

(19) ES	(11) NÚMERO 273248	(10) Y
	(21)	
	(22) FECHA DE PRESENTACION	



ESPAÑA

MODELO DE UTILIDAD

16 DIC. 1983

(30) PRIORIDADES:	(31) NÚMERO	(32) FECHA	(33) PAIS
-------------------	-------------	------------	-----------

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL BOL 3/00
--------------------------	--

(54) TITULO DE LA INVENCIÓN Reactor para la disolución de muestras de todo tipo en medio ácido.
--

(71) SOLICITANTE (S) ALQUIMASA, S.A.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE Paseo de la Castellana 210, Madrid-16
--

(72) INVENTOR (ES)

(73) TITULAR (ES)

(74) REPRESENTANTE Carlos Fernández Candelas

El presente invento se refiere a un reactor para la disolución de muestra de todo tipo en medio ácido, en el que se lleva a cabo la determinación de los elementos metálicos presentes en una muestra sólida.

5 Se conoce un gran número de técnicas analíticas - (absorción atómica, emisión de llama, emisión por plasma ICP o DCP, etc) para la determinación de los elementos metálicos presentes en una muestra sólida, todas las cuales requieren la puesta en disolución de la misma.

10 Entre los métodos más empleados para disolver una muestra inorgánica se encuentran la fusión y la disgregación ácido. En el caso de las muestras orgánicas se emplea una - eliminación previa de la materia orgánica por calcinación o bien por oxidación en medio ácido. Los métodos de fusión tie-
15 nen los inconvenientes de la gran cantidad de sales presentes en la disolución final y la imposibilidad de la determinación de los componentes del fundente, así como de los elementos volátiles del tipo de Hg, As, Se, Te, Pb, etc. En el caso del empleo de una disgregación ácida, su mayor desventaja
20 estriba en el largo tiempo requerido para la disolución de - la muestra sólida, en el coste de los reactivos y de la mano de obra, y en el riesgo de pérdida de elementos volátiles.

 Con el fin de disminuir sustancialmente el tiempo de "puesta en solución de la muestra" y evitar contaminaciones y pérdida de los elementos volátiles, muchos analistas -
25 recomiendan el uso de reactores cerrados, en donde, al calentarse hasta ciertas temperaturas (limitadas por las propiedades

del vaso de teflón del reactor), se aumenta la presión de vapor y el punto de ebullición, consiguiéndose una mayor rapidez en la disolución de la muestra.

El presente invento pretende poner remedio a los inconvenientes anteriormente mencionados y a tal fin ha creado un reactor que se compone básicamente de un vaso de reacción, con su tapa, fabricado de teflón, completamente inerte y pulido, para facilitar su limpieza y posterior uso, alojándose el vaso de reacción dentro de un recipiente cilíndrico, construido de acero inoxidable 18/8 y con un espesor adecuado para resistir presiones de más de 150 atmósferas. El reactor está dotado además de la válvula de seguridad que se acciona automáticamente cuando la presión alcanza valores comprendidos entre 80-100 atmósferas, lo que le hace adecuado para trabajar con muestras que desarrollan una gran presión de vapor, como son las muestras orgánicas.

Las ventajas logradas con el reactor del presente invento radican fundamentalmente en la rapidez y economía con que se llevan a cabo las reacciones, dado que, por un lado, se reducen a pocos minutos reacciones que antes duraban horas o incluso días y, por otro lado, se ahorra gran cantidad de reactivos, energía y horas de trabajo. Además, el reactor del invento es aplicable a un elevado número de muestras y puede construirse con capacidad para 25, 50 ó 100 ml, siendo capaz de trabajar a temperaturas de hasta 150°C. Por otra parte, el funcionamiento del reactor es muy fácil, flexible y seguro, evitando contaminaciones y pérdida de ele

mentos volátiles.

Con el fin de que pueda comprenderse mejor el invento se describirá seguidamente el mismo con referencia al dibujo adjunto, en cuya única figura se ofrece una vista en sección del reactor según un plano de corte que pasa por el eje geométrico longitudinal del mismo.

Como puede apreciarse en la figura del dibujo, el reactor comprende un vaso de reacción 1 de teflón, completamente inerte y totalmente pulido, para facilitar su limpieza y uso posterior, el cual está abierto por su parte superior, en donde define una pestaña circunferencial externa 2, sobre la cual se aplica una tapadera 3, hecha también de teflón y provista de un reborde toroidal 14. El vaso 1 va alojado dentro de un recipiente cilíndrico 4 construido de acero inoxidable 18/8 y con un espesor adecuado para resistir presiones de más de 150 atmósferas, adosándose el borde superior de la pared del recipiente cilíndrico 4 a la parte inferior de la pestaña 2 del vaso 1 y estando interrumpida la base inferior de dicho recipiente para definir una abertura cerrada por una tapa 5. La pared del recipiente cilíndrico 4 define en su parte inferior una especie de cola de milano 6 para fijar el recipiente en una mesa o poyata de madera, mediante el anclaje correspondiente.

El conjunto del reactor va cerrado por arriba mediante una tapa metálica 7 que se rosca en la parte superior de la pared del recipiente metálico 4 y que lleva en su parte inferior un escalón 8 destinado a apoyarse en el borde superior

de la pared del recipiente cilíndrico 4. Dentro de esta tapa 7 y sobre la tapadera 3 va dispuesto un disco 9 que lleva un orificio central a través del cual pasa un vástago roscado - 10 que presenta en su extremo superior una tuerca 11. Entre dicho disco 9 y la parte superior de la tapa 7 van dispuestas dos arandelas 12 abombadas en sentidos contrarios que se unen por el centro de sus respectivos arcos de curvatura y que están también atravesadas por el vástago 10 mencionado. El conjunto de elementos alojados dentro de la tapa 7 determina una válvula de seguridad que se acciona automáticamente cuando la presión dentro del reactor alcanza valores comprendidos entre 80 y 100 atmósferas.

El funcionamiento del reactor es muy sencillo, ya que basta pesar de 0,1 a 1 g de muestra y colocarla en el vaso de teflón, añadiendo el ácido o mezcla de ácidos (ClH , SO_4H_2 , FH , NO_3H , etc) y cerrando luego el reactor herméticamente, para lo cual se sitúa sobre el vaso 1 la tapadera 3 de teflón. Dado que el cierre se realiza mediante el contacto entre una superficie plana y otra toroidal, debe ponerse mucho cuidado en no mellar ambas superficies debido a que, si éstas se estropean, se producirán fugas de gases. Para lograr el cierre hermético, se ha de apretar la tapa metálica 7 roscando a mano hasta hacer tope y apretando luego dicha tapa 7 con una llave aplicada a una tuerca hexagonal 13. Una vez que se ha cerrado herméticamente el reactor, se calienta éste entre 100 y 150°C en estufa o placa calefactora con agitación magnética durante el tiempo necesario (30 a 60 minutos),

luego se enfría el reactor y, una vez alcanzada la temperatura ambiente, se abre el reactor y se efectúa el análisis.

Cuando se utilice el reactor del invento, habrá que tener presente que no deberán introducirse nunca sustancias que puedan originar productos explosivos. En el caso de muestras orgánicas del tipo de fuel, aceites pesados o derivados del petróleo, deberán eliminarse previamente los productos volátiles e introducirse solamente los residuos más pesados. El calentamiento del reactor deberá efectuarse suavemente siempre que la muestra sea de tipo orgánico o bien produzca reacciones fuertemente exotérmicas, manteniéndose el calentamiento hasta que se alcance la temperatura deseada, que no deberá pasar nunca de los 160°C. Asimismo, deberá procurarse que el peso de la muestra seca no sobrepase el 1 ó 2% de la capacidad del vaso del reactor empleado, y el volumen de ácido o la suma de ellos no deberá ser superior al 10% del volumen del vaso de reactor. El calentamiento del reactor podrá efectuarse mediante una placa metálica con agitación magnética o bien utilizando una estufa, siendo recomendable no enfriar bruscamente el reactor mediante un choque térmico, tal como el producido por una corriente de agua o hielo, ya que se producen fugas de gases con la posibilidad de pérdidas de elementos volátiles y el consiguiente deterioro de la carcasa metálica. A este fin, deberá emplearse como refrigeración un ventilador o el tiro de una vitrina con objeto de conseguir un enfriamiento lento y progresivo a lo largo de una media hora.

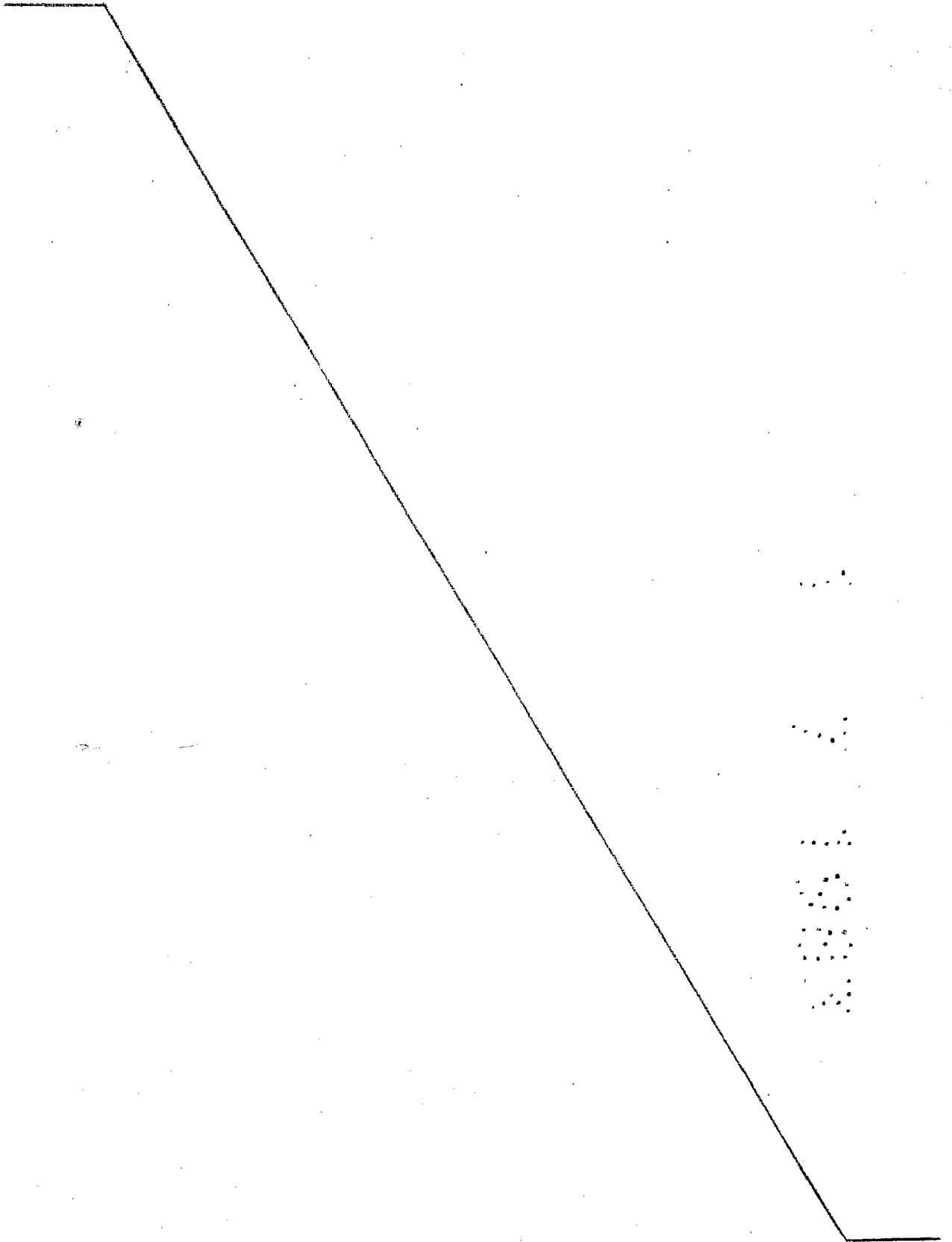
Una vez que se ha alcanzado la temperatura ambiente,

se procederá a destapar el reactor y a extraer el vaso de teflón y su tapadera presionando sobre la base inferior formada por la tapa 5, y una vez que haya concluido la utilización del reactor, se lavará bien la carcasa metálica y el vaso de teflón, almacenándolo siempre por separado y nunca uno dentro de otro. Es conveniente que, con el fin de aumentar la protección de la parte metálica frente a los gases ácidos, se impregne ligeramente con silicona la parte inferior. Por último, se deberán desmontar, limpiar y engrasar las arandelas de la válvula de seguridad del reactor después de cada ataque.

Como consecuencia de la constitución del reactor, se pueden lograr unos tiempos acortados de puesta en solución para diferentes muestras, que, a título de ejemplo, serán aproximadamente: 60 minutos para silicatos (granitos, basalitos, etc), 45 minutos para bauxita, ferrosilicatos o aleaciones ferrosas, 40 minutos para rocas de hierro, 20 minutos para rocas sulfurosas, 30 minutos para pescados y demás materiales marinos, 60 minutos para leche en polvo, 60 minutos para aceites pesados, 30 minutos para hígado o tejidos animales, y así sucesivamente hasta abarcar prácticamente todo tipo de muestras.

Aun cuando se ha descrito e ilustrado lo que se considera como la realización actualmente preferida del invento, los expertos en la materia comprenderán que son posibles ciertas modificaciones y variaciones del objeto del invento sin salirse por ello del alcance del mismo ni rebasar el ámbito

de las reivindicaciones siguientes.



REIVINDICACIONES

1º.- Reactor para la disolución de muestras de todo tipo en medio ácido, caracterizado porque comprende un vaso de reacción rematado en su borde superior por una pestaña perifé-
5 rica externa sobre la cual se apoya mediante una pestaña co-
rrespondiente una tapadera que termina en punta por su parte inferior y que lleva en su pestaña un reborde toroidal, yendo alojado dicho vaso en un recipiente cilíndrico exterior abier-
10 to enteramente por su parte superior y parcialmente por su par-
te inferior, en la cual va dispuesto un disco de cierre que se apoya con una pestaña periférica sobre la pared que define la
abertura del fondo de dicho recipientes cilíndrico, mientras que éste va cerrado por su parte superior mediante una tapa -
15 que se rosca sobre la parte superior de la pared de dicho reci-
piente y que hace tope en el borde superior de esta pared me-
diante un escalón formado en dicha tapa, la cual va atravesada por un vástago roscado que va rematado exteriormente por -
una tuerca y que, después de atravesar la parte superior de -
20 la tapa exterior, atraviesa primero una pareja de arandelas -
abombadas en sentidos contrarios y unidas por el punto de tan-
gencia de sus respectivos arcos de curvatura, y luego atravie-
sa un disco plano colocado sobre la tapadera del vaso interior,
quedando dicho vástago ligeramente hundido en una cavidad for-
mada en dicha tapadera.

25 2º.- Reactor según la reivindicación 1ª, caracteriza-
do porque el recipiente cilíndrico lleva formado en su parte in-
ferior exterior un entrante en cola de milano para anclarlo en

una mesa u otro elemento de soporte.

3º.- "REACTOR PARA LA DISOLUCION DE MUESTRAS DE TODU
TIPO EN MEDIO ACIDO".

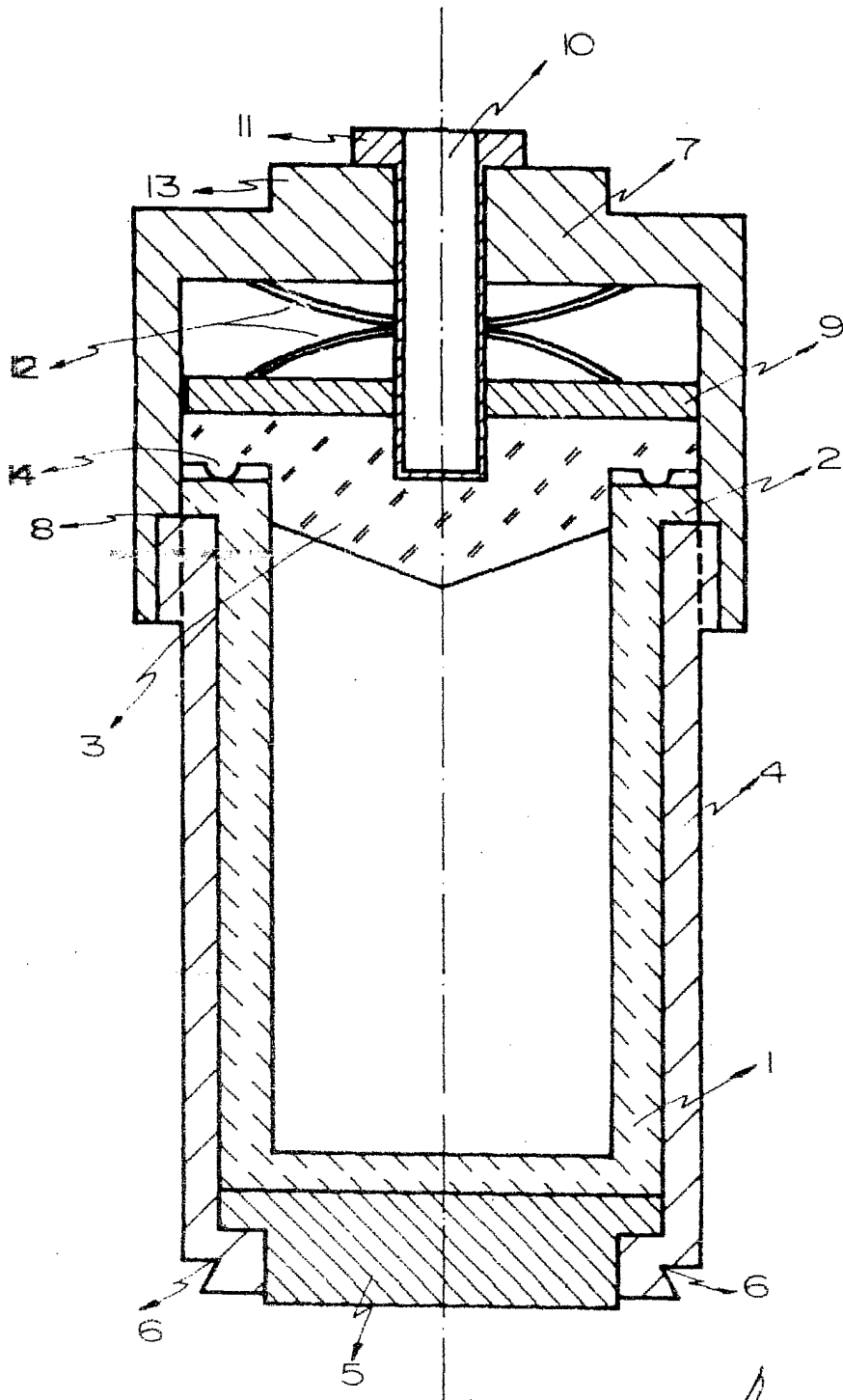
5 Tal como se describe y reivindica en la preser e Me-
moria Descriptiva que consta de nueve hojas escritas a máquina
por una sola cara y de sus correspondientes dibujos.

Madrid, 1 JUL. 1983

CARLOS FERNANDEZ CANDELAS

P. P.





Escala variable

Madrid, 1 Julio 1983
CARLOS FERNANDEZ CANDELAS
P. P.