnas capilares tienen más placas teóricas por metro en comparación con las columnas empaquetadas. Así puede lograrse una mejor separación usando una columna capilar que una columna empaquetada que tenga la misma longitud que la columna capilar. Se puede obtener en el mercado columnas convencionales y capilares adecuadas de PerkinElmer, Inc. (Waltham, MA).

En algunos ejemplos, el detector del sistema GC está generalmente diseñado para responder o medir cantidades muy pequeñas de vapor de muestra contenido en el gas portador. Dado que el sistema de cromatografía de gases puede estar diseñado para operar en un amplio rango de temperaturas, por ejemplo, desde temperatura ambiente a aproximadamente 450°C, el detector deberá ser capaz de operar dentro de dicho rango de temperaturas para evitar la condensación de soluto dentro del detector. El detector puede ser un detector de propiedad de masa o un detector de propiedad de soluto. Los detectores de propiedad de masa miden o detectan una propiedad física de masa del eluyente, por ejemplo, la conductividad, la constante dieléctrica, el índice de refracción, etc. Los detectores de propiedad de soluto miden o detectan una propiedad física o química única del eluyente, por ejemplo, la fluorescencia, la fosforescencia, el calor de combustión, etc. En algunos ejemplos, el detector puede ser un espectrómetro de masas, como se explica mejor más adelante.

En algunos ejemplos, el detector puede ser un detector de ionización. Un detector de ionización especialmente útil es un detector de ionización de llama. Los detectores de ionización de llama (FID) tienen un amplio rango operativo y pueden detectar generalmente todas las sustancias que incluyen al menos un átomo de carbono. En un detector de ionización de llama, se mezcla generalmente hidrógeno con el eluyente de la columna y quema en un pequeño chorro. Un electrodo cilíndrico rodea generalmente la llama. Se puede aplicar un voltaje entre el chorro y el electrodo para recoger los iones que se forman en la llama. La corriente resultante puede ser amplificada por un amplificador de alta impedancia, y la salida puede enviarse a un sistema de adquisición de datos, una grabadora potenciométrica u otros dispositivos de salida adecuados. El detector opera generalmente con tres suministros de gas separados conjuntamente con reguladores de flujo. Los gases normalmente usados son hidrógeno para combustión, helio o nitrógeno para el gas portador y oxígeno o aire como el agente de combustión. El detector puede ser de temperatura controlada en un horno separado o en el mismo horno que contiene la columna de cromatografía. El control de la temperatura del detector se lleva a cabo típicamente para reducir la probabilidad de que los solutos se condensen en los tubos de conexión.

En algunos ejemplos, el detector puede ser un detector de hilo caliente. En algunos ejemplos, un detector de hilo caliente se puede construir usando dos filamentos calentados colocados en los brazos de un puente Wheatstone. Un filamento está suspendido en el gas eluyente de la columna, y el otro filamento está en una corriente de referencia de gas. Cuando se extrae un soluto de la columna, cambian tanto la conductividad térmica como la capacidad de calor del gas. Este cambio altera la pérdida de calor y por ello la temperatura del filamento, que, a su vez, cambia su resistencia. El puente se desequilibra y la señal desequilibrada se pasa a un dispositivo de supervisión adecuado. Este detector responde en general a todos los solutos cuya capacidad de calor y conductividad térmica difieren de las del gas portador. En algunos ejemplos, el detector de hilo caliente puede estar configurado como un detector de conductividad térmica.

En algunos ejemplos, el detector puede ser un detector de nitrógeno fosforoso (NPD). Un NPD tiene una construcción similar a la de un FID, pero opera usando principios diferentes. En una realización de un NPD, una bobina calefactora situada cerca de un chorro de hidrógeno contiene una perla de rubidio o cloruro de cesio. La perla está colocada encima del chorro y es calentada por una bobina, sobre la que el gas portador de la GC se mezcla con hidrógeno. Si es deseable que el detector responda tanto a nitrógeno como a fósforo, el flujo de hidrógeno puede reducirse de modo que el gas no se inflame en el chorro. Si el detector ha de responder a fósforo solamente, puede usarse un flujo grande de hidrógeno para quemar la mezcla en el chorro. La perla alcalina calentada emite electrones (por emisión termiónica que luego son recogidos en el ánodo. Cuando un soluto que contiene nitrógeno o fósforo eluye de la columna, los materiales de nitrógeno y fósforo parcialmente quemados pueden ser adsorbidos en la superficie de la perla. El material adsorbido reduce la función de trabajo de la perla y permite una mayor emisión termiónica y un aumento de la corriente medida.

En ejemplos adicionales, el detector puede ser un detector fotométrico, que también se denomina un detector de emisividad. En una realización de un detector fotométrico, se mezcla hidrógeno con eluyente de la columna y se quema en un chorro de llama. El chorro y la llama real pueden blindarse para evitar que la luz de la llama llegue a un fotomultiplicador u otro detector de luz. La base del chorro puede calentarse para evitar la condensación de vapor. La luz emitida encima de la llama puede pasar a un filtro selector de longitud de onda y a un fotomultiplicador para

detección.

Según algunos ejemplos, el dispositivo de cromatografía de gases puede estar acoplado, por ejemplo, hifenado, a una u otras varias técnicas analíticas. Por ejemplo, el sistema de cromatografía de gases puede estar acoplado a un espectrómetro de masas para proporcionar un GC-MS. Una ilustración de un GC-MS se representa en la figura 18. El sistema GC-MS 1800 incluye una GC 1810 acoplada por fluido a un dispositivo MS 1815 que incluye un dispositivo de introducción de muestra 1820, un analizador de masas 1830, un dispositivo de detección 1840, un dispositivo de procesamiento 1850 y una pantalla 1860. El dispositivo de introducción de muestra 1820, el analizador de masas 1830 y el dispositivo de detección 1840 pueden operar a presiones reducidas usando una o varias bombas de vacío, tal como una bomba turbomolecular, una bomba de difusión de aceite o análogos. En algunos ejemplos, sin embargo, solamente el analizador de masas 1830 y el dispositivo de detección 1840 pueden operar a presiones reducidas. El dispositivo de introducción de muestra 1820 puede incluir un sistema de entrada configurado para recibir eluyente de la GC 1810 y en el analizador de masas 1830. El sistema de admisión puede incluir una o más entradas de lote, entradas de sonda directa y/o entradas cromatográficas. El dispositivo de introducción de muestra 1820 puede ser un inyector, un nebulizador u otros dispositivos adecuados que pueden proporcionar muestras gaseosas al analizador de masas 1830. El analizador de masas 1830 puede tomar numerosas formas dependiendo en general de la naturaleza de la muestra, la resolución deseada, etc, y más adelante se explican analizadores de masas ejemplares. El dispositivo de detección 1840 puede ser cualquier dispositivo de detección adecuado que pueda ser usado con espectrómetros de masas existentes, por ejemplo, multiplicadores de electrones, fotomultiplicadores, jaulas de Faraday, placas fotográficas recubiertas, trampas de iones, detectores de escintilación, etc, y otros dispositivos adecuados que serán seleccionados por las personas con conocimientos ordinarios en la técnica, obtenido el beneficio de esta descripción. El dispositivo de procesamiento 1850 incluye típicamente un microprocesador y/u ordenador y software adecuado para análisis de muestras introducidas al dispositivo GC-MS 1800. El dispositivo de procesamiento 1850 puede acceder a una o varias bases de datos para determinación de la identidad química de la especie introducida al dispositivo GC-MS 1800. También se puede usar con el dispositivo GC-MS 1800 otros dispositivos adecuados adicionales conocidos en la técnica incluyendo, aunque sin limitación, automuestreadores que se pueden obtener en el mercado de PerkinElmer, Inc., por ejemplo, los suministrados para uso en o con un instrumento Clarus® 600. Los automuestreadores pueden estar integrados en el dispositivo o pueden estar separados y acoplados al dispositivo.

Según algunos ejemplos, el analizador de masas del dispositivo GC-MS 1800 puede tomar numerosas formas dependiendo de la resolución deseada y la naturaleza de la muestra introducida. En algunos ejemplos, el analizador de masas es un analizador de masas por exploración, un analizador de sector magnético (por ejemplo, para uso en dispositivos MS) de enfoque único y doble, un analizador de masas de cuatro polos, un analizador de trampa de iones (por ejemplo, ciclotrones, trampas de iones de cuatro polos), analizadores de tiempo de vuelo (por ejemplo, analizadores de tiempo de vuelo de ionización desorbida por láser asistida por matriz), y otros analizadores de masas adecuados que pueden separar especies con diferentes relaciones de masa a carga.

Según otros ejemplos, un dispositivo que implementa uno o más métodos de ionización comúnmente usados en espectroscopia de masas también pueden incluirse en el dispositivo MS 1800. Por ejemplo, se puede montar fuentes de impacto de electrones para ionizar especies antes de la entrada de iones al analizador de masas. En otros ejemplos, puede usarse fuentes de ionización química para ionizar especies antes de la entrada de iones al analizador de masas. En otros ejemplos, se puede usar fuentes de ionización por campo para ionizar especies antes de la entrada de iones al analizador de masas. En otros ejemplos, se puede usar fuentes de desorción tales como, por ejemplo, las fuentes configuradas para bombardeo atómico rápido, desorción por campo, desorción por láser, desorción por plasma, desorción térmica, ionización electrohidrodinámica/desorción, etc. En otros ejemplos, se puede usar fuentes de ionización por termopulverización. Cae dentro de la capacidad de las personas con conocimientos ordinarios en la técnica, obtenido el beneficio de esta descripción, seleccionar dispositivos adecuados para ionización para uso con los dispositivos aquí descritos.

Según algunos ejemplos, otras técnicas analíticas no MS pueden acoplarse a la GC. Por ejemplo, los sistemas pueden incluir dos o más GC acopladas una a otra con o sin dispositivos o sistemas intervinientes. En algunos ejemplos, la GC puede estar acoplada a un dispositivo óptico tal como, por ejemplo, un espectrómetro de infrarrojos. En otros ejemplos, la GC puede estar acoplada a un dispositivo de resonancia magnética nuclear, dispositivo de resonancia de espín electrónico, dispositivo electroquímico u otro dispositivo. En algunos ejemplos, la GC puede estar acoplada hacia abajo de un cromatógrafo de líquido para recibir eluyente líquido del cromatógrafo de líquidos. Los dispositivos adicionales que pueden acoplarse a una GC serán fácilmente seleccionados por las personas con conocimientos ordinarios en la técnica, obtenido el beneficio de esta descripción.

Según algunos ejemplos, los hornos aquí descritos pueden ser usados para proporcionar una temperatura constante durante un análisis o pueden usarse para proporcionar una rampa de temperatura. En realizaciones donde el horno proporciona una rampa de temperatura, la temperatura puede incrementarse de forma escalonada desde una temperatura inicial a una o varias temperaturas adicionales. La temperatura del horno es inicialmente de aproximadamente 50°C. Una vez inyectada la muestra, la temperatura puede incrementarse linealmente a 70°C a una tasa adecuada de, por ejemplo, aproximadamente 140°C/minuto. La temperatura puede incrementarse de nuevo a una tercera temperatura, por ejemplo, 115°C, a una tasa adecuada de, por ejemplo, aproximadamente

105°C/minuto. La temperatura puede incrementarse más a una cuarta temperatura, por ejemplo, de aproximadamente 175°C, a una tasa adecuada de, por ejemplo 85°C/minuto. La temperatura se puede incrementar además a una quinta temperatura, por ejemplo, de aproximadamente 300°C, a una tasa adecuada de, por ejemplo, 55°C/minuto. La temperatura puede incrementarse a una sexta temperatura, por ejemplo, de aproximadamente 450°C, a una tasa adecuada de, por ejemplo, 35°C/minuto. Las realizaciones de los hornos aquí descritos pueden enfriar el horno a la temperatura inicial, por ejemplo, de 50°C desde la temperatura operativa más alta, por ejemplo, de 450°C, en menos de cinco minutos, más en concreto en menos de tres minutos, por ejemplo, dos minutos o menos. Una ilustración de esta rampa de temperatura se muestra en la figura 19. Así, el tiempo de inyección a inyección puede reducirse por dicho enfriamiento rápido. Además, el tiempo de enfriamiento puede disminuirse al menos 50-75% en comparación con la operación del sistema con el ventilador a la primera velocidad en ambas etapas de análisis y enfriamiento.

Según algunos ejemplos, los hornos y los dispositivos que los usan pueden incluir un controlador que es programable para recibir una señal procedente de un sensor de temperatura y enviar una señal para cambiar la temperatura, si se desea, para mover un motor para abrir o cerrar un agujero de admisión de aire o un agujero de escape de aire, o para modular la velocidad del ventilador. Una ilustración de un controlador se representa en la figura 20. El controlador 2010 está acoplado a un elemento de calentamiento 2020 para controlar la temperatura y la tasa de calentamiento. Un sensor de temperatura 2030 puede estar acoplado al controlador 2010 para medir la temperatura en el horno. El controlador 2010 también puede estar acoplado a un motor 2040 que está acoplado a un ventilador 2050 en el horno. El motor 2040 puede ser un motor programable, tal como un motor CC programable, que puede cambiar la velocidad del ventilador dependiendo de la temperatura y/o de la señal recibida del controlador 2010. El controlador 2010 también puede estar acoplado a un motor 2060 que está acoplado a un agujero de admisión de aire 2070. El motor 2060 puede usarse para abrir y cerrar el agujero de admisión de aire 2070 para controlar el calentamiento y/o el enfriamiento del horno. Igualmente, el controlador 2010 puede estar acoplado a un motor 2080 que está acoplado a un agujero de escape de aire 2090. El motor 2080 puede usarse para abrir y cerrar el agujero de escape de aire 2090 para controlar el calentamiento y/o el enfriamiento del horno. El controlador 2010 también puede incluir, o tener acceso a, software o algoritmos para realizar una separación cromatográfica incluyendo, por ejemplo, control de la temperatura, control de tasa de flujo de fase móvil, control de la temperatura del horno, análisis de datos y análogos. Los dispositivos adicionales que pueden acoplarse a un controlador para uso con los hornos aquí descritos serán fácilmente seleccionados por las personas con conocimientos ordinarios en la técnica, obtenido el beneficio de esta descripción. Los controladores ilustrativos adecuados incluyen, aunque sin limitación, controladores proporcionales-integrales-derivados (PID), controladores proporcionales solamente (P), controladores proporcionales-integrales (PI) y controladores adaptivos no lineales (por ejemplo, redes neurales artificiales, lógica borrosa, algoritmos genéticos, acercamientos neuroborrosos combinados y análogos). Una característica general de la invención es un sensor de temperatura acoplado a un controlador, estando configurado el controlador para mover un primer motor para modular la velocidad del ventilador y para mover un segundo motor para modular el grado de abertura de uno del agujero de admisión de aire y el agujero de escape de aire.

Algunos ejemplos específicos se describen a continuación para ilustrar más algunos aspectos y características de los hornos aquí descritos.

Ejemplo 1

Un recorrido de recirculación que incluía una pluralidad de agujeros pasantes se produjo cortando agujeros en la circunferencia de una envuelta. Los agujeros se cortaron con 3/4" de diámetro y había un total de 14 agujeros igualmente espaciados alrededor de la circunferencia de la envuelta. El diámetro de la envuelta era aproximadamente 9 pulgadas y se hizo de acero inoxidable (0,017 pulgadas de grosor). La envuelta era una pieza separada de la porción cuadrada del horno y el conjunto general se remachó en la forma final. Una fotografía que muestra una vista lateral de la envuelta 2110 que incluye un recorrido de recirculación incluyendo una pluralidad de agujeros pasantes, tal como el agujero pasante 2120, se muestra en la figura 21.

Ejemplo 2

Se inyectó una solución a 5% p/v de cera de parafina en tolueno al cromatógrafo de gas con el recorrido de recirculación del ejemplo 1. Se usó una columna de 15 m x 0,250 mm x 0,1 µm 5% de fenil/dimetilpolisiloxano. La tasa de flujo de gas helio portador era 1,0 ml/minuto xxx. La temperatura inicial era 220°C durante 1 minuto, y luego la temperatura se elevó a 280°C a 2,5°C/min. Cromatogramas que muestran los resultados de la separación se muestran en las figuras 22A-22C.

Con referencia a la figura 22A, cuando el recorrido de recirculación estaba cerrado (los agujeros pasantes estaban bloqueados), el efecto de árbol de Navidad era evidente. Cuando el recorrido de recirculación estaba parcialmente abierto (agujeros pasantes abiertos aproximadamente 50%), el efecto de árbol de Navidad se redujo, como se representa en la figura 22B. Cuando el recorrido de recirculación estaba completamente abierto (agujeros pasantes 100% abiertos), faltaba el efecto de árbol de Navidad, como se representa en la figura 22C.

Ejemplo 3

Se realizaron varios experimentos con los agujeros pasantes parcialmente abiertos (50% abiertos). Las condiciones usadas eran las mismas que las descritas anteriormente en el ejemplo 2 a excepción de que se indujo un severo gradiente de temperatura. En un experimento, la columna estaba colocada en la línea de visión del calentador. La figura 23A representa el cromatograma resultante, y la figura 23B representa el cromatograma procesado. A causa de los árboles de Navidad en el cromatograma real, el software del instrumento identificó cada pico como más de un pico.

Se realizó otro experimento usando condiciones similares a las descritas en el ejemplo 2, a excepción de que la columna se colocó en la posición de columna delantera (lejos del elemento de calentamiento) y los agujeros pasantes estaban medio abiertos. La figura 24A representa el cromatograma resultante, y la figura 24B representa el cromatograma procesado. Cada uno de los picos relevantes se identificó como un solo pico en el cromatograma procesado.

Se realizó un tercer experimento usando condiciones similares a las descritas en el ejemplo 2, a excepción de que la columna se colocó en la posición de columna trasera (cerca del elemento de calentamiento) y los agujeros pasantes estaban medio abiertos. La figura 25A representa el cromatograma resultante, y la figura 25B representa el cromatograma procesado. Cada uno de los picos relevantes fue identificado como un solo pico en el cromatograma procesado.

Ejemplo 4

Un recorrido de recirculación incluyendo una toma de admisión de aire en cada esquina se produjo usando una hoja de acero inoxidable.

Con referencia a la figura 26, la envuelta 2610 era una hoja de acero inoxidable (0,017 pulgadas de grueso) y se laminó a forma circular. Antes del laminado, la parte empieza como una tira y se añadieron cuatro ranuras cuadradas para recibir las tomas de admisión, 2612, 2614, 2616 y 2618. Las tomas de admisión se hicieron del mismo material de acero inoxidable y se curvaron a la forma representada en la figura 26. El conjunto final se soldó por puntos o remachó. Una fotografía que muestra una vista lateral del recorrido de recirculación 2610 incluyendo cuatro tomas de admisión de aire 2612, 2614, 2616 y 2618 se muestra en la figura 26.

El recorrido de recirculación estaba colocado en un alojamiento de horno. Una fotografía que muestra una vista frontal del conjunto de horno 2700 se muestra en la figura 27. El recorrido de recirculación 2610 estaba montado en la parte trasera del conjunto de horno 2700. Lengüetas, tal como la lengüeta 2710, estaban configuradas para recibir un conjunto de elemento de calentamiento/placa deflectora (no representado) que se usó para calentar el horno. El conjunto deflector estaba presente para proporcionar un mecanismo de dirección para mover el aire y evitar que la columna esté en una línea de visión con el elemento de calentamiento. La figura 28 es una fotografía que muestra un ventilador 2810 montado en el conjunto de horno 2700. El elemento calentador (no representado) asienta delante del ventilador. Una vez que la envuelta de horno (como se representa en la figura 27) se montó en el instrumento, el conjunto de puerta trasera del horno/ motor de horno/ventilador se montó en la parte trasera del horno. La figura 28 es una fotografía que muestra el resultado de dicho paso.

Ejemplo 5

Se usó un cromatógrafo de gas Clarus® 600 (que se puede obtener en el mercado de PerkinElmer, Inc.) que incluía el horno descrito anteriormente en el ejemplo 4 para analizar una muestra. Los cromatogramas referenciados más adelante se obtuvieron inyectando una solución a 5% p/v de cera de parafina en tolueno al cromatógrafo de gas con el recorrido de recirculación y teniendo una columna de 15 m x 0,250 mm x 0,1 µm 5% de fenil/dimetilpolisiloxano. La tasa de flujo de gas helio portador era 1,0 ml/minuto. La temperatura inicial era 220°C durante 1 minuto, y luego la temperatura se elevó a 280°C a 2,5°C/min.

Un cromatograma que representa la elución de los tres componentes cuando la columna de cromatografía estaba en la posición delantera (lejos del calentador y cerca del agujero de entrada de aire) se representa en la figura 29A. Un cromatograma que representa la elución de los tres componentes cuando la columna de cromatografía estaba en la posición trasera (adyacente al elemento de calor) se representa en la figura 29B. Como se puede ver en las figuras 29A y 29B, la forma de pico era sustancialmente la misma indicando que la temperatura en las posiciones delantera y trasera era sustancialmente la misma.

Para comparación, la misma muestra se procesó en un horno típico (sin recorrido de recirculación) en las mismas condiciones explicadas anteriormente con la columna en la posición trasera y la posición delantera sin usar. Un cromatograma que muestra los resultados de la separación se representa en la figura 29C. Como se puede ver en la figura 29C, hay árboles de Navidad que dan lugar a una forma pobre de pico.

Al introducir elementos de los ejemplos aquí descrito, los artículos “un, uno, una”, “el/la/lo” y “dicho” pretenden indicar que hay uno o varios elementos. Los términos “comprendiendo”, “incluyendo” y “teniendo” pretenden ser

abiertos y significan que puede haber elementos adicionales distintos de los elementos enumerados. Las personas con conocimientos ordinarios en la técnica reconocerán, obtenido el beneficio de esta descripción, que varios componentes de los ejemplos pueden intercambiarse o sustituirse por varios componentes en otros ejemplos.

- 5 Aunque anteriormente se han descrito algunos aspectos, ejemplos y realizaciones, las personas con conocimientos ordinarios en la técnica reconocerán, obtenido el beneficio de esta descripción, que son posibles adiciones, sustituciones, modificaciones, y alteraciones de los aspectos, ejemplos y realizaciones ilustrativos descritos.

REIVINDICACIONES

1. Un sistema de cromatografía de gases incluyendo:
 - 5 un dispositivo de introducción de muestra;

un horno (500) que tiene un agujero de admisión de aire (2070) y un agujero de escape de aire (2090), en el que al menos uno del agujero de admisión de aire y el agujero de escape de aire es ajustable entre una posición completamente abierta y una posición completamente cerrada durante una etapa de análisis del sistema de cromatografía de gases;

un detector;

un recorrido de flujo de fluido configurado para acoplar por fluido el dispositivo de introducción de muestra, el horno y el detector;

un ventilador (2050) acoplado por fluido a al menos uno del agujero de admisión de aire y el agujero de escape de aire; y

un sensor de temperatura acoplado a un controlador (2040), estando configurado el controlador para mover un primer motor para modular una velocidad del ventilador y para mover un segundo motor (2060) para modular el grado de abertura de uno del agujero de admisión de aire y el agujero de escape de aire, estando acoplado el controlador a un elemento de calentamiento para controlar la temperatura y la tasa de calentamiento.
 2. El sistema de cromatografía de gases de la reivindicación 1, donde el ventilador puede ser modulado para girar a dos o más velocidades durante la operación del horno.
 3. El sistema de cromatografía de gases de la reivindicación 2, donde la velocidad del ventilador puede ser modulada de forma continua.
 4. El sistema de cromatografía de gases de la reivindicación 2, donde la velocidad del ventilador puede ser modulada de forma intermitente.
 5. El sistema de cromatografía de gases de la reivindicación 1, donde el ventilador está acoplado de forma fluida a al menos uno del agujero de admisión de aire y el agujero de escape de aire.
 6. El sistema de cromatografía de gases de la reivindicación 1, incluyendo además un motor programable acoplado al ventilador y configurado para modular una velocidad del ventilador.
 7. El sistema de cromatografía de gases de la reivindicación 1, incluyendo además un agujero de ventilación acoplado de forma fluida al agujero de escape de aire y configurado para expulsar el aire caliente del espacio en el horno.
 8. El sistema de cromatografía de gases de la reivindicación 1, donde el ventilador es capaz de ser modulado a una segunda velocidad para reducir el tiempo de enfriamiento al menos 50-75% en comparación con modular el ventilador a una primera velocidad.
 9. El sistema de cromatografía de gases de la reivindicación 1, donde el ventilador es capaz de ser modulado para girar a una primera velocidad de aproximadamente 1400 rpm durante una etapa de análisis.
 10. El sistema de cromatografía de gases de la reivindicación 1, donde el ventilador es capaz de ser modulado para girar a una segunda velocidad de aproximadamente 2800 rpm durante una etapa de enfriamiento.
 11. El sistema de cromatografía de gases de la reivindicación 1, donde el detector incluye al menos uno de: un detector de ionización, un detector de hilo caliente, un detector de conductividad térmica, un detector de nitrógeno fosforoso, un detector fotométrico, y un espectrómetro de masas.
 12. El sistema de cromatografía de gases de la reivindicación 1, donde el controlador está configurado para calentar el espacio de horno a una tasa definida por el usuario durante la etapa de análisis.
 13. El sistema de cromatografía de gases de la reivindicación 1, donde el controlador está configurado para enfriar el espacio de horno a una tasa definida por el usuario durante una etapa de enfriamiento.
 14. El sistema de cromatografía de gases de la reivindicación 1, donde el controlador está configurado para relacionar linealmente la velocidad del ventilador y el grado de abertura de al menos uno del agujero de admisión de aire y el agujero de escape de aire.

- 5 15. El sistema de cromatografía de gases de la reivindicación 1, donde el controlador está configurado para cerrar al menos uno del agujero de admisión de aire y el agujero de escape de aire durante una etapa de análisis, y además está configurado para abrir al menos uno del agujero de admisión de aire y el agujero de escape de aire durante una etapa de enfriamiento.
- 10 16. El sistema de cromatografía de gases de la reivindicación 1, donde la abertura y el cierre del agujero de admisión de aire y el agujero de escape de aire pueden ser modulados para asistir más el control de la temperatura en el horno.
- 15 17. El sistema de cromatografía de gases de la reivindicación 1, donde el horno está configurado para proporcionar un recorrido de recirculación para hacer circular aire para obtener una temperatura sustancialmente constante al espacio de horno durante una etapa de análisis.
18. El sistema de cromatografía de gases de la reivindicación 17, donde el recorrido de recirculación incluye una envuelta con al menos un agujero pasante.
- 20 19. El sistema de cromatografía de gases de la reivindicación 17, donde el recorrido de recirculación incluye una envuelta incluyendo al menos una toma de admisión de aire.
20. El sistema de cromatografía de gases de la reivindicación 17, donde el recorrido de recirculación proporciona un tiempo de inyección a inyección sustancialmente constante.
- 25 21. El sistema de cromatografía de gases de la reivindicación 1, incluyendo además un segundo ventilador acoplado de forma fluida a al menos uno del agujero de admisión de aire y el agujero de escape de aire, cuya velocidad puede ser modulada independientemente para proporcionar más control al ajustar la temperatura dentro del horno.

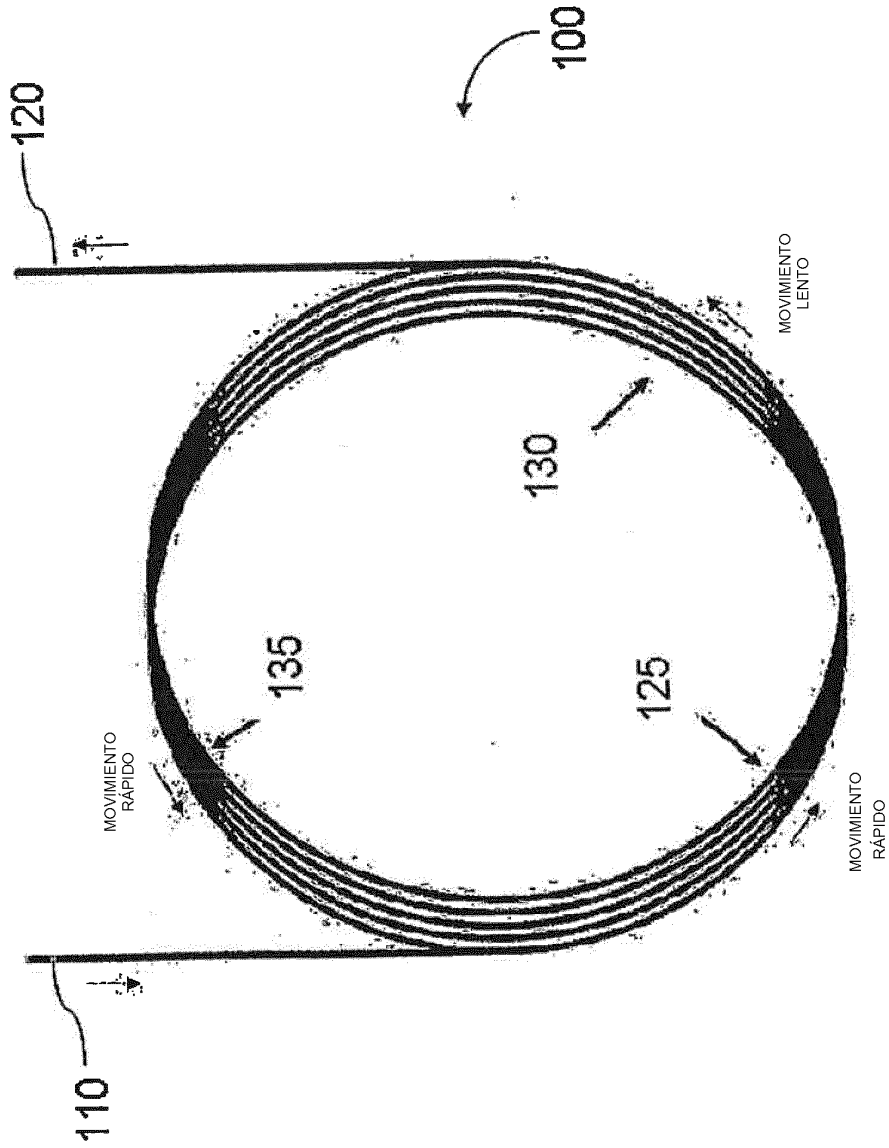


FIG. 1

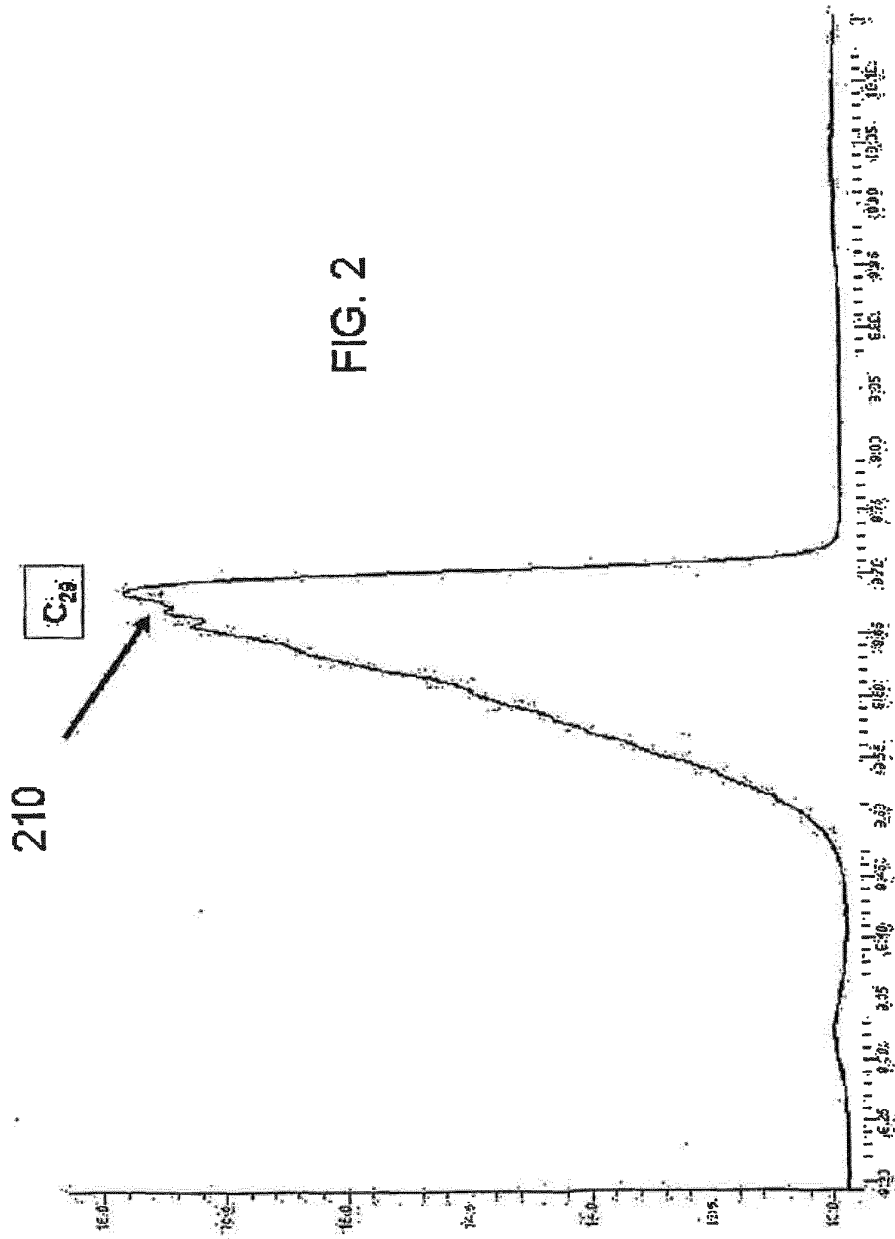
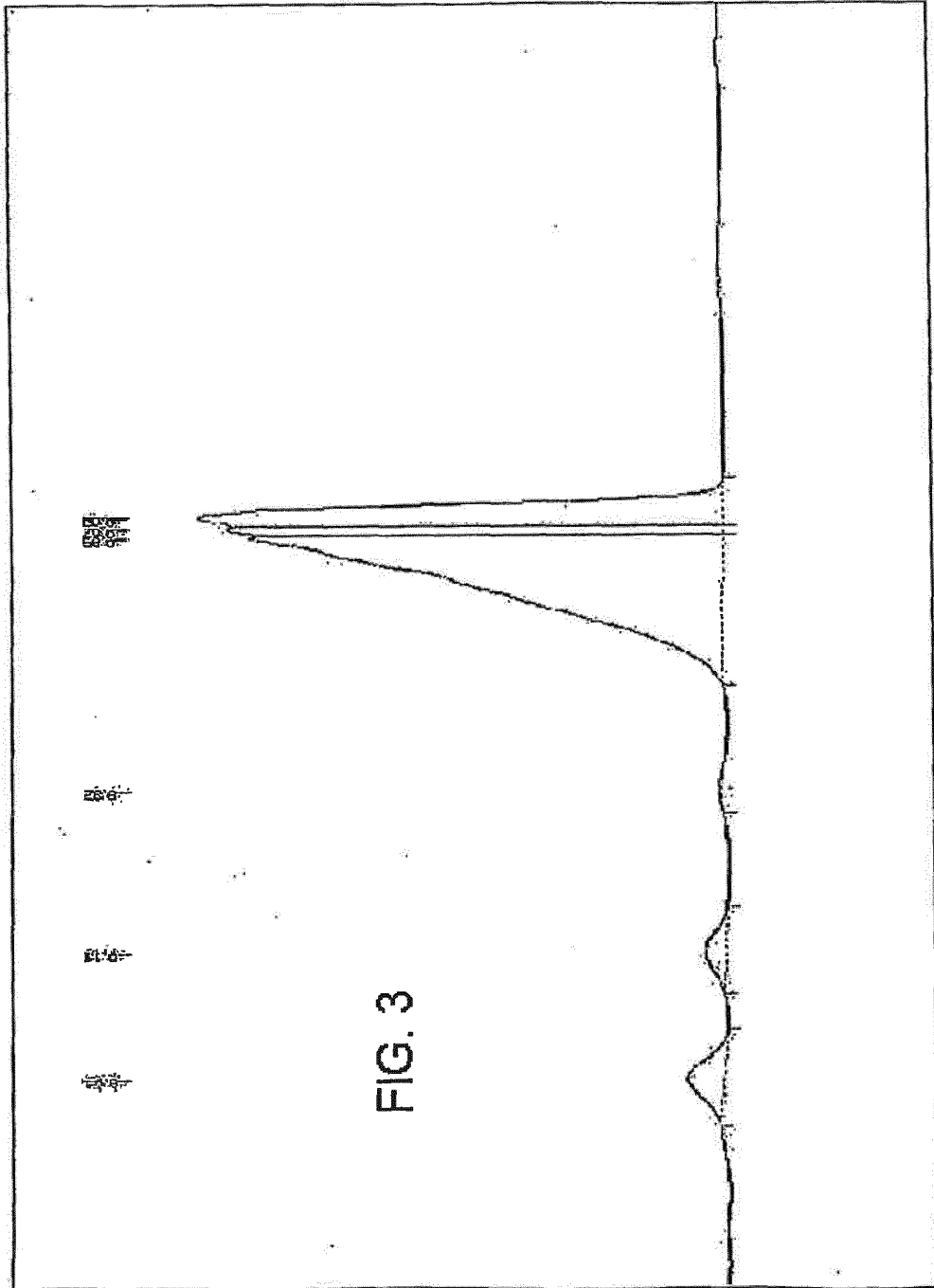
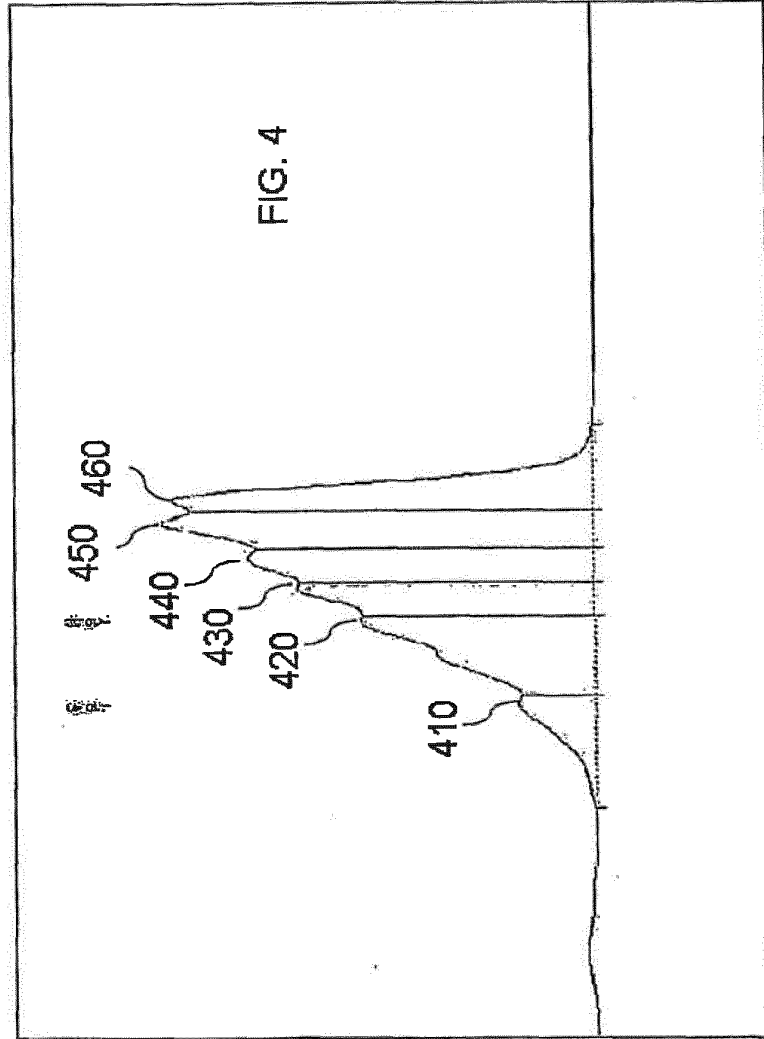


FIG. 2





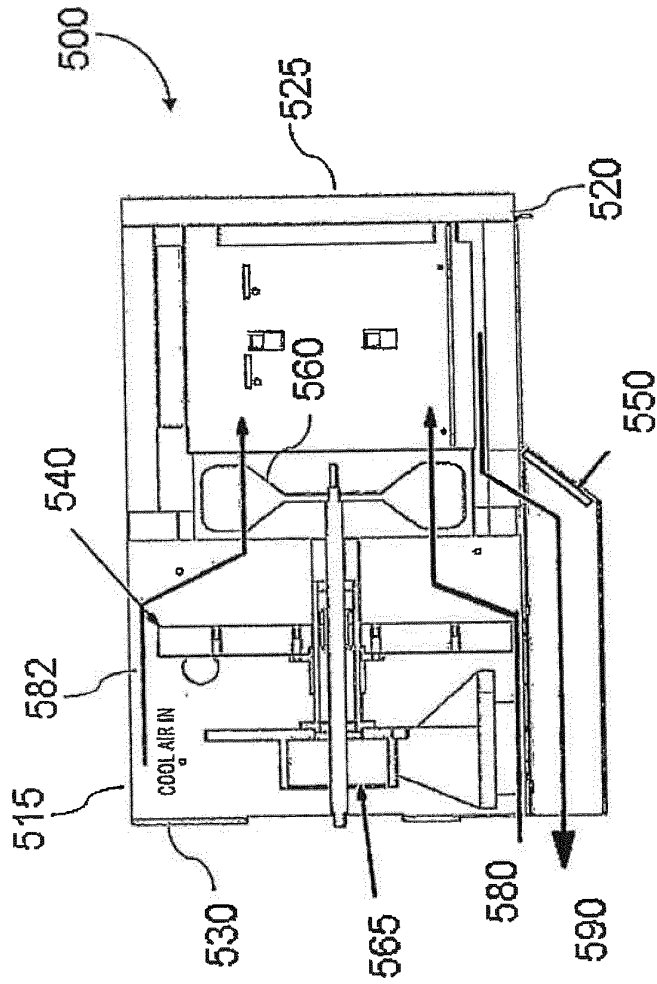


FIG. 5

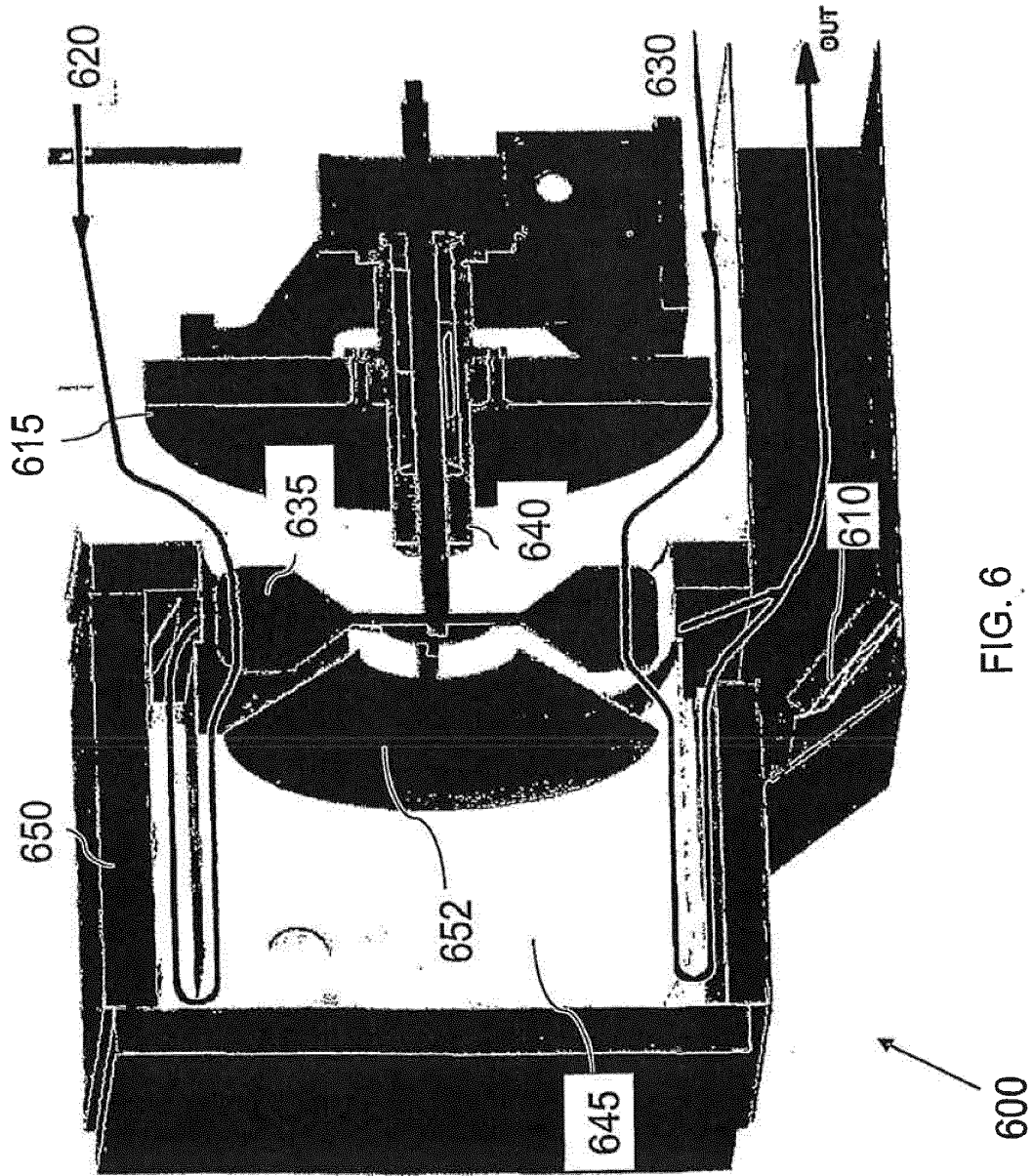


FIG. 6

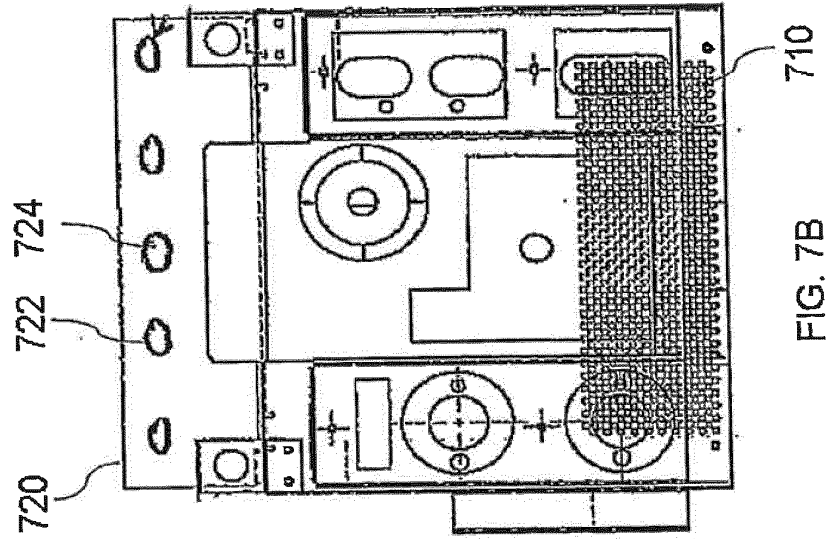


FIG. 7B

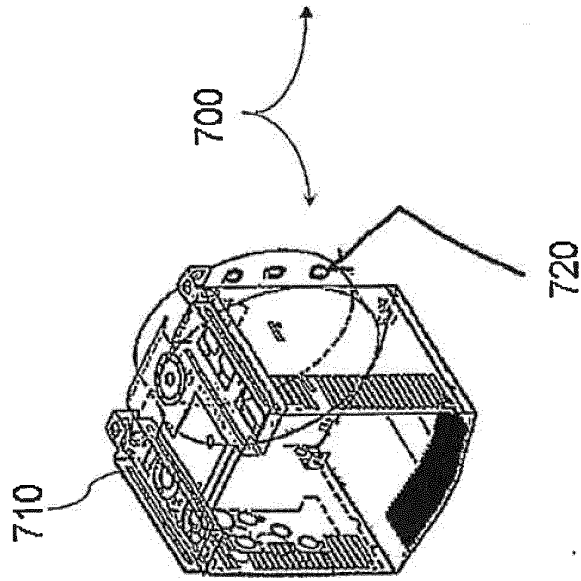


FIG. 7A

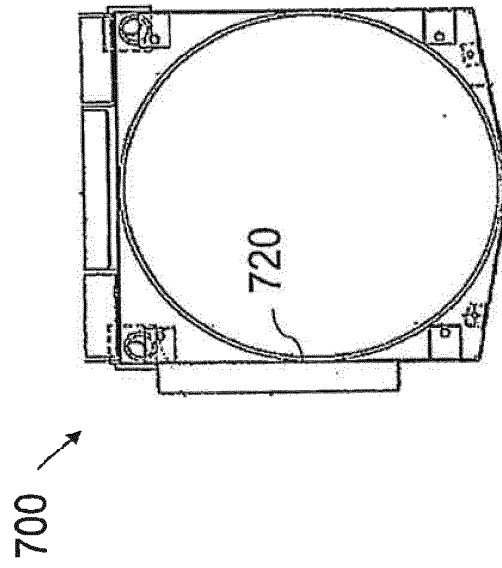


FIG. 7C

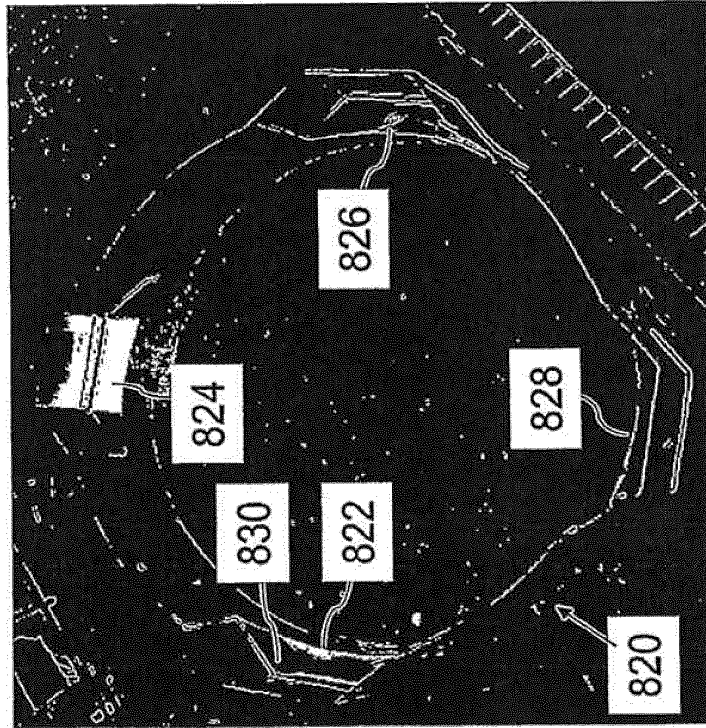


FIG. 8B

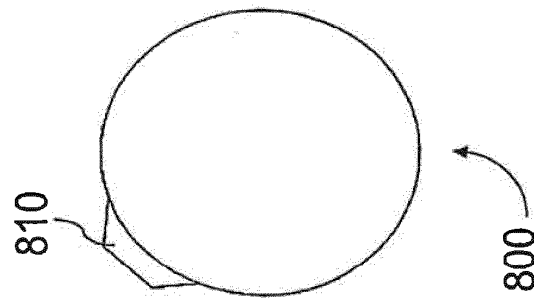


FIG. 8A

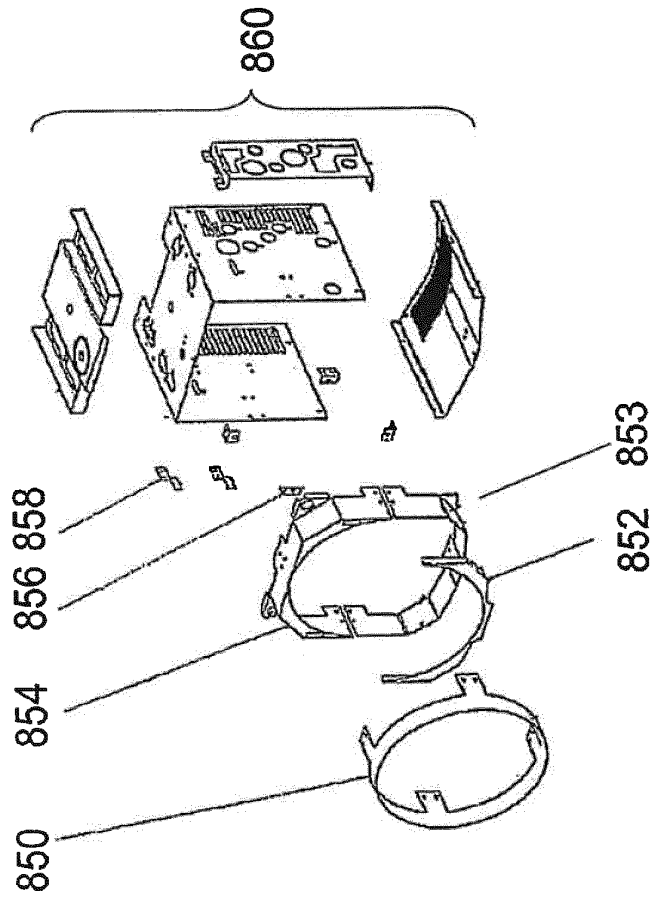


FIG. 8C

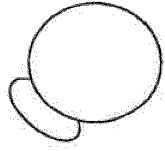


FIG. 9A

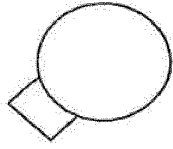


FIG. 9B

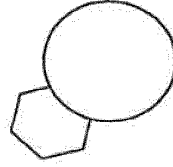


FIG. 9C



FIG. 9D

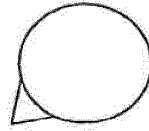


FIG. 9E

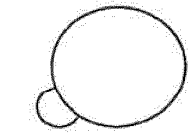


FIG. 9F

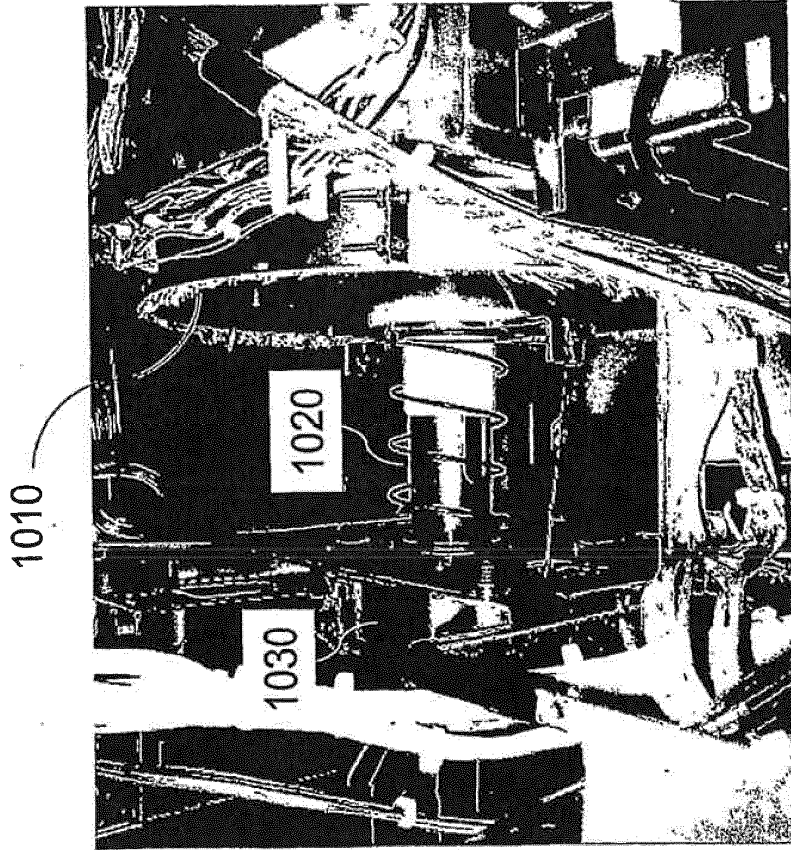


FIG. 10

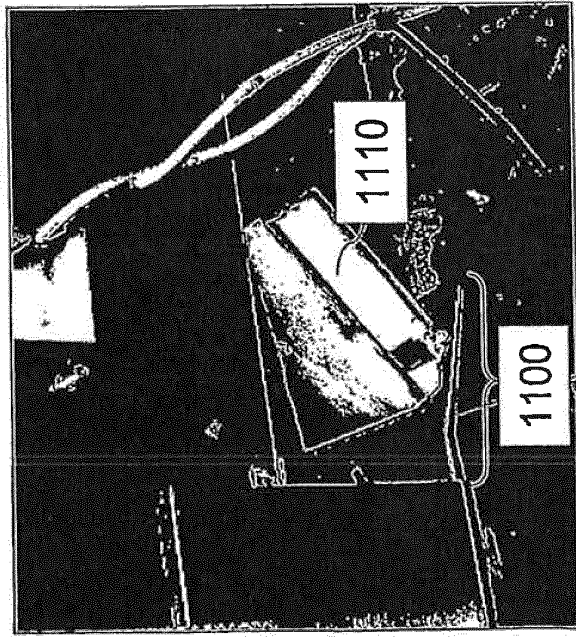
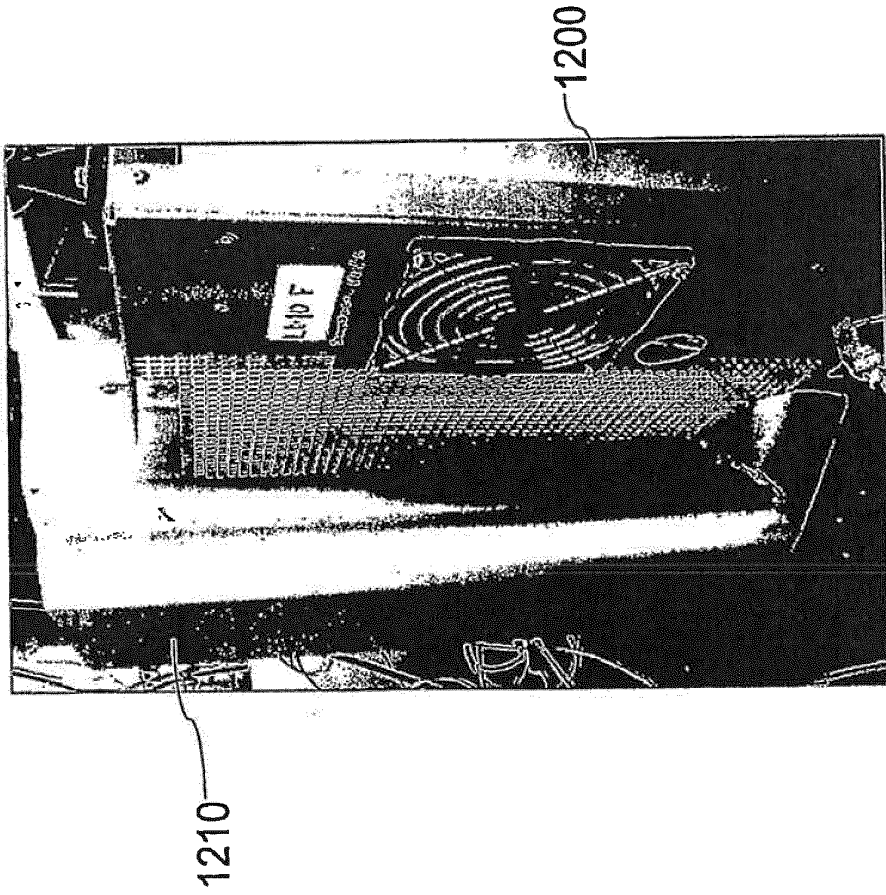


FIG. 11



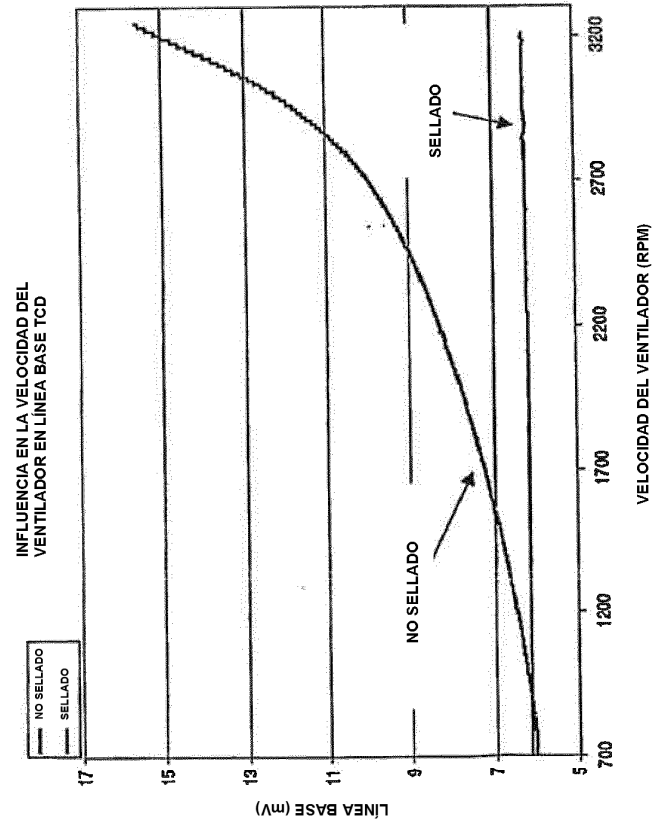


FIG. 13

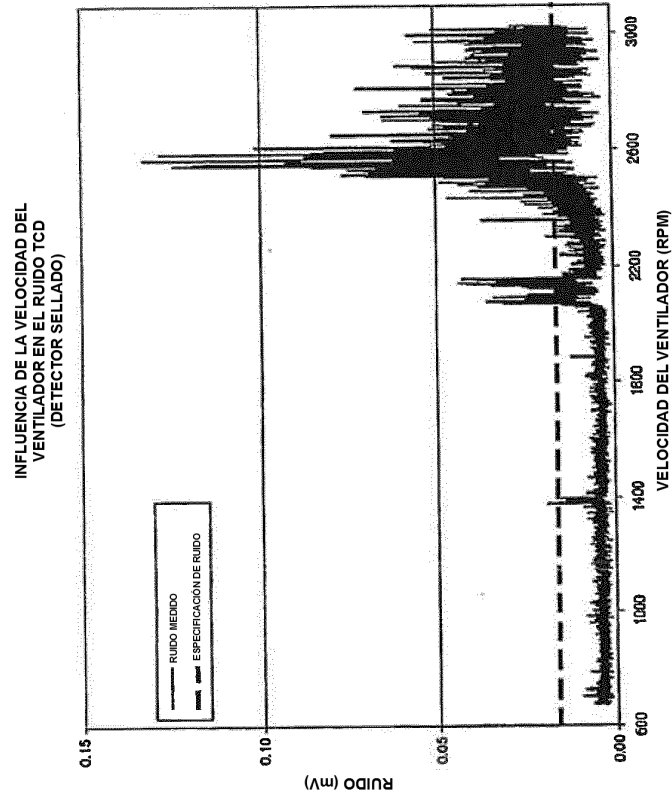


FIG. 14

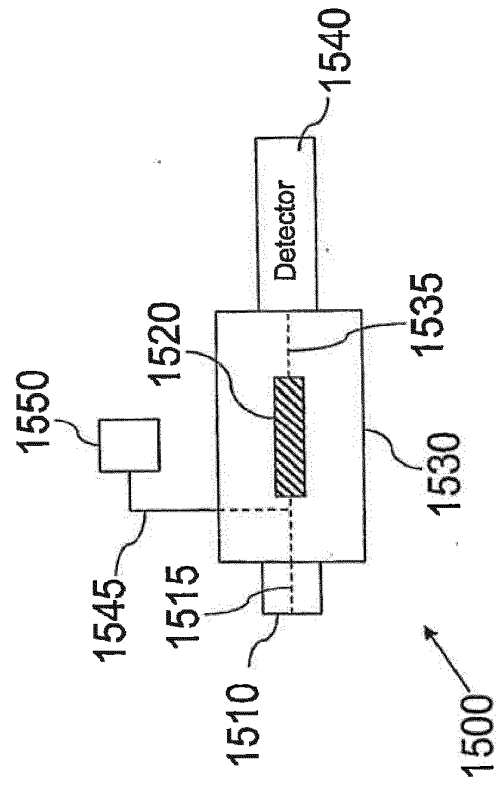


FIG. 15

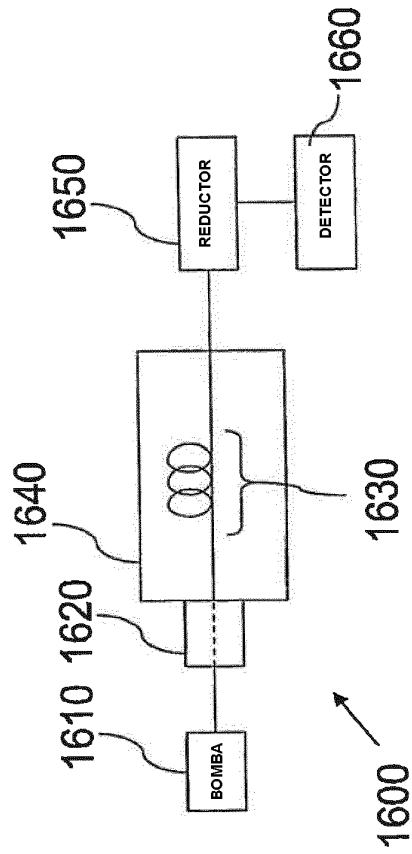


FIG. 16

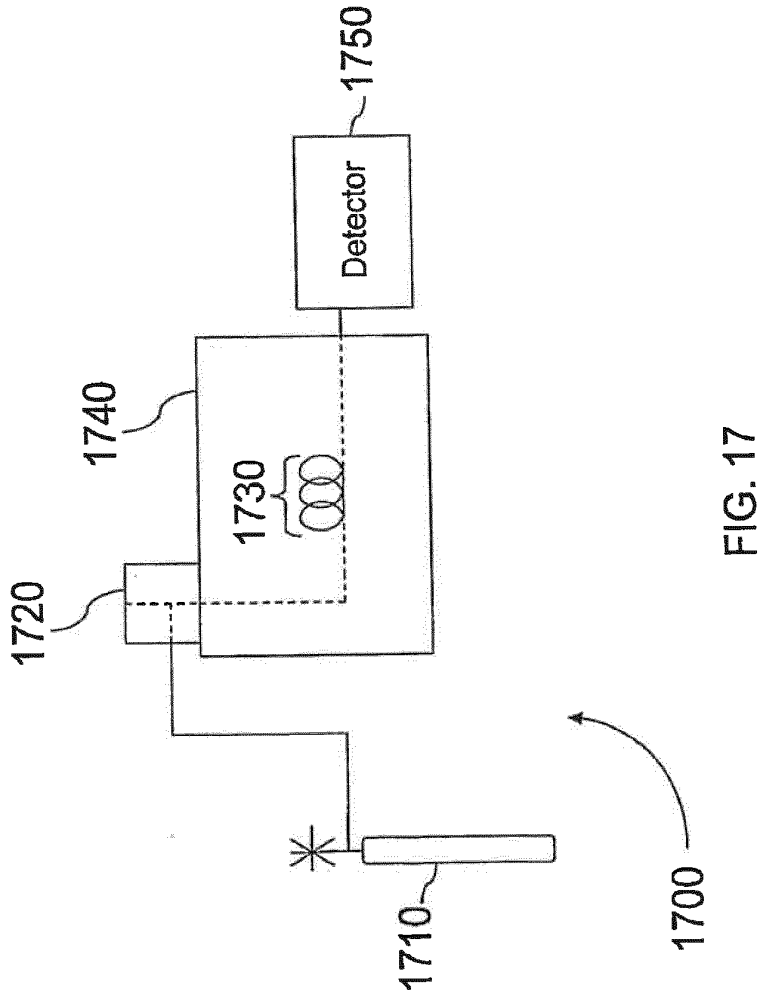


FIG. 17

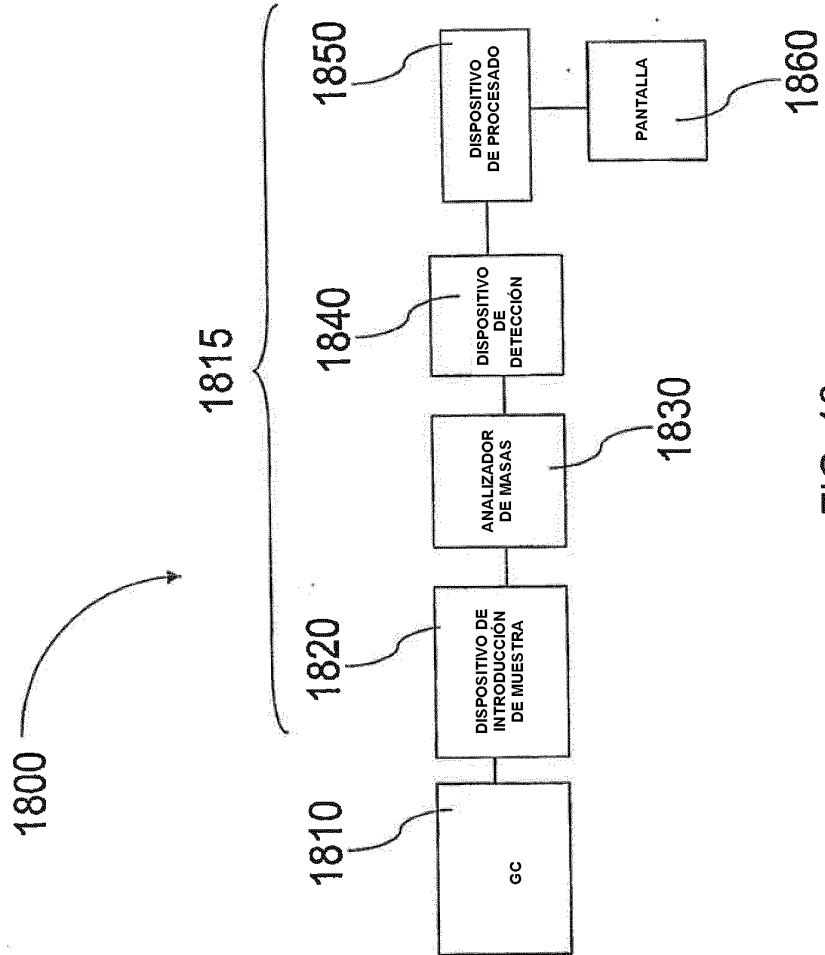


FIG. 18

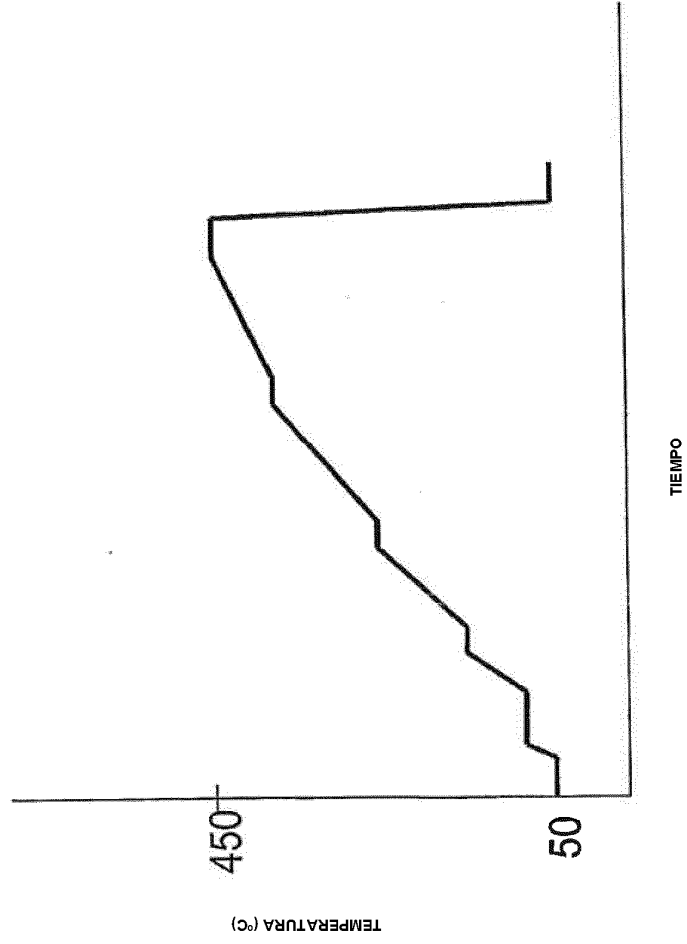


FIG. 19

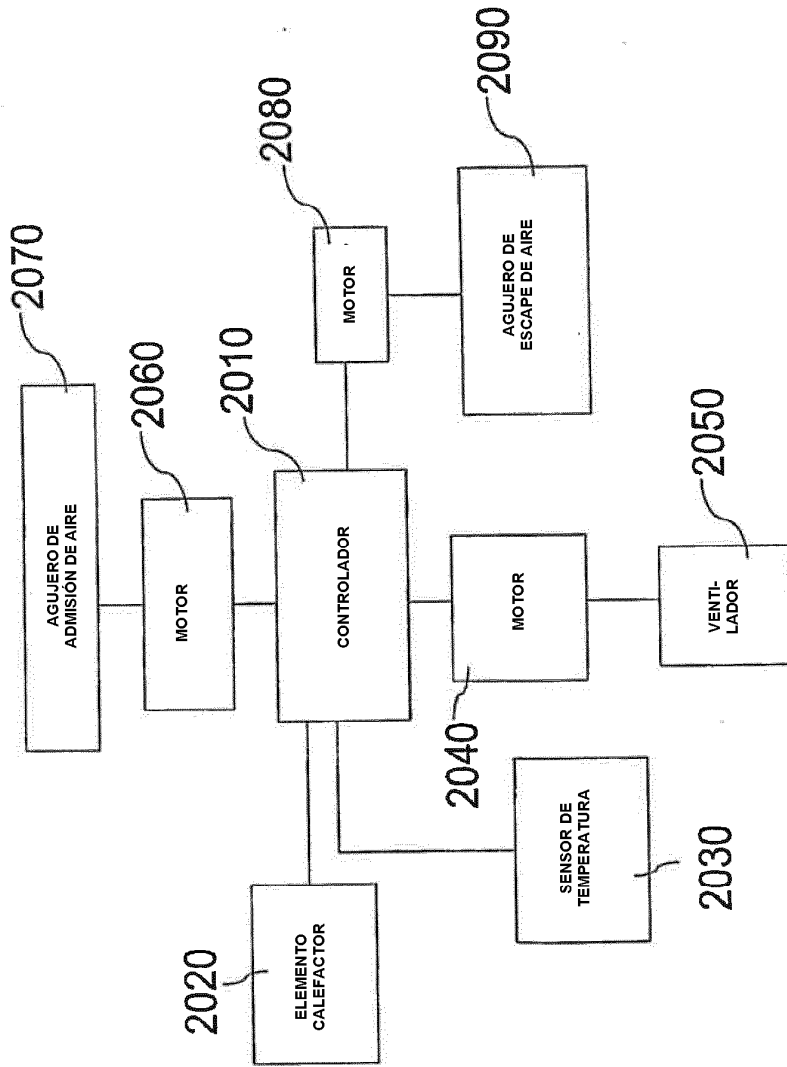


FIG. 20

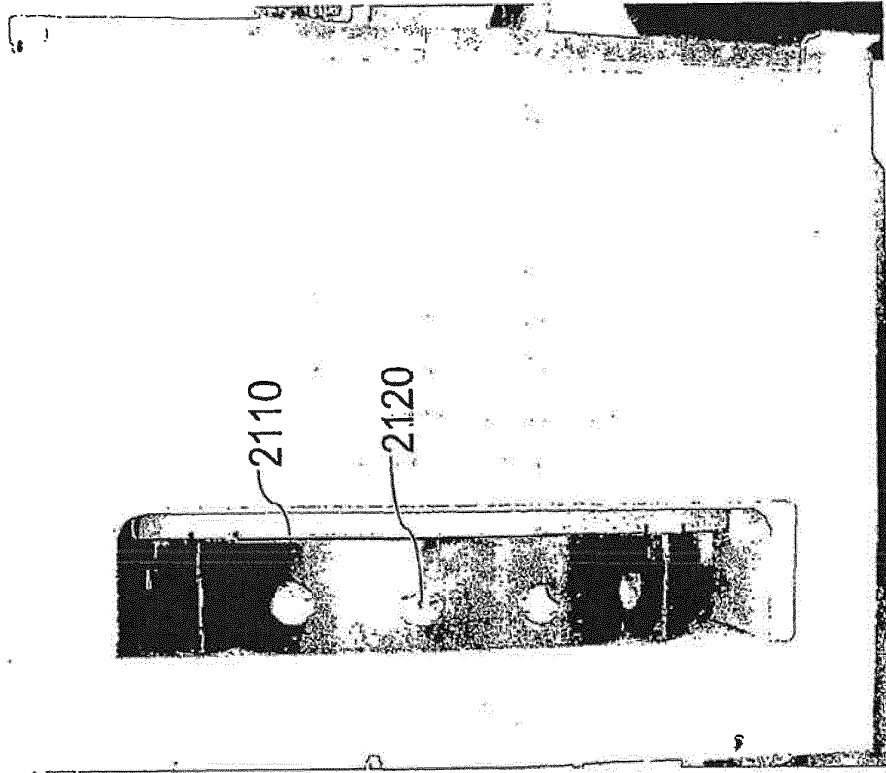
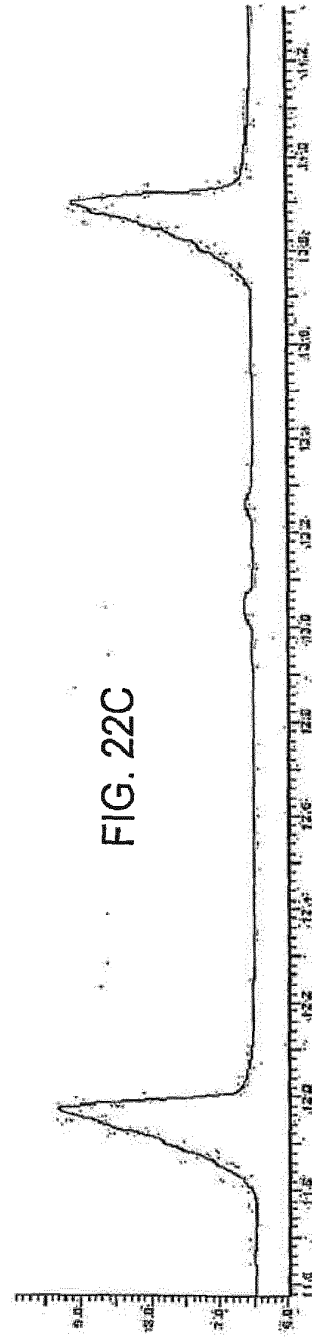
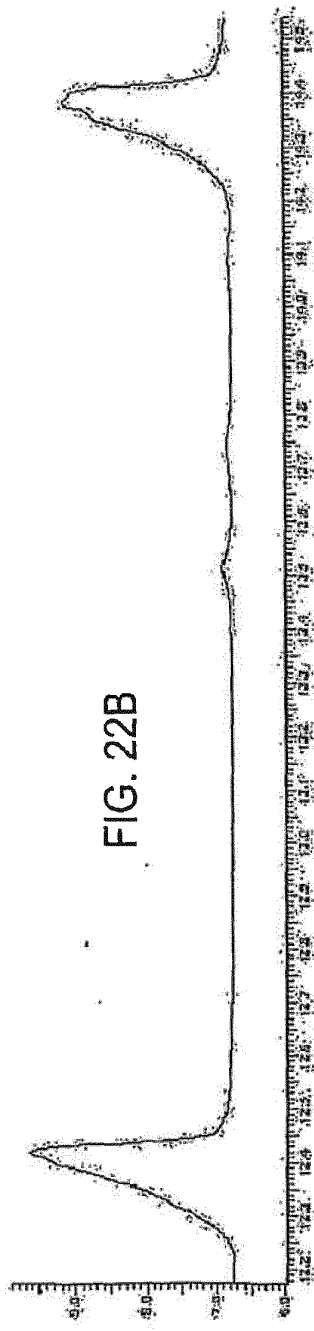
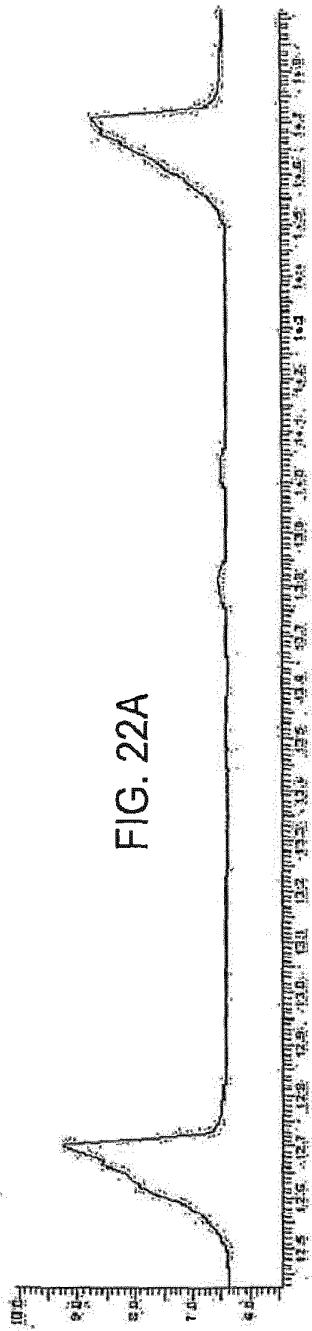
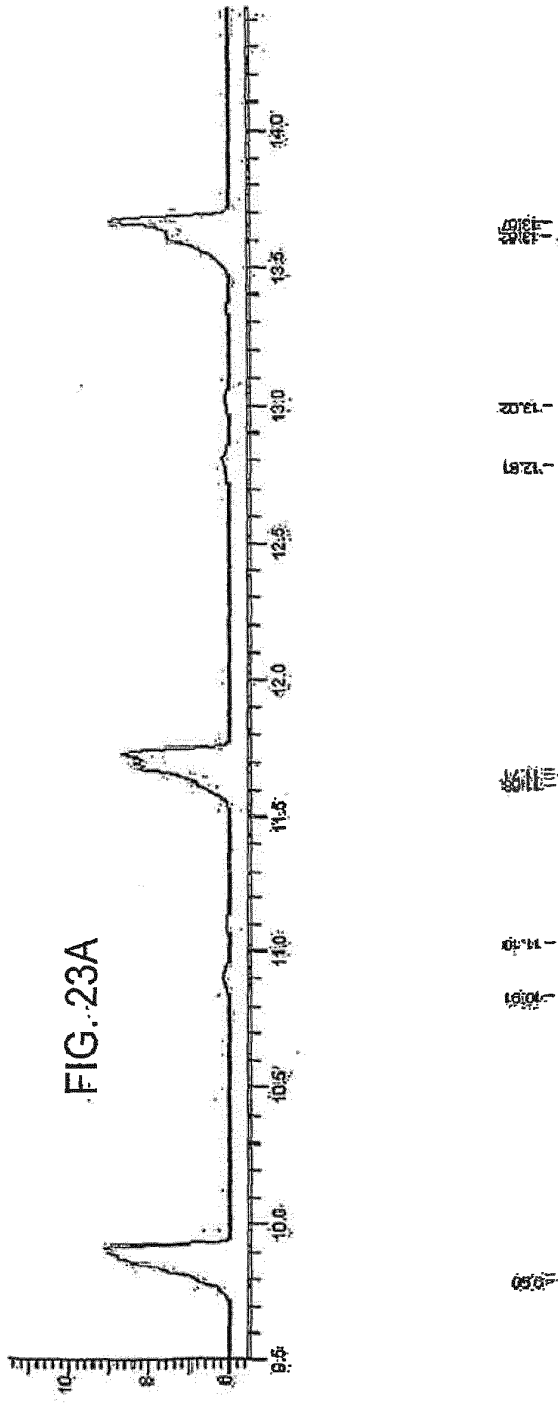


FIG. 21





13.51

13.02

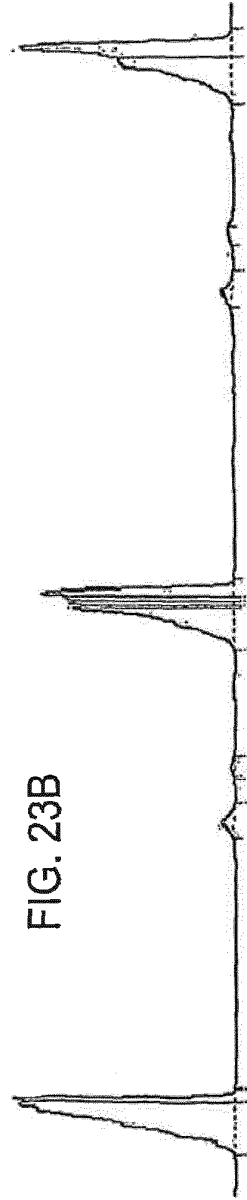
12.61

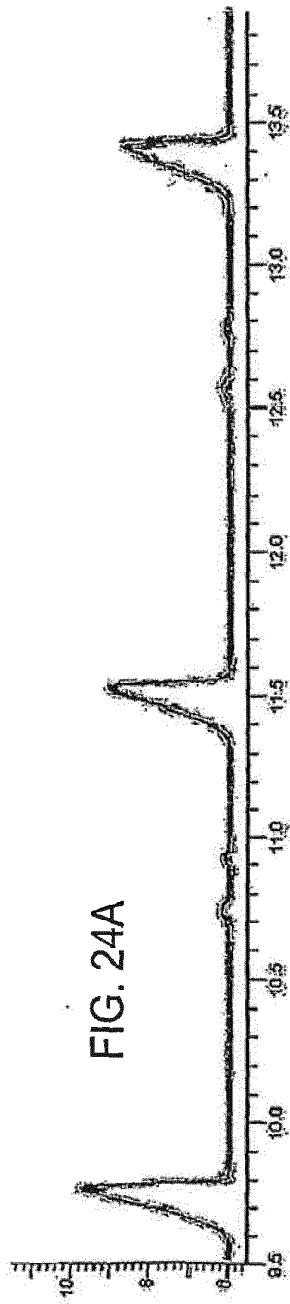
11.51

11.10

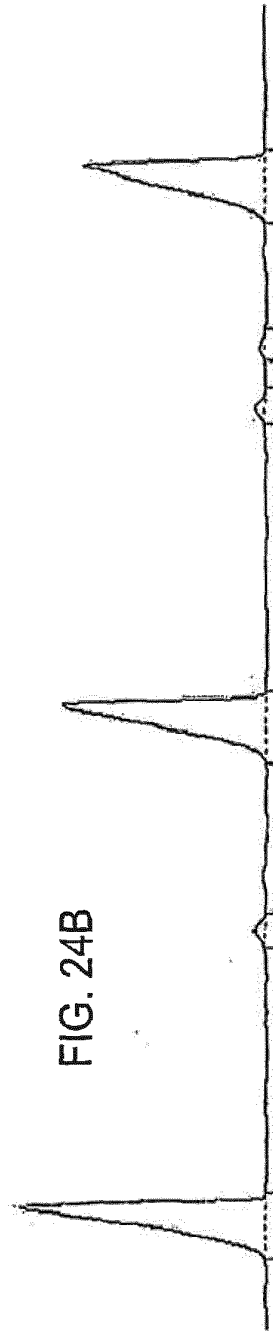
10.91

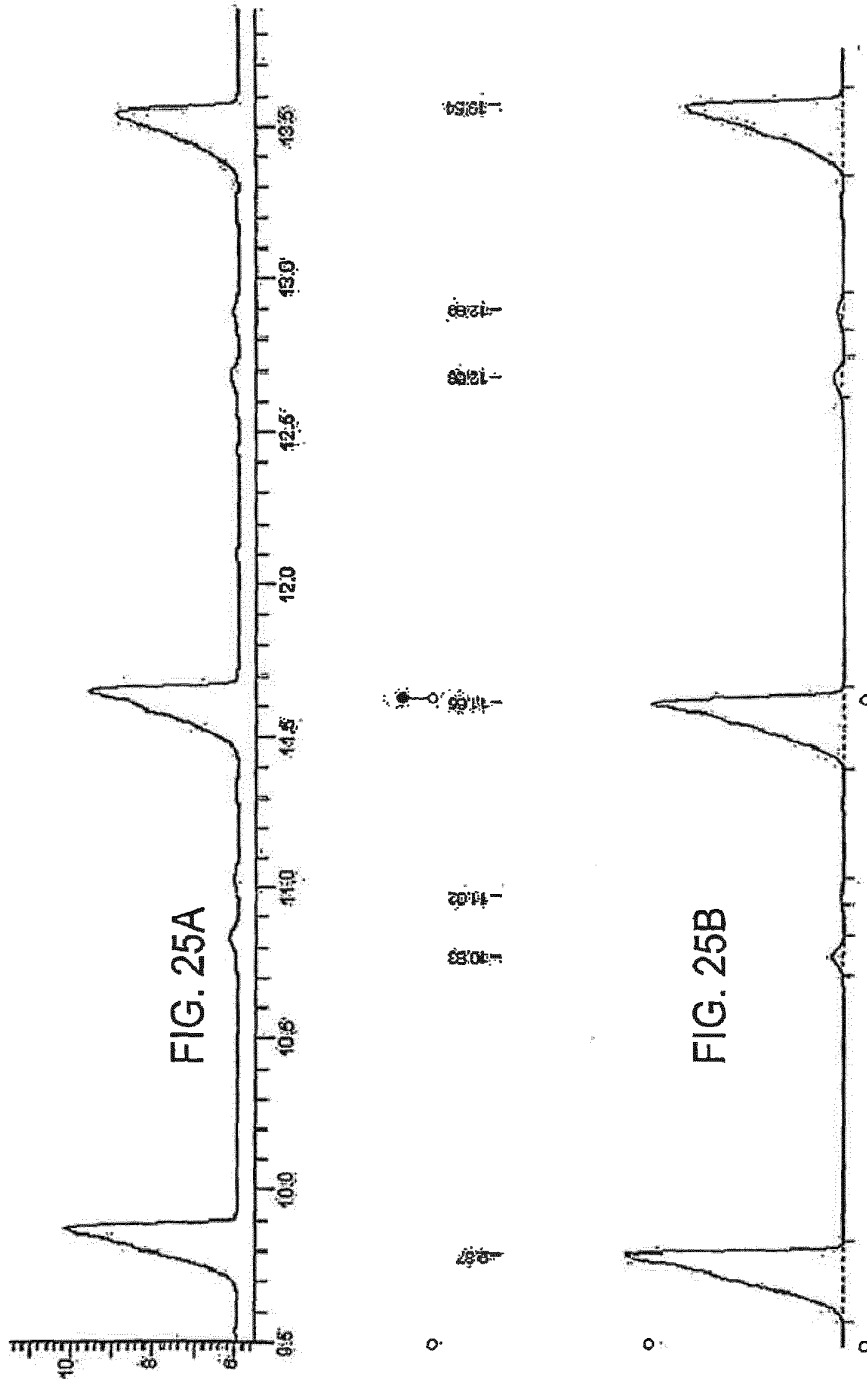
10.50





10.77
10.73
11.25
12.57
12.77
13.22





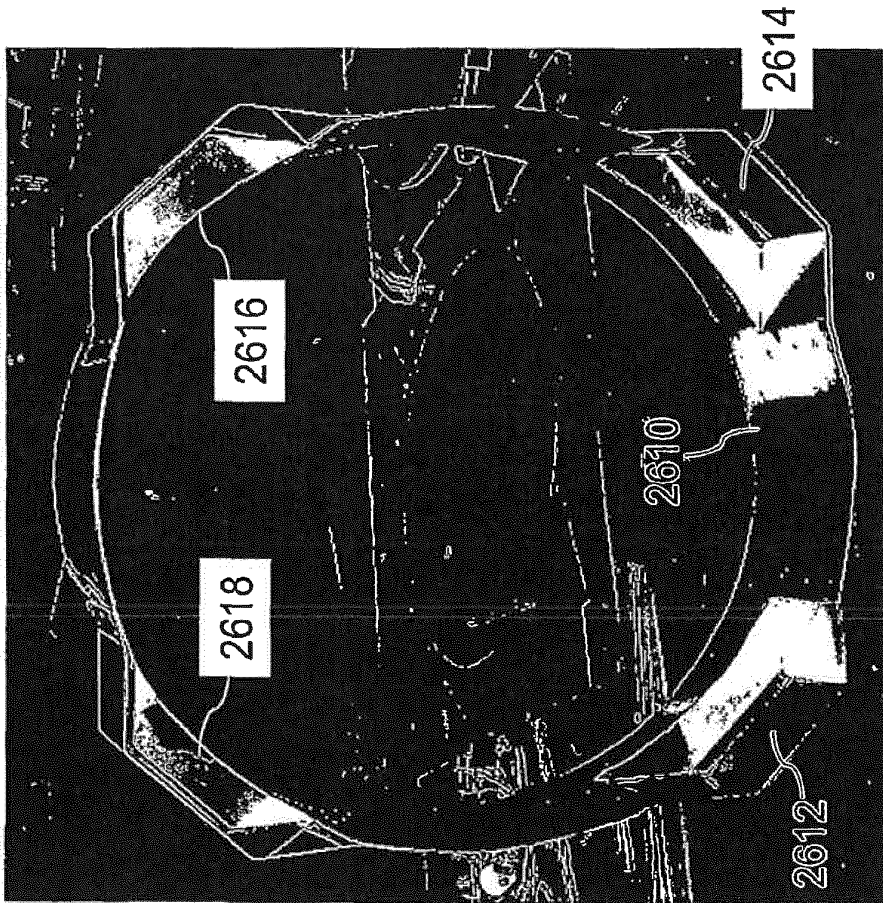


FIG. 26

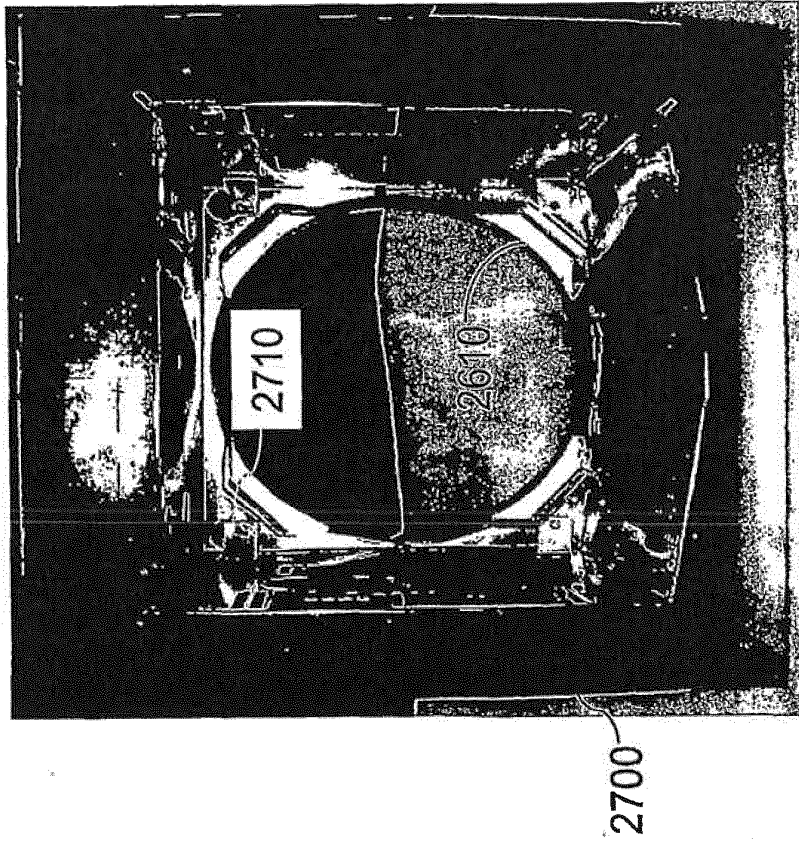


FIG. 27

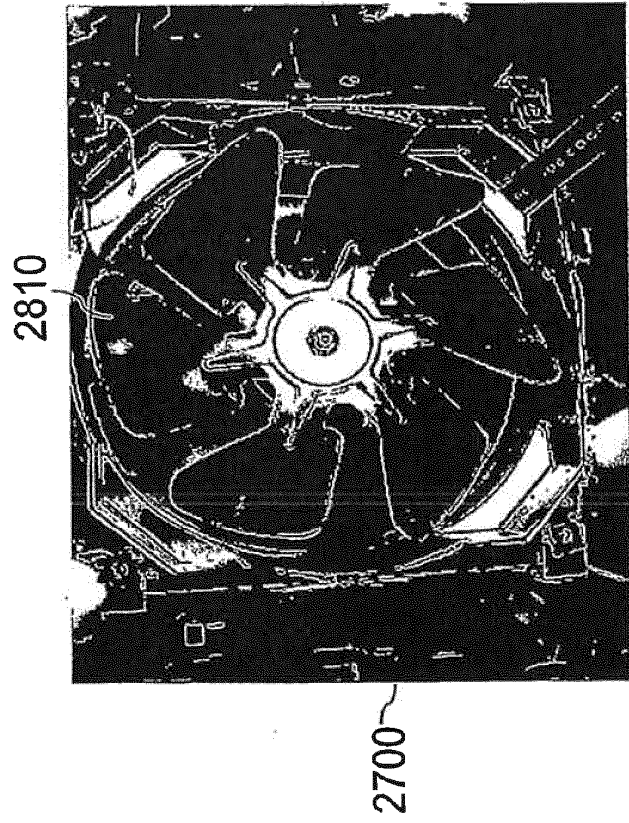


FIG. 28

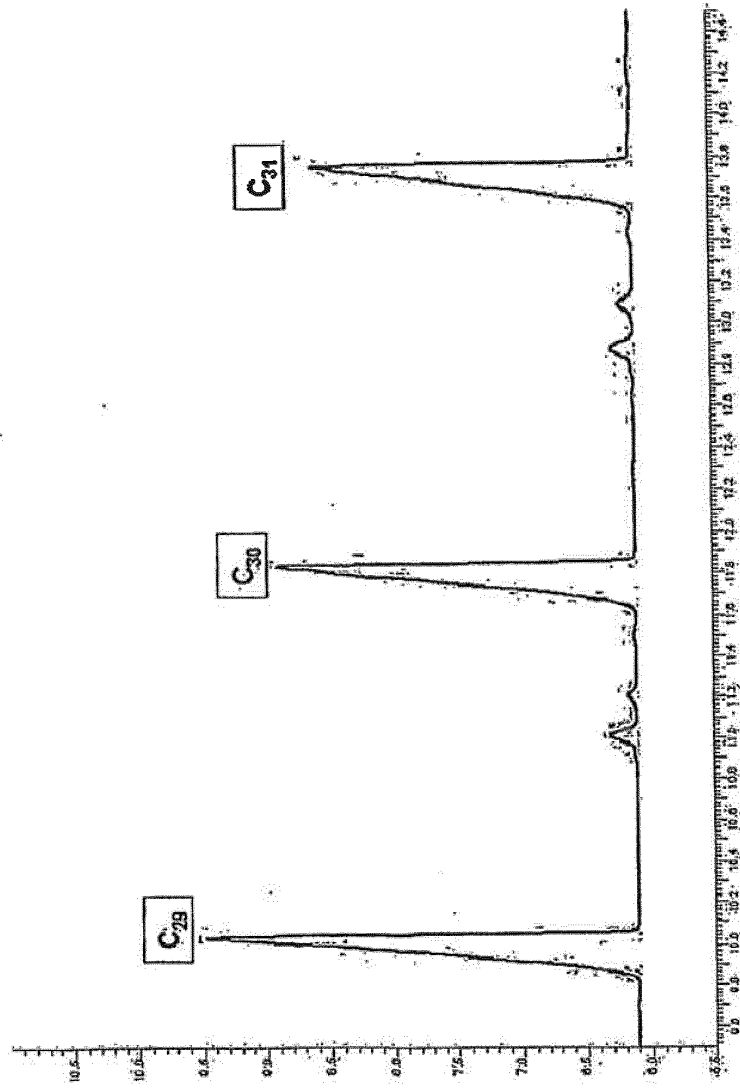


FIG. 29A

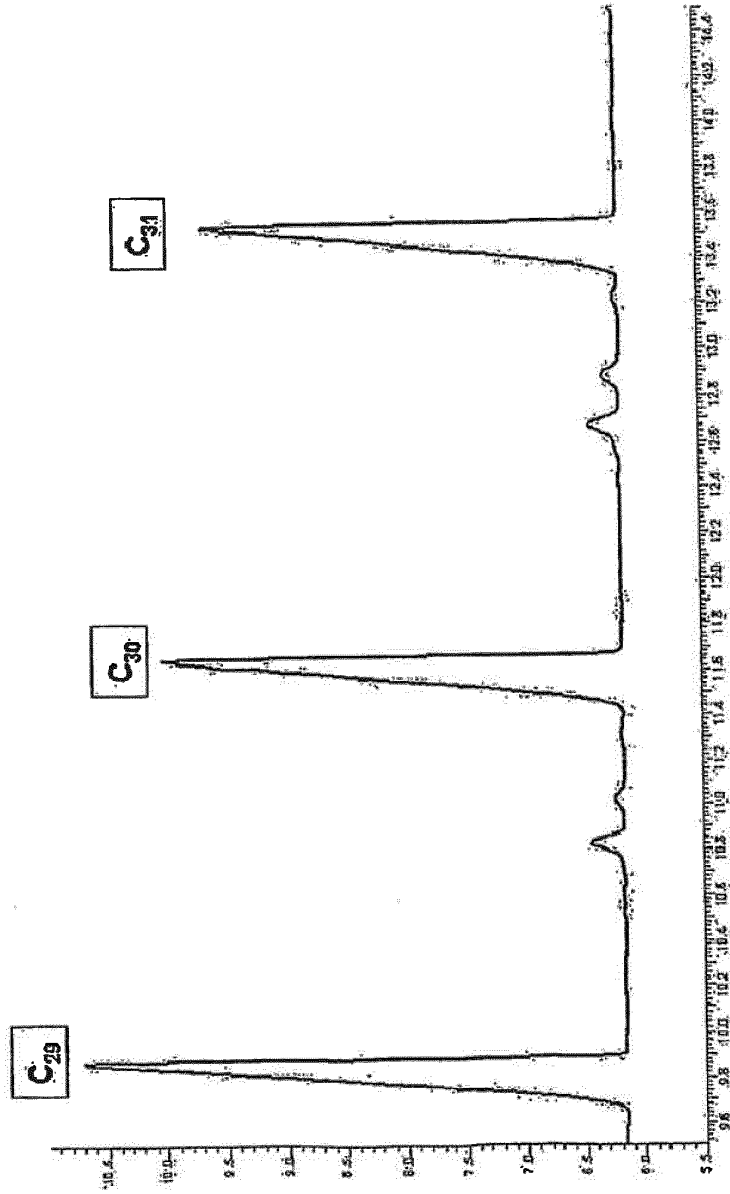


FIG. 29B

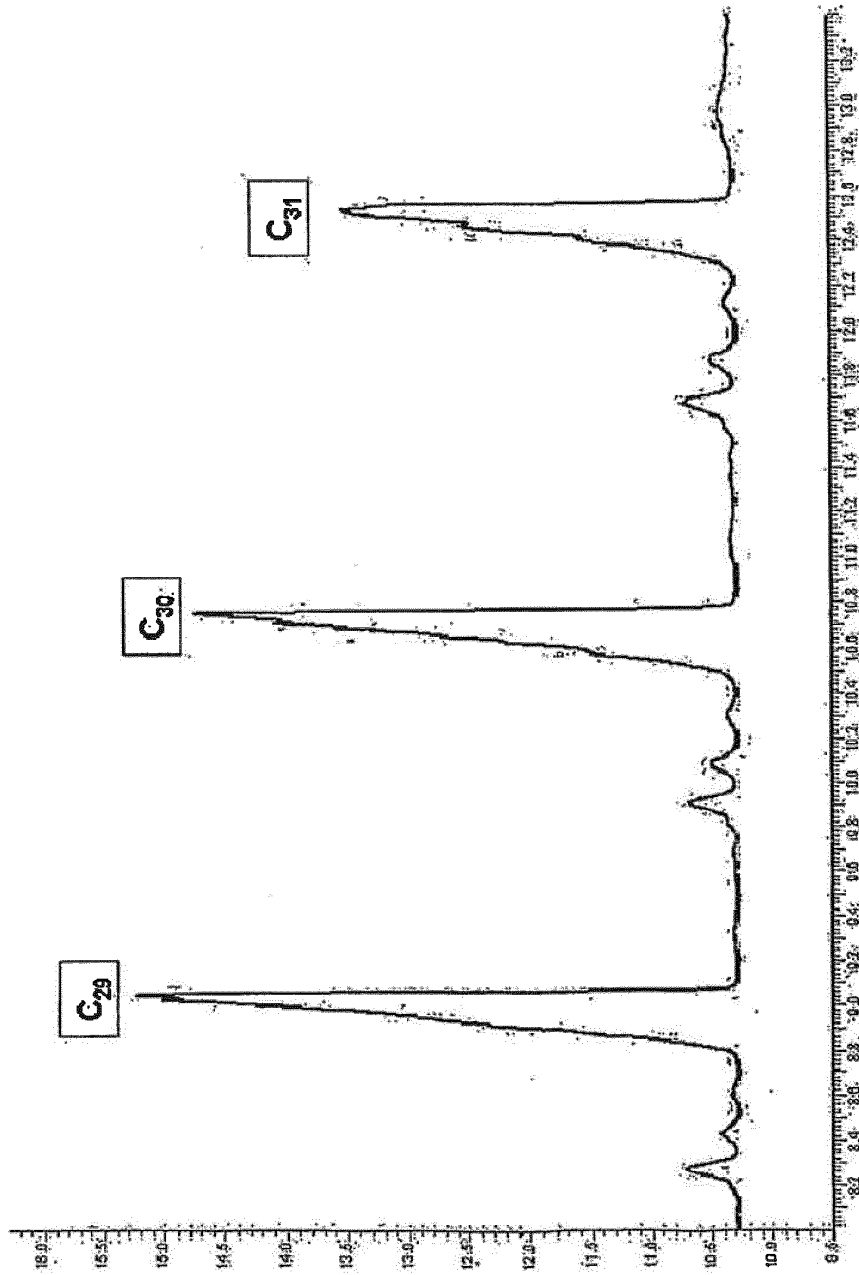


FIG. 29C