

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 436 269**

51 Int. Cl.:

G01N 30/10 (2006.01)

G01N 30/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.01.2010 E 10702472 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.10.2013 EP 2394158**

54 Título: **Dispositivo y procedimiento para preparar muestras para cromatografía de gases**

30 Prioridad:

04.02.2009 DE 102009003429

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

30.12.2013

73 Titular/es:

**JOINT ANALYTICAL SYSTEMS GMBH (100.0%)
Carl-Zeiss-Strasse 49
47445 Moers, DE**

72 Inventor/es:

GERSTEL, JOACHIM

74 Agente/Representante:

ES 2 436 269 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

Dispositivo y procedimiento para preparar muestras para cromatografía de gases

5 Campo técnico

La invención se refiere a un dispositivo para preparar muestras para cromatografía de gases que incluye:

- 10 (a) un conducto interior tubular, que puede llenarse con un gas portador;
- (b) un depósito de muestras que puede calentarse de manera controlada;
- (c) un material activo presente en el conducto interior;
- 15 (d) un tubo externo dispuesto coaxialmente alrededor del conducto interior, estando formado entre el conducto interior y el tubo externo un espacio hueco, que está unido con la zona de extremo inferior del conducto interior;
- (e) una salida de división de flujo en el tubo externo;
- 20 (f) una conexión de gas portador prevista en el tubo externo para el suministro de gas portador al espacio hueco;
- (g) una conexión de columna para conectar una columna de cromatografía de gases; y
- (h) medios de control para controlar la corriente de gas portador
- 25 - en un primer ajuste, desde el espacio interno del conducto interior a través del material activo, y
- en un segundo ajuste, desde la conexión de gas portador en sentido inverso a través del material activo hacia la conexión de columna.
- 30

La invención se refiere además a un procedimiento para preparar muestras con fines analíticos, que incluye las etapas de:

- 35 (a) generar una corriente de gas que contiene una muestra gaseosa mediante la vaporización de una muestra y generar una corriente de gas portador que contiene el vapor de muestra;
- (b) conducir la corriente de gas portador que contiene vapor de muestra a través de un material activo en un receptáculo que se encuentra en un tubo externo, seleccionándose el material activo de tal manera que la muestra permanece en el material activo y la corriente de gas residual pasa a través del material activo;
- 40 (c) evacuar la corriente de gas portador conducido a través del material activo a través de un espacio hueco formado entre el receptáculo y el tubo externo y una salida de división de flujo en el tubo externo hacia fuera;
- (d) generar una corriente de gas portador a través del material activo en sentido inverso, de modo que la corriente de gas portador arrastra la muestra presente en el material activo; y
- 45 (e) conducir la corriente de gas portador de muestras hacia una columna de cromatografía de gases.

50 Se conoce introducir muestras por medio de una unidad de alimentación de muestras en columnas de cromatografía de gases. Las unidades de alimentación de muestras de este tipo contienen un cabezal de alimentación de muestras, una cámara de alimentación de muestras tubular, unida con el cabezal de alimentación de muestras, que puede calentarse de manera programada mediante un elemento de calentamiento eléctrico, un tubo vaporizador dispuesto en la cámara de alimentación de muestras, en el que puede introducirse en su extremo alejado del cabezal de alimentación de muestras el extremo de una columna de separación de cromatografía de gases, y

55 medios para introducir gas portador en el tubo vaporizador.

Tales cámaras de alimentación de muestras se conocen, por ejemplo, por un artículo de Schomburg "Probenaufgabe in der Kapillargaschromatographie" en la revista alemana "LABO Kennziffer Fachzeitschrift für Labortechnik" número de julio de 1983, páginas 37 a 46 y el documento DE 34 48 091 C3.

60

Para alimentar una muestra líquida a un cromatógrafo de gases, normalmente se disuelve la muestra en un disolvente, para obtener cantidades manejables. La muestra disuelta se inyecta por medio de una aguja de inyección a través de un cabezal de alimentación de muestras con un septo o una válvula calentada en una corriente de gas portador. La corriente de gas portador transporta la muestra y el disolvente a través de un tubo vaporizador. El tubo vaporizador (conducto interior), que normalmente está compuesto de vidrio, se encuentra en una cámara de alimentación de muestras, que se calienta mediante un elemento de calentamiento. En la publicación en LABO, el

65

elemento de calentamiento es un elemento de calentamiento de aire, calentándose el aire mediante una espiral de calentamiento. En el documento DE 34 48 091 C3 la cámara de alimentación de muestras es un tubo, que está rodeado por un arrollamiento de calentamiento. El tubo vaporizador se encuentra de manera centrada en la cámara de alimentación de muestras tubular. Entre el tubo vaporizador y la cámara de alimentación de muestras está formado un espacio anular. La cámara de recepción de muestras y por consiguiente el tubo vaporizador pueden calentarse de manera programada.

En el funcionamiento "con división de flujo" ("*split*") se vaporiza en primer lugar el disolvente fácilmente volátil. Este disolvente vaporizado circula a través del tubo vaporizador y el espacio anular y se evacua a través de una salida de división de flujo. Entonces, mediante un calentamiento "balístico" hasta temperaturas más altas tiene lugar una vaporización de la verdadera muestra. Una columna de separación, preferiblemente una columna capilar, que sólo necesita y puede procesar cantidades de muestra reducidas, se adentra con su extremo de entrada en el extremo alejado del acceso del tubo vaporizador. El gas portador transporta la muestra a la columna de separación. La columna de separación se calienta según un programa de temperaturas.

Dado que en el tubo vaporizador se ha formado un volumen mayor de gas de prueba, en la entrada de la columna de separación tiene lugar una "concentración" de la muestra. La temperatura de la columna de separación se mantiene en primer lugar reducida. Esto condiciona también una velocidad de transporte reducida de todos los componentes de la muestra en la columna de separación. En la entrada de la columna de separación se forma una espita de gas de muestra. En caso de aumentar la temperatura de la columna de separación, las diferencias de las volatilidades de los diferentes componentes de la muestra se manifiestan más intensamente y conducen a diferentes velocidades de transporte y por consiguiente a una separación de la muestra en "picos", que aparecen por separado de manera sucesiva en la salida de la columna de separación.

Los cabezales de alimentación de muestras requieren una preparación de las muestras más compleja para eliminar una matriz eventualmente interferente.

En el artículo "Monitoring industrial wastewater by online GC-MS with direct aqueous injection" de M. Wortberg, W. Ziemer, M. Kugel, H. Müller y H.-J. Neu en Anal. Bioanal. Chem (2006) 384; 1113-1122 se describe una disposición, en la que se usa un inyector cerrado sin salida de división de flujo. En la cámara de vaporización del inyector se vaporiza la muestra. La muestra vaporizada se conduce a continuación a un conducto interior que se encuentra fuera de la cámara de vaporización. El conducto interior está lleno de Tenax TA. La muestra se queda en el conducto interior frío, mientras que el vapor de agua se elimina. A continuación se calienta el conducto interior y se proporciona la muestra a la columna.

El documento WO2005/04786 A2 da a conocer una disposición para la concentración previa de muestras para cromatografía de gases. La muestra se conduce a través de un adsorbedor. A continuación se extrae mediante lavado de nuevo la muestra fuera del adsorbedor en sentido inverso.

El documento US 6.402.947 B1 describe un adaptador para la transferencia automatizada de una muestra desde una columna de cromatografía de líquidos a una columna de cromatografía de gases para cromatografía tanto de fase inversa como de fase directa. La disposición presenta un conducto interior, en el que desembocan tres conexiones: el extremo de una columna de cromatografía de líquidos, la entrada de una columna de cromatografía de gases y una conexión para evacuar disolvente. El gas portador circula en un modo de transferencia al conducto interior y a través de un adsorbedor que se encuentra en el conducto interior. En un modo de transferencia, la muestra se proporciona desde la columna de cromatografía de líquidos al conducto interior. En un modo de adsorción, el adsorbedor adsorbe la muestra y en un modo de desorción, gas portador atraviesa en sentido inverso el adsorbedor y se conduce a la columna de cromatografía de gases arrastrando la muestra. La disposición requiere un gran número de válvulas, reguladores de presión y conexiones. Por tanto tiene una estructura compleja y su producción es cara.

Descripción de la invención

El objetivo de la invención es crear un dispositivo y un procedimiento del tipo mencionado al principio, que simplifique la preparación de muestras y aumente la exactitud de los resultados analíticos.

Según la invención, el objetivo se soluciona mediante un dispositivo para preparar muestras para cromatografía de gases, que se caracteriza porque

(i) la zona de extremo inferior del conducto interior puede calentarse de manera controlada;

(j) el depósito de muestras está dispuesto en el conducto interior o está introducido con la muestra en el conducto interior,

(k) el material activo está presente en la zona de extremo inferior del conducto interior que puede calentarse de manera controlada;

(l) la conexión de columna para conectar una columna de cromatografía de gases está presente por encima del material activo;

5 (m) la corriente de gas portador, en el primer ajuste, se conduce desde el material activo al espacio hueco y desde allí hacia la salida de división de flujo; y

(n) la corriente de gas portador, en el segundo ajuste, se conduce en sentido inverso a través del espacio hueco y a continuación a través del material activo.

10 En un dispositivo de este tipo, la muestra puede introducirse con el depósito de muestras en el conducto interior. Alternativamente, la muestra se introduce en un depósito de muestras ya dispuesto en el conducto interior. El depósito de muestras puede estar dispuesto en la zona de extremo superior del conducto interior. En particular, el depósito de muestras puede estar sostenido magnéticamente en la zona de extremo superior del conducto interior.

15 En una configuración alternativa adicional, que no forma parte de la invención, el depósito de muestras está dispuesto fuera del conducto interior. Esto es especialmente útil, cuando hay grandes cantidades de muestra. En este ejemplo de realización, el depósito de muestras también puede activarse por medio de un inyector automático.

20 La disposición permite vaporizar lentamente la muestra junto con el disolvente independientemente de la temperatura del conducto interior e independientemente de etapas adicionales para la preparación de muestras.

25 La muestra vaporizada llega en una primera etapa junto con el disolvente al conducto interior. A este respecto, el conducto interior se llena con gas portador. El gas portador puede suministrarse en esta etapa a través de una conexión en el conducto interior o en el cierre del conducto interior. La muestra se conduce con el gas portador a través del material activo y permanece retenida en el mismo. El material activo puede ser un adsorbedor o un material de cambio de fase. El material activo puede disponerse en el conducto interior, por ejemplo, sobre una frita de vidrio o una base de vidrio permeable del conducto interior. El gas portador sale a través de la frita de vidrio o la base de vidrio del conducto interior por debajo. Desde allí llega al espacio hueco entre el conducto interior y el tubo externo. A través de la salida de división de flujo se evacua el gas portador.

30 Cuando la muestra se ha vaporizado completamente y se encuentra en la zona del material activo, se invierte la corriente de gas portador en una segunda etapa de procedimiento. El gas portador se suministra ahora a través de la conexión de gas portador en el tubo externo al espacio hueco entre el conducto interior y el tubo externo. A este respecto, se abre la conexión de columna previamente cerrada. El gas portador circula ahora en sentido inverso a través del espacio hueco y a través del material activo. De éste arrastra la muestra. A continuación se proporciona a través de la conexión de columna a la columna.

35 Preferiblemente, el material activo puede calentarse y/o puede enfriarse. Mediante el enfriamiento se mejora la retención de la muestra vaporizada en la primera etapa. Mediante el calentamiento se mejora la liberación de la muestra en la segunda etapa.

40 Con la disposición según la invención se evacua la matriz de la muestra, mientras que la muestra se retiene en el material activo. A este respecto, la elección del material activo depende de la composición de la muestra y las sustancias que deban analizarse. De manera especialmente ventajosa, la disposición permite la concentración de sustancias fácilmente volátiles y de alto punto de ebullición: las sustancias de alto punto de ebullición ya se adsorben o se retienen tras un tramo corto en el material activo. Las sustancias fácilmente volátiles penetran más profundamente en el material activo. Sin embargo, la liberación tiene lugar en sentido inverso, de modo que las sustancias fácilmente volátiles y las sustancias de alto punto de ebullición entran en contacto al mismo tiempo con la conexión de columna.

45 Preferiblemente, la disposición presenta una trampa fría aguas abajo de la columna. Los medios de control pueden comprender además una conexión de gas auxiliar aguas abajo de la columna, con la que puede generarse una presión de gas en la columna, que es suficiente para impedir la entrada de gas portador en el primer ajuste. La conexión de gas auxiliar puede estar dispuesta aguas arriba o aguas abajo de la trampa fría. Mediante el ajuste de una presión mayor en la columna que en el conducto interior se impide la penetración prematura de la muestra en la columna. Cuando la muestra se ha vaporizado y el gas portador fluye en sentido inverso, se reduce la presión en la columna. De este modo se conduce la muestra a través de la columna. De esta manera se evitan válvulas complejas.

60 De manera similar, los medios de control pueden comprender medios de regulación de la presión para regular la presión en la conexión de gas portador. Al regular la presión hasta la presión en el conducto interior no tiene lugar ningún suministro ni ninguna evacuación de gas portador. Mediante el aumento de la presión se suministra gas portador al espacio hueco entre el conducto interior y el tubo externo.

65 El dispositivo puede comprender una válvula de cierre en la salida de división de flujo. Por consiguiente, puede

cerrarse la salida de división de flujo cuando la corriente de gas portador, en el segundo ajuste, se conduce desde el suministro de gas portador en el tubo externo hacia la conexión de columna.

5 El dispositivo puede estar configurado de tal manera que el depósito de muestras comprenda una unidad de recepción para recibir automáticamente muestras o recipientes de muestra y medios de transferencia para transferir vapor de muestra al conducto interior. Los medios de transferencia pueden estar formados, por ejemplo, por un conducto de transferencia calentado al conducto interior.

10 Un procedimiento según la invención se caracteriza porque el vapor de muestra se genera mediante el calentamiento de un depósito de muestras, que se encuentra en el mismo receptáculo que el material activo.

Preferiblemente, el material activo se calienta en la etapa (e). Para ello puede estar previsto un arrollamiento de calentamiento adecuado alrededor del tubo externo en la zona del material activo.

15 En una configuración adicional de la invención, el material activo se enfría en la etapa (c). Para ello puede conducirse un medio de enfriamiento a la zona del material activo, por ejemplo a espacios huecos entre el arrollamiento de calentamiento.

20 El vapor de muestra se genera mediante el calentamiento de un depósito de muestras, que se encuentra en el mismo receptáculo que el material activo. El depósito de muestras y el material activo pueden estar dispuestos en un conducto interior, que presenta en la zona del depósito de muestras un primer arrollamiento de calentamiento y en la zona del material activo un segundo arrollamiento de calentamiento. El depósito de muestras puede estar formado por un tubo de muestras pequeño, que se sostiene coaxialmente en la zona superior del conducto interior. El vapor de muestra, que se genera durante el calentamiento, llena entonces el conducto interior.

25 En una configuración alternativa, que no forma parte de la invención, el vapor de muestra se genera mediante el calentamiento de un depósito de muestras fuera del receptáculo, en el que se encuentra el material activo. Entonces, el depósito de muestras no está limitado en sus dimensiones. En particular, pueden usarse depósitos de muestras e inyectores automáticos grandes.

30 Configuraciones de la invención son objeto de las reivindicaciones dependientes. A continuación se explican más detalladamente ejemplos de realización haciendo referencia a los dibujos adjuntos.

35 **Breve descripción de los dibujos**

La figura 1 es una vista esquemática a través de una disposición de preparación de muestras en un primer ajuste; la figura 2 muestra la disposición de preparación de muestras de la figura 1 en un segundo ajuste.

40 **Descripción del ejemplo de realización**

La figura 1 muestra un dispositivo designado en general con 10 para preparar una muestra para cromatografía de gases. El dispositivo 10 está dispuesto aguas arriba de una columna 12. A la columna 12 está conectado un detector 14 adecuado. Las columnas 12 y los detectores 14 se conocen en general en la cromatografía de gases y por tanto no es necesario describirlos más detalladamente en este caso.

50 El dispositivo 10 comprende un conducto 16 interior tubular de vidrio con un diámetro interno de algunos mm. El conducto 16 interior presenta una base 18 permeable. Sobre la base 18 se sostiene un material 20 adsorbente. La elección del material 20 adsorbente depende del planteamiento analítico.

El extremo 22 de la columna 12 discurre a través de la base 18 y el material 20 adsorbente al espacio 24 interno del conducto 16 interior.

55 En la zona superior del conducto interior se sostiene un depósito 26 de muestras. Para ello está previsto un soporte 28 inerte permeable. Se entiende que cualquier tipo de soporte es adecuado. En el presente ejemplo de realización, el soporte comprende un imán permanente, que sostiene un anillo de acero en el depósito 26 de muestras.

60 En el depósito 26 de muestras se encuentra una muestra 30, que debe separarse por medio de cromatografía de gases y/o examinarse. La muestra no está tratada o está tratada y puede contener sólidos o componentes residuales difícilmente volátiles.

65 El conducto 16 interior está cerrado en el extremo 32 superior con un tapón 34. Además, en la zona 32 superior está prevista una conexión 36 de gas portador. A través de la conexión de gas portador se suministra un gas noble, nitrógeno o hidrógeno u otros gases portadores o mezclas de gases portadores adecuados desde un abastecimiento de gas portador regulable (no representado).

El conducto 16 interior se encuentra coaxialmente en un tubo 38 externo. El tubo 38 externo se encuentra en una camisa 40. Entre esta construcción tubular de pared doble están previstos dos arrollamientos 42 y 44 de calentamiento. Los arrollamientos 42 de calentamiento están conectados a una fuente de corriente o de tensión y pueden regularse por medio de una unidad de control. El arrollamiento 42 de calentamiento está dispuesto en la zona inferior alrededor del material 20 activo. El arrollamiento 44 de calentamiento está dispuesto en la zona superior alrededor del depósito 26 de muestras. Para vaporizar la muestra se genera una corriente de calentamiento en el arrollamiento 44 de calentamiento. De este modo se calienta la zona del depósito 26 de muestras. Para calentar el material activo se genera una corriente de calentamiento en el arrollamiento 42 de calentamiento. De este modo se calienta la zona del material 20 activo.

Entre el tubo 38 externo y el conducto 16 interior está formado un espacio 46 hueco. El espacio 46 hueco es esencialmente un espacio anular, que está unido en la zona 50 de base a través de canales o interrupciones con el espacio interno del conducto 16 interior. En la zona superior de tubo 38 externo está prevista una salida 48 de división de flujo. Además, en la zona superior de tubo externo está prevista una conexión 52 de gas portador para el suministro de gas portador al espacio hueco.

Una conexión 54 de gas portador adicional está prevista aguas abajo de la columna 12. Una conexión 56 de gas portador adicional está prevista aguas abajo de una trampa 58 fría conectada aguas abajo de la columna. Puede conducirse medio de enfriamiento a través de un suministro 60 de medio de enfriamiento a espacios huecos entre el arrollamiento 42 de calentamiento. De esta manera puede enfriarse el material 20 activo.

La disposición descrita funciona tal como sigue:

En primer lugar se añade una muestra 62 a un depósito 26 de muestras. El depósito 26 de muestras se lleva desde arriba al soporte 28 en el conducto 16 interior abierto. A continuación se cierra el conducto 16 interior. Ahora se lleva el dispositivo 10 a un primer ajuste, que se muestra en la figura 1. En este ajuste, se conduce gas portador a través de la conexión 36 al conducto 16 interior. Esto se representa mediante las flechas 64.

Al mismo tiempo se calienta el depósito 26 de muestras con la muestra 62 por medio del elemento 44 de calentamiento. El arrollamiento 44 de calentamiento conectado se simboliza mediante secciones transversales rellenas. El arrollamiento 42 de calentamiento está frío. Esto se simboliza mediante secciones transversales no rellenas. En lugar de esto se conduce medio de enfriamiento a través de la conexión 60 a los espacios huecos entre el arrollamiento 42 de calentamiento. De esta manera se enfría el material 20 activo.

La salida 48 de división de flujo está abierta. Esto se representa mediante una flecha 66. En las conexiones 52, 54 y 56 se aplica una presión de gas portador, que se encuentra en el intervalo de la presión de gas en el conducto 16 interior o ligeramente por encima. Esto se representa mediante las flechas 68, 70 y 72. De esta manera se impide una entrada prematura de gases. La muestra 62 se calienta y se vaporiza poco a poco al espacio 24 interno del conducto 16 interior. Esto se ilustra mediante las flechas 74. Junto con el gas 64 portador del suministro 36, la muestra 74 vaporizada circula a través del medio 20 activo. El gas 64 portador circula sin impedimento a través del medio 20 activo. Esto se representa mediante las flechas 76. El medio 20 activo adsorbe y retiene la muestra 74. A este respecto, los componentes de la muestra difícilmente volátiles, de alto punto de ebullición, permanecen retenidos de manera prematura en la zona superior del medio 20 activo. Los componentes de la muestra fácilmente volátiles, de bajo punto de ebullición, penetran profundamente en el medio 20 activo y permanecen retenidos en primer lugar en la zona inferior del medio 20 activo. Se entiende que se usa tanto medio 20 activo y la densidad del medio activo se selecciona de tal manera, que se retengan en el mismo todos los componentes de la muestra deseados.

El gas portador circula en el espacio 46 hueco hacia arriba. Esto se representa mediante las flechas 80. A través de la salida 48 de división de flujo se evacua el gas portador. El primer ajuste, que se representa en la figura 1, se mantiene hasta que la muestra 62 se ha vaporizado en la medida deseada. A este respecto, existe la posibilidad de que queden restos de matriz no deseados, por ejemplo sólidos o componentes de la muestra difícilmente volátiles, en el depósito 26 de muestras (véase la figura 2). Tras la vaporización en la medida deseada se lleva el dispositivo a un segundo ajuste. Éste se representa en la figura 2.

En el segundo ajuste no se suministra ningún gas portador a través de la conexión 36. La salida 48 de división de flujo está cerrada. El elemento 44 de calentamiento está desconectado. El suministro 60 de frío está desconectado. La presión de gas portador en las conexiones 54 y 56 está desconectada. Al mismo tiempo o a continuación se calienta el medio 20 activo a través del arrollamiento 42 de calentamiento. A través de la conexión 52 se conduce gas portador al espacio 46 hueco. Esto se representa mediante las flechas 82 y 84. Se reconoce que la corriente 84 de gas portador en el segundo ajuste tiene lugar en sentido contrario, de arriba abajo, en el espacio 46 hueco al del primer ajuste de la figura 1.

El gas portador se conduce, igualmente en sentido inverso de abajo arriba, a través del medio 20 activo calentado. Mediante el calor se vaporiza la muestra retenida en el mismo. La corriente de gas portador arrastra la muestra. El gas portador representado mediante las flechas 86 y la muestra representada mediante las flechas 88 fluyen a

ES 2 436 269 T3

través de la conexión 22 de columna hacia la columna 12. Allí se separa y se analiza la muestra de manera conocida.

- 5 La disposición descrita tiene la ventaja de que la muestra puede vaporizarse lentamente. No es necesario prepararla de manera compleja y posibilita así el análisis en línea de procesos. Con el procedimiento, los componentes difícilmente volátiles y fácilmente volátiles de la muestra se encuentran separados de la matriz y al mismo tiempo en el conducto interior. Esta buena concentración posibilita picos especialmente marcados en la separación en la columna también en el caso de una vaporización lenta. No es necesaria una vaporización ultrarrápida.
- 10 Según el circuito de las conexiones 54 y 56 de gas portador, la columna 12 y/o la trampa 58 fría pueden lavarse por contracorriente con gas portador. A este respecto, en lugar del gas portador también puede usarse cualquier otro gas auxiliar. El gas que entra en contacto con estas conexiones sirve sólo para activar y desactivar la columna, así como el lavado por contracorriente.
- 15 Un ejemplo de realización alternativo adicional (no representado) funciona con un tubo de termodesorción. En este caso no se vaporiza una muestra líquida, sino que se conduce una muestra gaseosa a través del tubo. Allí se adsorben las partes de la muestra que van a analizarse. El gas residual se evacua. Mediante lavado por contracorriente del tubo con un gas portador se desorbe de nuevo la muestra acumulada y puede suministrarse a un instrumento analítico adecuado, por ejemplo a un cromatógrafo de gases. El tubo es independiente del instrumento analítico y tras el proceso de adsorción se acopla a la inversa al instrumento analítico.
- 20

REIVINDICACIONES

1. Dispositivo (10) para preparar muestras (62) para cromatografía de gases, que incluye
- 5 (a) un conducto (16) interior tubular, que puede llenarse con un gas (64) portador;
- (b) un depósito (26) de muestras que puede calentarse de manera controlada;
- 10 (c) un material (20) activo presente en el conducto (16) interior;
- (d) un tubo (38) externo dispuesto coaxialmente alrededor del conducto interior, estando formado entre el conducto interior y el tubo externo un espacio (46) hueco, que está unido con la zona de extremo inferior del conducto interior;
- 15 (e) una salida (48) de división de flujo en el tubo (38) externo;
- (f) una conexión (52) de gas portador prevista en el tubo (38) externo para el suministro de gas portador (82) al espacio (46) hueco;
- 20 (g) una conexión (22) de columna para conectar una columna (12) de cromatografía de gases; y
- (h) medios de control para controlar la corriente de gas portador
- 25 - en un primer ajuste, desde el espacio (24) interno del conducto (16) interior a través del material (20) activo, y
- en un segundo ajuste, desde la conexión (52) de gas portador en sentido inverso a través del material (20) activo hacia la conexión (22) de columna,
- 30 caracterizado porque
- (i) la zona de extremo inferior del conducto (16) interior puede calentarse de manera controlada;
- 35 (j) el depósito (26) de muestras está dispuesto en el conducto (16) interior o está introducido con la muestra en el conducto (16) interior,
- (k) el material (20) activo está presente en la zona de extremo inferior del conducto (16) interior que puede calentarse de manera controlada;
- 40 (l) la conexión (22) de columna para conectar una columna (12) de cromatografía de gases está presente por encima del material (20) activo;
- (m) la corriente de gas portador, en el primer ajuste, se conduce desde el material activo al espacio (46) hueco y desde allí hacia la salida (48) de división de flujo; y
- 45 (n) la corriente de gas portador, en el segundo ajuste, se conduce en sentido inverso a través del espacio (46) hueco y a continuación a través del material (20) activo.
2. Dispositivo según la reivindicación 1, caracterizado porque el depósito (26) de muestras está dispuesto en la zona de extremo superior del conducto (16) interior.
- 50 3. Dispositivo según la reivindicación 2, caracterizado porque el depósito de muestras está dispuesto magnéticamente en la zona de extremo superior del conducto (16) interior.
- 55 4. Dispositivo según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el material (20) activo es un adsorbedor o un material de cambio de fase.
5. Dispositivo según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el material (20) activo puede calentarse y/o puede enfriarse.
- 60 6. Dispositivo según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por una trampa (58) fría aguas abajo de la columna (12).
7. Dispositivo según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque los medios de control comprenden una conexión (54; 56) de gas auxiliar aguas abajo de la columna (12), con la que puede generarse una presión de gas en la columna (12), que es suficiente para impedir la entrada de gas portador
- 65

en el primer ajuste.

- 5 8. Dispositivo según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque los medios de control comprenden medios de regulación de la presión para regular la presión en la conexión (52) de gas portador.
9. Dispositivo según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por una válvula de cierre en la salida (48) de división de flujo.
- 10 10. Dispositivo según una de las reivindicaciones anteriores 1 ó 3 a 9, caracterizado porque el depósito de muestras comprende una unidad de recepción para recibir automáticamente muestras o recipientes de muestra y medios de transferencia para transferir vapor de muestra al conducto interior.
- 15 11. Procedimiento para preparar muestras con fines analíticos, que incluye las etapas de:
- (a) generar una corriente de gas que contiene una muestra gaseosa mediante la vaporización (74) de una muestra y generar una corriente de gas portador que contiene el vapor de muestra;
- 20 (b) conducir la corriente de gas portador que contiene vapor de muestra a través de un material (20) activo en un receptáculo (16) que se encuentra en un tubo externo, seleccionándose el material (20) activo de tal manera que la muestra permanece en el material (20) activo y la corriente (76) de gas residual pasa a través del material activo;
- 25 (c) evacuar la corriente (80) de gas portador conducido a través del material activo a través de un espacio (46) hueco formado entre el receptáculo y el tubo externo y una salida (48) de división de flujo en el tubo (38) externo hacia fuera;
- 30 (d) generar una corriente de gas portador a través del material (20) activo en sentido inverso, de modo que la corriente de gas portador arrastra la muestra presente en el material activo; y
- 35 (e) conducir la corriente (86, 88) de gas portador de muestras hacia una columna (12) de cromatografía de gases,
- caracterizado porque
- (f) el vapor de muestra se genera mediante el calentamiento de un depósito (26) de muestras, que se encuentra en el mismo receptáculo (16) que el material activo.
- 40 12. Procedimiento según la reivindicación 11, caracterizado porque el material activo se calienta en la etapa (d).
13. Procedimiento según una de las reivindicaciones 11 a 12, caracterizado porque el material activo se enfría en la etapa (b).

Fig. 1

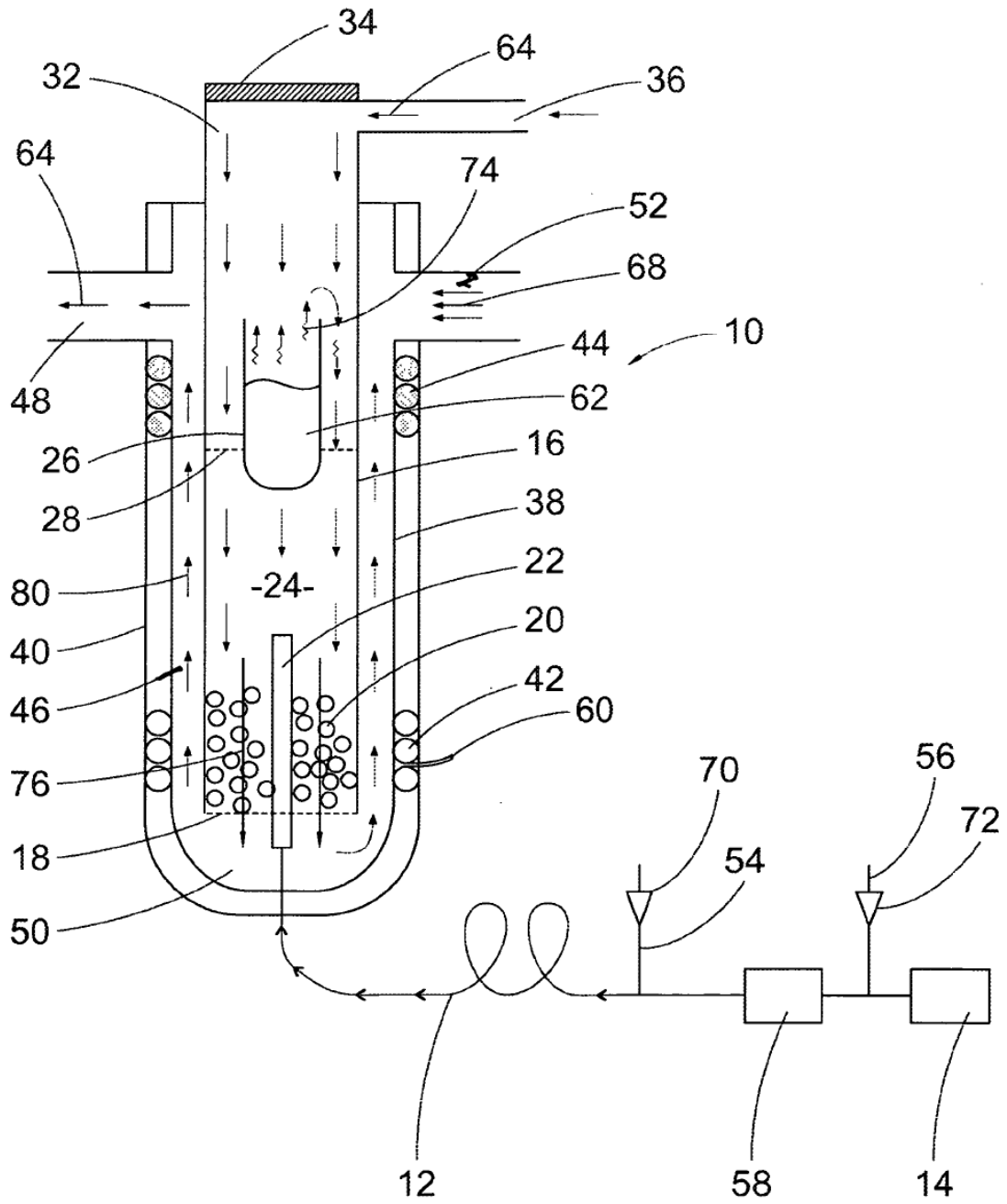


Fig. 2

