

20 ENE. 1979



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente solicitud y sobre el contenido de la memoria adjunta.

(11) NUMERO	(12) A1
(21) 470620	
(22) FECHA DE PRESENTACION	
8 JUN. 1978	

PATENTE DE INVENCION

(30) PRIORIDADES:	(32) FECHA	(33) PAIS
(31) NUMERO		
23910/77	8 de junio de 1.977	Inglaterra.
53450/77	22 de diciembre de 1.977 completada el 19 de mayo de 1.978.	"

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	G01N	

(64) TITULO DE LA INVENCION

PROCEDIMIENTO Y APARATO PARA DETECTAR LA PRESENCIA DE UNA SUSTANCIA CONTENIDA EN UN MEDIO FLUIDO.

(71) SOLICITANTE (ES)

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

Imperial Chemical House, Millbank, Londres, S.W.1., Inglaterra.

(72) INVENTOR (ES)

JOHN HEATHCOTE ATHERTON, DERRICK CLIFFORD DOBSON, IAN HODGKINSON, DAVID JOHN BARNES, JOHN ROBIN PAUL CLARKE, GEORGE EDWARD BOWRING, WILLIAM THOMAS GRADWELL.

(73) TITULAR (ES)

(74) REPRESENTANTE

D. JOSE MIGUEL GOMEZ-ACEBO Y POMBO

Esta invención se relaciona con un método de análisis.

Según la presente invención se proporciona un método para detectar la presencia de una sustancia contenida en un medio fluido, cuyo medio contiene también materia particulada suspendida en el mismo, que comprende la adición de por lo menos una porción del medio fluido a un primer material de hoja permeable capaz de separar por difusión el medio fluido de la materia particulada; y el examen, empleando medios detectores instrumentales, de la presencia de la sustancia contenida en el medio fluido en una zona de detección a la cual se ha difundido el medio fluido separándose de la materia particulada, encontrándose la zona de detección sobre el primer material de hoja permeable o sobre un segundo material de hoja permeable que está en contacto con el primer material de hoja durante la adición del medio fluido al mismo, de manera que la materia particulada en el medio final no pueda pasar del primer material de hoja al segundo material de hoja.

Si bien el método es adecuado para la separación de materia particulada de una fase gaseosa que contiene un gas específico que se desea detectar y/o estimar, el método es particularmente adecuado para la detección de una sustancia disuelta en un medio líquido que contiene también materias sólidas sin disolver y suspendida en el mismo, con lo que la siguiente descripción del método se referirá a la situación particular en donde el fluido es un líquido y la materia particulada es un sólido, encontrándose la sustancia a detectar disuelta en el medio líquido.

Aunque cualquier sustancia que sea soluble en un medio líquido, denominada a continuación "sustancia soluble", puede ser detectada por el presente método empleando medios detec-

tores instrumentales adecuados para el examen de la zona de de-
tección, denominados a continuación "medios detectores", el mé-
todo es particularmente adecuado cuando la sustancia soluble es
detectable por una técnica sin contacto tal como, por ejemplo,
5 fotometría. El método es también adecuado cuando la sustancia
soluble no es detectable directamente por una técnica sin con-
tacto, pero puede modificarse, por reacción con un desarrollador
aplicado a uno o ambos materiales de hoja antes, con o después
del medio líquido, al objeto de formar un producto soluble que
10 es capaz de detectarse por una técnica sin contacto tal como
la fotometría.

La sustancia soluble misma no puede ser la especie
principal a observar por el método, pero puede ser el producto
de reacción de la especie principal contenida en el medio líqui-
do con un desarrollador añadido al medio líquido antes de apli-
15 carse al primer material de hoja.

De acuerdo con la presente invención, se proporciona
igualmente un método para detectar una sustancia soluble disuel-
ta en un líquido, cuyo líquido contiene también materia insolu-
20 ble sólida suspendida en el mismo, que comprende añadir al me-
nos una porción del líquido a uno de los lados de un primer ma-
terial de hoja permeable, mientras el lado opuesto de dicho pri-
mer material de hoja se mantiene en contacto con un segundo ma-
terial de hoja permeable, de manera que la materia insoluble
25 quede retenida totalmente por el primer material de hoja y el
líquido pueda difundirse al segundo material de hoja; separar
los dos materiales de hoja; y examinar, empleando medios detec-
tores instrumentales, la presencia del material soluble en una
zona de detección del segundo material de hoja.

30 Cuando el medio detector es capaz de producir una res

puesta relacionada con la cantidad de sustancia soluble presente en la zona de detección, el método es adecuado, después de la calibración adecuada, para la determinación de la concentración de la sustancia soluble en el medio líquido. De este modo, el método es capaz de utilizarse en la monitorización del progreso de ciertas reacciones químicas y en especial de aquellas en donde se forma un producto insoluble a partir de por lo menos un reactante soluble, y la presencia del producto insoluble inhibe la determinación directa, in situ, del estado de reacción. Por el presente método, un reactante soluble o un producto soluble más fácilmente detectable obtenido a partir del mismo, por reacción con el desarrollador añadido, se puede separar fácilmente del producto insoluble por estimación del primero.

Como ejemplo de dicha reacción se puede mencionar la reacción de copulación azoica entre un compuesto de diazonio y un componente de copulación, pudiendo ser cualquiera o ambos de dichos compuestos solubles en el medio de reacción; para producir un producto coloreado insoluble, por ejemplo un pigmento o un colorante disperso. El estado de la reacción se puede monitorizar evaluando la cantidad de compuesto de diazonio o de componente de copulación, bien directamente o bien después de la reacción con un desarrollador, para producir una sustancia más fácilmente detectable. Como ejemplos de desarrolladores adecuados para esta finalidad, se pueden mencionar (a) componentes de copulación o compuestos de diazonio capaces de reaccionar con el compuesto de diazonio o componente de copulación respectivamente, que están implicados en la reacción de copulación azoica, con el fin de producir un colorante soluble y (b) cuando cualquiera de los reactantes contiene un grupo con la estructura $=CH-C-OH$, cloruro férrico, que se sabe reacciona

con los compuestos que contienen este grupo para producir una entidad coloreada.

Los materiales de hoja permeables se forman convenientemente a partir de un material absorbente tal como papel de filtro o papel secante a través del cual se puede difundir un líquido, pero, en circunstancias adecuadas, puede comprender otros materiales. Cuando se utiliza un solo material de hoja, en función del tamaño del material de hoja en relación con la cantidad de medio líquido aplicado, la zona de detección puede estar en el mismo lado del material al cual se aplica el medio líquido, o en el lado opuesto e incluso, cuando el material de hoja es suficientemente grueso, sobre un borde. Otros materiales de hoja son, por ejemplo, los materiales de membranas de ultrafiltración o géneros textiles tejidos.

El primer material de hoja debe permitir preferiblemente la difusión de una gran proporción del líquido que contiene la sustancia soluble a través del segundo material de hoja, de modo que exista un suministro a plena potencia hacia el segundo material de hoja, mientras están en contacto los dos.

El segundo material de hoja permite preferiblemente que el líquido se esparza homogéneamente y al mismo tiempo proporciona preferentemente un soporte neutro contra el cual se puede detectar la sustancia soluble. Los materiales de hoja porosos preferidos son el papel de filtro u otros papeles similares sin satingar y absorbentes, prefiriéndose los blancos.

El método es adecuado para la detección de una sustancia soluble en una masa discreta o en una corriente de flujo del medio líquido. Es preferible, especialmente con un medio líquido en flujo, muestrear continuamente el medio líquido y aplicar éste a un primer material de hoja que se mueve continua

mente, al objeto de formar una zona de detección continua. Cuando esta zona se examina por medios detectores calibrados adecuadamente, se puede obtener una indicación continua del estado del medio líquido con respecto a la sustancia soluble a medida que pasa por el punto de extracción. Ejemplos de medios líquidos en flujo adecuados son los medios de reacción continua que contienen reactantes o productos insolubles, licores efluentes de drenajes, y ríos y otras corrientes de agua que contiene frecuentemente una mezcla de sólidos disueltos y suspendidos.

Cuando la especie a detectar no es fácilmente detectable mediante una técnica sin contacto, tal como fotometría, es conveniente mezclar continuamente la corriente de muestra extractada del medio líquido con una corriente de un desarrollador adecuado, con el fin de producir una sustancia más fácilmente detectable que sea soluble en el medio. Alternativamente, el desarrollador se puede incorporar en la zona de detección sobre el material de hoja adecuado o añadirse al mismo después de la aplicación del medio líquido.

De acuerdo con otra característica de la invención, se proporciona un primer aparato para detectar la presencia de una sustancia soluble en un medio líquido que contiene también materia sólida sin disolver y suspendida en el mismo, que comprende medios soporte para un material de hoja capaz de separar el medio líquido de la materia sólida sin disolver por difusión; medios para dirigir al menos una porción del medio líquido sobre una superficie del material de hoja; y medios detectores instrumentales adaptados para examinar una zona de detección del material de hoja al cual el medio líquido es capaz de difundirse separándose del material sólido sin disolver y detectar la sustancia soluble o un producto desarrollado a partir de

la misma sobre la superficie del material de hoja.

5 Si bien el primer aparato es adecuado para la operación discontinua, resulta particularmente apropiado para la operación continua con una masa discreta o bien con una corriente fluyente del medio líquido.

10 Según una forma del primer aparato adecuado para la operación continua, el medio soporte del material de hoja comprende preferiblemente medios accionadores para hacer que el material de hoja se mueva a una velocidad constante. Para utilizarse con dicho aparato, el material de hoja comprende convenientemente una tira o cinta, preferiblemente de un papel absorbente, que es accionada en una dirección paralela a su eje longitudinal. Alternativamente, el material de hoja puede ser circular y dispuesto para su rotación alrededor de su punto central por los medios accionadores.

15

Los medios para dirigir el medio líquido al material de hoja comprenden convenientemente un conducto que conduce desde la tubería o recipiente que contiene al medio líquido hasta el material de hoja. El conducto termina convenientemente en un dispositivo de distribución para controlar la cantidad y dirección del líquido añadido al material de hoja. El conducto que transporta el medio líquido al material de hoja absorbente puede incorporar una bomba en el caso de que sea deseable, y también auxiliares para llevar a cabo el mezclado del medio líquido con un desarrollador adecuado, para convertir la sustancia soluble en una especie instrumentalmente detectable. Con el material de hoja en movimiento, el medio líquido se puede depositar sobre el material en forma de una tira a lo largo de la línea de movimiento, pudiéndose difundir el medio líquido a uno o

20

25

30

ambos lados de dicha tira.

Cualquier instrumento adecuado para detectar la sustancia soluble en la zona de detección resulta adecuado pero el aparato preferido incorpora un fotómetro y particularmente un fotómetro calibrado que proporciona una respuesta relacionada con la cantidad de sustancia soluble en la zona de detección.

En la forma del primer aparato, adaptado para la detección continua, los medios detectores instrumentales están situados en un punto suficientemente alejado aguasabajo del punto en donde el medio líquido se aplica al material de hoja, para permitir que el medio líquido se difunda separándose de los sólidos sin disolver hasta la zona de detección y, cuando sea necesario, para permitir que la sustancia soluble reaccione con un desarrollador para formar un producto instrumentalmente detectable.

Una forma preferida de los medios detectores comprende un fotómetro adaptado para detectar, preferiblemente de forma cuantitativa, la presencia de la sustancia soluble en la zona de detección en presencia de cualquier otra especie contenida en dicha zona, por ejemplo, en el medio líquido o cualquier desarrollador añadido al medio líquido o ya presente en la zona de detección.

Según otra característica de la presente invención, se proporciona un segundo aparato para detectar una sustancia soluble disuelta en un líquido que contiene materia sólida insoluble suspendida en el mismo, que comprende medios soporte para los materiales de hoja permeables primero y segundo, capaces de mantener estos materiales inicialmente en contacto a lo largo de dos caras adyacentes y capaces de separarlos a continuación; medios aplicadores para dirigir al menos una porción del líquido sobre la superficie expuesta del primer material de hoja,

mientras está en contacto con el segundo material de hoja; y medios detectores instrumentales adaptados para examinar una zona de detección del segundo material de hoja una vez separados los dos materiales de hoja y para detectar la sustancia soluble o un producto desarrollado de la misma, sobre el segundo material de hoja.

5

Si bien el segundo aparato es adecuado para su operación discontinua, resulta particularmente apropiado para la operación continua, bien con una masa discreta o bien con una corriente fluyente del medio líquido.

10

En una forma del segundo aparato, adecuado para la operación continua, los medios soporte comprenden convenientemente medios accionadores de los materiales de hoja y rodillos o superficies guía adecuadamente dispuestos para mantener en contacto los dos materiales de hoja a medida que pasan por los medios aplicadores, para separarlos y para dirigir a continuación el segundo material de hoja hacia los medios detectores instrumentales. Para utilizarse con dicho aparato, cada uno de los materiales de hoja comprende convenientemente una tira o cinta de papel absorbente, por ejemplo papel de filtro.

15

20

Los medios para dirigir el medio líquido sobre el primer material de hoja, comprenden convenientemente un conducto que conduce desde la tubería o recipiente que contiene el medio líquido hasta el primer material de hoja. El conducto termina convenientemente en un dispositivo de distribución para controlar la cantidad y dirección del líquido añadido al primer material de hoja. El conducto que transporta al medio líquido hasta el primer material de hoja, puede incorporar una bomba en caso necesario y también auxiliares para facilitar el mezclado del medio líquido con un desarrollador adecuado, al objeto

25

30

de convertir la sustancia soluble en una especie instrumentalmente detectable. Con los materiales de hoja en movimiento, el medio líquido se puede depositar sobre el primer material de hoja en forma de una tira a lo largo de la línea de movimiento.

5 Resulta adecuado cualquier instrumento para detectar la sustancia soluble en la zona de detección del segundo material de hoja, pero el aparato preferido incorpora un fotómetro y particularmente un fotómetro calibrado que proporciona una respuesta relacionada con la cantidad de sustancia soluble en
10 la zona de detección.

 En la forma del segundo aparato, adaptado para la detección continua, el punto de separación de los materiales de hoja y los medios detectores instrumentales están situados suficientemente alejados aguasabajo del punto en donde se aplica
15 el medio líquido al primer material de hoja, para permitir que el medio líquido se difunda separándose de los sólidos sin disolver hasta la zona de detección del segundo material de hoja y, cuando sea necesario, para permitir que la sustancia soluble reaccione con un desarrollador para formar un producto instrumentalmente detectable.
20

 La invención se describirá ahora a modo de ejemplo solamente, con referencia a los dibujos adjuntos, en los cuales la figura 1 es una vista en alzado de una forma preferida del primer aparato, acoplado a un conducto que transporta un medio
25 líquido; la figura 2 es una vista en planta del aparato mostrado en la figura 1; la figura 3 es una vista en planta de una cinta de papel a medida que pasa a través del aparato mostrado en las figuras 1 y 2, durante la operación; la figura 4 muestra una sección vertical a través de una forma preferida del
30 segundo aparato según la presente invención, a lo largo de la

línea IV-IV de la figura 5; y la figura 5 muestra una sección horizontal a lo largo de la línea V-V de la figura 4.

5 En el aparato mostrado en las figuras 1, 2 y 3, el par de rodillos de presión accionados 111,112 montados en los ejes 111a y 112a y accionados por los motores 111b y 112b (no mostrados) sirven para extraer una cinta de papel absorbente 113 desde un carrete de almacenamiento 114 montado en el eje 114a al rededor de un rodillo guía 115 montado en el eje 115a y horizontalmente a lo largo de un sistema aplicador del medio líquido 10 116 y de los medios detectores fotométricos 117. Los ejes 111a, 112a, 114a y 115a están montados rotativamente entre los elementos de estructura 127 y 128.

15 El sistema de aplicación del medio líquido 116 comprende de un conducto 118 que conduce desde un punto de extracción 119 en una tubería 120, que transporta al medio líquido, por vía de una bomba 121 y mezclador 122, hasta un punto situado a corta distancia del lado inferior de la cinta de papel 113. Un conducto subsidiario 123 conduce desde un recipiente de almacenamiento de desarrollador 129, por vía de una bomba 124, al interior del 20 mezclador 122.

25 Los medios detectores 117 comprenden la fuente de luz 125, detector 126 y analizador 130 de un fotómetro de reflectancia no especular. Los conductos 118 y 123, fuente de luz 125 y detector 126, están soportados por elementos en cruz 118a, 123a, 125a y 126a de los elementos estructurales 127, 128 que están montados en el conducto 120.

30 En la práctica, la cinta de papel se alimenta desde el carrete de almacenamiento 114, alrededor del rodillo guía 115 y entre los rodillos de presión accionados 111 y 112. Una porción del medio líquido que fluye a través del conducto 120

es extraída ascendentemente por el conducto 118 a través de una bomba 121 para ir a parar al mezclador 122 en donde se mezcla con un desarrollador (extrayéndose el desarrollador a través del conducto subsidiario 123 por la bomba de desarrollador 124 del recipiente de almacenamiento de desarrollador 129). La mezcla de medio líquido y desarrollador pasa ascendentemente por el conducto 118 desde cuyo extremo se inyecta en el lado inferior de la cinta de papel en una posición de aplicación A (vease también figura 3) hacia uno de los bordes laterales de la cinta 113. El medio líquido se esparce inicialmente sobre la superficie de la cinta de papel 113 transportando con el mismo el material sólido sin disolver, pero después de una corta distancia el medio líquido se absorbe totalmente dejando al material sólido sin disolver en una banda, B, que se deposita hacia uno de los bordes laterales del lado inferior de la cinta de papel 113. El medio líquido continua difundiéndose a través del papel transportando con él a la totalidad del material disuelto, hasta que alcanza los bordes de la cinta de papel en C y C¹, produciendo así bandas anchas y estrechas de medio líquido, D y D¹, sobre cualquier lado de la banda, B, de material sólido sin disolver.

La velocidad de la cinta de papel 113, determinada por los rodillos de presión 111 y 112, se ajusta de modo que las bandas D y D¹ se formen antes de que la cinta 13 pase por debajo de los medios detectores 117. La fuente de luz y el detector 126 del espectrofotómetro 130 se dirigen a la zona de detección E que reside sobre una banda subsidiaria F en el punto medio de la banda D y sobre el lado superior de la cinta de papel 113.

Aunque la posición de aplicación A, como se muestra en la figura 3, se encuentra en el lado opuesto de la cinta de

papel 113 con respecto a la zona de detección E, esto no es esencial. Sin embargo, es preferible aplicar el medio líquido al lado inferior de la cinta de papel para reducir la posibilidad de que el material sólido sin disolver se inunde por encima de la banda de líquido D y afecte el análisis a realizar por los medios detectores 117.

Alternativamente al mezclado del desarrollador con el medio líquido en el mezclador 122, el desarrollador se puede impregnar previamente en la cinta o añadirse a la cinta por medio de un segundo sistema aplicador aguasarriba o aguasabajo de la posición de aplicación A del medio líquido, a condición de que se deje suficiente tiempo de reacción del desarrollador con la especie soluble antes de que la cinta de papel 113 pase por los medios detectores 117.

Cuando la especie soluble es por si misma detectable de forma directa por los medios detectores 117, no es necesario proporcionar el mezclador 122 y el sistema de alimentación de desarrollador, añadiéndose directamente el medio líquido a la cinta de papel 113 en A.

Las diversas características del segundo aparato, mostrado en las figuras 4 y 5, están montadas entre un par de placas rígidas 11 y 13 mantenidas en una relación espaciada por un resalte o nervadura 15 y abrazaderas 17. Los medios soporte para los materiales de hoja absorbentes comprenden una serie de rodillos 19-27 soportados sobre husos 29 y un sistema guía 31. Los medios aplicadores comprenden un distribuidor 33 en forma de V y una unidad de drenaje 35. Los medios detectores instrumentales comprenden un espejo 37 y un detector fotoeléctrico 39.

Los tres rodillos 19, 21 y 23 están alineados de mo-

do que los materiales de hoja absorbentes, en este caso tiras de cinta de papel, se transporten conjuntamente entre el distribuidor 33 y la unidad de drenaje 35 antes de dividirse a medida que pasan sobre el rodillo 21. Los rodillos 25 y 27 se mantienen en contacto con el resorte 41 que se apoya sobre las palancas 43 sobre las cuales está montado el rodillo 27. El resorte 41 está unido a una tapa ajustable 45. La tapa 45, ajustable por medio de tornillos de fijación (no mostrados), y las palancas 43 están montados ambos sobre una abrazadera 47 soportada por la nervadura o resalte 15. El rodillo 25 es accionado por medio de un engranaje impulsor (no mostrado) mediante un motor (no mostrado) que está situado entre las abrazaderas 17.

El sistema de guía 31 comprende dos láminas 49 y 51 de material plástico, una de ellas montada en la nervadura 15 y la otra sobre una placa metálica 53 soportada por los brazos 55 de la abrazadera 17. Las láminas 49 y 51 definen una ranura de detección 56 que está alineada con la nervadura 57 entre los rodillos 25 y 27 y el borde del rodillo 21. En la nervadura 15 y lámina 51 está formada una abertura de detección circular 59.

El distribuidor 33 tiene una tobera ranurada 61 que se extiende a través de la región central del espacio entre las placas 11 y 13. La unidad de drenaje 35 tiene un sumidero 63 con una base inclinada 65 en cuyo extremo inferior se encuentra una tubería de drenaje 67 que conduce a través de la placa soporte 11.

El espejo 37 está montado de forma ajustable sobre una abrazadera 69 por medio de un espárrago roscado 71 y tuerca 73, de modo que esté alineado con una abertura admisoras de luz de la placa soporte 11 y con la abertura detectora 59. El detector fotoeléctrico 39 está montado igualmente sobre la abra

zadera 69 en un ángulo tal que recoja solamente la luz reflejada difusa que sale de la abertura detectora 59. El detector 39 está conectado a un analizador (no mostrado) mediante un cable 77.

5 En el funcionamiento del segundo aparato, dos tiras de cinta de papel absorbente 79 y 81 almacenadas en carretes (no mostrados) se alimentan por encima del rodillo 19, a través de la parte superior de la unidad de drenaje 35, sobre el rodillo 21, en donde se separan. La cinta superior 70 continua a
10 través del rodillo 23 desde donde se alimenta a un barril de recogida (no mostrado). La cinta inferior 81 pasa a través de una ranura detectora 56, entre los rodillos 25 y 27, y al interior del barril de recogida (no mostrado). Se alimenta una lechada, conteniendo la especie soluble a detectar, al interior del distribuidor 33 y por vía de la tobera 61 sobre la región central
15 de la cinta superior 79. El material sólido de la lechada queda retenido en la superficie superior de la cinta superior 79 y el licor pasa a través de ambas cintas de papel 79 y 81, mojándolas totalmente. El licor en exceso cae al sumidero 63 y es recogido a través de la tubería de drenaje 67. Las cintas mojadas
20 79 y 81 se pegan entre sí hasta que se separan en el rodillo 21 siendo normalmente suficiente una sola unidad accionadora sobre el rodillo 25 para mover ambas cintas de papel 79 y 81 a través del aparato.

25 A medida que la cinta inferior 81, totalmente saturada con el licor de la lechada, pero libre de materia sólida, pasa por la abertura detectora 59, es iluminada por un rayo de luz 83 procedente de una fuente de luz (no mostrada), que entra en el aparato por la abertura admisoras de luz 75 siendo reflejada a través de la abertura detectora 59 por el espejo ajusta-
30

ble 37. Una parte de la luz reflejada difusa de la cinta iluminada es recogida por el detector 39 y la señal eléctrica resultante se alimenta, por vía del cable 77, al analizador.

5 La fuente de luz y el detector 39 están dispuestos para responder a la especie a detectar en el licor de la lechada y el analizador está calibrado para proporcionar una capacidad representativa de la concentración de las especies detectadas en la lechada.

10 Para inhibir cualquier tendencia al movimiento relativo entre las dos cintas, se puede disponer un brazo de presión para que se apoye sobre el primer rodillo 19. De este modo las cintas se mantienen firmemente en contacto a medida que pasan sobre este rodillo 19, de manera que se muevan conjuntamente por el único rodillo accionador 25 que funciona sobre la cinta inferior 81.

15 La invención se ilustra adicionalmente por los siguientes ejemplos los cuales describen la forma de utilizar el método para controlar el progreso de la copulación en la fabricación de colorantes azoicos. El lector podrá apreciar que el método se puede usar igualmente en otras circunstancias similares para controlar la presencia de especies críticas en reacciones químicas y en otros sistemas líquidos, particularmente cuando estos se encuentran en movimiento de flujo.

20 En los ejemplos todas las partes y porcentajes se ofrecen en peso salvo cuando se indique lo contrario.

EJEMPLO 1

30 Se preparan tres lechadas acuosas de colorante (A, B y C) mediante copulación de 2-bromo-4,6-dinitroanilina diazotada sobre 5-acetilamino-N-(β -metoxietoxicarboniletíl)-2-metoxianilina, componente de copulación, conteniendo cada lechada 3% peso/

5 peso de colorante, 5% peso/peso de sulfato sódico y 3% peso/peso, como acetato sódico, de una mezcla de acetato sódico/ácido cítrico para tamponar el pH en 4,5. Las lechadas contienen diferentes cantidades en exceso del componente de copulación (A contiene 5% de exceso, B contiene 1% de exceso y C no contiene exceso) con respecto a la requerida para equilibrar la cantidad de 2-bromo-4,6-dinitroanilina diazotada.

10 En experimentos separados, cada lechada se mezcla continuamente en una proporción de 10 ml/minuto con solución 0,1M de ácido anilina-2,5-disulfónico diazotado, el desarrollador, que fluye a 2 ml/minuto. El desarrollador reacciona con el componente de copulación en exceso de la lechada para producir un colorante soluble en agua con una cresta de absorción a 485 nanómetros y con un coeficiente de extinción de 3×10^4 .

15 Una proporción de la mezcla se alimenta continuamente al distribuidor 33 del aparato mostrado en las figuras 4 y 5 de los dibujos adjuntos, a una velocidad de 2 ml/minuto. La mezcla fluye por vía de la ranura 61 a la superficie superior de la cinta superior 79 de las dos cintas de papel absorbente 79 y 81 que se mueven a través del aparato a una velocidad constante de 1 ml/segundo por medio de los rodillos de presión 25 y 27.

20 La materia sólida de la lechada queda retenida en la superficie superior de la cinta superior 79 y el líquido que contiene materia soluble se difunde por ambas cintas.

25 La cinta inferior 81 se ilumina, por un rayo de luz, procedente de la fuente de luz, a dos longitudes de onda de $485 + 20$ nanómetros y $730 + 20$ nanómetros, seleccionadas por filtros adecuados en la trayectoria de la luz, a media que pasa por la abertura detectora 59, y una porción de la luz reflejada
30 difundida a cada longitud de onda se recoge por el detector 39

5 el cual alimenta una señal al analizador. El analizador compara las intensidades de la luz reflejada en las dos longitudes de onda y produce una señal representativa del logaritmo de la relación de las intensidades a las dos longitudes de onda. En cada experimento, la potencia del analizador registra una señal constante una vez establecidas condiciones constantes de flujo.

Los resultados para los tres experimentos, utilizando las lechadas A, B y C, se ofrecen en la siguiente tabla:

<u>Experimento</u>	<u>Lechada</u>	<u>Moles % exceso componente copulación</u>	<u>Señal del analizador</u>
1	A	5	1,28
2	B	1	1,00
3	C	0	0,74

10 A partir de estos resultados, se traza un gráfico de la señal del analizador contra el componente de copulación en exceso. Este gráfico forma la calibración del aparato para su utilización en la monitorización del grado de copulación en la preparación de dicho colorante utilizando el citado desarrollador.

15 EJEMPLO 2

20 Se preparan dos lechadas acuosas de colorante (A y B) mediante copulación de β -(β -metoxietoxi)etil-4-aminobenzoato diazotado con 3-ciano-1-etil-6-hidroxi-4-metilpirid-2-ona, el componente de copulación, conteniendo cada lechada 14,6 % de colorante y aproximadamente 45% de agente dispersante. Cada lechada contiene una cantidad diferente de componente de copulación en exceso (A contiene 3,2% de exceso y B contiene 4% de exceso) por encima de la cantidad requerida para equilibrar la cantidad del β -(β -metoxietoxi)-etil-4-aminobenzoato diazotado.

5 En experimentos separados, cada lechada se mezcla continuamente a una velocidad de 2 ml/minuto con una solución al 10% de cloruro férrico en alcoholes metilados industriales incoloros (desarrollador) que fluyen a 2 ml/minuto. El desarrollador reacciona con el componente de copulación en exceso de la lechada para producir una especie coloreada soluble en agua con una cresta de absorción en 530 nanómetros y con un coeficiente de extinción de 80.

10 La mezcla se alimenta a una velocidad de 2 ml/minuto al distribuidor 33 del aparato mostrado en las figuras 4 y 5 de los dibujos adjuntos, a una velocidad de 2 ml/minuto. La mezcla fluye por vía de la ranura 61 a la superficie superior de la cinta superior 79 de dos cintas de papel absorbente 79 y 81 que se mueven a través del aparato a una velocidad constante de 1 ml/segundo por medio de los rodillos de presión 25 y 27.

15 La materia sólida de la lechada queda retenida en la superficie superior de la cinta superior 79 y el líquido que contiene materia soluble se difunde en ambas cintas.

20 La cinta inferior 81 es iluminada por un rayo de luz, procedente de la fuente de luz, a dos longitudes de onda de 530 ± 20 nanómetros y 730 ± 20 nanómetros, seleccionadas por filtros adecuados situados en la trayectoria de la luz, a medida que pasa por la abertura detectora 59, y una porción de la luz reflejada difundida en cada longitud de onda es recogida por el detector 39 que alimenta una señal al analizador. El analizador compara las intensidades de la luz reflejada a las dos longitudes de onda y produce una señal representativa del logaritmo de la relación de las intensidades para las dos longitudes de onda.

25 En cada experimento, el analizador registra una señal

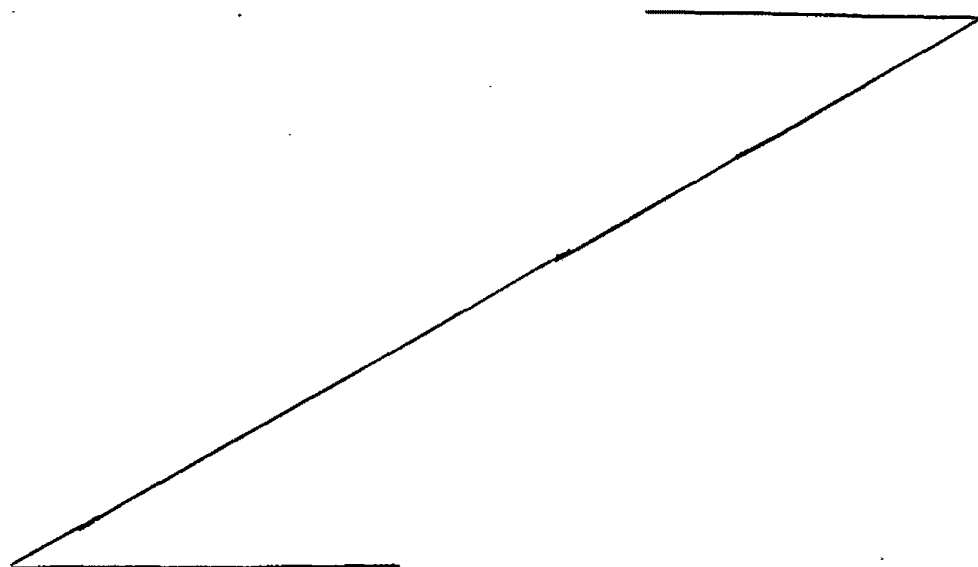
constante una vez establecidas condiciones de flujo constante.

Los resultados para los dos experimentos, utilizando las lechadas A y B, son los siguientes:

<u>Experimento</u>	<u>Lechada</u>	<u>Moles % exceso componente copulación</u>	<u>Señal del analizador</u>
1	A	3,2	1,25
2	B	4,0	1,75

5 A partir de estos resultados, se traza un gráfico de la señal del analizador contra el exceso de componente de copulación. Este gráfico forma la calibración del aparato para utilizarse en la monitorización del grado de reacción durante la preparación de dicho colorante empleando el citado desarrollador.

10 Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente descritas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.



- REIVINDICACIONES -

5 1.- Procedimiento y aparato para detectar la presen-
cia de una sustancia contenida en un medio fluido, cuyo medio
contiene también materia particulada suspendida en el mismo; ca
10 racterizándose el procedimiento porque comprende las etapas de
añadir por lo menos una porción del medio fluido a un primer ma-
terial de hoja permeable capaz de separar por difusión el medio
fluido de la materia particulada; y examinar, empleando medios
detectores instrumentales, la presencia de la sustancia conteni-
15 da en el medio fluido, en una zona de detección a la cual se ha
difundido el medio fluido separándose de la materia particulada,
encontrándose la zona de detección sobre el primer material de
hoja permeable o sobre un segundo material de hoja permeable
que está en contacto con el primer material de hoja durante la
20 adición del medio fluido al mismo, de manera que la materia par-
ticulada del medio fluido no pueda pasar desde el primer mate-
rial de hoja al segundo material de hoja.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracte-
rizado porque el medio fluido es un líquido en el cual la sus-
25 tancia es soluble.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracte-
rizado porque para detectar una sustancia soluble disuelta en
un líquido, cuyo líquido contiene también materia insoluble só-
lida suspendida en el mismo, se añade al menos una porción del
30 líquido a uno de los lados de un primer material de hoja permea-
ble, mientras el lado opuesto del primer material de hoja se
mantiene en contacto con un segundo material de hoja permeable,
de manera que la materia insoluble se retenga totalmente por el
primer material de hoja y el líquido pueda difundirse al segun-
do material de hoja, tras lo cual se separan los dos materiales

de hoja y se examinan, empleando medios detectores instrumentales, con respecto a la presencia del material soluble.

4.- Procedimiento según la reivindicación 2 ó 3, caracterizado porque los medios detectores son capaces de producir una respuesta que está relacionada con la cantidad de sustancia soluble en la zona de detección.

5.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 4, caracterizado porque el material de hoja al cual se aplica el líquido, se encuentra en movimiento.

6.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 5, caracterizado porque la sustancia soluble se produce por reacción de una especie primaria disuelta en el medio líquido con un desarrollador añadido al mismo antes de aplicar el medio líquido al primer material de hoja.

7.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 6, caracterizado porque el medio líquido es un medio de reacción en la producción de un pigmento o colorante insoluble a partir de por lo menos un reactante soluble.

8.- Aparato para la realización del procedimiento según las reivindicaciones 1 a 7, en particular para detectar la presencia de una sustancia soluble en un medio líquido que contiene también materia sólida sin disolver y suspendida en el mismo, caracterizado porque comprende medios soporte para un material de hoja, capaces de separar el medio líquido de la materia sólida sin disolver por difusión; medios para dirigir al menos una porción del medio líquido sobre una superficie del material de hoja; y medios detectores instrumentales adaptados para examinar una zona de detección sobre el material de hoja al cual el medio líquido es capaz de difundirse separándose de la materia sólida sin disolver, y para detectar la sustancia soluble,

o un producto desarrollado de la misma, sobre la superficie del material de hoja.

5 9.- Aparato según la reivindicación 8, para detectar una sustancia soluble disuelta en un líquido que contiene materia sólida insoluble suspendida en el mismo; caracterizado por-
que comprende medios soporte para un primer y un segundo mate-
10 rial de hoja permeable, capaces de mantener inicialmente estos materiales en contacto a lo largo de dos caras adyacentes y ca-
paces de separarlos a continuación; medios aplicadores para di-
rigir al menos una porción del líquido sobre la superficie ex-
puesta del primer material de hoja, mientras está en contacto
con el segundo material de hoja; y medios detectores instrumen-
tales adaptados para examinar una zona de detección del segundo
15 material de hoja, una vez separados los dos materiales de hoja,
y para detectar la sustancia soluble, o un producto desarrolla-
do a partir de la misma, sobre el segundo material de hoja.

20 10.- Aparato según la reivindicación 8, caracterizado porque los medios soporte comprenden medios accionadores para hacer que el material de hoja se mueva a una velocidad constante.

25 11.- Aparato según la reivindicación 9, caracterizado porque los medios soporte comprenden medios accionadores para hacer que los materiales de hoja se muevan a una velocidad cons-
tante y rodillos o superficies guía adecuadamente dispuestas
para mantener en contacto a los dos materiales de hoja a medida
que pasan por los medios aplicadores, para separarlos y a con-
tinuación para dirigir al segundo material de hoja a lo largo
de los medios detectores instrumentales.

30 12.- Aparato según cualquiera de las reivindicaciones 8 a 11, caracterizado porque los medios detectores comprenden

un fotómetro calibrado.

13.- Procedimiento y aparato para detectar la presencia de una sustancia contenida en un medio fluido, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en los dibujos adjuntos.

5

Esta Memoria consta de 23 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 8 JUN. 1978

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

J. M. GÓMEZ ASEGO Y POMBO
p. p. Firmado: J. Suarez Díez

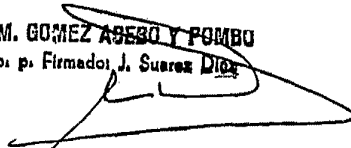


FIG. 1

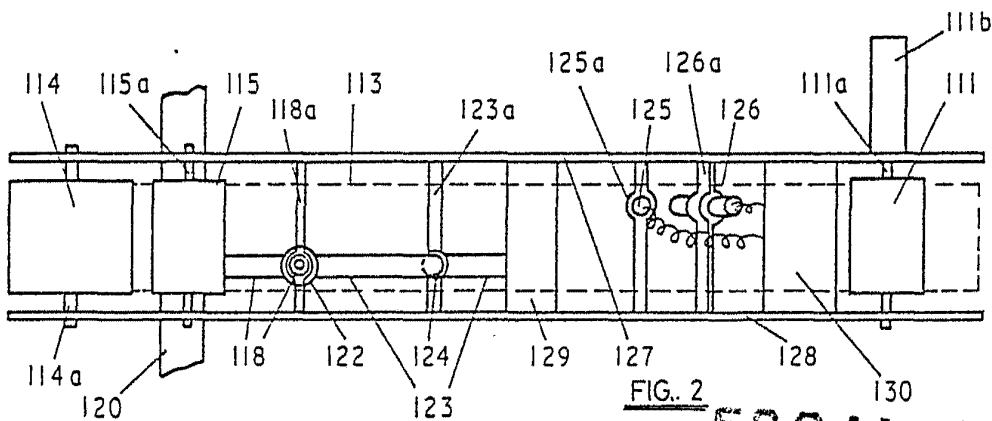
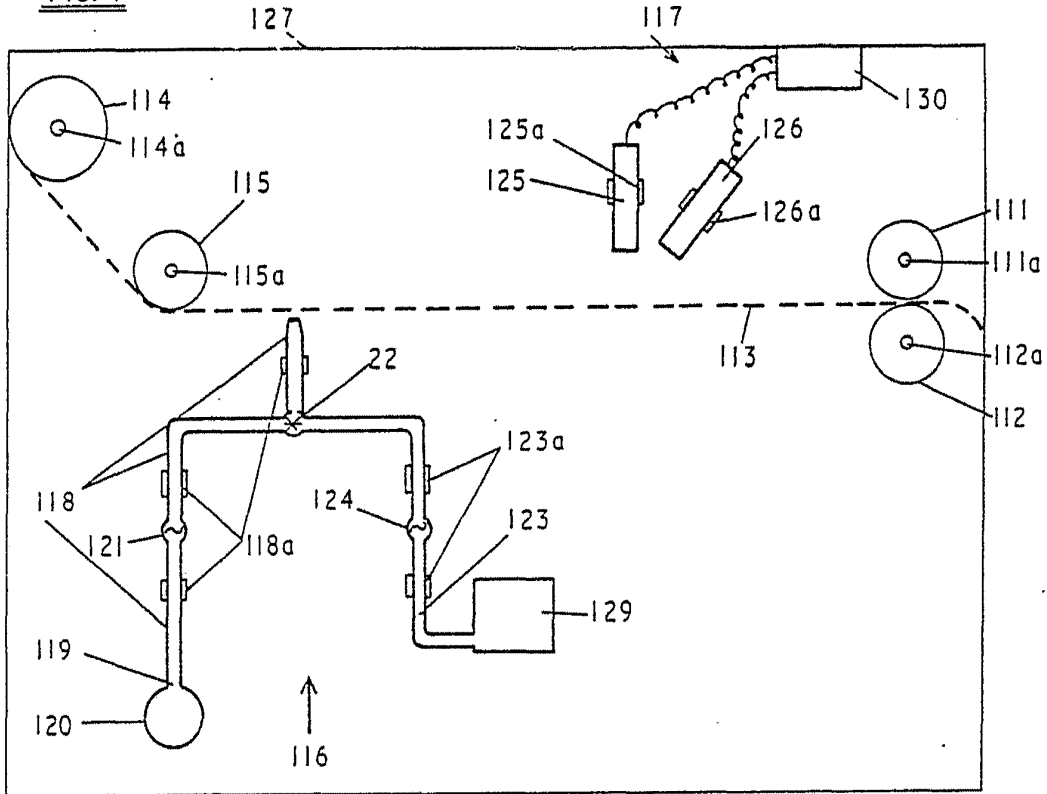
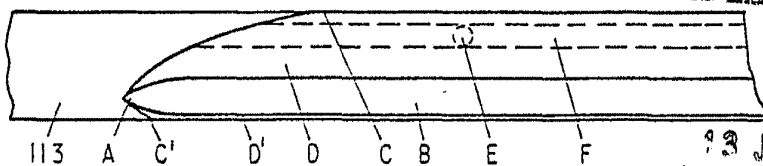


FIG. 2

ESCALA VARIABLE

FIG. 3



23 JUL 1973

Imperial Chemical Industries Limited

London, England

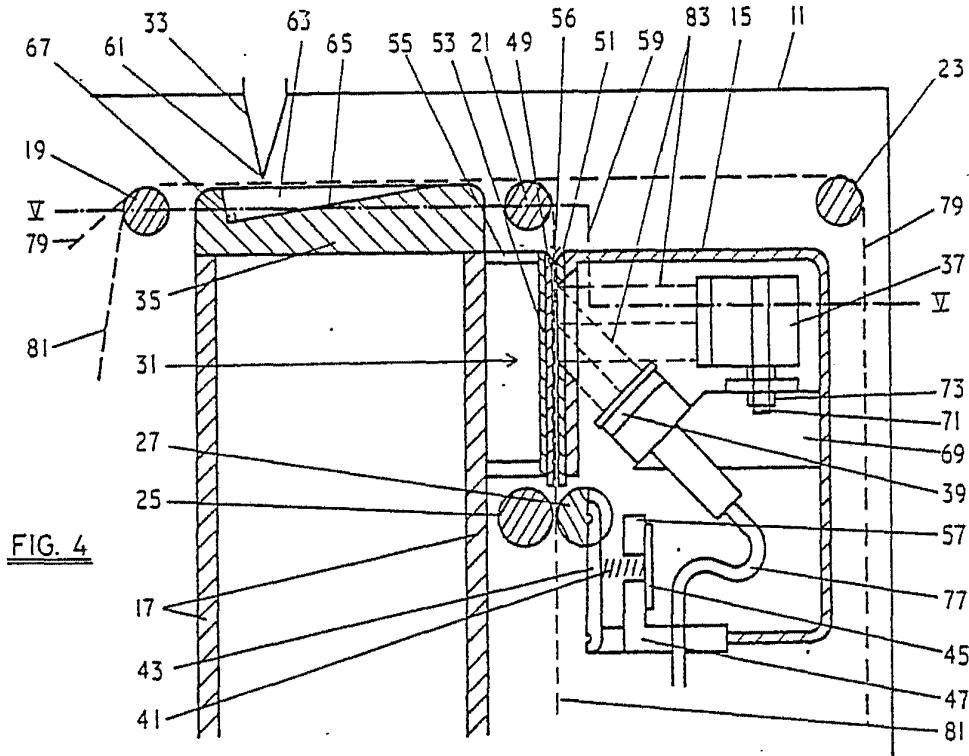


FIG. 4

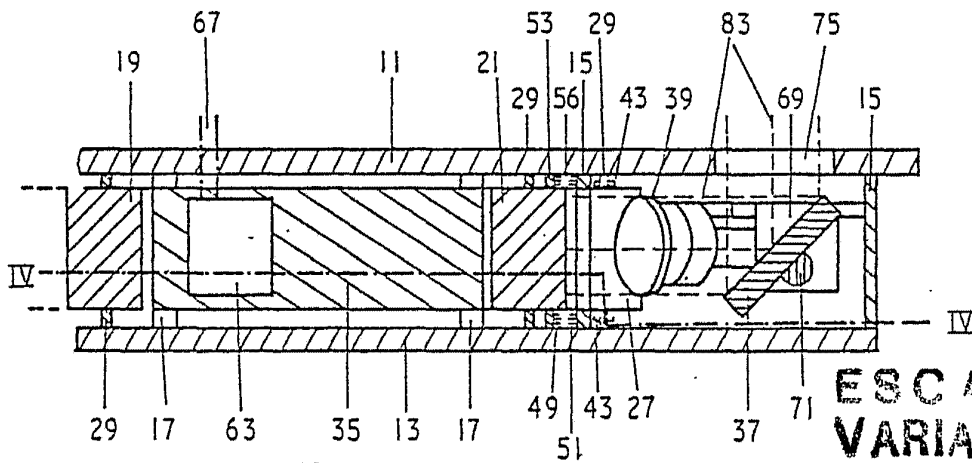


FIG. 5

ESCALA VARIABLE

13 JUL 1972

J. M. GONZALEZ Y PARRA
p. p. Firmado: J. Suarez Diaz