

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **036167**

(13) **B1**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ

(45) Дата публикации и выдачи патента
2020.10.08

(51) Int. Cl. **G01N 30/42** (2006.01)
B01D 15/18 (2006.01)

(21) Номер заявки
201890621

(22) Дата подачи заявки
2016.09.13

(54) ЭКСТРАКЦИОННАЯ ЯЧЕЙКА ДЛЯ ЦЕНТРОБЕЖНОГО РАЗДЕЛИТЕЛЬНОГО ХРОМАТОГРАФА, ЦЕНТРОБЕЖНЫЙ РАЗДЕЛИТЕЛЬНЫЙ ХРОМАТОГРАФ, СОДЕРЖАЩИЙ ТАКУЮ ЯЧЕЙКУ, И СПОСОБ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ТАКОЙ ЭКСТРАКЦИОННОЙ ЯЧЕЙКИ

(31) **P1500393**

(32) **2015.09.01**

(33) **HU**

(43) **2018.07.31**

(86) **PCT/HU2016/050042**

(87) **WO 2017/037489 2017.03.09**

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
**РОТАХРОМ ТЕХНОЛОГИИ И КФТ.
(HU)**

(72) Изобретатель:
Лорантфи Ласло, Немет Ласло (HU)

(74) Представитель:
Носырева Е.Л. (RU)

(56) **US-A1-2004173534**
US-A-4422941

RODOLPHE MARGRAFFA ET AL.:
"Partitron 25, a MultiPurpose Industrial Centrifugal Partition Chromatograph: Rotor Design and Preliminary Results on Efficiency and Stationary Phase Retention", **JOURNAL OF LIQUID CHROMATOGRAPHY AND RELATED TECHNOLOGIES**, MONTICELLO, NY, US, vol. 28, no. 12-13, 31 August 2004 (2004-08-31), pages 1893-1902, XP009168822, ISSN: 1082-6076, DOI:10.1081/JLC-200063539, the whole document

CN-A5-655577

US-A-3853765

FR-A1-2883770

MARCHAL L. ET AL.: "Mass transport and flow regimes in centrifugal partition chromatography", **AICHE JOURNAL**, JOHN WILEY & SONS, INC, US, vol. 48, no. 8, 1 August 2002 (2002-08-01), pages 1692-1704, XP002469489, ISSN: 0001-1541, DOI:10.1002/AIC.690480811, the whole document
CN-U-202631489

(57) Объект изобретения относится к экстракционной ячейке для центробежного разделительного хроматографа, причем экстракционная ячейка содержит экстракционную камеру, ограниченную стенками ячейки, и вмещает неподвижную жидкую фазу, и она содержит отверстие для впуска жидкости и отверстие для выпуска жидкости, служащие для впуска и выпуска подвижной жидкой фазы, течение которой обеспечено через экстракционную ячейку. Сущность экстракционной ячейки в том, что она содержит экстракционную камеру, образованную в виде тела трубчатой формы, и пробку для впуска жидкости, которая содержит отверстие для впуска жидкости, и пробку для выпуска жидкости, которая содержит отверстие для выпуска жидкости, которые могут быть присоединены к экстракционной камере. Объект изобретения также относится к центробежному разделительному хроматографу, содержащему такую экстракционную ячейку, и к способу изготовления такой экстракционной ячейки.

036167 B1

036167 B1

Объект изобретения относится к экстракционной ячейке для центробежного разделительного хроматографа, причем экстракционная ячейка содержит экстракционную камеру, ограниченную стенками ячейки, и содержит отверстие для впуска жидкости и отверстие для выпуска жидкости, и при этом вставка, через которую могут проходить жидкости, расположена в экстракционной камере между отверстием для впуска жидкости и отверстием для выпуска жидкости.

Объект изобретения также относится к центробежному разделительному хроматографу, содержащему такую экстракционную ячейку.

Объект изобретения также относится к способу обеспечения такой экстракционной ячейки.

Хроматография является общим названием для способов разделения смесей на основе многостадийных, высокоэффективных, квазиравновесных процессов, которая на сегодняшний день среди технологических способов разделения стала одним из наиболее часто применяемых аналитических способов. Области применения включают фармацевтический анализ, пищевую промышленность, токсикологию и тесты для анализа окружающей среды.

Принцип процедуры заключается в том, что компоненты в смеси, подлежащие разделению, распределяются в различных пропорциях между неподвижной фазой и подвижной фазой (элюентом), текущей через неподвижную фазу в определенном направлении. Применяя данный способ, молекулы, ионы компонентов можно селективно отделить друг от друга из растворов со сложными составами. Разделение возможно за счет того, что индивидуальные компоненты перемещаются с различными скоростями при течении подвижной фазы. Данная скорость зависит от степени взаимодействия между компонентом и неподвижной фазой. Таким образом, компоненты смеси перемещаются с различными скоростями, поскольку их распределение между неподвижной фазой и подвижной фазой, другими словами их коэффициент разделения, является разным.

В ходе центробежной разделительной хроматографии неподвижную жидкую фазу удерживают на месте с помощью сильного поля центробежных сил. В данной методике, как видно на структурной схеме, на фиг. 1а, хроматограф содержит систему 102 для закачивания жидкости, служащую для подачи подвижной фазы 30т, блок подачи образца, служащий для подачи смеси 106 веществ, подлежащей разделению, ротор 24, который вращается вокруг оси, детектор 110 и систему 112 сбора фракций. Продукт 114 выходит из системы в виде конечного результата процесса разделения, который предпочтительно содержит один компонент смеси 106. В роторе 24 сеть последовательно соединенных экстракционных ячеек 10, соединенных друг с другом с помощью соединительных трубок 18, обеспечивающих жидкостное соединение, вращается вокруг оси ротора 24. Процесс разделения происходит в каскаде последовательно соединенных экстракционных ячеек, содержащих отверстия для впуска и выпуска, которые вращаются вокруг общей оси при заданной скорости. В результате закачивания подвижная фаза входит в ячейку, содержащую неподвижную фазу, через отверстие для впуска и распадается на мелкие капли. Равнодействующая центробежной силы и подъемной силы будет воздействовать на мелкие капли подвижной фазы, вследствие чего капли будут течь через неподвижную фазу. Две фазы вступают в контакт друг с другом на большой площади поверхности в ячейке. Возле отверстия для выпуска две фазы отделяют друг от друга, и подвижная фаза выходит из ячейки.

Сила Кориолиса появляется в системе отсчета ячеек вследствие вращения, в результате чего путь подвижной фазы отклоняется в сторону. С применением способов для моделирования жидкостей можно показать, что сила Кориолиса уменьшает эффективность смешивания двух фаз, поскольку отклоненные в сторону капли стекают по боковой стенке, таким образом уменьшая контактную поверхность раздела фаз. Сила Кориолиса вызывает круговое течение и повторное смешивание в ячейке, что является фактором значительного ухудшения свойств с точки зрения разделения (см. фиг. 1б).

В литературе можно найти различные способы изготовления экстракционных ячеек. Центробежный разделительный хроматограф Partitron, защищенный патентом с регистрационным номером US 6913692, состоит из титанового цилиндра, в котором экстракционные ячейки и каналы, соединяющие их, образованы с помощью фрезерования. Необходима особая установка для CNC-фрезерования, поскольку устройство фрезеруют внутри и снаружи из одного цилиндра из сплава титана. Применяемый сплав титана является очень дорогим, и во время механической обработки большая часть цилиндра идет в отходы. Таким образом, изготовление устройства является дорогим и приводит к большому количеству отходов. Фрезерованные каналы и ячейки соединены с помощью покрывающих пластин с применяемыми между ними плоскими уплотнениями. Материал плоских уплотнений в соответствии с описанием представляет собой фторэластомер (Viton), который, однако, плохо переносит органические растворители, применяемые для чистки устройства. Когда их приводят в контакт с ними, они набухают, становятся мягче и их герметизирующие свойства ухудшаются.

В патентном документе с регистрационным номером US 4968428 представлен хроматограф со сложенными друг на друге пластинами, в котором сеть ячеек и каналов выполняют в пластине из нержавеющей стали. Герметизирующие пластины из тефлона находятся между пластинами из нержавеющей стали, которые проколоты в местах, где должно происходить течение между пластинами. Наибольшим недостатком конструкции является то, что соотношение полезного объема по сравнению с общей массой устройства является очень низким, и механическая обработка является дорогой, поскольку во время ме-

ханической обработки образуется большое количество отходов. Дополнительным недостатком конструкции с пластинами является то, что вследствие применения герметичных уплотнений из тефлона его сопротивление давлению является низким, и после некоторого времени пластины из тефлона становятся деформированными, таким образом уменьшая герметичность под давлением. С целью отлично очистить устройство, его необходимо полностью разобрать, что является сложным и возможно только с помощью прессы.

Цель изобретения заключается в обеспечении экстракционной ячейки, центробежного разделительного хроматографа, содержащего такую экстракционную ячейку, и способа изготовления такой экстракционной ячейки, который не имеет недостатков решений в соответствии с уровнем техники, другими словами, способный обеспечить экстракционную ячейку с низкими затратами, в которой влияние возникающей силы Кориолиса можно эффективным образом уменьшить. Цель настоящего изобретения также заключается в обеспечении экстракционной ячейки, которая может быть изготовлена таким образом, чтобы вызвать меньшее количество отходов, чем решения в соответствии с уровнем техники.

Настоящее изобретение основано на выявлении того, что экстракционная ячейка может быть изготовлена с помощью экстракционной камеры в виде тела трубчатой формы, и пробки для выпуска жидкости, и пробки для выпуска жидкости, соединенных с ее концами, во время изготовления которых образуется меньшее количество отходов и соотношение полезного внутреннего объема/массы значительно больше по сравнению с решениями в соответствии с уровнем техники.

Также было обнаружено, что вставка, через которую жидкость может протекать, может быть расположена в экстракционной ячейке, что эффективным образом уменьшает нежелательное круговое течение в ячейке, вызванное силой Кориолиса, и струя жидкости подвижной фазы, входящей в ячейку, может эффективным образом распадаться на капли при ударе о вставку, вследствие чего граница раздела между двумя фазами увеличивается.

Проблему решали в соответствии с настоящим изобретением с помощью экстракционной ячейки по п.1 формулы изобретения.

Проблему, установленную для настоящего изобретения, также решали с помощью центробежного разделительного хроматографа по п.12 формулы изобретения.

Отдельные предпочтительные варианты осуществления настоящего изобретения указаны в зависимых пунктах формулы изобретения.

Подробности настоящего изобретения представлены в связи с вариантами осуществления с помощью графических материалов. На прилагаемых графических материалах

на фиг. 1а показана общая структурная схема иллюстративного варианта осуществления центробежного разделительного хроматографа;

на фиг. 1b представлено изображение моделирования течения жидкости в экстракционной ячейке, не содержащей вставки, которое иллюстрирует вредное влияние повторного смешивания под действием силы Кориолиса в ячейке;

на фиг. 2а показано общее изображение продольного сечения, иллюстрирующее предпочтительный вариант осуществления экстракционной камеры трубчатой формы экстракционной ячейки в соответствии с настоящим изобретением;

на фиг. 2b - общее изображение поперечного сечения экстракционной камеры трубчатой формы экстракционной ячейки в соответствии с фиг. 2а;

на фиг. 3 представлено изображение моделирования течения жидкости в экстракционной ячейке, содержащей вставку, в соответствии с настоящим изобретением;

на фиг. 4а показано продольное сечение предпочтительного варианта осуществления пробки для выпуска жидкости в соответствии с настоящим изобретением;

на фиг. 4b - поперечное сечение предпочтительного варианта осуществления пробки для выпуска жидкости в соответствии с фиг. 4а;

на фиг. 5а - продольное сечение предпочтительного варианта осуществления пробки для выпуска жидкости в соответствии с настоящим изобретением;

на фиг. 5b - поперечное сечение пробки для выпуска жидкости в соответствии с фиг. 5а;

на фиг. 6а - продольное сечение другого предпочтительного варианта осуществления пробки для выпуска жидкости в соответствии с настоящим изобретением;

на фиг. 6b - поперечное сечение предпочтительного варианта осуществления усеченного конического элемента в соответствии с фиг. 6а;

на фиг. 7 - продольное сечение другого предпочтительного варианта осуществления пробки для выпуска жидкости в соответствии с настоящим изобретением;

на фиг. 8 - схематическое изображение модуля, содержащего экстракционные ячейки в соответствии с настоящим изобретением;

на фиг. 9 - схематическое изображение ротора, содержащего модуль, представленный на фиг. 9.

На фиг. 2а и 2b показаны общие продольное и поперечное сечения, иллюстрирующие предпочтительный вариант осуществления экстракционной камеры 12 трубчатой формы экстракционной ячейки 10 в соответствии с настоящим изобретением.

Экстракционная ячейка 10 содержит экстракционную камеру 12, ограниченную стенкой 12с ячейки, и вмещает неподвижную жидкую фазу 30а, и на ее противоположных сторонах она содержит отверстие 13b для впуска жидкости и отверстие 13k для выпуска жидкости, служащие для впуска и выпуска подвижной жидкой фазы 30m, течение которой обеспечено через экстракционную ячейку 10. Материал стенки 12с ячейки, ограничивающей экстракционную камеру 12, предпочтительно представляет собой нержавеющую сталь, но другие материалы также возможны, такие как сплав титана, алюминий, РЕЕК (полиэфирэфиркетон), тефлон и т.д.

В случае предпочтительного варианта осуществления экстракционная камера 12 сконструирована в виде тела трубчатой формы. Данный вариант осуществления экстракционной камеры 12 предпочтительно изготовлен с применением безотходной технологии производства, такой как 3D-печать, или литье под давлением, или литье металлов. РЕЕК предпочтительно применяют в 3D-печати, но, разумеется, другие материалы также можно применять, как известно специалисту в данной области техники.

Вставка 14, через которую может проходить жидкость, расположена в экстракционной камере 12 в соответствии с настоящим изобретением между отверстием 13b для впуска жидкости и отверстием 13k для выпуска жидкости. В контексте настоящего изобретения вставка 14, через которую может проходить жидкость, означает вставку, которая имеет внутренние проходы, через которые жидкости способны протекать через вставку 14. Средний диаметр внутренних проходов вставки 14, другими словами, средний диаметр их поперечного сечения в 1-30 раз, более предпочтительно в 1-20 раз и еще более предпочтительно в 4-10 раз больше среднего диаметра капель подвижной фазы 30m, образованных при обеспечении течения подвижной фазы 30m в неподвижной фазе 30а. Поперечное сечение внутренних проходов не обязательно является круглым. Они могут быть квадратными, прямоугольными, треугольными или любой другой плоской фигурой неправильной формы. В данном случае средний диаметр можно рассматривать как диаметр круга с площадью, равной площади плоской фигуры.

В случае предпочтительного варианта осуществления вставка 14 содержит один или более элементов, через которые может проходить жидкость, выбранных из следующей группы: намотанная сеть, изготовленная из металлической проволоки, волокнистый тканый текстильный материал, стекловата, стальная вата, хотя можно также применять другие материалы, как очевидно для специалиста в данной области техники. В данном случае вставка 14 может быть прикреплена к стенке 12с ячейки, например, путем приклеивания, пайки, сварки или с помощью других способов механического прикрепления. В случае другого иллюстративного варианта осуществления отверстием 13b для впуска жидкости и отверстием 13k для выпуска жидкости придают такие размеры, чтобы вставка не могла пройти, и за счет этого нет необходимости закреплять вставку 14 внутри экстракционной камеры 12.

Относительно ее структуры вставка 14 может характеризоваться нерегулярной структурой (стекловата, стальная вата), регулярной структурой (металлическая проволока, металлическая сетка) или представлять собой вставку из сыпучего материала. Последнее можно осуществить путем применения гранулята, сфер и/или других гранулированных материалов.

В случае особенно предпочтительного варианта осуществления с экстракционной ячейкой 10 в ее положении в центробежном разделительном хроматографе 20 вставка 14 выбрана таким образом, чтобы уменьшить влияние силы Кориолиса, возникающей в экстракционной ячейке 10 при эксплуатации.

При обеспечении вставки 14, через которую может проходить жидкость, экстракционную ячейку 10 заполняют неподвижной жидкой фазой 30а, затем обеспечивают течение подвижной жидкой фазы 30m через неподвижную фазу 30а таким образом, что подвижная фаза 30m распадается на капли, когда она проникает в неподвижную фазу 30а. После этого определяют средний диаметр капель подвижной фазы 30m, проникающей в неподвижную фазу 30а и распадающейся на капли. Это могут осуществлять, например, с помощью эксперимента на основе записанного изображения внутренней части экстракционной ячейки или теоретически с помощью формулы. В приведенном случае капли также могут характеризоваться неправильной формой, в таком случае диаметр капли можно определить как такой же диаметр, что и диаметр сферы с таким же объемом, как и капля. В случае предпочтительного варианта осуществления средний диаметр капель подвижной фазы определяют на основе закона Стокса. Во время этого капли внутри экстракционной ячейки 10 рассматривают как сферические, средний диаметр d которых можно рассчитать с хорошим приближением с применением следующей формулы:

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

где v представляет собой скорость подвижной фазы 30m, проникающей в неподвижную фазу 30а, по сравнению с неподвижной фазой 30а;

η представляет собой вязкость неподвижной фазы 30а;

$\Delta\rho$ представляет собой абсолютное значение разности плотности между неподвижной фазой 30а и подвижной фазой 30m;

ω представляет собой угловую скорость вращения экстракционной ячейки 10; и

R представляет собой расстояние от экстракционной ячейки 10 до оси вращения.

Разумеется, можно применять другие взаимоотношения для расчета среднего диаметра капель по-

мимо вышеуказанной формулы, как очевидно специалисту в данной области техники.

Путем применения полученной информации про средний диаметр капель обеспечена вставка 14, через которую может проходить жидкость, которая содержит внутренние проходы, и при этом средний диаметр проходов в 1-30 раз, предпочтительно в 1-20 раз, еще более предпочтительно в 4-10 раз больше среднего диаметра капель.

В случае предпочтительного варианта осуществления обеспечена вставка 14 такого размера, что ее объем составляет 1-30%, предпочтительно 1-20%, еще более предпочтительно 2-20% от объема экстракционной ячейки 10. Объем, который вставка 14 заполняет в контексте настоящего изобретения, представляет собой соотношение чистого объема вставки 14 и внутреннего объема экстракционной ячейки 10, где чистый объем вставки 14 равен объему жидкости, который полностью погруженная вставка 14 выталкивает из полностью заполненной емкости.

Представленная выше вставка 14 может быть изготовлена, например, из намотанной сети из металлической проволоки, волокнистого тканого текстильного материала, стекловаты, стальной ваты и из подобных продуктов или их комбинации.

В результате влияния вставки 14 круговое течение подвижной жидкой фазы 30m, входящей в экстракционную камеру 12, уменьшается, при этом из-за ее вязкости необходимо большое значение силы для того, чтобы она прошла через внутренние проходы вставки 14, что представляет собой тормозное сопротивление течению. Данное тормозное сопротивление всегда направлено в противоположную сторону от направления перемещения жидкости, и его величина сравнима или в данном случае больше, чем величина силы Кориолиса, возникающей в экстракционной ячейке 10, и таким образом оно уменьшает или полностью подавляет ее влияние. Поскольку движение подвижной фазы 30m обусловлено разностью между центробежной силой и подъемной силой, где равнодействующая сила больше, чем сила Кориолиса, подвижная фаза 30m, входящая в отверстие 13b для впуска жидкости, может продолжать течь через экстракционную камеру 12 вплоть до отверстия 13k для выпуска жидкости, через которое она выходит из экстракционной камеры 12 (см. фиг. 3).

Дополнительной предпочтительной характеристикой вставки 14 является то, что струя жидкости подвижной фазы 30m, входящей в экстракционную камеру 12, заполненную неподвижной фазой 30a, более эффективно распадается на капли при ударе о вставку 14 и образует существенную рябь после прохождения через вставку 14. Из-за данного эффекта смешивание между подвижной фазой 30m и неподвижной фазой 30a улучшается, и поверхность массообмена между двумя жидкостями увеличивается.

В случае предпочтительного варианта осуществления одно или более углублений 15, обеспечивающих закрепление экстракционной ячейки 10 на внешней поддерживающей конструкции 22 (см. фиг. 8), образованы на внешней поверхности стенки 12с ячейки экстракционной камеры 12.

В случае особенно предпочтительного варианта осуществления экстракционная ячейка 10 может быть присоединена к экстракционной камере 12, при этом она содержит пробку 16b для впуска жидкости в соответствии с фиг. 4a и 4b, которая содержит в себе отверстие 13b для впуска жидкости, и пробку 16k для выпуска жидкости в соответствии с фиг. 5a и 5b, которая содержит в себе отверстие 13k для выпуска жидкости. В данном случае отверстие 13b для впуска жидкости образовано в пробке 16b для впуска, и отверстие 13k для выпуска жидкости образовано в пробке 16k для выпуска жидкости. Пробка 16b для впуска жидкости и/или пробка 16k для выпуска жидкости прикреплены к стенке 12с ячейки экстракционной камеры 12 предпочтительно с помощью разъемного соединения, такого как винтовая резьба. Разумеется, можно применять другие способы разъемного крепления (такие как крепление с помощью зажима) или способы неразъемного крепления (такие как сварка, пайка, приклеивание, заклепывание и т. д.), как известно специалисту в данной области техники.

В данном случае можно рассматривать вариант осуществления, в случае которого отверстие 13b для впуска жидкости образовано в пробке 16b для впуска жидкости, и отверстие 13k для выпуска жидкости образовано в стенке 12с ячейки, или наоборот, другими словами, отверстие 13k для выпуска жидкости образовано в пробке 16k для выпуска жидкости, и отверстие для впуска жидкости 13b образовано в стенке 12с ячейки. Пробка 16b для впуска жидкости и пробка 16k для выпуска жидкости предпочтительно изготовлены из одного или более из следующего перечня материалов: нержавеющая сталь, сплав титана, алюминий, PEEK, тефлон. Пробка 16b для впуска жидкости и пробка 16k для выпуска жидкости также могут быть изготовлены с применением одной из ранее представленных безотходных технологий производства и/или с применением других технологий обработки материала (таких как фрезерование, шлифование, сверление и т.д.).

Продольное и поперечное сечения пробки 16b для впуска жидкости, которая состоит из одной части, можно увидеть на фиг. 4a и 4b. В случае предпочтительного варианта осуществления пробка 16b для впуска, направляющая подвижную фазу 30m в экстракционную камеру 12, образована в виде тела цилиндрической формы, при этом со стороны, которая обращена к внутреннему пространству экстракционной камеры 12, присутствует резьба 28, образованная с наружной стороны, такая как внешняя резьба NPT(F) 3/8". В случае данного варианта осуществления экстракционная камера 12 образована в виде тела трубчатой формы, и по меньшей мере на одном конце трубки на внешней поверхности также образована резьба 28', такая как резьба NPT(F) 3/8", в которую можно завинтить резьбу 28 NPT(F) 3/8" пробки 16b

для впуска. Внешняя резьба 29, такая как резьба 5/16-20 UN, образована на другом конце пробки 16b для впуска. Предпочтительно, между резьбами 28, 29 NPT(F) 3/8" и 5/16-20 UN может быть расположена гексагональная конструкция в виде гайки, с помощью которой при удерживании посредством стандартного гаечного ключа резьбу 28 пробки 16b для впуска можно легко закрутить в резьбу 28' экстракционной камеры 12.

В случае предпочтительного варианта осуществления отверстие 13b для впуска жидкости пробки 16b для впуска содержит один или более наклонных сквозных каналов 17f, которые разделяют жидкость, текущую через нее, на несколько струй жидкости (см. фиг. 4a и 4b). В случае иллюстративного варианта осуществления сквозные каналы 17f имеют диаметр от 0,1 до 1 мм, но, разумеется, также могут быть рассмотрены другие диаметры. Функция сквозных каналов 17f заключается в разделении струи жидкой подвижной фазы 30m на несколько частей и равномерном распылении их в экстракционной камере 12. Разделение может происходить в любом произвольном числе разветвлений, однако при образовании сквозных каналов предпочтительно, если следующие аспекты приняты во внимание:

при разделении текущая жидкость должна быть разделена в равных пропорциях;
жидкость, текущая в различных сквозных каналах, должна проходить пути равной длины.

В соответствии с тестами моделирования жидкости разделение подвижной фазы 30m на несколько струй жидкости имеет положительное влияние на форму течения, так как улучшено распыление, или, другими словами, граница раздела между двумя фазами увеличивается, что является особенно необходимым с точки зрения хроматографии.

В случае иллюстративного варианта осуществления пробка 16k для выпуска также является трубчатой, при этом, однако, она предпочтительно содержит одно разветвляющееся отверстие 13k для выпуска жидкости, и конический вырез 17k образован на его стороне, обращенной к внутреннему пространству экстракционной камеры 12 (см. фиг. 5a и 5b).

Подобно пробке 16b для впуска на стороне пробки 16k для выпуска, обращенной к внутреннему пространству экстракционной камеры 12, присутствует внешняя резьба 28, образованная с наружной стороны, такая как резьба NPT(F) 3/8", и с другой стороны присутствует внешняя резьба 29, образованная с наружной стороны, такая как резьба 5/16-20 UN. Пробка 16k для выпуска также может быть зафиксирована в резьбе 28' экстракционной камеры 12 с применением внешней резьбы 28 NPT(F) 3/8". Соединительная трубка 18, показанная на фиг. 9, может быть соединена с внешней резьбой 29 5/16-20 UN пробки 16b для впуска и пробки 16k для выпуска, с помощью которых может быть осуществлено жидкостное соединение между отверстием 13k для выпуска жидкости экстракционной ячейки 10 и отверстием 13b для впуска жидкости другой экстракционной ячейки 10, последовательно соединенной с ней.

Назначение конического выреза 17k заключается в том, чтобы капли подвижной фазы, распадающейся на капли, которые проходят через экстракционную камеру 12, могли легко объединяться, и за счет этого только подвижная фаза 30m выходила через отверстие 13k для выпуска жидкости.

В случае если экстракционная камера 12 характеризуется большим диаметром трубки, то пробка 16b для впуска жидкости и/или пробка 16k для выпуска жидкости сконструированы из нескольких частей, которые могут быть отделены друг от друга, как можно увидеть на фиг. 6a и 7. В случае данного варианта осуществления пробка 16b для впуска жидкости содержит элемент 19b в форме усеченного конуса для впуска, ответственный за разделение струи жидкости подвижной фазы 30m и для герметизации, прилегающее к нему тело 19h цилиндрической формы и крышку 19m с резьбой, прикрепляющую тело 19h цилиндрической формы к экстракционной камере 12. Материал элемента 19b в форме усеченного конуса для впуска предпочтительно представляет собой ПEEK, но помимо него он может быть изготовлен из тефлона, HDPE или другого материала, который легко поддается механической обработке. Тело 19h цилиндрической формы предпочтительно изготовлено из нержавеющей стали ANSI 316, но также оно может быть выполнено из сплава титана, алюминия, ПEEK, тефлона и т.д., как очевидно специалисту в данной области техники.

В случае предпочтительного варианта осуществления четыре ответвления образованы путем фрезерования в элементе 19b в форме усеченного конуса для впуска, и каждое ответвление разветвляется с образованием трех сквозных каналов 17f, как можно увидеть на фиг. 6b. Таким образом, в общем существует двенадцать сквозных каналов 17f, расположенных в элементе 19b в форме усеченного конуса для впуска, через которые подвижная фаза 30m входит в экстракционную камеру 12 после разделения на равные части. Часть внутренней поверхности стенки 12c ячейки на стороне, направленной в сторону отверстия 13b для впуска жидкости, является травленной, при этом после нее расположена механически обработанная часть конической формы, в которую элемент 19b в форме усеченного конуса для впуска вставляется с образованием уплотнения.

Тело 19h цилиндрической формы содержит основную часть 19t, которая просверлена в центре и вставляется во внутренний вырез экстракционной камеры 12, и полый стержень 19sz, прикрепленный к основной части 19t, как можно увидеть на фиг. 6a. Внутренняя часть стержня 19sz содержит коническую часть 119 под углом 45° и углубление в 6,45 мм, при этом резьба 27 предпочтительно образована на ее внешней поверхности, например резьба 7/16-20 UNC, с помощью которой соединительная трубка 18 может быть прикреплена к стержню 19sz.

В случае данного варианта осуществления мелкая метрическая резьба М60×3 образована на внешней поверхности стенки 12с ячейки на обоих концах экстракционной камеры 12 в виде тела цилиндрической формы, на которую можно завинтить крышку 19м с резьбой. Край крышки 19м с резьбой, завинченной в экстракционную камеру 12, фиксирует элемент 19b в форме усеченного конуса для впуска и тело 19h цилиндрической формы, расположенные в экстракционной камере 12. Материал крышки 19м с резьбой предпочтительно представляет собой прочную сталь.

Также рассматривается вариант осуществления, в котором элемент 19b в форме усеченного конуса для впуска и тело 19h цилиндрической формы прикреплены к экстракционной камере 12 с помощью резьбы, образованной на внешней поверхности тела 19h цилиндрической формы, и резьбы, образованной на внутренней поверхности стенки 12с ячейки. В данном случае необходимо применять крышку 19м с резьбой. Завинчивание тела 19h цилиндрической формы предпочтительно осуществляют с применением гексагональной конструкции в виде гайки, образованной на теле цилиндрической формы.

Конструкция пробки 16k для выпуска жидкости в соответствии с фиг. 7 отличается от конструкции, представленной выше, тем, что вместо усеченного конуса 19b для впуска она содержит усеченный конус 19k для выпуска, на котором образованы отверстие 13k для выпуска жидкости с одним отверстием и конический вырез 17k, обращенный к внутреннему пространству экстракционной камеры 12.

На фиг. 8 проиллюстрирован модуль 40 с ротором 24 в соответствии с настоящим изобретением, который содержит несколько экстракционных ячеек 10, последовательно соединенных с помощью соединительных трубок 18. В случае данного варианта осуществления модуль 40 также содержит поддерживающую конструкцию 22, которая прикрепляет экстракционные ячейки 10 к модулю 40. Модуль 40 предпочтительно прикреплен к ротору 24 разъемным образом, например, с применением винтов. Поддерживающая конструкция 22 предпочтительно характеризуется высокой прочностью и имеет легкую, решетчатую или сетчатую структуру. Поддерживающая конструкция 22 может быть сконструирована, например, из металла, сплава металла, пластмассы, другого композитного материала и т.д., как очевидно специалисту в данной области техники. Экстракционная камера 12 прикреплена к поддерживающей конструкции 22 с применением одного или более углублений 15, образованных на внешней поверхности стенки 12с ячейки, предпочтительно разъемным образом. Разумеется, экстракционные ячейки 10 можно прикрепить к поддерживающей конструкции 22 другими разъемными или неразъемными способами, помимо фиксации с помощью углублений 15.

На фиг. 9 проиллюстрирован дисковый ротор 24 с кольцевым сечением, сконструированным с применением модулей 40, представленных на фиг. 8. Данный вариант осуществления центробежного разделительного хроматографа 20 характеризуется модульной структурой, состоящей по сути из идентичных модулей, в случае которых каждый из модулей 40 содержит одну или более экстракционных ячеек 10, соединенных с помощью соединительных трубок 18, обеспечивающих жидкостное соединение между ними.

Вокруг окружности ротора 24 модули 40 последовательно соединены с помощью соединительных трубок 18 таким образом, что вход для жидкости выбранного модуля 40 предпочтительно соединен с входом для жидкости в основной оси ротора 24 через подающую трубку 26, тогда как выход для жидкости соседнего модуля 40 предпочтительно соединен с выходом для жидкости в основной оси ротора 24 через отводящую трубку 26'.

Далее представлена работа экстракционной ячейки в соответствии с настоящим изобретением и центробежного разделительного хроматографа 20, содержащего экстракционную ячейку 10.

Перед разделением экстракционные ячейки 10, по меньшей мере, частично заполняют неподвижной жидкой фазой 30а, затем начинают вращение ротора 24 вместе с экстракционными ячейками 10. После этого начинают закачивание подвижной фазы 30m через последовательно соединенные экстракционные ячейки 10, и в результате в них возникает вращательная центробежная сила. Данная центробежная сила иммобилизует неподвижную фазу 30а, другими словами, она удерживает неподвижную фазу 30а в ячейках. Затем подлежащую разделению смесь добавляют к подвижной фазе 30m с дискретной входной дозой образца, предпочтительно в дозах в виде импульсов.

Направление закачивания выбирают следующим образом в зависимости от взаимоотношения между значениями плотности неподвижной фазы 30а и подвижной фазы 30m:

если неподвижная фаза 30а представляет собой более плотную фазу (восходящий режим), то обеспечивают течение подвижной фазы 30m в направлении оси вращения ротора 24;

если неподвижная фаза 30а представляет собой менее плотную фазу (нисходящий режим), то обеспечивают течение подвижной фазы 30m от центра вращения в направлении к окружности вращения.

Вследствие закачивания подвижная фаза 30m входит в экстракционную ячейку 10 через отверстие 13b для впуска жидкости, затем распадается на мелкие капли в неподвижной фазе 30а. В идеальном случае распределение капель внутри экстракционной камеры 12 является однородным. Вставка 14, помещенная в экстракционную камеру 12, дополнительно улучшает гомогенизацию.

Сила Кориолиса образуется в экстракционных ячейках 10 вращающегося ротора 24 в результате вращения, при этом она пытается сместить течение подвижной фазы 30m, входящей в экстракционную камеру 12, в боковом направлении. Вставка 14 оказывает сопротивление в отношении течения, при этом сопротивление сравнимо с величиной силы Кориолиса, за счет чего обеспечивается значительное

уменьшение ее влияния. Поскольку разность между центробежной силой и подъемной силой воздействует на подвижную фазу 30m, при этом равнодействующая сила больше силы Кориолиса, то подвижная фаза 30m, входящая через отверстие 13b для впуска жидкости, способна течь через экстракционную камеру 12, содержащую вставку 14. В идеальном случае две фазы находятся в контакте друг с другом от отверстия 13b для впуска жидкости вплоть до отверстия 13к для выпуска жидкости. Подвижная фаза 30m и неподвижная фаза 30а становятся разделенными вблизи отверстия 13к для выпуска жидкости из-за конического выреза 17к и влияния различия в плотности между двумя фазами. Фаза с более низкой плотностью под воздействием подъемной силы двигается по направлению к отверстию 13b для впуска жидкости, тогда как более плотная фаза продолжает двигаться по направлению к отверстию 13к для выпуска жидкости вследствие воздействия на нее большей центробежной силы. В идеальном случае только подвижная фаза выходит из экстракционной ячейки 10. Процессы, представленные выше, осуществляют и повторяют в каждой из последовательно соединенных ячеек 10. Если подлежащую разделению смесь добавляют к подвижной фазе 30m (предпочтительно периодически), то компоненты, характеризующиеся различными коэффициентами разделения, отделяются друг от друга в экстракционных ячейках 10.

В случае предпочтительного варианта осуществления несколько последовательно соединенных экстракционных ячеек 10 образуют модули 40, которые можно отдельно удалять из центробежного разделительного хроматографа 20. Одним из наибольших преимуществ модульной конструкции является то, что в случае, если одна экстракционная ячейка 10 выйдет из строя (будет заблокирована, например), экстракционную ячейку 10 можно легко починить или заменить, кроме того, также проще осуществлять периодическую чистку экстракционных ячеек 10. В случае тех вариантов осуществления, в которых отверстие 13b для впуска жидкости и отверстие 13к для выпуска жидкости образованы в пробке 16b для впуска и в пробке 16к для выпуска, чистку экстракционных ячеек можно просто осуществить путем отвинчивания пробок в отличие от решений в соответствии с уровнем техники, в которых все устройство необходимо разобрать, чтобы это осуществить.

Очевидно, что альтернативные решения будут очевидны специалисту в данной области техники по сравнению с вариантами осуществления, представленными в данном документе, которые, однако, попадают в объем защиты, определенный формулой изобретения.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Экстракционная ячейка (10) для центробежного разделительного хроматографа (20), причем экстракционная ячейка (10) содержит экстракционную камеру (12), ограниченную стенкой (12с) ячейки, и вмещает неподвижную жидкую фазу (30а), и она содержит отверстие (13b) для впуска жидкости и отверстие (13к) для выпуска жидкости, служащие для впуска и выпуска подвижной жидкой фазы (30m), течение которой обеспечено через экстракционную ячейку (10), причем экстракционная камера (12) выполнена в виде тела трубчатой формы, экстракционная ячейка дополнительно содержит пробку (16b) для впуска жидкости, которая содержит отверстие (13b) для впуска жидкости, и пробку (16к) для выпуска жидкости, которая содержит отверстие (13к) для выпуска жидкости, отличающаяся тем, что вставка (14) содержит внутренние проходы, через которые могут проходить жидкости, причем вставка разделяет указанную экстракционную ячейку (10) на две части, связанные по потоку только через указанные внутренние проходы, при этом указанная вставка расположена в экстракционной камере (12) между отверстием (13b) для впуска жидкости и отверстием (13к) для выпуска жидкости, при этом средний диаметр проходов в 1-30 раз больше среднего диаметра капель подвижной фазы (30m), образованных при течении подвижной фазы (30m) в неподвижной фазе (30а), причем средний диаметр капель подвижной фазы (30m) рассчитывают с применением следующей формулы:

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

где v представляет собой скорость подвижной фазы (30m), проникающей в неподвижную фазу (30а), по сравнению с неподвижной фазой (30а);

η представляет собой вязкость неподвижной фазы (30а);

$\Delta\rho$ представляет собой абсолютное значение разности плотности между неподвижной фазой (30а) и подвижной фазой (30m);

ω представляет собой угловую скорость вращения экстракционной ячейки (10); и

R представляет собой расстояние от экстракционной ячейки (10) до оси вращения; и причем пробка (16b) для впуска жидкости и/или пробка (16к) для выпуска жидкости прикреплены к стенке (12с) ячейки экстракционной камеры (12) с помощью резьбного соединения.

2. Экстракционная ячейка (10) по п.1, отличающаяся тем, что средний диаметр проходов в 1-20 раз больше среднего диаметра капель подвижной фазы (30m), образованных при течении подвижной фазы (30m) в неподвижной фазе (30а).

3. Экстракционная ячейка (10) по п.1, отличающаяся тем, что средний диаметр проходов в 4-10 раз больше среднего диаметра капель подвижной фазы (30m), образованных при течении подвижной фазы (30m) в неподвижной фазе (30а).

4. Экстракционная ячейка (10) по любому из пп.1-3, отличающаяся тем, что она изготовлена с применением безотходной технологии производства, такой как 3D-печать, или экструзия, или вытягивание, или сварка, или литье под давлением, или литье металлов.

5. Экстракционная ячейка (10) по любому из пп.1-4, отличающаяся тем, что вставка (14) содержит один или более компонентов, через которые может проходить жидкость, выбранных из следующей группы: намотанная сеть, изготовленная из металлической проволоки, волокнистый тканый текстильный материал, стекловата, стальная вата.

6. Экстракционная ячейка (10) по любому из пп.1-5, отличающаяся тем, что пористость вставки (14) выбрана таким образом, чтобы уменьшать влияние силы Кориолиса, возникающей в экстракционной ячейке (10) в результате вращательного движения экстракционной ячейки (10), когда она находится в центробежном разделительном хроматографе (20) в эксплуатации.

7. Экстракционная ячейка (10) по любому из пп.1-6, отличающаяся тем, что материал стенки (12с) ячейки, ограничивающей экстракционную камеру (12), выбран из одного или более элементов следующей группы: нержавеющая сталь, сплав титана, алюминий, ПEEK, тефлон.

8. Экстракционная ячейка (10) по любому из пп.1-7, отличающаяся тем, что пробка (16b) для впуска жидкости и/или пробка (16к) для выпуска жидкости прикреплены к стенке (12с) ячейки экстракционной камеры (12) с помощью винтовой резьбы.

9. Экстракционная ячейка (10) по любому из пп.1-8, отличающаяся тем, что одно или более углублений (15) образованы на внешней поверхности стенки (12с) ячейки экстракционной камеры (12) для обеспечения прикрепления экстракционной ячейки (10) к внешней поддерживающей конструкции (22).

10. Экстракционная ячейка (10) по любому из пп.1-9, отличающаяся тем, что пробка (16b) для впуска жидкости содержит более одного сквозного канала (17f), который разделяет жидкость, течение которой обеспечено через него, на несколько струй жидкости.

11. Экстракционная ячейка (10) по любому из пп.1-10, отличающаяся тем, что пробка (16b) для впуска жидкости и/или пробка (16к) для выпуска жидкости сконструированы из нескольких частей, которые могут быть отделены друг от друга.

12. Экстракционная ячейка (10) по любому из пп.1-11, отличающаяся тем, что материал пробки (16b) для впуска жидкости и пробки (16к) для выпуска жидкости выбран из одного или более следующих элементов: нержавеющая сталь, сплав титана, алюминий, ПEEK, тефлон.

13. Центробежный разделительный хроматограф (20), отличающийся тем, что он содержит по меньшей мере одну экстракционную ячейку (10) по любому из пп.1-12.

14. Центробежный разделительный хроматограф (20) по п.13, отличающийся тем, что он содержит несколько экстракционных ячеек (10), которые последовательно соединены с помощью соединительных трубок (18), которые обеспечивают жидкостное соединение.

15. Центробежный разделительный хроматограф (20) по п.14, отличающийся тем, что несколько последовательно соединенных экстракционных ячеек (10) вместе образуют один удаляемый модуль (40).

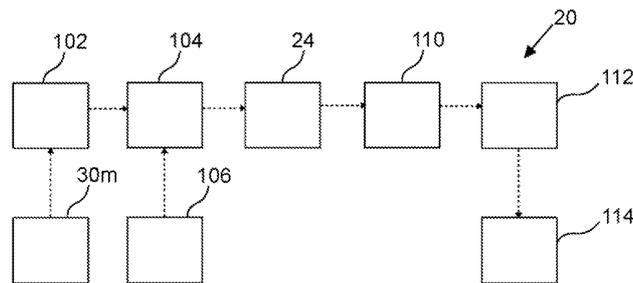
16. Центробежный разделительный хроматограф (20) по п.15, отличающийся тем, что он характеризуется модульной структурой, состоящей из по сути идентичных модулей (40), причем каждый из модулей (40) содержит одну или более экстракционных ячеек (10), соединенных с помощью соединительных трубок (18), обеспечивающих жидкостное соединение между ними, причем отдельные модули (40) последовательно соединены друг с другом с помощью соединительных трубок (18).

17. Способ изготовления сборки из экстракционных ячеек по любому из пп.1-12 для применения в центробежном разделительном хроматографе (20), в ходе которого

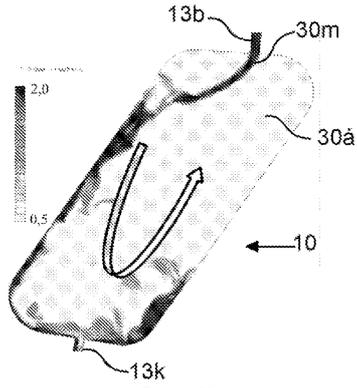
экстракционные ячейки (10) последовательно соединяют друг с другом с помощью соединительных трубок (18);

экстракционные ячейки (10) заполняют неподвижной жидкой фазой (30а), так чтобы обеспечить течение подвижной жидкой фазы (30m) через неподвижную фазу (30а);

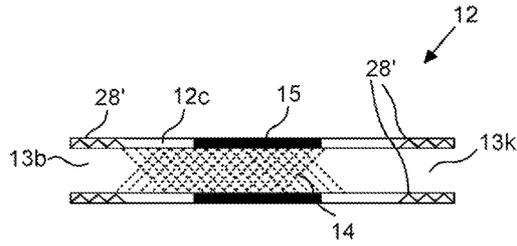
вставки (14) устанавливают в экстракционных ячейках (10).



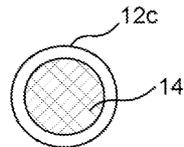
Фиг. 1а



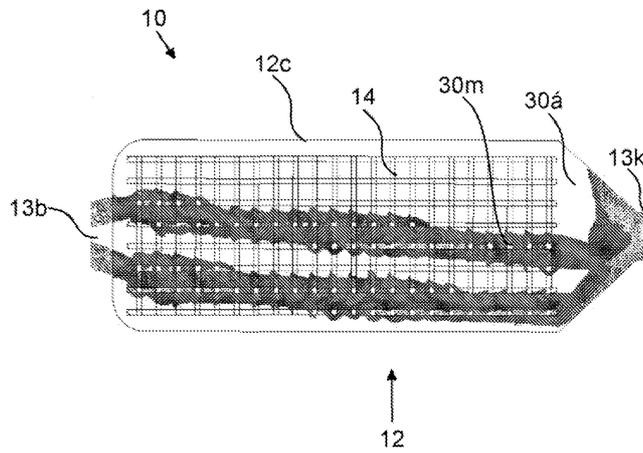
Фиг. 1b



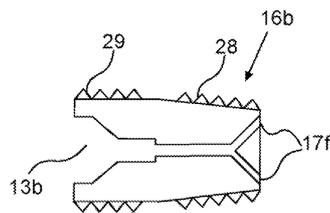
Фиг. 2a



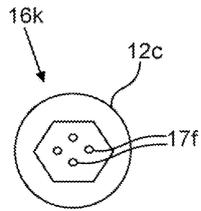
Фиг. 2b



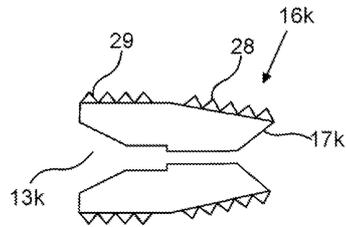
Фиг. 3



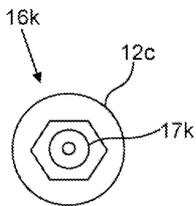
Фиг. 4a



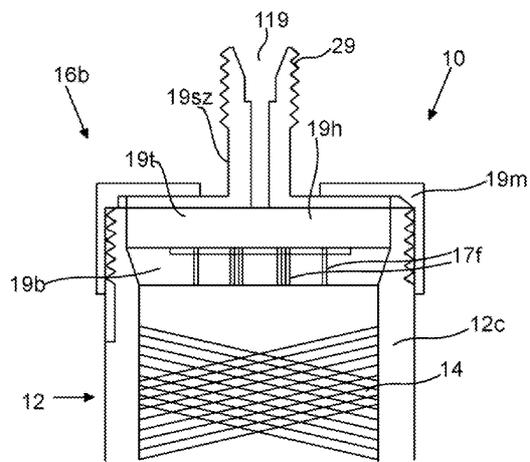
Фиг. 4b



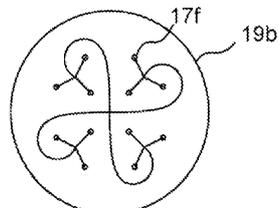
Фиг. 5a



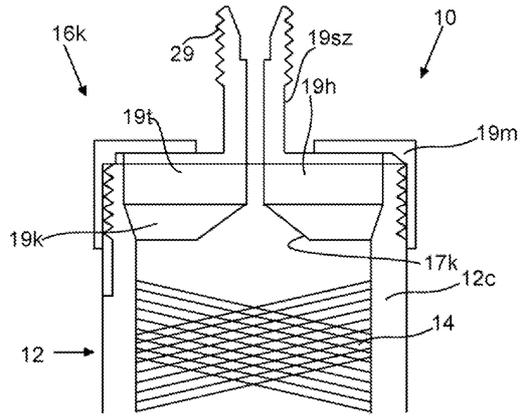
Фиг. 5b



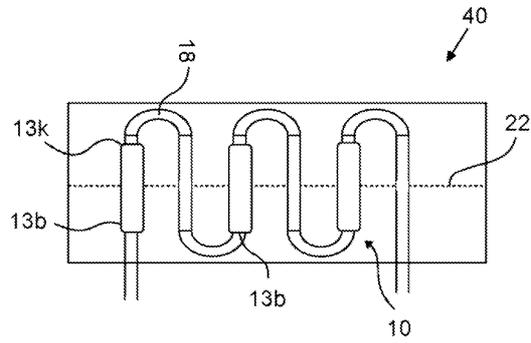
Фиг. 6a



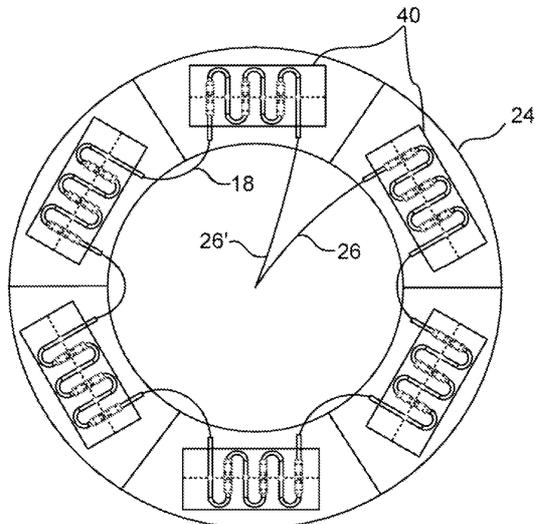
Фиг. 6b



Фиг. 7



Фиг. 8



Фиг. 9