

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 725 789**

51 Int. Cl.:

**B29C 39/02** (2006.01)

**B29C 67/00** (2007.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **29.08.2012 PCT/US2012/052783**

87 Fecha y número de publicación internacional: **07.03.2013 WO13033153**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.08.2012 E 12828170 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.02.2019 EP 2750849**

54 Título: **Preparación de muestras inorgánicas por fusión**

30 Prioridad:

**30.08.2011 US 201113220904**

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

**27.09.2019**

73 Titular/es:

**SPEX SAMPLE PREP LLC (100.0%)  
15 Liberty Street  
Metuchen, NJ 08840, US**

72 Inventor/es:

**LEMAY, PIERRE, EMMANUEL;  
BOIVIN, MARC;  
CHANTAL, ALAIN y  
SAINT-PIERRE, LUC**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

ES 2 725 789 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

Preparación de muestras inorgánicas por fusión.

Antecedentes de la invención

5 La presente invención está relacionada, en general, con la preparación de muestras inorgánicas por fusión y, más concretamente, se refiere a un procedimiento y un sistema mejorados para la preparación de muestras inorgánicas por fusión.

10 En un procedimiento existente conocido para la preparación de muestras inorgánicas para análisis, la muestra (geológica, mineralógica o algún material inorgánico) en forma de polvo se mezcla con un reactivo en polvo llamado *flux* (fundente). La mezcla se coloca en un crisol de aleación de platino y oro, y se calienta a una temperatura ligeramente superior a 1.000 °C. A esa temperatura, el fundente se derrite en unos pocos minutos y se disuelven los óxidos presentes en la muestra, produciendo una mezcla homogénea. Esta mezcla fundida se vierte entonces en un molde fabricado de la misma aleación que el crisol. Al enfriarse, el material en el molde se solidificará, dando como resultado un disco vítreo que puede ser analizado.

Este procedimiento muestra al menos los siguientes inconvenientes:

- 15
- En algunos casos, este procedimiento puede tardar un tiempo excesivamente largo;
  - El costo de los crisoles y moldes es muy alto, al estar estos elementos fabricados de metales preciosos;
  - Con algunas muestras, el material fundido es muy pegajoso, y hace que el disco vítreo se rompa;
  - La viscosidad del fundido también puede causar una rápida degradación del molde;
  - La superficie del molde debe ser tan perfectamente plana y tan lisa como sea posible o aparecerán errores analíticos;
  - Se necesita un pulido adicional de la superficie del molde para mantener esta lisura;
  - No se pueden preparar muestras que contengan platino u oro (u otros metales preciosos), debido al riesgo de amalgama con el crisol.
- 20

25 En términos generales, un objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento y sistema para la preparación de muestras inorgánicas, que superen uno o más de los inconvenientes del procedimiento existente. Se contempla específicamente que el procedimiento y sistema deberían ser de un uso conveniente y fiable y, preferiblemente, debería conseguirse un ahorro en los gastos en comparación con el procedimiento existente.

30 Según un aspecto de la invención, se garantiza una superficie de recepción lisa para la mezcla y se minimiza la cantidad de pulido adicional de la superficie al verter la mezcla homogénea sobre una superficie metálica fundida inerte, como el oro líquido.

35 Según otro aspecto de la invención, la velocidad del procedimiento se mejora mediante la fusión previa del fundente en una cámara de calentamiento y mezclándolo con la muestra en estado líquido. También se contempla que la velocidad del procedimiento se puede aumentar enfriando el disco vítreo con un fluido que tenga una capacidad térmica sustancialmente mayor que el aire que se utiliza normalmente para el enfriamiento. Los fluidos preferidos incluyen agua y gases licuados, que son muy fríos cuando se despresurizan desde su forma almacenada hasta la presión atmosférica.

40 Según otro aspecto de la presente invención, el ahorro se puede realizar eliminando los crisoles fabricados con metales preciosos (p. ej., una aleación de platino y oro, en lo sucesivo también referido como "material de platino") y reemplazándolos con crisoles fabricados de un grafito vítreo (en adelante también denominado "material de grafito"). Sin embargo, en la medida en que el grafito se degrada rápidamente a alta temperatura en presencia de oxígeno, el procedimiento debe realizarse en atmósfera ambiental con gas inerte, preferiblemente una que contenga nitrógeno, argón o neón, o combinaciones de los mismos.

Breve descripción del dibujo

45 La breve descripción anterior y otros objetos, características y ventajas de la presente invención se comprenderán mejor a partir de la siguiente descripción detallada de una forma de realización actualmente preferida, pero no obstante ilustrativa, según la presente invención, haciéndose referencia a los dibujos que se acompañan en los que la Figura 1, la única figura, es un diagrama esquemático de un sistema para la preparación de muestras inorgánicas por fusión que conforman la realización de la presente invención.

Descripción detallada

50 La preparación de muestras inorgánicas por fusión, según la presente invención, implica el calentamiento de un crisol que contiene una mezcla de fundente de borato de litio y la propia muestra, finamente molida. Muy frecuentemente, el personal de laboratorio que realiza el procedimiento agregará también un compuesto químico halogenado para facilitar la retirada del producto final. El borato de litio disuelve la muestra, y esta disolución puede mejorarse mediante la agitación del crisol. Después de una reacción completa, la solución caliente resultante se

vierte en un molde en forma de placa y se enfría, para producir un disco vítreo que pueda luego utilizarse de forma conveniente en un analizador elemental.

5 La Figura 1 es un diagrama esquemático de un sistema 10 para la preparación de muestras inorgánicas por fusión que conforman la realización de la presente invención. Todos los procesos se realizan dentro de un recinto principal 12 que es preferiblemente hermético. El recinto 12 se rellena continuamente desde abajo con un gas inerte, como nitrógeno, argón o neón, siendo el gas seleccionado para inhibir la oxidación y otras reacciones, incluso a muy alta temperatura. El propósito principal del gas es evitar la oxidación de los componentes dentro del recinto, tal como un crisol 14 y un molde 16, comentados con mayor detalle a continuación.

10 El gas inerte nuevo es canalizado a un marco de entrada 18 y a marco de salida 20, que se utilizan, respectivamente, para introducir muestras y retirar del recinto 12 las muestras terminadas. Con el fin de minimizar la pérdida de gas, los marcos 18 y 20 se diseñan con puertas que permiten el flujo de gas al interior del recinto principal 12, pero no fuera de él. Cualquier exceso de gas que se acumule en el recinto principal 12 sale a través de un escape 22 en la parte superior del recinto 12, preferiblemente en un sistema de tuberías de la campana de humos existente (no se muestra).

15 Se introduce una muestra en el recinto 12 a través del marco de entrada 18 y es retenida en el crisol 14, que está fabricado de grafito. Lo más frecuente es que los crisoles para este tipo de procedimiento se fabriquen de una aleación de platino y oro, que es muy caro, y el uso de un crisol de grafito consigue ahorros considerables. El uso de una atmósfera de gas inerte hace que un crisol de grafito sea un sustituto efectivo para evitar el deterioro del crisol que ocurriría dentro del recinto 12 en presencia de oxígeno, ya que las temperaturas del procedimiento superan los 20 1.000 °C. El crisol 14 es calentado mediante un calentador 24, y se asienta directamente sobre un soporte mecánico 26, que, a su vez, se asienta sobre una balanza electrónica (y controlador del sistema) 28, que está situada fuera del recinto 12, para garantizar la estabilidad de la medición de la temperatura. La balanza 28 detecta la masa de la muestra y el controlador del sistema calcula la masa de fundente que se agregará.

25 El fundente pulverizado 30 es almacenado en una tolva 33 encima del recinto 12. Un calentador 31 en la parte inferior de la tolva 33 derrite el fundente hasta estado líquido. La adición de fundente fundido al crisol 14 es regulada por medio de una servoválvula 35, que es controlada por el controlador 28. Como resultado, se puede agregar una cantidad de fundente correcta con exactitud a la muestra dentro del crisol. La disolución de la muestra en el fundente se produce en presencia de calor proporcionado por el calentador 24. Añadiendo fundente fundido al crisol, en lugar de fundente en polvo como es normal con el procedimiento existente, es posible acelerar la disolución de la muestra.

30 Una vez que la muestra está completamente disuelta, se vierte en el molde 16 inclinando el crisol 14, como indica la flecha que apunta hacia abajo desde el fundente en polvo 30.

35 El conjunto de molde 16 comprende una caja rígida que contiene un material refusionable 32, como el oro. Este material debe ser más denso que el fundente fundido, debe ser inerte para el material, debe tener una temperatura de fusión inferior a 1.200 °C, y no debe adherirse al fundente. El oro se funde mientras la muestra está todavía en el crisol, formando así una superficie de recepción lisa. Tras el vertido, el fundente flota sobre el oro fundido. El molde 16 se enfría después haciendo funcionar una válvula 34 para inyectar gas inerte bajo el molde 16, formando un disco vítreo encima del oro. La base del molde 16 es una superficie llana y pulida, mientras que su parte superior está ahuecada con una pared cónica para permitir la extracción fácil del disco.

40 La parte inferior del molde 16 contiene una parte de acanaladura rebajada 36 para retener el oro dentro del molde. Es decir, cuando se retira el disco vítreo, el oro solidificado se mantiene en su lugar en la parte inferior del crisol conformándose el oro solidificado hacia la parte inferior del crisol como se muestra, que mantiene el oro en su lugar y permite que sólo el disco vítreo sea retirado.

Al verter la muestra disuelta en una superficie de recepción de metal fundido inerte se garantiza que la muestra siempre tendrá una superficie lisa y perfectamente plana que no requerirá un constante pulido adicional.

45 Con el fin de acelerar el procedimiento, se contempla que, en lugar de enfriar el molde con gas inerte, se podría enfriar, en cambio, introduciendo un fluido que tenga una capacidad térmica sustancialmente mayor. Los fluidos preferidos incluyen agua y gases licuados, que son muy fríos cuando se despresurizan desde su forma almacenada hasta la presión atmosférica.

**REIVINDICACIONES**

1. Un procedimiento para la fabricación de discos de muestra a partir de una muestra inorgánica en polvo, en donde un reactivo en polvo (30) se combina con la muestra en un crisol (14) y el crisol se calienta para obtener una mezcla en la que se disuelve la muestra, caracterizado el procedimiento por las etapas de:
  - 5            5. verter la mezcla en un molde (16) que contiene un metal fundido como superficie inferior de recepción para la mezcla, siendo el metal fundido (32) más denso que la mezcla, siendo inerte para la mezcla, y no adherente a ella y teniendo una temperatura de fusión inferior a 1.200 °C; y enfriar la mezcla mientras está en el molde para formar un disco.
- 10           2. El procedimiento de la reivindicación 1 realizado con un molde (16) que tiene una pared inferior interna y una periferia interna que está rebajada en los alrededores de la pared inferior de modo que el interior del molde tiene una dimensión lateral aumentada (36) en las proximidades de la pared inferior.
3. El procedimiento de la reivindicación 1, en donde el metal es oro o una aleación de oro.
4. El procedimiento de la reivindicación 3, en donde el reactivo (30) es fundido (30') antes de la etapa de combinación.
- 15           5. El procedimiento de la reivindicación 4, en donde la etapa de enfriamiento incluye la introducción de un fluido que tiene una mayor capacidad térmica que el aire.
6. El procedimiento de la reivindicación 5, en donde el fluido es uno de entre agua o gases licuados, que es despresurizado en la introducción.
- 20           7. El procedimiento de la reivindicación 5, en donde el crisol (14) y el molde (16) están fabricados de grafito, siendo el procedimiento realizado en una atmósfera que comprende un gas inerte.
8. El procedimiento de la reivindicación 7, en donde el gas inerte es un miembro del grupo de los gases nobles.
9. El procedimiento de la reivindicación 1, en donde el reactivo (30) es fundido (30') antes de la etapa de combinación.
- 25           10. El procedimiento de la reivindicación 1, en donde la etapa de enfriamiento incluye la introducción de un fluido que tiene una mayor capacidad térmica que el aire.
11. El procedimiento de la reivindicación 1, en donde el crisol (14) y el molde (16) están fabricados de grafito, siendo el procedimiento realizado en una atmósfera que comprende un gas inerte.
12. El procedimiento de la reivindicación 11, en donde el gas inerte incluye un miembro del grupo que contiene nitrógeno, argón y neón.

30

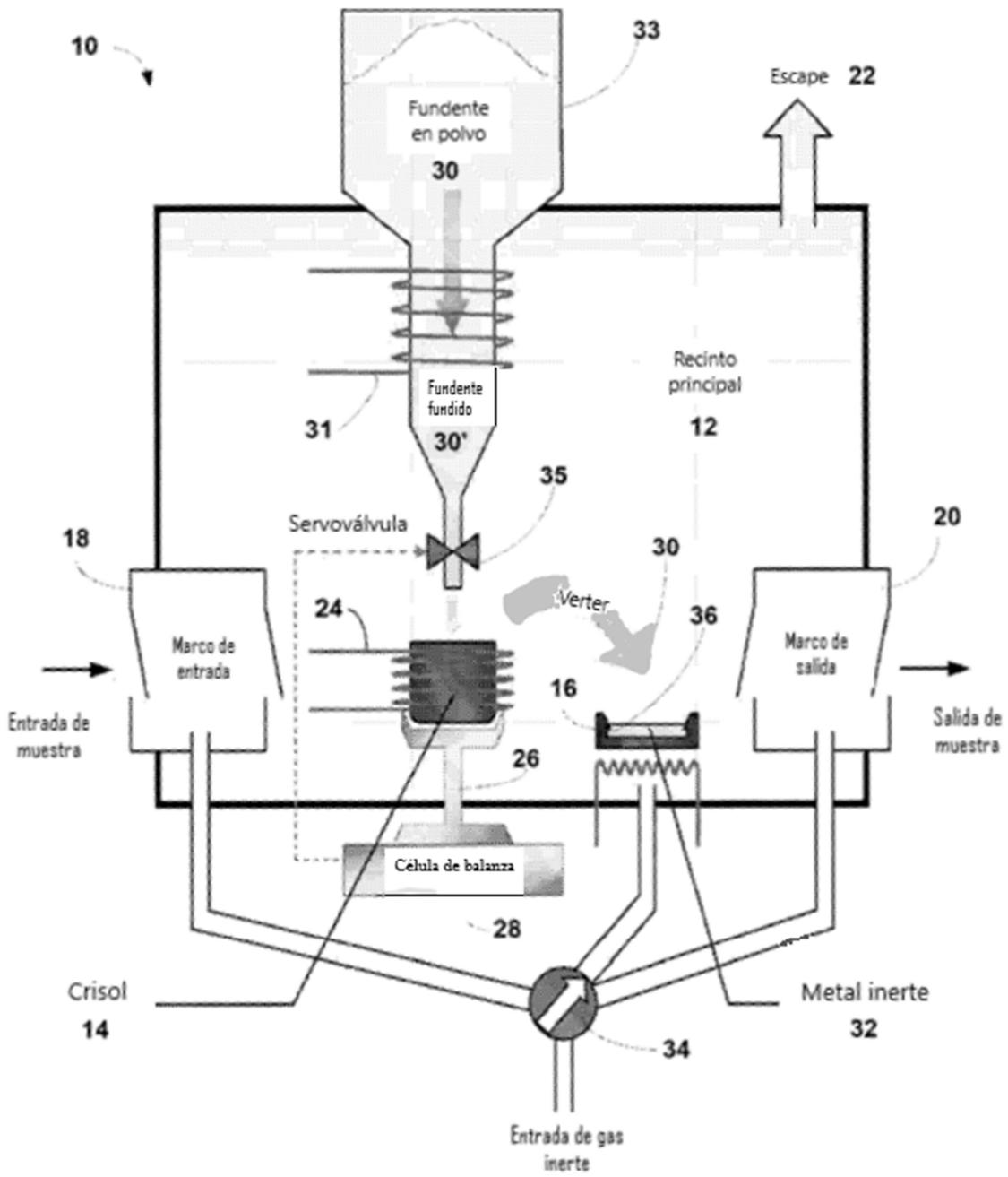


Fig. 1