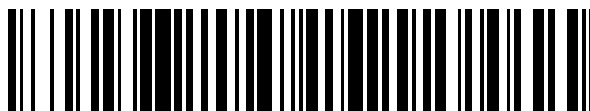


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 688 156**

51 Int. Cl.:

B01D 11/02 (2006.01)

B01D 5/00 (2006.01)

B01D 11/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **05.02.2013 PCT/EP2013/052208**

87 Fecha y número de publicación internacional: **14.08.2014 WO14121814**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.02.2013 E 13703563 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.09.2018 EP 2953698**

54 Título: **Dispositivo de extracción de disolvente**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
31.10.2018

73 Titular/es:

**FOSS ANALYTICAL AB (100.0%)
c/o FOSS Analytical A/S Foss Allé 1
3400 Hilleroed, DK**

72 Inventor/es:

**ALSTIN, FINN y
PALM, THOMAS**

74 Agente/Representante:

CAMPELLO ESTEBARANZ, Reyes

ES 2 688 156 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 de extracción de disolvente

5 La presente invención se refiere a un aparato de extracción de disolvente del tipo de reflujo de disolvente y, particularmente, a un aparato configurado para su uso en el proceso de extracción de tipo Soxhlet.

Un aparato de extracción de disolvente de este tipo se describe en el documento de patente WO 97/00109. Este aparato de extracción comprende la disposición vertical colineal de un refrigerador para condensar vapor de disolvente en una conexión hermética de los fluidos, con un recipiente de ebullición inferior para contener disolvente y un porta muestras, como un cartucho de extracción. El enfriador está formado con una porción inferior interna en forma de embudo, que tiene una salida central dirigida hacia abajo para transportar vapor de disolvente condensado, una porción de pared interna cuya salida está provista de un orificio a través del cual puede eliminarse el vapor de disolvente condensado (o "condensado") del dispositivo de extracción. Esta parte inferior en forma de embudo también está provista de orificios de paso periféricos para transportar el vapor de disolvente al enfriador. El dedal de extracción se puede acoplar mecánicamente con un extremo inferior de una barra de elevación que, en sí misma, está dispuesta para pasar dentro del refrigerador a lo largo de la dirección vertical. La barra de elevación se puede mover a través del enfriador para efectuar un movimiento vertical del cartucho de extracción y está configurada, hacia su extremo inferior, con una primera sección que está conformada, por ejemplo, mediante biselado o estrías, de forma que el disolvente condensado puede fluir a través de un pasadizo formado entre la barra y una porción de pared interna adyacente a la salida central dirigida hacia abajo, mientras que la parte restante de esta sección conformada, cierra la abertura contra la entrada del condensado. Debajo de la primera sección, la barra de elevación está configurada con una segunda sección que está conformada, por ejemplo, mediante biselado, estrías o formando un cuello, para permitir que el disolvente condensado fluya hacia el orificio. Por debajo de esta segunda sección, la barra está formada con un elemento de sellado, para sellar contra la salida dirigida hacia abajo de la porción inferior en forma de embudo del refrigerador, cuando la barra está colocada de manera que la segunda sección esté situada de forma que permita la salida del disolvente condensado a través del puerto. Por tanto, se apreciará que la barra de elevación actúa como una válvula, cuyo movimiento en dirección vertical puede regular el flujo de disolvente condensado dentro y fuera del refrigerador.

30 Un problema típico de este dispositivo conocido es que la válvula no sella completamente el puerto y pueden producirse fugas en el puerto cuando la barra se coloca con su primera sección ubicada en la salida con la intención de sellar el puerto contra tal entrada.

35 Un objetivo de la presente invención es aliviar este problema para reducir la fuga más allá de la válvula y dentro del puerto.

Por consiguiente, se proporciona un aparato de extracción de disolvente que comprende un soporte de muestra, un recipiente de ebullición para contener un disolvente, un enfriador para condensar vapor de disolvente ubicado verticalmente arriba del recipiente de ebullición y en conexión hermética con el mismo, estando provisto el enfriador de un embudo hacia un extremo inferior en la dirección del recipiente de ebullición, que tiene una superficie superior, para recibir el condensado de disolvente, proporcionándose el embudo con una salida alargada central dirigida hacia abajo, para transportar el condensado de disolvente desde la superficie superior; comprendiendo la salida una primera parte de pared interior, en la que se forma una abertura y una barra de elevación móvil verticalmente, que pasa a través del refrigerador y la salida alargada central hacia abajo, y que se puede conectar, en un extremo inferior, al porta muestras, la barra de elevación formada con una primera sección hacia el extremo inferior, conformada para definir, con la barra en una primera posición, una vía de paso para el condensado, en cooperación con una segunda porción de pared interior de la salida dirigida hacia abajo, así como para definir un sello para sellar, simultáneamente, el puerto contra la entrada de condensado de disolvente. El embudo está provisto, en su superficie superior, de una guía de líquido, configurada para proporcionar una dirección de flujo de líquido preferencial para el condensado, hacia el pasaje y lejos de la primera porción de pared interna en la que se forma el orificio. Desviar el condensado lejos del puerto reduce la fuga más allá del puerto.

En una forma de realización, la guía de líquido comprende un labio elevado situado en la superficie superior del embudo, alrededor de una parte de la periferia de la salida alargada central dirigida hacia abajo. El labio puede estar abierto al fluido, posiblemente por medio de orificios de paso, en una región generalmente encima de la segunda porción de pared interna y correspondiente con la misma, de modo que el condensado puede fluir libremente a lo

largo del conducto.

En una forma de realización adicional, la guía de líquido comprende una ranura en la superficie superior del embudo, alrededor de, al menos, una parte de la periferia de la salida alargada central dirigida hacia abajo. La ranura puede formarse con una profundidad variable para proporcionar una dirección de flujo preferencial en el paso para el condensado. En una forma de realización de la presente invención, el suelo de la ranura está inclinado hacia el paso para conseguir esto.

Las formas de realización específicas de la presente invención se describirán adicionalmente con referencia a las figuras adjuntas, de las cuales:

La Figura 1 muestra un aparato de extracción de disolvente de acuerdo con la presente invención;

La Figura 2 muestra una vista en planta de una forma de realización según la presente invención de los medios con forma de embudo utilizables en el aparato de la Figura 1;

La Figura 3 muestra una sección transversal a lo largo de las líneas A-A de la Figura 2;

La Figura 4 muestra una sección transversal a lo largo de las líneas B-B de la Figura 2;

La Figura 5 muestra una segunda forma de realización del embudo de acuerdo con la presente invención; y

La Figura 6 muestra una tercera forma de realización de un embudo de acuerdo con la presente invención.

Considerando ahora la Figura 1, el aparato de extracción de disolvente comprende un recipiente de ebullición 5 para el disolvente, un dedal de extracción 3 para una muestra a extraer y un refrigerador 1 para condensar los vapores de disolvente evaporados. El refrigerador 1 está conectado al recipiente de ebullición 5 a través de un adaptador 4. Con este fin, el adaptador 4 está provisto en un extremo inferior de anillo de guía 6 que tiene un sello 28 por el que el recipiente de ebullición 5 está unido al conector 4 en un sello hermético a los fluidos. Una barra de elevación 2 pasa a través del enfriador 1. La barra 2 tiene una sección transversal redonda y está provista en su parte inferior de un borde de goteo 14 con orificios de paso. El cartucho 3 está unido de forma que se puede soltar al borde de caída 14. Los orificios están destinados al paso del disolvente condensado. El dedal 3 puede moverse verticalmente por medio de la barra de elevación 2.

En la presente forma de realización, el adaptador 4 puede unirse a la parte inferior del refrigerador 1, por ejemplo, por medio de una unión mecánica, como puede ser un acoplamiento de tuerca de refrigerador 8. De acuerdo con otra forma de realización alternativa, un anillo de sujeción dispuesto en la parte superior del adaptador 4 puede sujetarse sobre un cordón dirigido hacia afuera en el refrigerador 1.

La parte superior del recipiente de ebullición 5 se tensa contra la parte inferior del adaptador 4.

Por lo tanto, en la presente forma de realización, el enfriador 1, el adaptador 4 y el recipiente de ebullición 5 se fijan firmemente juntos, pero, por supuesto, se pueden separar fácilmente. En otras formas de realización, el adaptador 4 puede excluirse.

El enfriador 1 está provisto, en este caso, de una boquilla 25, a través de la cual puede suministrarse a la boquilla 25 agua de refrigeración y una boquilla 24, a través de la cual puede extraerse a la boquilla 24 el agua de refrigeración suministrada. La parte superior del enfriador 1 se sella por medio de una tapa o elemento similar 15 que abraza la barra de elevación 2 y la parte superior del enfriador 1. De esta manera, puede escaparse poco o nada de disolvente. El enfriador 1 está provisto de un embudo, aquí en forma de un fondo cóncavo 16. El embudo 16 está provisto de orificios de paso 17 para los vapores de disolvente que salen y con una salida 18 alargada central dirigida hacia abajo para los vapores de disolvente condensados. Este embudo 16 puede, en ciertas formas de realización, ser un elemento separado que puede unirse al fondo del refrigerador 1, ya sea de manera extraíble o permanente.

Según la presente invención, el embudo 16 también está provisto de una guía líquida 27 que se describirá con mayor detalle a continuación con referencia a las Figuras 2 a 6.

Dentro de la salida 18 se proporciona un orificio de salida 26 conectado con un extremo de un conducto de

derivación 20, para el transporte del condensado fuera del aparato. La salida 18 tiene el mismo diámetro interno que el diámetro de la barra de elevación 2, en una sección inferior coincidente de la barra de elevación 2. Esta sección de la barra de elevación 2 está formada, en parte, de una porción biselada 23.

5 De este modo, en una primera etapa de ebullición y una posterior etapa de extracción del condensado de vapor, la barra de elevación 2 se desplaza verticalmente a una primera posición de modo que el disolvente condensado puede fluir fuera del refrigerador a través de, al menos, un conducto 30 formado entre el biselado la parte 23 y la pared interior adyacente de la salida 18, y, luego, a través de los orificios en el borde de goteo 14 al dedal 3. En estos pasos, el puerto 26 se sella por medio de la parte no biselada restante de esta sección de la barra de elevación 2, que actúa como una válvula lateral que tiene una porción de superficie de sellado para sellar contra el paso de condensado a través del orificio 26 y dentro del conducto de derivación 20.

10 Por debajo de esta parte parcialmente biselada 23, la barra de elevación de la presente forma de realización tiene una sección 22 con un diámetro menor que la parte principal de la barra de elevación 2. La barra de elevación 2 está debajo de la sección 22 provista de una parte de sellado 21 que en uso está prevista en la segunda posición, equivalente a la elevación completa, de la barra de elevación 2 para sellar contra la parte inferior de la salida 18 y formar un tipo de válvula de fondo en un tercer paso de recuperación y en un cuarto paso de secado opcional cuando se condensa el disolvente puede pasar desde el lado superior del fondo 16, entre la sección 22 de la barra de elevación 2 y la pared interior de la salida 18 fuera del aparato a través del puerto 26 y el conducto de derivación 20 hacia, por ejemplo, un recipiente colector (no mostrado).

La sección 22 tiene una longitud tal que se obtiene una conexión abierta entre la superficie superior del embudo 16 y el conducto de bifurcación 20 cuando la barra de elevación está en su elevación completa en la segunda posición. Considerando ahora una forma de realización del embudo 16 ilustrado en las Figuras 2 a 4 que se pueden emplear en la forma de realización del aparato de extracción de disolvente que se ilustra en la Figura 1. El embudo 16 está provisto de una superficie superior 29 que se inclina hacia la salida alargada 18 y puede ser de una construcción generalmente cóncava.

30 La salida 18 termina en la superficie superior 29 y tiene una dimensión de sección transversal sustancialmente la de la barra de elevación 2, que tiene un ajuste deslizante dentro de la salida 18. La salida 18 tiene una primera porción de superficie interna 32 en la que se forma el puerto de salida 26 y una segunda porción de superficie interior 34 que formará al menos un conducto de flujo 30 (aquí ilustrado en la presente forma de realización, como dos) en cooperación con la porción biselada 23 de la barra de elevación 2 cuando en la barra 2 está en su primera posición. Se proporcionan orificios de paso 17 elevados (con relación a la superficie superior 29) alrededor de la periferia de la superficie superior 29, para permitir el paso de vapor de disolvente al interior del refrigerador 1.

40 La guía de líquido 27 está situada alrededor de la salida 18 en la superficie superior 29 del embudo 16. Esta guía 27 está configurada para guiar el condensado sobre la superficie superior 29 preferentemente hacia la segunda superficie interior 34 que forma el o los conductos 30 para el flujo de condensado fuera del refrigerador 1 y hacia el dedal 3. De esta forma, la guía 27 actúa para desviar el condensado de la primera superficie interna 32 y de ese modo reducir la fuga de condensado en el puerto 26.

45 En la presente forma de realización, la guía líquida 27 tiene la forma de un labio elevado (con relación a la superficie superior 29) que se extiende alrededor de la salida 18, al menos en la región correspondiente con la misma y que está generalmente por encima de la primera superficie interna 32. En la forma de realización del embudo 16 que se ilustra en las Figuras 2 a 4, este labio 27 tiene generalmente una forma de "C" que tiene una abertura en correspondencia con la terminación de los conductos 30 en la superficie superior 29, generalmente por encima de la segunda porción de pared interior 34 de la salida alargada 18.

50 En una segunda forma de realización del embudo 16 que se ilustra en la Figura 5, la guía de líquido 27 está de nuevo en el labio levantado que aquí se extiende completamente alrededor de la salida 18 en la superficie superior 29. Aumenta los orificios de paso 17 (aquí son mostrados seis) también se proporcionan en la superficie superior 29 para el flujo de paso de vapor de disolvente. También se ilustra la barra de elevación 2 en su primera posición, cuya barra 2, en la presente forma de realización, está provista de dos porciones biseladas 23 que cuando están en esta posición cooperan con la segunda porción de pared interna (no mostrada) de la salida 18 para formar los conductos de flujo 30 para el condensado de flujo fuera del embudo 16.

Una pared lateral 38 del labio 27 está provista con uno o más orificios 35, que en uso se corresponderán con la porción o partes biseladas 23 de la barra de elevación 2 y, por lo tanto, se ubican generalmente por encima de la

segunda porción de pared interior (no se muestra) de la salida 18. Estos orificios 35 están destinados, en uso, a proporcionar un paso preferencial del condensado desde la superficie superior 29 del embudo 16 en el (los) conducto (s) de flujo 30 y lejos del conducto de derivación (no mostrado).

- 5 En una tercera forma de realización del embudo 16 que se ilustra en la Figura 6, la guía de líquido se proporciona como una ranura 36 en la superficie superior 29 del embudo 16, extendiéndose aquí sustancialmente alrededor de toda la salida 18. La ranura 36 tiene un piso 37, que está inclinado para proporcionar una dirección de flujo de líquido preferencial en la ranura 36 hacia la segunda porción de pared interior 34. Por tanto, según la forma de realización de la Figura 6, la ranura 36 se hace más profunda en dirección hacia la segunda parte de la pared interior
- 10 34. En la presente forma de realización, la barra de elevación 2 está provista de un único bisel 40 que, en uso, está destinado a cooperar con la segunda porción de pared interior 34 para formar el paso 30 para el condensado.

REIVINDICACIONES

1. Un aparato de extracción de disolvente que comprende:
un porta muestras (3);
- 5 un recipiente de ebullición (5) para contener un disolvente;
un enfriador (1) para condensar vapor de disolvente ubicado verticalmente arriba del recipiente de ebullición (5) y en conexión hermética con el mismo, estando provisto el enfriador (1) hacia un extremo inferior de un embudo (16) que tiene una superficie superior (29) para recibir condensado de disolvente y una salida central alargada (18) dirigida hacia abajo para transportar el condensado de disolvente desde la superficie superior (29); la salida (18) que
- 10 comprende una primera porción de pared interior (32) en la que se forma un puerto (26) y una segunda porción de pared interior (34); y una barra de elevación móvil verticalmente (2) que pasa a través del enfriador (1) y la salida central alargada hacia abajo (18), la barra de elevación (2) formada con una sección inferior que tiene un ajuste deslizante dentro de la salida (18) y tiene una porción de superficie biselada (23; 40) que, con la varilla (2) en una primera posición, coopera con la segunda porción de pared interior (34) para definir un pasaje (30) para el
- 15 condensado y cuya sección inferior no biselada forma simultáneamente un sello para sellar el puerto (26) contra la entrada de condensado de solvente; caracterizado porque el embudo (16) tiene una guía de líquido (27; 36) en su superficie superior (29) configurada para dirigir el flujo de condensado lejos de la primera porción de pared interior (32) y hacia el pasaje (30).
- 20 2. Un aparato de extracción de disolvente según la reivindicación 1, en el que la guía de líquido comprende un labio elevado (27) situado en la superficie superior (29) del embudo (16) alrededor de al menos una parte de la periferia de la salida central alargada dirigida hacia abajo (18).
3. Un aparato de extracción de disolvente según la reivindicación 2 donde el labio elevado (27) se
- 25 extiende alrededor de la periferia de la salida alargada (18) en una región correspondiente a la primera porción de pared interior (32) y está abierta en una región correspondiente a la segunda parte de pared interna (34).
4. Un aparato de extracción de disolvente según la reivindicación 3, en el que el labio elevado (27) tiene generalmente forma de "C".
- 30 5. Un aparato de extracción de disolvente según la reivindicación 2 donde el labio elevado (27) rodea la periferia de la salida (18) y está provisto de al menos un orificio de paso (35) en la parte correspondiente con la segunda porción de pared interior (34).
- 35 6. Un aparato de extracción de disolvente según la reivindicación 1, donde la guía de líquido comprende una ranura (36) en la superficie superior (29) del embudo (16) alrededor de al menos una parte de la periferia de la salida alargada central dirigida hacia abajo (18).
7. Un aparato de extracción de disolvente según la reivindicación 6, en el que la ranura (36) tiene un
- 40 suelo inclinado (37) para proporcionar una dirección de flujo de líquido preferente hacia la segunda parte de pared interior (34) de la salida alargada (18).

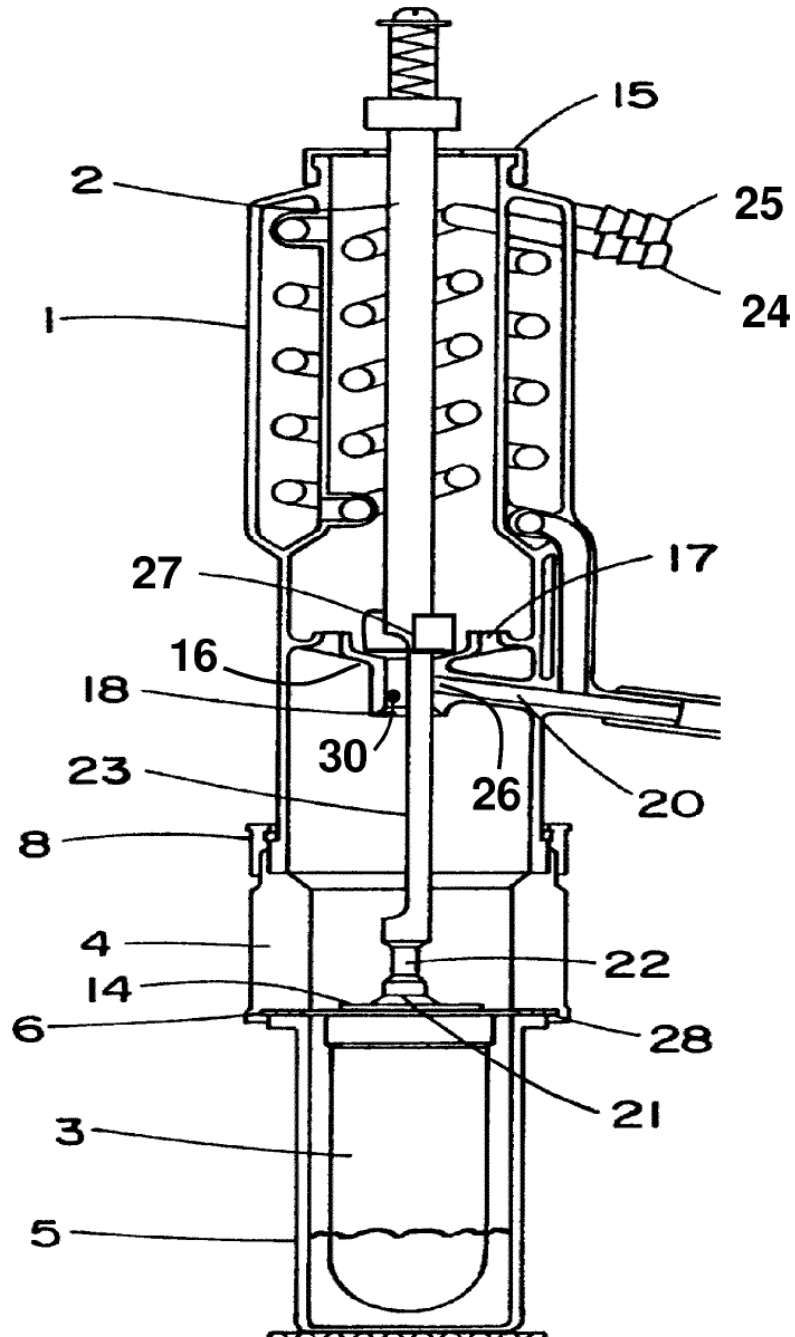


Fig. 1

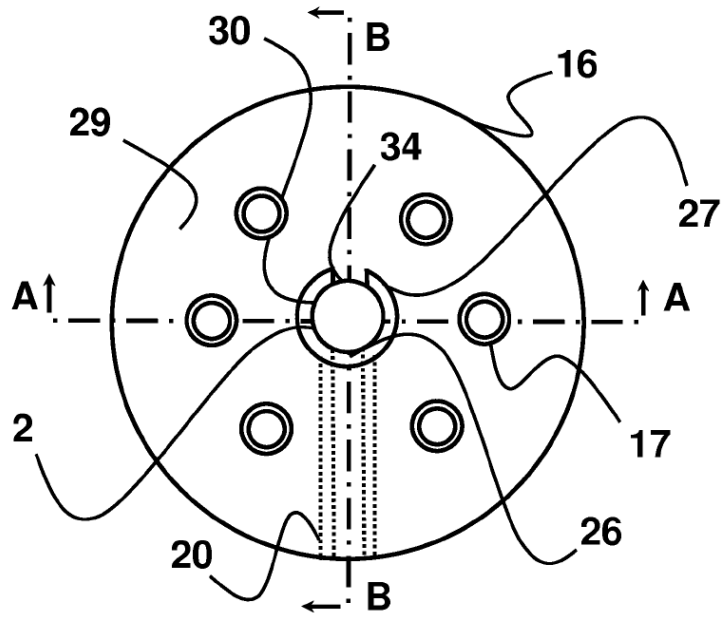


Fig. 2

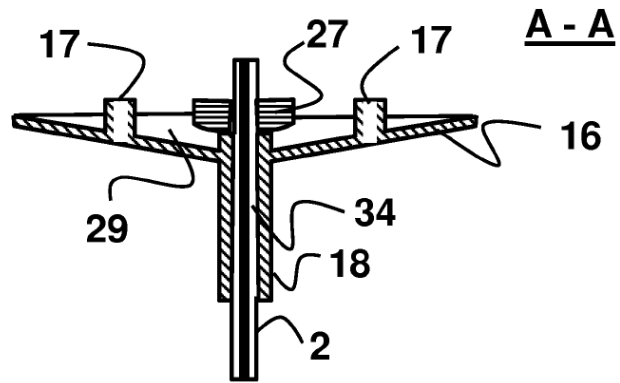


Fig. 3

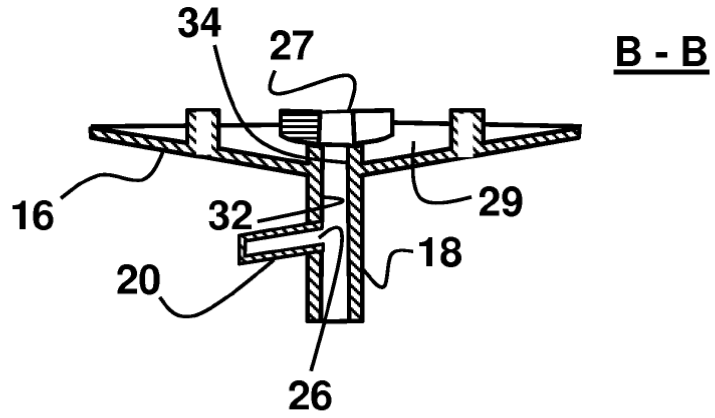


Fig. 4

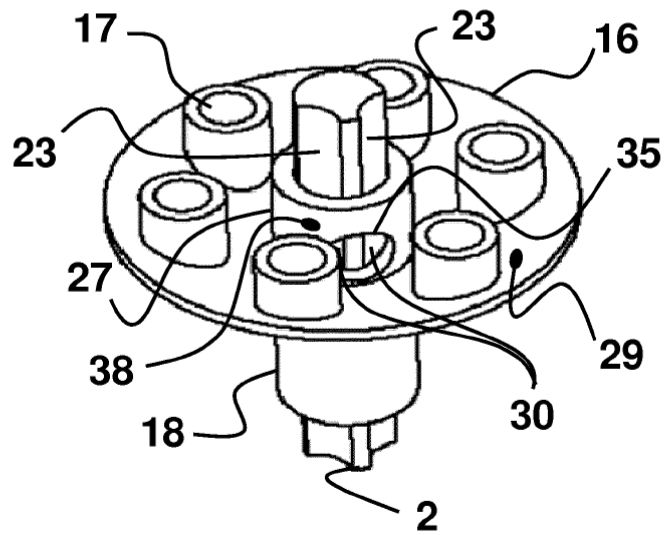


Fig. 5

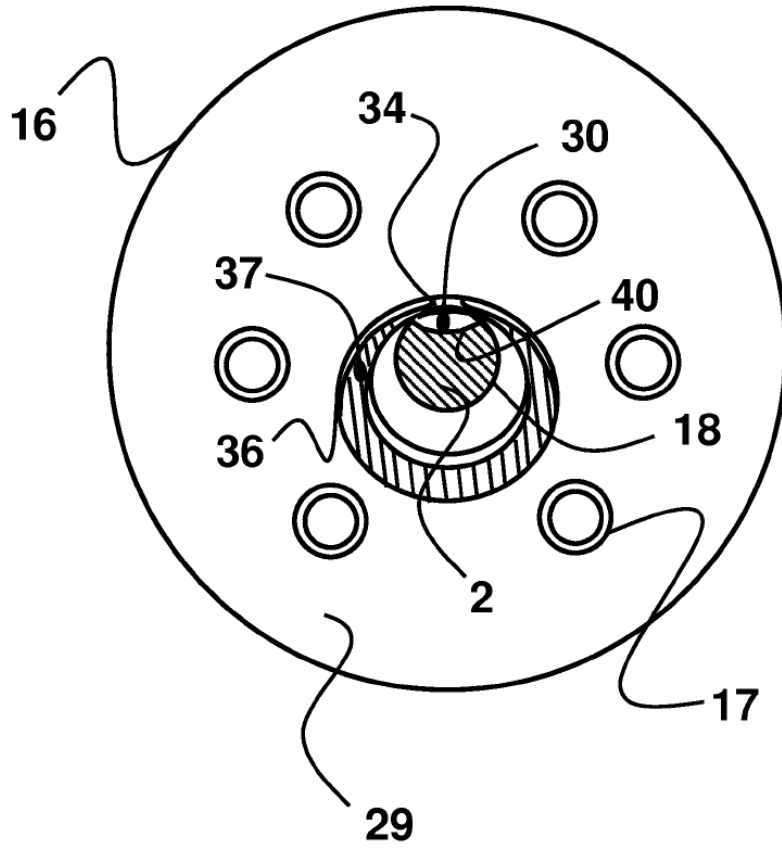


Fig. 6