

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication :
(A n'utiliser que pour les
commandes de reproduction).

2 491 215

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 80 20987

(54) Dispositif pour associer une précolonne et une colonne en chromatographie, emploi dudit dispositif pour la réalisation d'un chromatographe automatique industriel.

(51) Classification internationale (Int. Cl. ³). G 01 N 31/08; B 01 D 15/08; F 16 K 11/02.

(22) Date de dépôt..... 26 septembre 1980.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 13 du 2-4-1982.

(71) Déposant : SOCIETE PROLABO, résidant en France.

(72) Invention de : Claude Guillemin, Jean Lissot et Jean-Pierre Vasseur.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Aline Bouvy, Rhône-Poulenc Industries, service brevets,
centre de recherches des carrières, 69190 Saint-Fons.

DISPOSITIF POUR ASSOCIER UNE PRECOLONNE ET UNE COLONNE EN
CHROMATOGRAPHIE; EMPLOI DUDIT DISPOSITIF POUR LA REALISATION
D'UN CHROMATOGAPHE AUTOMATIQUE INDUSTRIEL

05

La présente invention concerne un dispositif pour associer une précolonne et une colonne en chromatographie notamment en chromatographie en phase liquide, ainsi que l'emploi d'un tel dispositif pour la réalisation d'un chromatographe automatique de laboratoire ou industriel.

10

En chromatographie et en particulier en chromatographie en phase liquide, l'analyse d'échantillons contenant des composés lourds indésirables pour les besoins de l'analyse ou devant être identifiés séparément, ou l'analyse d'échantillons qui sont des suspensions ou encore l'analyse d'échantillons contenant des composés très dilués,

15

nécessite d'associer à la colonne de séparation une précolonne. La précolonne assure le traitement de l'échantillon, préalablement à son injection dans la colonne de séparation.

Selon le problème analytique la précolonne et la colonne peuvent être balayées par un fluide, en série ou séparément l'une de l'autre.

20

La précolonne et la colonne peuvent être balayées en série par exemple pour effectuer la filtration d'un échantillon sous forme de suspension ou pour retenir des composés lourds. Elles peuvent être balayées séparément, par exemple dans une première phase la précolonne est balayée seule, avec recyclage ou non, par l'échantillon contenant des

25

composés dilués afin de retenir ceux-ci, la colonne étant balayée par le fluide vecteur, dans une deuxième phase la précolonne et la colonne sont balayées en série afin d'éluer les composés retenus dans la précolonne et de les injecter dans la colonne de séparation. La précolonne et la colonne peuvent également être balayées séparément lorsque l'on veut

30

éliminer ou éluer de la précolonne les produits retenus, comme par exemple les composés lourds ou les produits en suspension dans les échantillons qui ont été filtrés, la précolonne est alors balayée d'aval en amont, la colonne de séparation étant balayée par le flux de liquide vecteur.

35

Ainsi pour que la précolonne ou la colonne puissent être

balayées en série ou séparément et qu'il n'y ait pas de fausse manoeuvre lors de l'établissement des différentes liaisons, la précolonne et la colonne sont reliées entre elles et aux divers conduits de fluides par des vannes et des tubes capillaires.

05 Un tel mode de réalisation pour établir les différentes liaisons présente les inconvénients d'être complexe (vannes, raccords ...) et d'entraîner une perte d'efficacité appréciable, pour la colonne de séparation due aux inévitables volumes morts des liaisons entre la sortie de la précolonne et l'entrée de la colonne de séparation.

10 Le but de l'invention est d'établir ces différentes liaisons à l'aide d'un appareillage simple, dont la mise en oeuvre est aisée et qui n'entraîne pratiquement pas de perte d'efficacité de la colonne de séparation.

15 Il a maintenant été trouvé un dispositif pour associer une précolonne et une colonne en chromatographie notamment en phase liquide, caractérisé en ce qu'il comporte à la fois des moyens de fixation de la colonne et de la précolonne et des moyens de liaison pour relier l'entrée de la colonne et la sortie de la précolonne entre elles ou aux moyens d'entrée et/ou de sortie de fluide dans et/ou hors dudit dispositif.

20 Dans le présent texte on se référera lorsque nécessaire au sens de l'écoulement de l'échantillon dans la précolonne et dans la colonne lors de l'analyse.

D'amont en aval selon le sens d'écoulement de l'échantillon les extrémités de la précolonne seront désignées par "entrée de la précolonne" et "sortie de la précolonne" et les extrémités de la colonne seront désignées par "entrée de la colonne" et "sortie de la colonne".

Le dispositif selon la présente invention est constitué :

- d'un corps pourvu de moyens de fixation d'une colonne et de moyens de fixation d'une précolonne, ledit corps comportant un logement, ledit logement étant notamment relié à la sortie de la précolonne, à l'entrée de la colonne, à des moyens d'entrée et/ou de sortie de fluide constitués par des conduits situés dans ledit corps et débouchant dans ledit logement par des orifices,

- d'un obturateur placé dans ledit logement comportant les moyens de liaison pour relier l'entrée de la colonne et la sortie de la

précolonne entre elles ou aux moyens d'entrée et/ou de sortie de fluide et/ou un moyen d'entrée à un moyen de sortie.

Dans le présent texte l'expression "moyens d'entrée et/ou de sortie de fluide" ne présume pas d'une part de la nature du fluide ni
05 d'autre part du sens de l'écoulement du fluide dans les conduits situés dans le corps du dispositif, le sens d'écoulement et la nature du fluide dépendent essentiellement du problème analytique nécessitant l'association d'une colonne et d'une précolonne à l'aide du dispositif selon l'invention comme il apparaîtra dans la description ci-après.

10 Selon un mode de réalisation l'obturateur est sensiblement cylindrique du type tournant, les liaisons étant obtenues par rotation dudit obturateur.

Selon ce mode de réalisation les moyens de liaison portés par ledit obturateur sont constitués par un conduit sensiblement diamétral et
15 des gorges situées sur la surface dudit obturateur, lesdites gorges, ledit conduit et les orifices des moyens d'entrée et/ou de sortie de fluide dans ledit logement étant sensiblement situés dans un même plan perpendiculaire à l'axe dudit obturateur.

Selon un autre mode de réalisation du dispositif selon
20 l'invention l'obturateur est du type piston les liaisons étant obtenues par translation et rotation dudit obturateur.

Selon cet autre mode de réalisation les moyens de liaison portés par ledit obturateur peuvent être constitués par des conduits sensiblement diamétraux décalés angulairement et longitudinalement selon
25 l'axe dudit obturateur et des gorges selon des génératrices dudit obturateur.

Selon cet autre mode de réalisation les moyens de liaison portés par ledit obturateur peuvent également être constitués par des conduits et une cavité internes à l'obturateur.

30 Ainsi selon cette variante de réalisation les moyens de liaison portés par ledit obturateur sont constitués de :

- deux conduits en forme de V situés dans un premier plan perpendiculaire à l'axe de l'obturateur, l'angle du V étant supérieur à 90°, lesdits deux conduits débouchant à la surface de l'obturateur par
35 quatre orifices décalés de 90°,

- une cavité située à l'intérieur de l'obturateur et communiquant avec l'extérieur de celui-ci par deux passages situés dans un même plan contenant l'axe de l'obturateur et débouchant à la surface de celui-ci par deux orifices, lesdits deux orifices et l'un des orifices
05 d'un conduit en V étant situés sur une même génératrice de l'obturateur,

- un conduit sensiblement diamétral délimité par un tube traversant ladite cavité situé dans un deuxième plan perpendiculaire à l'axe de l'obturateur et contenant l'un des passages faisant communiquer ladite cavité avec l'extérieur de l'obturateur, ledit conduit étant
10 perpendiculaire au plan contenant lesdits deux passages.

Le dispositif pour associer une colonne et une précolonne selon l'invention peut être tel que l'obturateur comporte des moyens de commande de la rotation et/ou de la translation dudit obturateur.

Avantageusement, les moyens de commande de la rotation et/ou de
15 la translation de l'obturateur et le corps du dispositif comportent des moyens de visualisation des liaisons établies.

Généralement, le dispositif objet de l'invention est tel que les moyens de fixation de la colonne et les moyens de fixation de la précolonne sont constitués par des zones cylindriques filetées.

20 La colonne et/ou la précolonne peuvent être fixées au dispositif selon l'invention, par exemple à l'aide d'un raccord qui procède par serrage de la colonne au moyen d'une bague ou d'une bague associée à une contre bague.

De préférence la colonne et/ou la précolonne peuvent être fixées
25 au dispositif objet de l'invention par l'exercice d'un effort de compression sensiblement axial dans l'axe de la colonne à l'aide d'un dispositif de fixation de colonne à un support tel que décrit dans la demande de brevet français numéro 77/14 000 publiée sous le numéro 2 389 395.

30 Eventuellement le dispositif objet de l'invention peut comporter en outre des moyens d'injection d'au moins un étalon.

Les moyens d'injection d'au moins un étalon peuvent être constitués par une vanne à piston.

Eventuellement le dispositif objet de l'invention peut être tel
35 que le corps dudit dispositif soit constitué d'un assemblage de blocs

rendus solidaires par des moyens appropriés.

Ainsi le dispositif selon l'invention peut être constitué d'amont en aval selon le sens d'écoulement de l'échantillon de :

- un premier bloc comportant les moyens de fixation d'une
05 précolonne et la sortie de ladite précolonne,
- un deuxième bloc comportant les moyens de liaison pour relier
l'entrée de la colonne et la sortie de la précolonne entre elles ou aux
moyens d'entrée et/ou de sortie de fluide dans et/ou hors dudit
dispositif,
- 10 - un troisième bloc comportant les moyens de fixation d'une
colonne et l'entrée de ladite colonne.

Eventuellement un bloc comportant des moyens pour introduire un étalon est situé entre le deuxième et le troisième blocs.

De préférence, un joint d'étanchéité est placé entre deux blocs
15 adjacents, avantageusement ledit joint est en polytétrafluoroéthylène.

Le dispositif pour associer une colonne et une précolonne objet de l'invention est particulièrement intéressant à utiliser pour la réalisation d'un chromatographe automatique de laboratoire ou industriel.

La compréhension de l'invention sera facilitée par les figures
20 ci-jointes qui illustrent à titre d'exemple schématiquement et sans échelle déterminée divers modes de réalisation du dispositif selon l'invention ainsi que des schémas illustrant l'emploi du dispositif selon l'invention pour la résolution de divers problèmes analytiques.

La figure 1 est une vue extérieure d'un premier mode de
25 réalisation du dispositif pour associer une colonne et une précolonne objet de l'invention.

La figure 2 est une vue en coupe du dispositif selon la figure 1, par un plan perpendiculaire à l'axe de l'obturateur et contenant les axes de la colonne et de la précolonne.

30 La figure 3 est une vue en coupe par le plan III-III (cf. figure 4) d'un deuxième mode de réalisation du dispositif selon l'invention, celui-ci comportant en outre des moyens d'injection d'un étalon.

La figure 4 est une vue en coupe par le plan IV-IV du dispositif selon la figure 3.

35 La figure 5a est une vue en coupe par le plan V-V du bloc

comportant les moyens de liaison du dispositif représenté figures 3 et 4, l'obturateur étant dans une première position, la figure 5b étant une vue de détail de la section de l'obturateur.

La figure 5c est une vue en coupe par le plan V-V du bloc
05 comportant les moyens de liaison du dispositif représenté figures 3 et 4, l'obturateur étant dans une deuxième position, la figure 5d étant une vue de détail de la section de l'obturateur.

La figure 6 est une vue partielle en coupe par le plan IV-IV du bloc comportant les moyens de liaison du dispositif représenté figure 3,
10 l'obturateur étant dans la deuxième position telle que représentée figure 5c.

La figure 7 est une vue en coupe par le plan VII-VII du dispositif représenté figure 3, montrant des moyens d'injection d'un étalon.

15 Les figures 8a et 8b sont des schémas illustrant deux phases de la résolution d'un premier problème analytique par l'emploi du dispositif selon le premier mode de réalisation.

Les figures 9a et 9b sont des schémas illustrant deux phases de la résolution d'un deuxième problème analytique par l'emploi du
20 dispositif selon le premier mode de réalisation.

Le dispositif (1) pour associer une précolonne (2) et une colonne (3) en chromatographie, dont un mode de réalisation est représenté figures 1 et 2 est constitué d'un corps (20), pourvu de moyens de fixation (4) de la précolonne (2) et de moyens de fixation (5) de la
25 colonne (3), qui présente un logement (6) sensiblement cylindrique dans lequel est placé un obturateur (7) du type tournant qui comporte les moyens de liaison pour relier l'entrée de la colonne et la sortie de la précolonne entre elles ou aux moyens d'entrée et/ou de sortie de fluide et/ou un moyen d'entrée à un moyen de sortie.

30 D'amont en aval selon le sens d'écoulement de l'échantillon, les extrémités de la précolonne (2) seront désignés par entrée de la précolonne (14) et sortie de la précolonne (15) et les extrémités de la colonne (3) seront désignées par entrée de la colonne (16) et sortie de la colonne (17).

35 Le corps (20) du dispositif selon le mode de réalisation

représenté figure 1, est de forme sensiblement parallélépipédique, il comporte sur deux faces opposées (8, 9) les moyens de fixation (4) de la précolonne (2) et les moyens de fixation (5) de la colonne (3) qui sont constitués par des zones cylindriques filetées (18, 19).

05 De préférence, tel que représenté, la précolonne (2) et la colonne (3) sont fixées au dispositif (1), objet de l'invention par l'exercice d'un effort de compression sensiblement dans l'axe de la précolonne (2) et dans l'axe de la colonne (3) appliquant la sortie de la précolonne (15) contre la surface d'appui (21) et l'entrée de la
10 colonne (16) contre la surface d'appui (22) dont le corps (20) est pourvu à cet effet.

La précolonne (2) est fixée au dispositif (1) par un effort de compression exercé au moyen d'un porte précolonne (23) présentant une cavité (24) sensiblement cylindrique dans laquelle vient s'engager la
15 précolonne (2), fermé à une extrémité (37) et pourvu à l'autre extrémité d'un bourrelet annulaire extérieur (29). Un écrou (30) en forme de disque relie le bourrelet annulaire (29) du porte précolonne (23) à la zone cylindrique filetée (18) du dispositif selon la présente invention. Des joints d'étanchéité (31) sont placés à chaque extrémité de la
20 précolonne (2) entre celle-ci et d'une part le porte précolonne (23) et d'autre part la surface d'appui (21) du corps (20) du dispositif selon l'invention.

Un conduit (25) permet d'injecter l'échantillon à l'entrée (14) de la précolonne (2) par exemple par seringue au travers d'un septum (26)
25 maintenu par un bouchon (27) vissé au porte précolonne (23) et pourvu d'un orifice (28) permettant le passage de l'aiguille de la seringue.

Le conduit (25) est également relié à au moins un conduit (49) de préférence taraudé au voisinage de l'extérieur du porte précolonne (23) pour permettre l'adaptation aisée d'un raccord pour un tube
30 véhiculant un fluide. Le ou les conduits (49) peuvent être obturés à volonté à l'aide de bouchons.

Eventuellement l'échantillon peut être injecté à l'entrée (14) de la précolonne (2) par une vanne à piston analogue à celle décrite dans la demande de brevet français enregistrée sous le numéro 77/33 344,
35 publiée sous le numéro 2 407 472, portée par le porte précolonne (23),

placée sur le conduit (25) en amont de l'entrée (14) de la précolonne (2). Le porte précolonne (23) ne comporte pas dans ce cas de conduit (49) placé latéralement, la partie du conduit (25) située vers l'extérieur du porte précolonne est alors taraudée pour permettre l'adaptation d'un
05 raccord pour un tube véhiculant un fluide, elle remplace le conduit (49).

Une telle vanne à piston sera décrite ci-après lors de la description du deuxième mode de réalisation du dispositif selon l'invention.

La colonne (3) est fixée au dispositif (1) par un effort de
10 compression exercé au moyen d'un porte colonne (32) présentant une cavité (33) sensiblement cylindrique dans laquelle vient s'engager la colonne (3), fermé à une extrémité par une paroi (38) et pourvu à l'autre extrémité d'un bourrelet annulaire extérieur (34). Un écrou (35) en forme de disque relie le bourrelet annulaire (34) du porte colonne (32) à la
15 zone cylindrique filetée (19) du dispositif selon la présente invention. Des joints d'étanchéité (36) sont placés à chaque extrémité de la colonne (3) entre celle-ci et d'une part le porte colonne (32) et d'autre part la surface d'appui (22) du corps (20) du dispositif selon l'invention.

La paroi (38) du porte colonne (32) est pourvue d'un trou
20 faisant passer le tube de sortie (39) vers le détecteur.

De tels moyens de fixation de la colonne et de la précolonne sont décrits dans la demande de brevet français enregistrée sous le numéro 77/14 000, publiée sous le numéro 2 389 395.

Le logement (6) situé dans le corps (20) est relié d'une part
25 par l'intermédiaire d'un conduit (10) à la sortie (15) de la précolonne (2) et d'autre part par l'intermédiaire d'un conduit (11) à l'entrée (16) de la colonne (3).

Le logement (6) est également relié à des moyens d'entrée de fluide constitués par un conduit (12) débouchant dans le logement (6) par
30 un orifice (13). Le conduit (12) est généralement destiné à l'entrée du fluide vecteur.

Le logement (6) est aussi relié à des moyens d'entrée et/ou de sortie de fluide constitués par des conduits (40, 41, 42) débouchant dans le logement (6) par des orifices (43, 44, 45).

35 Les conduits (40, 41, 42) sont de préférence taraudés au

voisinage de l'extérieur du corps (20) pour permettre d'adaptation aisée de raccords pour des tubes capillaires véhiculant des fluides.

L'obturateur (7) du type tournant placé dans le logement (6) est, bien entendu sensiblement cylindrique et les moyens de liaison qu'il porte sont constitués d'une part par un conduit (46) sensiblement
05 diamétral et d'autre part par deux gorges (47, 48) situées à la surface de l'obturateur (7).

Selon le mode de réalisation représenté du dispositif selon l'invention, le conduit (46), les gorges (47, 48), les conduits (10, 11),
10 (40, 41, 42) et (12) admettent le plan de coupe de la figure 1 comme plan de symétrie. Les gorges (47, 48) sont de plus telles qu'elles permettent, par rotation de l'obturateur (7), de relier les conduits (12) et (40), (11) et (12), (10) et (41).

De préférence le logement (6) est pourvu d'un revêtement ou d'un
15 chemisage en polytétrafluoroéthylène, matériau qui permet à la fois un bon glissement de l'obturateur (7) dans le logement (6) et une étanchéité satisfaisante par le seul contact entre la surface de l'obturateur (7) et la surface du logement (6). De plus le polytétrafluoroéthylène présente une grande inertie vis-à-vis des produits chimiques et une bonne tenue à
20 des températures élevées.

L'obturateur (7) comporte des moyens permettant de commander sa rotation, selon le mode de réalisation représenté, les moyens de commande sont constitués par un bouton (49) en forme de disque porté par l'axe de l'obturateur (7). La face (50) du corps (20) devant laquelle est situé le
25 bouton (49) et le bouton comportent des moyens de visualisation des liaisons établies. Ces moyens peuvent être des traits gravés sur la face (50) et sur le bouton (49). Les traits (57) gravés sur la face (50) permettent de visualiser les conduits (10, 11, 12, 41, 42, 43) situés dans le corps (20), les traits (58) gravés sur le bouton (49) permettent
30 de visualiser le conduit (46) et les gorges (47, 48) de l'obturateur (7).

Un deuxième mode de réalisation d'un dispositif pour associer une précolonne et une colonne selon l'invention est représenté figures 3 à 7.

Lors de la description du dispositif selon ce deuxième mode de
35 réalisation, on ne décrira pas de façon détaillée tous les éléments qui

le constituant et qui sont déjà présents dans le dispositif selon le premier mode de réalisation, ces éléments étant affectés des mêmes repères.

05 Selon ce deuxième mode de réalisation, le corps du dispositif est constitué d'un assemblage de blocs rendus solidaires par des moyens appropriés.

Ainsi le dispositif est constitué d'amont en aval selon le sens d'écoulement de l'échantillon de quatre blocs (101), (102), (104) et (103).

10 Le premier bloc (101) comporte les moyens de fixation (4, 18) de la précolonne (2) et un conduit (80) en communication avec la sortie (15) de la précolonne (2).

15 Le deuxième bloc (102) comporte les moyens de liaison pour relier l'entrée de la colonne et la sortie de la précolonne entre elles ou aux moyens d'entrée et/ou de sortie de fluide dans et/ou hors dudit dispositif [le bloc (102) et les moyens de liaison seront décrits ci-après de façon détaillée].

20 Le troisième bloc (103) comporte les moyens de fixation (5, 19) de la colonne (3) et un conduit (81) en communication avec l'entrée (16) de la colonne (3). Le conduit (81) est avantageusement prolongé par une aiguille creuse (79), qui est par exemple soudée au bloc (103). L'aiguille creuse (79) est telle qu'elle traverse la paroi poreuse (78) située à l'entrée (16) de la colonne (3) en son centre, c'est-à-dire de façon axiale par rapport à la colonne (3). La longueur de l'aiguille creuse (79) est choisie de façon telle que l'aiguille creuse (79) débouche juste à l'interface entre la paroi poreuse (78) et le matériau de remplissage de la colonne (3).

30 Le quatrième bloc (104), placé entre le bloc (102) et le bloc (103) comporte des moyens pour introduire un étalon [le bloc (104) et les moyens d'introduction d'un étalon seront décrits ci-après de façon détaillée].

35 Les quatre blocs (101, 102, 103, 104) dont l'assemblage constitue le dispositif selon l'invention peuvent être rendus solidaires au moyen de vis, on peut aussi utiliser un système à étrier ou un système à ressorts.

De préférence, entre deux blocs adjacents est placé un joint d'étanchéité, ce joint étant pourvu d'orifices appropriés pour le passage des fluides.

Ainsi le dispositif représenté figure 3 comporte un joint (82) placé entre le premier bloc (101) et le deuxième bloc (102), un joint (83) placé entre le deuxième bloc (102) et le troisième bloc (103) et un joint (84) placé entre le troisième bloc (103) et le quatrième bloc (104).

Avantageusement les joints d'étanchéité sont réalisés en polytétrafluoroéthylène.

Le dispositif représenté figure 3 est constitué d'un assemblage de blocs dont les faces en regard sont planes, on ne sort pas du cadre de l'invention en réalisant des blocs dont les faces en regard ne sont pas planes. En effet l'une des faces peut comporter au moins deux rebords latéraux correspondant à au moins deux rainures latérales sur l'autre face. Ce mode de réalisation facilite le positionnement des blocs lors de l'assemblage du dispositif.

Les moyens de fixation (4, 18) de la précolonne (2) portés par le bloc (101) et les moyens de fixation (5, 19) de la colonne (3) portés par le bloc (103) sont analogues à ceux décrits ci-avant lors de la description du premier mode de réalisation du dispositif selon l'invention.

Le bloc (102) qui porte les moyens de liaison comporte un logement (85) dans lequel est placé un corps (86) constitué par un cylindre creux, destiné à recevoir l'obturateur (100) du type piston, les liaisons étant obtenues par translation et rotation dudit obturateur.

L'obturateur (100) et le corps (86) sont maintenus en place à l'aide d'un support (87) de forme généralement cylindrique emmanché dans une cavité appropriée formée dans le bloc (102). La surface interne du corps (86) est au moins en partie pourvue d'un filetage (88) qui coopère avec un filetage correspondant porté par l'obturateur (100), ces filetages permettent le déplacement de l'obturateur (100) par translation et rotation. La paroi du support (87) comporte une découpe (89) limitée d'une part par deux plans contenant l'axe du cylindre et faisant entre eux un angle voisin de 90° [compte-tenu du diamètre de l'ergot (90) décrit ci-après] et d'autre part par un plan perpendiculaire à l'axe du

cylindre.

De préférence le corps (86) est réalisé en polytétrafluoroéthylène, matériau qui permet à la fois un bon glissement de l'obturateur (100) dans le corps (86) et une étanchéité satisfaisante par le seul
05 contact entre la surface extérieure de l'obturateur (100) et la surface intérieure du corps (86) tout en étant inerte vis-à-vis des produits chimiques et résistant à des températures élevées.

Le corps (86) comporte un ensemble de quatre trous (91, 92, 93, 94) situé dans un plan perpendiculaire à l'axe de l'obturateur (100)
10 contenant les axes de la précolonne (2) et de la colonne (3), ces trous sont décalés angulairement de 90°, deux d'entre eux étant situés selon les axes de la précolonne (2) et de la colonne (3). Le corps (86) comporte également un trou (95) situé dans le plan contenant l'axe de l'obturateur (100) et les trous (93, 94), mais décalé longitudinalement
15 selon l'axe de l'obturateur (100) vers l'extrémité (96) de celui-ci.

Les trous (91, 92, 93, 94, 95) du corps (86) communiquent respectivement avec les passages (105, 106, 107, 108, 109) du bloc (102).

Dans la description des différentes liaisons établies, les trous (91, 92, 93, 94, 95) ne seront pas spécifiquement mentionnés, on peut
20 considérer qu'ils font partie intégrante des passages (105, 106, 107, 108, 109).

Le passage (105) du bloc (102) est en communication par l'intermédiaire du conduit (80) avec la sortie (15) de la précolonne (2). Le passage (106) du bloc (102) est en communication par l'intermédiaire
25 des trous, passages et conduits du bloc (104), qui seront décrits ci-après, et par l'intermédiaire du conduit (81) du bloc (103) avec l'entrée (16) de la colonne (2). Les passages (107), (108) et (109) du bloc (102) sont reliés à des moyens d'entrée et/ou de sortie de fluide, de préférence ces passages sont taraudés au voisinage de l'extérieur du
30 bloc (102) afin de permettre l'adaptation aisée d'un raccord. Le passage (107) est généralement destiné à l'entrée du fluide vecteur.

L'obturateur (100) du type piston placé à l'intérieur du corps (86) a la forme générale d'un cylindre allongé, il présente selon sa longueur et de l'intérieur du corps (86) à l'extérieur de celui-ci, deux
35 zones qui sont vers l'intérieur du corps la zone de liaison et vers

l'extérieur la zone de commande.

La zone de commande comporte à la fois des moyens de fixation de l'obturateur (100) au corps (86) et les moyens de commande.

Les moyens de fixation de l'obturateur (100) au corps (86) sont
05 constitués par une zone filetée qui s'adapte au filetage intérieur (88)
du corps (86).

Les moyens de commande sont constitués d'une part par deux plats (119) situés à l'extrémité de l'obturateur (100), ces deux plats permettent de saisir aisément cette extrémité lors de la manoeuvre de
10 l'obturateur (100) et d'autre part, par un ergot (90) qui se déplace dans la découpe (89) du support (87), l'ergot (90) venant en butée contre les deux plans contenant l'axe de l'obturateur (100) et limitant la découpe (89) pour chaque position de l'obturateur (100).

La zone de liaison comporte les moyens de liaison qui sont seion
15 le présent mode de réalisation, constitués par des conduits et une cavité internes à l'obturateur (100).

Ainsi l'obturateur (100) présente dans un premier plan de coupe perpendiculaire à son axe deux conduits en forme de V (110, 111), l'angle au sommet du V étant supérieur à 90° afin qu'aucune communication
20 n'existe entre ces deux conduits. Les conduits en V (110, 111) débouchent à la surface de l'obturateur (100) par quatre orifices, le conduit (110) débouche par les orifices (112) et (113), le conduit (111) débouche par les orifices (114) et (115), les orifices (112, 113, 114, 115) étant décalés de 90° (voir figure 5b).

25 Dans la première position de l'obturateur (100) représentée figure 5a, le conduit en V (110) assure la liaison entre les passages (105) et en amont de celui-ci la sortie (15) de la précolonne (2) et le passage (108) qui est relié à des moyens d'entrée et/ou de sortie de fluide. Simultanément le conduit en V (111) assure la liaison entre le
30 passage (107) qui peut être l'entrée de fluide vecteur et le passage (106) et en aval de celui-ci avec l'entrée (16) de la colonne (3).

Dans une autre position de l'obturateur (100) obtenue par une rotation de celui-ci de 90° , dans le sens inverse du sens trigonométrique, le conduit en V (110) assure la liaison entre le passage (105) et
35 en amont de celui-ci la sortie (15) de la précolonne (2) et le passage

(107) qui peut être relié à l'entrée de fluide vecteur. Simultanément le conduit en V (111) assure la liaison entre le passage (108) qui est relié à des moyens d'entrée et/ou de sortie de fluide, le passage (108) peut aussi être obturé par adaptation d'un bouchon, et le passage (106) et en 05 aval de celui-ci à l'entrée (16) de la colonne (3).

La zone de liaison de l'obturateur (100) comporte également une cavité (116) intérieure à l'obturateur (100) qui communique avec l'extérieur de celui-ci par deux passages (117) et (118). La cavité (116) est décalée longitudinalement selon l'axe de l'obturateur (100) vers 10 l'extrémité (96) de celui-ci (extrémité opposée à la zone de commande), la cavité (116) est obturée de façon étanche par un bouchon (99) par exemple fixé par soudage à l'extrémité (96) de l'obturateur (100).

Les deux passages (117) et (118) sont situés dans un même plan contenant l'axe de l'obturateur (100), ils débouchent à la surface de 15 l'obturateur (100) respectivement par les orifices (97) et (98), les orifices (97, 98) et l'orifice (115) du conduit en V (111) sont situés sur la même génératrice de l'obturateur (100), les orifices (97) et (115) étant situés de part et d'autre de l'orifice (98) et à égale distance de celui-ci.

20 Dans la deuxième position de l'obturateur (100) représentée figure 5c et figure 6, obtenue par rotation de 90° de l'obturateur (100) en sens inverse du sens trigonométrique et translation longitudinale d'un vecteur dont la longueur est égale à la distance entre les orifices (98) et (115), le passage (107) du bloc (102) qui sert d'entrée au fluide 25 vecteur est relié par l'intermédiaire du passage (118) de la cavité (116), et du passage (117) au passage (109) qui est alors un moyen de sortie de fluide.

La zone de liaison de l'obturateur (100) comporte également un conduit (120) sensiblement diamétral, limité par un tube (121), 30 traversant la cavité (116) fixé dans l'obturateur (100) de façon étanche, par exemple par soudage. Le conduit (120) est situé dans un deuxième plan perpendiculaire à l'axe de l'obturateur et qui contient le passage (118) faisant communiquer la cavité (116) avec l'extérieur de l'obturateur (100), le conduit (120) étant perpendiculaire au plan contenant les 35 passages (117) et (118).

Ainsi dans la deuxième position de l'obturateur (100), représentée figure 5c, le conduit (120) assure la liaison entre le passage (105) du bloc (102) et en amont de celui-ci la sortie (15) de la précolonne (2) et le passage (106) du bloc (102) et en aval de celui-ci
05 l'entrée (16) de la colonne (3).

De la description du bloc (102) selon le deuxième mode de réalisation du dispositif objet de l'invention, il apparaît que dans la première position de l'obturateur (100) représentée figure 5a, la colonne (3) et la précolonne (2) peuvent être balayées par un fluide indépendam-
10 ment l'une de l'autre, et que dans la deuxième position de l'obturateur (100) représentée figure 5c, la précolonne (2) et la colonne (3) peuvent être balayées en série par un fluide.

Le bloc (104) comporte les moyens pour introduire un étalon, ces moyens sont, selon le mode de réalisation de dispositif objet de
15 l'invention, représentés figures 3 et 7, constitués par une vanne (60) du type vanne à piston, ces moyens d'injection permettent d'introduire au moins un étalon à l'entrée (16) de la colonne (3).

La vanne (60) permet d'introduire l'étalon en aval du passage (106) du bloc (102) et de là à l'entrée (16) de la colonne (3) par
20 l'intermédiaire du conduit (81) du bloc (103).

La vanne (60) est constituée d'un support de vanne (61), d'un boisseau (62) et d'un piston (63).

Le support de vanne (61) de forme généralement cylindrique est emmanché dans une cavité appropriée formée dans le bloc (104), sa surface
25 interne est au moins en partie pourvue d'un filetage. La paroi du support comporte une découpe (64) limitée d'une part par deux plans contenant l'axe du cylindre et faisant entre eux un angle voisin de 90° [compte-tenu du diamètre de l'ergot (65) décrit ci-après] et, d'autre part, par un plan perpendiculaire à l'axe du cylindre.

30 Le boisseau (62) de la vanne (61) est constitué d'un cylindre creux placé dans un logement cylindrique du bloc (104), il comporte deux ensembles de deux trous diamétralement opposés, décalés longitudinalement selon l'axe du boisseau et décalés angulairement d'un angle voisin de 90°. Le premier ensemble de trous (66) et (67) est tel que les trous
35 communiquent avec les passages (76) et (77) du bloc (104). Le deuxième

ensemble de trous (68) et (69) communique avec les canaux (70) et (71) d'alimentation par balayage de l'étalon (figure 7).

De préférence, le boisseau (62) est réalisé en polytétrafluoroéthylène, matériau qui permet à la fois un bon glissement du piston (63) dans le boisseau (62) et une étanchéité satisfaisante par le seul contact entre la surface extérieure du piston (63) et la surface intérieure du boisseau (62), et qui présente une grande inertie vis-à-vis des produits chimiques.

Le piston (63) placé à l'intérieur du boisseau (62) a la forme générale d'un cylindre allongé, il présente, selon sa longueur et de l'intérieur du bloc (104) à l'extérieur de celui-ci, deux zones, qui sont vers l'intérieur du bloc (104) la zone d'alimentation et d'injection de l'étalon et vers l'extérieur du bloc (104) la zone de commande.

La zone d'alimentation et d'injection comporte un passage (72) et un logement (73) pour l'étalon. Le passage (72) et le logement (73) sont sensiblement diamétraux et traversent le piston (63) de part en part. Ils sont sensiblement décalés selon l'axe longitudinal du piston (63) et décalés angulairement d'un angle voisin de 90°. Dans une position du piston (63) telle que représentée figures 3 et 7, le passage (72) assure la communication entre les trous (66) et (67) communiquant avec les passages (76) et (77) du bloc (104), le logement (73) est alors simultanément en communication avec les canaux (70) et (71) d'alimentation par balayage de l'étalon. Le canal (70) est, de préférence, taraudé au voisinage de l'extérieur du bloc (104) pour permettre l'adaptation aisée d'un raccord. Dans la position d'injection du piston (63), la communication entre les trous (66) et (67) est établie par l'intermédiaire du logement (73), le passage (72) étant neutralisé.

Le déplacement du piston (63) pour passer de la position représentée figures 3 et 7, à la position qui permet l'injection de l'étalon, position dans laquelle le logement (73) vient prendre la place du passage (72) se fait par un mouvement de translation selon l'axe du piston d'une distance égale au décalage longitudinal existant entre le passage (72) et le logement (73), simultanément à un mouvement de rotation autour de ce même axe d'un angle égal au décalage angulaire existant entre le passage (72) et le logement (73).

La zone de commande comporte à la fois des moyens de fixation du piston (63) au support (61) et les moyens de commande.

Les moyens de fixation du piston (63) au support (61) sont constitués par une zone filetée qui s'adapte à la surface intérieure
05 filetée du support (61).

Les moyens de commande sont constitués d'une part par deux plats (74) situés à l'extrémité du piston (63), ces plats permettent de saisir aisément cette extrémité lors de la manoeuvre du piston (63) et d'autre part, par un ergot (65) qui se déplace dans la découpe (64) du
10 support (61), l'ergot (65) venant en butée contre les deux plans contenant l'axe du piston (63) et limitant la découpe (64) pour chaque position du piston (63), soit passage (72), soit logement (73) en communication avec les trous (66) et (67) qui communiquent avec les passages (76) et (77) du bloc (104).

15 La position du piston (63) telle que le logement (73) communique avec les passages (76) et (77) du bloc (104) par l'intermédiaire des trous (66) et (67) permet l'injection d'un étalon à l'entrée (16) de la colonne (3) par l'intermédiaire du conduit (81).

Le but de l'invention était d'établir les liaisons
20 précolonne/colonne en évitant au maximum les pertes d'efficacité de la colonne de séparation dues aux volumes morts. On remarquera que le dispositif objet de l'invention décrit ci-avant permet d'atteindre ce but.

En effet lors de la résolution de divers problèmes analytiques il est souvent nécessaire de balayer en série la précolonne et la colonne
25 par exemple pour éluer dans celle-ci les composés retenus par la précolonne ou l'échantillon qui est filtré par la précolonne. Ainsi, avec le dispositif selon l'invention, la sortie (15) de la précolonne (2) et l'entrée (16) de la colonne (3) sont reliées directement, sans changement de direction et sans volume mort par le passage (80) du bloc (101), le
30 passage (105) du bloc (102), le conduit (120) de l'obturateur (100), éventuellement si un étalon est injecté les passages (77, 72, 76) des moyens d'injection de l'étalon, et le passage (81).

Le dispositif pour associer une précolonne et une colonne en chromatographie en phase liquide, objet de l'invention permet de résoudre
35 aisément les problèmes analytiques que pose l'analyse d'échantillons

contenant des composés lourds ou des composés très dilués ou encore l'analyse de suspensions.

A titre d'exemple, les figures 8 et 9 représentent schématiquement l'emploi du dispositif objet de l'invention selon le premier mode de réalisation décrit, pour l'analyse d'échantillons très dilués (figures 8a et 8b) et l'analyse de suspensions (figures 9a et 9b).

Pour l'analyse d'échantillons très dilués dans une première phase opératoire, la précolonne est balayée seule par l'échantillon afin de retenir les composés à identifier pendant que la colonne est balayée par le fluide vecteur et dans une deuxième phase, la précolonne et la colonne sont balayées en série afin d'éluer dans la colonne de séparation les composés qui ont été retenus par la précolonne.

Ainsi dans la première phase (figure 8a), l'obturateur (7) du dispositif selon l'invention est placé de façon telle que :

- la sortie (15) de la précolonne (2) soit reliée au conduit (41) par l'intermédiaire du conduit (10) et de la gorge (47) de l'obturateur (7),

- l'entrée (16) de la colonne (3) soit reliée au conduit (12) d'alimentation de fluide vecteur par l'intermédiaire du conduit (11) et de la gorge (48) de l'obturateur (7).

De plus, le conduit (40) du corps (20) est relié par un tube (52) au conduit (49) du porte précolonne (23).

Le conduit (42) est obturé à l'aide d'un bouchon (53).

Lors de cette première phase opératoire, l'échantillon dilué est injecté ou alimenté en continu à l'entrée (14) de la précolonne (2) qu'il balaye. Les composés à identifier sont retenus par la précolonne (2), l'échantillon appauvri ressort de la précolonne (2) par la sortie (15) et est évacué par l'intermédiaire du conduit (10), de la gorge (47), du conduit (41). Eventuellement, si nécessaire, un recyclage de l'échantillon appauvri peut être établi en reliant à l'aide d'un tube le conduit (41) au conduit (25) par un conduit analogue au conduit (49) jusqu'à épuisement de l'échantillon en composés à identifier.

Simultanément le liquide vecteur est alimenté à l'aide d'une pompe (54) par l'intermédiaire du conduit (12) de la gorge (48), du conduit (11) à l'entrée (16) de la colonne (3).

Dans la deuxième phase (figure 8b), l'obturateur (7) du dispositif selon l'invention est placé de façon telle que :

- la sortie (15) de la précolonne (2) soit reliée à l'entrée (16) de la colonne (3) par l'intermédiaire du conduit (46) de
05 l'obturateur (7),
- le conduit (12) d'alimentation du fluide vecteur soit relié à l'entrée (14) de la précolonne (2) par l'intermédiaire de la gorge (48) de l'obturateur (7), du conduit (40), du conduit (49) et du conduit (25).

Lors de cette deuxième phase opératoire, le fluide vecteur est
10 alimenté à l'aide de la pompe (54) par l'intermédiaire du conduit (12), de la gorge (48), du conduit (40), du tube (52), du conduit (49) et du conduit (25) à l'entrée (14) de la précolonne (2) qu'il balaye en éluant les composés de l'échantillon qui ont été retenus par elle vers l'entrée (16) de la colonne (2) pour séparation, par l'intermédiaire du
15 conduit (10), du conduit (46) de l'obturateur (7) et du conduit (11). A la sortie (17) de la colonne (3) le fluide vecteur entraîne l'éluat par le conduit (39) vers le détecteur.

Pour l'analyse d'échantillons se présentant sous forme de dispersion, dans une première phase opératoire la précolonne et la
20 colonne sont balayées en série, la précolonne assurant la filtration de l'échantillon et dans une deuxième phase elles sont balayées en sens inverse afin, d'une part de nettoyer la précolonne et, d'autre part d'assurer l'éluion des constituants de l'échantillon retenus par la colonne et d'entraîner ces constituants vers le détecteur.

25 Préalablement à l'analyse d'échantillon se présentant sous forme de suspension :

- le conduit (12) d'alimentation du fluide vecteur et le conduit (41) sont reliés tous deux par des tubes (55, 56) à la pompe (54) d'alimentation du fluide vecteur,
- 30 - le conduit (40) du corps (20) est relié par un tube (52) au conduit (49) du porte précolonne (23).

Ainsi dans la première phase (figure 9a), l'obturateur (7) du dispositif selon l'invention est placé de façon telle que :

- l'entrée (14) de la précolonne (2) soit reliée au conduit (12)
35 d'alimentation de fluide vecteur par l'intermédiaire de la gorge (48) de

l'obturateur (7) du conduit (40), du tube (52), du conduit (49) et du conduit (25),

- la sortie (15) de la précolonne (2) soit reliée à l'entrée (16) de la colonne (3) par l'intermédiaire du conduit (10), du conduit (46) de l'obturateur (7) et du conduit (11).

Le conduit (42) est obturé à l'aide d'un bouchon (53).

Lors de cette première phase opératoire, l'échantillon est injecté à l'entrée (14) de la précolonne (2) par l'intermédiaire du conduit (25), il est entraîné par le fluide vecteur alimenté par le conduit (49) dans le conduit (25). L'échantillon balaye la précolonne (2) où il est filtré, ressort de la précolonne (2) par la sortie (15), est entraîné par l'intermédiaire du conduit (10), du conduit (46) de l'obturateur (7), du conduit (11) à l'entrée (16) de la colonne (3). A la sortie (17) de la colonne (3), le fluide vecteur entraîne l'éluat par le conduit (39) vers le détecteur.

Dans la deuxième phase (figure 9b), l'obturateur (7) du dispositif selon l'invention est placé de façon telle que :

- l'entrée (16) de la colonne (3) soit reliée au conduit (12) d'alimentation de fluide vecteur par l'intermédiaire du conduit (11) et de la gorge (48) de l'obturateur (7),

- la sortie (15) de la précolonne (2) soit reliée au conduit (41) et de là à la pompe (54) par l'intermédiaire du conduit (10) et de la gorge (47) de l'obturateur (7),

- le conduit (42) soit relié au conduit (40) par l'intermédiaire du conduit (46) de l'obturateur (7) et de là au tube (52), aux conduits (49) et (25) du porte précolonne (23) et par là, à l'entrée (14) de la précolonne (2).

Le conduit (42) a été ouvert, le bouchon (53) ayant été enlevé.

Lors de cette deuxième phase opératoire, le fluide vecteur poursuit l'éluat des constituants retenus par la colonne (3), tandis que dans la précolonne (2) le fluide vecteur s'écoule en sens inverse de son sens d'écoulement lors de la première phase opératoire et nettoie la précolonne, le fluide vecteur sale est dirigé vers l'extérieur par l'intermédiaire des conduits (25) et (49) du porte précolonne (23), du tube (52), du conduit (40), du conduit (46) de l'obturateur (7), du

conduit (42).

La résolution de deux problèmes analytiques par utilisation du dispositif, objet de la présente invention, n'ont été décrits ci-avant qu'à titre d'exemple et il est à la portée de l'homme de l'art d'utiliser
05 ledit dispositif pour la résolution d'autres problèmes analytiques qui nécessitent l'association de deux colonnes.

Ainsi, l'homme de l'art peut utiliser le dispositif selon l'invention lors de l'analyse d'échantillons contenant des composés lourds qui ne sont pas indésirables. Dans ce cas, dans une première phase
10 opératoire, la colonne et la précolonne sont balayées en série par l'échantillon, les composés lourds étant retenus par la précolonne et dans une deuxième phase opératoire la précolonne et la colonne sont balayées séparément par le liquide vecteur, les composés lourds retenus
15 composés retenus par la colonne étant élués vers un deuxième détecteur.

Bien que ci-avant ait été décrit un dispositif dont les moyens de liaison sont portés par un obturateur sensiblement cylindrique du type tournant ou du type piston, il est à la portée de l'homme de métier de réaliser d'autres moyens de liaison comme par exemple un obturateur du
20 type piston dont les moyens de liaison sont constitués par des conduits sensiblement diamétraux décalés angulairement et longitudinalement selon l'axe de l'obturateur, les conduits étant associés à des gorges selon les génératrices de l'obturateur.

Le dispositif pour associer une précolonne et une colonne, selon
25 l'invention est particulièrement intéressant à utiliser pour réaliser un chromatographe industriel automatique, la translation et/ou la rotation de l'obturateur étant commandées par programmation ou par asservissement.

Le dispositif, objet de l'invention présente de nombreux avantages.

30 En effet, le dispositif selon l'invention permet de relier aisément et à volonté l'entrée de la colonne et la sortie de la précolonne entre elles ou aux moyens d'entrée et/ou de sortie de fluide dans et/ou hors du dispositif, diverses liaisons pouvant être
simultanées. En outre, l'établissement ou la cessation de ces liaisons se
35 faisant par seule commande de l'obturateur et ne nécessitant pas le

montage et/ou le démontage de tubes de liaison et/ou la manoeuvre de plusieurs vannes.

Un avantage important de ce dispositif pour associer une précolonne et une colonne, objet de la présente invention, est qu'il évite la perte d'efficacité de la colonne de séparation due aux inévitables volumes morts formés par les liaisons à l'aide de tubes capillaires et de vannes entre l'entrée de la colonne et la sortie de la précolonne, des réalisations selon l'art antérieur.

De plus, la manoeuvre du dispositif selon l'invention est aisée à automatiser.

Bien que dans le présent texte on se soit référé à la technique de chromatographie en phase liquide, le dispositif objet de l'invention peut servir à associer une précolonne et une colonne en chromatographie en phase gazeuse et être utilisé pour la réalisation d'un chromatographe en phase gazeuse.

20

25

30

35

REVENDICATIONS

1°) - Dispositif (1) pour associer une précolonne (2) et une colonne (3) en chromatographie notamment en phase liquide, caractérisé en
05 ce qu'il comporte à la fois des moyens de fixation (4) de la colonne (3)
et de la précolonne (2) et des moyens de liaison pour relier l'entrée
(16) de la colonne (3) et la sortie (15) de la précolonne (2) entre elles
ou aux moyens d'entrée et/ou de sortie de fluide dans et/ou hors dudit
dispositif (1).

10 2°) - Dispositif selon la revendication 1, caractérisé en ce que
ledit dispositif est constitué :

- d'un corps (20) pourvu de moyens de fixation d'une colonne et
de moyens de fixation (4) d'une précolonne (2), ledit corps (20)
comportant un logement (6), ledit logement (6) étant notamment relié à la
15 sortie (15) de la précolonne (2), à l'entrée (16) de la colonne (3), à
des moyens d'entrée et/ou de sortie de fluide constitués par des conduits
(12, 40, 41, 42) situés dans ledit corps et débouchant dans ledit
logement par des orifices (13, 43, 44, 45),

- d'un obturateur (7) placé dans ledit logement (6) comportant
20 les moyens de liaison pour relier l'entrée (16) de la colonne (3) et la
sortie (15) de la précolonne (2) entre elles ou aux moyens d'entrée et/ou
de sortie de fluide et/ou un moyen d'entrée à un moyen de sortie.

3°) - Dispositif selon la revendication 2, caractérisé en ce que
l'obturateur (7) est sensiblement cylindrique du type tournant, les
25 liaisons étant obtenues par rotation dudit obturateur.

4°) - Dispositif selon la revendication 3, caractérisé en ce que
les moyens de liaison portés par ledit obturateur (7) sont constitués par
un conduit (46) sensiblement diamétral et des gorges (47, 48) situées sur
la surface dudit obturateur (7), lesdites gorges (47, 48), ledit conduit
30 (46) et les orifices (13, 43, 44, 45) des moyens d'entrée et/ou de sortie
de fluide dans ledit logement (6) étant sensiblement situés dans un même
plan perpendiculaire à l'axe dudit obturateur (7).

5°) - Dispositif selon la revendication 2, caractérisé en ce que
l'obturateur est du type piston les liaisons étant obtenues par
35 translation et rotation dudit obturateur.

6°) - Dispositif selon la revendication 5, caractérisé en que les moyens de liaison portés par ledit obturateur sont constitués par des conduits sensiblement diamétraux décalés angulairement et longitudinalement selon l'axe dudit obturateur et des gorges selon des
05 génératrices dudit obturateur.

7°) - Dispositif selon la revendication 5, caractérisé en ce que les moyens de liaison portés par ledit obturateur (100) sont constitués par des conduits (110, 111, 120) et une cavité (116) internes à l'obturateur (100).

10 8°) - Dispositif selon la revendication 7, caractérisé en ce que les moyens de liaison portés par ledit obturateur (100) sont constitués de :

- deux conduits en forme de V (110, 111) situés dans un premier plan perpendiculaire à l'axe de l'obturateur (100), l'angle du V étant
15 supérieur à 90°, lesdits deux conduits débouchant à la surface de l'obturateur par quatre orifices (112, 113; 114, 115) décalés de 90°,

- une cavité (116) située à l'intérieur de l'obturateur (100) et communiquant avec l'extérieur de celui-ci par deux passages (117, 118) situés dans un même plan contenant l'axe de l'obturateur (100) et
20 débouchant à la surface de celui-ci par deux orifices (97, 98), lesdits deux orifices (97, 98) et l'un des orifices (115) d'un conduit en V (111) étant situés sur une même génératrice de l'obturateur (100),

- un conduit (120) sensiblement diamétral délimité par un tube (121) traversant ladite cavité (116) situé dans un deuxième plan
25 perpendiculaire à l'axe de l'obturateur (100) et contenant l'un des passages (118) faisant communiquer ladite cavité (116) avec l'extérieur de l'obturateur(100), ledit conduit (120) étant perpendiculaire au plan contenant lesdits deux passages (117, 118).

9°) - Dispositif selon l'une quelconque des revendications 2 à
30 8, caractérisé en ce que ledit obturateur (7, 100) comporte des moyens de commande (49, 63) de la rotation et/ou de la translation dudit obturateur (7, 100).

10°) - Dispositif selon l'une quelconque des revendications 2 à
9, caractérisé en ce que ledit corps (20) et lesdits moyens de commande
35 (49, 63) comportent en outre des moyens de visualisation (57, 58) des

communications établies.

11°) - Dispositif selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que les moyens de fixation (5) de la colonne (3) et les moyens de fixation (4) de la précolonne (2) sont
05 constitués par des zones cylindriques filetéés (19, 18).

12°) - Dispositif selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il comporte en outre des moyens d'injection d'au moins un étalon.

13°) - Dispositif selon la revendication 12, caractérisé en ce
10 que lesdits moyens sont constitués par une vanne (60) à piston (61).

14°) - Dispositif selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le corps (20) dudit dispositif est constitué d'un assemblage de blocs (101, 102, 103, 104) rendus solidaires par des moyens appropriés.

15 15°) - Dispositif selon la revendication 14, caractérisé en ce qu'il est constitué d'amont en aval selon le sens d'écoulement de l'échantillon de :

- un premier bloc (101) comportant les moyens de fixation (4) d'une précolonne (2) et la sortie de ladite précolonne (15, 80),

20 - un deuxième bloc (102) comportant les moyens de liaison pour relier l'entrée (16) de la colonne (3) et la sortie (15) de la précolonne (2) entre elles ou aux moyens d'entrée et/ou de sortie (107, 108, 109) de fluide dans et/ou hors dudit dispositif (1),

25 - un troisième bloc (103) comportant les moyens de fixation (5) d'une colonne (3) et l'entrée (16, 81) de ladite colonne (3).

16°) - Dispositif selon la revendication 15, caractérisé en ce qu'un bloc (104) comportant des moyens (60) pour introduire un étalon est situé entre le deuxième bloc (102) et le troisième bloc (103).

30 17°) - Dispositif selon l'une quelconque des revendications 14 à 16, caractérisé en ce qu'un joint d'étanchéité (82, 83, 84) est placé entre deux blocs adjacents.

18°) - Dispositif selon la revendication 17, caractérisé en ce que lesdits joints sont en polytétrafluoroéthylène.

35 19°) - Emploi d'un dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 18 pour la réalisation d'un chromatographe automatique.

PL. I-7

FIG.1

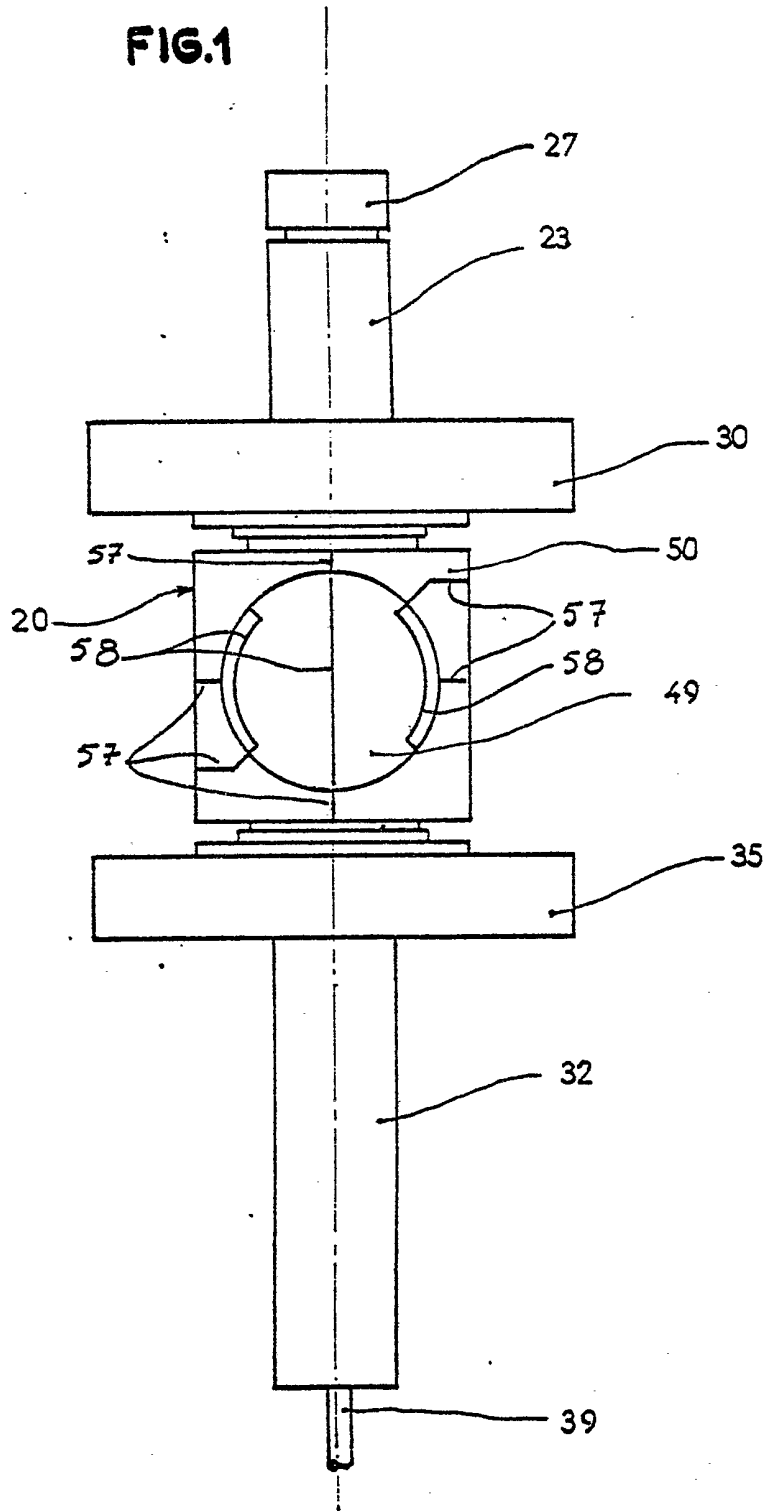


FIG. 2

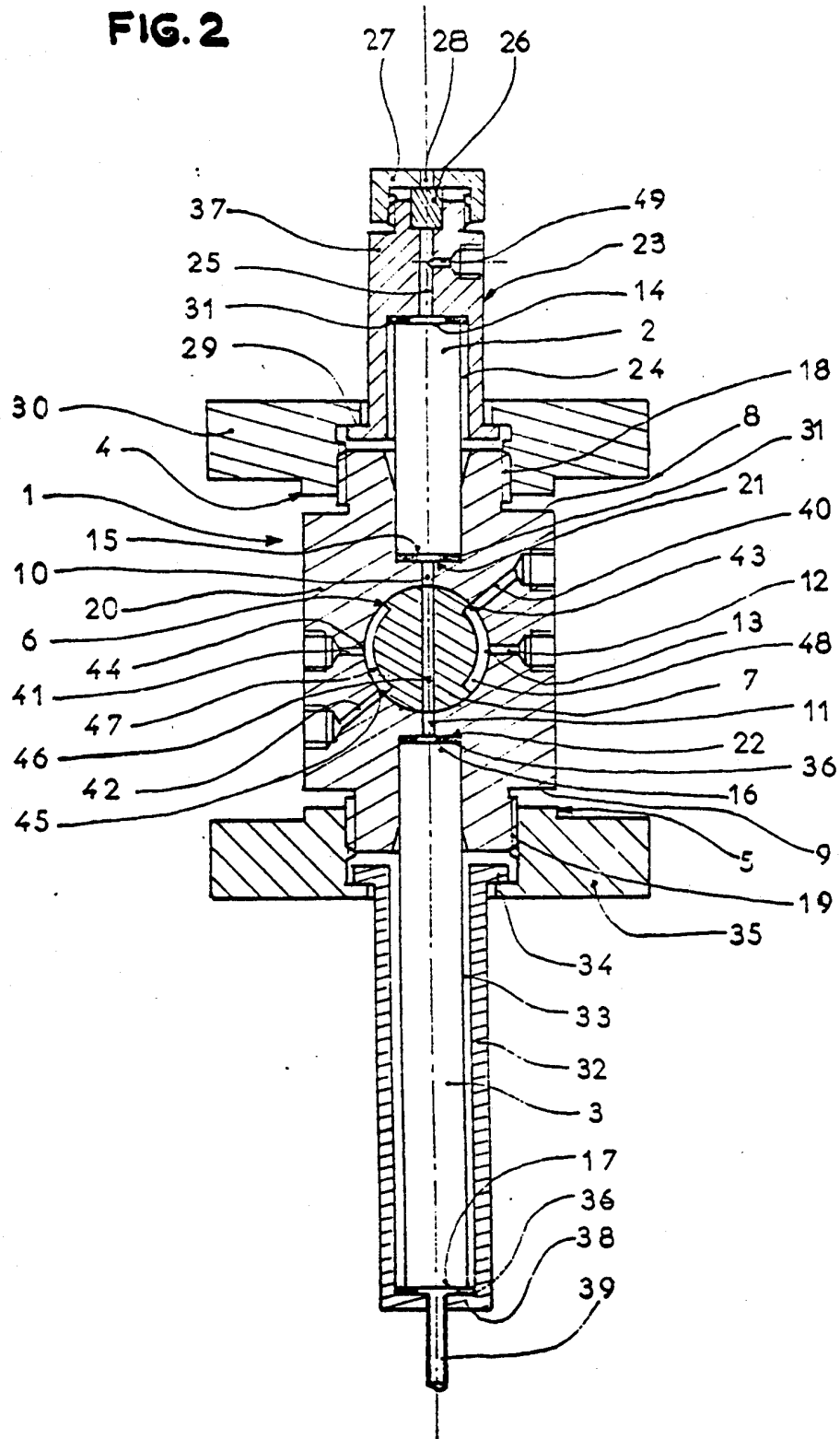


FIG. 3

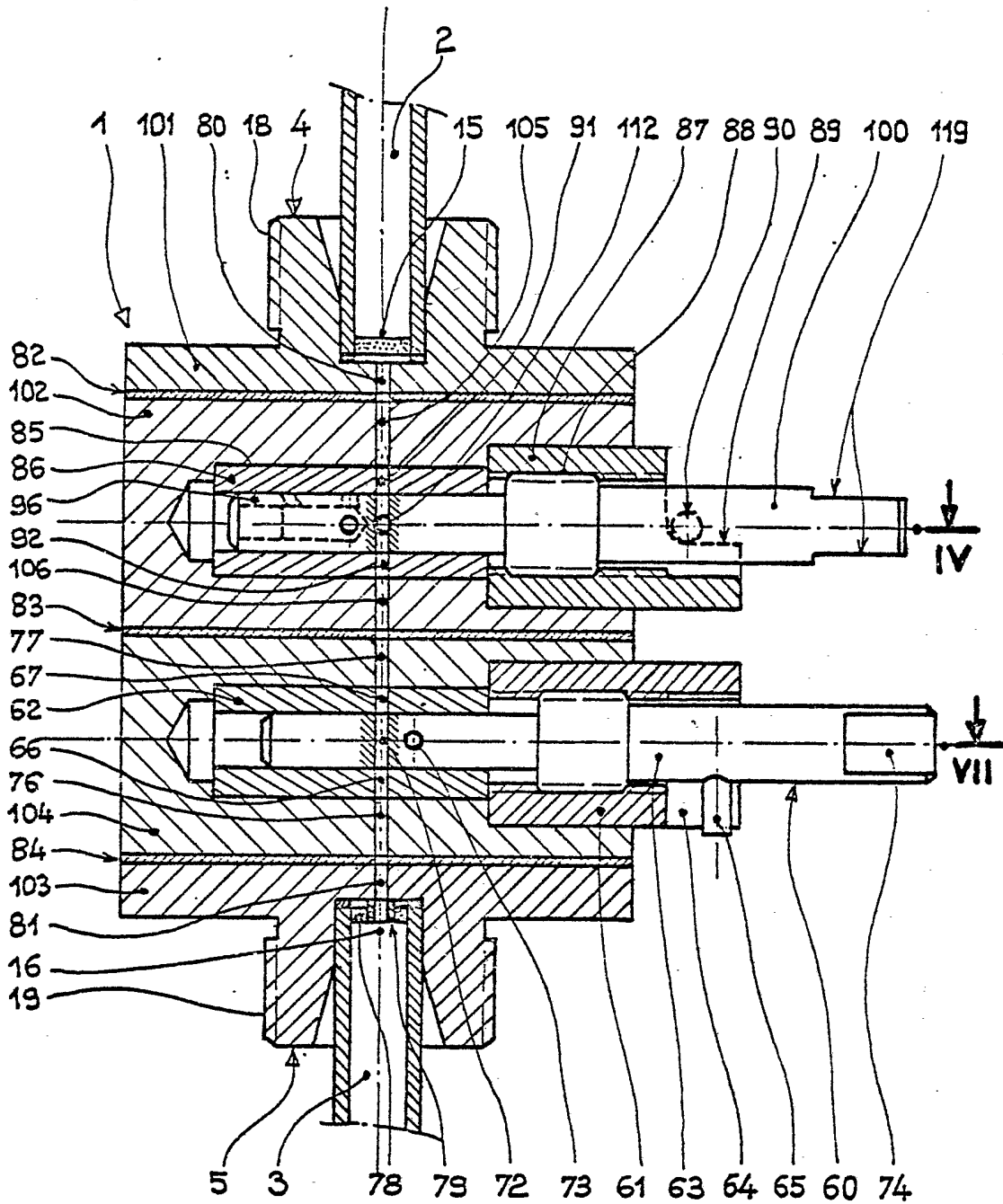


FIG. 4

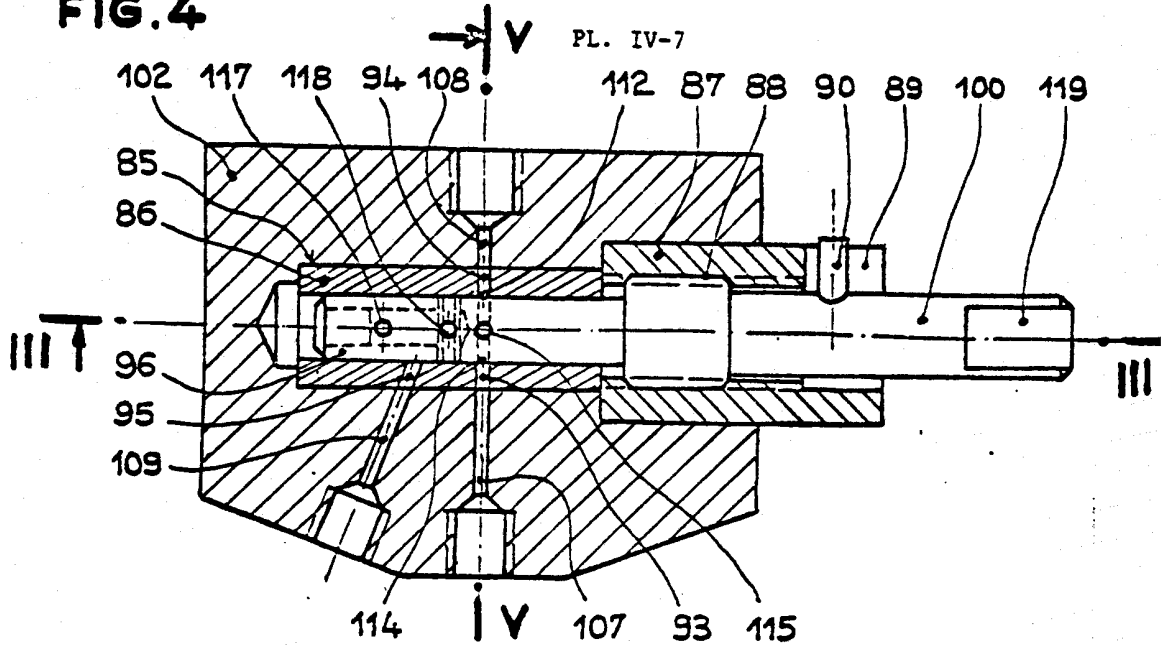


FIG. 6

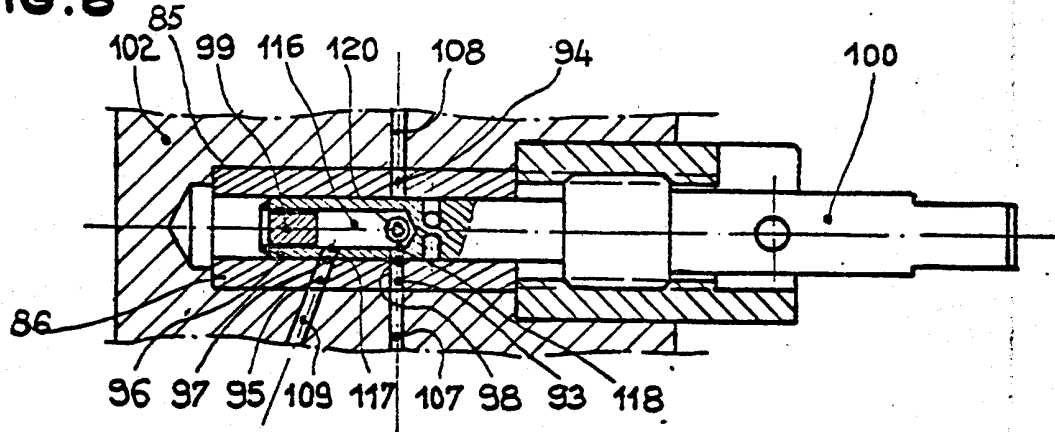


FIG. 7

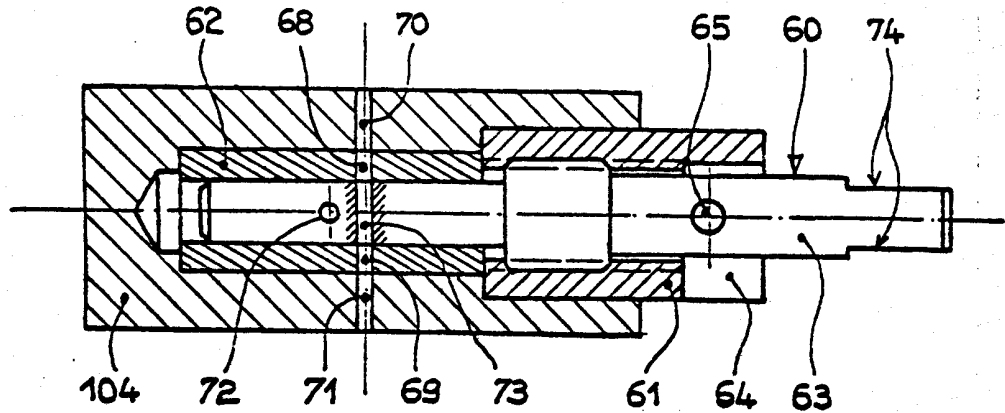
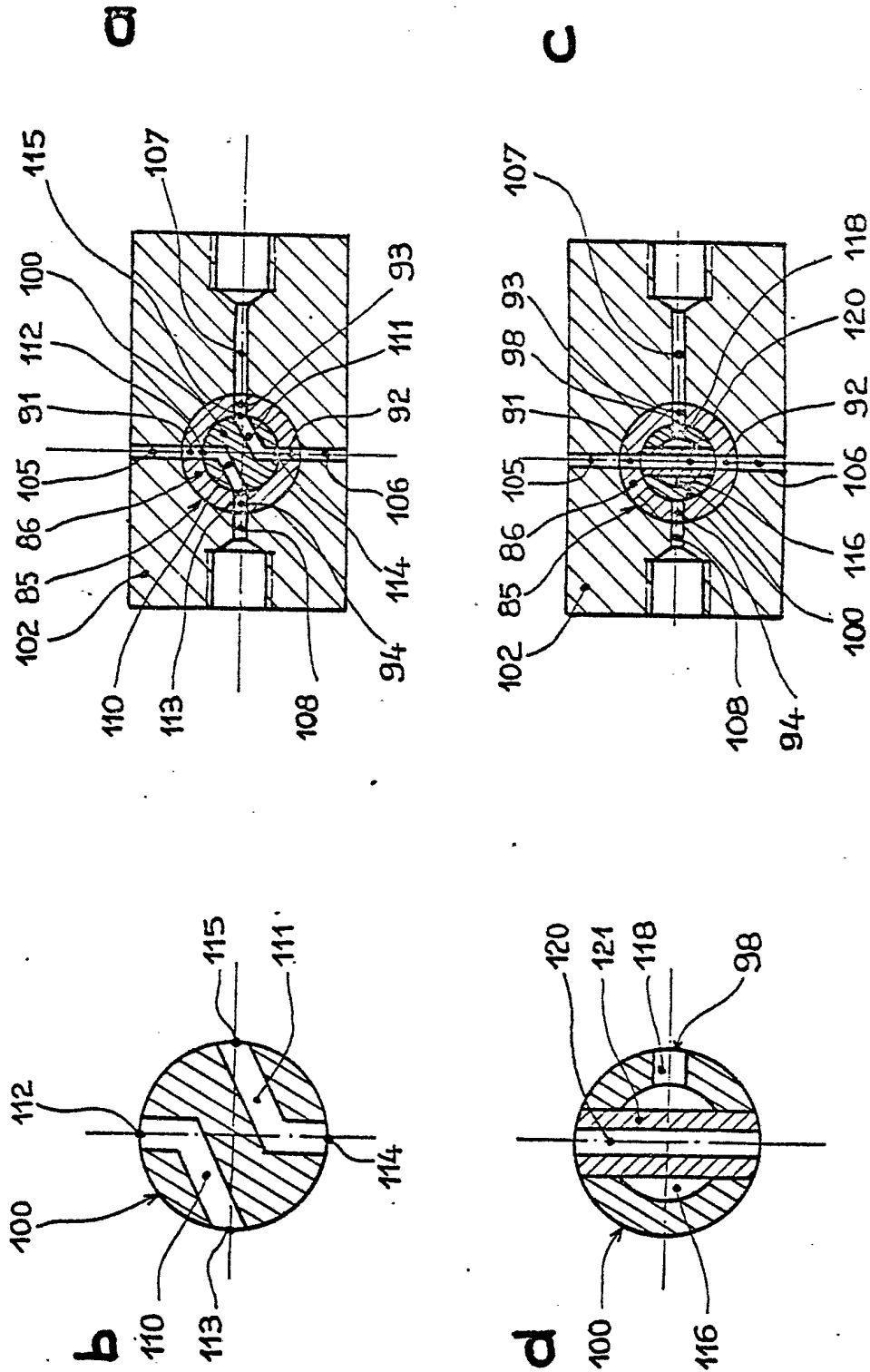
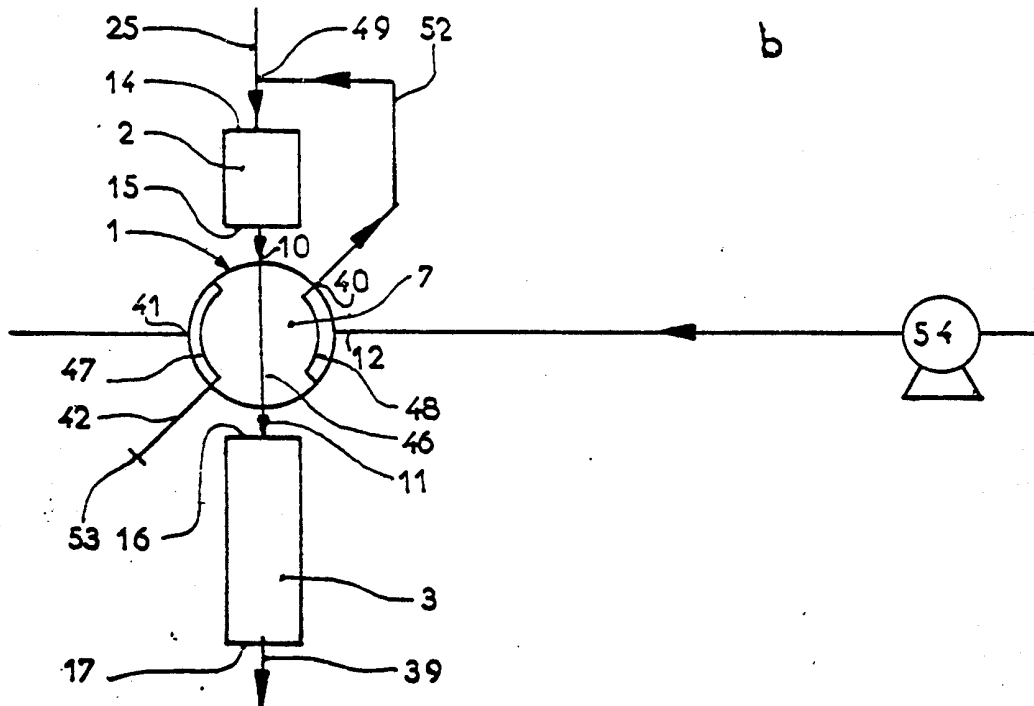
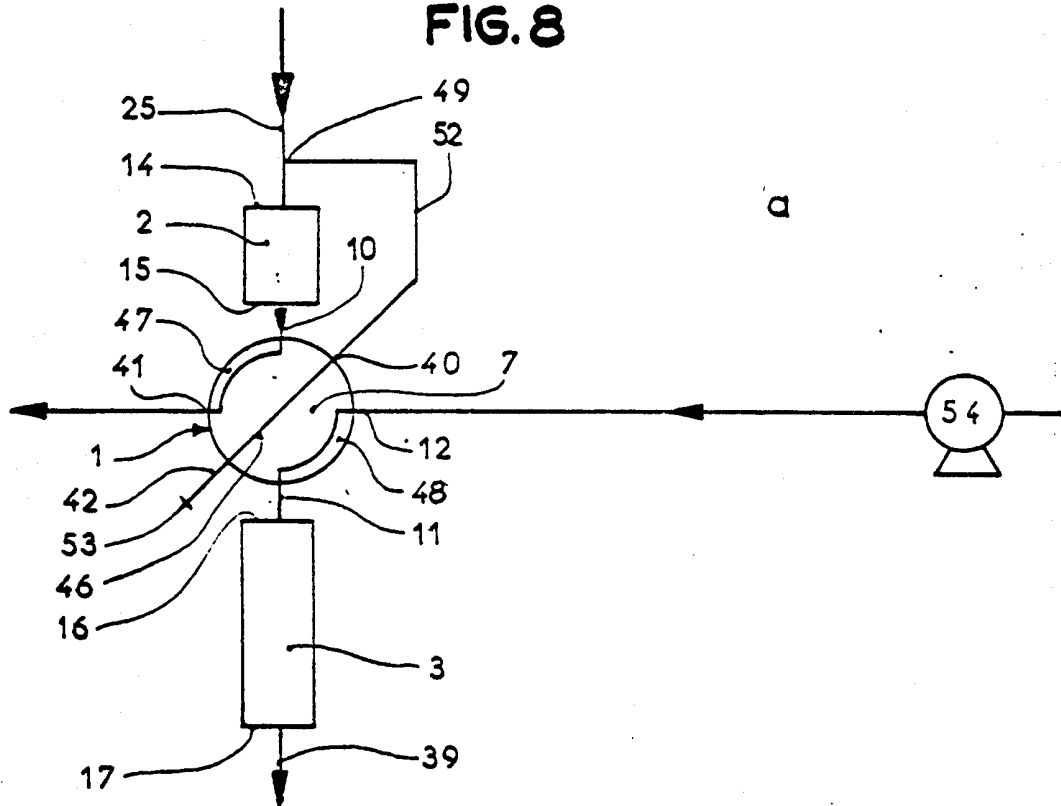


FIG. 5



PL. VI-7

FIG. 8



PL. VII-7
FIG. 9

