

419308

Int. Cl. ² <u>C01N</u>

MEMORIA DESCRIPTIVA

DE

PATENTE DE INVENCION

EN

ESPAÑA

por veinte años
a favor de UNITED STATES ATOMIC ENERGY COMMISSION

Washington, Distrito de Columbia 20545, U.S.A.
con domicilio en Norteamericana
de nacionalidad

"PERFECCIONAMIENTOS EN LOS ANALIZADORES COMPACTOS
por RAPIDOS DEL TIPO DE CUBETAS ROTATIVAS "

Norman G. Anderson, Carl A. Burtis,
de la que es inventor,
Wayne F. Johnson, James C. Mollen, Charles D. Scott,

Reivindicábase prioridad de la patente depositada en
Estados Unidos con fecha 6 de Octubre de 1.972, bajo
el nº 295.780.

**POOR
QUALITY**

-2-

RESUMEN DEL DESCUBRIMIENTO

La presente invención se refiere a un fotómetro analítico compacto del tipo de cubeta rotativa, diseñado para utilizar pequeños rotores de cubetas no reutilizables. Un porta rotor de cubetas, accionado mecánicamente, que tiene una configuración circular generalmente plano, está provisto de un reborde anular, vertical, solidario, para recibir, de forma fácilmente insertable desmontable, pequeños rotores de cubetas no reutilizables. Una serie de aberturas que se prolongan axialmente están dispuestas en forma circular a través del porta rotor, en alineación axial con las respectivas cubetas del rotor, con el fin de permitir que la luz sea transmitida a través de las cubetas a medida que el porta rotor y el rotor de cubetas giran entre una fuente de luz fija y un fotodetector. Aberturas adicionales se extienden a través del porta rotor cerca de su periferia con el fin de permitir el paso de la luz a través del porta rotor para fines de sincronización del rotor y de las cubetas. Hay situados detectores móviles del rotor y de las cubetas, para realizar la sincronización, a lo largo de la periferia del porta rotor para generar señales que se utilizan para sincronizar la capacidad del fotómetro con una computadora y para proporcionar el control de velocidad del rotor. Una rápida desaceleración del porta rotor y el rotor para fines de mezcla de muestras se lleva a cabo por medio de frenado que entra en contacto con el eje motor del porta rotor.

Fondo de la invención

La invención que aquí se describe se refiere, generalmente, a fotómetros del tipo de cubetas rotativas y, más particularmente, a un fotómetro compacto que utilice rotores de cubetas no reutilizables. Fue
5 realizado en el curso o en virtud de un contrato con la Comisión Norteamericana de Energía Atómica.

En la patente norteamericana, número 3.555.284, concedida a un cesionario común, el 12 de enero de 1971, se describe un analizador fotométrico rápido,
10 representativo, del tipo de cubetas rotativas. En el analizador descrito en esa patente, se utiliza la fuerza centrífuga para transferir y mezclar muestras y reactivos en un rotor de cubetas múltiples. Un fotómetro fijo explora las cubetas durante la rotación. Las se-
15 ñales así generadas se valoran por una computadora, permitiendo que las reacciones que tienen efecto en las cubetas respectivos puedan ser observadas o medida que se producen. Ya que todas las reacciones se inician simultáneamente y se comparan con la referen-
20 ciación continua del sistema espectrofotométrico del analizador, los errores debidos a desviación electrónica, mecánica o química se reducen al mínimo.

Aunque los analizadores fabricados de acuerdo con la patente anteriormente mencionada han tenido un
25 gran éxito en el sentido de que funcionan con exigencias de volumen de muestras y de reactivos relativamente bajas, han demostrado un alto grado de análisis de muestras y están sujetos a un funcionamiento automatizado, es de desear un perfeccionamiento adicional.
30 Por ejemplo, el rotor de cubetas descrito en dicha

Patente es una estructura relativamente grande y compleja de vidrio y de aros de politetrafluoretileno intercalados juntos y asegurados entre un cuerpo de rotor de acero y un aro de brida atornillado. Estos rotores son costosos y tienen que limpiarse entre ciclos analíticos de trabajo para evitar la contaminación de las muestras siguientes. Hay que utilizar armarios, motores de accionamiento, etc., correspondientemente grandes con el rotor, con el resultado de que el analizador rápido no es verdaderamente portátil y que requiere una cantidad relativamente grande de espacio valioso en el laboratorio.

También es de desear una ulterior reducción de las exigencias de volumen de muestras y de reactivos. De esta reducción de exigencias de volumen resultaría una economía de reactivos caros. Asimismo, el analizador podría utilizarse en aplicaciones de pruebas donde es difícil obtener un volumen suficiente de muestra para su análisis. Por ejemplo, una exigencia de muestra grandemente reducida facilitaría la operación en un laboratorio pediátrico donde podrían llegarse a efecto varios análisis sobre el pequeño volumen de sangre obtenido del pinchazo del dedo de la mano o del pie de un niño recién nacido.

Asimismo, es de desear que los rotores de cubetas no sean reutilizables, con el fin de evitar la posibilidad de la contaminación de la muestra y para permitir una precarga de reactivos normalizados. Esta no reutilización suele requerir que el rotor de cubetas sea simple y barato de construir y que se introduzca

Fácilmente y se desmonte de la misma forma de analizador, siguiendo un ciclo analítico de trabajo.

5 Por consiguiente, es un objetivo general de la Invención proporcionar un fotómetro analítico compacto del tipo de cubetas rotativas.

Otro objetivo, más compacto, del tipo de cubetas rotativas, que emplea pequeños rotores de cubetas no reutilizables.

10 Otros objetivos de la invención irán surgiendo del examen de la siguiente descripción de la invención y de los dibujos adjuntos.

Resumen de la Invención

15 De acuerdo con la invención, se ha previsto un fotómetro analítico, compacto, del tipo de cubetas rotativas, que está especialmente diseñado para utilizar pequeños rotores de cubetas no reutilizables. Se ha previsto un porta rotor de cubetas accionado mecánicamente que tiene una configuración circular, generalmente lisa, con un reborde anular, vertical, solidario, para recibir, de manera fácilmente insertable y desmontable, pequeños rotores de cubetas no reutilizables. Una disposición circular de aberturas que se prolongan axialmente, se extiende a través del porta rotor en alineación axial con los respectivos cubetas del rotor con el fin de permitir que la luz se transmita axialmente a través de los cubetas a medida que giran el rotor de cubetas y el porta rotor entre una fuente de luz y un fotodetector. Aberturas de sincronización se extienden a través del porta rotor cerca de su periferia con el objeto de permitir el paso de

20

25

30

La luz a través del porta rotor para fines de sincronización del rotor y de las cubetas. Hay colocados detectores de sincronización del rotor y de las cubetas a lo largo de la periferia del porta rotor con el fin de generar señales que se utilizan para sincronizar la capacidad del fotómetro con una computadora y para proporcionar el control de la velocidad del rotor. Se realiza una rápida desceleración del porta rotor y del rotor para fines de mezcla de muestras por medios de frenado que entran en contacto con el eje motor del porta rotor.

Breve descripción de los dibujos

La fig. 1 es una vista superior en planta, parcialmente en corte, de un fotómetro realizado de acuerdo con la invención.

La fig. 2 es una vista seccional vertical del fotómetro de la fig.1.

La fig. 3 es una vista en planta, ampliada, que muestra el lado estático de carga de un rotor de cubetas no reutilizables para utilizar con el fotómetro de las figs. 1 y 2.

La fig. 4 es una vista isométrica ampliada, en sección y parcialmente cortada, que representa adicionalmente el lado de carga estática del rotor de cubetas de la fig. 3.

La fig. 5 es una vista en planta, ampliada, que muestra el lado de carga dinámica del rotor de cubetas de las figs. 3 y 4.

La fig. 6 es una vista isométrica, ampliada, en sección o parcialmente cortada, que representa adi-

cionalmente el lado de carga dinámica del rotor de cubetas de las figs. 3 a 5.

Descripción detallado de la realización preferida

Haciendo, ahora, referencia a los dibujos, inicialmente a los figs. 1 y 2, se represento un analizador 5 fotométrico, compacto, en una vista superior en planta y en sección vertical, respectivamente. Montado de forma rotativa en la parte superior de un armario pequeño, de chapa metálica, generalmente rectangular, 10 1, hay un porta rotor de cubetas accionado mecánicamente, 2, que tiene una base circular, 3, en forma de placa, lisa, con un reborde o oro anular, vertical, solidario, 4, para recibir y retener un rotor 5 de cubetas no reutilizables. Dos o más pasadores de retención 6 (solamente se representa uno) van fijos al 15 porta rotor 2 dentro de los límites del reborde 4 y entran en contacto con rebajos coincidentes en el rotor de cubetas 5. Los pasadores 6 evitan el movimiento correspondiente de rotación del rotor de cubetas y del porta rotor durante el funcionamiento del anali- 20 zador en condiciones de alta aceleración rotativa, al mismo tiempo que la inserción manual, relativamente sin esfuerzo, o el desmontaje, del rotor de cubetas en condiciones estáticas. Una disposición circular de 25 aberturas 7 se extiende a través de la base 3 del porta rotor en coincidencia axial con las respectivas cubetas de análisis de muestras 8 dentro del rotor 5.

Una fuente o un suministro móvil de luz fotométrica 9 proporcione un haz de luz de intensidad constante que corta el rotor 5 en un punto que corresponde 30

A las posiciones radiales de las cubetas de análisis de muestras 8. El haz de luz procedente del suministro 9, indicado por una línea de trazos interrumpidos, en la fig.2, está alineado de manera que se transmite a través de cada abertura 7 y cubeta 8, a medida que giran a través del haz de luz. El suministro de luz 9 comprende una lámpara incandescente de cuarzo-yodo 10, un alojamiento de lámpara con aletas 11 y un juego de lentes de enfoque 12. Hay instalado un botón 14 al alojamiento 11 para facilitar el posicionamiento del alojamiento de la lámpara durante el funcionamiento del analizador o inmediatamente después del mismo, cuando el alojamiento está a una temperatura elevada debido al calor generado por la lámpara 10. El primer manguito 24 dispone de las depresiones 26 (solamente se muestra una) que se acoplan mediante el retén accionado por resorte 27 cuando la fuente de luz se encuentra en posición de operación según se muestra o en un giro de 90° para el reemplazo del rotor como se indica en línea tenue en la Figura 1. El ajuste radial de la fuente de luz para la alineación de la misma con la cubeta se logra soltando el tornillo de retención 28 y el ajuste deslizante del manguito 29 dentro de la abertura 30 en el segundo manguito 25. La placa de indicación 32, que junto con la perilla selectora de filtro 22 muestra la posición del soporte de filtro 16, se encuentra fija en la parte superior del tubo 23 por medio de elementos de tornillo de retención. Un retén accionado por resorte en la perilla 22 acopla las depresiones en la placa de indicación

32 para lograr la colocación positiva del soporte de filtro.

5 Fija a la parte inferior del eje 18 se tiene una rueda indicadora 33 que se acopla con el microinterruptor 34. La rotación del eje 13 durante la operación de selección de filtro origina la rotación correspondiente de la rueda indicadora y la activación del microinterruptor. Este origina que un potenciómetro preestablecido diferente se conecte con el circuito de suministro de alto voltaje del fotodetector con objeto de mantener una señal constante para una cubeta de referencia llena con agua. Un potenciómetro preestablecido diferente se utiliza para cada filtro de interferencia 17 en el soporte de filtro 16.

10
15 Un método alternativo de mantener una salida constante del fotodetector se describe en la solicitud copendiente del solicitante común S.N. (S-42,377). De acuerdo con tal método, el nivel de señal de la cubeta de referencia se compara con un nivel deseado establecido previamente y se hacen los ajustes de la fuente del fotodetector de alto voltaje según se requieran para el circuito de control adecuado con objeto de mantener la salida deseada. La derivación en el tubo fotomultiplicador y en el circuito asociado
20 también se compensan.

25 El porta rotor y el rotor de cubetas están accionados rotativamente por una combinación de generador de tacómetro-servomotor 35. Un freno magnético 36 actúa sobre el eje motor 37 del porta rotor para proporcionar una acción rápida de frenado al rotor de cubetas
30

Para acrecentar la mezcla de las muestras y los reactivos en las cubetas. El frenado de una velocidad del rotor de aproximadamente 2.000 rev/minuto a una parada en menos de un segundo ha sido conseguido utilizando el freno magnético 36.

Los detectores 38 y 39 de sincronización del rotor y de las cubetas proporcionan señales de sincronización, respectivamente. Un detector construido de forma parecida, 40, proporciona una señal para activar el control de voltaje del fotomultiplicador automático (no mostrado). Los señales se generan cuando las aberturas apropiadamente espaciadas practicadas en el porta rotor pasan a través de los detectores y permiten que la luz procedente de una pequeña lámpara incandescente de tungsteno 41, colocada en el detector, encima del porta rotor, llegue a un fotodiodo situado en el detector, debajo del porta cubetas. El detector 39, mostrado en sección en la fig. 2, es representativo de los tres detectores. Una vía circular 44, para posicionar los detectores, rodea parcialmente el porta cubetas 2. La sincronización puede ajustarse desplazando los detectores a lo largo de la vía 44 hasta que se consigue la sincronización apropiada y, después, asegurándolos al armario con tornillos de retención.

Como se muestra en la fig. 1, se ha previsto una disposición circular de aberturas de sincronización 45 en el porta rotor 2 para generar una señal en el detector 39, precisamente después de que cada cubeta pase entre el suministro de luz 9 y el fotodetector

15. Unas aberturas sencillas 45 y 47, hacen que se generen señales en los detectores 38 y 40, respectivamente, en cada revolución del porta rotor.

5 La temperatura del rotor de cubetas 5 está regulada por medio de un termistor dentro del pasador de retención 6, que está posicionado de manera que se extiende entre dos cubetas, en un radio común, con la disposición circular de cubetas. El termistor está posicionado, además, dentro del pasador 6 para centrarse axialmente dentro del rotor 5. Este posicionamiento proporciona una íntima correlación entre la capacidad del termistor y la temperatura de las cubetas. Aros de deslizamiento 48, en comunicación eléctrica con el termistor, han sido provistos en el porta rotor para leer la señal procedente del termistor. 10 La temperatura ambiente y la velocidad se leen en un contador 49 instalado en la parte superior del armario del analizador. 15

Haciendo, ahora, referencia a la figs. 3 y 4, el lado de la carga estática del rotor de cubetas no reutilizables 5, utilizado en el analizador de las figs. 1 y 2, se representa en vistas en planta e isométrica en sección, respectivamente. En la construcción, el rotor es de diseño lamelar con un disco central de plástico, 51, preferentemente opaco, intercalado entre los discos exteriores transparentes 52 y 53. Una disposición circular de aberturas que se extienden axialmente, ha sido prevista en el disco 51 para servir de cubetas de análisis de muestras B. Disposiciones anulares concéntricas e cavidades a cargo de 20 25 30

Las muestras y de los reactivos 54 y 55, han sido dis-
puestas sobre la base de una por una a lo largo de l
los radios que pasan a través de cada cubeta. Como
se muestra en la fig. 4, las cavidades de carga 54 y
55 están formadas de las depresiones del disco central
51 y están cerradas por el disco exterior 52. Las
aberturas de carga 56 y 58 coinciden con cada cavi-
dad en las disposiciones respectivas de cavidades
de carga. Es posible la carga estática de reactivos y
de muestras a través de las aberturas de carga, utili-
zando una jeringuilla hipodérmica o equipo distribui-
dor automatizado. La comunicación radial del líqui-
do está proporcionada por medio de pequeños conductos
o pasos de conexión 58 y 59 entre series respectivas
de cavidades de carga y cubetas. Una compuerta de cor-
ga central 60 se extiende a través de los discos 51
y 52 para permitir la carga dinámica de los líquidos
utilizando el lado de carga dinámica del rotor des-
crito más abajo, con referencia a las figs. 5 y 6.

Las vistas en planta y en perspectiva de la par-
te de carga dinámica del rotor 5 se muestran en las
figs. 5 y 6, respectivamente. La compuerta de carga
60 termina en una cámara de distribución 61 que se
comunica con las cubetas 8 a través de conductos o
pasos de distribución 62, que se extienden radialmen-
te, que son de tamaño capilar para retener los líqui-
dos dentro de la cubeta cuando el rotor no está giran-
do. La intersección de los conductos o pasos 62 crea
un efecto de canto aserrado o de dientes de sierra
que proporciona una distribución por igual esencial-

Mente del líquido a los conductos o pasos respectivos cuando el rotor 5 gira y el líquido es inyectado a través de la compuerta 60, a la cámara de distribución.

5 Son posibles varios métodos de cargar los líquidos de muestra y los reactivos en el rotor 5. Un procedimiento implica la carga estática de muestras individuales y de reactivos en las respectivas cavidades de carga 54 y 55. Esto se realiza insertando los volúmenes de muestra y de reactivo a través de las
10 respectivas aberturas de carga 56 y 57. Es posible una gran flexibilidad utilizando este procedimiento, ya que son posibles diferentes combinaciones de muestras y de reactivos en cada serie de cavidades de carga. La rotación del rotor después de la carga estática efectúa la transferencia de los líquidos de muestra y de reactivos a las respectivas cubetas, para el
15 análisis fotométrico.

Otro procedimiento de carga puede utilizarse cuando se desea bien sea reaccionar una pluralidad de reactivos con una sola muestra o un solo reactivo con una pluralidad de muestras. En este caso, la muestra o el reactivo se inyecta a través de la compuerta de carga 60 al rotor de giro y se distribuye por igual a
20 las cubetas. Luego, el rotor se para y se efectúan las cargas individuales de muestra o de reactivos desde la parte de carga estática del rotor.

Todavía otro procedimiento de carga implica la precarga y la utilización de diferentes reactivos en las cubetas respectivas. Cuando va a realizarse
30

Un análisis fotométrico, los reactivos utilizados se solubilizan inyectado agua o regulador al rotor de giro de la manera arriba indicado. El fluido de muestra puede cargarse, igualmente, de forma dinámica, para obtener múltiples análisis químicos en una sola muestra de sangre.

La anterior descripción de una realización de la invención no debe interpretarse en un sentido limitador. Por ejemplo, el rotor puede tener un número diferente de cubetas para el análisis de muestras que el 17 mostrado. Asimismo, la disposición particular de los conductos o pesos para la carga estática y dinámica puede modificarse y/o omitirse en parte, de modo que tan sólo sea posible una carga estática o una carga dinámica. Más bien, se intenta que la invención esté limitada, tan sólo por el alcance de las reivindicaciones adjuntas.

NOTA:

Se reivindican como propios y nuevos, para que sean objeto de una Patente de Invención en España, por veinte años, reivindicándose prioridad de la patente depositada en Estados Unidos con fecha 6 de Octubre de 1.972, bajo el nº 295,780, los puntos siguientes:

1.- Perfeccionamientos en los analizadores compactos rápidos del tipo de cubetas rotativas, que comprenden:

(a) Un porta rotor de cubetas, accionado mecánicamente, que comprende una base circular lisa, un reborde de retención, anular, vertical, solidariamente fijo a dicha base y un pasador vertical que se prolonga axialmente, fijo a dicha base dentro de los límites radiales

De dicho reborde, limitando o definiendo dicha base:

5 I.- Una primera serie de aberturas que se prolongan axialmente, dispuestas en forma circular a través de dicha base, dentro de los límites radiales de dicho reborde.

10 II.- Una segunda serie de aberturas que se prolongan axialmente, dispuestas en forma circular a través de dicha base, sin los límites radiales de dicho reborde, siendo iguales en número a dichas aberturas en dicha primera serie de aberturas, dichas aberturas de dicha segunda serie de aberturas;

15 (b) un rotor de cubetas desmontables que tiene una configuración circular en forma de placa, dispuesto en dicha base, dentro de los límites de dicho reborde, definiendo dicho rotor una disposición circular de cubetas de análisis de muestras en coincidencia axial con las aberturas correspondientes en dicha primera serie de aberturas;

20 (c) un suministro móvil de luz dispuesto encima de dicho rotor de cubetas para proporcionar un haz de luz incidente en dicho conjunto de rotor en un punto que corresponde a la posición radial de dichas cubetas para el análisis de muestras;

25 (d) medios para detectar la luz desde dicho suministro de luz después de que ha pasado a través de dichas cubetas de análisis de muestras, generando dichos medios para detectar la luz, una señal de salida proporcional a la intensidad de la luz detectada; y

30 (e) medios generadores de señales dispuestos adyacentes a dicho porta rotor, para detectar el paso

De las aberturas en dicha segunda serie de aberturas.

5 2.- Perfeccionamientos en los analizadores compactos rápidos del tipo de cubetas rotativas, según reivindicación 1, en el que un porta filtro que contiene una pluralidad de filtros absorbentes se prolonga entre dicha base y dichos medios, para detectar la luz procedente de dicho suministro después de que ha pasado a través de dichas cubetas de análisis de muestras.

10 3.- Perfeccionamientos en los analizadores compactos rápidos del tipo de cubetas rotativas, según reivindicación 1 que, además, comprende medios para frenar rápidamente la rotación de dicho porta rotor y dicho rotor.

15 4.- Perfeccionamientos en los analizadores compactos rápidos del tipo de cubetas rotativas, según reivindicación 1 que, además comprende un termistor montado dentro de dicho pasador vertical para medir la temperatura de dicho rotor de cubetas y arcos eléctricos de deslizamiento en comunicación eléctrica con dicho termistor fijo a dicho porta rotor.

20 5.- Perfeccionamientos en los analizadores compactos rápidos del tipo de cubetas rotativas, según reivindicación 4, en el que dicho pasador vertical está situado en posición radial que corresponde al radio de dicha primera serie de aberturas que se prolongan axialmente y dichas cubetas de análisis de muestras, y en donde dicho termistor está dentro de dicho pasador, para centrarse axialmente dentro de dicho rotor de cubetas desmontables cuando dicho rotor está
25
30 dispuesto sobre dicha base dentro de los límites de

Dicho reborde.

5 6.- Perfeccionamiento en los analizadores compactos rápidos del tipo de cubetas rotativas, según reivindicación 1, en el que dicho rotor de cubetas desmontables define:

(a) un primero y un segundo juego de cavidades de carga orientadas radialmente, dispuestas en disposiciones anulares concéntricas; y

10 (b) medios para efectuar el paso centrífugo del fluido desde dichos primeros y segundo juegos de cavidades de carga a las respectivas cubetas de dicha disposición circular de cubetas para el análisis de muestras.

15 7.- Perfeccionamientos en los analizadores compactos rápidos del tipo de cubetas rotativas, según reivindicación 6, en el que dicho rotor de cubetas es de construcción lamelar, con un disco central, opaco, intercalado entre dichos primeros y segundos cavidades, depresiones en dicho opaco, y proporcionándose aberturas de carga a través de dicho primer disco transparente en coincidencia axial con cavidades respectivas practicadas en dichas primera y segunda serie de cavidades de carga.

20 8.- Perfeccionamientos en los analizadores compacto rápidos del tipo de cubetas rotativas, según reivindicación 6, en el que dicho rotor de cubetas define, además, una cámara de distribución central y una pluralidad de conductos o pasos de distribución que se comunican entre dicha cámara de distribución y las respectivas cubetas, en dicha disposición

30

Circular de las cubetas para el análisis de muestras.

9.- Perfeccionamientos en los analizadores compactos rápidos del tipo de cubetas rotativas, según reivindicación 8, en el que cada uno de dichos conductos o pasos de distribución se corte con los conductos o pasos de distribución adyacentes en ángulo agudo, para formar una periferia aserrada o dentada alrededor de dicha cámara de distribución.

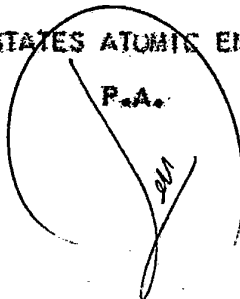
10.- PERFECCIONAMIENTOS EN LOS ANALIZADORES COMPACTOS RÁPIDOS DEL TIPO DE CUBETAS ROTATIVAS.

Todo conforme se describe en la Memoria que antecede, se ilustra como ejemplo de ejecución en los planos unidos a ella y se reivindica en su Nota.

Esta Memoria consta de dieciocho hojas foliadas, escritas a máquina por una sola cara y planos que la acompañan.

Madrid 3 de Octubre de 1973

UNITED STATES ATOMIC ENERGY COMMISSION



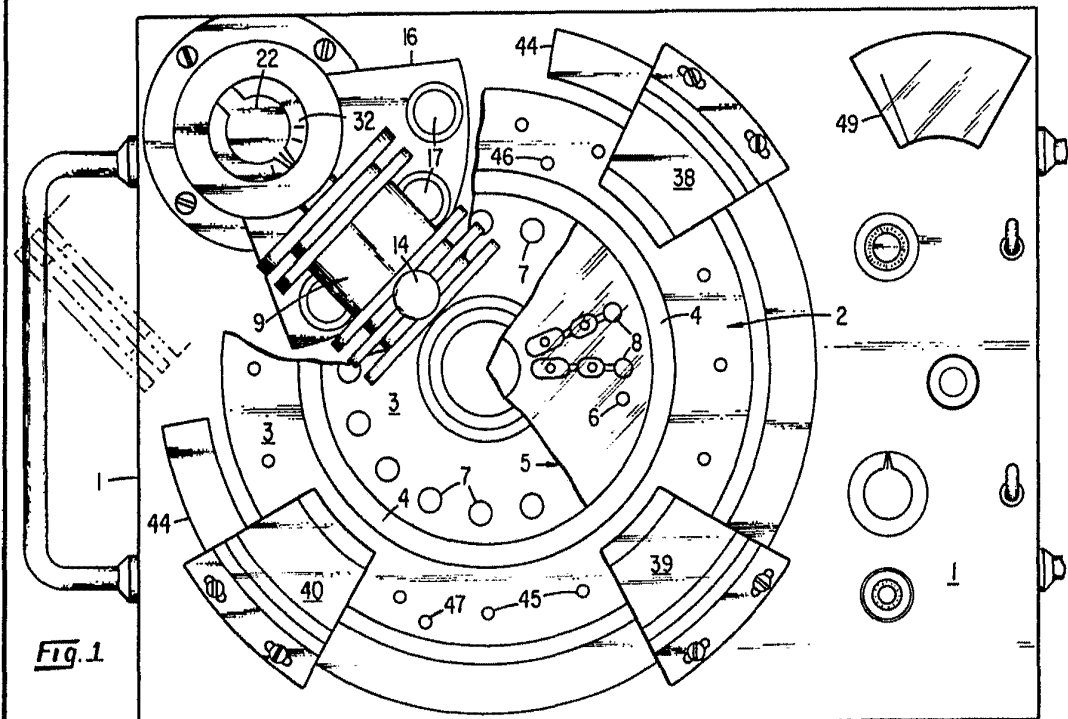


Fig. 1

ESCALA VARIABLE
Madrid 3 OCT. 1973
P. A.

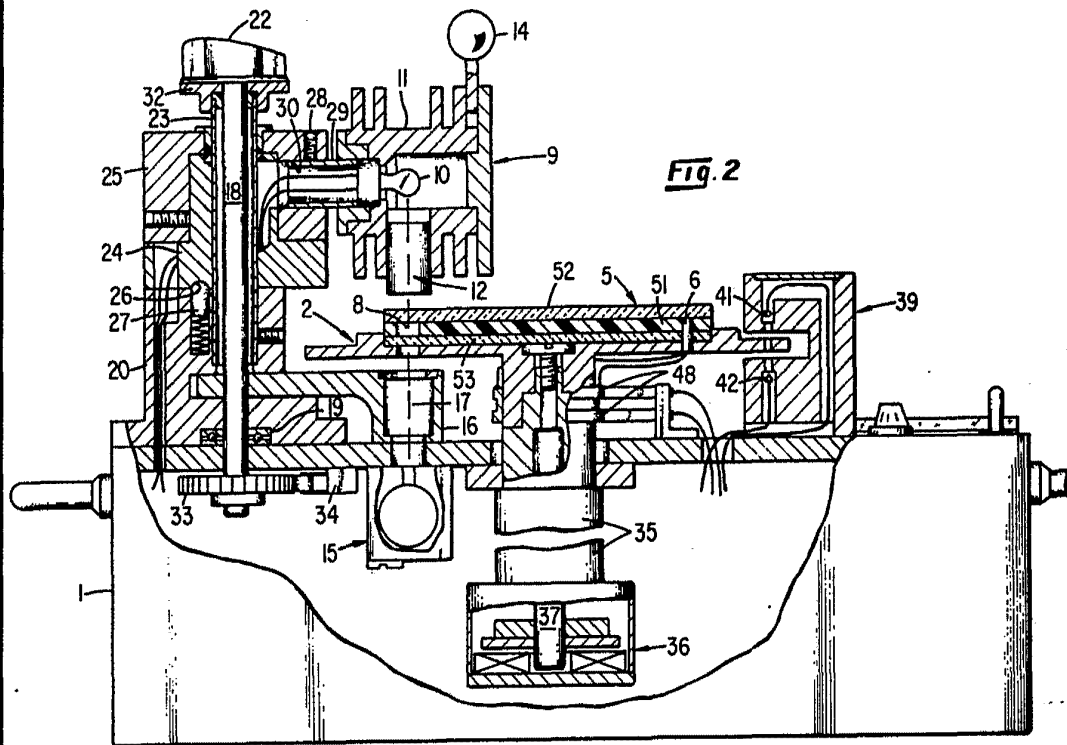


Fig. 2

ESCALA VARIABLE
Madrid 3 OCT. 1973
P. A.

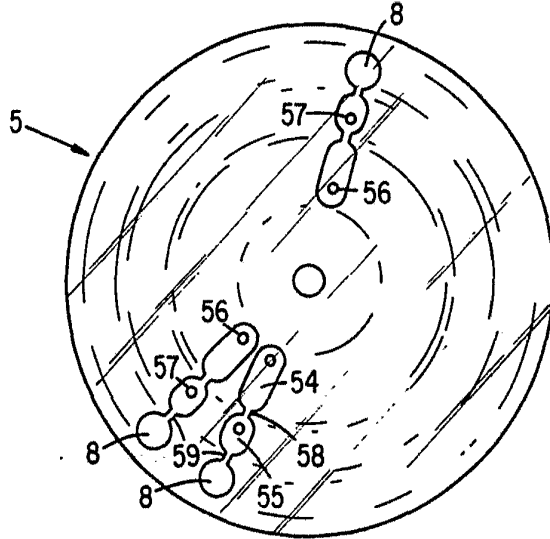


Fig. 3

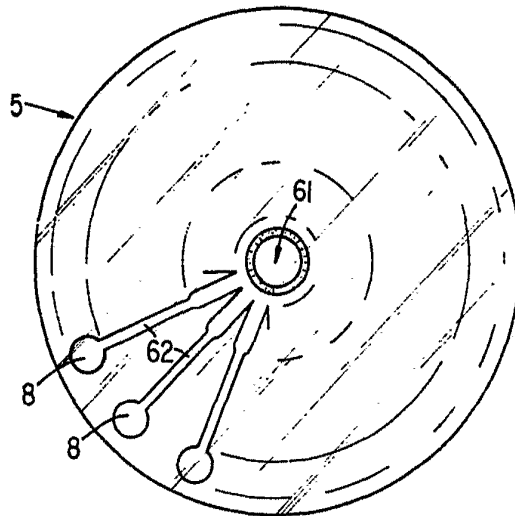


Fig. 5

ESCALA VARIABLE
Madrid : 3 OCT. 1973
P. A.

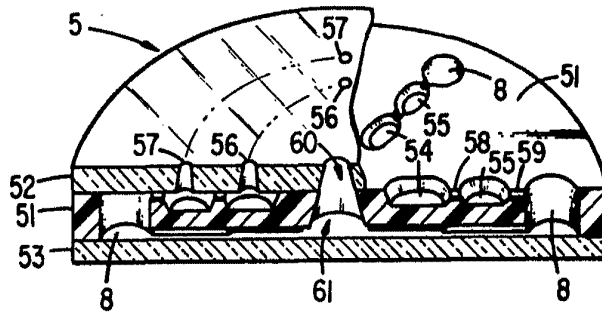


Fig. 4

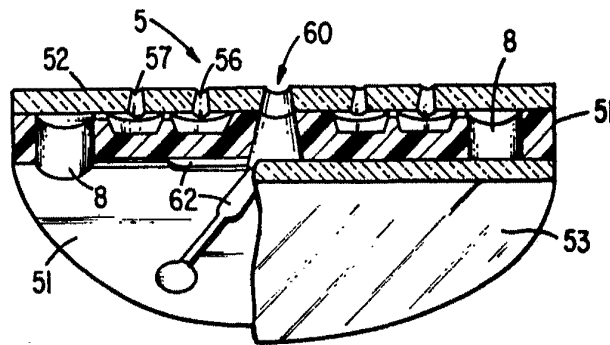


Fig. 6

ESCALA VARIABLE
Madrid 3 OCT. 1973
P. A.