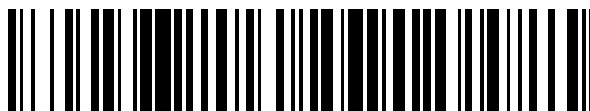


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 674 131**

51 Int. Cl.:

**G01N 1/08** (2006.01)

**G01N 1/20** (2006.01)

**G01N 33/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **11.11.2009 PCT/FR2009/052172**

87 Fecha y número de publicación internacional: **20.05.2010 WO10055262**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.11.2009 E 09768179 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.04.2018 EP 2350605**

54 Título: **Dispositivo y procedimiento de muestreo y recuperación de partículas apiladas**

30 Prioridad:

**12.11.2008 FR 0806291**

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

**27.06.2018**

73 Titular/es:

**TOTAL RAFFINAGE FRANCE (100.0%)  
2 place Jean Millier, La Défense  
92400 Courbevoie, FR**

72 Inventor/es:

**LEROY, PASCAL;  
COTTARD, BERNARD y  
PINON, ULYSSE**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

ES 2 674 131 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 de muestreo y recuperación de partículas apiladas

La invención se refiere a un dispositivo y un procedimiento de muestreo y/o recuperación de materias sólidas dispuestas en un estado particulado en una o varias capas.

5 La invención se aplica más particularmente a cualquier tipo de materias sólidas, en polvo o en granos, como por ejemplo cereales almacenados en silos de los que se desea conocer el estado de fermentación, arenas, gravas, carbones, cementos u otras materias sólidas, de las que desea conocer la calidad de los granos y/o sus propiedades fisicoquímicas representativas de su disposición y/o de su apilado, por ejemplo en un recinto.

10 Más precisamente, la invención se aplica al muestreo y/o la recuperación de granos de catalizadores en un recinto de tipo reactor químico, por ejemplo con el fin de realizar diferentes análisis y/o pruebas fisicoquímicos. Estos análisis y/o pruebas pueden permitir determinar si el catalizador debe cambiarse totalmente o en parte, o medir su estado de actividad, o incluso evaluar la calidad de dicho catalizador a enviar a regeneración.

15 En efecto, estos análisis y/o pruebas fisicoquímicos efectuados sobre unos granos de catalizador extraídos del lecho fijo de un reactor químico, por ejemplo la evaluación de los contenidos en metales, en carbono o en diferentes contaminantes, permiten verificar si el catalizador ha sufrido modificaciones durante su transporte, su mantenimiento en el transcurso de la carga en unos toneles, contenedores o finalmente, en dicho reactor. Permiten también controlar si los granos de catalizador han sufrido un envejecimiento durante el ciclo de su utilización en presencia de un hidrocarburo, una compactación, incluso una contaminación, un envenenamiento, o también un colmatado.

20 Más particularmente, es a esta última aplicación que consiste en muestrear y/o extraer unos granos de catalizador en un lecho fijo de reactor químico, a la que se hará referencia en lo que sigue de la presente descripción, sin embargo el dispositivo y su procedimiento asociado, objetos de la presente invención, se aplican a cualquier tipo de muestreo y/o de recuperación de materias sólidas dispuestas en un estado particulado.

25 No es fácil extraer una muestra representativa en un apilado de partículas sin afectar gravemente al orden de dicho apilado. Una solución conocida es hacer una o varias extracciones con ayuda de un tubo que se hace penetrar en el grosor de las partículas sólidas, principalmente en toda su altura.

Unos dispositivos que permiten el muestreo y/o la recuperación de partículas sólidas apiladas mediante esta última técnica, también denominada "sondaje" se conocen y describen en varias decenas de patentes.

30 Se divulgan otros dispositivos que no utilizan el sondaje sino que funcionan por aspiración, por ejemplo en US 4.072.059 o GB 1.538.652. Estos dispositivos pueden presentar el inconveniente de desplazarse y de extraer la materia sólida, no solamente en su extremo, sino igualmente alrededor del conjunto de la zona de extracción, principalmente cuando la sonda de extracción incluye unas luces en la periferia para mejorar la aspiración. Además se alcanza rápidamente el límite del dispositivo cuando la capa superior del catalizador es dura, por ejemplo convertida en coque, no pudiendo dicho dispositivo penetrar fácilmente en el lecho de catalizador.

35 Otro dispositivo de muestreo y/o recuperación de granos de catalizador, que funciona por fluidificación, se describe en la edición de la patente francesa FR 2.566.530 del presente Solicitante. El dispositivo comprende dos tubos coaxiales conectados entre sí de manera estanca en los que el espacio anular que separa los tubos se conecta a un fluido a presión con el fin de que las partículas sólidas se recojan por el extremo inferior del tubo interno y se encaminen por el interior de dicho tubo hasta un colector. El documento US2005/0262928 describe un conector anular provisto de ranuras helicoidales para guiar un gas a presión al extremo de un aparato de recogida de muestras. Todos estos dispositivos, disponibles en la técnica, presentan uno o varios inconvenientes, pueden ser insuficientes por ejemplo en términos de:

- velocidad o caudal de extracción,
- precisión de dicha extracción,
- capacidad de penetración en el lecho fijo de catalizador, principalmente cuando este es graso, y/o presenta unos
- 45 granos de catalizadores compactados, amalgamados y/o convertidos en coque,
- capacidad para elevar las partículas recogidas, en particular cuando el colector se sitúa por encima de la sonda de extracción,
- preservación de las partículas (extracción sin pérdida excesiva de partículas), y/o
- representatividad de la extracción.

50 El objeto de la presente invención se dirige a remediar totalmente o en parte estos inconvenientes proponiendo un dispositivo y un procedimiento asociado que permiten muestrear y/o recuperar cualquier tipo de partículas sólidas dispuestas en estado particulado en una o varias capas.

55 Según un primer aspecto, la invención tiene por objeto un dispositivo de muestreo y/o recuperación de materias sólidas apiladas en estado particulado, que comprende una sonda de extracción conectada a un colector de muestreo, estando el dispositivo caracterizado porque la sonda comprende o está constituida por:

- al menos dos tubos coaxiales, un tubo interno y un tubo externo, conectados de modo estanco en su parte superior y que presentan unas partes inferiores adecuadas para penetrar en el apilado de las materias sólidas,
- un espacio anular entre los dos tubos al que se conecta una fuente de fluido a presión,
- una conexión del extremo superior del tubo interno al colector de muestras para encaminar hacia él las partículas extraídas gracias principalmente a la acción del fluido a presión,
- una rampa helicoidal que comprende al menos una parte de espira fija y enrollada alrededor de la parte inferior externa del tubo interno y cuya longitud de la espira es sustancialmente igual a la diferencia de los radios interno del tubo externo y externo del tubo interno.

El dispositivo según la invención permite realizar más fácilmente unas extracciones de materias sólidas, en particular en el caso de catalizador, principalmente de unos granos de catalizador cargados densos y dispuestos en un lecho fijo, por ejemplo, al final del ciclo de funcionamiento, es decir cuando los catalizadores están convertidos en coque, compactados y/o grasos. Sin desear quedar vinculado por esta teoría, el fluido vector a presión canalizado por la rampa helicoidal genera cerca del extremo inferior de la sonda de extracción un movimiento turbulento que facilita el despegue y la elevación de las partículas. De modo particular el dispositivo según la invención permite recoger unas muestras de partículas representativas del apilado, principalmente de la altura de este apilado, y con un mínimo de degradación de estas partículas, principalmente en cuanto a su granulometría.

Es de ese modo cómo están accesibles con el dispositivo, objeto de la invención unas alturas de extracción de varios metros, incluso superiores a diez metros en un lecho fijo de catalizador; adaptándose en este último caso la longitud de la sonda a la altura del lecho mediante la adición de varias extensiones, conectadas de modo estanco sucesivamente entre ellas y fijas sobre dicha sonda.

Con relación a la técnica, las extracciones y/o muestreos de materias sólidas con el dispositivo de la presente invención son más rápidas, incluso en medios difíciles, y sobre todo más fácilmente realizables gracias a la mejor eficacia del dispositivo.

El dispositivo objeto de la presente invención puede permitir igualmente el rellenado de partículas en lugar y sustitución de la materia sólida extraída. Este rellenado mediante catalizador nuevo, regenerado u otro, tiene lugar por el tubo central cuando se ha terminado la extracción de granos de catalizador.

Las partículas muestreadas y/o extraídas por el dispositivo pueden ser de cualquier tipo, tales como granos de catalizador, bolas, etc. Las partículas pueden ser igualmente de cualquier tamaño. Sin embargo, dichas partículas presentan en general una longitud comprendida entre 0,5 mm y 50 mm, y preferentemente entre 1 mm y 15 mm, así como un diámetro comprendido entre 0,2 mm y 10 mm, y preferentemente, comprendida entre 0,5 mm y 6 mm.

Estas partículas pueden ser, por ejemplo y sin limitación, unos granos de catalizadores, unos carbones, unos cereales, unos cementos, unas arenas, unas gravas, unos minerales y/o unos compuestos químicos o plásticos.

Pueden estar apiladas en un recinto, tal como un reactor, un silo, un vagón, un camión o bien presentarse en la forma de montones, apilados, montículos de escorias o estructuras equivalentes.

Las partículas a extraer pueden estar presentes en un medio gaseoso o líquido.

El colector de partículas, conectado a la parte superior del tubo interno, se alimenta, a través del tubo central, por la llegada de los granos de catalizador fluidificado por medio del fluido a presión.

Este colector puede comprender en su interior una materia elástica de tal manera que las partículas recogidas no se rompan o poco durante su impacto en dicho colector y no sean arrastradas con los polvos del catalizador.

Puede disponerse en el colector una salida para estos polvos mezclados con fluido a presión. Un ciclón dispuesto aguas abajo de dicho colector, puede permitir a continuación separar y orientar de modo diferente los polvos y dicho fluido a presión.

El colector puede presentar un tamaño suficiente para reunir el conjunto de la muestra deseado.

Según una variante, el colector no presenta un tamaño de ese tipo, sino unas partes de la muestra se recogen sucesivamente en recipientes identificados y adaptados a una salida dedicada del colector a medida que se produce la extracción.

El extremo inferior del tubo interno, sobre el que se instala la rampa helicoidal, puede estar retraído respecto al extremo inferior del tubo externo. Esta disposición puede permitir, al limitar al fluido a presión a difundirse al exterior del tubo externo, la mejora de la capacidad de aspiración de las partículas y permitir a dicho fluido a presión fluidificar las partículas inmediatamente colocadas bajo la sonda, y arrastrar estas partículas en el tubo interno hacia el colector de materias sólidas.

Particularmente esta retracción puede variar de 1 a 50 mm, y preferentemente de 1 a 30 mm.

Este extremo inferior del tubo externo puede presentar un reducido grosor, y principalmente estar biselado hacia el

- interior, y/o hacia el exterior en una altura comprendida entre 1 mm y 50 mm, y preferentemente entre 5 mm y 30 mm, por ejemplo de manera que el extremo del tubo esté afilado con el fin de permitir una mejor penetración de la sonda en el apilado de partículas. Otro efecto obtenido con el extremo del tubo externo en forma de bisel es limitar la salida de fluido a presión al exterior de dicho tubo externo, es decir sin el apilado de partículas, fuera de la zona de extracción de dichas partículas. Además, este mismo extremo biselado puede configurarse de tal manera que el fluido a presión se dirija a la salida del espacio anular hacia el eje central de los tubos mediante una disposición particular del extremo inferior del tubo externo.
- 5
- Particularmente, puede disponerse unas calzas entre el interior del tubo externo y el exterior del tubo interno, con el fin principalmente de que la distancia anular sea sustancialmente la misma sobre la circunferencia dada y en toda la longitud de la sonda.
- 10
- La relación entre el radio interno del tubo externo y el radio externo del tubo interno puede variar de 1,1 a 30 y preferentemente de 1,2 a 5.
- En cada una de las configuraciones de asociaciones de los tubos internos y externos, el tubo externo se conecta a una llegada de fluido a presión, también llamado gas vector, que puede ser aire o un gas neutro, tal como nitrógeno.
- 15
- La presión de este fluido puede variar de 0 a 2,5 MPa, preferentemente de 0,05 a 2,5 MPa y preferentemente entre 0,1 y 1 MPa.
- Por supuesto, cuanto mayor es la altura entre el extremo inferior de la sonda y el extremo superior de dicha sonda o mayor es el colector, mayor debe ser la presión del fluido. Por ejemplo cuando esta altura es de una decena de metros, la presión puede variar de 1 a 1,5 MPa.
- 20
- La rampa helicoidal dispuesta en la parte inferior del tubo interno puede dividir el espacio anular en al menos dos canales, en particular cuatro canales o más, en función del número de espiras, o de partes de espiras instaladas. El impacto del fluido sobre el desprendimiento de los granos de catalizador y posteriormente la puesta en movimiento de estos granos en el extremo inferior del tubo externo, será tanto mayor cuanto mayor sea el número de espiras, es decir cuanto mayor es el número de canales.
- 25
- La altura de la rampa helicoidal puede estar comprendida entre 50 mm y la altura del tubo interno recubierto por el tubo externo y preferentemente entre 150 mm y 500 mm.
- El espacio anular, es decir la anchura de la espira de la rampa helicoidal, es sustancialmente igual a la distancia comprendida entre los tubos interno y externo.
- El grosor de la espira está comprendido entre 0,1 mm y 50 mm, y preferentemente, entre 1 y 10 mm.
- 30
- Por "anchura de la espira", se entiende en el sentido de la presente invención la distancia que separa la parte más lejana de la espira de la pared externa de la rampa helicoidal.
- Por "grosor de la espira", se entiende en el sentido de la presente invención la distancia que separa las paredes de la espira perpendiculares a la rampa helicoidal.
- El paso de la espira está comprendido entre 10 mm y 300 mm, y preferentemente, entre 30 mm y 100 mm.
- 35
- El paso puede ser igualmente progresivo, es decir que presente unos pasos variables sobre un mismo equipo.
- Esta parte helicoidal puede instalarse sobre la parte inferior de la sonda de manera irreversible.
- Según otra variante, esta parte se monta extraíble con relación a la parte inferior de la última extensión de la sonda. Puede fijarse principalmente mediante un paso de rosca complementario que presente en la parte externa del tubo interior. En este caso la fijación debe ser estanca sobre el tubo interno.
- 40
- El caso del montaje extraíble es particularmente ventajoso puesto que esto permite adaptar la rampa con relación al estado de las partículas, al tipo de las partículas y/o al estado de su apilado.
- De ese modo, una única sonda con varias partes extraíbles disponibles permite unas extracciones en numerosos tipos de condiciones.
- 45
- Ventajosamente, la parte interna del tubo externo que recubre la rampa helicoidal contiene una ranura dispuesta sustancialmente en medio de 2 espiras y cuyo paso es sustancialmente igual al de las espiras.
- Preferentemente, el volumen de la ranura entre dos espiras es igual al de una espira.
- Ventajosamente y según un modo de realización particular, el tubo interno comprende al menos una luz dispuesta en su grosor y cuyo eje longitudinal forma un ángulo de sustancialmente 45° con la horizontal. Esta luz aporta una energía suplementaria, por medio de la presión del fluido a presión, con el fin de facilitar la elevación de las partículas sólidas fluidificadas en el tubo interno.
- 50

5 Ventajosamente y según otro modo de realización, el dispositivo comprende al menos un sistema complementario destinado a aumentar la velocidad de las partículas en el tubo central, con el fin de mejorar su encaminamiento al colector. Este sistema puede disponerse alrededor del tubo interno, justamente hasta por encima del extremo superior del tubo externo y en particular situado en la proximidad, por ejemplo a menos de 50 cm, y preferentemente a menos de 100 cm del colector.

Este sistema puede estar constituido por un recinto estanco, que rodea al tubo interno, siendo alimentado dicho recinto por un segundo fluido gaseoso, tal como aire o un gas neutro. El tubo interno, recubierto por el recinto estanco, incluye al menos una luz para la circulación de dicho fluido gaseoso.

10 Teniendo en cuenta unas dimensiones de las partículas extraídas, la altura de la extracción, la presión del este segundo fluido gaseoso puede ser diferente a la del fluido utilizado para la fluidificación de las partículas y principalmente más elevada.

Según un segundo aspecto, la invención tiene también por objeto un procedimiento de extracción y/o de muestreo de materias sólidas apiladas en estado particulado, con ayuda del dispositivo según la invención caracterizado porque

- 15 - el extremo inferior de la sonda del dispositivo se posiciona verticalmente u oblicuamente sobre las materias sólidas,  
 - el fluido gaseoso se introduce a la presión deseada entre los dos tubos interno y externo,  
 - las materias sólidas se recogen en el recipiente colector de dicho dispositivo a medida que dicha sonda penetra en el apilado,  
 20 - el final de la extracción, es decir la detención de la penetración de la sonda se obtiene por corte de la alimentación del fluido gaseoso.

Más particularmente este procedimiento se efectúa de modo continuo.

Las materias sólidas se recogen a medida del avance de la penetración de la sonda en el apilado de las partículas.

La sonda puede introducirse en el apilado de manera vertical, pero también de manera oblicua.

25 Es igualmente posible servirse de la sonda para llegar a extraer unas partes no deseadas presentes en un apilado.

Según un tercer aspecto, la invención tiene por objeto la utilización de un dispositivo según la invención para la extracción de muestras en un apilado de partículas colocado en una atmósfera gaseosa o líquida.

**Breve descripción de las figuras:**

La invención se describe ahora con referencia a los dibujos adjuntos, no limitativos, en los que:

- 30 - la figura 1 es una representación esquemática del dispositivo según la invención destinado al muestreo y/o la recuperación de materias sólidas dispuestas en estado particulado en una o varias capas.  
 Dichas materias sólidas pueden ser, por ejemplo y no limitativamente, unos granos de catalizador dispuestos densos en un recinto de tipo reactor químico.  
 35 - La figura 2 es una representación esquemática de varios tipos de rampas helicoidales que pueden equipar la parte inferior del tubo interno del dispositivo según la invención.

En la figura 1 el dispositivo está constituido por:

- una sonda (1) de extracción cuya parte inferior se introduce en el apilado de las materias sólidas, de acuerdo con el procedimiento objeto de la presente invención.  
 - un colector (2) de muestras unido mecánicamente a la sonda por el extremo superior del tubo (7) interno.

40 La sonda (1) está constituida por dos tubos coaxiales, un tubo (3), llamado tubo interno y dispuesto en el interior de un tubo (4) llamado tubo externo.

Los tubos interno y externo se conectan de modo estanco en su parte (20) superior mientras que sus extremos (13) y (14) inferiores son adecuados para penetrar en el apilado de las materias sólidas.

45 El extremo (14) inferior del tubo externo está biselado hacia el interior para una mejor penetración de la sonda en las materias sólidas.

Entre los dos tubos, un espacio (5) anular al que se conecta una fuente de fluido (6) a presión, generalmente gas, más precisamente aire o un gas raro, tal como nitrógeno habida cuenta de las propiedades químicas de las materias sólidas a muestrear o recuperar. Pueden posicionarse unas calzas (no representadas) de grosor y fijarse en el espacio anular para asegurar una distancia anular constante entre los dos tubos en toda la longitud de la sonda.

50 En el extremo inferior del tubo interno se enrosca, a través de un paso (21) de rosca, o se fija mecánicamente, una

rampa (19) helicoidal constituida por una o varias espiras (8).

La anchura de la espira (9) es sustancialmente igual a la diferencia de longitud entre los radios interno del tubo exterior y externo del tubo interior.

5 Se dispone al menos una luz (15) en el grosor del tubo interno con el fin de facilitar la elevación de las materias sólidas fluidificadas al interior del tubo (3) interno.

La sonda de extracción del dispositivo representado en la figura 1, comprende un sistema complementario destinado a crear una depresión en la parte superior del tubo (3) interno de la sonda, con el fin de mejorar aún la elevación de las partículas sólidas en el colector (2) de muestras.

10 Este sistema se compone de un recinto (16) estanco que rodea una parte superior del tubo (3) interno, siendo alimentado dicho recinto con un fluido gaseoso tal como aire o un gas (17) raro. Se dispone al menos una luz (18) en el grosor del tubo interno, en el interior de dicho sistema complementario para mejorar por depresión, la elevación de las materias sólidas en el colector de muestras.

15 La sonda (2) de extracción comprende una salida (10) de fluido gaseoso que arrastra igualmente los eventuales polvos de materias sólidas elevados al mismo tiempo que dichas materias sólidas, así como una salida (11) dedicada a las muestras de materias sólidas que puedan recuperarse en un frasco (12) de muestras. Aguas abajo de la salida (10) puede instalarse un ciclón (no representado) para separar el gas de los eventuales polvos.

En la figura 2 se representan en tres tipos de rampa helicoidal constituidas por 1 (1'), 2 (2') y 4 espiras (3').

El impacto del fluido a presión que llega en el extremo del tubo externo a las materias sólidas será tanto mayor si la rampa helicoidal cuenta con 1, 2 o 4 espiras.

20 En efecto, con 1 espira (4') un único canal (5') conducirá al fluido en el apilado de las materias sólidas.

Habrà, para una presión dada, 2 canales (6' y 7') con 2 espiras y 4 canales (8', 9', 10' y 11') de llegada de fluido a presión con 4 espiras, permitiendo canalizar dicho fluido y darle un movimiento turbulento de tipo vórtice con el fin de obtener un mejor desprendimiento de las materias sólidas así como la mejor fluidificación para finalmente mejorar el movimiento de elevación de las materias sólidas en el tubo (3') interno, y por tanto en el colector de muestras.

25 Un ejemplo de rampa helicoidal realizada de acuerdo con la invención y que comprende 4 espiras regularmente e igualmente repartidas presenta las siguientes dimensiones:

- longitud total: 170 mm,
- diámetro externo del tubo de soporte de las espiras: 30 mm,
- longitud en la que se disponen las espiras: 130 mm,
- 30 - anchura de cada espira: 3 mm,
- grosor de cada una de las espiras: 3 mm,
- paso de arrollamiento: 80 mm.

### Ejemplo

35 Un dispositivo, constituido por su sonda de extracción y su colector de muestras se utiliza en un reactor químico para extraer unas muestras de granos de catalizador dispuestas en un lecho fijo en el interior de dicho reactor.

El catalizador está constituido mayoritariamente por alúmina a la que se han añadido varios porcentajes de óxidos de níquel y de molibdeno.

Los granos de catalizador tienen la granulometría media siguiente:

- 40 - longitud: 4,1 mm
- diámetro: 1,5 mm

La sonda tiene una longitud total de 1,50 m y está constituida de acuerdo con la presente invención, con las siguientes características:

- radio externo del tubo interno: 17 mm,
- radio interno del tubo interno: 15 mm,
- 45 - radio externo del tubo externo: 27 mm,
- radio interno del tubo externo: 25 mm,
- distancia de retracción entre los extremos inferiores de los tubos externo e interno: 15 mm,
- el extremo inferior del tubo externo está biselado hacia el interior del tubo en una longitud de 10 mm,
- se dispone una luz con un diámetro de 2 mm en el grosor del tubo interno a 1 m del extremo inferior de dicho tubo y cuyo eje longitudinal forma un ángulo de 45° con la horizontal,
- 50 - sin sistema complementario para el aumento de la velocidad de elevación de las partículas en la dirección del

- colector de muestras,  
 - la rampa helicoidal incluye 4 espiras y sus dimensiones están de acuerdo con las indicadas anteriormente.

Se realizan dos ensayos (A y B) sucesivamente haciendo variar la presión del fluido gaseoso (aire) en el espacio anular de 1 (ensayo A) a 0,15 MPa (ensayo B).

- 5 A la salida dedicada de los granos de catalizador del colector de muestras, se instaló un frasco de un litro para cada una de las fases de recuperación de las materias sólidas.

- 10 Para cada uno de estos dos ensayos, se realizaron dos medidas análogas en las mismas condiciones (Prueba 1 y Prueba 2) con respectivamente un dispositivo de acuerdo con la presente invención tal como se ha descrito anteriormente y otro dispositivo disponible en la técnica y descrito en el documento FR2566530 y cuyas dimensiones de los dos tubos y del colector de muestras son idénticas al dispositivo de acuerdo con la presente invención.

Para cada uno de los ensayos, se midió el tiempo de penetración de la sonda, en el lecho catalítico, inicialmente de 0 a 30 cm, y posteriormente de 30 a 60 cm, se pesó a continuación la masa de los granos de catalizador recuperada, y posteriormente se calculó el caudal medio de recogida de granos del catalizador (véase la tabla 1 a continuación).

- 15 **Tabla 1:** Utilización del dispositivo de acuerdo con la invención (Prueba 1) comparativamente con un dispositivo disponible en la técnica (Prueba 2) en un lecho catalítico de granos de catalizador dispuesto en un reactor.

<b>ENSAYO A/ Presión de aire en el espacio anular 0,1 MPa</b>						
	<b>Penetración de la sonda 0 à 30 cm</b>			<b>Penetración de la sonda 30 à 60 cm</b>		
	<b>Tiempo (s)</b>	<b>Masa de granos de catalizador recogida (g)</b>	<b>Caudal de recogida de muestras (g/s)</b>	<b>Tiempo (s)</b>	<b>Masa de granos de catalizador recogida (g)</b>	<b>Caudal de recogida de muestras (g/s)</b>
Prueba 1	6,5	613,1	94	11,3	913,9	81
Prueba 2	9,5	550,6	58	22,1	697,8	32
<b>ENSAYO B/ Presión de aire en el espacio anular 0,15 MPa</b>						
	<b>Penetración de la sonda 0 à 30 cm</b>			<b>Penetración de la sonda 30 à 60 cm</b>		
	<b>Tiempo (s)</b>	<b>Masa de granos de catalizador recogida (g)</b>	<b>Caudal de recogida de muestras (g/s)</b>	<b>Tiempo (s)</b>	<b>Masa de granos de catalizador recogida (g)</b>	<b>Caudal de recogida de muestras (g/s)</b>
Prueba 1	1,9	327,3	170	9	947,1	105
Prueba 2	5,5	302,8	55	22,8	1054	46

En efecto, los tiempos de penetraciones de la sonda objeto de la invención son globalmente más cortos en un factor que varía de 1,5 a 3. Es lo mismo para los caudales de muestras recogidas.

- 20 El dispositivo de acuerdo con la presente invención y su procedimiento de utilización asociado, permiten por tanto disminuir los tiempos de manipulación, en tanto que aumentan las calidades de las materias sólidas extraídas.

REIVINDICACIONES

1. Dispositivo de muestreo y/o recuperación de materias sólidas apiladas en un estado particulado, que comprende una sonda (1) de extracción conectada a un colector (2) de muestras, comprendiendo o estando constituida la sonda (1) por:
- 5 - al menos dos tubos coaxiales, un tubo (3) interno y un tubo (4) externo, conectados de modo estanco por su parte (20) superior y que presentan unas partes (13, 14) inferiores adecuadas para penetrar en el apilado de las materias sólidas,  
 - un espacio (5) anular entre los dos tubos (3, 4) al que está conectado una fuente de fluido (6) a presión,  
 10 - una conexión (7) del extremo superior del tubo (3) interno al colector (2) de muestras para encaminar hacia él las partículas extraídas gracias principalmente a la acción del fluido (6) a presión, estando el dispositivo **caracterizado porque** la sonda comprende además  
 - una rampa (19) helicoidal que comprende al menos una parte (8) de espira fijada y enrollada alrededor de la parte inferior externa del tubo (3) interno y de la que la longitud (9) de la espira es sustancialmente igual a la diferencia de los radios interno del tubo (4) externo y externo del tubo (3) interno.
- 15 2. Dispositivo según la reivindicación 1, **caracterizado porque** la longitud entre el extremo (14) inferior del tubo (4) externo y el extremo (13) inferior del tubo (3) interno está comprendida entre 1 mm y 50 mm, y preferentemente, entre 1 mm y 30 mm.
3. Dispositivo según la reivindicación anterior, **caracterizado porque** el extremo (14) inferior del tubo (4) externo está biselado en una longitud comprendida entre 1 mm y 50 mm, y preferentemente comprendida entre 5 mm y 20 30 mm.
4. Dispositivo según las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** la relación de las longitudes entre el radio interno del tubo (4) externo y el radio externo del tubo (3) interno está comprendida entre 1,1 y 30 y preferentemente entre 1,2 y 5.
5. Dispositivo según las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** la presión del gas vector está comprendida entre 0 MPa y 2,5 MPa, y preferentemente entre 0,1 MPa y 1 Mpa.
- 25 6. Dispositivo según las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** la rampa (19) helicoidal puede dividir el espacio (5) anular al menos en dos partes, en particular cuatro partes.
7. Dispositivo según la reivindicación 6, **caracterizado porque** la altura de la rampa (19) helicoidal está comprendida entre 50 mm y la altura del tubo (3) interno recubierta por el tubo (4) externo, y preferentemente entre 30 150 mm y 500 mm.
8. Dispositivo según las reivindicaciones 6 y 7, **caracterizado porque** el grosor (9) de la o de las espiras (8) está comprendido entre 0,1 mm y 50 mm, y preferentemente, entre 1 mm y 10 mm.
9. Dispositivo según las reivindicaciones 6 a 8, **caracterizado porque** el paso de la o las espiras (8) está comprendido entre 10 mm y 300 mm, y preferentemente, entre 30 mm y 100 mm.
- 35 10. Dispositivo según una de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado porque** la rampa (19) helicoidal está montada sobre la parte inferior del tubo (3) interno de manera irreversible.
11. Dispositivo según una de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado porque** la rampa (19) helicoidal está montada extraíble con relación a la parte inferior del tubo (3) interno, principalmente fijada mediante un paso de rosca complementario presente en la parte inferior del tubo (3) interno.
- 40 12. Dispositivo según las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** el tubo (4) externo que recubre la rampa (19) helicoidal contiene una ranura dispuesta sustancialmente en el medio de 2 espiras (8) y cuyo paso es sustancialmente igual al paso de las espiras (8).
13. Dispositivo según las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** el tubo (3) interno comprende al menos una luz (15) dispuesto en su grosor.
- 45 14. Dispositivo según las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** comprende al menos un sistema destinado a aumentar la velocidad de las partículas, con el fin de mejorar su encaminamiento al colector (2).
15. Dispositivo según la reivindicación 14, **caracterizado porque** el sistema se dispone en la parte superior externa del tubo (3) interno.
- 50 16. Dispositivo según las reivindicaciones 14 y 15, **caracterizado porque** el sistema está constituido por un recinto (16) estanco, que rodea la parte superior del tubo (3) interno y alimentado con un fluido (17) a presión.



17. Dispositivo según las reivindicaciones 14 a 16, **caracterizado porque** se dispone al menos una luz (18) en el grosor del tubo (3) interno en el interior del recinto (16).

5 18. Procedimiento de muestreo y/o recuperación de materias sólidas apiladas en el estado particulado, con ayuda del dispositivo según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 17, **caracterizado porque** se realizan las operaciones siguientes:

- 10
- el extremo inferior de la sonda del dispositivo se posiciona verticalmente u oblicuamente sobre las materias sólidas,
  - el fluido gaseoso se introduce a la presión deseada entre los dos tubos interno y externo,
  - las materias sólidas se recogen en el recipiente colector de dicho dispositivo a medida que dicha sonda penetra en el apilado,
  - el final de la extracción, es decir la detención de la penetración de la sonda se obtiene por corte de la alimentación del fluido gaseoso.

15 19. Uso del dispositivo según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 17 o del procedimiento según la reivindicación 18 para la extracción de muestras en un apilado de materias sólidas dispuestas en el estado particulado en una o varias capas en una atmósfera gaseosa o líquida.

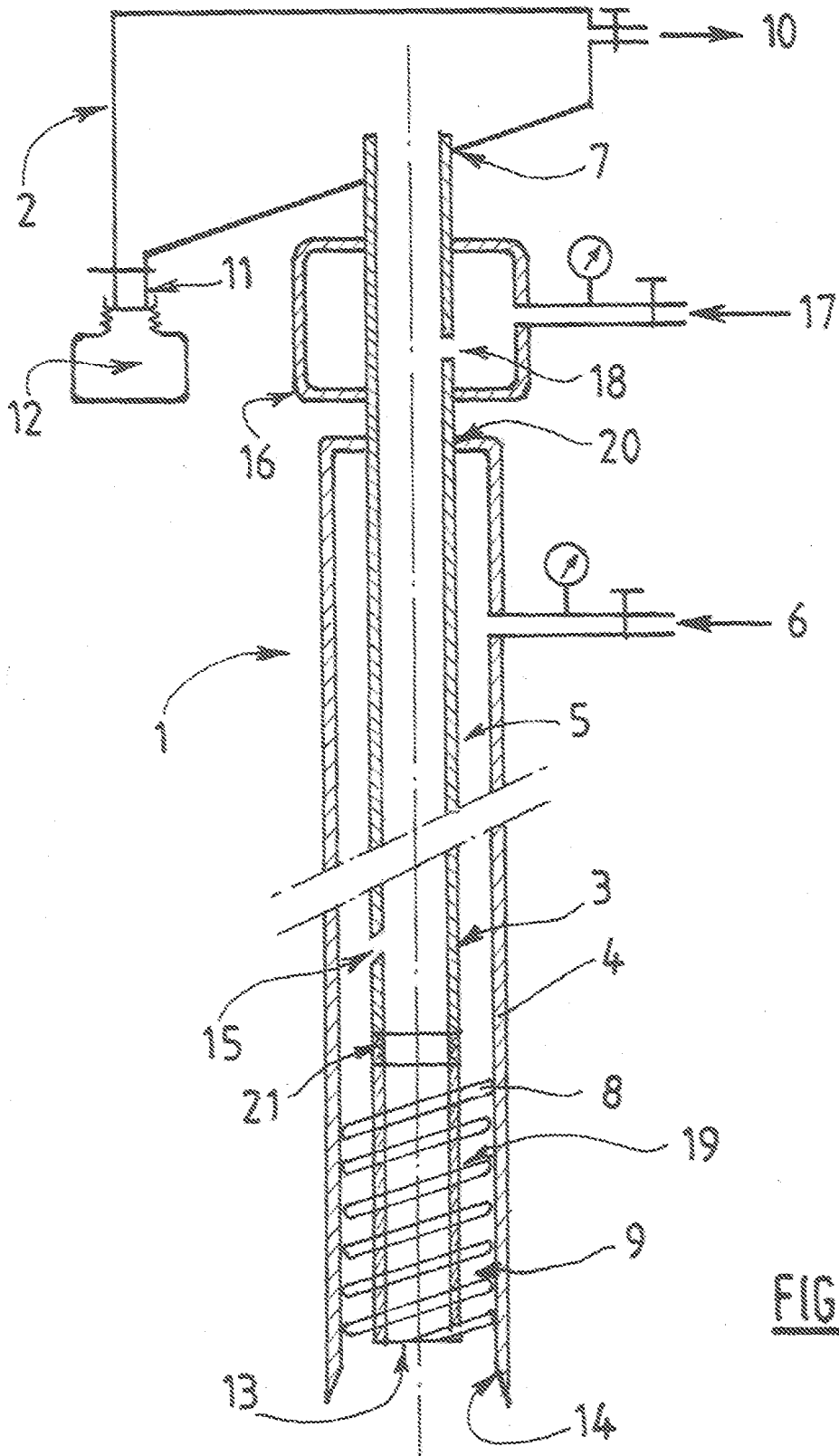


FIG.1

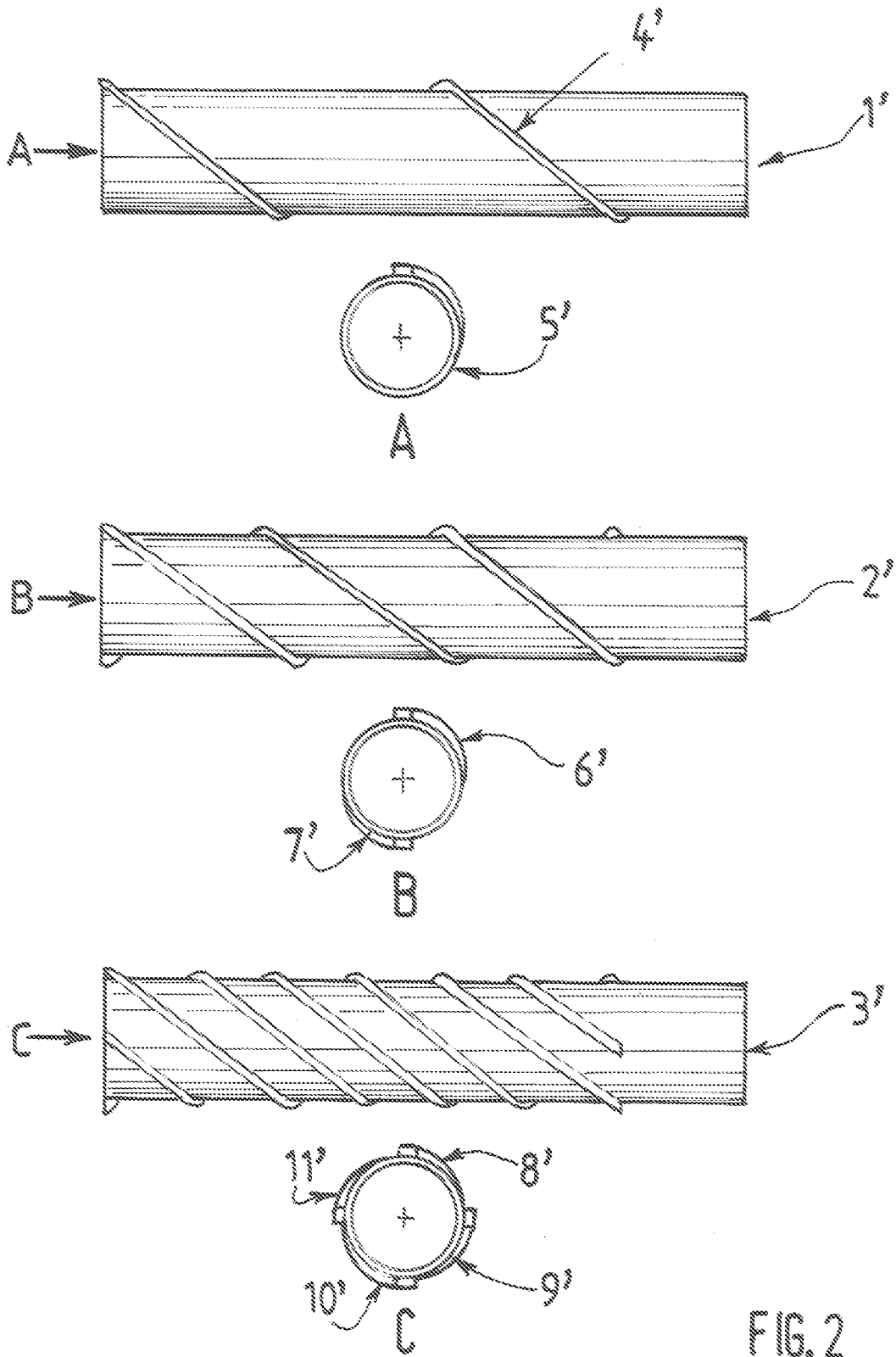


FIG. 2