

19



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



11 Veröffentlichungsnummer: **0 322 548 B1**

12

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

45 Veröffentlichungstag der Patentschrift: **14.07.93**

51 Int. Cl.⁵: **B65D 51/24**, B01L 3/14,
B65D 39/00

21 Anmeldenummer: **88118843.7**

22 Anmeldetag: **11.11.88**

54 **Gefriertrocknungs-Stopfen.**

30 Priorität: **24.12.87 DE 3744174**

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
05.07.89 Patentblatt 89/27

45 Bekanntmachung des Hinweises auf die
Patenterteilung:
14.07.93 Patentblatt 93/28

84 Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE FR GB IT LI LU NL SE

56 Entgegenhaltungen:
FR-A- 2 096 680
GB-A- 2 026 995
US-A- 3 653 528

73 Patentinhaber: **HELVOET PHARMA N.V.**
Industriepark
B-3820 Alken(BE)

72 Erfinder: **Schrooten, Rik**
Ekselsebaan 1
B-3571 Peer/Kleine Brogel(BE)

74 Vertreter: **Fehners, Klaus Friedrich et al**
Patentanwälte Geyer & Fehners Perhamer-
strasse 31
W-8000 München 21 (DE)

EP 0 322 548 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Beschreibung

Die Erfindung betrifft einen Gefriertrocknungs-Stopfen aus gummielastischem Material, bestehend aus einem zur Einführung in den abzudichtenden Behälterhals bestimmten Zapfen und einem einstückig mit dem Zapfen ausgebildeten und radial über diesen vorstehenden, im wesentlichen kreis-scheibenförmigen Flansch, dessen Längsachse mit derjenigen des Zapfens zusammenfällt, welcher Zapfen einen die Zapfen-Längsachse umgebenden Hohlraum enthält, der zur freien Zapfen-Stirnseite offen ist und sich bis zu einem zentralen geschlossenen Wandungsteil des Flansches erstreckt, wobei der Zapfen einen ersten Abschnitt seiner axialen Länge enthält, der sich zwischen einer durch die vom Zapfen radial nach außen vorspringenden Begrenzungsfläche des Flansches gelegte erste Querebene und einer zur Zapfen-Längsachse lotrechten zweiten Querebene erstreckt und eine geschlossene äußere Umfangsfläche mit einem Durchmesser D von 13 Millimeter aufweist und einen sich an den ersten Abschnitt anschliessenden zweiten Abschnitt enthält, dessen äußere Hüllfläche im wesentlichen den gleichen Durchmesser wie der erste Abschnitt aufweist und der wenigstens einen mit dem Hohlraum kommunizierenden Durchlaß enthält, welcher sich von der Zapfen-Stirnseite bis zu einer im zweiten Abschnitt gelegenen, an die zweite Querebene angrenzende radiale Öffnung erstreckt, und wobei vom zweiten Abschnitt nach außen über die Hüllfläche mehrere, durch elastische Verformung zurückdrängbare Hemmelemente vorstehen, deren axiale äußere Begrenzungen auf einer gemeinsamen, zur Zapfen-Längsachse lotrechten, zwischen der zweiten Querebene und der freien Zapfen-Stirnseite gelegenen dritten Querebene liegen.

Bei einem bekannten derartigen Gefriertrocknungs-Stopfen (FR-A-2 096 680; Fig. 7-12) ist der Zapfen, ausgehend von seiner freien Stirnfläche über den größeren Teil seiner axialen Länge als im wesentlichen rohrförmiger Körper mit nahezu konstanter Wanddicke ausgebildet, d.h. die seitlich begrenzende Innen-Wandfläche seines zentralen Hohlraums ist angenähert eine Zylinderfläche. Bekannt sind ferner Gefriertrocknungs-Stopfen (FR-A-2 096 980; Fig. 1), bei denen nur der an den Flansch angrenzende erste Abschnitt der axialen Länge des Zapfens die Form eines geschlossenen rohrförmigen Körpers aufweist, wobei von der Stirnseite dieses Körpers eine Mehrzahl von Stiften mit gegenseitigem Abstand vorsteht, deren Achsen parallel zur Zapfen-Längsachse gerichtet sind und deren Durchmesser näherungsweise der Wanddicke des Körpers entspricht.

Gefriergut (insbesondere ein Medikament), welches in einem Gefäß enthalten und mit einem der

vorstehend erläuterten Stopfen verschlossen ist, wird in der Regel dadurch entnommen, daß der Flansch des Stopfens mit einer Kanüle durchsto- chen und Flüssigkeit in das Gefäß eingebracht und die Lösung bzw. Suspension bei nach unten gehaltenem Stopfen mit der Kanüle entnommen wird. Wird die Kanüle nicht genau zentrisch in der Mitte des Flansches angesetzt und praktisch parallel zur Zapfen-Längsachse eingestoßen, besteht die Gefahr, daß die Kanülenspitze auf die seitliche Innen-Wandfläche auftrifft, wobei sich die Kanüle verstopfen kann oder Partikel vom Material des Zapfens ausstanzt.

Aufgabe der Erfindung ist es, einen Gefriertrocknungs-Stopfen der eingangs genannten Art so weiter zu bilden, daß die Möglichkeit des Auftreffens der Kanülenspitze auf die seitliche Innenwand-Fläche noch stärker reduziert wird bzw. geringere Sorgfalt beim Einstich der Kanüle aufzuwenden ist, wobei sonstige Anforderungen an einen Gefriertrocknungs-Stopfen, insbesondere hinsichtlich geringem Restvolumen, preisgünstiger Herstellung, ausreichender Dichtigkeit und einfacher Handbarkeit im Zuge des Gefriertrocknungs-Vorganges erhalten bleiben. Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß die den Hohlraum seitlich begrenzende Innen-Wandfläche, ausgehend von dem die Zapfen-Längsachse umgebenden Flächenbereich mit zunehmender Annäherung an die freie Zapfen-Stirnseite ihren Durchmesser vergrößert und daß diese Innen-Wandfläche vollständig außerhalb eines Kegels liegt, dessen Achse die Zapfen-Längsachse ist, dessen Spitze an der ersten Querebene liegt und dessen Spitzenwinkel β gleich oder größer als 50° (Altgrad) ist.

Gemäß einer bevorzugten Ausgestaltung der Erfindung ist die den Hohlraum axial begrenzende Innen-Wandfläche des zentralen Wandungsteiles des Flansches in einem die Zapfen-Längsachse umgebenden Flächenbereich wesentlichen eben ausgebildet und wobei dieser Flächenbereich in einer zur Zapfen-Längsachse lotrechten Querebene liegt, welche nahe der ersten Querebene verläuft.

Vorteilhaft ist der die Zapfen-Längsachse umgebende Flächenbereich der Aussenfläche des zentralen Wandungsteiles des Flansches von dem restlichen peripheren Flächenbereich durch eine kreisförmige, zur Zapfen-Längsachse konzentrische Anordnung von Vorsprüngen abgegrenzt, wodurch die Einstichstelle für die Kanüle markiert wird und in Verbindung mit der erfindungsgemäßen Ausbildung der Innen-Wandfläche des Zapfens eine noch größere Sicherheit bei der Handhabung erreicht wird.

Weitere Merkmale und Vorteile der Erfindung ergeben sich aus den Ansprüchen und der nachstehenden, nicht beschränkenden Erläuterung eines Ausführungsbeispiels der Erfindung anhand

der Zeichnungen. In den Zeichnungen zeigt:

- Fig. 1 in vergrößertem Maßstab eine Draufsicht auf die Oberseite eines Gefriertrocknungs-Stopfens;
 Fig. 2 in vergrößertem Maßstab eine Seitenansicht des Gefriertrocknungs-Stopfens, teilweise im Schnitt gemäß der Linie II-II in Fig. 1;
 Fig. 3 in vergrößertem Maßstab eine andere Seitenansicht des Gefriertrocknungs-Stopfens, teilweise im Schnitt gemäß der Linie III-III in Fig. 1 und
 Fig. 4 in vergrößertem Maßstab eine Draufsicht auf die Unterseite des Gefriertrocknungs-Stopfens.

Der Gefriertrocknungs-Stopfen ist in den Figuren 1 bis 4 in ca. 5-facher Vergrößerung dargestellt. Er besteht aus Gummi und enthält einen für die Einführung in den zu verschließenden Behälterhals bestimmten Zapfen 1 und einen damit einstückig ausgebildeten Flansch 2. Der Zapfen 1 hat, abgesehen von seiner in der Folge noch erläuterten speziellen Ausbildung, im Prinzip die Form eines Hohlzylinders, der einen zur freien Zapfen-Stirnseite 3 offenen Hohlraum 4 umgrenzt.

Der Flansch 2 weist einen seitlich über den Zapfen 1 vorstehenden Rand 2a auf, an dem eine untere, sich radial vom Zapfen nach außen erstreckende plane ringförmige Begrenzungsfläche 5 ausgebildet ist. Diese Begrenzungsfläche liegt in einer von der Zapfen-Längsachse A lotrecht durchdrungenen ersten Querebene Q_1 , ist zur Anlage an der Stirnfläche des Behälterhalses bestimmt und begrenzt die Einstecktiefe des Zapfens in dessen Verschlussposition. Der geschlossene zentrale Wandungsteil 2b des Flansches 2 begrenzt den Hohlraum 4 axial mit einer Innen-Wandfläche 6, die in einem die Zapfen-Längsachse A umgebenden Flächenbereich eben ist und in einer Querebene P liegt, welche in geringem Abstand zur ersten Querebene Q_1 verläuft. Die vom Zapfen 1 abgekehrte Außenfläche 7 des Flansches 2 weist zwei jeweils angenähert halbkreisförmig verlaufende Vorsprünge 8 auf, deren Durchmesser klein bezüglich des Außendurchmessers des Flansches ist und die einen die Zapfen-Längsachse A umgebenden, für den Einstich einer Entnahmekanüle bestimmten Flächenbereich markieren. Von dem die Vorsprünge 8 umgebenden Flächenbereich der Außenfläche 7 stehen radial zur Zapfen-Längsachse A und unter gleichen Winkelabständen verlaufende weitere Vorsprünge 9 vor, welche verhindern, daß mit ihren Außenflächen aneinanderliegende Gefriertrocknungs-Stopfen aneinander oder an anderen Gegenständen haften und dadurch ihre Verarbeitung behindern.

In einem ersten Abschnitt Z_1 seiner axialen Länge, welcher sich zwischen der ersten Querebene

ne Q_1 und einer zur Zapfenlängsachse A lotrechten, die Zapfenlänge in grober Näherung mittig teilenden zweiten Querebene Q_2 befindet, ist der Zapfen 1 vollwandig ausgebildet, d. h. er weist eine geschlossene äußere obere Umfangsfläche 10a auf. Diese Umfangsfläche ist von einer an die erste Querebene Q_1 angrenzenden schmalen und flachen ringförmigen Vertiefung 10' und einer sich daran anschließenden, axial längeren Zylinderfläche gebildet, wobei letztere einen Durchmesser D aufweist, der etwas größer als der Innendurchmesser des Behälterhalses ist und bei vollständig eingeführtem Stopfen unter elastischer Vorspannung dichtend am Behälterhals anliegt.

Ein zweiter Abschnitt Z_2 der axialen Länge des Zapfens 1, der von der zweiten Querebene Q_2 bis zur freien Zapfen-Stirnseite 3 reicht, weist eine äußere zylindrische Hüllfläche 10b auf, welche im wesentlichen den gleichen Durchmesser D wie die obere Umfangsfläche 10a besitzt. Durch den zweiten Abschnitt Z_2 erstreckt sich ein Durchlaß 11 vom Hohlraum 4 zu einer in der Abwicklung im wesentlichen rechteckigen Mündung 13 an der Hüllfläche (Umfangsfläche) 10b. Der Durchlaß 11 hat die Form eines Schlitzes und enthält zwei Seitenflächen 12a, 12b, welche im wesentlichen eben sind, zur Zapfen-Längsachse A nahezu parallel verlaufen, sich vom Hohlraum 4 zur Mündung 13 erweitern und einen gegenseitigen mittleren Abstand haben, der näherungsweise dem mittleren Durchmesser des Hohlraumes entspricht. Ein erster innerer Teil 12c Bodenfläche des Durchlasses 11 liegt in einer zur zweiten Querebene Q_2 parallelen und diesbezüglich um eine geringe Strecke zur Zapfen-Stirnseite 3 versetzten Ebene. An dem inneren Teil 12c schließt sich ein in Form eines Sektors eines Kegelstumpfes geformter äußerer Teil 12d der Bodenfläche an, welcher mit einer in der zweiten Querebene Q_2 gelegenen, einen Bestandteil der Mündung 13 bildenden Kante in die Umfangsfläche 10b übergeht.

Von der Umfangsfläche 10b des zweiten Abschnitts Z_2 des Zapfens springen nach außen drei einstückig angeformte Nocken 14a - 14c vor, deren axial äußere (d. h. der Zapfen-Stirnseite benachbarte) Begrenzungen 15 alle auf einer gemeinsamen dritten Querebene Q_3 liegen, welche lotrecht zur Zapfen-Längsachse A verläuft und näherungsweise in der Mitte zwischen der zweiten Querebene Q_2 und der Zapfen-Stirnseite 3 gelegen ist.

Beim Einführen des Zapfens 1 in den Behälterhals bewirken diese Nocken 14a - 14c durch Anlage ihrer Begrenzungen 15 an der Stirnfläche des Behälterhalses eine Hemmung und definieren eine erste Position des Stopfens, in welcher dieser bereits durch elastische Verformung des an die Zapfen-Stirnseite angrenzenden Zapfenteils kraftschlüssig im Behälterhals gehalten ist, wobei aber

das Behälterinnere über den Durchlaß 11 noch zur Umgebund offen ist. Aus dem im Behälter enthaltenen Material können daher bei der Gefriertrocknung zur Umgebund des Behälters Dämpfe und Gase austreten. Durch erhöhte Kraftanwendung auf den Stopfen werden die Nocken 14 a - 14 c zurückgedrängt, wobei die Nocken selbst und das sie umgebende Material des Zapfens 1 verformt werden. Der Zapfen läßt sich dann in den Behälterhals bis zu einer zweiten Position (Verschlußposition) einführen, welche durch Anlage der Begrenzungsfläche 5 des Flansches 2 an der Stirnfläche des Behälterhalses definiert ist und in welcher der mit der geschlossenen oberen Umfangsfläche 10a ausgestattete erste Abschnitt Z_1 des Zapfens eine vollständige Abdichtung des Behälterhalses bewirkt.

Die Nocken 14a - 14c haben jeweils die Form von im Querschnitt angenähert halbkreisförmigen länglichen Wülsten, die sich in Umfangsrichtung des Zapfens 1 erstrecken, wobei ihre Länge in dieser Richtung jeweils wenigstens das 2,5-fache ihrer axialen Erstreckung beträgt. Ein erster Nocken 14a ist diametral gegenüber dem Durchlaß (Schlitz) 11 angeordnet, dergestalt, daß seine Mitte in einer ersten Längsebene L_1 liegt, welche die Zapfen-Längsachse A enthält und durch die Mitte zwischen den Seitenflächen 12a, 12b des Durchlasses 11 geht. Die Mitten der beiden anderen Nocken 14b, 14c sind durch eine zweite Längsebene L_2 bzw. dritte Längsebene L_3 definiert, welche die Zapfen-Längsachse A enthaltend auf unterschiedlichen Seiten der ersten Längsebene L_1 angeordnet sind und mit dieser jeweils gleich große Winkel α_2 bzw. α_3 von ca. 110° (Altgrad) einschließen.

In einer zur Zapfen-Längsachse A lotrechten vierten Querebene Q_4 ist eine Nut 16 so angeordnet, daß ihre innere (d. h. dem Flansch 2 benachbarte) Seitenwand in der dritten Querebene Q_3 liegt.

An die Nut 16 schließt sich eine Umfangsfläche 17 des Zapfens 1 an, deren Durchmesser geringfügig größer als der Durchmesser der Umfangsfläche ist, von der die Nocken 14a-14c vorspringen. Die Umfangsfläche schließt über eine der leichteren Einführung der Zapfens 1 in den Behälterhals dienende konische Fläche 18 an die Zapfen-Stirnseite an.

Die den Hohlraum 4 des Zapfens 1 axial begrenzende Innen-Wandfläche 6 geht über eine gerundete Hohlkehle in eine seitlich begrenzende Innen-Wandfläche 19 über, welche die Form eines Kegelstumpfes aufweist, dessen Achse die Zapfen-Längsachse A ist und der seinen größten Durchmesser an der Zapfen-Stirnseite 3 aufweist. Wesentlich für die Formgebund dieser Innen-Wandfläche 19 ist, daß diese an keiner Stelle innerhalb

eines (gedachten) Kegels K vorsteht, dessen Achse die Zapfen-Längsachse A ist und dessen Spitze K_1 in der ersten Querebene Q_1 liegt, wobei der in Altgrad gemessene Spitzenwinkel β dieses Kegels größer als ein nach der Formel

$$- 39 + 75 \times \lg (D)$$

berechneter Wert ist (D = maximaler Durchmesser in Millimetern des ersten Abschnitts Z_1).

Patentansprüche

1. Gefriertrocknungs-Stopfen aus gummielastischem Material, bestehend aus einem zur Einführung in den abzudichtenden Behälterhals bestimmten Zapfen (1) und einem einstückig mit dem Zapfen ausgebildeten und radial über diesen vorstehenden, im wesentlichen kreis-scheibenförmigen Flansch (2), dessen Längsachse (A) mit derjenigen des Zapfens zusammenfällt, welcher Zapfen (1) einen die Zapfen-Längsachse (A) umgebenden Hohlraum (4) enthält, der zur freien Zapfen-Stirnseite (3) offen ist und sich bis zu einem zentralen geschlossenen Wandungsteil (2b) des Flansches (2) erstreckt, wobei der Zapfen (1) einen ersten Abschnitt (Z_1) seiner axialen Länge enthält, der sich zwischen einer durch die vom Zapfen (1) radial nach außen vorspringenden Begrenzungsfläche (5) des Flansches (2) gelegte erste Querebene (Q_1) und einer zur Zapfen-Längsachse (A) lotrechten zweiten Querebene (Q_2) erstreckt und eine geschlossene äußere Umfangsfläche (10a) mit einem Durchmesser (D) von 13 Millimeter aufweist und einen sich an den ersten Abschnitt (Z_1) anschließenden zweiten Abschnitt (Z_2) enthält, dessen äußere Hüllfläche (10b) im wesentlichen den gleichen Durchmesser wie der erste Abschnitt (Z_1) aufweist und der wenigstens einen mit dem Hohlraum (4) kommunizierenden Durchlaß (11) enthält, welcher sich von der Zapfen-Stirnseite (3) bis zu einer im zweiten Abschnitt (Z_2) gelegenen, an die zweite Querebene (Q_2) angrenzende radiale Öffnung erstreckt, und wobei vom zweiten Abschnitt (Z_2) nach außen über die Hüllfläche (10b) mehrere, durch elastische Verformung zurückdrängbare Hemmelemente (14a, 14b, 14c) vorstehen, deren axial äußere Begrenzungen (15) auf einer gemeinsamen, zur Zapfen-Längsachse (A) lotrechten, zwischen der zweiten Querebene (Q_2) und der freien Zapfen-Stirnseite (3) gelegenen dritten Querebene (Q_3) liegen, **dadurch gekennzeichnet**, daß die den Hohlraum (4) seitlich begrenzende Innen-Wandfläche (19) ausgehend von dem

die Zapfen-Längsachse (A) umgebenden Flächenbereich mit zunehmender Annäherung an die freie Zapfen-Stirnseite (3) ihren Durchmesser vergrößert und

daß diese Innen-Wandfläche (19) vollständig außerhalb eines Kegels (K) liegt, dessen Achse die Zapfen-Längsachse (A) ist, dessen Spitze (K) in der ersten Querebene (Q_1) liegt und dessen Spitzenwinkel (β) gleich oder größer als 50° (Altgrad) ist.

2. Gefriertrocknungs-Stopfen nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die den Hohlraum (4) axial begrenzende Innen-Wandfläche (6) des zentralen Wandungsteiles (2b) des Flansches (2) in einem die Zapfen-Längsachse (A) umgebenden Flächenbereich im wesentlichen eben ausgebildet ist und daß dieser Flächenbereich in einer zur Zapfen-Längsachse lotrechten Querebene (P) liegt, welche nahe der ersten Querebene (Q_1) verläuft.
3. Gefriertrocknungs-Stopfen nach Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß die axial begrenzende Innenwand-Fläche (6) bezüglich der Querebene (Q_1) in Richtung zur Aussenfläche (7) des zentralen Wandungsteils (2b) versetzt ist.
4. Gefriertrocknungs-Stopfen nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß der die Zapfen-Längsachse (A) umgebende Flächenbereich der Aussenfläche (7) des zentralen Wandungsteils (2b) des Flansches (2) von dem restlichen peripheren Flächenbereich durch eine kreisförmige, zur Zapfen-Längsachse (A) konzentrische Anordnung von Vorsprüngen (8) abgegrenzt ist.
5. Gefriertrocknungs-Stopfen nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß der die Zapfen-Längsachse (A) umgebende Flächenbereich der Aussenfläche (7) des zentralen Wandungsteils (2b) des Flansches (2) bezüglich des restlichen peripheren Flächenbereiches vertieft ausgebildet ist.

Claims

1. A freeze-drying stopper made from elastomeric material, composed of a spigot (1) intended for introduction into the container neck to be sealed and an essentially circular-disc shaped flange (2), which is configured in one piece with the spigot and protrudes radially over it and the longitudinal axis (A) of which coincides with that of the spigot, the

said spigot (1) containing a cavity (4) which surrounds the longitudinal axis (A) of the spigot, is open towards the free end face (3) of the spigot and extends up to a central closed wall part (2b) of the flange (2), the spigot (1) containing a first section (Z_1) of its axial length, which section extends between a first transverse plane (Q_1) placed through that limit surface (5) of the flange (2) projecting radially outwards from the spigot (1) and a second transverse plane (Q_2) perpendicular to the longitudinal axis (A) of the spigot and exhibits a closed outer peripheral surface (10a) having a diameter (D) of 13 millimetres, and containing a second section (Z_2), which adjoins the first section (Z_1) and the outer enveloping surface (10b) of which exhibits essentially the same diameter as the first section (Z_1) and which contains at least one passage (11) communicating with the cavity (4), the said passage extending from the end face (3) of the spigot up to a radial opening situated in the second section (Z_2) and bordering the second transverse plane (Q_2), and a plurality of inhibiting elements (14a, 14b, 14c), which can be forced back by elastic deformation, protruding outwardly from the second section (Z_2) over the enveloping surface (10b), the axially outer limits (15) of which inhibiting elements are situated on a common third transverse plane (Q_3) lying perpendicular to the longitudinal axis (A) of the spigot and situated between the second transverse plane (Q_2) and the free end face (3) of the spigot, characterised in that

the inner wall surface (19) laterally limiting the cavity (4), starting from the surface area surrounding the longitudinal axis (A) of the spigot, enlarges its diameter as it draws increasingly near to the free end face (3) of the spigot and

this inner wall surface (19) lies completely outside a cone (K), the axis of which is the longitudinal axis (A) of the spigot, the apex (K) of which is situated in the first transverse plane (Q_1) and the apical angle (β) of which is equal to or greater than 50° (old degrees).

2. A freeze-drying stopper according to claim 1, characterised in that the inner wall surface (6), axially limiting the cavity (4), of the central wall part (2b) of the flange (2) is of essentially flat configuration in a surface area surrounding the longitudinal axis (A) of the spigot and in that this surface area is situated in a transverse plane (P) which lies perpendicular to the longitudinal axis of the spigot and runs close to the first transverse plane (Q_1).

3. A freeze-drying stopper according to claim 2, characterised in that the axially limiting inner wall surface (6) is offset, in relation to the transverse plane (Q_1), in the direction of the outer surface (7) of the central wall part (2b). 5
4. A freeze-drying stopper according to claim 1, characterised in that the surface area, surrounding the longitudinal axis (A) of the spigot, of the outer surface (7) of the central wall part (2b) of the flange (2) is demarcated from the rest of the peripheral surface area by a circular arrangement of projections (8) concentric to the longitudinal axis (A) of the spigot. 10 15
5. A freeze-drying stopper according to claim 1, characterised in that the surface area, surrounding the longitudinal axis (A) of the spigot, of the outer surface (7) of the central wall part (2b) of the flange (2) is of recessed configuration in relation to the rest of the peripheral surface area. 20

Revendications

1. Bouchon de lyophilisation en une matière élastique du type caoutchouc, constitué d'un pivot (1) destiné à être introduit dans le goulot du récipient à rendre étanche et, réalisé en une seule pièce avec ce pivot et faisant saillie radialement sur celui-ci, un collier sensiblement en forme de collier circulaire (2) dont l'axe longitudinal (A) coïncide avec celui du pivot, lequel pivot (1) contient, entourant son axe longitudinal (A), une cavité (4) qui est ouverte en direction du côté frontal libre (3) de ce pivot et s'étend jusqu'à une partie fermée de paroi centrale (2b) du collier (2), tandis que le pivot (1) comporte une première section (Z_1) de sa longueur axiale qui s'étend entre un premier plan transversal (Q_1) formé par la face de délimitation (5) du collier (2) faisant saillie radialement vers l'extérieur à partir du pivot (1) et un deuxième plan transversal (Q_2) perpendiculaire à l'axe longitudinal (A) du pivot et présente une face périphérique extérieure fermée (10a) d'un diamètre (D) de 13 millimètres et contient, faisant suite à la première section (Z_1), une deuxième section (Z_2) dont la face annulaire extérieure (10b) présente un diamètre sensiblement égal à celui de la première section (Z_1), et qui contient, communiquant avec la cavité (4), au moins un passage (11) qui s'étend entre la face frontale du pivot (3) jusqu'à un orifice radial adjacent au deuxième plan transversal (Q_2) et situé dans la deuxième section (Z_2), et tandis que de la deuxième section (Z_2) font saillie vers l'extérieur sur la 25 30 35 40 45 50 55

face annulaire (10b) plusieurs éléments inhibiteurs (14a, 14b, 14c) pouvant être refoulés par déformation élastique dont les limites (15) axialement extérieures sont situées sur un troisième plan transversal (Q_3) perpendiculaire à l'axe longitudinal (A) du pivot et placé entre le deuxième plan transversal (Q_2) et le côté frontal libre (3) du pivot, caractérisé en ce que la face intérieure formant paroi (19) délimitant latéralement la cavité (4) présente un diamètre qui va en augmentant, entre la région plane entourant l'axe longitudinal (A) du pivot, à mesure qu'elle s'approche du côté frontal libre (3) de ce pivot et en ce que cette face intérieure formant paroi (19) se situe totalement à l'extérieur d'un cône (K) dont l'axe est l'axe longitudinal (A) du pivot, dont le sommet (K) se situe dans le premier plan transversal (Q_1) et dont l'angle au sommet (β) est égal ou supérieur à 50° .

2. Bouchon de lyophilisation selon la revendication 1, caractérisé en ce que la paroi intérieure (6) de la partie (2b) constituant la paroi centrale du collier (2) qui délimite axialement la cavité (4) est sensiblement plane dans une zone entourant l'axe longitudinal (A) du pivot et que cette zone plane se situe dans un plan transversal (P) perpendiculaire à l'axe longitudinal dudit pivot, lequel plan (P) s'étend à proximité du premier plan transversal (Q_1). 25
3. Bouchon de lyophilisation selon la revendication 2, caractérisé en ce que la paroi intérieure (6) de délimitation axiale est décalée par rapport au plan (Q_1) en direction de la face extérieure (7) de la partie de paroi centrale (2b). 30
4. Bouchon de lyophilisation selon la revendication 1, caractérisé en ce que la zone plane entourant l'axe longitudinal (A) du pivot de la face extérieure de la paroi centrale (2b) du collier (2) est délimitée de la zone plane périphérique restante par des projections (8) disposées en forme de cercle de manière concentrique par rapport à l'axe longitudinal (A) du pivot. 35 40 45 50 55
5. Bouchon de lyophilisation selon la revendication 1, caractérisé en ce que la zone plane entourant l'axe longitudinal (A) du pivot de la face extérieure (7) de la partie de paroi centrale (2b) du collier (2) constitue un creux par rapport à la zone plane périphérique restante. 60

FIG. 1

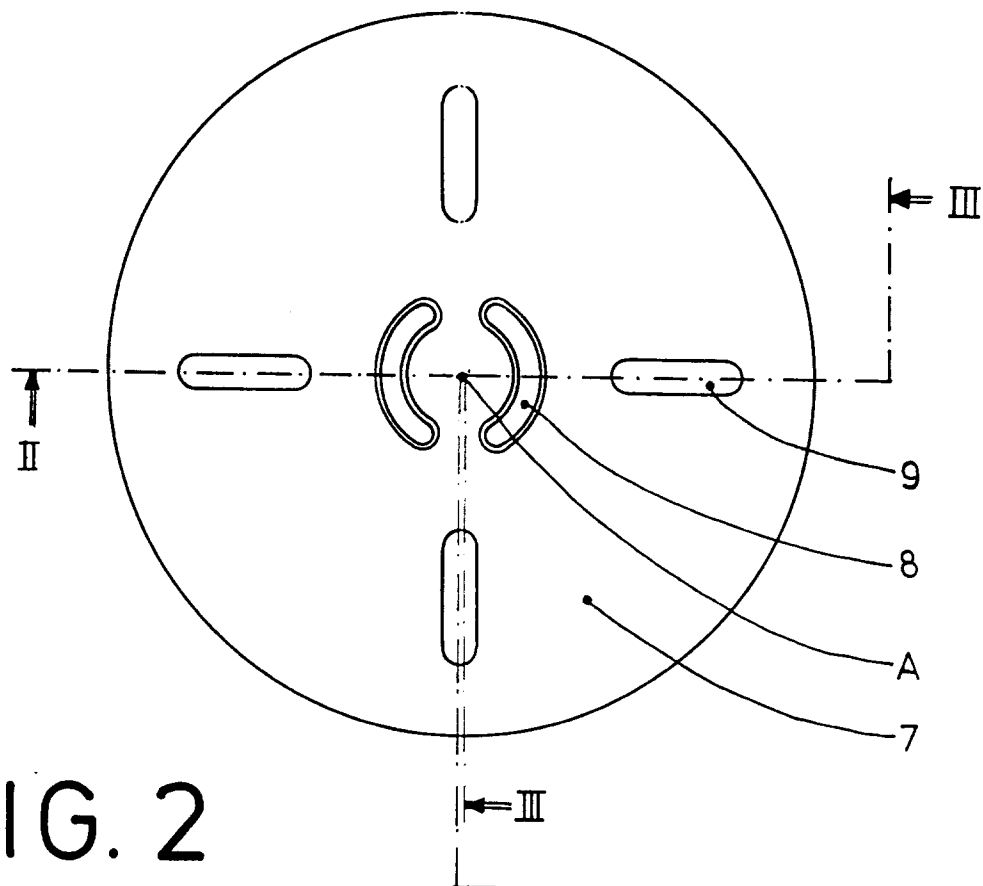


FIG. 2

