

405790



Int. Cl.: <u>G 01 N</u>

MEMORIA DESCRIPTIVA

Correspondiente a una Patente de invención que se solicita por VEINTE AÑOS, para todo el Territorio Nacional y sus Colonias, a favor de D. ANTONIO CASADO GOMEZ, de nacionalidad española, residente en Madrid, calle de D. Alvaro de Bazán nº 13.

por:

APARATO PARA DETERMINACION DE PUNTOS DE FUSION HASTA TRESCIENTOS GRADOS CENTIGRADOS DE PRODUCTOS ORGANICOS E INORGANICOS.

La presente Patente tiene por objeto la determinación de puntos de fusión de productos organicos e inorganicos, con una gran exactitud y precisión y tambien hacer ocho puntos de fusión en una sola operación mediante la nueva técnica y aparato que en esta patente se describe.

- 5 -

Se basa este método de determinación de puntos de fusión en la inmersión de las muestras en un baño líquido

**POOR
QUALITY**



- 10 - de alto punto de ebullición y al cual se regula perfectamente la temperatura en décimas de grado.

Dos son los sistemas que en este aparato se pueden emplear en la determinación de puntos de fusión.

- 15 - Se puede emplear el método de tubos capilares, y se pueden hacer 8 puntos de fusión al mismo tiempo y también el nuevo sistema que podemos denominar de capa fina en el que la muestra se soporta entre dos plaquetas de vidrio finísimas de un grueso aproximado a una décima de milímetro.

- 20 - A la vista de los dibujos que acompañan a esta memoria, el aparato previamente dicho es un banco-soporte que lleva todas las conexiones eléctricas y conmutador, piloto, reostato de cursor y el soporte del baño líquido. También lleva el soporte del sistema de iluminación.

El baño líquido está soportado en vaso de vidrio que a su vez está incluido en un semi vaso metálico.

- 25 - La calefacción del baño líquido se verifica por medio de una resistencia eléctrica sumergida directamente en el baño, sin ninguna protección para evitar inercias de calefacción. La tapa del vaso de vidrio soporta el motor de agitación y las sujeciones de pinzas que se soporta por medio de tornillos o por imanes permanentes.

- 30 - La iluminación se verifica por medio de una lámpara mate potente soportada a la bancada por imanes permanentes.

- 35 - El sistema óptico de lentes está constituido por dos lentes graduables en su distancia a la muestra en el sistema de capa fina, y por una lente grande cuando se utiliza el método de tubos capilares. Las lentes se desplazan a lo largo de una pletina de hierro que está sujeta al vaso metálico. Se sujetan las lentes a la pletina por medio de imanes permanentes.



- 40 -

FORMA EN QUE ESTA MONTADO EL APARATO

El conjunto aparato esta montado sobre una bancada-soporte () en el que estan fijadas las conexiones de entrada de corriente de red y toda la distribución de esta corriente; todas las conexiones y distribución estan ocultas en la parte inferior de la bancada-coporte, oculta a la vista. La corriente de red que entra por (1) cuando se cierra circuito con el conmutador (2) pasa directamente por el reostato de cursor (3) en serie con la resistencia de calefacción (4).

- 50 -

El motor (5) que lleva el agitador (6) para homogeneizar el baño líquido (7) toma corriente por las conexiones (8) y que esta mandado por el interruptor (2).

- 55 -

Las patas (9) soportan el semi-vaso metálico (10)- que soporta el vaso de vidrio (11) que es el que contiene el baño líquido (7).

- 60 -

La resistencia de calefacción (4) esta soportada en unas láminas de vidrio perforadas (13).

El aparato lleva un termómetro (14) para registrar la temperatura del baño y verificar la del punto de fusión.

- 65 -

La tapa del baño (15) que soporta el motor (5) y el termómetro lleva unas perforaciones por las que penetran las pinzas (12) y que se sujetan a la tapa por medio de unas pletinas perforadas y que son presionadas por las tuercas de las pinzas (16), las pletinas se soportan en la tapa del vaso por medio de imanes permanentes (17).

- 70 -

Las pinzas llevan un tornillo de presión (18) mediante el cual presionan las bocas de las pinzas sobre las dos anillas metálicas (19) que hacen cierre hermetico sobre las pletinas de vidrio (20) que a su vez --



presiones sobre la cuadrícula (20) en la cual se aloja la muestra en ensayo.

- 75 - La iluminación de las muestras se hace mediante la lámpara (21) mate que va soportada a la bancada (25) por medio de imanes permanentes y que se conecta a la red - mediante bornas (22).

- 80 - Para la observación del punto de fusión de las muestras puestas en ensayo están las lentes; cuando la fusión se verifica en las pletinas de vidrio se convinan dos lentes que dan los aumentos necesarios para una perfecta - observación de la fusión; cuando los puntos de fusión se hacen en los tubos capilares se utiliza otra lente de mayores dimensiones que coge todo el campo de los tubos capilares (27).

- 85 -

Las lentes se desplazan a lo largo de una pletina (23) para un buen enfoque de las muestras las lentes (24) se soportan en la pletina mediante imanes permanentes.

- 90 -

La resistencia de calefacción del baño se conecta - mediante las bornas (26) a la serie de la resistencia variable (3).

FORMA DE TRABAJO

La forma de trabajo según la descripción del aparato es sencilla y es como sigue:

- 95 -

Primeramente se ha de preparar la muestra a la cual se le va hacer el punto de fusión, y para lo cual se toma una de las cuadrículas de vidrio no perforadas y que tiene un grueso que puede oscilar entre 5 y 15 centésimas de milímetro, se coloca sobre un receptáculo que está incluido entre los pequeños accesorios que lleva el aparato y - que no se describen, y encima de la pletina se coloca una cuadrícula de teflón, vidrio o metálica etc. que tienen - un grueso de 5 a 15 centésimas de milímetro y que van ---



- perforadas en su centro con taladro de 1 a 5 milímetros; se -
- 105 - pone la muestra en la perforación de la cuadrícula por medio de una pletina transparente que tiene de grueso 1 mm. y en el centro tiene un taladro del mismo diámetro que el de la cuadrícula por este taladro se pone la muestra y se comprime con un retacador; efectuada la colocación de la muestra en su alojamiento, se quita la pletina de colocación de muestra y se coloca sobre el disco que contiene la muestra una pletina igual a la que está debajo del disco y de esta forma la muestra queda alojada entre estas dos pletinas de vidrio; a ambos lados de las pletinas se colocan los dos aros metálicos concentricos con la muestra. Estos aros tienen dos ranuras diametralmente opuestas, en las cuales penetran las patas de las pinzas. Colocados los aros en la forma adecuada, se hacen penetrar las patas de las pinzas en las ranuras y se aprietan con el tornillo de presión lo suficiente para que el líquido del baño no pueda penetrar donde está la muestra. Soportada la muestra en estas condiciones se introduce el conjunto de pinza-muestra por la ranura correspondiente de la tapa y entre las tuercas de la pinza se sujeta la pletina que es la que a su vez se sujetará a la tapa del vaso por medio de un imán permanente.
- 110 -
- 115 -
- 120 -
- 125 -

El termómetro se introduce en su alojamiento que tiene la tapa haciendo que la cubeta del mercurio quede a la altura de la muestra.

- Se hacen las conexiones para calentar el baño, el paso de corriente se regula con el reostato de cursor, la iluminación de la muestra se produce cuando se verifica la conexión de calefacción; el motor agitador también comienza su trabajo cuando se hace la conexión del baño.
- 130 -



- 135 - La velocidad de ascenso de la temperatura del baño se puede graduar si se desea a 0.1°C por minuto siendo estas condiciones óptimas para poder observar la fusión de la muestra y la temperatura del termómetro sin incurrir en errores.

- 140 - La colocación de la masa líquida del baño que puede ser de siliconas se efectúa muy rápidamente eliminando del circuito de calefacción la resistencia del reostato mediante el cursor.

- 145 - La resistencia de calefacción, cuando se inicia el paso de corriente, calienta rápidamente el baño líquido porque va sumergida directamente en este, sin ninguna protección, cosa importante en este tipo de baños para eliminar toda clase de inercias, por este motivo, la temperatura tiene una regulación perfecta y se puede mantener esta con la diferencia de centésimas de grado.

- 150 - La cuadrícula de teflón, viario, etc. perforada en su centro con el diámetro de un milímetro permite la colocación de un pequeñísimo cristal del que se puede hacer un punto de fusión exacto.

- 155 - Para hacer el punto de fusión con los tubos capilares, se cargan estos con la muestra en forma normal y se colocan en la pinza plana apta para estos y se sujetan presionando el tornillo, quedando comprimidos por sus bocas entre las partes planas de la pinzas las cuales están protegidas con material blando para que no se puedan partir los tubos capilares. Esta pinza se sujete a la tapa del vaso en la misma forma que la pinza de las cuadrículas de vidrio.

- 160 - Para observar la fusión en los tubos capilares, se emplea la lente de gran campo.



- 165 - Es este aparato de puntos de fusión, cuando se emplea la cuadrícula de vidrio, la relación que hay entre muestra-puesta en ensayo - pero en mgrs. y su superficie de calefacción - milímetros cuadrados - es de 1/40, por cuyo motivo, - la variación de 0'12C en el baño, instantáneamente lo acusa la muestra.

Todos los mecanismos del aparato así como su forma, - pueden sufrir modificaciones que ninguna varíe la esencialidad del mismo.

- 175 - Como alguno de los múltiples ejemplares de variación pueden mencionarse los siguientes:

Puede incluirse en el aparato un estabilizador de corriente.

La resistencia de calefacción puede blindarse sin -- ninguna ventaja.

- 180 - Las pinzas de sujeción pueden terminarse en círculo y no utilizar los anillos de presión.

Las pinzas pueden no tener los dientes y terminar en los anillos de presión que están sujetos a las pinzas en -- forma basculante.

- 185 - NOTA

La patente de invención que por veinte años se solicita para España y sus Colonias, ha de recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

-190 - 12.- Aparato para determinación de puntos de fusión - hasta trescientos grados de productos orgánicos e inorgánicos, caracterizado esencialmente por tener una bancada que soporta todo el sistema del aparato, como son: reostato de cursor conexiones eléctricas, foco luminoso, baño de fusión, - 195 - interruptor etc.

MLG



2º.- Aparato para determinación de puntos de fusión hasta trescientos grados de productos orgánicos e inorgánicos, según la anterior reivindicación, caracterizado esencialmente porque el reostato de cursor regula perfectamente la temperatura del baño.

- 200 -

3º.- Aparato para determinación de puntos de fusión, según las anteriores reivindicaciones, caracterizado porque lleva un vaso metálico de frente bajo que soporta el vaso de vidrio que contiene el baño líquido en el que se sumerge la muestra en ensayo.

- 205 -

4º.- Aparato para determinación de puntos de fusión según las anteriores reivindicaciones, se caracteriza porque la resistencia de calefacción del baño líquido va sumergida en este sin ninguna protección para evitar inercias de calefacción, y soportada por un dispositivo de mica, porcelana o vidrio.

- 210 -

5º.- Aparato para determinación de puntos de fusión, según las anteriores reivindicaciones, caracterizado por llevar sistema de iluminación desplazable para una perfecta visión de la muestra en ensayo.

6º.- Aparato para determinación de puntos de fusión según las anteriores reivindicaciones caracterizado porque el vaso de vidrio que contiene la masa líquida, lleva una tapa metálica que soporta el termómetro y el motor con su agitador que actúa de homogenizante del baño líquido, y que dicha tapa lleva, practicadas unas aberturas de forma para penetración de las pinzas-soporte de la muestra.

- 215 -

- 220 -

7º.- Aparato para determinación de puntos de fusión según las anteriores reivindicaciones, caracterizado porque las pinzas-soporte de muestra llevan en un extremo dos tuercas que sujetaran una pletina metálica que con dos imanes permanentes sujetaran a la tapa del vaso el conjunto de pinza y

- 225 -

ME



muestra.

- 230 - 8^a.- Aparato para determinación de puntos de fusión según las anteriores reivindicaciones caracterizado por que las pinzas-soporte de muestras llevan un tornillo de presión y que las pinzas, por uno de sus extremos, terminan en cuatro dientes que encajan en las ranuras de los aros de apriete que presionan las cuadrículas de vidrio-
- 235 - en donde vá alojada la muestra.

- 240 - 9^a.- Aparato para determinación de puntos de fusión según las anteriores reivindicaciones, caracterizado por que la muestra se coloca entre tres cuadrículas de vidrio en la que la del centro está perforada y en cuya perforación se coloca la muestra en ensayo, y que la cuadrícula perforada puede ser de teflón en vez de vidrio, y que estas cuadrículas tienen un grueso que oscila entre 0'05 y 0'15 mm.

- 245 - 10^a.- Aparato para determinación de puntos de fusión según las anteriores reivindicaciones, caracterizado -- porque para un cierre hermético de la muestra entre las cuadrículas de vidrio lleva dos anillos con muescas diametralmente opuestas que es donde encajan los dientes de las pinzas, y que actuando sobre el tornillo de presión-
- 250 - de la pinza verifica un cierre hermético de las cuadrículas.

- 255 - 11^a.- Aparato para determinación de puntos de fusión según las anteriores reivindicaciones, caracterizado por que las cuadrículas de vidrio son transparentes e incolores y que la cuadrícula central lleva centrada una perforación que puede oscilar en su diámetro en décimas de -- milímetro a varios milímetros.

ME



12ª.- Aparato para determinación de puntos de fusión --
según las anteriores reivindicaciones, que se caracteriza --
- 260 - porque lleva una pinza de bocas planas con un solo tornillo-
de presión y que termina en su parte superior en ángulo rec-
to para poderla soportar como la anterior en la tapa del va-
so por medio de imanes permanentes.

13ª.- Aparato para determinación de puntos de fusión
- 265 - según las anteriores reivindicaciones, que se caracteriza -
porque en la pinza de bocas planas se pueden soportar de --
10 a 12 tubos capilares en los cuales se han introducido -
las muestras para determinar el punto de fusión, por cuyo -
motivo se pueden hacer 12 puntos de fusión al mismo tiempo.

14ª.- Aparato para determinación de puntos de fusión
- 270 - según las anteriores reivindicaciones, que se caracteriza -
porque lleva dos juegos de lentes, uno de los cuales sirve-
para la ampliación de la visión de la muestra colocada en--
tre las cuadrículas de vidrio, y el otro de mayor campo pa-
- 275 - ra una perfecta visión de la fusión en los doce tubos capi-
lares.

15ª.- Aparato para determinación de puntos de fusión
según las anteriores reivindicaciones que se caracteriza --
porque los juegos de lentes se desplazan a lo largo de una-
- 280 - pletina metálica sujeta al vaso metálico y enfrentada a don-
de se sitúan las muestras en ensayo, y cuyas lentes se des-
plazan para hacer un perfecto enfoque de las muestras, y --
que estas lentes se sujetan a la pletina metálica por me--
dio de imanes permanentes.

ME

405790



16ª.- APARATO PARA DETERMINACION DE PUNTOS DE FUSION HASTA TRESCIENTOS GRADOS DE PRODUCTOS ORGANICOS E INORGANICOS.

Todo ello tal y como se describe en el cuerpo de esta memoria, se reivindica en su nota y se presenta a título de ejemplo en la adjunta hoja de planos.

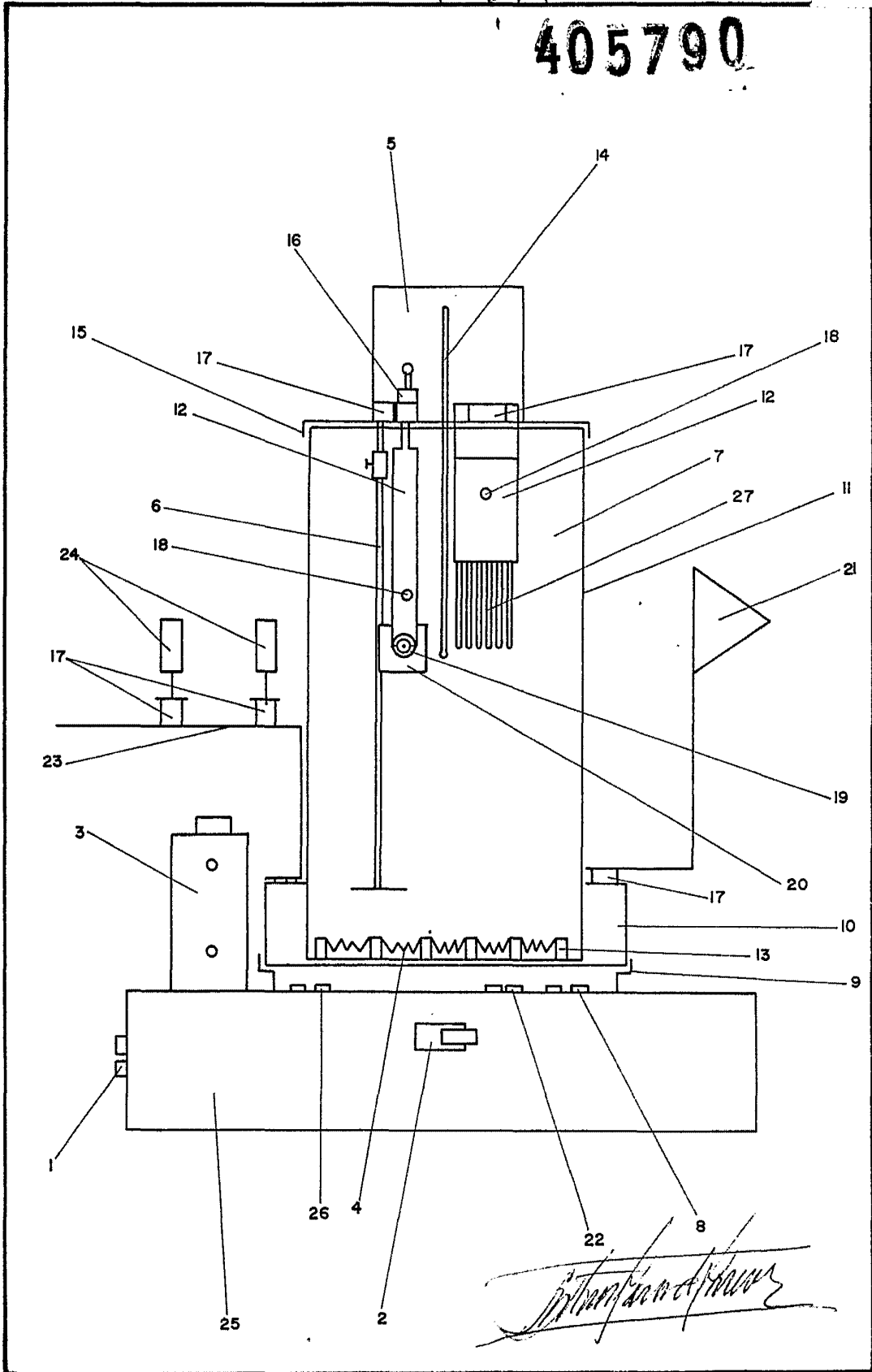
Esta memoria descriptiva consta de once hojas foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras y a dos espacios.

Madrid, 1 de Abril de 1.970

M/E



405790



3 DE ABRIL DE 1970