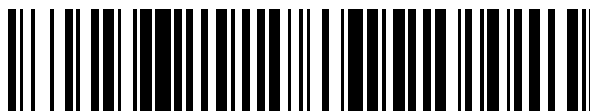


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 421 330**

51 Int. Cl.:

B01F 3/08	(2006.01) B01F 15/00	(2006.01)
B01F 3/10	(2006.01) B01F 15/02	(2006.01)
B01F 3/12	(2006.01)	
B01F 7/00	(2006.01)	
B01F 7/16	(2006.01)	
B01F 7/24	(2006.01)	
B01F 13/00	(2006.01)	
B01F 9/06	(2006.01)	
B01F 9/08	(2006.01)	
B01F 9/12	(2006.01)	

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.02.2008 E 08709403 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.04.2013 EP 2125178**

54 Título: **Aparato y métodos para mezclar y dispensar muestras líquidas o en polvo**

30 Prioridad:

16.02.2007 GB 0703053

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

30.08.2013

73 Titular/es:

**CORN PRODUCTS DEVELOPMENT INC. (100.0%)
5 Westbrook Corporate Center
Westchester, IL 60154, US**

72 Inventor/es:

**MCNICOL, ALAN;
GIBBON, SIMON y
CARROLL, JOHN**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 421 330 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

Aparato y métodos para mezclar y dispensar muestras líquidas o en polvo.

La invención se refiere a un aparato y métodos para mezclar y dispensar muestras para utilizar en la preparación y análisis de materiales y, en particular, para la caracterización de materiales existentes y la identificación de nuevos materiales.

La caracterización de materiales con vistas a mejorar y optimizar las formulaciones o para identificar nuevos y útiles compuestos normalmente requiere la realización y registro de gran número de experimentos. La preparación de muestras para tales experimentos consume tiempo y está expuesta a través del rendimiento humano pobre (debido a la fatiga, aburrimiento, etc. en la realización de operaciones repetitivas) a errores en la medida de cantidades de los ingredientes y/o registro de volúmenes, pesos y otros detalles referentes a los mismos. La naturaleza de los propios ingredientes, por ejemplo los líquidos de baja viscosidad, líquidos de media y alta viscosidad, líquidos tixotrópicos, polvos etc., debido a la dificultad en la dispensación precisa de los mismos, puede aumentar tales errores de origen humano o dar lugar a errores potenciales durante la dispensación de tales ingredientes.

Pueden surgir problemas adicionales en la dispensación precisa de pequeñas cantidades de ingredientes cuando se busca reducir el tamaño de las muestras experimentales en pequeñas cantidades de dispensación de ingredientes menores. Muchas formulaciones típicamente tienen ingredientes menores que, en la reducción del tamaño de muestra, se vuelven cantidades muy pequeñas. Por ejemplo, un ingrediente presente en un 0,1 % en peso en una formulación es 200 mg en un tamaño de muestra de 200g, pero se vuelve 10 mg en un tamaño de muestra de 10g.

Aunque estos problemas se pueden superar utilizando métodos y aparatos adecuados para dispensar automáticamente líquidos y polvos, en muchos casos la mezcla adecuada de ingredientes, especialmente en pequeñas cantidades, puede ser difícil de conseguir dando lugar de este modo a mezclas no homogéneas o productos de reacción. Adicionalmente, el posterior envío de tales mezclas o productos de reacción procedentes de un ambiente de mezcla a un posterior ambiente para la relación (adicional) o ensayo también puede ser problemático, especialmente cuando las mezclas o productos de reacción tienen una elevada viscosidad.

Como se ha explicado en el documento US 2003/016938 A, se han utilizado varias técnicas para mezclar pequeñas cantidades de reactivos para procedimientos de reacción paralelos; por ejemplo se han propuesto mezcladores rotacionales accionado por un eje a alta velocidad, barras mezcladoras magnéticas de pequeño tamaño, agitadores orbitales y dispositivos vibratorios. El propio documento US 2003/0169638 A propone que un mezclador rotacional accionado por eje sea situado en vaso de reacción desde la parte superior del mismo, en el que impulsor tiene un diseño y conjunto de dimensiones particulares. Se dice que se usa tal impulsor para efectuar de forma eficiente el mezclado de los ingredientes de reacción en el vaso de reacción. Sin embargo, es evidente que, si la mezcla de reacción es relativamente viscosa, y hay un requisito para retirarla del vaso para un procesamiento adicional, tal como reacciones o ensayos adicionales, una buena parte del material es probable que se pegue al impulsor y será perdido cuando el impulsor sea retirado del vaso o tendrá que ser limpiado del impulsor creado problemas de procesamiento adicionales. Para muestras pequeñas, la pérdida potencial de cantidades significativas del mismo en el impulsor puede ser muy perjudicial para el posterior procesamiento de las muestras.

Otro intento para extraer el material de un depósito de dispensación ha sido propuesto en el documento US 2005/0283113A (equivalente a GB 2415423 A) en el que una muestra está situada dentro del vaso de dispensación que es entonces fijado con un pistón que tiene un orificio pasante de manera que el conjunto funciona con una jeringuilla para dispensar el material. El documento 2005/028313 A describe también la mezcla de ingredientes en el depósito, por ejemplo utilizando un mezclador magnético o bolas de vidrio; sin embargo, no se hace mención de cómo afecta la presencia de tales artículos a la recuperación del material o la cantidad de material que se puede recuperar del vaso.

Ejemplos de mecanismos a modo de jeringuilla para dispensar materiales también están descritos en los documento GB 696310, GB 1178738, GB 1441983, US 4741737, US 4805810 y DE 19915771. Ejemplos de aparatos de mezclado se describen en los documentos EP 1347093A, US 2776120A, EP 0000512A, FR 2238528A, EP 0117716A y EP 0279022A.

Es un objetivo de la presente invención proporcionar un aparato y métodos para mezclar pequeños volúmenes de materiales para producir muestras sustancialmente homogéneas que, si se desea, se puedan dispensar.

De acuerdo con la presente invención, el aparato para mezclar muestras pequeñas de materiales comprende un vaso para contener componentes de muestra que van a ser mezclados, teniendo dicho vaso una base, una pared periférica que se extiende desde la base hasta la parte superior de dicho vaso y una parte superior abierta a través de la cual se pueden introducir componentes de muestra en dicho vaso, un impulsor situado en dicho vaso en o adyacente a la base, un árbol que se extiende a través de la base en una relación rotacional obturada con la misma, extendiéndose dicho árbol generalmente de forma coaxial con dicho vaso y estando acoplado en relación de accionamiento con dicho impulsor, y medios agitadores que comprende un miembro helicoidal situado en dicho vaso para impartir fuerzas de cizalla a los componentes de la muestra dentro de dicho vaso, siendo dicho miembro helicoidal móvil axialmente respecto a dicho vaso hacia la parte inferior de dicho vaso de manera que durante el uso

el miembro helicoidal no interfiere sustancialmente con la retirada de material de dicho vaso.

- También, de acuerdo con la presente invención, un método para mezclar muestras pequeñas de materiales comprende proporcionar un vaso para contener los componentes de muestra que van a ser mezclados, teniendo dicho vaso una base, una pared periférica que se extiende desde dicha base a la parte superior de dicho vaso y una parte superior abierta a través de la cual se pueden introducir los componentes de muestra en dicho vaso, un impulsor situado en dicho vaso en o adyacente a la base, un árbol que se extiende a través de la ase en relación rotacional obturada con la misma, extendiéndose dicho árbol generalmente coaxialmente respecto a dicho vaso y estando acoplado en relación de accionamiento con dicho impulsor, y medios agitadores que comprende un miembro helicoidal situado en dicho vaso para impartir fuerzas de cizalla a los componentes de muestra dentro de dicho vaso, siendo dicho miembro helicoidal móvil axialmente respecto a dicho vaso hacia la parte inferior de dicho vaso por lo que durante el uso, dicho miembro helicoidal no interfiere sustancialmente con la retirada del material de dicho vaso, introduciendo al menos dos componentes en dicho vaso, operando dicho impulsor y miembro helicoidal durante un periodo suficiente para efectuar la mezcla de dichos componentes convirtiéndolos en una muestra sustancialmente homogénea.
- Preferiblemente, dicho aparato comprende además una abertura de dispensación capaz de dispensar dichas pequeñas muestras de material.
- En una realización preferida, dichos medios de retirada de material comprenden un miembro de pistón en relación obturada con la pared periférica de dicho vaso, teniendo dicho miembro de pistón un pasaje que se extiende axialmente que, en uso, comunica en un extremo con el interior de dicho vaso y forma dicha abertura de dispensación en el otro extremo mediante lo cual el movimiento axial de dicho miembro de pistón con dicho vaso para aplicar una presión a una muestra formada en el mismo hará que dicha muestra fluya a través de dicho pasaje.
- Preferiblemente, el método comprende además una etapa de dispensar dichas pequeñas muestras de material. En tal realización, el método comprende además colocar dichos medios de retirada de material que comprende un miembro de pistón para ajustar la relación obturada con la pared periférica de dicho vaso en la parte superior de dicho vaso, teniendo dicho miembro de pistón una pasaje pasante que se extiende axialmente comunicando un extremo con el interior de dicho vaso y que forma una abertura de dispensación en el otro extremo, moviendo dicho miembro de pistón axialmente dentro de dicho vaso para aplicar presión a dicha muestra para hacer que dicha muestra fluya a través de dicho pasaje, acoplando también dicho miembro de pistón a dicho miembro helicoidal para aplicar fuerza al mismo y moverlo axialmente hacia la parte inferior de dicho vaso.
- Típicamente, el vaso tiene generalmente forma cilíndrica, aunque, si se desea puede ser de sección transversal no circular. Preferiblemente, la base del vaso es plana para evitar potenciales espacios muertos en los que se quede el material y no sea mezclado. El vaso preferiblemente tiene una capacidad total de no más de aproximadamente 100 ml, más preferiblemente no más de aproximadamente 20 ml. Preferiblemente, la relación entre la altura y el diámetro interior no es mayor de aproximadamente 10 y preferiblemente no es menos de aproximadamente 0,5. Más típicamente, la relación entre la altura y el diámetro interno es de aproximadamente 4.
- La capacidad de muestra del vaso, es decir, el volumen ocupado por los componentes de la muestra y la muestra una vez mezclados, puede estar comprendida entre el 20 y el 95 % del volumen del vaso. Preferiblemente la capacidad de muestra del vaso es mayor que típicamente entre el 20% y el 60% del volumen del vaso. Preferiblemente, dependiendo del tamaño del vaso utilizado, la capacidad de muestra del vaso no es mayor que 50 ml, más preferiblemente no es mayor que aproximadamente 25 ml y típicamente está comprendida entre 5 ml y 15 ml.
- Preferiblemente la parte inferior del impulsor está separada axialmente una pequeña distancia de la parte inferior del vaso, típicamente aproximadamente entre 1 y 5 mm. Preferiblemente, el impulsor tiene al menos una hoja, más concretamente al menos dos o más hojas. La o cada hoja del impulsor está preferiblemente ajustada en un ángulo con respecto a un plano que contiene el eje de rotación del impulsor por lo que el movimiento axial del material a través del impulsor se puede conseguir en la rotación del impulsor. El impulsor preferiblemente tiene un diámetro comprendido entre el 60% y el 95% del diámetro interno del vaso, más particularmente entre el 80% y el 95% de dicho diámetro interno, y especialmente entre el 90% y el 95% de dicho diámetro interno. Preferiblemente, el impulsor tiene una extensión axial no mayor del 10%, más particularmente no mayor del 5%, de la altura del vaso.
- El ángulo de las hojas en combinación con el sentido de rotación del impulsor es preferiblemente tal que los componentes de muestra se mueven axialmente hacia la base del vaso, por lo que, bajo la fuerza de tal movimiento, los materiales son forzados hacia dicha base y son forzados radialmente hacia fuera de la misma para circular axialmente pasada la periferia radial del impulsor y de nuevo a la posición en dicho vaso que está por encima del impulsor.
- El impulsor es integral con el extremo del árbol o está montado en el extremo del árbol mediante cualesquiera medios mecánicos adecuados, tales como la fijación de interferencia, roscas, tornillos o tuercas de retención, etc. El árbol se extiende a través de la base del vaso en relación de rotación obturada con la misma. La relación rotacional obturada entre la base del vaso y el árbol se pueden conseguir mediante cualquier disposición mecánica

conveniente.

En una realización preferida, la base del vaso está provista de una extensión cilíndrica en la que está montada una disposición de obturación y cojinete para soportar el árbol en dicha relación rotacional obturada.

Los medios agitadores pueden adoptar una gran variedad de formas, sin formar parte de la presente invención.

5 En una realización, que no forma parte de la invención, los medios agitadores pueden comprender paletas, en el plano del eje o en un ángulo respecto al mismo, fijadas a la pared del vaso (o un maguito revistiendo el vaso). En esta realización, el vaso (o el manguito) está adaptado para la rotación con relación al impulsor para impartir fuerzas de cizalla a los componentes del material que son mezclados en el vaso. También en esta realización, el miembro de pistón tiene ranuras complementarias para las paletas y, si las paletas forman un ángulo con el eje, está montado para la rotación en un manguito de soporte.

10 En otra realización que no forma parte de la presente invención, los medios agitadores comprenden paletas montadas en un soporte que se extiende coaxialmente situado generalmente coaxialmente al vaso, estando el pistón configurado complementario como se ha descrito en el párrafo precedente.

15 En todavía otra realización que no forma parte de la presente invención, las paletas están provistas de raíces debilitadas y se rompen bajo la carga aplicada por el pistón.

En una realización preferida que no forma parte de la invención, los medios agitadores están montados en el vaso y se mueven de manera recíproca entre una posición operable en la que el miembro puede girar el material dentro del vaso y una posición inoperable en la que están comprimidos y colocados inmediatamente adyacentes al impulsor.

20 En esta realización, los medios agitadores pueden comprender material con memoria de forma, en el que su falta de forma está en la posición operable. En este caso, los medios agitadores se pueden mover a una posición inoperativa o bien mediante una barra situada axialmente unida a su extremo al lado del impulsor y movable recíprocamente con relación al vaso o bien siendo movable bajo la fuerza aplicada por el miembro de pistón.

En una forma alternativa que no forma parte de la presente invención, los medios agitadores se pueden inflar/desinflar mediante la aplicación de fluido bajo presión/vacío entre dichas posiciones.

25 Los medios agitadores comprenden un miembro helicoidal que está preferiblemente montado dentro del vaso. En una realización incluso más preferida, el miembro helicoidal es un miembro helicoidal sustancialmente cilíndrico. Alternativamente, el miembro helicoidal es un miembro helicoidal sustancialmente cónico, estando el vértice del cono o bien montado adyacente al impulsor o bien lejos del impulsor.

Preferiblemente, el miembro helicoidal comprende un muelle helicoidal sustancialmente cilíndrico.

30 El miembro helicoidal tiene preferiblemente sección transversal sustancialmente cilíndrica; alternativamente, el miembro helicoidal puede tener una sección transversal aplanada, por ejemplo elíptica o a modo de cinta, para presentar un área de superficie más elevada para contactar con los componentes de muestra dentro del vaso.

35 En una realización, el miembro helicoidal puede estar montado en el impulsor para girar con el mismo. En una realización alternativa, el miembro helicoidal puede estar montado en un árbol separado, por ejemplo concéntrico con el árbol de impulsor. En esta realización, el miembro helicoidal puede ser girado tanto en la misma dirección que el impulsor como en la dirección opuesta al impulsor o puede girar alternativamente en la misma dirección y después de la dirección opuesta. La rotación del miembro helicoidal dentro del vaso aplica fuerzas de cizalla a las componentes de la muestra en el mismo y tiene a mover los componentes axialmente respecto del vaso para ayudar a mezclar los componentes. Dependiendo de la dureza, o quiralidad, de la hélice del miembro y la dirección de rotación del mismo, los componentes de muestra se mueven axialmente o bien acercándose o bien alejándose del impulsor.

En una realización alternativa, los medios agitadores pueden comprender más de un miembro helicoidal, que puede, por ejemplo, estar opuesto y estar dispuesto para girar al revés unos con respecto a otros.

45 Preferiblemente, el miembro helicoidal se extiende por encima del impulsor al menos el 10% de la altura del vaso. Más preferiblemente, el miembro helicoidal se extiende axialmente por encima del impulsor al menos el 30%, más concretamente al menos el 50%, de la altura del vaso. El miembro helicoidal se puede extender axialmente por encima del impulsor hasta un 90% de la altura del vaso.

50 El paso del miembro helicoidal es suficiente para permitir que el miembro se mueva hacia el impulsor bajo una fuerza aplicada. Preferiblemente, el paso permite que el miembro helicoidal se reduzca no más del 20 %, preferiblemente no más del 10% y en particular no más del 5% de su longitud normal.

El miembro helicoidal se puede mover en una posición inoperativa o bien mediante una barra situada axialmente unida a su extremo alejado del impulsor y movable recíprocamente con relación al vaso o bien siendo movable bajo una fuerza aplicada por el miembro de pistón.

El árbol o árboles para el impulsor y el miembro helicoidal pueden ser accionados giratoriamente mediante cualquier mecanismo de accionamiento adecuado. Por ejemplo, se puede utilizar un motor eléctrico para accionar el árbol o árboles directamente, si es necesario a través de engranajes.

5 En una realización preferida, el accionamiento del árbol o árboles es a través de un mecanismo de acoplamiento de liberación rápida tal como partes macho y hembra complementarias que se acoplan positivamente entre sí.

10 El accionamiento se puede proporcionar al impulsor, si se acciona separadamente, al miembro helicoidal de manera que pueden girar sólo en una dirección; alternativamente, el accionamiento proporcionado al impulsor y, si se acciona separadamente, al miembro helicoidal puede ser reversible. El accionamiento se puede proporcionar al impulsor y, si es accionado separadamente, al miembro helicoidal en pulsos, que de nuevo pueden ser aplicados de forma reversible.

Preferiblemente, el vaso está adaptado para ser asegurado contra la rotación durante el funcionamiento del impulsor por lo que se evita la rotación del vaso.

15 Preferiblemente, dicho miembro de pistón comprende un cuerpo alargado que tiene un pasaje pasante que se extiende transversalmente, situado preferiblemente centralmente respecto al mismo, que, en uso, comunica en un extremo con el interior de dicho vaso y forma una abertura de dispensación en el otro extremo. El miembro de pistón está adaptado para fijarse en relación obturada con la pared periférica del vaso. Para conseguir la relación obturada, el miembro de pistón puede estar en una fijación de deslizamiento próxima dentro de la pared periférica del vaso. Si se requiere, se pueden disponer anillos de obturación elásticos en el miembro de pistón. El extremo del miembro de pistón situable en el vaso es preferiblemente plano y, después del movimiento axial del miembro del pistón en el vaso, se puede acoplar con el miembro helicoidal para moverlo axialmente hacia el impulsor. La abertura de dispensación preferiblemente tiene forma en punta corta extendiéndose desde el otro extremo del miembro de pistón. Alternativamente, la abertura de dispensación puede comunicar con la boquilla de disposición fijada en el miembro de pistón.

20 Tanto el vaso como el miembro de pistón están adaptados para ser agarrados por mecanismos de agarre en el equipo de mezclado/dispensación y pueden estar provistos de superficies apropiadas de agarre y/o cojinete mediante las cuales pueden ser agarrados y/o tener aplicadas fuerzas sobre los mismos para hacer posible la dispensación de la muestra desde los mismos.

25 El vaso, el impulsor, el miembro helicoidal, el árbol(es) de accionamiento y el miembro de pistón pueden estar hechos a partir de cualquier material adecuado dependiendo de los componentes de muestra y las muestras, las condiciones de funcionamiento propuestas, por ejemplo la temperatura etc., y si se requiere recirculación o desecho del vaso etc. Para componentes de muestra y muestras químicamente más agresivos, los componentes del aparato pueden estar hechos de aceros químicamente resistentes u otros metales o aleaciones o a partir de materiales plásticos químicamente resistentes tales como materiales polímeros, por ejemplo, poliéteres aromáticos tales como poli(aril éter éter cetona) (PEEK). Cuando el ambiente químico es menos agresivo se pueden utilizar materiales tales como aluminio, para los componentes del aparato. En ambientes relativamente benignos, tales como cuando se investigan componentes de comida, por ejemplo compuestos aromatizantes, almidones, hidrocoloides y similares, es posible utilizar materiales plásticos tales como polipropileno y polietileno. Adicionalmente, se pueden utilizar mezclas de materiales, por ejemplo, se puede preferir que el miembro helicoidal tenga forma de muelle helicoidal y este hecho de acero de muelle u otro material elástico adecuado independientemente del material seleccionado para otros componentes del aparato.

Está dentro del campo de la presente invención además hacer reaccionar las muestras de materiales dentro de los vasos en los que son preparadas en lugar de dispensarlos desde tales vasos.

30 En formas preferidas de la presente invención, el aparato y métodos de la presente invención comprenden disposiciones de vasos en las que se pueden preparar múltiples muestras en paralelo. Las muestras pueden ser la misma para proporcionar información estadística sobre la repetitividad de las muestras; o pueden diferir en términos de concentraciones, números de componentes etc. Cuando las muestras son diferentes, se puede preferir todavía tener múltiples muestras que seas la misma para asegurar que se obtienen valores medios. Por ejemplo, en una disposición de veinticuatro vasos, se pueden preparar seis conjuntos diferentes de cuatro muestras.

35 Preferiblemente, el método comprende proporcionar una disposición de vasos y, en paralelo o en serie, introducir dichos al menos dos componentes en cada vaso.

En tales disposiciones, el accionamiento del árbol o árboles para el impulsor y el miembro helicoidal pueden ser accionamientos individuales para cada árbol o, alternativamente, pueden ser un accionamiento común conectado con los árboles a través de trenes de engranajes adecuados o mecanismos de transmisión similares.

40 Además, las muestras preparadas en tales disposiciones pueden reaccionar adicionalmente en paralelo; o pueden ser dispensadas o bien individualmente o bien en paralelo.

Como se apreciará, cuando están provistas disposiciones de los vasos y son preparadas múltiples muestras, los

vasos tendrán asociados equipos de manipulación automatizada asociados que incluye brazos/agarradores robóticos, control de ordenador y resultados del registro, etc.

5 Aunque los aparatos y métodos de la invención se pueden utilizar para preparar y dispensar una amplia variedad de muestras en una amplia variedad de viscosidades diferentes, la invención tiene particular utilidades en la preparación de muestras de materiales relativamente viscosos, por ejemplo, gomas, resinas, mezclas de polímero, ingredientes de comida tales como mantequilla, mantequilla de cacahuete, masas etc., adhesivos, pinturas, ingredientes aromatizantes, formulaciones de cuidado personal, formulaciones de lubricante, sistemas de múltiples componentes y/o múltiples fases, composiciones rellenas.

La invención se ilustrará a continuación con referencia a los dibujos adjuntas, en los que:

- 10 - la Figura 1 es una vista en sección transversal esquemática del aparato de mezclado de acuerdo con la invención;
- la Figura 2 es una sección transversal vertical esquemática simplificada del aparato de mezclado como se muestra en la Figura 1, pero como se ha utilizado en un modo de dispensación; y
- 15 - la Figura 3 es una vista en perspectiva esquemática del aparato de mezclado de acuerdo con la invención, cuyo aparato comprende una disposición de vasos.

Haciendo referencia a la Figura 1, el aparato de mezclado 10 de acuerdo con la presente invención comprende un vaso 12 que tiene una base plana 14, una pared periférica cilíndrica 16 que se extiende desde la base 14 hacia arriba para definir una parte superior abierta a través de la cual se pueden introducir los componentes de muestra (no mostrados) en el vaso 12. La base 14 del vaso 12 está provista de una extensión cilíndrica inferior 18. El vaso 12 es útil para mezclar pequeñas cantidades de materiales que tienen un volumen combinado preferiblemente menor de aproximadamente 50 ml, más preferiblemente menor de aproximadamente 20 ml, lo más preferible no mayor de aproximadamente 10 ml. Los materiales que están siendo mezclados pueden ser líquidos o combinaciones de líquidos y sólidos. Si se proporciona una cánula apropiada (no mostrada) en relación obturada con el vaso 12, también puede ser posible introducir gases en la mezcla de muestra.

25 El vaso 12 tiene una altura total H y un diámetro interior D. El vaso 12 típicamente está lleno de líquido y/o componentes sólidos que van a ser mezclados hasta un nivel de llenado FL, que es típicamente del 20 al 95% del volumen del vaso 12. Preferiblemente, la capacidad de muestra del vaso está más típicamente comprendida entre el 20% y el 60% del volumen del vaso 12 y preferiblemente entre aproximadamente el 30% y el 50%, pero puede variar considerablemente, dependiendo de la reacción particular. Para mezclas de pequeño volumen, el vaso 12 debería tener una capacidad total de menos de aproximadamente 100 ml, y preferiblemente no mayor de aproximadamente 50 ml. El vaso 12 debería tener además una relación de altura a diámetro (H/D) como se ha descrito previamente y ser preferiblemente de aproximadamente 2 a 6. Las dimensiones típicas para el vaso son H= 95 mm y D= 23 mm.

30 El vaso 12 está provisto de un impulsor 20 montado en un árbol 22 para la rotación alrededor del eje longitudinal 24 del vaso 12. El impulsor 20 está situado 4 mm encima de la base 14 del vaso 12 y tiene varias hojas 26 cada una formando un ángulo respecto a un plano que contiene el eje 24. La extensión axial del impulsor 20 es típicamente de 8 mm (9% de H).

35 Montado en el lado superior del impulsor 20 para la rotación con el mismo hay unos medios agitadores con forma de muelle helicoidal cilíndrico 28. El muelle 28 tiene un paso de 5 mm por lo cual la fuerza aplicada a él a lo largo del eje 24 comprime el muelle 28 hasta que sustancialmente hace que las vueltas adyacentes entre en contacto entre sí. La altura comprimida del muelle es preferiblemente no mayor de 10 mm (o el 12% de H).

40 El árbol 22 se extiende a través de una abertura en la base 14 del vaso 12 y está fijada dentro de la misma. El árbol 22 está soportado coaxialmente con el eje 24 por un cojinete 30 situado dentro de la extensión 18 del vaso 12. Un muelle de obturación anular 32 que lleva una obturación elástica anular 34 dentro de su periferia interior, está situado dentro de la extensión 18 entre el cojinete 30 y la base 14 del vaso 12. La obturación 34 está en contacto con el árbol 22.

45 El árbol 22 externo al vaso 12 puede estar acoplado a un mecanismo de accionamiento (no mostrado). El mecanismo de accionamiento puede ser cualquier tipo de mecanismo adecuado y típicamente es un motor eléctrico conectado al vástago 22 a través de un engranaje adecuado.

50 Una muestra puede ser mezclada en el aparato 10 introduciendo los componentes de la muestra, por ejemplo líquidos o líquidos y sólidos, o bien manualmente o bien utilizando cualquier equipo de dispensación automático adecuado, en el vaso 12 a través de la parte superior abierta del mismo. Si se requiere, se puede utilizar una tapa (no mostrada) para obtener la parte superior abierta del vaso 12. El mecanismo de accionamiento para el impulsor 20 es después operado para girarlo a elevada velocidad, típicamente entre 500 rpm y 4000 rpm, para mezclar los componentes para formar la muestra. El ángulo de las hojas 26 del impulsor 20 respecto a los planos que contiene el eje 24 y la dirección de rotación del impulsor 20 se combinan durante la operación de mezclado para forzar al materiales hacia la base 14 del vaso 12 y después radialmente hacia fuera y axialmente hacia arriba a través de la

separación anular 36 entre el impulsor 20 y la pared periférica 16 del vaso 12.

El muelle 28 gira con el impulsor 20 y su dureza es tal que el material del vaso 12 será forzado axialmente hacia el impulsor 20.

5 Si en algún caso particular se desea ayudar al mezclado, la dirección de rotación del impulsor, y del muelle 28, pueden ser cambiadas o pueden ser realizar en pulsos, o bien en la misma dirección o bien en la dirección inversa.

El accionamiento del impulsor se realiza durante un periodo de tiempo suficiente para producir una mezcla sustancialmente homogénea de componentes para formar la muestra, que puede ser mezcla simple de los componentes o también pueden implicar reacciones físicas químicas.

10 Haciendo ahora referencia a la Figura 2, una vez que la muestra ha sido mezclada, la tapa, si está presente, es retirada de la parte superior del vaso 12 y un miembro de pistón 40, que es una fijación de deslizamiento apretada en el vaso 12, es insertado en el mismo. El miembro de pistón 40 comprende un cuerpo alargado 42 que tiene un pasaje pasante central, 44 que se extiende axialmente, que, en uso, comunica en un extremo con el interior del vaso 12 y forma una abertura de dispensación 46 en el otro extremo. El extremo del miembro de pistón 40 localizable en el vaso 12 es preferiblemente plano y, durante el movimiento axial del miembro de pistón 40 en el vaso 12, se puede acoplar con el muelle 28 para moverlo axialmente hacia el impulsor 20. Cerca del extremo del miembro de pistón 40 situado en el vaso 12, el cuerpo 12 está provisto de un rebaje anular 48 en el cual está situado un anillo de obturación elástico de baja fricción 50, por ejemplo un anillo de obturación de caucho de silicona. La abertura de dispensación 46 está formada en una punta anular corta 52 que se extiende axialmente desde el cuerpo 42 del miembro de pistón 40.

20 El conjunto del vaso 12 y el miembro de pistón 40 es entonces invertido y, o bien manualmente o bien en un aparato de dispensación automático, la presión es aplicada para causar el movimiento relativo del vaso 12 y el miembro de pistón 40 con uno con respecto al otro por lo que el pistón se mueve dentro del vaso 12 para forzar la muestra fuera a través del pasaje 44 para salir a través de la abertura de dispensación 46. En el movimiento dentro del vaso 12 el extremo plano del miembro de pistón 40 se acopla con el muelle 28 para forzarlo hacia el impulsor 20 de manera que no interfiere con, o evita el flujo de la muestra desde el vaso 12, por lo que se maximiza la retirada de la muestra del vaso 12.

Haciendo referencia a la Figura 3, el aparato 110 de acuerdo con la presente invención comprende una disposición de vasos 112, que son esencialmente los mismos que el vaso 12 mostrado en las Figuras 1 y 2.

30 El aparato 110 tiene una placa de soporte 80 sobre la cual está montado un bloque de calentamiento/enfriamiento 82 a través del cual se extienden los elementos de calentamiento 84 y los elementos de enfriamiento 86. Las superficies laterales 88 del bloque 82 están provistas de rebajes de parte cilíndrica 90 para encajar en las paredes 116 (véase más adelante) del vaso 112. Los vasos 112 son retenidos en su sitio en los rebajes 90 mediante un par de placas de sujeción 92 (sólo se muestra la trasera). Las placas de sujeción 92 son accionadas reumáticamente para moverlas en relación de sujeción con los vasos 112 situadas adyacentes a los rebajes 90 y se pueden retraer mediante los muelles (no mostrados). Las caras de las placas de sujeción 92 que están en contacto con los vasos 112 pueden ser planas como se muestra, o alternativamente, pueden tener rebajes de parte cilíndrica complementarios a los rebajes 90.

En la Figura 3, dos vasos 112 se muestran parcialmente retirados de sus posiciones sujetas para hacer posible que un detalle del accionamiento (descrito más adelante) sea ilustrado.

40 Cada vaso 112 tiene una base plana 114 y una pared periférica cilíndrica 116 (ambas mostradas de forma transparente en el dibujos esquemático para hacer posible que se representen las características del interior) que se extienden desde la base 114 hacia arriba para definir una parte superior abierta a través de la cual los componentes de la muestra (no mostrados) pueden ser introducidos en el vaso 112. La base 114 de cada vaso 112 está provista de una extensión cilíndrica inferior 118. Las dimensiones de los vasos 112, que incluyen las relaciones entre H y D y los niveles de llenado son similares a las del vaso 12 mostrado en las Figuras 1 y 2.

Cada vaso 12 está provisto de un impulsor 120 montado en un árbol 122 para la rotación alrededor de los ejes longitudinales del vaso 112. Cada impulsor 120 está situado 4 mm por encima de la base 114 del vaso 112 y tiene varias hojas 126 cada una en ángulo con un plano que contiene el eje del vaso 112. La extensión axial de cada impulsor 120 es típicamente de 8 mm (9% de H).

50 Montados en el lado superior de cada impulsor 120 para girar con el mismo hay unos medios agitadores con forma de muelle helicoidal cilíndrico 128. Cada muelle 128 tiene un paso de 5 mm por lo que la fuerza aplicada al mismo a lo largo del eje del vaso 112 comprimirá el muelle 128 para hacer que las vueltas el mismo queden sustancialmente adyacentes y en contacto entre sí. La altura comprimida el muelle preferiblemente es no mayor de 10 mm (o 12% de H).

55 Cada árbol 122 se extiende a través de una abertura en la base 114 de su respectivo vaso 112 y está en una fijación apretada en el mismo. Cada eje 122 está soportado coaxialmente con el eje de su respectivo vaso 112 mediante un

cojinete (no mostrado) situado dentro de la extensión 118 del vaso 112. Las disposiciones de cojinete y obturación para los árboles 122 son esencialmente como se muestran en la Figura 1.

- 5 Cada árbol 122 tiene un rebaje conformado inferior (no mostrado) para recibir un árbol de accionamiento macho 123 que pasa a través y está montado por un cojinete en la placa de soporte 80. El árbol 123 está acoplado a un mecanismo de accionamiento (no mostrado). El mecanismo de accionamiento puede ser cualquier mecanismo adecuado y típicamente es un motor eléctrico. En una realización, un único motor puede estar conectado a cada uno de los árboles 123 a través de engranajes adecuados. En una realización preferida, cada árbol 123 es individualmente accionado por lo que las diferencias de pares generadas dentro de las muestras se pueden controlar.
- 10 Durante el funcionamiento, los vasos 112 están montados en la placa de soporte 80 junto a respectivos rebajes 90, o bien manualmente o bien utilizando un equipo de manipulación automático, y las placas 92 son accionadas para sujetar los vasos en los respectivos rebajes 90. Las muestras pueden ser mezcladas en cada vaso 112 del aparato 10 introduciendo los componentes de muestra, por ejemplo líquidos o líquidos y sólidos, o bien manualmente o bien utilizando cualquier equipo de dispensación automático conveniente, dentro de los vasos 112 a través de las partes superiores abiertas de los mismos. Si se requiere, se pueden utilizar tapas (no mostradas) para obturar las partes superiores abiertas de los vasos 112. Los mecanismos de accionamiento para los impulsores 120 son entonces accionadas para girarlos a elevada velocidad, típicamente entre 500 rpm y 4000 rpm, para mezclar los componentes para formar las muestras en los respectivos vasos 112 de manera similar a la descrita con respecto a la Figura 1.
- 15 Los accionamientos de los respectivos impulsores 120 son operados durante un periodo de tiempo suficiente para producir una mezcla sustancialmente homogénea de los componentes para formar las muestras, que puede ser mezcla simple de los componentes o también puede implicar reacciones físicas o químicas.
- 20 Las muestras a partir de vasos individuales pueden entonces ser dispensadas sustancialmente como se ha descrito con referencia a la Figura 2. Se apreciará que está dentro del campo de la presente invención que, después de la retracción de las placas 92, la retirada de las tapas, si están presentes, y la presentación de los vasos 112 a una estación de dispensación y el acoplamiento con los respectivos miembros de pistón 40 se puede realizar o bien
- 25 manualmente o bien utilizando un equipo de manipulación automático.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un aparato (10) para mezclar pequeñas muestras de materiales que comprende un vaso (12) para contener los componentes de la muestra que van a ser mezclados, teniendo dicho vaso (12) una base (14), una pared periférica (16) que se extiende desde la base (14) hasta la parte superior de dicho vaso (12) y una parte superior abierta a través de la cual los componentes de la muestra se pueden introducir en dicho vaso (12), un impulsor (20) situado en dicho vaso (12) en, o adyacente a, la base (14), un árbol (22) que se extiende a través de la base (14) en relación rotacional obturada con la misma, extendiéndose dicho árbol (22) coaxialmente respecto a dicho vaso (12) y estando acoplado en relación de accionamiento con dicho impulsor (20), y medios agitadores que comprenden un miembro helicoidal (28) situado en dicho vaso (12) para impartir fuerzas de cizalla a los componentes de la muestra dentro de dicho vaso (12), caracterizado porque dicho miembro helicoidal (28) se puede mover axialmente respecto a dicho vaso (12) hacia la parte inferior de dicho vaso (12) de manera que durante el uso, dicho miembro helicoidal (28) no interfiere con la retirada del material de dicho vaso (12).
- 10 2. El aparato de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicho aparato comprende además una abertura de dispensación (46) capaz de dispensar dichas muestras de material.
- 15 3. El aparato de acuerdo con la reivindicación 2, en el que dichos medios de retirada de material comprenden un miembro de pistón (40) en relación obturada con la pared periférica (16) de dicho vaso (12), teniendo dicho miembro de pistón (40) un pasaje pasante (44) que se extiende axialmente que, en uso, se comunica en un extremo con el interior de dicho vaso (12) y forma dicha abertura de dispensación (46) en el otro extremo, mediante lo cual el movimiento axial de dicho miembro de pistón (40) dentro de dicho vaso (12) para aplicar presión a una muestra formada en el mismo hará que dicha muestra fluya a través de dicho pasaje (44).
- 20 4. El aparato de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el vaso (12) tiene una capacidad total de no más de 100 ml, más preferiblemente no más de 20 ml.
- 25 5. El aparato de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el miembro helicoidal (28) está montado dentro del vaso (12).
- 30 6. El aparato de acuerdo con la reivindicación 5, en el que el miembro helicoidal (28) está montado en el impulsor (20) para girar con el mismo.
- 35 7. El aparato de acuerdo con las reivindicaciones 5 ó 6, en el que el paso del miembro helicoidal (28) permite que el miembro helicoidal (28) sea reducido no más del 20 % de su longitud normal.
- 40 8. El aparato de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, que comprende una disposición de dichos vasos.
- 45 9. Un método para mezclar muestras pequeñas de materiales que comprende proporcionar un vaso (12) para contener los componentes de muestra que van a ser mezclados, teniendo dicho vaso (12) una base (14), una pared periférica (16) que se extiende desde la base (14) hasta la parte superior de dicho vaso (12) y una parte superior abierta a través de la cual los componentes de la muestra son introducidos en dicho vaso (12), un impulsor (20) situado en dicho vaso (12) en, o adyacente a, la base (14), un árbol (22) que se extiende a través de la base (14) en relación rotacional obturada con la misma, extendiéndose dicho árbol (22) coaxialmente respecto a dicho vaso (12) y estando acoplado en relación de accionamiento con dicho impulsor (20), y medios agitadores que comprenden un miembro helicoidal (28) situado en dicho vaso (12) para impartir fuerzas de cizalla a los componentes de la muestra dentro de dicho vaso (12), introducir al menos dos componentes en dicho vaso (12) operar dicho impulsor (20) y miembro helicoidal (28) durante un periodo suficiente para efectuar el mezclado de dichos componentes en una muestra homogénea, caracterizado porque dicho miembro helicoidal (28) se puede mover axialmente respecto a dicho vaso (12) hacia la parte inferior de dicho vaso (12) por lo que durante el uso, dicho miembro helicoidal (28) no interfiere con la retirada del material del vaso (12).
- 50 10. Un método de acuerdo con la reivindicación 9, en el que dicho método comprende además la etapa de dispensar dichas muestras pequeñas de materiales.
- 55 11. Un método de acuerdo con la reivindicación 10, en el que dicho método comprende además colocar dichos medios de retirada de material que comprenden un miembro de pistón (40) adaptado para fijarse en una relación obturada con la pared periférica (16) de dicho vaso (12) dentro de la parte superior de dicho vaso (12), teniendo dicho miembro de pistón (40) un pasaje pasante que se extiende axialmente (44) que comunica en un extremo con el interior de dicho vaso (12) y que forma una abertura de dispensación (46) en el otro extremo, mover dicho miembro de pistón (40) axialmente dentro de dicho vaso (12) para aplicar presión a dicha muestra para hacer que dicha muestra fluya a través de dicho pasaje (44), acoplar también
- 60
- 65

dicho miembro de pistón (40) a dicho miembro helicoidal (28) para aplicar fuerza al mismo y para moverlo axialmente hacia la parte inferior de dicho vaso (12).

- 5
12. Un método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 9 a 11, en el que el miembro helicoidal (28) está montado dentro del vaso (12).
- 10
13. Un método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 10 a 12, en el que la capacidad de muestra del vaso (12) está comprendida entre el 20% y el 95% del volumen del vaso (12), más preferiblemente entre el 20% y el 60% del volumen del vaso (12).
14. Un método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 10 a 13, en el que la capacidad de muestra del vaso (12) es no mayor de 50 ml, más preferiblemente no mayor de 25 ml y preferiblemente está comprendida entre 5 ml y 15 ml.
- 15
15. Un método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 10 a 14, que comprende proporcionar una disposición de dichos vasos y, en paralelo o en serie, introducir dichos al menos dos componentes en cada uno de dichos vasos.

Figura 1

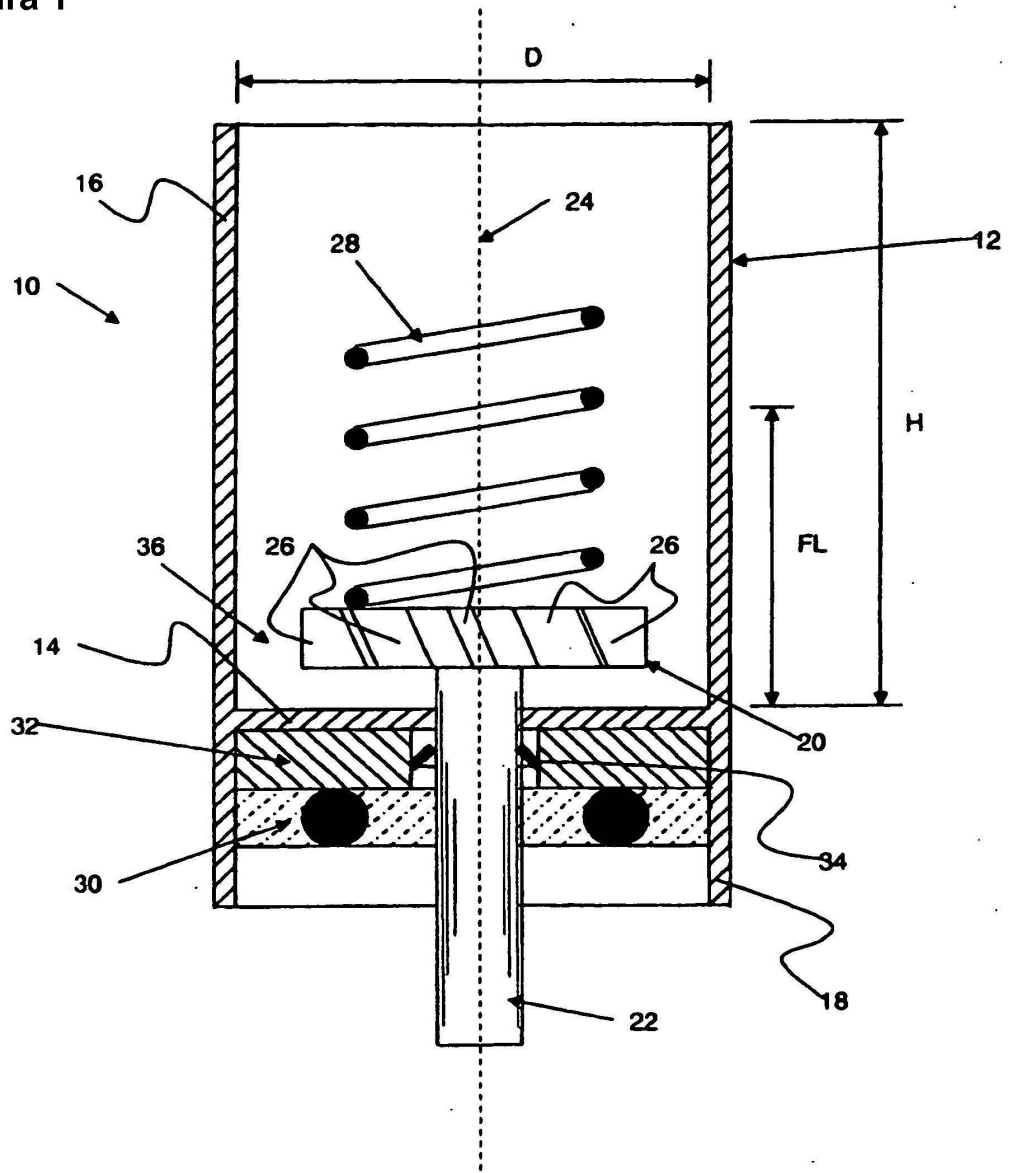


Figura 2

