

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 387 628**

51 Int. Cl.:

G01N 1/40 (2006.01)

G01N 35/10 (2006.01)

G01N 30/00 (2006.01)

G01N 30/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **08151085 .1**

96 Fecha de presentación: **05.02.2008**

97 Número de publicación de la solicitud: **2093555**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **26.08.2009**

54 Título: **Sistema automático de limpieza de muestras**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
27.09.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
27.09.2012

73 Titular/es:
**THE EUROPEAN UNION, REPRESENTED BY THE
EUROPEAN COMMISSION
RUE DE LA LOI, 200
1049 BRUSSELS, BE**

72 Inventor/es:
**Ballesta, Pascual Pérez;
Lagler, Friedrich y
Van Drooge, Barend**

74 Agente/Representante:
Curell Aguilá, Mireia

ES 2 387 628 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Sistema automático de limpieza de muestras.

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere, en general, al campo de la preparación y el análisis de muestras, y más precisamente a la purificación de muestras mediante extracción en fase sólida.

10 Antecedentes de la invención

En el campo del análisis de muestras, se utilizan comúnmente procedimientos de purificación o "limpieza" para preparar una muestra de matrices complejas para el análisis de, por ejemplo, cromatografía de gases y de líquidos, y/o espectrometría de masas. Para esos análisis, es necesaria una etapa de limpieza en el procedimiento analítico, y a menudo varios fraccionamientos de la muestra, con el fin de poder analizar compuestos químicos (analitos). Esto es especialmente deseable cuando esos compuestos deben detectarse a un nivel de trazas. Sin un procedimiento de limpieza y fraccionamiento, la cantidad de interferencia de la matriz sería demasiado alta para obtener resultados reales.

La extracción en fase sólida (SPE) es un procedimiento de limpieza para la preparación de muestras en el que se aplica una mezcla de muestras a un soporte sólido (fase sólida) que facilita la separación de componentes de la mezcla. La capacidad de separación de la extracción en fase sólida se basa en la afinidad preferencial de solutos deseados o no deseados en un líquido (fase móvil) para una fase estacionaria y sólida a través de la que se hace pasar la muestra. Las impurezas en la muestra o bien se eliminan mediante lavado mientras el analito de interés se retiene en la fase estacionaria, o bien a la inversa. Los analitos que se retienen en la fase estacionaria pueden entonces eluirse del cartucho de extracción en fase sólida con el disolvente apropiado.

De manera convencional, la fase estacionaria y sólida se rellena en un cartucho con forma de jeringuilla, que puede estar montado en un colector de extracción comercialmente disponible tal como se describe, por ejemplo, en la patente US nº 4.810.471. La muestra líquida se vierte manualmente por el operario al interior del cartucho. Muchos colectores SPE están equipados con un orificio de vacío; la aplicación de vacío acelera el proceso de extracción extrayendo la muestra líquida a través de la fase estacionaria. El analito se recoge con un estante de tubos de ensayo dentro del colector, que recoge la muestra a medida que se eluye del cartucho.

Sin embargo, tales procedimientos de limpieza manual que utilizan cartuchos comerciales experimentan una falta de reproducibilidad y baja productividad debido a errores operativos frecuentes introducidos por la fatiga del operario.

La patente US nº 4.380.257 se refiere a un aparato para procesar materiales fluidos. Se hacen pasar muestras de fluidos corporales tales como sangre, orina, etc. para su análisis a través de un cartucho de extracción. Los fluidos que pasan a través del cartucho de extracción se hacen pasar selectivamente a un receptáculo de desechos o una cubeta de recuperación flexionando un soporte parecido a un disco en el que se soporta el cartucho de extracción. El soporte parecido a un disco se flexiona aplicando una presión de gas diferencial por todo el soporte.

La patente US nº 5.260.028 da a conocer un sistema SPE automatizado.

45 Objetivo de la invención

El objetivo de la presente invención es proporcionar un sistema para realizar SPE que no presente los inconvenientes mencionados anteriormente.

Este objetivo se alcanza mediante un sistema según la reivindicación 1.

Sumario de la invención

Para mejorar la SPE guiada a vacío, los presentes inventores han desarrollado un sistema que permite la transferencia de una muestra líquida desde un recipiente de muestras a una columna de tratamiento, y la recogida del efluente (muestra fraccionada o limpia) de manera sistemática.

Por consiguiente, la presente invención se refiere a un sistema para tratar una muestra líquida, en el que dicha muestra líquida se bombea por vacío desde un recipiente de muestras a través de una columna de tratamiento aguas abajo de la cual se recoge el efluente.

Según un aspecto importante de la invención, el sistema comprende unos medios de derivación conectados cerca de la entrada a la columna de tratamiento y que pueden hacerse funcionar selectivamente para evitar el bombeo a través de la columna de tratamiento.

De hecho, en un sistema SPE, cuando se obtiene la fuerza de guiado principal mediante bombeo a vacío, se realiza la carga de la columna de tratamiento succionando la muestra desde el recipiente de líquidos. Por tanto, aunque se requiera inicialmente un bombeo para guiar la muestra hasta la columna de tratamiento a través de las tuberías del sistema, esta carga de muestras implica de manera convencional el bombeo a través de la columna de tratamiento.

5 En caso de que la columna de tratamiento se haya precondicionado con un disolvente dado u otro producto químico, tal bombeo requerido durante la fase de carga de muestras provocará normalmente el secado de la columna de tratamiento.

10 En el sistema según la presente invención, puede evitarse la alteración del estado precondicionado de la columna de tratamiento gracias a los medios de derivación. Cuando se activa el modo de derivación, la bomba de vacío se acopla a los medios de derivación y ya no a la columna de tratamiento. Los medios de derivación están conectados preferentemente justo antes de la entrada de la columna de tratamiento, lo que permite por tanto extraer la muestra, u otro líquido de su recipiente hasta la entrada de la columna de tratamiento mientras se evita un bombeo a través de la columna de tratamiento. Por tanto, el modo de derivación puede activarse normalmente en una fase de carga en la que una muestra líquida va a guiarse desde el recipiente de muestras hasta la columna de tratamiento.

15 Preferentemente, el sistema incluye además una cámara de recogida previa cerca de la entrada de la columna de tratamiento. La cámara precolectora presenta una primera salida en comunicación con la entrada de la columna de tratamiento y una segunda salida en comunicación con los medios de derivación. Dicha cámara precolectora es ventajosa ya que permite cargar una cantidad deseada (volumen) de líquido justo antes de la columna de tratamiento. Esta carga de la cámara precolectora se lleva a cabo ventajosamente en el modo de derivación. Por tanto, se proporciona vacío a la cámara precolectora a través de los medios de derivación, para guiar la muestra a la misma, mientras se evita un bombeo a través de la columna de tratamiento para impedir el secado o modificación de su estado precondicionado.

20 En una forma de realización, los medios de derivación comprenden una parte de conducto que presenta una entrada conectada a la segunda salida de la cámara precolectora y una salida acoplada a los medios de válvula que también están acoplados a la salida de la columna de tratamiento para bombear a través de o bien la primera o bien la segunda salida de la cámara precolectora.

25 Preferentemente, la cámara precolectora está dispuesta verticalmente en la parte superior de la columna de tratamiento, estando ubicada la primera salida en la parte inferior de la cámara precolectora y estando situada la segunda salida en la zona superior de la cámara precolectora. El líquido succionado al interior de la cámara precolectora en el bombeo a vacío cae así a la parte inferior de la cámara precolectora y se acumula en la misma. Una vez que se ha recogido un volumen deseado de líquido en la cámara precolectora, el modo de derivación puede cancelarse para bombear a través de la columna de tratamiento.

30 Ventajosamente, se proporciona una válvula de retención entre la cámara precolectora y la columna de tratamiento para permitir que el flujo vaya sólo desde esta primera hasta esta última.

35 En una forma de realización, se proporcionan unos medios de válvula en la tubería de alimentación aguas arriba de la columna de tratamiento para permitir una conexión selectiva de esta última con el recipiente de muestras o con uno o más recipientes de disolvente. Los medios de válvula también pueden permitir el acoplamiento de dicha tubería de alimentación con una fuente de nitrógeno a presión con el fin de aplicar un poco de presión en el líquido que fluye a través del sistema.

40 Preferentemente, se proporcionan uno o más recipientes de muestras aguas abajo de la columna de tratamiento para recoger el efluente que fluye fuera de la misma. Pueden estar ubicados en una cámara de vacío acoplada a la bomba de vacío que produce la fuerza de guiado del sistema. Los medios de válvula están dispuestos ventajosamente entre la columna de tratamiento y la cámara de vacío para dirigir selectivamente el efluente a un recipiente dado.

45 La fuente de vacío está diseñada ventajosamente para que pueda ajustarse, por ejemplo, dependiendo de las propiedades del disolvente y de las muestras. El nivel de vacío puede regularse controlando la velocidad de la bomba de vacío, que está conectada a una válvula de vacío, por ejemplo, del tipo accionada por solenoide, acoplada a la cámara de vacío.

50 Preferentemente el nivel de vacío se controla mediante un módulo PID. En tal caso la bomba de vacío está acoplada preferentemente a la salida de la cámara de vacío, a la válvula de vacío y a un orificio crítico. La utilización de tal orificio crítico permite mejorar el rango operativo de la bomba de vacío.

55 El presente sistema permite limpiar y fraccionar muestras líquidas de diversos orígenes, tales como extractos de líquidos de materia particulada y sedimentos. El instrumento es útil en la preparación de procedimientos para investigación y también para el análisis de rutina.

60

65

En una forma de realización práctica, el sistema se controla por ordenador y comprende una combinación de válvulas, recipientes y tubos que permiten la dosificación sistemática del cartucho de adsorbente con una disolución de muestra para su separación en las fracciones de interés. El sistema automático de limpieza está diseñado para funcionar en condiciones de vacío que actúan como fuerza de bombeo principal. Pueden utilizarse cartuchos SPE de tipo comercial (por ejemplo, cartuchos de extracción en fase sólida de desde 5 hasta 60 ml de capacidad) o columnas de tratamiento hechas a medida.

El flujo se regula ventajosamente mediante el control PID del vacío implementado por el software. Esto proporciona flujos reproducibles y puede cambiarse fácilmente según las propiedades del disolvente.

Un conducto de derivación (que evita la columna de tratamiento) se combina con la cámara precolectora, que se utiliza para administrar una dosis de la muestra, para extraer un volumen de disolvente e impedir el secado de la columna de tratamiento durante la operación.

El goteo del disolvente desde la cámara precolectora hasta la columna de tratamiento puede acelerarse mediante un flujo de nitrógeno a presión controlado electrónicamente. La corriente de nitrógeno también puede utilizarse para precondicionar el cartucho de adsorbente eliminando trazas de humedad antes de hacer pasar la muestra o el disolvente de precondicionamiento a través de la columna.

La automatización del sistema también puede implicar el lavado del recipiente de muestras. Esto puede realizarse mediante un depósito presurizado adicional, que se utiliza para añadir una dosis reproducible de disolvente al interior del recipiente de muestras. Además, el sistema permite la autolimpieza de las tuberías después de su utilización y así está listo para el siguiente tratamiento de muestras.

Todos los parámetros para un control operativo son ordenados por el ordenador, que está dotado de un software específico desarrollado para llevar a cabo las diversas operaciones. Preferentemente, el software controla, a lo largo del tiempo, todas las funciones de hardware del sistema. Además, el software permite la introducción de secuencias de las etapas operativas que dan un orden al hardware. Cada etapa corresponde a una configuración lógica de posiciones de válvula, ajustes de presión/de vacío y sincronización. Una serie de etapas consecutivas producen una secuencia de órdenes, que consisten en una matriz de instrucciones (tiempo y posiciones) que deben almacenarse como procedimiento. Una entrada en milisegundos asociada con cada etapa programable permite la sincronización de las órdenes que deben ejecutarse.

La presente invención se refiere también a un procedimiento para controlar el sistema anterior, concretamente que comprende:

(a) una etapa de carga para hacer funcionar los medios de derivación con el fin de guiar la muestra o el disolvente desde el recipiente de muestras, o desde el recipiente de disolvente, hasta la entrada de la columna de tratamiento; y

(b) una etapa de tratamiento posterior para conducir la muestra, o el disolvente, a través de la columna de tratamiento succionando a través de la columna de tratamiento.

Preferentemente, la etapa de carga (a) implica recoger un volumen dado de muestra o disolvente en el interior de una cámara precolectora cerca de la entrada de la columna de tratamiento en modo de derivación, y forzar posteriormente, en la etapa (b) dicho volumen de muestra o disolvente a través de la columna de tratamiento acoplado esta última a la fuente de vacío.

Breve descripción del dibujo

La presente invención se describirá ahora, a modo de ejemplo, haciendo referencia a la figura adjunta, en la que:

la figura 1 es un diagrama esquemático de un sistema según una forma de realización preferida de la presente invención.

Descripción detallada de una forma de realización preferida

Ahora se describirá en más detalle el presente sistema para tratar una mezcla de muestra líquida con referencia a la figura 1, que ilustra esquemáticamente una forma de realización del sistema que permite un tratamiento automático de muestras. El sistema define un circuito cerrado para la muestra desde un recipiente de muestras hasta un recipiente de efluentes aguas abajo de una columna de tratamiento, haciéndose que la muestra líquida fluya a través del sistema mediante bombeo a vacío (fuerza de guiado principal para el líquido en el sistema).

Volviendo ahora a la figura, el sistema 10 define un circuito de fluidos que comprende, en serie, un recipiente de muestras 12, una columna 14 de tratamiento con un reactivo adecuado (adsorbente) y varios recipientes de efluentes 16₁...16₄, dispuestos preferentemente dentro de una cámara de vacío 18 a la que está acoplada una

bomba de vacío 20. Incluye además medios de conjunto de conductos dispuestos para proporcionar un circuito de fluidos cerrado, de modo que el vacío creado por la bomba de vacío permite conducir (succionar/extraer) la muestra líquida del recipiente de muestras 12 a través de la columna 14 de tratamiento a un recipiente de efluentes 16i dado.

5 El presente sistema es particularmente útil para la extracción en fase sólida con el fin de limpiar o más generalmente preparar muestras para un análisis adicional. La muestra líquida puede ser, por ejemplo, un extracto de muestra orgánica o inorgánica. Por consiguiente, la columna 14 de tratamiento comprende una fase estacionaria 15 seleccionada para el procedimiento de extracción deseado, tal como conocen los expertos en la materia. La columna 14 de tratamiento está diseñada preferentemente como elemento extraíble, por ejemplo en forma de cartucho o jeringuilla, que puede sustituirse fácilmente. Una variedad de cartuchos SPE están comercialmente disponibles, con diferentes tipos de material en fase sólida. Por tanto, el sistema está diseñado ventajosamente para que sea compatible con cartuchos comerciales. Por consiguiente, puede comprender unos medios de sujeción que pueden adaptarse para alojar diversos tipos de cartuchos comercialmente disponibles así como columnas de tratamiento preparadas a medida de diversas alturas y anchuras.

15 El proceso de separación se produce en la columna 14 de tratamiento, en la que la muestra líquida, guiada al interior de la misma desde el recipiente de muestras 12 debido al bombeo a vacío, se fuerza a través de la fase estacionaria y sólida 15. Dependiendo del protocolo de operación seleccionado, las impurezas en la muestra o bien se eliminan mediante lavado mientras el/los analito(s) de interés se retiene(n) en la fase estacionaria, o bien a la inversa.

20 Para una flexibilidad y versatilidad aumentadas del sistema 10, se proporciona una válvula de múltiples vías, denominada válvula selectora 22, en la tubería de alimentación de la columna 14 de tratamiento. Se utiliza para seleccionar la carga de la columna 14 de tratamiento con la muestra o cualquiera de varios disolventes (en recipientes de disolvente 24₁...24₄) que pueden estar conectados a través de las entradas correspondientes de la válvula selectora 22. Cuando se encuentra en la posición a2, la válvula selectora 22 conecta el conjunto de conductos 26 al conjunto de conductos 28 de modo que la muestra se succiona desde el recipiente de muestras 12. Las posiciones 3 a 6 conectan el conjunto de conductos 28 a los conductos 30_i respectivos de recipientes de disolvente 24_i. La entrada a8 está reservada para una corriente de nitrógeno a presión, tal como se explicará adicionalmente a continuación, y las entradas a10 y a7 actúan como tuberías de ventilación para amortiguar la presión cuando se cambia la válvula selectora 22.

Otra válvula de múltiples vías o selector de recipiente 32 permite dirigir el flujo en la tubería de descarga aguas abajo de la columna 14 de tratamiento a un recipiente 16i dado en la cámara de vacío 18 a través de un conducto 34i respectivo.

35 Debe apreciarse que se proporcionan medios de derivación para evitar el bombeo a vacío a través de la columna 14 de tratamiento, cuando se desee. Los medios de derivación comprenden un conducto de derivación 36 que conecta la tubería de alimentación a la tubería de descarga, evitando de ese modo la columna 14 de tratamiento. En esta realización, el conducto de derivación 36 está conectado en un lado antes de la columna 14 de tratamiento y en el otro lado a una entrada de una válvula de derivación 38, presentando la válvula de derivación 38 otra entrada acoplada a la salida 40 de la columna 14 de tratamiento y una salida acoplada a la entrada común del selector de recipiente 32. La válvula de derivación 38 está normalmente en la posición cerrada, de modo que la muestra o el disolvente se succiona a través de la columna 14 de tratamiento, como si no estuviera previsto ningún conducto de derivación 36. En la posición abierta (activa) de la válvula de derivación 38 (es decir, en el modo de derivación), la salida 40 de la columna 14 de tratamiento ya no está en comunicación con la fuente de vacío 20; pero esta última está acoplada a un conducto de derivación 36, por lo que el bombeo no se lleva a cabo a través de la columna 14 de tratamiento. Los medios de derivación permiten conducir la muestra líquida o un disolvente desde un recipiente respectivo aguas arriba de la válvula selectora 22 hasta la entrada del cartucho 26, sin succionar a través de la columna 14 de tratamiento. El modo de derivación es particularmente interesante para evitar el secado/la alteración de una columna 14 de tratamiento que se ha precondicionado con un disolvente dado durante el periodo de tiempo requerido para succionar la muestra líquida desde el recipiente de muestras 12 a través de la tubería de alimentación cerca de la entrada de la columna 14 de tratamiento.

55 En la presente forma de realización, el sistema 10 incluye además ventajosamente una cámara precolectora 42 dispuesta justo antes de la columna 14 de tratamiento. En la práctica, tanto la cámara precolectora 42 como la columna 14 de tratamiento están dispuestas verticalmente, una encima de otra. Tal como puede observarse a partir de la figura, el conducto 28 se abre al interior de la cámara precolectora a través de la entrada 44. La cámara precolectora 42 presenta una primera salida 46 en su parte inferior, por la que se acopla a la entrada 47 de la columna 14 de tratamiento. El conducto de derivación 36 está conectado a una segunda salida 48 de la cámara precolectora 42, dispuesta en una parte superior de la misma. Preferentemente, una válvula de retención (no mostrada) está conectada en serie entre la cámara precolectora 42 y la columna 14 de tratamiento, permitiendo que el flujo sólo vaya desde la cámara 42 hasta la columna 14 de tratamiento.

65 En una configuración de este tipo, puede cargarse un volumen deseado de líquido (muestra y/o disolvente) en la cámara precolectora 42 succionando a través del conducto de derivación 36 (en modo de derivación, es decir, estando abierta la válvula de derivación 38). Preferentemente la cámara precolectora 42 es una cámara

transparente, opcionalmente con graduaciones volumétricas. Una vez que se ha cargado el volumen deseado de fluido en la cámara precolectora, la válvula de derivación 38 se cambia de vuelta a la posición cerrada, para volver a conectar la salida de columna de tratamiento 40 a la fuente de vacío 20 y proceder a la extracción. El líquido se succiona desde la cámara precolectora 42, se fuerza a través del relleno de adsorbente 15 en la columna 14 de tratamiento y se recoge en un recipiente 16i en la cámara de vacío 18.

Tal como se conoce en la técnica, la fase sólida puede diseñarse para retener impurezas, en cuyo caso el efluente que fluye fuera de la columna de tratamiento es la muestra limpia. Sin embargo, la extracción en fase sólida puede implicar en algunos casos un proceso de múltiples etapas. En primer lugar, una disolución que va a analizarse y de la que se cree que contiene un determinado constituyente, se hace pasar a través de la columna de tratamiento en la que el adsorbente sólido 15 (fase sólida/relleno) puede retener el constituyente. También pueden eliminarse diferentes constituyentes secuencialmente a través de una combinación de rellenos sólidos. La columna de tratamiento puede ser por tanto un único tubo preparado para contener un relleno de adsorbente o una serie de adsorbentes de relleno, separados en la dirección de flujo. Alternativamente, la columna 14 de tratamiento puede comprender un conjunto de dos o más tubos con rellenos de adsorbente apropiados, conectados en serie.

Entonces la muestra se hace pasar a través de la columna de tratamiento (conjunto), y se eluye un disolvente a través de la columna de tratamiento para liberar los constituyentes retenidos en el eluyente. A menudo, se eliminan secuencialmente diferentes constituyentes mediante la elución con diferentes disolventes a través de la columna de tratamiento.

Las muchas posibles variaciones de extracción en fase sólida que pueden realizarse con el presente sistema 10, utilizando diferentes disposiciones y combinaciones para la columna 14 de tratamiento, las secuencias de elución o lavado, son demasiado numerosas para mencionarlas y los reactivos y procesos individuales no son importantes. Los expertos en la materia pueden realizar cualquier clase de extracción utilizando el presente sistema.

Tal como se mencionó anteriormente, el sistema comprende ventajosamente una tubería 50 de gas nitrógeno a presión conectada a la entrada a8 de la válvula selectora 22. La presión del nitrógeno se fija inicialmente mediante un reductor 61 de presión, para su control mediante un regulador 52 de presión electrónico, que permite presurizar y acelerar la dosificación de la muestra o del disolvente.

El sistema está dotado ventajosamente de medios para ajustar el nivel de vacío a niveles apropiados para un funcionamiento óptimo, por ejemplo dependiendo de las propiedades del disolvente o de la muestra.

En la presente realización, se utiliza un módulo de control PID (proporcional, integrado y diferencial) para controlar la velocidad de bombeo de la bomba de vacío 20. El rango operativo de la bomba de vacío 20 está condicionado por el flujo de entrada de una válvula de control 54 (preferentemente de tipo solenoide) conectada a la salida de la cámara de vacío 62. Cuando la válvula 54 está cerrada, el rango operativo de la bomba de vacío 20 se controla en cambio por un "orificio 63 crítico". De tal manera, la bomba de vacío puede expandir su rango funcional con los mismos parámetros de regulación de PID. Tal como conocen los expertos en la materia, un orificio crítico es un tubo con un agujero de paso calibrado que se selecciona de manera que se consiga un flujo constante cuando el nivel de vacío cae por debajo de un valor dado en el lado aguas abajo del orificio crítico.

El número de referencia 56 indica un recipiente de disolvente de lavado para lavar el recipiente de muestras 12. Tal como puede observarse a partir de la figura, se proporcionan dos válvulas de activación/desactivación 58 en ambos extremos del recipiente de disolvente de lavado 56 y de ese modo este último puede presurizarse por la corriente de nitrógeno desde la tubería 50.

Preferentemente el recipiente de muestras 12 está ubicado en una cámara de muestras 60. Una vez que el recipiente de muestras está colocado en la cámara 60, puede realizarse el tratamiento de muestra succionando la muestra, enjuagando preferible y sucesivamente con disolvente del recipiente 56.

Aunque no se muestra, el presente sistema 10 se controla ventajosamente por un ordenador que ejecuta un software apropiado. Las válvulas selectoras 22 y 32, las válvulas de derivación 38 y las válvulas de activación/desactivación 58 y 54 así como el regulador 52 de presión electrónico son por tanto del tipo que pueden accionarse de manera remota y están conectados al ordenador. Por tanto, una vez que el recipiente de muestras 12 se pone en su lugar en la cámara 60, puede llevarse a cabo todo el tratamiento de muestras sin requerir ninguna manipulación por el operario. En cuanto al control por ordenador, el programa puede diseñarse para permitir un control de proceso secuencial por el operario, o para realizar automáticamente parte o todas las etapas operativas (carga de muestras, extracción de disolvente, preacondicionamiento del cartucho, lavado de las tuberías, etc.).

Tal como ya se mencionó, el sistema 10 está diseñado ventajosamente para que sea compatible con cartuchos comerciales tales como, por ejemplo, Supelco®, 2-10 g, 12-60 ml, LC Si. Naturalmente también pueden utilizarse depósitos y recipientes de tipo comercial.

Ejemplo

5 El sistema 10 descrito anteriormente se aplica particularmente para muestras que consisten en matrices complejas. Para esas muestras, es necesaria una etapa de limpieza, y a menudo varios fraccionamientos de la muestra, con el fin de poder analizar compuestos químicos. Esto es especialmente deseable cuando esos compuestos deben detectarse a un nivel de trazas. Sin un procedimiento de limpieza y fraccionamiento, la cantidad de interferencia de la matriz sería demasiado alta para obtener resultados reales.

10 La limpieza y el fraccionamiento de una muestra en el sistema 10 se basan principalmente en un adsorbente, que une los diferentes componentes químicos de la muestra, y el disolvente orgánico que desorbe compuestos químicos específicos cuando pasa por el adsorbente. Sin embargo, no existe ningún procedimiento convencional para la limpieza y el fraccionamiento de muestras ambientales. El procedimiento requerido depende de los compuestos diana que son objeto del estudio. Entonces, tanto los adsorbentes como los disolventes orgánicos pueden variar entre los procedimientos.

15 A) Fase particulada de muestra de aire:

20 La extracción de un filtro de aire que contiene materiales particulados acumulados se realizó de manera convencional en un horno microondas en 25 ml de hexano-acetona (1:1 v/v) a 115°C a 400 W durante 30 minutos. Después se transfirió a un recipiente de vidrio y se concentró hasta 1 ml en un Turbovap (comercializado por Caliper Life Sciences) en una corriente suave de nitrógeno a 50°C.

B) Limpieza y fraccionamiento

25 Se utilizaron los cartuchos SPE (extracción de fase sólida) comercialmente disponibles (Supelco®) de 5 ml para la limpieza y el fraccionamiento, conteniendo 2 g de adsorbente florisil. Después de colocar el cartucho SPE en su posición en el sistema, se vertió el recipiente de vidrio (Turbovap) que contiene la muestra en el estante de recipientes de la cámara 60. Se colocaron los conductos flexibles para la sustracción de la muestra y la adición de n-hexano (del recipiente de disolvente 56) en el recipiente. La cámara de vacío 18 contiene un estante con cuatro recipientes de vidrio 16 para la recogida de tres fracciones y una cuarta fracción de "desecho", que se añade (válvula selectora 22 en posición a3) para precondicionar el cartucho SPE antes de añadir la muestra.

35 Una vez que el cartucho y todos los recipientes están instalados, se ejecuta el programa de software que ejecuta una secuencia deseada para el fraccionamiento. Con la utilización de la bomba de vacío 20 los disolventes adecuados se succionan a través del sistema a una velocidad lenta. Las válvulas se abren, se cierran y se cambian cuando se desea con el fin de obtener los volúmenes programados.

40 Se recogió (válvula 32 en la posición b2) la primera fracción, que contiene los n-alcanos y poli(bifenilos clorados) (PCB), haciendo pasar sucesivamente: 1 ml de muestra (n-hexano); 2 ml de n-hexano (enjuagando el recipiente de muestra dos veces con 1 ml de n-hexano del recipiente de disolvente 56); y 3 ml de n-pentano (válvula 22 en la posición a4). Después, se cambió la válvula 22 a la posición a5 y la válvula 32 a la posición b3, y se recogió una segunda fracción en 8 ml de diclorometano:n-pentano (4:6 v/v). Esta segunda fracción contiene los hidrocarburos poliaromáticos (PAH). Se recogió una tercera fracción en 12 ml de metanol cambiando la válvula 22 a la posición a6 y la válvula 32 a la posición b4. En esta fracción se recogieron los compuestos polares de la muestra. Después de la ejecución de la secuencia, se extrajeron los recipientes 16 y se concentraron las diferentes fracciones hasta 0,5 ml en el Turbovap.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Sistema para tratar una muestra líquida, en el que dicha muestra líquida se bombea por vacío por medio de una bomba de vacío desde un recipiente de muestras (12) a través de una columna de tratamiento (14) aguas abajo de la cual se recoge el efluente, caracterizado porque presenta unos medios de derivación conectados antes de la entrada de columna de tratamiento (47) y que pueden hacerse funcionar selectivamente para evitar el bombeo a través de la columna de tratamiento (14), en el que en modo de derivación la bomba de vacío está acoplada a los medios de derivación y ya no a la columna de tratamiento.
- 10 2. Sistema según la reivindicación 1, que comprende además una cámara precolectora (42) antes de dicha columna de tratamiento (14), presentando dicha cámara precolectora (42) una primera salida (46) en comunicación con la entrada (47) de la columna de tratamiento y una segunda salida (48) en comunicación con dichos medios de derivación.
- 15 3. Sistema según la reivindicación 1 ó 2, en el que dichos medios de derivación comprenden un conducto (36) y unos medios de válvula (38) para bombear a través de o bien la primera (46) o la segunda salida (48) de la cámara precolectora (42).
- 20 4. Sistema según la reivindicación 2 ó 3, en el que dicha primera salida (46) está situada en la parte inferior de dicha cámara precolectora (42) y dicha segunda salida (48) está en la zona superior de dicha cámara precolectora (42).
- 25 5. Sistema según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende además una tubería de alimentación aguas arriba de dicha columna de tratamiento (14) con unos medios de válvula (22) que permiten una conexión selectiva con dicho recipiente de muestras (12) o uno o más recipientes de disolvente (24i).
- 30 6. Sistema según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que dichos medios de válvula (22) también permiten el acoplamiento de dicha tubería de alimentación con una fuente de nitrógeno a presión.
- 35 7. Sistema según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende además uno o más recipientes de muestras (16i) aguas abajo de dicha columna de tratamiento para recoger el efluente que fluye fuera de dicha columna de tratamiento (14).
8. Sistema según la reivindicación anterior, en el que dicho(s) recipiente(s) de muestras (16i) está(n) dispuesto(s) en una cámara de vacío (18) acoplada a una bomba de vacío (20).
- 40 9. Sistema según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende además unos medios de válvula (32) entre dicha columna de tratamiento (14) y dicha cámara de vacío (18) para dirigir selectivamente el efluente hacia un recipiente (16i) dado.
10. Sistema según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende además una válvula de vacío (54) acoplada a la cámara de vacío (18) para regular el nivel de vacío en el sistema.
- 45 11. Sistema según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que la bomba de vacío (20) está acoplada a la salida (62) de la cámara de vacío (18), a una válvula de vacío (54) y a un orificio (63) crítico.
12. Sistema según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende además una unidad de control computarizada que ejecuta un software apropiado para controlar el funcionamiento del sistema.
- 50 13. Sistema según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 12, que comprende además una válvula de retención entre dicha cámara precolectora (42) y dicha columna de tratamiento (14).
14. Procedimiento para controlar un sistema según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende:
- 55 una etapa de carga para hacer funcionar los medios de derivación con el fin de conducir la muestra o el disolvente desde el recipiente de muestras, respectivamente desde el recipiente de disolvente, hasta la entrada de la columna de tratamiento, en el que en modo de derivación, la bomba de vacío está acoplada a los medios de derivación y ya no a la columna de tratamiento; y
- 60 una etapa de tratamiento posterior para conducir la muestra, respectivamente el disolvente, a través de la columna de tratamiento succionando a través de la columna de tratamiento.

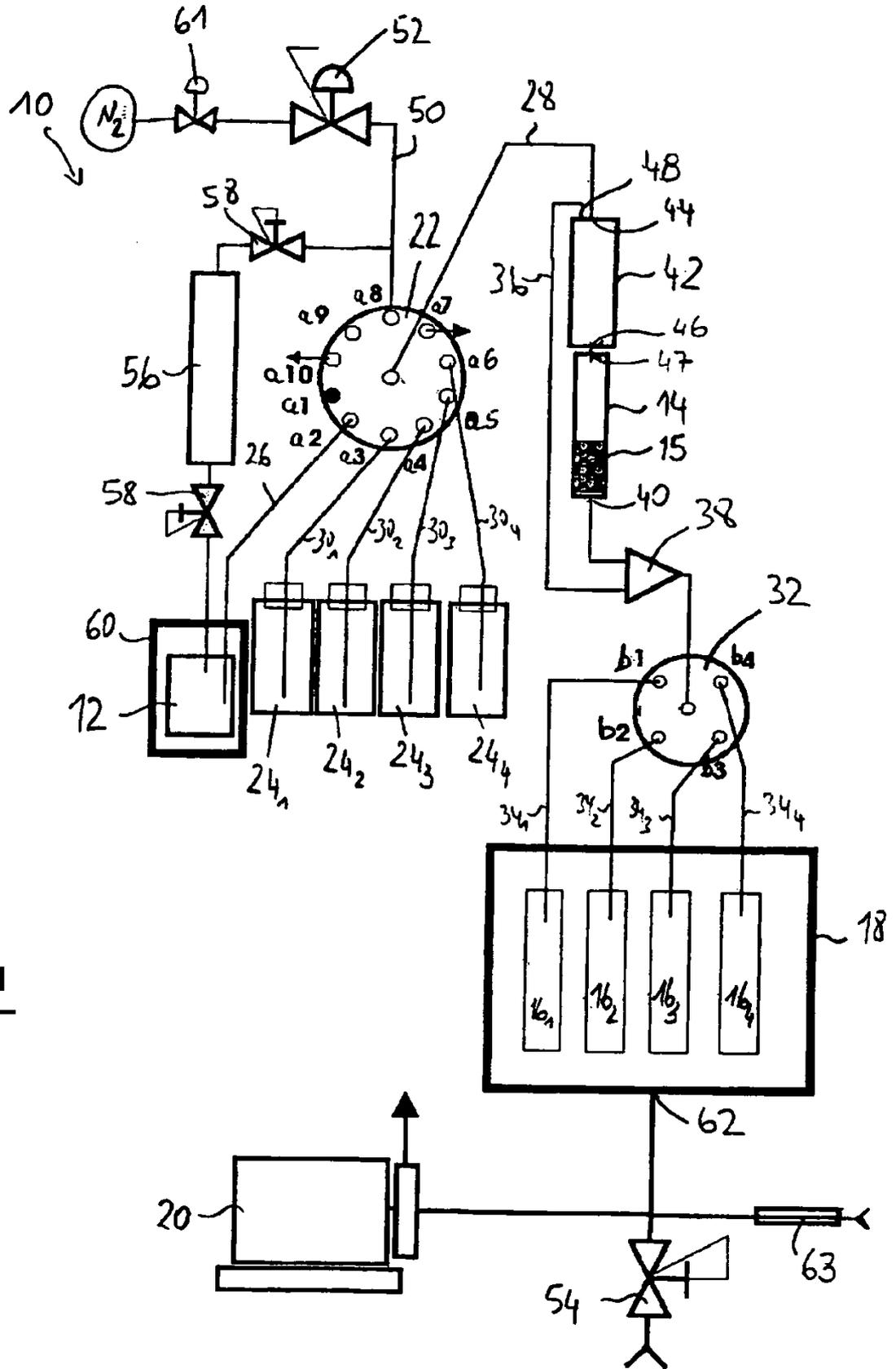


Fig. 1