

305907



NOV. 1907

PATENTE DE INVENCION

Ref: 175-B-47.

305907

Memoria Descriptiva

sobre:

" Aparato cromatógrafo "

Solicitante: SOCIETE NATIONALE DES PETROLES D'AQUITAINE,
entidad francesa, residente en 16, Cours Albert 1er,
Paris (8e), Francia.

El presente invento tiene por objeto un nuevo aparato que permite efectuar la cromatografía, y en particular la cromatografía automática, en un espacio considerablemente reducido.

5. Entre las informaciones que es útil co-

305907

- 2 -



- nocer en el desarrollo de los procedimientos industriales, resulta primordial el conocimiento de concentración de los constituyentes en los gases y en los líquidos, así como los instrumentos, de los cuales los cromatógrafos, que miden estas concentraciones, desempeñan un papel cada vez más importante.
5. La cromatografía es un método de análisis extremadamente potente; permite, por medio de un solo aparato, la dosificación sucesiva de todos los constituyentes de una muestra líquida o gaseosa. Este último se introduce a intervalos regulares en el circuito de un gas portador (o vector) transportado por este a una columna donde se efectúa la separación de los diferentes compuestos. El análisis se efectúa de por sí en el detector en salida de columna
10. o cada compuesto es desalineado y traducido en forma de señal eléctrica con forma de pico. El análisis es por tanto interrumpido y comprende una serie de picos que se trata de interpretar en forma diferente en cuanto a calidad y cantidad. Los aparatos de cromatografía conocidos comprenden los elementos esenciales siguientes: un sistema introductor del volumen calibrado de la muestra a examinar; una
15. o varias columnas cromatográficas donde se efectúa la separación de los constituyentes, dispuestos en una cámara isotérmica, y un detector capaz de denunciar un cuerpo extraño en el gas vector. Estos elementos, que constituyen cada uno un dispositivo particular, están unidos entre sí por tubos para formar
20. el aparato mismo de cromatografía.
- 25.
- 30.

305907

- 3 -



5. Cuando hay dos o varias columnas, se necesita un sistema de conmutación para poner "en circuito" o "fuera de circuito" una de las columnas y, eventualmente, un dispositivo de desorción en las columnas fuera de circuito. Por otra parte, el aparato de cromatografía está casi siempre completado por un conjunto de circuitos eléctricos que efectúan la automaticidad del análisis.

10. De este modo se llega a aparatos muy voluminosos y complicados, difícilmente transportables, que exigen muchas precauciones para la conservación de la constancia de temperatura en las diferentes partes de que se componen. La longitud y número de tubulares, que ponen en comunicación los elementos de estos aparatos, crean importantes espacios muertos y multiplican los riesgos de escapes en las uniones.

20. El nuevo aparato según el invento está concebido para suprimir estos inconvenientes; puede presentarse bajo un volumen considerablemente reducido en comparación con los aparatos conocidos; su equilibrio térmico se realiza con más exactitud, varios de sus elementos se encuentran automáticamente a la misma temperatura constante, debido al factor de su propia construcción. En particular, se realiza una perfecta igualdad de las temperaturas entre el volumen calibrado de la muestra y la o las columnas cromatográficas, sea cual fuere el número de éstas últimas. Los espacios muertos, y las perturbaciones, debidas a los enlaces entre los elemen-

25.

30.

305907 - 4 -



5. tos constitutivos del aparato, se reducen aquí al mínimo gracias a la supresión de los tubos de unión entre estos elementos; por la misma razón, los riesgos de escapes en las uniones son prácticamente anulados. Vistas las dimensiones reducidas del nuevo aparato, y la facilidad de su empalme a las fuentes de fluidos, y, eventualmente, a un sistema detector, el aparato resulta cómodamente transportable.

10. El aparato según el invento se caracteriza porque al menos el sistema de introducción de la muestra, el volumen calibrado y el detector del cromatógrafo forman un solo bloque homogéneo, en lugar de estar constituidos por tres elementos separados.

15. Conforme a una forma preferida del invento, dicho bloque comprende igualmente otros elementos que intervienen eventualmente en la construcción de un cromatógrafo, como en particular conmutadores de columnas, u otros.

20. Se entiende por bloque una pieza maciza de material apropiado, especialmente metálico, en la cual se practican huecos, tales como cavidades, canales y-u otros, que constituyen: las vías de una espita de introducción; el espacio interior del detector; 25. el volumen calibrado; las vías de comunicación entre estos elementos y eventualmente otros del cromatógrafo.

30. Bien entendido, en general, partes móviles de grifos o espitas están asociadas a dicho bloque.

305907



En una de las formas de ejecución, dicho bloque va fijado en el interior de una cámara, en la cual se hallan alojados un horno y una o varias columnas cromatográficas. Se sobreentiende que el horno está acompañado de sus dispositivos de calentamiento y generalmente también de regulación de temperatura, estando por otra parte la cámara convenientemente calorifugada.

El invento está ilustrado por la descripción de una de sus formas de ejecución, no limitativa, con referencia a los planos anexos.

La figura 1 representa en sección un aparato según el invento.

La figura 2 es la vista del aparato sobre la superficie lateral de la espita de introducción de la muestra.

La figura 3 es la superficie delantera del bloque del aparato del lado de introducción.

La figura 4 es la superficie del bloque del aparato del lado de comunicación.

La figura 5 representa la sección del bloque del aparato según IV-IV.

La figura 6 es la sección del bloque según V-V.

La figura 7 muestra en plano la parte móvil de la espita de introducción.

La figura 8 es la parte móvil de la espita de comunicación.

La figura 9 representa el esquema del cromatógrafo tomado como ejemplo con relación a las

305907



figuras 1 a 8.

5. Sobre la figura 1 se ve en sección el bloque 13, objeto principal del invento. Este bloque, cilíndrico en el ejemplo descrito, está alojado en el interior del horno tórico 3, fijo de por sí en la cámara o carter 1. El espacio comprendido entre 1 y 3 está lleno de masa calorífuga, en la cual va empotrado el sistema de calefacción conveniente, especialmente eléctrico, no representado.
10. En el interior del horno 3 van montadas las columnas cromatográficas 7 y 8, unidas directamente a los orificios de entrada y de salida del bloque, respectivamente 38, 42 y 37, 41, visibles en las figuras 1, 5, 6 y 9.
15. El cuerpo fijo de la espita introductora está formado por toda una parte del bloque 13, al lado izquierdo de la figura 1. Los diferentes huecos en esta parte fija son: 29 entrada de la muestra, 28, su salida, 30 entrada del gas vector, 35 la salida de éste último, 36 entrada del fluido de lavado
20. (figs. 1, 3 y 9).
25. La parte móvil de la espita introductora está constituida por una arandela 10' que presenta orificios para poner en comunicación, según un esquema predeterminado, las diferentes entradas y salidas indicadas anteriormente; esto se realiza por intermedio de los canales interiores del cuerpo fijo, que desembocan en los orificios 21 a 27. La arandela móvil 10' se aplica de forma perfectamente
30. estancia contra la parte central de la superficie

- 7 305907



5. del bloque 13, superficie en la cual se encuentran los referidos orificios 21 a 27. La arandela 10' está mantenida por una placa 10, a su vez fija al bloque por medio de un tornillo central no representado.

10. La rotación de la parte móvil de la espita introductora está asegurada por un gato 12, por intermedio de una biela ahorquillada 11, solidaria de la placa 10. El gato está mantenido por un estribo-soporte 9.

15. La espita de conmutación de columnas está constituida en forma completamente análoga a la de la espita de introducción, en la parte opuesta, derecha, del bloque cilíndrico 13. Es así como se encuentra la arandela móvil de conmutación en 4', su placa de fijación en 4, la biela 5 de enlace al gato 6.

20. La parte fija de la espita de conmutación (lado derecho del bloque 13 figura 1, así como figuras 4,5 y 6) no comprende ningún enlace con el exterior; comunica sin embargo con las columnas por los orificios periféricos 37, 38, 41,42, y con una pérdida de carga por 39, 40.

25. El detector, constituido en el ejemplo presente por un puente de filamentos calientes, se halla alojado igualmente en el bloque 13; existen de preferencia 4 filamentos calientes en las cavidades 31 y 32, 33 y 34, figura 3 y 1. El gas vector atraviesa de modo continuo, a lo largo de toda la duración del análisis, las cavidades 31 y 32 en

30

305907⁸ -



NOV. 1964

5. las cuales se encuentran las resistencias fijas de referencia del puente; las cavidades 33 y 34 son recorridas por el gas vector que contiene los constituyentes analizados, en los cuales se encuentran las resistencias variables de medida de puente.

10. Pueden verse cómodamente, según el esquema de la figura 9, los diferentes circuitos que pueden establecerse con el aparato según el invento. Por ejemplo, puede funcionar con las dos columnas en serie, con una sola columna, con o sin lavado sobre la columna fuera de servicio, destinándose la pérdida de carga entre 39 y 40 a remplazar la columna fuera de servicio, para conservar las mismas condiciones de presión del circuito de análisis.

15. En otra forma de ejecución, no representada sobre los planos, el elemento móvil de las espigas está constituido por un pistón, en lugar de la arandela móvil 10'. Esta forma de ejecución es particularmente útil para el trabajo con líquidos, o
20. con gases bajo fuerte presión, e igualmente para permitir la toma de micromuestra.

N O T A

25. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que
30. el invento se refiere a una Solicitud de Patente presentada en Francia con fecha 13 de noviembre de

305907



NOV. 1954

- 1963, nº PV.953.569 acogién dose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España:
5. "APARATO CROMATOGR AFO"; caracterizándose por lo siguiente:
10. 1ª - Aparato cromatógrafo, caracterizado por el hecho de que los dispositivos de introducción de la muestra a analizar, el volumen calibrado y el detector forman un solo bloque homogéneo, y están constituidos o-y alojados en huecos practicados en este bloque.
15. 2ª - Aparató cromatógrafo, según reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que otros elementos, tales como conmutadores de las columnas cromatográficas, sistemas de desorción u otros, forman igualmente parte de dicho bloque.
20. 3ª - Aparato cromatógrafo , según reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que dichos dispositivos de introducción constituyen una espita sobre la canalización del gas vector, espitas cuyas vías están formadas por huecos en el bloque.
25. 4ª - Aparato cromatógrafo, según reivindicación 3, caracterizado por el hecho de que una arandela giratoria, que lleva aberturas convenientemente dispuestas aplicadas contra una pared del bloque con relación a dichas vías, constituye la parte móvil de la espita.
30. 5ª - Aparato cromatógrafo, según cual-

- 10 -
305907



quiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por el hecho de que el bloque va fijado en el interior de una cámara calorifugada que contiene un horno y una o varias columnas cromatográficas.

5. 6ª - Aparato cromatógrafo, según reivindicación 5, caracterizado por el hecho de que las entradas y salidas de las columnas están unidas a vías apropiadas, constituidas por huecos practicados en la masa del bloque.
10. 7ª - Aparato cromatógrafo, según reivindicaciones 5 o 6, caracterizado por el hecho de que la o las columnas, formadas por tubos de pequeño diámetro, rodean el referido bloque del cromatógrafo.
15. 8ª - Aparato cromatógrafo, según reivindicaciones 5 o 6, caracterizado por el hecho de que el horno es tórico, y rodea el bloque.
20. 9ª - Aparato cromatógrafo, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado por el hecho de que el bloque es cilíndrico, las espitas de introducción y conmutación están formadas por las zonas que respectivamente comprenden las dos bases del cilindro.
25. 10ª - Aparato cromatógrafo, según una o varias de las reivindicaciones 5 a 9, caracterizado por el hecho de que la periferia del cilindro que forma el bloque está rodeada por los tubos que constituyen la o las columnas cromatográficas, estos tubos se hallan de por sí rodeados por la cubierta del horno, de forma que se encuentran en el interior de éste, y el conjunto queda calorifugado.
- 30.

305907



11 NOV. 1954

11ª - Aparato cromatógrafo, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado por el hecho de que está conectado a un sistema electrónico que asegura su funcionamiento automático.

5.

12ª - Aparato cromatógrafo, tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en los dibujos adjuntos.

Esta Memoria consta de once hojas escritas a máquina por una sola cara.

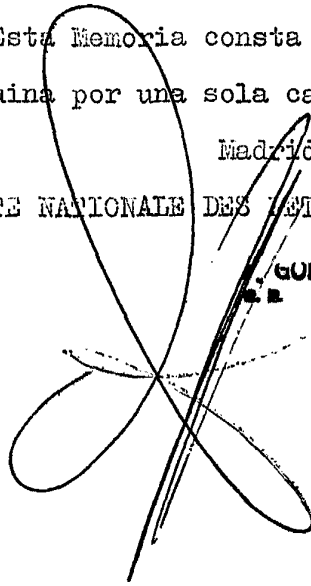
10.

Madrid,

11 NOV. 1954

SOCIETE NATIONALE DES PETROLES D'AQUITAINE

GOMEZ ACEBO Y MODEL



305907



11N

ESCALA VARIABLE

Fig.1

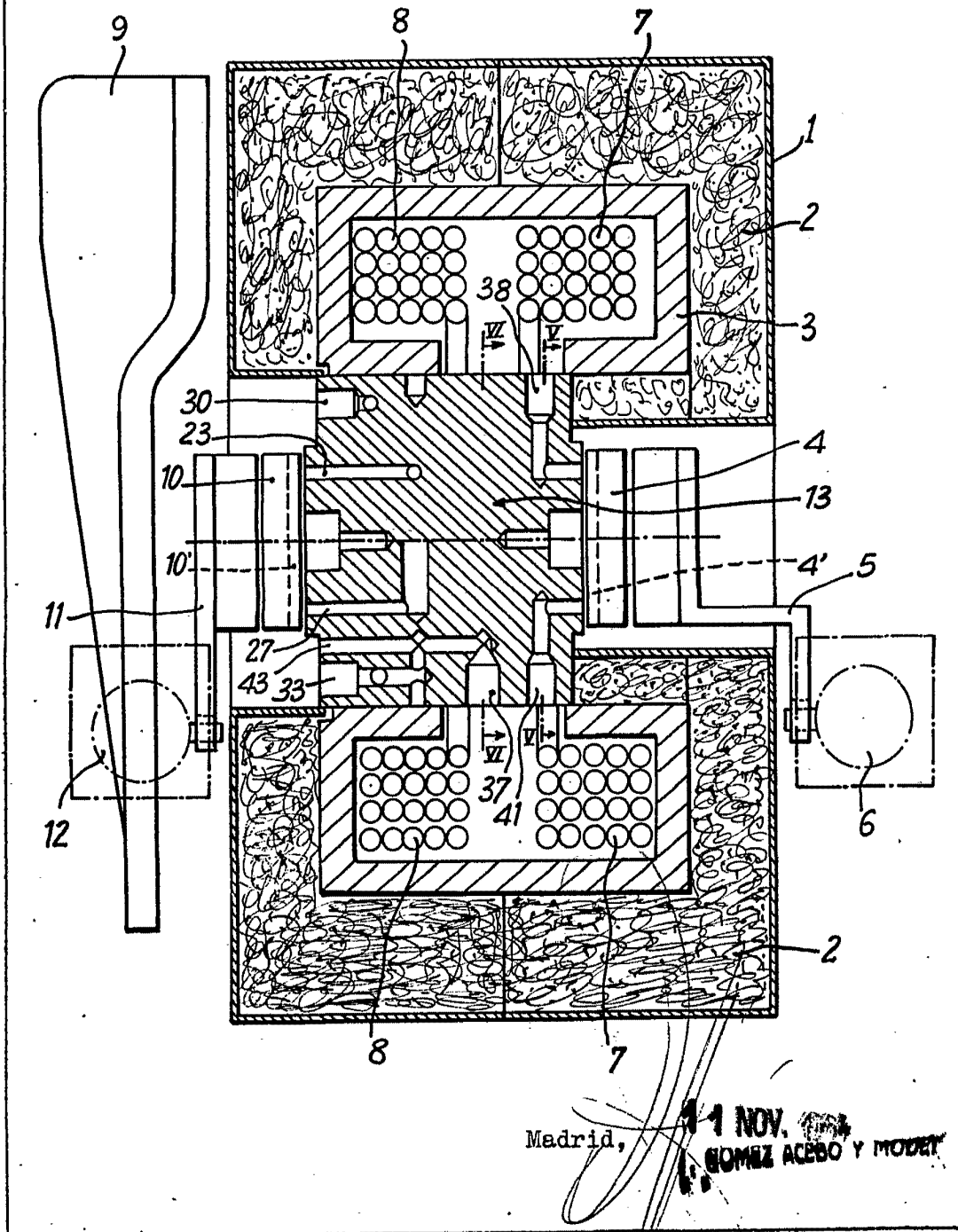
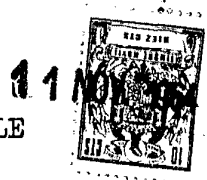
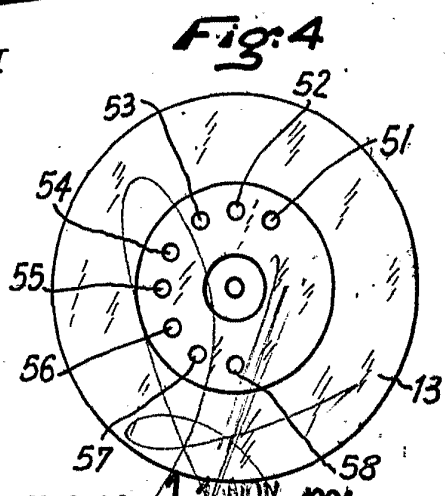
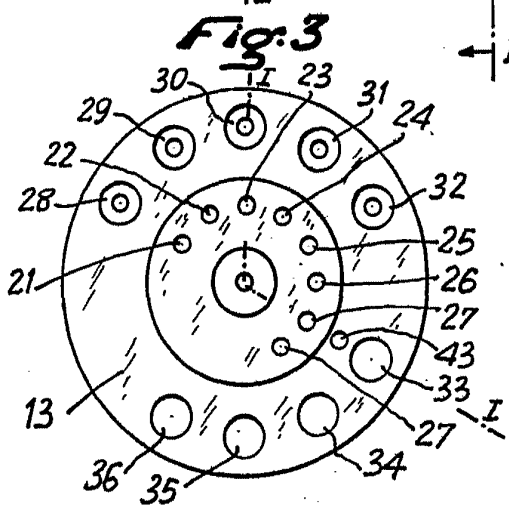
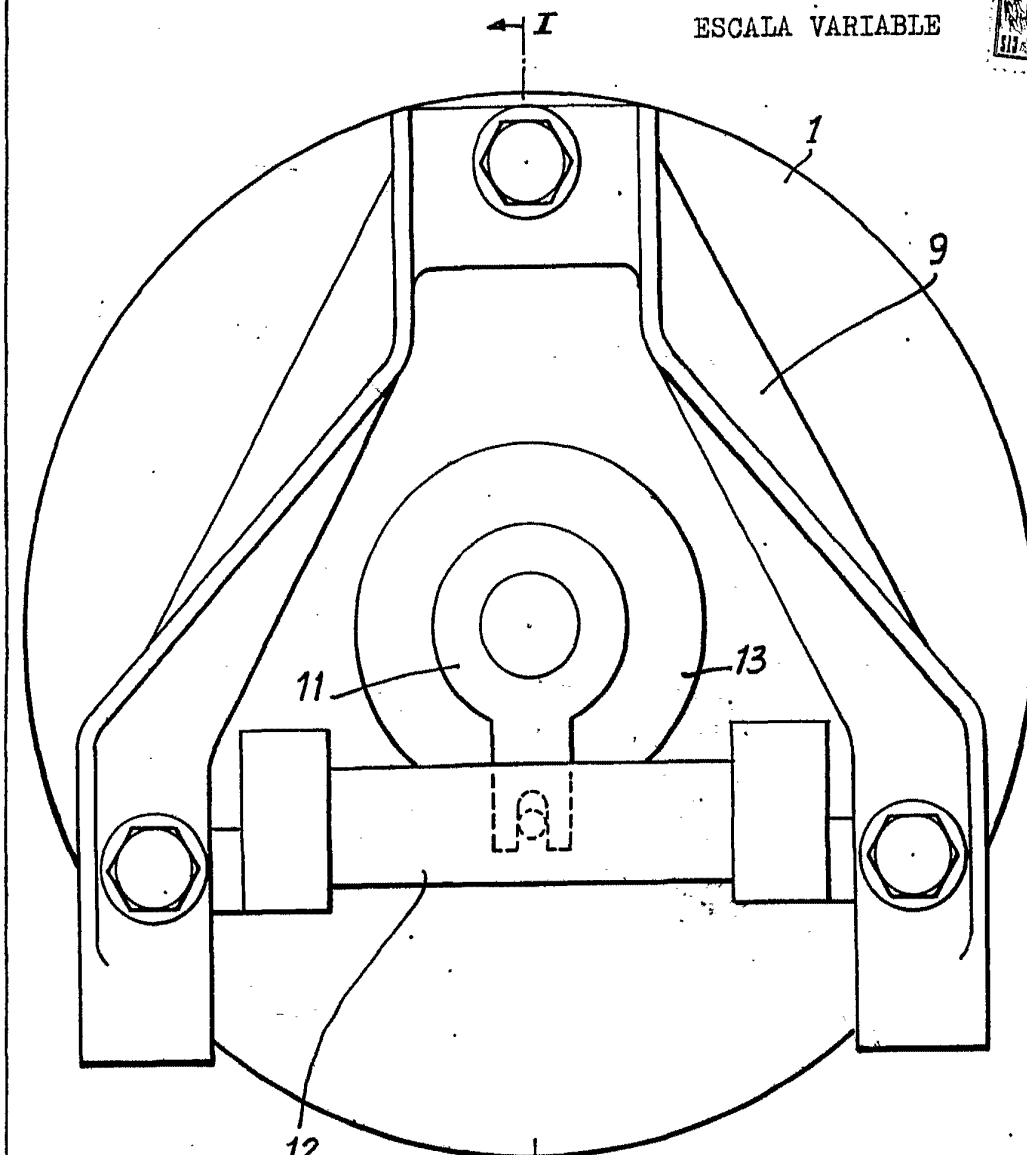


Fig:2 305907



ESCALA VARIABLE

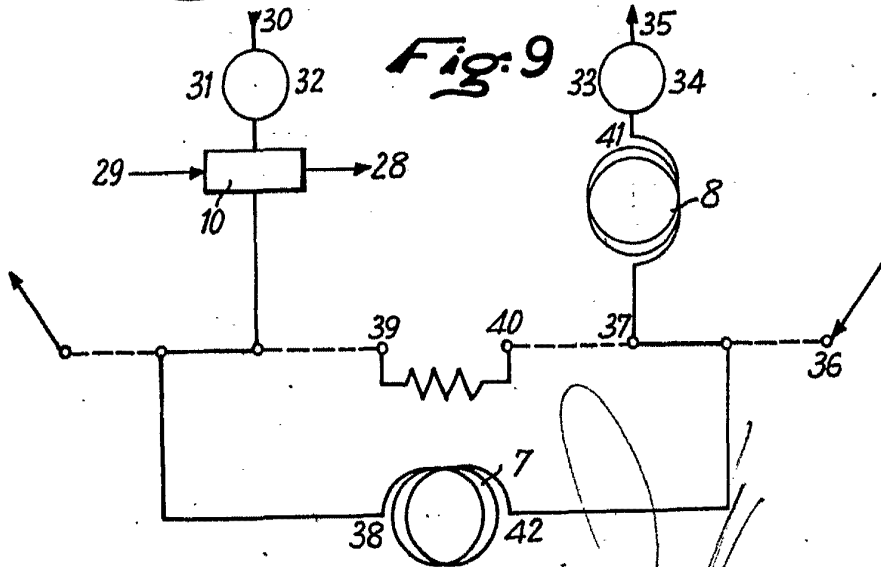
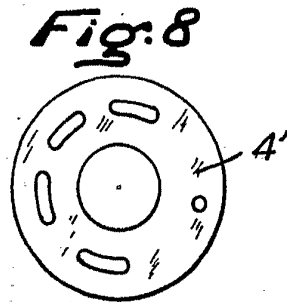
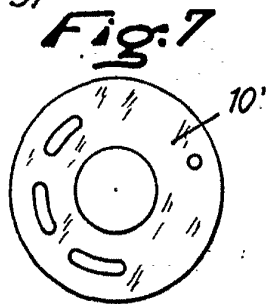
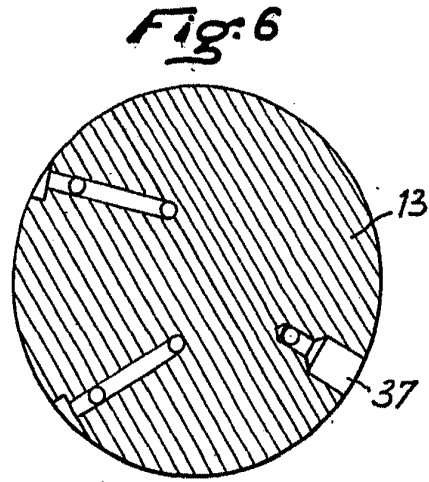
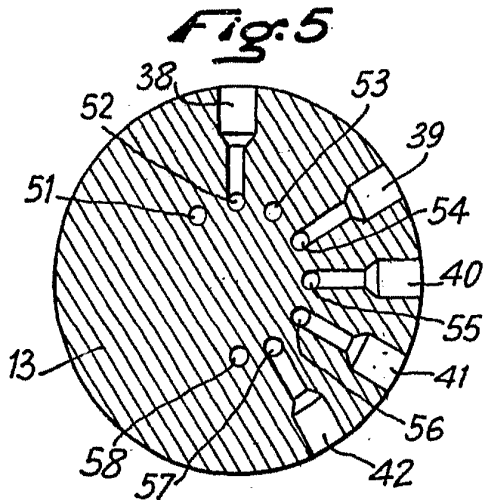


Madrid, 1^o NOV 1964

J. GOMEZ ACEBO Y MOGAS

305907

ESCALA VARIABLE



Madrid,

11 NOV. 1934

GOMEZ ACEBO Y MOYANO