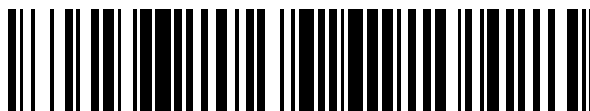


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 675 918**

51 Int. Cl.:

G01N 7/00 (2006.01)

G01N 21/05 (2006.01)

G01N 21/35 (2014.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **07.10.2014** **PCT/IB2014/065111**

87 Fecha y número de publicación internacional: **14.04.2016** **WO16055833**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.10.2014** **E 14789893 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.06.2018** **EP 3204749**

54 Título: **Analizador de líquidos**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la
traducción de la patente:
13.07.2018

73 Titular/es:

FOSS ANALYTICAL A/S (100.0%)
Foss Allé 1
3400 Hillerød, DK

72 Inventor/es:

ANDERSEN, HANS VILLEMOES y
JUHL, HENRIK VILSTRUP

74 Agente/Representante:

GARCÍA GONZÁLEZ, Sergio

ES 2 675 918 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

Analizador de líquidos

- 5 La presente invención se refiere a un analizador de líquidos, particularmente a uno que tiene un sistema de flujo para transportar un líquido dentro y fuera de una zona de medición, más particularmente a un analizador de líquidos configurado para generar espectros de transmisión y/o reflexión en el infrarrojo medio del líquido que son utilizables en el análisis composicional del líquido.
- 10 Se conoce un analizador de líquidos, por ejemplo, de los documentos de patente US 2013/228690, EP 2009437 y EP 1835276, que en general comprende una entrada de muestra de líquido para inmersión en una muestra de líquido; una zona de medición, tal como puede definirse por una cubeta de medición u otra región de confinamiento de líquido; y una salida de escape de muestras; todos conectados a través de conductos de líquido de un sistema de flujo. El sistema de flujo comprende además una disposición de control de flujo que
- 15 incluye una bomba acoplada a una sección de los conductos entre la entrada de muestra y la zona de medición y que puede operar para provocar un flujo de líquido hacia y desde la zona de medición. El analizador conocido comprende además una sección de medición que incluye un detector operable para analizar un líquido en la zona de medición.
- 20 Es bien conocido el determinar componentes de una muestra de líquido usando técnicas de atenuación óptica, por ejemplo, constituyentes de productos de vinificación; o uno o más de grasa, lactosa, glucosa, proteína, urea y/o adulterantes en una muestra de líquido que contiene grasa tal como en muestras de sangre, leche o productos lácteos. De acuerdo con tales técnicas, la muestra de líquido se interroga transmitiendo radiación óptica a la muestra de líquido y midiendo una atenuación dependiente de la longitud de onda de la radiación
- 25 óptica interrogante provocada por la muestra usando un espectrómetro, tal como un interferómetro o un monocromador. A partir de esta medición, se pueden calcular las concentraciones de componentes de interés dentro de la muestra. El cálculo se realiza en un procesador de datos que utiliza un modelo de calibración o predictivo mediante el cual se establece una relación entre el componente de interés y la atenuación de radiación óptica dependiente de la longitud de onda medida. En el presente contexto, el término "radiación óptica" se debe entender como la radiación dentro del espectro electromagnético que se extiende a través de una parte o toda la región espectral de ultravioleta a infrarrojo, dependiendo de las propiedades de absorción esperadas de la muestra que se va a interrogar. Habitualmente, para muestras líquidas se emplea ventajosamente radiación en el infrarrojo medio.
- 30 Para poder realizar un cálculo preciso, es necesario determinar con precisión la cantidad de líquido interrogado por la radiación óptica. Esto se logra generalmente al tener la zona de medición en forma de una cubeta de medición de un espesor preciso y conocido. Para las mediciones en el infrarrojo medio, este espesor es típicamente del orden de alrededor de 50 micras (μm).
- 35 Como parte de la producción de leche, por ejemplo, los componentes de la leche se dividen incrementalmente y recombinan cada vez más mediante ósmosis y técnicas de filtración con el fin de generar productos lácteos reproducibles con precisión. Esta práctica resulta en concentrados de leche y aislados de leche que son viscosos y pueden contener altos niveles de lactosa y sólidos totales. Además, las lecherías buscan diferenciarse a través de la introducción de productos para segmentos de alto valor como la nutrición, el deporte y la salud. Esto significa agregar sabores naturales y artificiales, agregar concentrados y sustituir componentes con pectina,
- 40 almidones y gelatina para obtener textura.
- En general, es muy probable que los diversos productos lácteos y de yogur resultantes que se fabrican hoy día contengan una gama de partículas, así como aditivos que los hacen difíciles de manipular en el sistema de flujo del analizador de líquidos conocido. Las partículas pueden provocar bloqueos, particularmente en la entrada de muestra y en la zona de medición, y los aditivos a menudo aumentan la viscosidad del líquido que se bombea, lo que puede dificultar el transporte de líquido dentro y fuera de la zona de medición. Estos problemas, como se apreciará, no se limitan a la leche y se vuelven particularmente problemáticos cuando se emplea una cubeta de medición que está dimensionada para su uso en análisis del infrarrojo medio.
- 50 El objetivo de la presente invención es proporcionar un analizador de líquidos que tenga un sistema de flujo de líquido que sea más robusto, que haga que el analizador sea más versátil, sobre el analizador conocido y proporcionar así uno que resuelva uno o más de los problemas mencionados anteriormente asociados con el analizador de líquidos conocido.
- 55 Por consiguiente, se proporciona un analizador de líquidos como se establece y delimita por la presente reivindicación 1.
- 60 Un analizador de líquidos que comprende una entrada de muestra de líquido para inmersión en una muestra de líquido; al menos una zona de medición; conductos de líquido dispuestos para conectar en comunicación de flujo
- 65

la entrada de muestra y la al menos una zona de medición; y un primer módulo de bomba, que comprende preferiblemente una bomba de desplazamiento positivo tal como una bomba de jeringa, acoplada a los conductos de líquido y que puede operar para efectuar un flujo de líquido en los mismos; en el que el analizador de líquidos comprende además un primer monitor de presión dispuesto para medir la presión entre la entrada de muestra y la al menos una zona de medición y un controlador adaptado para recibir una salida del primer monitor de presión representativa de la presión medida y controlar la operación del primer módulo de bomba para regular el flujo de líquido en los conductos de líquido en dependencia de los mismos. De este modo, la velocidad de flujo en el analizador de líquidos puede adaptarse automáticamente a la viscosidad, como se indica a partir de las mediciones de presión, de la muestra que se toma a través de la entrada de muestra.

De manera útil, el controlador está adaptado para controlar la operación del primer módulo de bomba en respuesta a la salida recibida desde el primer monitor de presión para mantener la presión monitorizada en un valor igual o superior a un valor preestablecido cuando el módulo opera para mover la muestra de líquido de la entrada de muestra. De esta forma, a medida que la viscosidad del líquido que se bombea aumenta, la velocidad de flujo del líquido aún puede seguir la velocidad de la bomba. En particular, cuando se emplea una bomba de jeringa en el primer módulo de bomba, se reduce la probabilidad de que el movimiento del pistón no sea seguido por la entrada de muestra en la cámara de jeringa.

Los bloqueos también pueden ser detectados a partir de la presión monitorizada y la operación correctiva del módulo de bomba puede iniciarse automáticamente.

En una realización, los bloqueos en la entrada de muestra pueden detectarse monitorizando la salida del primer monitor de presión para determinar si se produce una caída de presión creciente durante la operación de la primera bomba para mover el líquido en una dirección desde la entrada de muestra de líquido a la primera bomba. Esto indica un bloqueo de la entrada de muestra. El controlador está configurado para retrolavar la entrada de muestra invirtiendo la dirección del flujo de líquido producido por el primer módulo de bomba para hacer que el líquido fluya desde la primera bomba y fuera de la entrada de muestra de líquido. De manera útil, el analizador de líquidos comprende además medios de accionamiento conectados de manera operativa a la entrada de muestra de líquido para variar su ubicación dentro de la muestra de líquido que puede operar después de tal retrolavado. Por lo tanto, se reduce la posibilidad de que el material retrolavado vuelva a entrar en la entrada de muestra.

Estos, así como objetivos adicionales, características y ventajas de la presente invención, se entenderán mejor mediante la consideración de la siguiente descripción detallada y no limitativa de una o más realizaciones de la presente invención, realizada con referencia a los dibujos de las figuras anexas, en las cuales:

La Figura 1 muestra una representación esquemática de un analizador de líquidos de acuerdo con la presente invención; y

La Figura 2 muestra una representación esquemática de una válvula de contrapresión adecuada para su uso en el analizador de líquidos de acuerdo con la presente invención.

Considerando ahora una realización a modo de ejemplo de un analizador de líquidos 2 que se ilustra en la Figura 1. Una entrada de muestra de líquido 4, ejemplificada en la presente realización mediante una pipeta, se proporciona como parte del analizador de líquidos 2 para inmersión en una muestra de líquido 6 que aquí se ilustra como contenida en un vaso de análisis 8. Ventajosamente, pero no esencialmente, un calentador 10 se encuentra en contacto térmico con la entrada de muestra de líquido 4 para calentar la porción de la muestra 6 dentro de la entrada de muestra de líquido 4. Esto minimiza la longitud del sistema de flujo ya que la provisión de un calentador de muestra separado en línea con la entrada 4 agregará tanto el volumen como la longitud al sistema de flujo. Además, se apreciará que la mayoría de las muestras tienen una viscosidad menor cuando se calientan. Esto significa que la muestra puede bombearse más fácilmente/más rápido usando una entrada de muestra de líquido calentado 4. Se apreciará que el calentador 10 se puede realizar de muchas maneras conocidas en la técnica, pero aquí está, a modo de ejemplo solamente, como un calentador resistivo simple con un elemento de calentamiento de alambre enrollado alrededor de la entrada de muestra de líquido 4. Para evitar que partículas (típicamente partículas más grandes), fibras u otros desechos ingresen en el analizador de líquidos 2, se puede proporcionar un filtro 14 en la punta abierta de la entrada de muestra de líquido 4. Ventajosamente, la temperatura de la muestra se mide proximalmente a la punta abierta de la entrada de muestra de líquido 4. Junto con la temperatura de la sección calentada 12 de la entrada de muestra de líquido 4. La medición de temperatura en la sección calentada 12 puede emplearse útilmente en un lazo de control del calentador 10. La medición de la temperatura de la muestra puede ser útil en un control de avance del calentamiento. Al conocer la temperatura de la muestra y los volúmenes de admisión y cuando se transporta la muestra, se puede obtener una corrección de la temperatura más rápida y mejor.

Al menos una, en la presente realización dos, zona de medición 16; 16' también se proporciona como parte del analizador de líquidos 2. Una zona de medición 16 es, a modo de ejemplo y en la presente realización,

delimitada por una cubeta de medición formada al menos en parte de un material que es translúcido para que se emplee radiación óptica para interrogar una muestra de líquido dentro de la zona de medición 16. Un filtro en línea 18 puede proporcionarse antes de la zona de medición de la cubeta de medición 16, en la dirección del flujo de líquido hacia la primera zona de medición 16 desde la entrada de muestra de líquido 4. Preferiblemente, el filtro en línea 18 debe colocarse proximal a la entrada a la zona de medición 16 para reducir el volumen de muestra de líquido a filtrar antes del análisis y, por lo tanto, reducir la carga sobre el filtro 18, reduciendo así el potencial de obstrucción del filtro 18. La forma y construcción de la zona de medición 16 dependerá de la técnica de medición que se emplee en el analizador de líquidos 2 para realizar el análisis de la muestra de líquido.

Una salida de escape de muestra 20 se proporciona como componente del analizador de líquidos 2 para recibir la muestra de líquido que se ha introducido en el analizador de líquidos 2 a través de la entrada de muestra de líquido 4. En la presente realización, la salida de escape de muestra 20 se proporciona para canalizar líquido a desperdiciar, pero en otras realizaciones podría configurarse para transferir líquido para su reutilización (dicha configuración puede emplearse útilmente cuando el analizador de muestras 2 está dispuesto en una ramificación de derivación de un conducto de flujo en una línea de producción).

También se incluye un sistema de flujo en el analizador de líquidos 2 y comprende conductos de líquido 22 dispuestos para conectarse en comunicación de flujo con al menos la entrada de muestra de líquido 4; la zona de medición 16 y, aquí también, la salida de escape de muestra 20. El sistema de flujo comprende además un primer módulo de bomba P1 que tiene una bomba 24, preferiblemente una bomba de desplazamiento positivo, más preferiblemente una bomba de pistón de tipo jeringa, operativamente acoplada en línea a una sección 22a de conductos 22 que conectan la entrada de muestra de líquido 4 con la zona de medición 16. También opcionalmente incluido como parte del sistema de flujo se encuentra un segundo módulo de bomba P2 que tiene una bomba 26, preferiblemente una bomba de desplazamiento positivo, más preferiblemente una bomba de pistón de tipo aguja, que está operativamente acoplada en línea a una sección 22b de conductos 22 después de la zona de medición 16, en una dirección de flujo de líquido desde la primera bomba 24 a la zona de medición 16 y está preferiblemente también en comunicación líquida con la salida de escape de muestra 20 a través de una sección 22c de los conductos 22 del sistema de flujo.

Una bomba de desplazamiento positivo tiene una cavidad de expansión en el lado de succión y una cavidad decreciente en el lado de descarga. El líquido fluye hacia la bomba a medida que la cavidad en el lado de succión se expande y el líquido sale de la descarga a medida que la cavidad colapsa. El volumen es constante dado cada ciclo de operación. Por lo tanto, una bomba de desplazamiento positivo producirá el mismo flujo a una velocidad de bombeo dada sin importar la presión de descarga. Esto ha llevado a que la bomba de desplazamiento positivo se conozca como una "máquina de flujo constante". Las bombas de desplazamiento positivo 24;26 se realizan preferiblemente como bombas de pistón ya que ventajosamente tales bombas de pistón tienen fases de succión y descarga separadas de su ciclo operativo y un volumen de cavidad que puede ajustarse de manera relativamente fácil (tanto límites de tamaño como velocidad de cambio) para ajustar condiciones de flujo dentro del analizador de líquidos 2.

De acuerdo con la presente realización y únicamente a modo de ejemplo, los módulos de bomba P1, P2 están contruidos de forma idéntica y cada uno comprende además válvulas de control de flujo 28;30; 32;34 y los monitores de presión primero y segundo 36;38 como componentes de P1 y P2, respectivamente. Opcionalmente y no mostrados elementos calentadores separados (tales como elementos calentadores resistivos enrollados) pueden ponerse en contacto térmico con cada bomba 24;26 para ayudar a mantener la temperatura deseada de la muestra de líquido dentro del analizador de líquidos 2. En una realización, un elemento calentador puede proporcionarse en contacto térmico solo con la primera bomba 24 para mantener una temperatura deseada de la muestra de líquido que pasa hacia una o más de las zonas de medición 16;16'.

Se proporciona un controlador 40 en conexión operable con al menos el primer módulo de bomba P1 y, como se ilustra en la presente realización a modo de ejemplo, también se proporciona en conexión operable con el segundo módulo de bomba P2 cuando este módulo de bomba P2 está presente. El controlador 40 está configurado para recibir como entrada una salida de al menos el primer monitor de presión 36 que representa una presión medida por ese monitor 36. El controlador 40 está configurado además para proporcionar como salida una señal de control al menos al primer módulo P1 mediante el cual se controla su operación a fin de regular el flujo de líquido en el sistema de flujo en respuesta a la salida de al menos el primer monitor de presión 36, como se describirá con más detalle a continuación. Se apreciará que, a pesar de que se ilustra en la presente realización como una unidad única, el controlador 40 puede comprender dos o más unidades, cada una de las cuales puede estar configurada para proporcionar un subconjunto de la funcionalidad del controlador 40, pero todas las cuales cooperan conjuntamente para proporcionar la funcionalidad global del controlador 40 como se describe en la presente memoria. Además, el controlador 40 se puede realizar como un componente de una unidad que está configurada para proporcionar funcionalidad además de la del controlador 40, tal como se describe en este caso, por ejemplo, el controlador 40 se puede realizar como parte de un procesador de datos que se configura adicionalmente para procesar los datos de medición (como se describe a continuación) con el fin de proporcionar un análisis composicional del líquido en una o más de las zonas de medición 16;16'.

El analizador de líquidos 2 comprende además una sección de medición 42 que proporciona una modalidad de medición adecuada, que en la presente realización es una modalidad de medición basada en un espectrómetro óptico. En esta realización, la sección de medición 42 comprende un instrumento espectrómetro óptico configurado en acoplamiento óptico con la cubeta de medición 16 y está adaptado, de una manera bien conocida en la técnica, para interrogar la porción de muestra de líquido en la cubeta de medición 16 transmitiendo radiación óptica, por ejemplo radiación óptica en el infrarrojo medio, en la muestra de líquido y midiendo una atenuación dependiente de la longitud de onda de la radiación óptica interrogante provocada por la muestra, típicamente después de la transmisión a través de la muestra, usando un espectrómetro, tal como un interferómetro o un monocromador. Un componente procesador de datos (no mostrado) de la sección de medición 42 está programado convencionalmente para realizar un tratamiento quimiométrico estándar de la atenuación medida dependiente de la longitud de onda. De este modo, se genera un análisis composicional de la muestra de líquido así interrogada, por ejemplo análisis de componentes específicos de interés dentro de la muestra, tales como proteína, lactosa, grasa, sólidos totales en leche procesada o no procesada o productos lácteos; tales como alcoholes, azúcares, ácidos, tanino, en vino o productos de vinificación; o un análisis de la presencia de adulterantes o aditivos en la muestra de líquido.

De manera útil, el controlador 40 puede configurarse para, en uso, controlar la entrada de muestra de líquido sin conocimiento previo de las propiedades reológicas de la muestra misma. El controlador 40 debería ser preferiblemente capaz de ajustar la operación de al menos el primer módulo de bomba P1 durante la entrada de muestra de líquido de modo que se cumpla al menos una de las siguientes funciones:

- La entrada de la muestra debe ser lo más rápida posible.
- Los filtros con una caída de presión creciente deben limpiarse.
- Nunca se debe descender por debajo de una presión mínima preestablecida en el sistema de flujo.
- Las muestras se miden como una serie de submuestras.

Los ajustes se realizan basándose principalmente en la entrada de al menos el primer monitor de presión 36.

Ahora se describirán secuencias de operación a modo de ejemplo de uno o ambos módulos de bomba P1, P2 para proporcionar una mejor comprensión de la operación y las ventajas del sistema de flujo del analizador de líquidos 2 de acuerdo con la presente invención. La descripción se hará con respecto al análisis de leche o productos lácteos, pero se apreciará que cualquier limitación numérica se debe ajustar dependiendo del tipo de muestra que se analizará.

Durante una fase de entrada de muestras de leche de la operación del analizador 2, la válvula 28 se abre y se cierra 30 y la bomba 24 se opera para extraer la muestra de líquido del vaso de análisis 8 de muestra acelerándose para generar una presión predeterminada según se monitoriza por el monitor de presión 36 hasta, por ejemplo, aproximadamente 0,2 bar absoluto (80% de vacío). La velocidad máxima dependerá de la viscosidad de la muestra. A baja viscosidad, la velocidad de flujo podrá tender a estar limitada por la velocidad máxima de la bomba 24. A medida que la viscosidad aumenta, la velocidad de la bomba debe reducirse para garantizar que la caída de presión del filtro de pipeta 14 a la bomba 24 no caiga por debajo del mínimo preestablecido de 0,2 bar absoluto, medido por el monitor de presión 36. De esta forma hay una reducción en la probabilidad de que el movimiento del pistón no sea seguido por la entrada de líquido ya que la viscosidad del líquido varía.

Con muestras líquidas sin partículas, se puede mantener la misma velocidad de bombeo hasta que la cámara del pistón de la bomba 24 esté llena. Las muestras que contienen partículas más grandes normalmente resultarán en una disminución en la velocidad de flujo mientras se mantiene la caída de presión monitorizada en el mínimo preestablecido.

Si el flujo llega a ser demasiado bajo como lo indica una caída de presión monitorizada por el primer monitor de presión 36 que continúa aumentando a medida que la bomba 24 se mueve para mover la muestra de líquido en la dirección desde la entrada de muestra 4 a la primera bomba 24, entonces esto es una indicación de que el filtro 14 de entrada de muestra de líquido se está obstruyendo y necesita limpieza. En la presente invención, esta limpieza se puede lograr haciendo que el controlador 40 controle el módulo de bomba P1 para retrolavar el filtro 14. De este modo, la recepción del controlador 40 de la señal de salida del monitor de presión 36, que indica uno o ambos de una disminución continua de presión o un valor de presión por debajo de un límite inferior preestablecido cuando la primera bomba 24 opera para extraer líquido a través de la entrada de muestra 4 (el controlador 40 que controla el módulo P1 para abrir la válvula 28, cerrar la válvula 30 y accionar la bomba para aumentar el volumen de la cámara del pistón), el controlador 40 emite una señal de control al módulo de bomba P1 que provoca una inversión de flujo de líquido. De este modo, la señal de control provoca que la primera bomba de pistón 24 invierta la dirección de movimiento de su pistón, reduciendo así el volumen de la cámara de pistón y produciendo un flujo de líquido a través del filtro de entrada de muestra 14 y de regreso a la muestra en el vaso de análisis 8.

Preferiblemente, un medio de accionamiento 64, por ejemplo un motor, está conectado mecánicamente a la entrada de muestra de líquido 4 y puede operar para mover, por ejemplo, trasladar, la entrada de muestra 4 (o al menos una porción que contiene su punta abierta) y por lo tanto también reubicar el filtro de entrada 14 en una posición diferente dentro de la muestra de líquido 6. El movimiento de la entrada de muestra 4 se realiza al menos en (durante y/o después) el retrolavado y puede iniciarse útilmente al recibir una señal del controlador 40. La reubicación del filtro de entrada de muestra 14 reducirá la posibilidad de que las mismas partículas que se descargan del filtro 14 se absorban en la entrada de muestra de líquido 4 cuando el controlador 40 reinicia la entrada de muestra.

Durante una fase de presentación de muestra de la operación del analizador 2, el controlador 40 emite una señal de control al módulo de bomba P1 provocando el cierre de la válvula 28, la apertura de la válvula 30 y la operación de la bomba 24 para disminuir el volumen de su cámara de bomba haciendo que la muestra de líquido contenida en el mismo sea transportada hacia la zona de medición 16 a una velocidad de flujo de X ml/seg. Inicialmente, el flujo de muestra de líquido elimina el arrastre en la zona de medición 16. La velocidad de flujo puede determinarse útilmente a partir de la viscosidad (representada por la presión monitorizada por el monitor de presión 36) medida a partir de la fase de entrada de muestra de líquido del analizador 2. El controlador 40 emite una señal de control al segundo módulo de bomba P2. Esta señal de control inicia la apertura de la válvula 32, el cierre de la válvula 34 y la operación de la segunda bomba 26 para aumentar el volumen de su cámara de pistón y aspirar líquido para provocar flujo en la dirección desde la zona de medición 16 hacia la segunda bomba 26, útil pero no esencialmente a una velocidad de flujo menor, por ejemplo X/2 ml/seg. Cuando la segunda bomba 26 se acciona para provocar una velocidad de flujo menor, se hace fluir una cantidad de muestra de líquido en la sección de conducto 22d en una proporción que depende de la proporción de las velocidades de flujo provocadas por la primera y la segunda bombas 24; 26. En algunas realizaciones, este flujo en la sección de conducto 22d será útil para proporcionar el lavado del filtro 18 asociado con la entrada de la zona de medición 16. En otras realizaciones y como se ilustra en la presente realización, este flujo en la sección de conducto 22d se emplea para introducir la muestra de líquido en una segunda zona de medición 16'. La segunda zona de medición 16' proporcionada opcionalmente tiene asociada una segunda, posiblemente diferente, modalidad de medida de la sección de medición 42' para interrogar una porción de la muestra de líquido que está presente en la segunda zona de medición 16'. A modo de ejemplo, la segunda zona de medición 16' está delimitada por una celda de flujo que está operativamente asociada con un conductímetro de la segunda sección de medición 42' para medir la conductividad eléctrica de la muestra de líquido en esa segunda zona de medición 16'. En la leche, por ejemplo, tales mediciones de conductividad pueden emplearse útilmente para proporcionar de una manera conocida una predicción de la depresión del punto de congelación en esa muestra y, por lo tanto, el contenido de agua. De acuerdo con un ejemplo adicional, la segunda (o más) zona de medición 16' puede ser una segunda cubeta óptica diseñada para proporcionar una trayectoria óptica diferente a través de una muestra de líquido y opcionalmente asociada con mediciones espectrométricas en una región de longitud de onda diferente de la empleada con el espectrómetro de la primera sección de medición 42 que está asociada con la primera zona de medición 16. Se pueden proporcionar zonas de medición adicionales y/u otras modalidades de medición como parte del analizador de líquidos 2 sin apartarse de la invención como se reivindica.

El controlador 40 puede configurarse para controlar la primera bomba 24 y la segunda bomba 26 para que operen intermitentemente. Cuando la primera y la segunda bombas 24;26 se detienen durante esta operación intermitente, se toma una medición en una submuestra de líquido estático que está en ese momento presente en la zona de medición 16 (una zona de medición adicional 16'). El controlador 40 controla la presión en la bomba 26 como se deriva de la salida del monitor de presión 38. Si es estable, entonces después de un tiempo predeterminado, suficiente para permitir una medición, el controlador 40 emite señales de control para reiniciar la operación de bombeo de las dos bombas 24; 26 como se describió anteriormente para reemplazar (al menos de forma parcialmente, pero preferiblemente de forma completa) el volumen de muestra de líquido que se midió en la zona de medición 16 en cuyo punto la primera y la segunda bombas 24;26 se detienen nuevamente y se realizan nuevas mediciones. Esta secuencia de operaciones puede repetirse para el número de submuestras que se necesita para proporcionar una medida suficientemente representativa de la muestra (por ejemplo, como puede determinarse a partir de una desviación estándar de las mediciones). Se apreciará que la cantidad de muestra en una cubeta óptica normalmente es significativamente menor que la cantidad total de la muestra en el vaso de análisis 8, de modo que una medición en tal pequeña alícuota de muestra puede no ser representativa de la totalidad, especialmente cuando la muestra en el vaso de análisis 8 no es homogénea.

Una posible obstrucción del filtro de entrada 18 se indica si, desde la salida del segundo monitor de presión 38, el controlador 40 registra una caída de presión en la segunda bomba 26 durante la entrada de muestra en la zona de medición 16. Un retrolavado de este filtro 18 se inicia posteriormente por el controlador 40. El controlador 40 envía las instrucciones al primer y al segundo módulos de bomba P1;P2, lo que provoca que las válvulas 30;32 y 34 se cierren, que la primera bomba 24 se detenga y que la segunda bomba 26 invierta su dirección de operación para reducir el volumen de su volumen de cámara de pistón en una pequeña cantidad. Esto genera presión y luego el controlador 40 emite instrucciones para abrir la válvula 32 hacia la zona de medición 16. Una válvula de contrapresión 44, que a menudo está asociada con una salida de escape de muestra 20 en un

analizador de líquidos de este tipo, también puede abrirse sustancialmente simultáneamente, preferiblemente también bajo el control del controlador 40, con el fin de aumentar la caída de presión a través del filtro 18 y así mejorar el retrolavado.

- 5 Esta válvula de contrapresión 44 puede tener una construcción convencional, tal como una membrana polarizada o una válvula de contrapresión de bola. Sin embargo, en algunas situaciones, es ventajosa una contrapresión baja o nula, mientras que en otras, es ventajosa una contrapresión alta. Por lo tanto, sería útil realizar una válvula de contrapresión mediante la cual se pueda crear una contrapresión ajustable de manera relativamente simple. Además, la válvula de contrapresión conocida es propensa a acumular partículas en la membrana o bola, con fugas y contrapresión inestable como consecuencia. De manera útil, para mitigar al menos uno de estos problemas, la válvula de contrapresión 44 puede ser una que esté construida tal como se ilustra en la Figura 2.

Tal como se ilustra en la Figura 2, la válvula de contrapresión 44 se puede realizar como una válvula de tubo, donde útilmente la presión de mantenimiento que cierra la válvula 44 se puede ajustar por medio de software. Un tubo 60, cuando está abierto, es mucho más fácil de limpiar por lavado que una membrana de una válvula de contrapresión conocida. El problema es cuánta fuerza se necesita para superar la elasticidad del tubo 60. Sin embargo, esto se puede medir en el sistema de flujo del presente analizador de líquidos 2 mediante los monitores de presión 36; 38 asociados con la primera y la segunda bombas 24; 26 respectivamente. Estas dos medidas representan efectivamente la presión en la zona de medición apropiada 16 o 16'. Opcionalmente y tal como se ilustra en la Figura 2, se pueden usar dos zonas de presión para proporcionar a la válvula 44 dos cierres de pinza 46; 48. Esto reduce el riesgo de que las partículas causen un mal funcionamiento. La presión en cada zona puede aplicarse mediante un único solenoide 50 o alternativamente solenoides individuales para cada cierre de pinza 46; 48. Cada cierre de pinza 46; 48 puede, como se ilustra en la presente realización, incluir una superficie estática 52; 54 colocada en oposición a una superficie móvil 56; 58 y entre qué pares de superficies estáticas y móviles 52,56; 54,58 de los cierres de pinza 46; 48 está ubicado el tubo 60. Una única barra de empuje 62 conecta las superficies móviles 56; 58 y tiene una parte que pasa en el solenoide 50. La barra de empuje 52 es recíprocamente movable dependiendo de la magnitud y, posiblemente, la dirección de la corriente eléctrica que fluye a través del solenoide 50. Podría ser necesario operar este solenoide 50 lejos de la región altamente no lineal. La presión también se puede aplicar con una bobina en un circuito magnético con un imán permanente. La corriente eléctrica dentro de cualquiera de la bobina o solenoide 50 preferiblemente se controla por una señal de control emitida desde el controlador 40 en respuesta a la presión en el sistema, por ejemplo, como proporcionada por la media de las presiones medidas por los monitores de presión 36;38. De esta manera, se puede realizar una contrapresión ajustable en el sistema de flujo 22.

- 35 A partir de la descripción anterior, se apreciará que combinando las mediciones de presión realizadas por el primer y el segundo monitores de presión 36;38 y la manera en que la primera y la segunda bombas 24;26 y las válvulas 28,30; 32,34 son operadas, posteriormente se puede establecer una secuencia de medición automatizada que hace fluir a cada muestra de manera óptima.

40 Adicional u opcionalmente, también se puede proporcionar una fase de limpieza en la operación del analizador de líquidos 2 y se puede iniciar de forma útil después del retrolavado. El sistema de flujo se limpia de forma inversa, es decir, en una dirección de flujo desde el módulo de bomba P2 hacia el primer módulo de bomba P1. En primer lugar, la sección del conducto desde el módulo de bomba P2 hasta que se lava el embudo de descarga, luego la cadena de derivación desde el módulo de bomba P2 al módulo de bomba P1. Luego, la pipeta 4 vuelve a lavarse. A continuación, se prueba si la cubeta de la primera zona de medición 16 puede volverse a lavar usando el módulo de bomba P2 para empujar y el módulo de bomba P1 para aspirar. Adicional o alternativamente, se realiza preferiblemente una limpieza con espuma de la cubeta, pero no esencialmente, típicamente después del retrolavado descrito anteriormente.

50 La limpieza con espuma se consigue introduciendo un detergente, tal como un detergente de baja espuma, desde un soporte CF conectado al flujo, preferiblemente mezclado con aire, en al menos la zona de medición (cubeta) 16. En esta realización a modo de ejemplo, la mezcla de detergente/aire se introduce en la sección del sistema de flujo entre e incluyendo los módulos de bomba P1 y P2 y la zona de medición (cubeta) 16 y preferiblemente también el filtro en línea 18. Los módulos P1 y P2 son operados por el controlador 40 para agitar la mezcla de detergente/aire en al menos la cubeta 16, preferiblemente haciendo que la mezcla de detergente/aire ingrese y salga de la cubeta 16.

Se apreciará que la fase de limpieza, que incluye la limpieza opcional con espuma, se puede realizar en realizaciones del analizador de líquidos 2 de acuerdo con la presente invención en la que solo un módulo de bomba, P1, por ejemplo, se proporciona y controla por el controlador 40 para provocar la agitación del detergente del soporte CF dentro de al menos la zona de medición 16.

Durante todo el proceso de limpieza, las presiones son monitorizadas por el primer y el segundo monitores de presión 36; 38 y que se utilizan por el controlador 40 para generar señales de control con el fin de ajustar la velocidad de la bomba y para no ejercer demasiada presión sobre la cubeta y el conducto de flujo 22 (insuficiente

para provocar su distorsión o falla permanente). También se usa para evaluar si una sección del conducto de flujo 22 está bloqueada total o parcialmente.

5 Después de la limpieza, puede obtenerse útilmente un espectro óptico usando la primera sección de medición 42 en un denominado "líquido cero" desde un soporte ZF conectado al flujo, cuyo líquido cero está ubicado en la primera zona de medición (cubeta) 16. El espectro obtenido de este modo se compara con un espectro obtenido previamente del líquido cero mantenido en la cubeta 16 cuando se sabe que está limpio con el fin de evaluar qué tan limpia está actualmente la cubeta 16. Se apreciará que se puede emplear cualquier líquido de referencia en lugar del líquido cero; todo lo que se requiere es que el líquido del cual se obtienen los dos espectros para la
10 comparación sea el mismo, espectralmente hablando. La fase de limpieza puede entonces repetirse si el resultado de la comparación indica que la zona de medición (cubeta) 16 no está suficientemente limpia.

Opcionalmente, al menos la caída de presión a través del filtro de cubeta 18 y la cubeta 16 también se mide después de la limpieza.
15

El concepto básico es tener realimentación (presión y/o espectros) en el procedimiento de limpieza, y poder reportar si no se limpia bien; es decir, si la comparación espectral y/o la caída de presión medida está fuera de los límites predeterminados.

20 Se apreciará que, aunque la presente invención ha sido descrita con relación a un analizador que tiene dos módulos de bomba P1:P2, uno a cada lado de las una o más de zonas de medición 16;16', la funcionalidad del analizador puede ser obtenida usando solo uno (o más de dos) módulos de bomba sin apartarse de la invención como se reivindica.

25

REIVINDICACIONES

1. Un analizador de líquidos (2) que comprende una entrada de muestra de líquido (4) para la inmersión en una muestra de líquido (6); al menos una zona de medición (16; 16'); conductos de líquido (22) dispuestos para conectar en comunicación de flujo la entrada de muestra de líquido (4) y la al menos una zona de medición (16; 16'); y un primer módulo de bomba (P1) acoplado a los conductos de líquido (22) y operable para efectuar el flujo de líquido en los mismos; **caracterizado porque** el analizador de líquidos (2) comprende además un primer monitor de presión (36) dispuesto para medir la presión entre la entrada de muestra (4) y la al menos una zona de medición (16; 16') y un controlador (40) adaptado para recibir una salida del primer monitor de presión (36) representativa de la presión medida y para controlar la operación del primer módulo de bomba (P1) para regular el flujo de líquido en los conductos de líquido (22) en dependencia de los mismos.
2. Un analizador de líquidos (2) según la reivindicación 1, **caracterizado porque** el primer módulo de bomba (P1) comprende una primera bomba (24) acoplada a una sección (22a) de los conductos de líquido (22) entre la entrada de muestra de líquido (4) y al menos una zona de medición (16; 16'); y **porque** el primer monitor de presión (36) está acoplado a la primera bomba (24) para monitorizar la presión en la misma.
3. Un analizador de líquidos (2) según la reivindicación 2, **caracterizado porque** la primera bomba (24) es una bomba de desplazamiento positivo acoplada en línea a la sección (22a) de los conductos de líquido (22) a través de medios de válvula (28, 30) configurados para aislar selectivamente de forma fluida la primera bomba (24) de una o ninguna de la entrada de muestra de líquido (4) y la al menos una zona de medición (16; 16') bajo el control del controlador (40).
4. Un analizador de líquidos según la reivindicación 3, **caracterizado porque** el controlador (40) está adaptado para controlar la operación de los medios de válvula (28, 30) y de la primera bomba (24) para provocar que el líquido fluya en una dirección desde la primera bomba (24) y fuera de la entrada de muestra de líquido (4) en respuesta a la salida recibida desde el primer monitor de presión (36), habiendo indicado una caída de presión creciente durante la operación de la primera bomba (24) para mover la muestra de líquido (6) en una dirección desde la entrada de muestra de líquido (4) a la primera bomba (24).
5. Un analizador de líquidos (2) según la reivindicación 4, **caracterizado porque** el analizador de líquidos (2) comprende además medios de accionamiento (64) conectados de manera operativa a la entrada de muestra de líquido (4) para variar su ubicación dentro de la muestra de líquido (6).
6. Un analizador de líquidos (2) según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado porque** el controlador (40) está adaptado para controlar la operación del primer módulo de bomba (P1) en respuesta a la salida recibida desde el primer monitor de presión (36) para mantener la presión monitorizada en un valor igual o superior a un valor preestablecido durante el movimiento de la muestra de líquido (6) en una dirección desde la entrada de muestra de líquido (4) hacia los conductos de flujo de líquido (22).
7. Un analizador de líquidos (2) según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado porque** el analizador de líquidos (2) incluye un segundo módulo de bomba (P2) acoplado a una sección (22b) de los conductos de flujo de líquido (22) después de una de las al menos una de las zonas de medición (16) en una dirección de flujo de líquido desde el primer módulo de bomba (P1) a esa zona de medición (16) y **porque** se proporciona un segundo monitor de presión (38) para monitorizar la presión en el segundo módulo de bomba (P2), estando configurado el segundo monitor de presión (38) para generar una salida representativa de una presión monitorizada en el segundo módulo de bomba (P2) para su recepción por el controlador (40) y utilizable por el controlador (40) para controlar la operación de los módulos de bomba primero (P1) y segundo (P2).
8. Un analizador de líquidos (2) según la reivindicación 7, **caracterizado porque** el controlador (40) está adaptado para controlar la operación de los módulos de bomba primero (P1) y segundo (P2) para regular el flujo de líquido a través de la al menos una zona de medición (16; 16') en dependencia de la salida del primer monitor de presión (36) recibida durante la operación del primer módulo de bomba (P1) para mover el líquido desde la entrada de muestra (4).
9. Un analizador de líquidos (2) según la reivindicación 7 o la reivindicación 8, **caracterizado porque** se proporciona una fuente de detergente líquido (CF) para suministrar detergente líquido con o sin aire por medio de los conductos de líquido (22) en la al menos una zona de medición (16; 16') y **porque** el controlador (40) está adaptado para operar uno o ambos del primer módulo de bomba (P1) y el segundo módulo de bomba (P2) para agitar el detergente líquido con o sin aire en la al menos una zona de medición (16; 16').

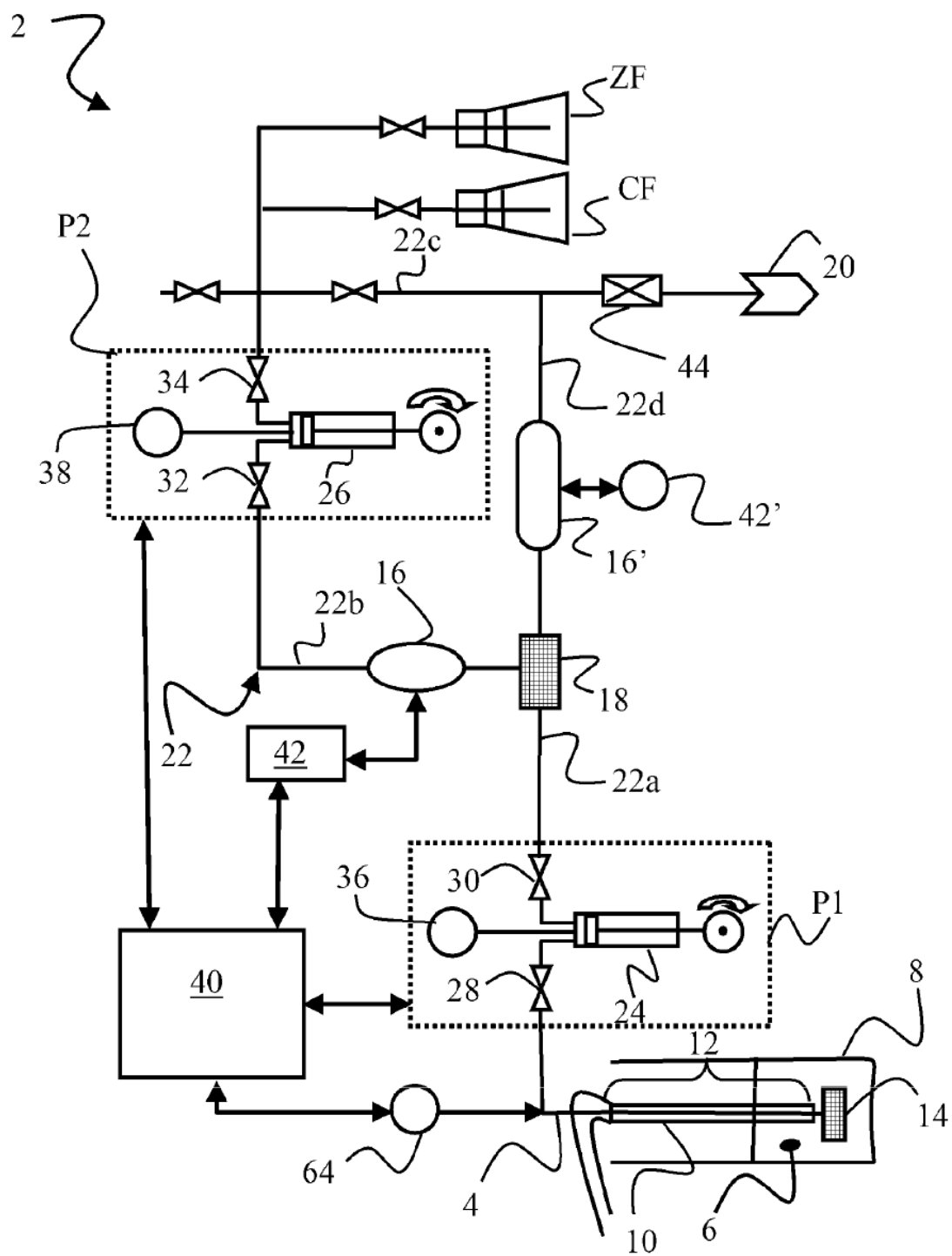


Fig. 1

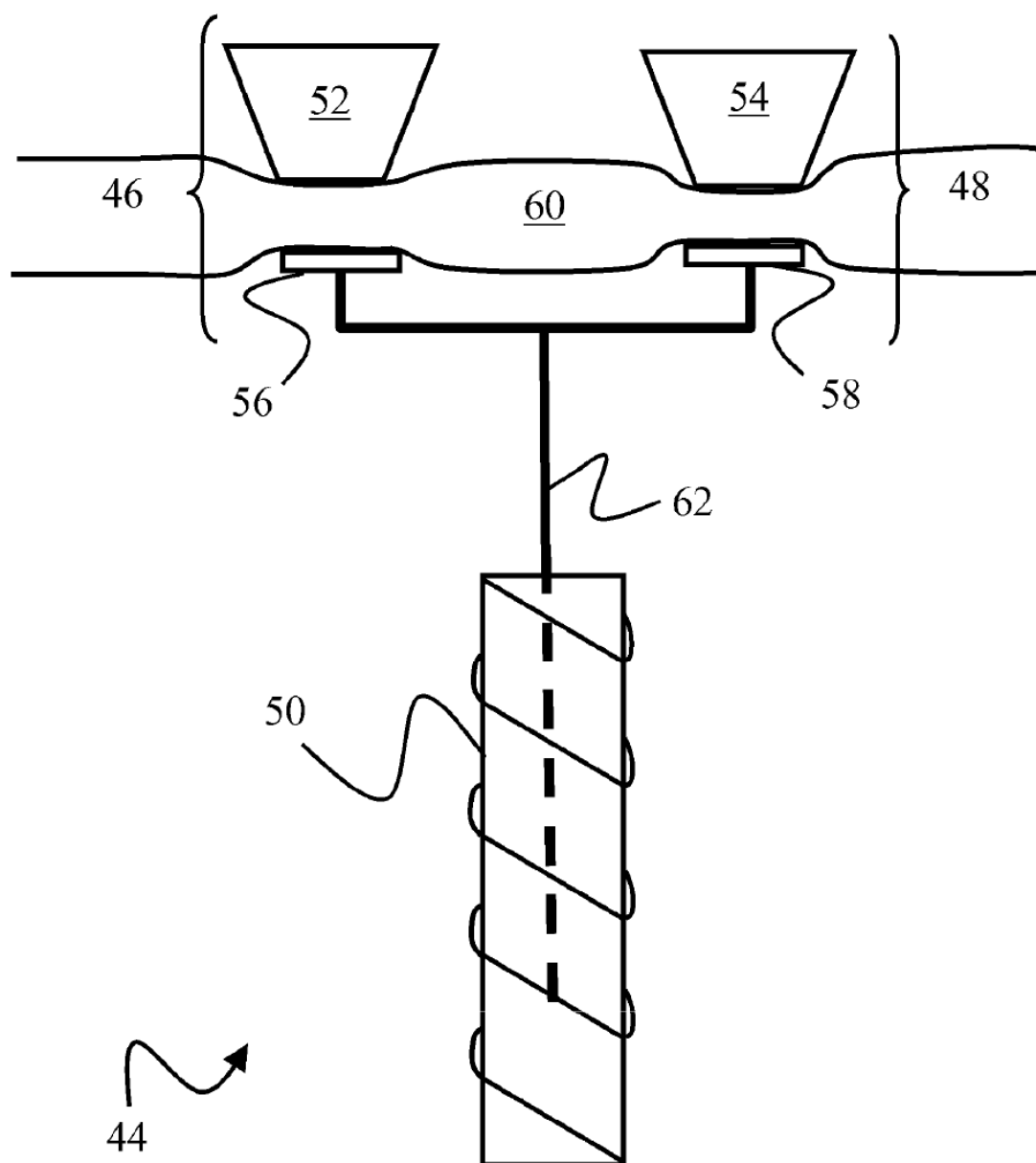


Fig. 2