

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **1 128 706**

21 Número de solicitud: 201400643

51 Int. Cl.:

**B01D 3/14**

(2006.01)

12

## SOLICITUD DE MODELO DE UTILIDAD

U

22 Fecha de presentación:

**25.07.2014**

43 Fecha de publicación de la solicitud:

**15.10.2014**

71 Solicitantes:

**UNIVERSITAT DE VALÈNCIA (100.0%)  
Avenida Blasco Ibáñez, 13  
46010 Valencia ES**

72 Inventor/es:

**DE LA TORRE EDO, Javier;  
CHAFER ORTEGA, Maria Amparo;  
MONTON CASTELLANO, Juan Bautista;  
LLADOSA PEREZ , Estela y  
SORAS GIMENEZ, Sonia**

54 Título: **Aparato aplicable al análisis cuantitativo de muestras**

ES 1 128 706 U

## DESCRIPCIÓN

### Aparato aplicable al análisis cuantitativo de muestras

#### 5 Sector de la técnica

La presente invención concierne a un aparato aplicable al análisis cuantitativo de muestras, en particular de muestras constituidas por mezclas de componentes volátiles con componentes no volátiles, o de elevado punto de ebullición, tales como sales y/o líquidos iónicos, donde el aparato comprende al menos un destilador que posibilita la separación, por  
10 destilación, de los distintos componentes de la muestra.

#### Estado de la técnica anterior

Los procedimientos analíticos más utilizados para llevar a cabo un análisis cuantitativo de muestras constituidas por mezclas de componentes volátiles con componentes no volátiles,  
15 tales como sales y/o líquidos iónicos, constan normalmente de las siguientes tres etapas:

1. Determinación por gravimetría de la proporción de líquido iónico o sal, por una parte, y del total de componentes volátiles por otra.

20 2. Separación prácticamente completa de la muestra en dos fracciones: una constituida por el líquido iónico o la sal y otra que contendrá los componentes volátiles.

3. Análisis por cromatografía gaseosa, o cualquier otro procedimiento adecuado, de la fracción volátil separada en el paso anterior.

25 Tradicionalmente, la etapa 2 de separación se ha realizado mediante una pre-columna instalada en un cromatógrafo de gases, encargado de realizar la etapa 3, o mediante HPLC (siglas de los términos en inglés "High Performance Liquid Chromatography": "Cromatografía Líquida de Alto Rendimiento") para realizar tanto la etapa 2 como la 3.

30 El primer método adolece de falta de precisión y en algunos casos no es aplicable cuando la proporción de componente no volátil es muy elevada. Requiere, asimismo, de un calibrado bastante complejo y de la limpieza o reposición periódica de la pre-columna del cromatógrafo de gases.

35

El HPLC es un método mucho más costoso económicamente e implica el uso continuo de disolventes o productos químicos como fase móvil. Además es laborioso y difícil encontrar el disolvente adecuado para cada tipo de muestra.

## 5 Explicación de la invención

Resulta necesario ofrecer una alternativa al estado de la técnica que cubra las lagunas halladas en el mismo, mediante el aporte de un equipo que permita llevar a cabo la anteriormente referida como etapa 2, es decir la separación de los componentes volátiles de los no volátiles de una muestra, de manera más precisa y eficiente que con la pre-columna de los cromatógrafos de gases y, asimismo, de manera más sencilla y menos costosa económicamente que la proporcionada por el HPLC.

Con tal fin, la presente invención concierne a un aparato aplicable al análisis cuantitativo de muestras, configurado para la separación de unos componentes volátiles de unos componentes no volátiles, o de elevado punto de ebullición, que constituyen dicha muestra, que, a diferencia de los aparatos conocidos se caracteriza porque comprende al menos un destilador y porque dicho destilador comprende:

- un primer recipiente que contiene inicialmente a la totalidad de la muestra;
- un segundo recipiente inicialmente vacío;
- unos medios de calentamiento configurados y dispuestos para calentar al primer recipiente a una temperatura a la que, tras un cierto tiempo, todos los componentes volátiles se evaporen; y
- un conducto que comunica el interior de los primer y segundo recipientes, donde dicho conducto se encuentra configurado y dispuesto para dirigir los componentes volátiles evaporados hacia el segundo recipiente, y donde el segundo recipiente se encuentra sometido a una temperatura a la que los vapores de los componentes volátiles recibidos se condensan totalmente.

Mediante el aparato propuesto por la presente invención, que en particular comprende al menos un microdestilador, en general con un volumen comprendido normalmente entre 2 y 10 mL, aunque se podría trabajar también fuera de este margen, puede llevarse a cabo la anteriormente referida como etapa 2 del procedimiento analítico para llevar a cabo un análisis cuantitativo de muestras. El funcionamiento preferido es el siguiente: en el primer recipiente se introduce la muestra que se calienta a una temperatura suficientemente elevada como para que en un cierto tiempo se evapore completa y cuantitativamente la fracción volátil, mientras que el segundo recipiente se encuentra a una temperatura

suficientemente baja como para que condense totalmente dicha fracción volátil de la mezcla, que posteriormente podrá analizarse por cromatografía u otro procedimiento equivalente. Las temperaturas y tiempos de trabajo deben ajustarse a la naturaleza de la muestra y varían según el caso.

5

Según un ejemplo de realización, el destilador comprende unos medios de refrigeración configurados y dispuestos para enfriar al segundo recipiente hasta la temperatura a la que los vapores de los componentes volátiles recibidos se condensan totalmente.

10 El conducto que comunica a ambos recipientes está configurado para evitar que se produzca o reciba líquido del condensado de los componentes volátiles fuera del segundo recipiente. Tal configuración está constituida, para un ejemplo de realización preferido, por la inclinación que adopta el propio conducto, quedando un extremo que está conectado al segundo recipiente a una menor altura que un extremo opuesto que está conectado al  
15 primer recipiente.

De acuerdo con otro ejemplo de realización, el destilador del aparato propuesto por la presente invención comprende una válvula de separación, asociada al conducto, para controlar la comunicación entre el primer y el segundo recipientes, evitando que el  
20 condensado vuelva a mezclarse con el contenido del primer recipiente, y que se cierra únicamente al final de la operación de destilado, para facilitar la manipulación y análisis posterior.

Para otro ejemplo de realización, el destilador comprende una llave configurada y dispuesta  
25 para abrir y cerrar, herméticamente, al primer recipiente en relación al segundo recipiente.

De acuerdo con un ejemplo de realización, los medios de calentamiento comprenden o están asociados a un controlador electrónico y a al menos un detector o sonda de temperatura, que en conjunto colaboran para proporcionar y mantener una temperatura de  
30 consigna correspondiente a la temperatura a la que todos los componentes volátiles se evaporen en el primer recipiente.

Según otro ejemplo de realización los medios de refrigeración comprenden o están asociados a un controlador electrónico y a al menos un detector o sonda de temperatura,  
35 que en conjunto colaboran para proporcionar y mantener una temperatura de consigna

correspondiente a la temperatura a la que los vapores de los componentes volátiles recibidos se condensan totalmente en el segundo recipiente.

El aparato propuesto por la presente invención es un nuevo aparato, económico y relativamente sencillo, que no es agresivo medioambientalmente y que es aplicable a muchas mezclas que no se pueden resolver por los procedimientos ni con los aparatos anteriormente citados (cromatografía de gases o HPLC).

Para un ejemplo de realización, el aparato propuesto por la presente invención comprende dos o más destiladores como el descrito hasta aquí, cada uno de ellos configurado para trabajar con una muestra, es decir para la separación de unos componentes volátiles de unos componentes no volátiles, o de elevado punto de ebullición, de una respectiva muestra. De esta forma se puede trabajar con un elevado número de muestras, analizándolas simultáneamente y obteniendo los resultados de los análisis de todas ellas en prácticamente el mismo tiempo en el que se obtendría el resultado para una sola de ellas.

El aparato propuesto por la presente invención tiene utilidad en cualquier sector o servicio que requiera el análisis de mezclas en las que uno de sus componentes sea un compuesto no volátil (sal y/o líquido iónico) y el resto de componentes sea volátil.

20

#### Breve descripción de los dibujos

Las anteriores y otras ventajas y características se comprenderán más plenamente a partir de la siguiente descripción detallada de unos ejemplos de realización con referencia al dibujo adjunto, que debe tomarse a título ilustrativo y no limitativo, en el que:

25

la Fig. 1 muestra, de manera esquemática, mediante una vista en alzado y seccionada, al aparato propuesto por la presente invención, para un ejemplo de realización para el que comprende un destilador.

#### Descripción detallada de unos ejemplos de realización

Según se aprecia en la Figura 1, el destilador del aparato propuesto por la presente invención comprende un primer recipiente o tubo c, y un segundo recipiente o tubo d, comunicados entre sí por un conducto o tubo e, más estrecho que los anteriores e inclinado hacia el segundo tubo d, que dirige los componentes volátiles evaporados en el primer tubo c hacia el segundo tubo d, quedando un extremo e2 del conducto e que está conectado al

35

segundo recipiente d a una menor altura que un extremo opuesto e1 que está conectado al primer recipiente c.

5 Para otro ejemplo de realización, no ilustrado, para el que la condensación de los componentes volátiles evaporados no se produzca dentro del conducto e (por ejemplo porque éste se mantenga caliente), éste puede adoptar una posición horizontal o incluso tener una inclinación opuesta a la ilustrada.

10 El primer tubo c se encuentra dentro de una zona caliente a (ilustrada como un bloque calefactor a con un hueco en el que se encuentra alojado el primer tubo c), que constituye o se encuentra asociada a los anteriormente referidos medios de calentamiento, y el segundo tubo d, donde se recogen y condensan los vapores producidos, se encuentra en una zona fría b (ilustrada como un bloque b con un hueco en el que se encuentra alojado el segundo tubo d), que constituye o se encuentra asociada a los anteriormente referidos medios de refrigeración.

15 En cabeza del primer tubo c hay una llave f que permite cerrarlo herméticamente y cortar la comunicación con el tubo e. Esta llave f puede cerrarse al acabar el proceso de separación y facilita la manipulación de los líquidos evitando que se mezclen de nuevo.

20 Tal y como se aprecia en la Figura 1, el primer tubo c tiene un estrechamiento cf de su sección interior situado en una porción anular continua por debajo (según la posición de uso ilustrada) del extremo e1 del conducto e conectado al primer recipiente c, y la llave f está constituida por un tapón de cierre de la embocadura del primer tubo c y comprende una porción cilíndrica configurada para penetrar axialmente en el primer tubo c hasta superar al estrechamiento cf presionando su pared perimetral fp contra el mismo de manera que cierre herméticamente al primer recipiente c (situación no ilustrada), por lo que el diámetro de dicha pared perimetral fp debe coincidir prácticamente con el de la pared anular interior que constituye el estrechamiento cf.

30 Para otros ejemplos de realización, no ilustrados, la llave f es de un tipo diferente al ilustrado, siempre y cuando sea adecuada para cortar la comunicación entre los dos tubos c y d.

35 El destilador comprende también un tapón g para cerrar al segundo tubo d por una respectiva embocadura superior del mismo, donde dicho tapón g está configurado para

permitir la extracción a su través, mediante una jeringuilla, del líquido condensado del segundo recipiente d sin necesidad de abrir el segundo tubo d. Tal tapón g es, para un ejemplo de realización, un tapón roscado con un septum, aunque, para otro ejemplo de realización, el tapón puede ser sustituido por cualquier otro dispositivo que cumpla con la misma función.

De acuerdo con un ejemplo de realización, el primer tubo c se calienta introduciéndolo en un bloque de aluminio, calentado a su vez, por ejemplo, con una resistencia eléctrica, y cuya temperatura se mantiene constante mediante un termostato.

El segundo tubo d puede refrigerarse de muchas maneras, como por ejemplo sumergiéndolo parcialmente en un líquido que se enfría haciendo circular por un serpentín un fluido refrigerante o, alternativamente, mediante un mecanismo de refrigeración por efecto Peltier. En cualquier caso, los medios de refrigeración utilizados forman parte del aparato propuesto por la presente invención, para diferentes ejemplos de realización. La temperatura se mantiene dentro de los límites establecidos mediante un controlador.

Los tubos c y d están separados por una capa de aislante térmico (no ilustrada) para minimizar el intercambio de calor entre ambos.

Tal y como se ha indicado en un apartado previo, aunque para el ejemplo de realización ilustrado el aparato propuesto por la presente invención solamente comprenda un destilador, para otro ejemplo de realización (no ilustrado) el aparato comprende una pluralidad de destiladores como el ilustrado o similares al ilustrado (pueden tener posibles variaciones de diseño, como por ejemplo la inclusión de llaves f de distinto tipo, conductos e con distinta inclinación, etc.). De esta manera, es posible en el mismo montaje multiplicar el número de destiladores que operan simultáneamente, permitiendo de esta forma la realización de muchos análisis en tiempos relativamente cortos. Los presentes inventores han construido un prototipo en el que se ha ensayado satisfactoriamente la técnica de separación aquí descrita, y que contaba con 12 micro destiladores que podían funcionar al mismo tiempo, cada uno de ellos alojado en un respectivo hueco de un mismo bloque calefactor a.

Un experto en la materia podría introducir cambios y modificaciones en los ejemplos de realización descritos sin salirse del alcance de la invención según está definido en las reivindicaciones adjuntas.

## REIVINDICACIONES

- 1.- Aparato aplicable al análisis cuantitativo de muestras, configurado para la separación de unos componentes volátiles de unos componentes no volátiles, o de elevado punto de ebullición, que constituyen una muestra, estando el aparato **caracterizado** porque comprende al menos un destilador y porque dicho destilador comprende:
  - un primer recipiente (c) que contiene inicialmente a la totalidad de dicha muestra;
  - un segundo recipiente (d) inicialmente vacío;
  - unos medios de calentamiento (a) configurados y dispuestos para calentar al primer recipiente (c) a una temperatura a la que, tras un cierto tiempo, todos los componentes volátiles se evaporen; y
  - un conducto (e) que comunica el interior de dichos primer (c) y segundo (d) recipientes, donde dicho conducto (e) se encuentra configurado y dispuesto para dirigir los componentes volátiles evaporados hacia el segundo recipiente (d), y donde el segundo recipiente (d) se encuentra sometido a una temperatura a la que los vapores de los componentes volátiles recibidos se condensan totalmente.
- 2.- Aparato según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque comprende unos medios de refrigeración (b) configurados y dispuestos para enfriar al segundo recipiente (d) hasta dicha temperatura a la que los vapores de los componentes volátiles recibidos se condensan totalmente.
- 3.- Aparato según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque dicho conducto (e) está configurado para evitar que se produzca o reciba líquido del condensado de los componentes volátiles fuera del segundo recipiente (d).
- 4.- Aparato según la reivindicación 3, caracterizado porque el conducto (e) está inclinado, quedando un extremo (e2) que está conectado al segundo recipiente (d) a una menor altura que un extremo opuesto (e1) que está conectado al primer recipiente (c), constituyendo dicha inclinación del conducto (e) dicha configuración que evita que se produzca o reciba líquido del condensado de los componentes volátiles fuera del segundo recipiente (d).
- 5.- Aparato según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque comprende una válvula de separación, asociada a dicho conducto (e), para controlar la comunicación entre el primer (c) y el segundo (d) recipientes.



6.- Aparato según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque comprende una llave (f) configurada y dispuesta para abrir y cerrar, herméticamente, al primer recipiente (c) en relación al segundo recipiente (d).

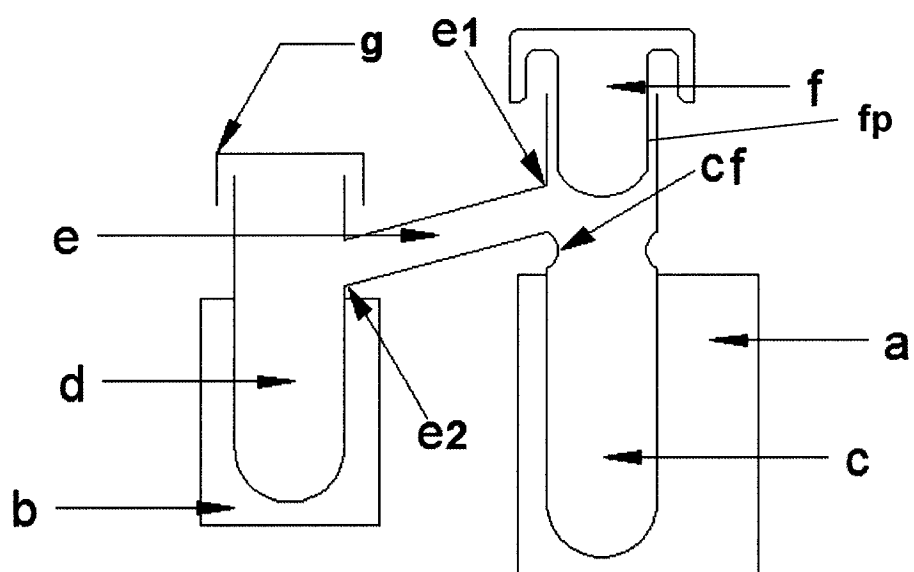
5 7.- Aparato según la reivindicación 6, caracterizado porque dicho primer recipiente (c) tiene forma de tubo con fondo cerrado, con un estrechamiento (cf) de su sección interior situado en una porción anular continua por debajo, en uso, del extremo (e1) del conducto (e) conectado al primer recipiente (c), y porque dicha llave (f) está constituida por un tapón de cierre de la embocadura de dicho tubo que conforma dicho primer recipiente (c) y  
10 comprende una porción cilíndrica configurada para penetrar axialmente en el tubo hasta superar a dicho estrechamiento (cf) presionando su pared perimetral (fp) contra el mismo de manera que cierre herméticamente al primer recipiente (c).

8.- Aparato según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque  
15 comprende un tapón (g) para cerrar al segundo recipiente (d) por una respectiva embocadura del mismo, donde dicho tapón (g) está configurado para permitir la extracción a su través, mediante una jeringuilla, del líquido condensado del segundo recipiente (d).

9.- Aparato según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque  
20 dichos medios de calentamiento (a) comprenden o están asociados a un controlador electrónico y a al menos un detector de temperatura, que en conjunto colaboran para proporcionar y mantener una temperatura de consigna correspondiente a dicha temperatura a la que todos los componentes volátiles se evaporen en el primer recipiente (c).

25 10.- Aparato según la reivindicación 2, caracterizado porque dichos medios de refrigeración (b) comprenden o están asociados a un controlador electrónico y a al menos un sensor de temperatura, que en conjunto colaboran para proporcionar y mantener una temperatura de consigna correspondiente a dicha temperatura a la que los vapores de los componentes volátiles recibidos se condensan totalmente en el segundo recipiente (d).

30 11.- Aparato según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque comprende dos o más destiladores según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, cada uno de ellos configurado para la separación de unos componentes volátiles de unos componentes no volátiles, o de elevado punto de ebullición, de una respectiva muestra.



**Fig. 1**