

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 721 950**

51 Int. Cl.:

B01L 3/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **16.12.2014 PCT/IB2014/066951**

87 Fecha y número de publicación internacional: **23.06.2016 WO16097818**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.12.2014 E 14831086 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.04.2019 EP 3233279**

54 Título: **Método de filtración para muestras líquidas**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
06.08.2019

73 Titular/es:
**FOSS ANALYTICAL A/S (100.0%)
Foss Allé 1
3400 Hillerød, DK**

72 Inventor/es:
**THOMSEN, HENRIK y
MICHELSEN, CHRISTIAN**

74 Agente/Representante:
CAMPELLO ESTEBARANZ, Reyes

ES 2 721 950 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

Método de filtración para muestras líquidas

5 La presente invención se refiere a un método para proporcionar una muestra líquida.

Hay muchas situaciones en las que es deseable llevar a cabo un análisis de composición de una muestra líquida. A menudo, la muestra debe filtrarse antes de que se realice el análisis de la composición para eliminar las partículas interferentes que puedan estar presentes en la muestra y que, por ejemplo, podrían afectar a los resultados del análisis o quizás cualquier sistema de transporte que se emplee para introducir la muestra líquida a, o retirar la muestra líquida de, una región de análisis de un instrumento utilizado para llevar a cabo el análisis de la composición.

A menudo, un filtro está ubicado en una entrada de un instrumento de este tipo o está ubicado en la trayectoria de flujo del sistema de transporte justo antes de la región de análisis en un intento de prevenir los efectos adversos de las partículas interferentes. Sin embargo, cuando estos filtros se bloquean, puede ser difícil desbloquearlos o reemplazarlos, y el flujo de líquido hacia la región de análisis aún se ve afectado negativamente.

Para solucionar este problema, se emplean sistemas de filtración externos. Se conocen sistemas de filtración de tipo centrífuga, pero son relativamente costosos y lentos. También se conocen sistemas de filtración a presión donde el líquido se prensa o se extrae a través de un medio de filtro, tal como el papel de filtro, y se recoge en un recipiente separado para transferirlo a un instrumento para el análisis de composición.

Los documentos de patente US2003/206828A1, US2006/029923A1, EP2545993A1, US3551091A y WO03/076041A1 describen sistemas y métodos de filtración de acuerdo con la técnica anterior.

El objetivo de la presente invención es proporcionar un sistema de filtración alternativo para muestras líquidas.

El método de la invención emplea un sistema de filtración para un líquido que comprende un recipiente que tiene un volumen de recipiente interno, una porción de filtro de partículas para permitir el paso del líquido al volumen de recipiente interno para formar una alícuota de muestra líquida y una primera abertura que proporciona acceso al volumen de recipiente interno en el que el sistema de filtración comprende además un alojamiento no poroso cerrado en un extremo y configurado para proporcionar un espacio interno para recibir el recipiente, estando el espacio interno dimensionado para proporcionar un volumen de tal forma que la cantidad que queda desocupada por el recipiente recibido es menor que el volumen de recipiente interno. Por lo tanto, se puede proporcionar una alícuota de muestra líquida filtrada sin la necesidad de un elemento de filtro separado asociado con un instrumento de análisis.

En algunas formas de realización, la porción de filtro comprende un material laminar formado para proporcionar paredes que delimitan el recipiente. Esto tiene la ventaja de que el área de filtro disponible aumenta, lo que ayudará a acelerar el proceso de filtración. Para proporcionar cierta rigidez al recipiente cuando se emplea dicho material laminar, se puede proporcionar un armazón rígido como parte del recipiente, armazón al cual se unen las paredes.

En algunas formas de realización, el sistema de filtro puede comprender un mecanismo de bloqueo que tiene una primera parte de bloqueo para la conexión con, posiblemente proporcionada en una conexión permanente, al recipiente, y una segunda parte de bloqueo para la conexión, posiblemente proporcionada en una conexión permanente, a un equipo externo, tal como una bomba, por ejemplo, una bomba de jeringa; pudiendo la primera y la segunda partes de bloqueo cooperar para sujetarse de manera extraíble, tal como, por ejemplo, mediante encaje a presión; acoplamiento de ajuste a presión o ajuste por rosca entre sí, la primera abertura en comunicación con la bomba u otro equipo externo. De esta manera, se puede hacer una conexión de gas de manera simple y fiable entre el volumen de recipiente interno y la bomba. Emplear una bomba mejora ventajosamente la velocidad de filtración.

La invención reivindicada proporciona un método para proporcionar una muestra líquida empleando un sistema de filtración como se describe anteriormente que comprende las etapas de: poner en contacto parte o toda la porción de filtro con un líquido a muestrear; transferir, preferiblemente con la ayuda de succión causada por una bomba conectada al recipiente, líquido a través de la porción de filtro contactada en el volumen de recipiente interno para formar una alícuota de muestra líquida; Dado que el método emplea un sistema de filtración de acuerdo con el primer aspecto de la presente invención, las ventajas asociadas con este sistema se asociarán en consecuencia con el método de acuerdo con el segundo aspecto.

Estas y otras ventajas deberían hacerse más evidentes a partir de una consideración de la siguiente descripción de formas de realización ejemplares de la invención, hechas con referencia a los dibujos de las figuras adjuntas, en las que:

- 5 La Figura 1 ilustra una primera forma de realización de un sistema de filtro de acuerdo con la presente invención;
 la Figura 2 ilustra una segunda forma de realización de un sistema de filtro de acuerdo con la presente invención;
 la Figura 3 ilustra una tercera forma de realización de un sistema de filtro de acuerdo con la presente invención; y
 10 la Figura 4 ilustra un método para emplear un sistema de filtro de acuerdo con la presente invención para obtener una muestra filtrada.

Una primera forma de realización a modo de ejemplo de un sistema de filtración de acuerdo con la presente invención se ilustra en la Figura 1 comprendiendo un recipiente 2; un alojamiento no poroso 4; y un mecanismo de bloqueo 6.

- 15 El recipiente 2 aquí comprende un armazón que tiene porciones de pata rígida 8 alrededor de las cuales se fija un material laminar poroso 10, por ejemplo, fabricado a partir de un polímero tal como poliésteres, polietileno o nylon, o puede estar formado por metal poroso, cerámica o estructuras de vidrio, para proporcionar un cuerpo de recipiente y una pared final 12 que juntos ayudan a definir un volumen de recipiente interno 11. El recipiente 2 también está
 20 configurado con una primera abertura 14 en el extremo del recipiente 2 opuesta a la pared final 6, a través de cuya primera abertura 14 se puede acceder al volumen de recipiente interno 11.

- El alojamiento no poroso 4 está configurado para proporcionar un espacio interno 28 para recibir el recipiente 2 a través de una segunda abertura 30. El espacio interno 28 está dimensionado para proporcionar un volumen de tal
 25 forma que la cantidad que queda sin ocupar por un recipiente recibido 2 es menor que el volumen de recipiente interno 11. En algunas formas de realización, el espacio interno 28 se puede dimensionar para que sea sustancialmente igual a las dimensiones externas del recipiente recibido 2. De esta manera, poco o ningún líquido podrá pasar del volumen de recipiente interno 11 al espacio interno 28 cuando el recipiente 2 se ha recibido en el alojamiento no poroso 4.

- 30 El mecanismo de bloqueo 6 de la presente forma de realización ejemplar comprende una primera parte de bloqueo en forma de un conector hembra 16 y una segunda parte de bloqueo en forma de un conector macho 18. El conector macho 18 está formado con un orificio pasante 20 que termina con un racor 22 (aquí, con rosca interna, por ejemplo). El conector macho 18 también está dotado de una arandela elástica 24 sobre su periferia. El conector
 35 hembra 16 está aquí conectado permanentemente y, en algunas formas de realización, se puede formar integral con, posiblemente para funcionar como parte de, el armazón del recipiente 2 y se extiende como una pestaña que se proyecta hacia arriba sobre la periferia de la primera abertura 14 del recipiente 2. El conector hembra 16 está dimensionado internamente para recibir el conector macho 18 en un acoplamiento de ajuste a presión, acoplándose la arandela elástica 24 de forma deslizante con una superficie interna 26 del conector hembra 16 para mejorar el
 40 sellado hermético del gas entre los conectores acoplados macho 18 y hembra 16. Por lo tanto, cuando se recibe el conector macho 18 en el conector hembra 16, se establece una comunicación de fluido entre el volumen de recipiente interno 11 y el exterior del recipiente 2 a partir de la yuxtaposición resultante de la primera abertura 14, el orificio pasante 20 y el racor 22.

- 45 Una segunda forma de realización a modo de ejemplo del sistema de filtración de acuerdo con la presente invención se ilustra en la Figura 2 comprendiendo un recipiente 32; un alojamiento no poroso 34; y un mecanismo de bloqueo 36.

- El recipiente 32, en común con el ilustrado en la Figura 1, es cilíndrico y comprende paredes laterales y una pared
 50 final 33 formada por un material laminar poroso fijado a la estructura que tiene porciones de pata rígidas 38. El recipiente 32 tiene una primera la abertura 40 situada en un extremo opuesto a la pared final 33 para proporcionar acceso a un volumen de recipiente interno 42 que está definido por el material laminar poroso.

- El mecanismo de bloqueo 36 está compuesto de nuevo por una primera parte de bloqueo 44 y una segunda parte de
 55 bloqueo 46. La primera parte de bloqueo 44 está unida permanentemente al recipiente 32 como una pestaña situada alrededor de la primera abertura 40 y está dotada de un saliente 48 orientado hacia la pared final 33. La segunda parte de bloqueo 46 comprende una matriz periférica de horquillas flexibles que se extienden hacia abajo 50, cada una dotada de un diente orientado hacia dentro 52 en su extremo inferior con el que se puede acoplar con el saliente 48. A medida que la primera parte de bloqueo 44 y la segunda parte de la cerradura 46 se empujan entre sí, el

diente orientado hacia dentro 52 entra en contacto con una superficie externa 54 de la primera parte de bloqueo 44, lo que hace que las horquillas 50 se flexionen hacia afuera. Cuando los dientes 52 son empujados más allá de esta superficie externa 54, las horquillas 50 empujan los dientes 52 hacia dentro para que se acoplen con el saliente 48 para mantener de este modo la primera y 44 partes y la segunda 46 partes de bloqueo en un acoplamiento de ajuste a presión. Un orificio pasante 66 en la segunda parte de bloqueo 46 termina con un racor 68 (en la presente forma de realización dotado de una superficie interna cónica) y está destinado a proporcionar una conexión de gas al volumen de recipiente interno 42 cuando la primera 44 y la segunda 46 partes de bloqueo están acopladas.

El alojamiento no poroso 34 comprende una porción de cuerpo hueco generalmente cilíndrica 56 que proporciona un espacio interno 58. Se proporciona una segunda abertura 60 en el alojamiento 34 a través de la cual el recipiente 32 puede recibirse en el espacio interno 58. El espacio interno 58 está dimensionado de tal manera que el volumen que queda desocupado por un recipiente recibido 32 es menor que el volumen interno 42 del recipiente 32, de manera que cuando se inserta en el alojamiento 32, al menos una porción de una alícuota de muestra líquida permanecerá dentro del volumen interno 42. El alojamiento 34 está dotado de un mecanismo de liberación como una superficie rígida que se extiende hacia arriba 62 con una superficie de acoplamiento superior 64. La superficie de acoplamiento 64 está achaflanada para acoplarse con los dientes 52 de la segunda parte de bloqueo 46 a medida que el recipiente 32 se inserta en el espacio interno 58 del alojamiento 34 para causar la flexión hacia afuera de las horquillas 50 y el consiguiente desacoplamiento de los dientes 52 del saliente 48 a medida que el recipiente 32 continúa insertándose en el espacio interno 58. De esta manera, la primera 44 y la segunda 46 partes de bloqueo se desacoplan automáticamente con la inserción del recipiente 32 en el alojamiento 34.

Una tercera forma de realización ejemplar de un sistema de filtración de acuerdo con la presente invención se ilustra en la Figura 3 comprendiendo un recipiente 70; un portamuestras 72 y, opcionalmente, un soporte no poroso 74.

El recipiente 70 aquí comprende una sección de cuerpo hueca, no porosa 76 que tiene una porción de pared final porosa 78 y un extremo opuesto abierto 80. La sección de cuerpo 76 y la porción de pared final 78 cooperan para delimitar un volumen de recipiente interno 86. El recipiente 70 de la presente forma de realización comprende además una tapa no porosa extraíble 82 en la que se proporciona un respiradero 84 que se puede sellar para evitar la entrada de aire en el volumen de recipiente interno 86, en algunas formas de realización, tal como mediante un clip de presión; válvula de cierre o de otra manera conocida en la técnica. La tapa 82 forma un cierre extraíble para el extremo abierto 80 del recipiente 70. En una variación de la forma de realización, el respiradero 84 puede omitirse.

El portamuestras 72 está dotado de un extremo 88 en el que se proporciona una abertura 90 dimensionada para el acoplamiento deslizante con la sección de cuerpo 76 del recipiente 70, de manera que se forme un sello líquido entre la sección de cuerpo 76 y la superficie interna de la abertura 90. De manera útil, pero no esencialmente, para mejorar el sellado líquido, puede situarse un anillo de sellado 92, tal como una arandela elástica, alrededor de la abertura 90 para el sellado contra la sección de cuerpo 76 a medida que el recipiente 70 se desliza hasta el portamuestras 72. Este portamuestras 72 puede funcionar opcionalmente como el soporte no poroso 74 para retener durante el uso el recipiente de retención de líquido 70.

El soporte no poroso 74, cuando se proporciona, se configura de nuevo con un espacio interno 94 que está dimensionado para ser el mismo o solo ligeramente mayor que el volumen ocupado por el recipiente 70 cuando se recibe en el mismo. Por lo tanto, el líquido que se mantiene dentro del volumen de recipiente interno 86 permanecerá en gran parte dentro del recipiente 70 cuando el recipiente esté ubicado en el soporte 74.

Con el portamuestras 72 esencialmente lleno de líquido, entonces cualquier líquido que se desplace a medida que el recipiente 70 se desliza hasta el portamuestras 72, se ve forzado a pasar a través de la porción de pared final porosa 78 y hasta el volumen interno 86 del recipiente 70 para formar una alícuota de muestra líquida que puede presentarse para el análisis de composición. Se apreciará que aquí se entenderá que el término "lleno esencialmente" significa lleno con suficiente líquido de manera que el volumen del portamuestras 72 que queda desocupado por líquido sea menor que el volumen deseado de alícuota de muestra líquida a desplazar al volumen de recipiente interno 86.

El aire dentro del volumen interno 86 se ventila a través del respiradero 84 de la tapa (o, en formas de realización sin el respiradero 84, la tapa se quita hasta que se completa la recogida de la alícuota de muestra líquida), a medida que se reemplaza con líquido que entra en el volumen interno 86 a medida que se filtra a través de la porción de pared final porosa 78. En una modificación de esta forma de realización, una bomba, una bomba de jeringa, por ejemplo, se puede conectar al extremo opuesto abierto 80 del recipiente 70, por ejemplo, a través del respiradero 84, tal como por medio de un conducto flexible, y puede ser operado para crear una presión baja dentro del volumen de

recipiente interno 86. La transferencia de líquido al volumen interno 86 se mejora de este modo a través del efecto de succión de la bomba. La conexión continua de la bomba al respiradero 84 después de la transferencia de líquido también proporciona un sello eficaz al respiradero 84.

- 5 Se describirá ahora un método ejemplar para obtener una alícuota de muestra líquida en relación con la Figura 4 usando un sistema de filtración de acuerdo con la presente invención, aquí, por ejemplo, usando el sistema descrito con respecto a la Figura 1.

En una etapa de preparación 96, el recipiente 2 se acopla de manera extraíble a una bomba, aquí una bomba de jeringa 98 por medio del mecanismo de bloqueo 6, cuya segunda parte de bloqueo 16 se puede conectar a través del racor 22 a una entrada 100 de la bomba de jeringa 98. Solo a modo de ilustración, en el presente ejemplo, la entrada 100 de la bomba de jeringa 98 está dotada de una porción roscada 102 que complementa la porción roscada internamente del racor 22 de manera que la segunda parte de bloqueo 16 pueda encajar con rosca a la bomba de jeringa 98. En otras formas de realización, la segunda parte de bloqueo 16 puede proporcionarse en conexión permanente a la bomba 98. La primera parte de bloqueo 18 se acopla con la segunda parte de bloqueo 16 en una conexión extraíble de ajuste por presión de manera que el volumen de recipiente interno 11 se mantenga en una comunicación de gas con el interior de la bomba de jeringa 98 mediante el mecanismo de bloqueo extraíble 6.

En una etapa de recogida 104, se recoge una alícuota de muestra líquida 106. Aquí, la porción porosa 10 del recipiente de muestra 2 se sumerge en una muestra líquida 108, aquí ilustrada como si se mantuviera en un vaso de precipitados 110. La bomba 98 se opera para crear una presión baja en el volumen de recipiente interno 11, por ejemplo, un pistón 112 de la bomba de jeringa 98 se mueve dentro de la bomba de jeringa 98 para aumentar el volumen de recepción de gas 114 del cuerpo de cilindro de jeringa 113. Como resultado, se establece una presión baja dentro del volumen de recipiente interno 11. La muestra líquida 108 se extrae del vaso de precipitados 110 hacia el volumen de recipiente interno 11 para formar la alícuota de muestra líquida 106 que se filtra por la porción porosa 10 para eliminar partículas de la muestra líquida 108.

En formas de realización en las que el recipiente de muestra 2 debe retirarse de la muestra líquida 108 y transferirse a un soporte no poroso 4, es útil que la cantidad de la alícuota de muestra líquida 106 que se recoge en esta etapa de recogida 204 sea suficiente para asegurar que la porción porosa 10 queda completamente cubierta (en el interior del volumen del recipiente interno 11). Esto evita que el aire entre en el volumen de recipiente interno 11 cuando se retira el recipiente 2. En algunas formas de realización, puede haber suficientes partículas en la muestra líquida 108 que se puedan ocupar de cubrir la porción porosa 10 (en el exterior del volumen de recipiente interno 11) y evitar de este modo que el aire entre en el volumen de recipiente interno 11. En otras formas de realización, el recipiente (por ejemplo, el recipiente 70 descrito en relación con la forma de realización del sistema de filtro de la Figura 3) puede permanecer en el interior del soporte (por ejemplo, cuando se usa un portamuestras 72 descrito en relación con la forma de realización del sistema de filtro de la Figura 3).

En una etapa de presentación 116 del ejemplo del método de acuerdo con la presente forma de realización, el recipiente 2 que contiene la alícuota de muestra líquida 106 se retira de la muestra líquida 108 mientras se evita que el aire vuelva a entrar en el volumen de recipiente interno 11. Esto se puede lograr manteniendo la bomba de jeringa 98 en el acoplamiento liberable al recipiente 2, como se ilustra o, por ejemplo, y no se ilustra, en una forma de realización adicional del método, el recipiente puede estar dotado de un cierre hermético que se cierra después de obtener una alícuota de muestra líquida 106 y la bomba de jeringa 98 se desconecta entonces del recipiente separando la primera 18 y la segunda 16 partes de bloqueo. La combinación de presión baja mantenida y tensión superficial del líquido inhibe el flujo de la alícuota de muestra líquida 106 de vuelta a través de los poros de la porción porosa 10 y, por lo tanto, la alícuota de muestra 106 permanece contenida en el recipiente 2.

En la presente forma de realización, en esta etapa de presentación 116, el recipiente 2 conectado a la bomba de jeringa 98 se transfiere al soporte no poroso 4 y la primera 18 y la segunda 16 partes de bloqueo se separan para romper la conexión de gas entre la bomba 98 y el volumen de recipiente interno 11 solo cuando el recipiente 2 se recibe correctamente en el espacio interno 28 del soporte 4. Dado que el espacio interno 28 está diseñado para tener un volumen que es solo ligeramente mayor que el volumen ocupado por el recipiente 2, entonces solo una pequeña porción de la alícuota de muestra líquida 106 (no más que la diferencia en los volúmenes ocupados por el recipiente 2 y el del espacio interno 28) podrá fluir fuera del recipiente 2 cuando se rompe la conexión de gas, y la presión baja se elimina de este modo. La porción de la alícuota de muestra líquida 106 que permanece dentro del volumen de recipiente interno 11 después de que la bomba 98 se desconecta del recipiente 2 está disponible para su presentación como muestra líquida filtrada, por ejemplo, para el análisis de composición.

Se apreciará que el tamaño de los poros de las porciones porosas 10; 78 se seleccionará en función de los tamaños de partícula esperados en el líquido que se filtrará en el volumen de recipiente interno 11; 42; 86 y en consideración de que la tensión superficial debe emplearse para ayudar a retener la alícuota de muestra líquida 106. Por ejemplo, se ha encontrado adecuado un tamaño de poro de aproximadamente 12 micrómetros (μm) cuando se usa para vino 5 y puede variar típicamente entre 6 μm y 50 μm , y preferiblemente entre 6 μm y 25 μm cuando se usa para otros líquidos.

REIVINDICACIONES

1. Un método para proporcionar una muestra líquida empleando un sistema de filtración que comprende un recipiente (2; 32; 70) que tiene un volumen de recipiente interno (11; 42; 86), una porción de filtro de partículas (10; 78) para permitir el paso del líquido (108) en el volumen de recipiente interno (11; 42; 86) para formar una alícuota de muestra líquida (106) y una primera abertura (14; 40; 80) que proporciona acceso al volumen de recipiente interno (11; 42; 86); comprendiendo además el sistema de filtración un alojamiento no poroso (4; 34; 74) cerrado en un extremo para proporcionar un espacio interno (28; 58; 94) para recibir el recipiente (2; 32; 70), estando el espacio interno (28; 58; 94) dimensionado para proporcionar un volumen de tal forma que la cantidad que no quede ocupada por el recipiente recibido (2; 32; 70) es menor que el volumen de recipiente interno (11; 42; 86), comprendiendo el método las etapas de: recogida (104) poniendo en contacto parte o la totalidad de la porción de filtro de partículas (10; 78) del recipiente (2; 32; 70) con un líquido a muestrear, transfiriendo el líquido a muestrear a través de la porción de filtro de partículas en contacto (10; 78) al volumen de recipiente interno (11; 42; 86) para proporcionar una alícuota de muestra líquida; y la presentación (116) retirando el recipiente (2; 32; 70) del contacto con el líquido a muestrear al mismo tiempo que se evita la entrada de aire en el volumen de recipiente interno (11; 42; 86), e insertando el recipiente (2; 32; 70) en el alojamiento no poroso (4; 34; 74).
2. El método de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende además la etapa de preparación (96) conectando inicialmente de forma extraíble el volumen de recipiente interno (11; 42) a una bomba (98); durante la recogida (104) operar la bomba (98) para establecer una presión baja en el volumen de recipiente interno (11; 42) para mejorar la transferencia de líquido; y durante la presentación (116) se retira el recipiente (2; 32) del contacto con el líquido a muestrear mientras se mantiene la presión baja.
3. El método de acuerdo con la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el que la porción de filtro de partículas comprende un material laminar poroso (10) formado para proporcionar paredes que delimitan el recipiente (2; 32), y en el que el recipiente (2; 32) comprende un armazón rígido (8; 38) al que se adjunta el material laminar (10).

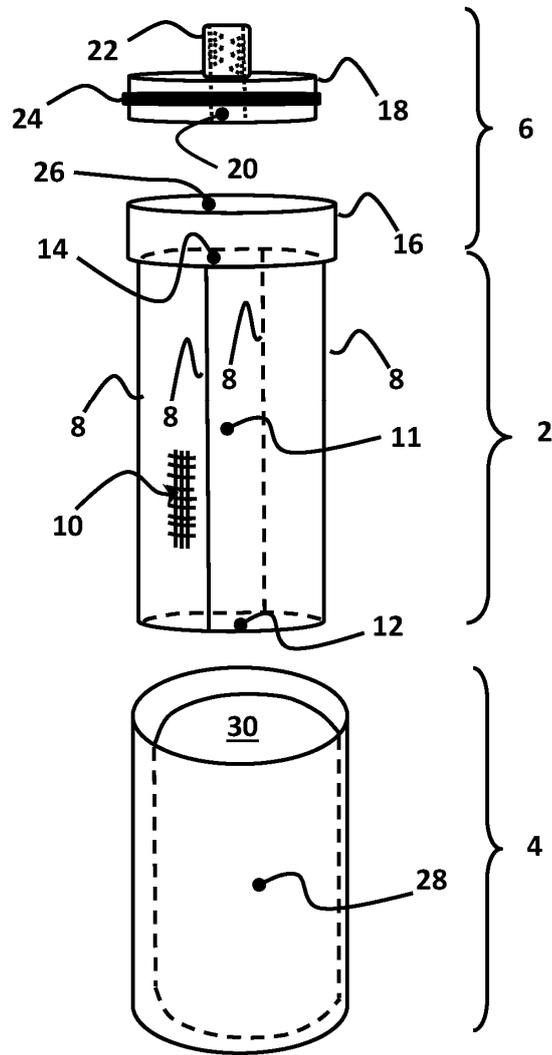


Fig. 1

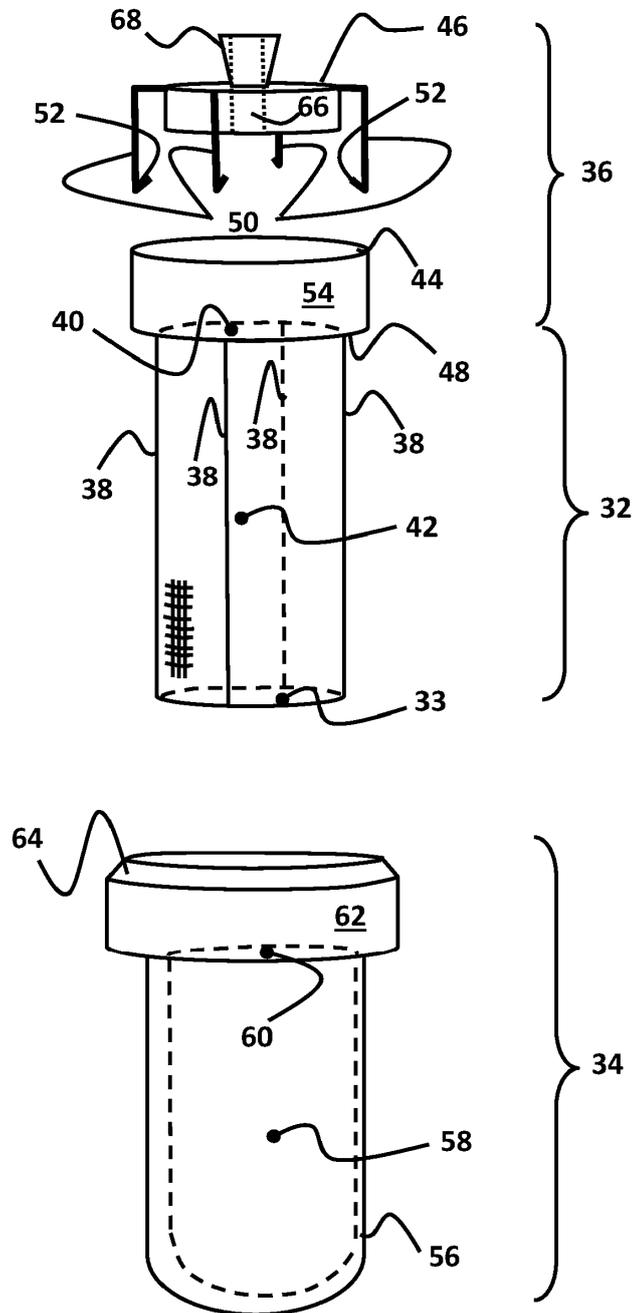


Fig.2

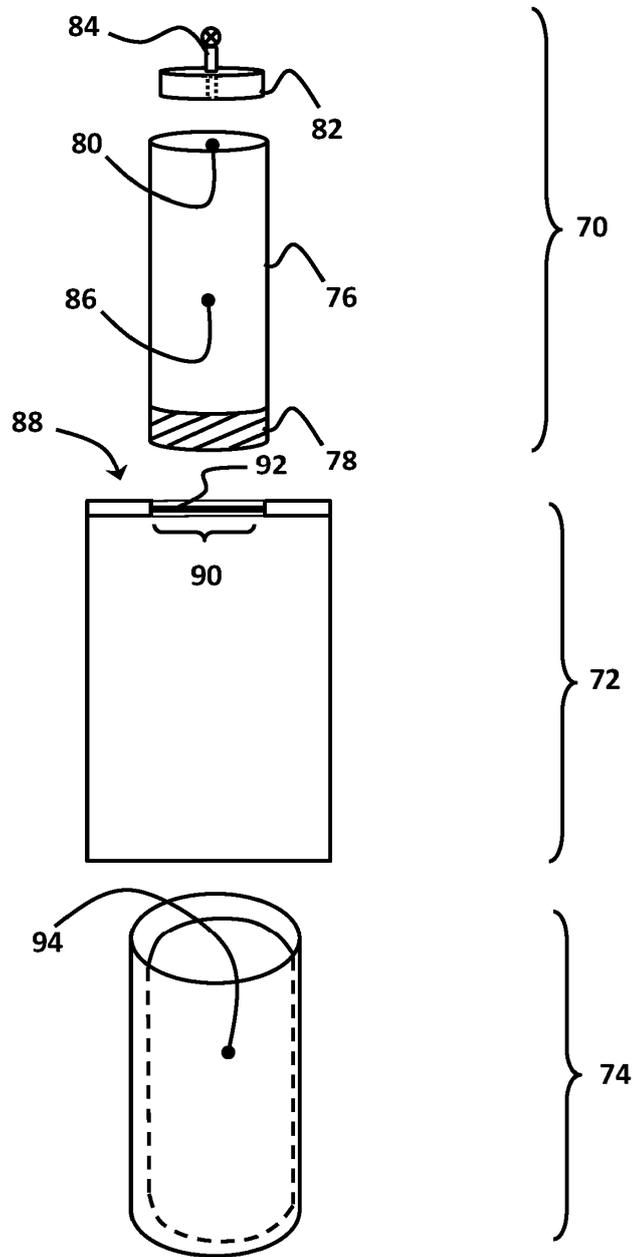


Fig. 3

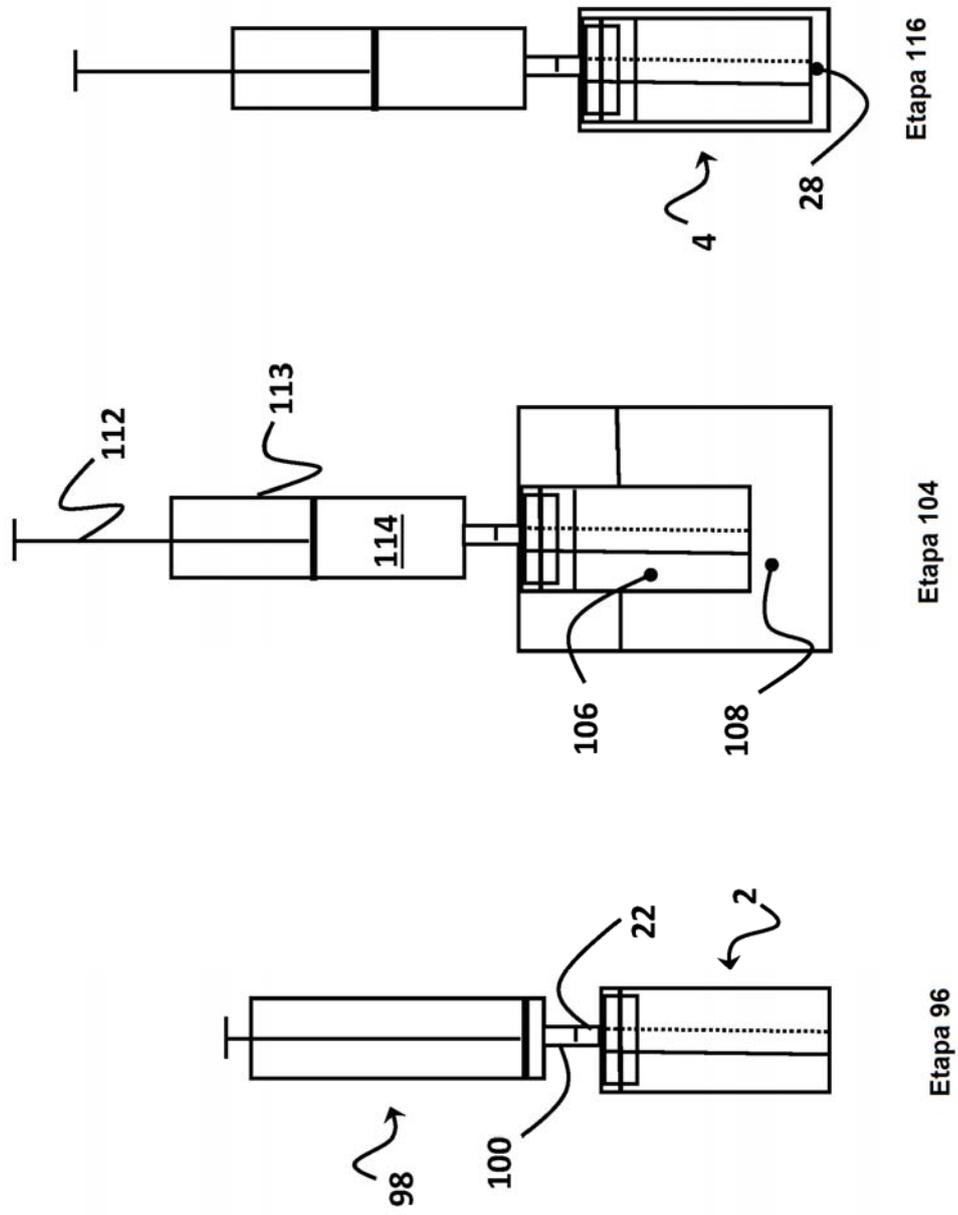


Fig. 4