



REGISTRO DE LA  
PROPIEDAD INDUSTRIAL

ESPAÑA

⑪ N.º de publicación: ES 2 012 291

⑫ Número de solicitud: 8900971

⑤① Int. Cl.<sup>4</sup>: B01D 13/00

⑫

## PATENTE DE INVENCION

A6

⑫② Fecha de presentación: **17.03.89**

④⑤ Fecha de anuncio de la concesión: **01.03.90**

④⑤ Fecha de publicación del folleto de patente:  
**01.03.90**

⑦③ Titular/es: **Departamento de Química  
Analítica, Facultad de C. Químicas  
Universidad Complutense de Madrid  
Ciudad Universitaria  
Madrid, ES**

⑦② Inventor/es: **León González, Eugenia**

⑦④ Agente: **Díez de Rivera y Hoces, Alfonso**

⑤④ Título: **Separador de fases líquidas inmiscibles.**

⑤⑦ Resumen

Separador de fases líquidas inmiscibles.

Comprende dos cuerpos de teflón que encajan entre sí y se ajustan mediante cuatro varillas rosadas con tuercas que pasan a través de cuatro perforaciones, dejando entre ellos un volumen de 8  $\mu$ l. Uno de estos cuerpos tiene dos orificios de 0,5 mm de diámetro interno que comunican con la cámara interior y que permiten su conexión a tubos exteriores mediante rosca, el otro cuerpo de teflón tiene un orificio de características similares a los anteriormente descritos con rosca para su conexión a un tubo externo.

Entre estos cuerpos se inserta una membrana que permite la separación.

Tiene aplicación en análisis químico para la separación de fases inmiscibles y para la preconcentración.

## DESCRIPCION

La presente invención se refiere a un dispositivo que permite la separación de dos líquidos inmiscibles.

La extracción líquido-líquido es una separación muy frecuente dentro de los procedimientos analíticos con múltiples finalidades. Se usa por ejemplo para desarrollar propiedades analíticas medibles tales como absorción o fluorescencia molecular, aumentar la sensibilidad y selectividad analítica o preconcentrar componentes para llevar su concentración por encima de límite de detección de la técnica.

En los métodos automáticos de análisis se emplean separadores de fases ya sean en continuo o de membrana cuyos rendimientos de extracción no son muy elevados 80-95%, no resultan de aplicación universal para disolventes orgánicos y manejan relaciones entre volumen de fase orgánica y volumen de fase acuosa en la mayoría de los casos iguales o mayores a uno, lo que significa que en vez de concentrar el analito producen su dilución ("Análisis por Inyección en Flujo" de M. Valcarcel Cases y M.D. Luque de Castro. ed. Departamento de Química analítica. Córdoba (1984). pags 349-350.)

El sistema propuesto presenta las siguientes ventajas:

- Permite obtener rendimientos de extracción superiores al 95% extrayendo de disoluciones acuosas analitos tanto orgánicos como inorgánicos en disolventes orgánicos, tales como : 1,2-dicloroetano, cloroformo, tetracloruro de carbono y éter etílico.
- La relación entre el volumen orgánico y el volumen acuoso puede ser de hasta 0,4 lo que permite trabajar con factores de concentración del analito 4:10.
- La fase acuosa puede ponerse en contacto varias veces con la fase orgánica extractante, lo que permite aumentar el rendimiento de la extracción.
- Es posible la extracción líquido-líquido cuantitativa de analitos a partir de disoluciones orgánicas para su análisis en fase acuosa.
- La manipulación de disoluciones por el operario es mínima, por lo que disminuye tanto la probabilidad de contaminación de muestra, en análisis de trazas, como el riesgo para el analista cuando se trabaja con disoluciones o analitos tóxicos o peligrosos.
- Aumenta considerablemente la reproducibilidad de la extracción comparando los resultados con los obtenidos anualmente.

Uno de los objetivos de esta patente es, por tanto la extracción líquido-líquido de analitos que o bien se encuentran en fase acuosa o bien en fase orgánica.

El esquema del sistema de separación objeto de esta patente de invención se muestra en la figura 1.

El sistema consta de dos cuerpos de teflón (A y B) que encajan perfectamente utilizando cuatro varillas roscadas que lo perforan y ajuste mediante tuercas, y dos láminas (C y D) de acero inoxidable de 2 mm de espesor. Entre los dos cuerpos de teflón queda un volumen libre de 8  $\mu$ l en el cual se dispone una membrana, cuya naturaleza es función de la naturaleza del disolvente orgánico empleado o de si el analito se extrae a fase acuosa o a fase orgánica. Uno de los cuerpos de teflón tiene dos orificios con diámetros internos de 0,5 mm y otro de ellos un único orificio con el mismo diámetro interno. Estos orificios terminan todos ellos por un extremo en la cámara interna del separador y por el otro poseen una rosca para la conexión mediante tuercas y tubos de teflón, uno a la entrada del sistema por el que se introduce la mezcla de disolventes inmiscibles y dos a las salidas de donde emergen las fases una vez separadas.

El volumen interno del separador de 8  $\mu$ l permite que haya un contacto suficiente entre la disolución y la membrana sin que se produzcan fenómenos de dispersión que son causa de dilución y de disminución de reproducibilidad.

El material del que está construido el separador, teflón, es inerte a cualquier tipo de disolvente orgánico, se limpia con facilidad y no se altera por el uso de ácidos o bases fuertes o aplicación de temperaturas moderadas.

La naturaleza de la membrana que separa las dos fases inmiscibles es función de éstas. Cuando se requiere extraer un analito desde una disolución acuosa hasta otra disolución orgánica se emplean membranas apolares que permiten el paso de la disolución orgánica e impiden el paso de la disolución acuosa. Mientras que si el analito se encuentra en fase orgánica y se requiere extraer a una disolución acuosa, la membrana puede ser simplemente de papel.

Este sistema de extracción puede conectarse a una bomba peristáltica y a uno o varios frascos de desplazamiento, lo que permite la extracción en continuo de un analito de un disolvente a otro, ambos inmiscibles. Los disolventes orgánicos son en general, incompatibles con el material habitual de los tubos de las bombas peristálticas, por lo que es necesario introducir estos en el sistema utilizando técnicas de desplazamiento. Mediante una o varias bombas peristálticas y frascos de desplazamiento se introducen los disolventes en el sistema y se ponen en contacto mediante una conexión de teflón, la transferencia de masa tiene lugar a lo largo de un tubo de teflón, la transferencia de masa tiene lugar a lo largo de un tubo de teflón cuya longitud y geometría son función de los disolventes y del analito a extraer. A continuación la mezcla de disolventes llega al separador de fases y a través de la membrana solo pasa de una de las fases que sale por un orificio y por el otro orificio sale la otra fase.

Cuando la relación entre la velocidad de flujo de la fase orgánica y la velocidad de flujo de la fase acuosa es muy baja se recomienda bombear la salida acuosa del sistema de separación, mediante la bomba peristáltica, con el fin de obtener mayor reproducibilidad.

Es posible también poner más de una vez en

contacto ambas fases para lo que es necesario utilizar una válvula de desplazamiento entre la entrada y una de las salidas del sistema de separación. Esta posibilidad de recirculación posibilita la concentración del analito si el método analítico a utilizar con posterioridad así lo requiere.

La velocidad de salida de la fase en la que

se encuentra el analito, ya sea acuosa y orgánica es adecuada o puede adecuarse a sistema de detección tales como absorción atómica, I.C.P., cromatografía líquida de alta eficacia o cromatografía de gases y utilizando células de flujo especiales a sistemas de detección tales como la espectroscopía ultravioleta-visible o la fluorescencia molecular y al Análisis por Inyección en flujo.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

# REIVINDICACIONES

1. Separador de fases líquidas inmiscibles **caracterizado** porque consta de:

- a) Dos cuerpos de teflón horadados que encajan entre sí y que dejan en su interior una cámara de 8  $\mu$ l.
- b) Una membrana situada entre los cuerpos de teflón cuyas características dependen de las fases a separar.

2. Un sistema de separación según reivindi-

cación 1, que permite la concentración de analitos en fases acuosas u orgánicas, controlando la velocidad de flujo de las mismas.

3. Un sistema de separación según reivindicación 1, que permite la recirculación de una o varias fases mediante el acoplamiento de una o varias válvulas de desplazamiento.

4. Un separador según reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado** porque permite la separación en continuo de dos fases líquidas inmiscibles, así como la extracción de analitos tanto orgánicos como inorgánicos.

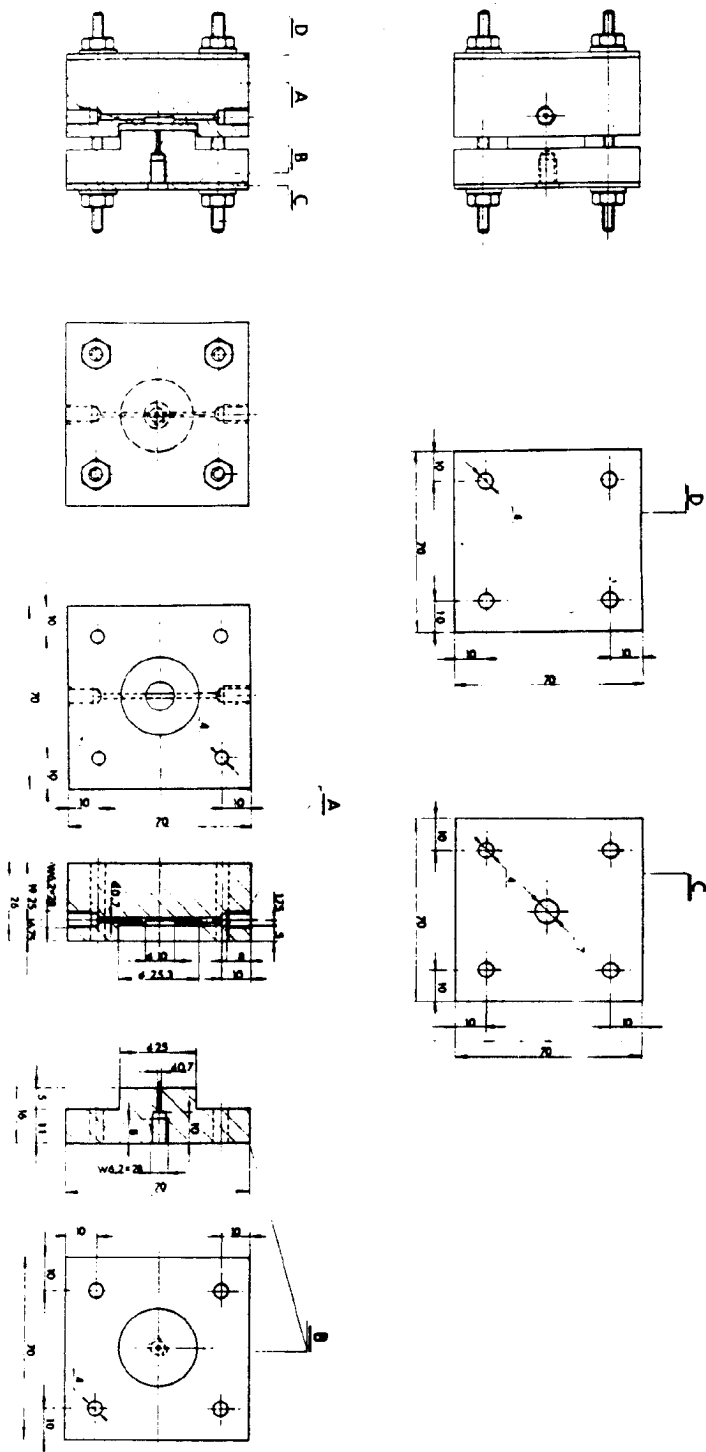


Fig.1