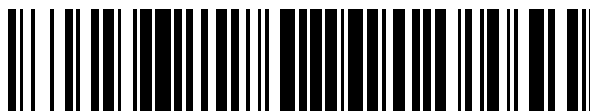


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 793 531**

51 Int. Cl.:

**G01N 30/12** (2006.01)

**G01N 30/88** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.09.2014** **E 14186190 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.03.2020** **EP 2851682**

54 Título: **Analizador y método para extraer y detectar automáticamente benceno y limoneno**

30 Prioridad:

**24.09.2013 IT MO20130260**

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

**16.11.2020**

73 Titular/es:

**PIOVAN S.P.A. (100.0%)  
Via delle Industrie 16  
30036 Santa Maria di Sala (VE), IT**

72 Inventor/es:

**BELLIO, ENRICO**

74 Agente/Representante:

**CURELL SUÑOL, S.L.P.**

**ES 2 793 531 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 y método para extraer y detectar automáticamente benceno y limoneno

5 La invención se refiere a un analizador y a un método para extraer y detectar automáticamente benceno y limoneno contenidos en un polímero, una resina en forma granular, una preforma, o un tereftalato de polietileno (PET) reciclado en forma granular.

10 Es conocido que para medir el benceno y el limoneno en una muestra hay que recurrir a un laboratorio de análisis químico. Un método usado en el laboratorio consiste en preparar la muestra que se debe analizar mediante molienda criogénica, y realizar un análisis de cromatografía de gases con técnica de espacio de cabeza.

15 La molienda criogénica enfría la muestra en nitrógeno líquido y posteriormente la muele, por ejemplo mediante un molino del tipo Wiley. La molienda criogénica se debe realizar por personal técnico calificado. Además, la molienda criogénica es un procedimiento laborioso que lleva mucho tiempo. Esto, por un lado, aumenta los costes de análisis y, por otro, reduce el número de análisis que se pueden llevar a cabo en un día, generalmente de uno a tres, lo que implica la falta de disponibilidad en tiempo real de los resultados del análisis, y por lo tanto, en caso de no conformidad de la muestra, lleva a que se rechacen grandes cantidades de producto. La molienda criogénica es aún más difícil de estandarizar, y a menudo está sujeta a errores humanos, lo que influye en gran medida en el resultado del análisis.

20 Además, el análisis de cromatografía de gases con técnica de espacio de cabeza se lleva a cabo actualmente en un laboratorio usando un cromatógrafo de gases de laboratorio por personal técnico cualificado y experto en cromatografía de gases. La técnica de espacio de cabeza elimina los vapores liberados de una muestra colocada en un vial a una temperatura establecida durante un cierto intervalo de tiempo, enviándose entonces estos vapores a una columna de cromatografía de gases para ser separados. El cromatógrafo de gases de laboratorio requiere una calibración particularmente larga y complicada porque se requiere la preparación de una serie de mezclas estándar con diferentes concentraciones de benceno y limoneno para trazar una recta de calibración. Además, en los cromatógrafos de gases de laboratorio usados actualmente para este tipo de análisis, se usa una técnica de inyección "dividida" para inyectar la muestra en la columna, en la que solo una parte de la muestra que se debe analizar, adecuadamente diluida con un gas portador, denominado "portador", se inyecta en la columna de cromatografía de gases a separar. La parte restante se descarga al exterior a través de una ventilación. Sin embargo, la relación entre la muestra que se debe analizar y el portador puede sufrir variaciones con frecuencia, lo que conlleva la necesidad de calibrar el cromatógrafo de gases de laboratorio con mayor frecuencia.

35 En uso, se toma una muestra de la línea de producción que se envía al laboratorio en el que se realiza el análisis mencionado en un momento que no es compatible, por los motivos mencionados anteriormente, con el tiempo de producción.

40 El artículo S Schmidt ET AL: "Dynamic Headspace Enrichment/Reinjection for Open Tubular GC/FTIR Analysis of Volatiles in Polymers", Journal of High Resolution Chromatography & Chromatography Communications, 1 de marzo de 1988 (1988-03-01), páginas 242-247, describe un sistema analítico para el análisis de volátiles arrastrados en polímeros. Este sistema se basa en un horno de desorción térmica conectado a una trampa. Después del enriquecimiento del vapor del espacio de cabeza, el material atrapado se reinyecta y analiza mediante cromatografía de gases tubular abierta/espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier, OTGC/FTIR.

El documento US5588988A describe un dispositivo de desorción térmica para un cromatógrafo de gases.

50 El artículo titulado "Home-made thermal desorption unit as an aid in gas chromatographic/mass spectrometric identification of environmental pollutants" de Rimen et al., describe una unidad de desorción térmica casera.

El documento DE4109858A1 describe un método para detectar sustancias emitidas por sustancias sólidas o líquidas, por medio de un cromatógrafo de gases.

55 El documento US5342786A describe un método para detectar la presencia de un vapor de un éster alquílico de ácido fosfórico, particularmente fosfato de tributilo, en el aire ambiente.

El documento EP0633469A2 describe métodos y aparatos para realizar cromatografía de gases.

60 El documento US5236593A describe un aparato y un método para el análisis de cromatografía de líquidos y cromatografía de gases acopladas en línea.

El documento US5970804A proporciona métodos y aparatos para determinar la presencia o ausencia de un constituyente específico en una mezcla.

65 G Fernandez-Martinez ET AL: "Determination of volatile organic compounds in coal, fly ash and slag samples by

direct thermal desorption/GC/MS”, Analisis, vol. 28, no. 10, 18 de diciembre 2000 (2000-12-18), páginas 953-959, describen un analizador configurado para detectar benceno y limoneno en una muestra de carbón, basado en la desorción térmica, una trampa fría y GC-MS.

5 STATHEROPOULOS M ET AL: “A study of volatile organic compounds evolved in urban waste disposal bins”, ATMOSPHERIC ENVIRONMENT, PERGAMON, GB, vol. 39, no. 26, 1 de agosto de 2005 (2005-08-01), páginas 4639-4645, describen un analizador configurado para detectar benceno y limoneno en una muestra de desechos basada en la desorción térmica, un capilar de criotrampa y GC-MS.

10 Samanta Fabris ET AL: “A method to determine volatile contaminants in polyethylene terephthalate (PET) packages by HDC-GC-FID and its application to post-consumer materials”, Ciènc. Tecnol. Aliment., 1 de enero de 2010 (2010-01-01), páginas 1046-1055, describen un analizador configurado para detectar limoneno en una muestra de PET reciclado basado en muestreo de espacio de cabeza, desorción térmica y GC-FID.

15 RIGANAKOS K A ET AL: “Effects of ionizing radiation on properties of monolayer and multilayer flexible food packaging materials”, RADIATION PHYSICS AND CHEMISTRY, ELSEVIER, AMSTERDAM, NL, vol. 54, no. 5, 1 de mayo de 1999 (1999-05-01), páginas 527-540, describen un analizador basado en muestreo de espacio de cabeza, desorción térmica y GC-MS. En un ejemplo, se detecta benceno/benzol en una muestra de LDPE, y en otro ejemplo, se detecta limoneno en una muestra de EVAc.

20 Un objetivo de la presente invención es proporcionar un analizador y un método para extraer y detectar automáticamente benceno y limoneno contenidos en un polímero en forma granular, una resina en forma granular, una preforma, o un tereftalato de polietileno (PET) reciclado en forma granular. Otro objetivo es proporcionar un analizador y un método para extraer y detectar automáticamente benceno y limoneno contenidos en un polímero,  
25 una resina en forma granular, una preforma, o un tereftalato de polietileno (PET) reciclado en forma granular, que no requieren el uso de personal técnico cualificado.

Otro objetivo adicional es proporcionar un analizador y un método para extraer y detectar automáticamente benceno y limoneno contenidos en un polímero, una resina en forma granular, una preforma, o un tereftalato de polietileno (PET) reciclado en forma granular, que permitan realizar un mayor número de análisis diarios que con la técnica anterior.

30 Un objetivo adicional logrado por la presente invención es permitir que se realice una verificación en línea en el procedimiento productivo de los sistemas de moldeo de preformas para permitir que los parámetros del procedimiento se adapten continuamente.

Otro objetivo más es proporcionar un analizador para extraer y detectar automáticamente benceno y limoneno contenidos en un polímero, una resina en forma granular, una preforma, o un tereftalato de polietileno (PET) reciclado en forma granular, que puede instalarse en un entorno de procedimiento. Todavía otro objetivo adicional es proporcionar un analizador para extraer y detectar automáticamente benceno y limoneno de una muestra que sea fácil y rápido de calibrar.

Aún otro objetivo adicional es proporcionar un analizador y un método para extraer y detectar automáticamente benceno y limoneno contenidos en un polímero, una resina en forma granular, una preforma, o un tereftalato de polietileno (PET) reciclado en forma granular, que permitan que se obtengan resultados más seguros y más repetibles que los obtenidos con la técnica anterior.

Estos y aún otros objetivos se logran mediante un analizador y mediante un método para extraer y detectar automáticamente benceno y limoneno contenidos en un polímero, una resina en forma granular, una preforma, o un tereftalato de polietileno (PET) reciclado en forma granular, según una o más de las reivindicaciones expuestas a continuación.

La invención se puede entender e poner en práctica mejor haciendo referencia a los dibujos adjuntos que ilustran algunas formas de realización de la misma a título de ejemplo no limitativo, en los que:

- 55
- la figura 1 es una vista esquemática en perspectiva de un analizador según la invención;
  - las figuras 2-5 son vistas esquemáticas que representan algunas etapas operativas del analizador según la invención.

60 Haciendo referencia a las figuras 1-5, se muestra un analizador 1 según la invención para extraer y detectar automáticamente benceno y limoneno, contenidos en una muestra 2 (figuras 3-5), que es un polímero, una resina en forma granular, una preforma, o un tereftalato de polietileno (PET) reciclado en forma granular.

65 En particular, la muestra 2 puede estar en forma de una materia prima, por ejemplo en forma granular, o en forma de un producto, por ejemplo una preforma.

El analizador 1 comprende un cuerpo de caja 3, en forma paralelepípeda.

El cuerpo de caja 3, por ejemplo realizado en metal, está provisto de un panel frontal 4.

En el panel 4 se monta una pantalla 5 para mostrar los resultados del análisis.

En una forma de realización, no representada, la pantalla 5 puede ser del tipo de pantalla táctil para constituir una interfaz entre el analizador 1 y un operador.

El analizador 1 puede estar provisto o conectado a un teclado, no representado, para permitir que el operador interactúe con el analizador 1, y conectado a una impresora, no representada, para imprimir los resultados del análisis. Asimismo, el analizador 1 puede proporcionarse además con y/o comprender salidas para la transmisión de datos RS485 y/o Ethernet que sean compatibles con los periféricos comunes usados en los sistemas del procedimiento.

Asimismo, el analizador 1 comprende una unidad de control y gestión, no representada, que está alojada en el cuerpo de caja 3 y configurada para recopilar y procesar datos relacionados con el análisis y para controlar los componentes del analizador 1.

El analizador 1 está provisto además de una cámara de desorción 6 alojada en el cuerpo de caja 3 y accesible a través de una puerta 7, obtenida en el panel 4 y que se puede abrir mediante una palanca 31. La cámara de desorción 6 está configurada, como se describe mejor a continuación, para recibir la muestra 2 que se debe analizar y extraer de la muestra 2 benceno y limoneno.

Asimismo, el analizador 1 incluye una trampa 8 alojada en el cuerpo de caja 3 y configurada para adsorber benceno y limoneno procedentes de la cámara de desorción 6. La trampa 8 comprende un tubo de acero, no representado, en el que se ha empaquetado un material poroso. En uso, a temperatura ambiente, debido a un fenómeno de adsorción física, el benceno y el limoneno permanecen bloqueados en la superficie del material poroso y se acumulan allí. Posteriormente, después de un calentamiento muy rápido de la trampa 8, realizado por unos medios de calentamiento no representados, el benceno y el limoneno atrapados se liberan, debido a un fenómeno de desorción física, para ser enviados a una columna capilar 9 de cromatografía de gases. La trampa 8 está configurada para detectar asimismo concentraciones muy bajas de benceno y limoneno, del orden de algunas partes por billón (ppb).

La columna capilar 9 de cromatografía de gases mencionada anteriormente está optimizada para separar el benceno y el limoneno procedentes de la trampa 8 y está alojada en el cuerpo de caja 3. La columna capilar 9 de cromatografía de gases está configurada para separar benceno y limoneno que se encuentran en la muestra 2 y proporcionar como salida los diversos picos de benceno y limoneno inicialmente mezclados en la muestra 2.

El analizador 1 comprende además un detector 10, en particular un detector de ionización de llama (FID), alojado en el cuerpo de caja 3, y configurado para detectar benceno y limoneno procedentes de la columna capilar 9 de cromatografía de gases. El principio operativo del detector 10 se basa en una medida de la microcorriente generada por un par de electrodos polarizados que reúnen los iones producidos por la combustión de sustancias orgánicas en una microlama de hidrógeno. Esta microcorriente, directamente proporcional a la cantidad de sustancia quemada, es transformada por un amplificador electrométrico, que pasa a través de una resistencia, en un voltaje, y es amplificada por un electrómetro. Por lo tanto, el detector 10 puede considerarse un detector selectivo del carbono orgánico en la medida en que la respuesta de los componentes quemados es directamente proporcional al número de átomos de carbono encontrados en la molécula (aunque la posible presencia de otros elementos en la molécula, como oxígeno, reduce la respuesta del componente), mientras que tiene una respuesta insignificante a compuestos inorgánicos como dióxido de carbono, monóxido de carbono y agua.

El analizador 1 está provisto además de una cámara calentada 11 recibida en el cuerpo de caja 3 y configurada para alojar la columna capilar 9 de cromatografía de gases y el detector 10. En uso, la cámara calentada 11 mantiene la columna capilar 9 de cromatografía de gases y el detector 10 a una temperatura comprendida entre 60°C y 120°C, o entre 70°C y 110°C, o entre 80°C y 100°C, en particular a aproximadamente 90°C, para garantizar la estabilidad del análisis. Esta temperatura se mantiene uniforme dentro de la cámara 11 debido a un sistema de ventilación, no representado, que permite que circule el aire.

El analizador 1 comprende además una primera válvula 13 y una segunda válvula 14 alojadas en el cuerpo de caja 3. La primera válvula 13 y la segunda válvula 14, por ejemplo de tipo giratorio, están configuradas, como se describe con mayor detalle a continuación, para ajustar automáticamente un flujo de fluidos que fluye hacia el analizador 1. En particular, la primera válvula 13 y la segunda válvula 14 comprenden internamente una almohadilla, no representada, y ranuras, que tampoco se representan. En uso, dependiendo de la posición de la almohadilla en relación con las ranuras, es posible variar la ruta de los fluidos dentro de la válvula, y por lo tanto del analizador 1. En una forma de realización de la invención, no representada, la primera válvula 13 y/o la segunda

válvula 14 son válvulas automáticas equivalentes a las válvulas giratorias, por ejemplo válvulas de diafragma.

Asimismo, el analizador 1 comprende un primer regulador de presión 15, un segundo regulador de presión 16, un tercer regulador de presión 17, y un cuarto regulador de presión 18, alojados en el cuerpo de caja 3. El primer regulador de presión 15, el segundo regulador de presión 16, el tercer regulador de presión 17, y el cuarto regulador de presión 18 están configurados para ajustar automáticamente las presiones de los fluidos que fluyen hacia el analizador 1. En particular, cada uno de los reguladores de presión 15-18 comprende una válvula solenoide proporcional y un sensor de presión. La electrónica maneja la válvula solenoide para ajustar la apertura de la misma y garantizar que la presión de salida detectada por el sensor de presión sea igual a la presión establecida. Aguas abajo de cada regulador de presión 15-18 se coloca además una constricción calibrada respectiva, estando alojadas dichas constricciones calibradas en la cámara calentada 11. En uso, al establecer una presión deseada, es posible ajustar el caudal de los fluidos que fluyen hacia el analizador 1.

El analizador 1 comprende además un circuito neumático 12 en el que fluyen los fluidos encontrados en el analizador 1. En particular, el circuito neumático 12 comprende un primer conducto 19 que conecta el primer regulador de presión 15 a la segunda válvula 14, un segundo conducto 20 que conecta la segunda válvula 14 a una ventilación 29, un tercer conducto 21 que conecta el segundo regulador de presión 16 a la cámara de desorción 6, un cuarto conducto 22 que conecta la cámara de desorción 6 a la primera válvula 13, un quinto conducto 23 que conecta la primera válvula 13 a una ventilación 30, un sexto conducto 24 que conecta la primera válvula 13 a la segunda válvula 14, un séptimo conducto 25 que conecta la segunda válvula 14 a la trampa 8, estando la trampa 8 insertada en el séptimo conducto 25, un octavo conducto 26 que conecta la segunda válvula 14 a la columna capilar 9 de cromatografía de gases y al detector 10, un noveno conducto 27 que conecta el tercer regulador de presión 17 al detector 10, y un décimo conducto 28 que conecta el cuarto regulador de presión 18 al detector 10.

Dentro del analizador 1, en particular dentro del circuito neumático 12, fluyen aire e hidrógeno. El aire se usa para mover la primera válvula 13 y la segunda válvula 14, para lavar la cámara de desorción 6, para transportar benceno y limoneno desde la cámara de desorción 6 a la trampa 8, y como agente de combustión para la llama del detector 10. El aire puede ser suministrado por un generador de aire cero, no representado, conectado al analizador 1, o por un cilindro.

El hidrógeno se usa como portador para transferir benceno y limoneno liberados por la trampa 8 a la columna capilar 9 de cromatografía de gases, y desde aquí al detector 10, y como combustible para la llama del detector 10. El hidrógeno puede ser suministrado por un generador de hidrógeno, que a menudo es más conveniente en un entorno de procedimiento, aunque requiere un mayor mantenimiento, o por un cilindro. El hidrógeno se escoge como portador porque es un gas barato que el analizador 1 ya necesita para alimentar la llama del detector 10, y porque es posible producir hidrógeno directamente en el entorno del procedimiento mediante un generador de hidrógeno, evitando así el uso de un cilindro. Sin embargo, es posible usar otros gases inertes como portadores, por ejemplo helio, siempre que se modifiquen ciertos parámetros de funcionamiento del analizador 1, tal como la temperatura de la cámara calentada 11 y la presión del portador.

A continuación se describe el ciclo de análisis del analizador 1 haciendo referencia a las figuras 2 a 5. En una primera etapa A, representada en la figura 2, la cámara de desorción 6, desprovista de la muestra 2, se limpia con aire. En la primera etapa A, la primera válvula 13 está en una primera configuración operativa W1 en la que la primera válvula 13 conecta el cuarto conducto 22 con el quinto conducto 23 que está conectado a la ventilación 30. De esta manera, el aire, proveniente del generador de aire, o del cilindro, a una presión ajustada por el segundo regulador 16, fluye, en el sentido indicado por las flechas F1, a través del tercer conducto 21, la cámara de desorción 6, limpiando la cámara de desorción 6, el cuarto conducto 22, el quinto conducto 23, y la ventilación 30.

En una segunda etapa B, representada en la figura 3, en la trampa 8 se absorben benceno y limoneno liberados por la muestra 2. En particular, en la segunda etapa B, la muestra 2 se inserta en la cámara de desorción 6, que se mantiene, por medios de calentamiento no mostrados, a una temperatura comprendida entre 150°C y 210°C, o entre 160°C y 200°C, o entre 170°C y 190°C, en particular a aproximadamente 180°C, durante un tiempo comprendido entre 20 y 60 minutos, o entre 30 y 50 minutos, en particular de aproximadamente 40 minutos, promoviendo esto la liberación de benceno y limoneno de la muestra 2. Además, en la segunda etapa B, la cámara de desorción 6 es lavada continuamente por el aire, por el cual todos los compuestos liberados por la muestra 2 son transportados a la trampa 8, en la que son adsorbidos. En la segunda etapa B, la primera válvula 13 está en una segunda configuración operativa W2 en la que la primera válvula 13 conecta el cuarto conducto 22 con el sexto conducto 24, mientras que la segunda válvula 14 está en una configuración operativa T1 en la que la segunda válvula 14 conecta el sexto conducto 24 con el séptimo conducto 25, y este último con el segundo conducto 20 que está conectado a la ventilación 29. De esta manera, el aire, procedente del generador de aire, o del cilindro, a una presión ajustada por el segundo regulador 16, fluye, en el sentido indicado por las flechas F2, a través del tercer conducto 21, la cámara de desorción 6, arrastrando consigo los compuestos liberados por la muestra 3, el cuarto conducto 22, el sexto conducto 24, el séptimo conducto 25, y así a través de la trampa 8, el segundo conducto 20 y la ventilación 29. En una tercera etapa C, que se muestra en la figura 4, el benceno y el limoneno se envían a la columna capilar 9 de cromatografía de gases. En particular, en la tercera etapa C, la trampa 8 se calienta, en 1 segundo, a una temperatura superior a 240°C, o superior a 260°C, o superior a 280°C, en particular

a aproximadamente 300°C, para permitir que se desorban el benceno y el limoneno que se han acumulado en ella, y se lava a contracorriente, con respecto a la dirección del flujo de benceno y limoneno en la segunda etapa B, para enviar benceno y limoneno desorbidos a la columna capilar 9 de cromatografía de gases para la separación cromatográfica. En la tercera etapa C, la segunda válvula 14 está en una configuración operativa adicional T2 en la que la segunda válvula 14 conecta el primer conducto 19 con el séptimo conducto 25, y este último con el octavo conducto 26. De esta manera, el hidrógeno, proveniente del generador de hidrógeno, o del cilindro, a una presión ajustada por el primer regulador 15, fluye, en el sentido indicado por las flechas F3, a través del primer conducto 19, el séptimo conducto 25, y así a través de la trampa 8, el octavo conducto 26 y la columna capilar 9 de cromatografía de gases, junto con benceno y limoneno desorbidos por la trampa 8.

En una cuarta etapa D, que se muestra en la figura 5, se proporciona llevar a cabo el análisis de cromatografía de gases de benceno y limoneno que se adsorbieron previamente en la trampa 8 y ahora se encuentran en la columna capilar 9 de cromatografía de gases. Una vez que se han establecido la temperatura de la cámara calentada 11 y la presión del portador, los diversos picos se identifican unívocamente en función de su tiempo de retención, es decir, el tiempo necesario para que el componente individual de alto punto de ebullición atraviese la columna capilar 9 de cromatografía de gases, que depende de las interacciones del componente de alto punto de ebullición con la fase estacionaria que se encuentra en la columna capilar 9 de cromatografía de gases. La columna capilar 9 de cromatografía de gases que se encuentra en el analizador 1 separa los diversos componentes de alto punto de ebullición según el punto de ebullición de los mismos. En la cuarta etapa D, la segunda válvula 14 está en otra configuración operativa T3 en la que la segunda válvula 14 conecta el primer conducto 19 con el octavo conducto 26, excluyendo así la trampa 8 de la ruta del portador. De esta manera, el hidrógeno que proviene del generador de hidrógeno, o del cilindro, a una presión ajustada por el primer regulador 15, fluye, en el sentido indicado por las flechas F4, a través del primer conducto 19, el octavo conducto 26, la columna capilar 9 de cromatografía de gases y el detector 10, junto con benceno y limoneno separados de la columna capilar 9 de cromatografía de gases. Asimismo, en la cuarta etapa D, el detector 10 recibe hidrógeno, que fluye en el sentido indicado por las flechas F5 y proviene del generador de hidrógeno, o del cilindro, a una presión ajustada por el tercer regulador 17, y aire, que fluye en el sentido indicado por las flechas F6 y proviene del generador de aire, o del cilindro, a una presión ajustada por el cuarto regulador 18.

En uso, el analizador 1 se calibra inicialmente suministrando a la cámara de desorción 6 una mezcla certificada, es decir, una mezcla a una concentración conocida. Posteriormente, el operador inserta la muestra 2 en la cámara de desorción 6 e inicia el analizador 1, que funciona según las etapas A-D mencionadas anteriormente. Al final del ciclo de análisis, se obtienen la separación de benceno y limoneno, la impresión gráfica y el informe de análisis. Al final del ciclo de análisis, el analizador 1 se prepara en estado de espera.

Debe apreciarse cómo el analizador 1 y el método según la invención permiten que el benceno y el limoneno encontrados en la muestra 2 se extraigan y detecten automáticamente.

En particular, el analizador 1 y el método según la invención no requieren que se prepare la muestra 2, lo que trae una serie de ventajas, tales como:

- no se requiere personal técnico cualificado o personal experto en cromatografía de gases: de hecho, es suficiente la presencia de un operador capacitado en el uso del analizador 1;
- el analizador 1 puede instalarse directamente en un entorno de procedimiento;
- es posible realizar un mayor número de análisis diarios que los realizados en un laboratorio según la técnica anterior; de hecho, dado que se ha eliminado el tiempo requerido para preparar la muestra 2, es posible llevar a cabo un único análisis en un tiempo inferior a 60 minutos; y
- los resultados obtenidos son más seguros y repetibles que los obtenidos en un laboratorio según la técnica anterior, debido a que ya no están sujetos a errores humanos.

Asimismo, como se describe anteriormente, la calibración del analizador 1 es muy rápida y simple. De hecho, se puede realizar usando un cilindro certificado o una mezcla certificada sin la necesidad de crear una recta de calibración.

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Analizador (1) configurado para extraer y detectar automáticamente benceno y limoneno contenidos en un polímero, una resina en forma granular, una preforma, o un tereftalato de polietileno (PET) reciclado en forma granular, en el que dicho analizador (1) comprende un cuerpo de caja (3), alojando dicho cuerpo de caja (3):
- una cámara de desorción (6), configurada para recibir dicha muestra (2) y extraer benceno y limoneno de dicha muestra (2);
  - 10 - una trampa (8), configurada para adsorber dichos benceno y limoneno procedentes de dicha cámara de desorción (6);
  - unos medios de calentamiento para calentar dicha trampa (8) hasta una temperatura tal que permita que dichos benceno y limoneno sean liberados por dicha trampa (8);
  - 15 - una columna capilar de cromatografía de gases (9), configurada para separar dichos benceno y limoneno procedentes de dicha trampa (8);
  - un detector (10) para detectar dichos benceno y limoneno procedentes de dicha columna capilar de cromatografía de gases (9),
  - 20 - una cámara (11), en el que el analizador está configurado para calentar la cámara, que contiene dicha columna capilar de cromatografía de gases (9) y dicho detector (10) y está configurada para mantener dicha columna capilar de cromatografía de gases (9) y dicho detector (10) a una temperatura sustancialmente uniforme, para asegurar la estabilidad de un análisis,
  - 25 - unos medios de válvula (13, 14) para ajustar automáticamente un flujo de fluidos que fluyen en dicho analizador (1), y/o unos medios de ajuste de presión (15-18) para ajustar automáticamente las presiones de fluidos que fluyen en dicho analizador (1),
  - 30 - unos medios de lavado para lavar con aire dicha cámara de desorción (6), y/o unos medios de calentamiento para calentar dicha cámara de desorción (6) hasta una temperatura que sea tal que promueva la liberación de dichos benceno y limoneno de dicha muestra (2), y/o unos medios de transporte para transportar continuamente a dicha trampa (8) dichos benceno y limoneno liberados por dicha muestra (2) en dicha cámara de desorción (6), y
  - 35 - una unidad de control y gestión para recopilar y procesar datos de análisis y para controlar dicho analizador (1), en el que dicho cuerpo de caja (3) está provisto de un panel frontal (4) sobre el que están montados unos medios de visualización (5) para visualizar los resultados del análisis, y/o unos medios de interfaz para permitir que un operador conecte por interfaz con dicho analizador (1).
  - 40
2. Analizador (1) según la reivindicación 1, en el que dicho detector es un detector de ionización de llama (10).
3. Analizador (1) según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende además unos medios de impresión para imprimir los resultados del análisis.
- 45
4. Método para extraer y detectar automáticamente benceno y limoneno contenidos en un polímero, una resina en forma granular, una preforma, o un tereftalato de polietileno (PET) reciclado en forma granular, comprendiendo dicho método:
- 50 - instalar directamente en un entorno de procedimiento un analizador (1) que comprende un cuerpo de caja (3) que aloja una cámara de desorción (6), una trampa (8) para benceno y limoneno, una columna capilar de cromatografía de gases (9), y un detector (10),
  - 55 - insertar dicha muestra (2) en dicha cámara de desorción (6), y extraer de dicha muestra (2) benceno y limoneno a través de dicha cámara de desorción (6);
  - adsorber dichos benceno y limoneno en dicha trampa (8) para benceno y limoneno;
  - 60 - separar dichos benceno y limoneno procedentes de dicha trampa (8) en dicha columna capilar de cromatografía de gases (9) que está configurada para separar benceno y limoneno;
  - enviar a dicho detector (10) dichos benceno y limoneno procedentes de dicha columna capilar de cromatografía de gases (9),
  - 65 en el que dicha extracción comprende calentar dicha cámara de desorción (6) hasta una temperatura

comprendida entre 150° y 210°C, o entre 160° y 200°C, o entre 170° y 190°C, en particular hasta una temperatura de aproximadamente 180°C, durante un tiempo comprendido entre 20 y 60 minutos, o entre 30 y 50 minutos, en particular de aproximadamente 40 minutos, para promover la liberación desde dicha muestra (2) de dichos benceno y limoneno, y transferir continuamente a dicha trampa (8) dichos benceno y limoneno liberados en dicha cámara de desorción (6).

5

5. Método según la reivindicación 4, y que comprende, antes de dicha inserción, lavar dicha cámara de desorción (6) con aire por medio de unos medios de lavado alojados en dicho cuerpo de caja (3).

10

6. Método según la reivindicación 4 o 5, en el que después de dicha adsorción se proporciona el calentamiento de dicha trampa (8) por medio de unos medios de calentamiento alojados en dicho cuerpo de caja (3) a una temperatura superior a 240°C, o superior a 260°C, o superior a 280°C, en particular a aproximadamente 300°C, durante un tiempo de aproximadamente 1 segundo, para liberar dichos benceno y limoneno de dicha trampa (8) y transferir dichos benceno y limoneno a dicha columna capilar de cromatografía de gases (9).

15

7. Método según cualquiera de las reivindicaciones 4 a 6, y que comprende mantener dicha columna capilar de cromatografía de gases (9) y dicho detector (10) a una temperatura sustancialmente uniforme comprendida entre 60°C y 120°C, o entre 70°C y 110°C, o entre 80°C y 100°C, en particular a aproximadamente 90°C, para garantizar la estabilidad de un análisis, por medio de una cámara calentada (11) alojada en dicho cuerpo de caja (3).

20



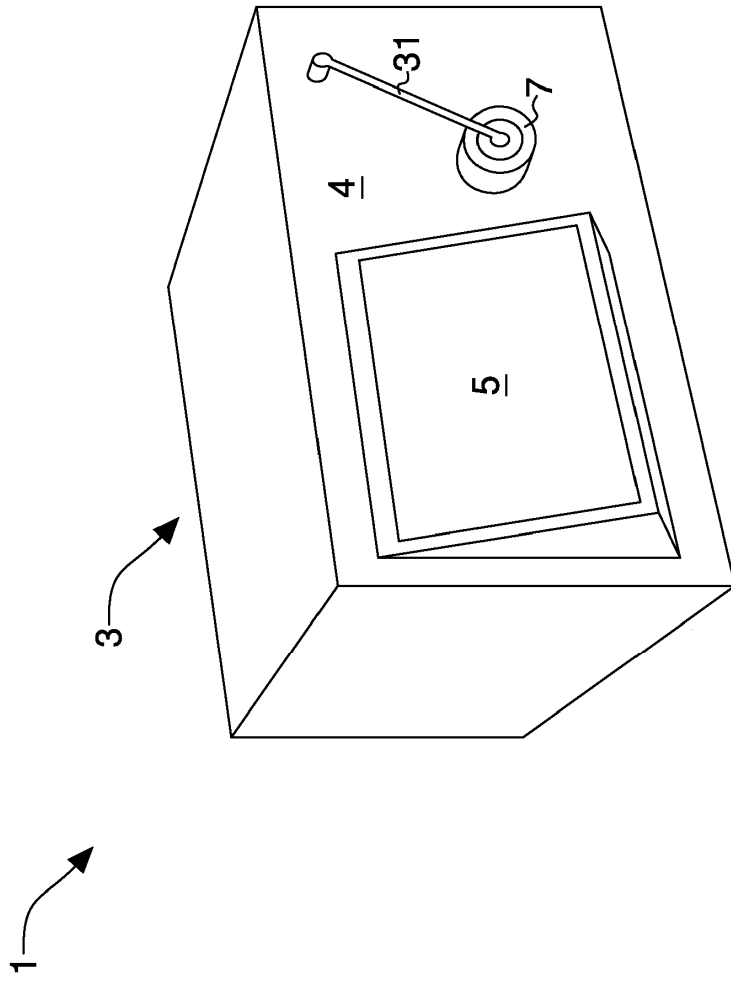


Fig. 1

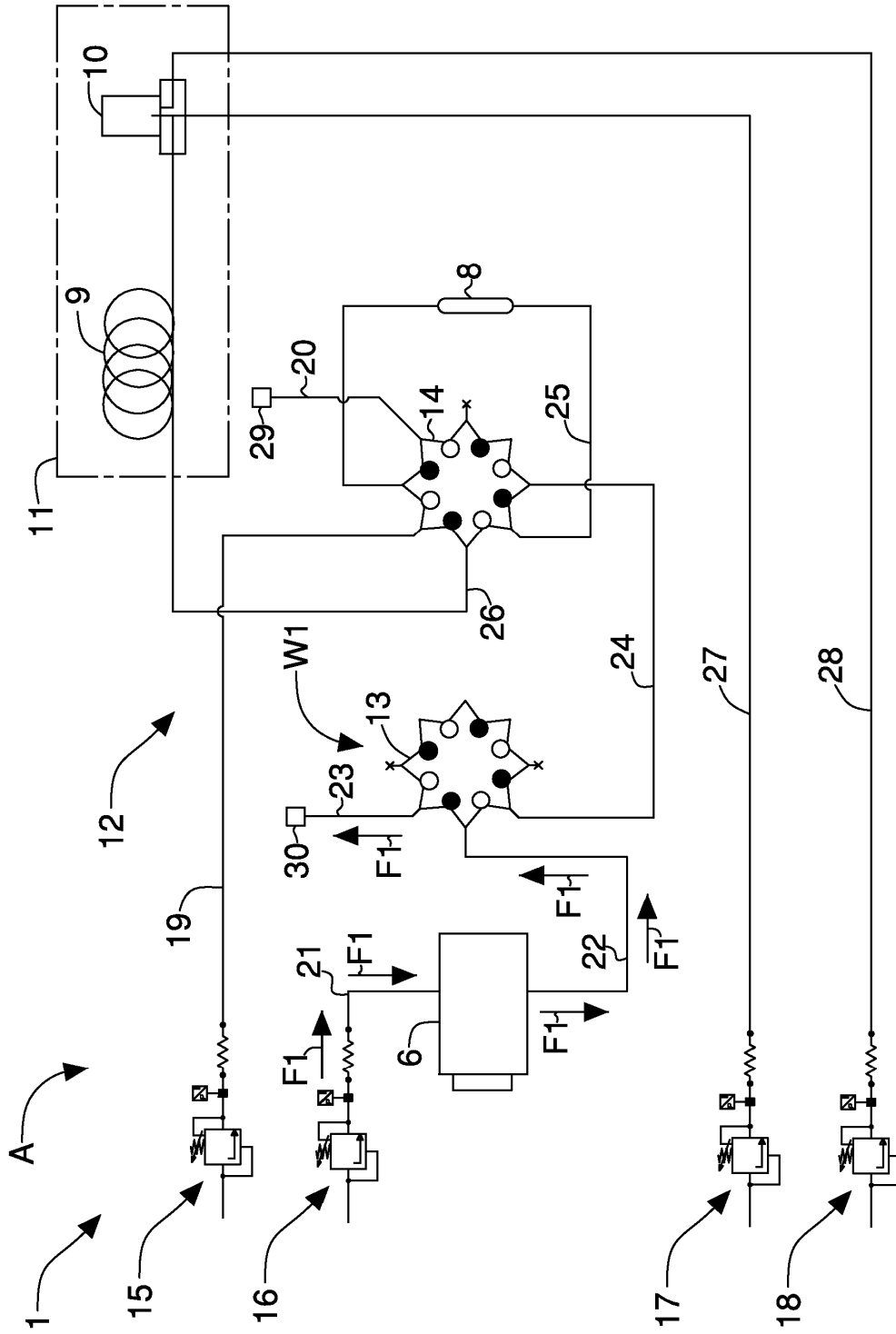


Fig. 2

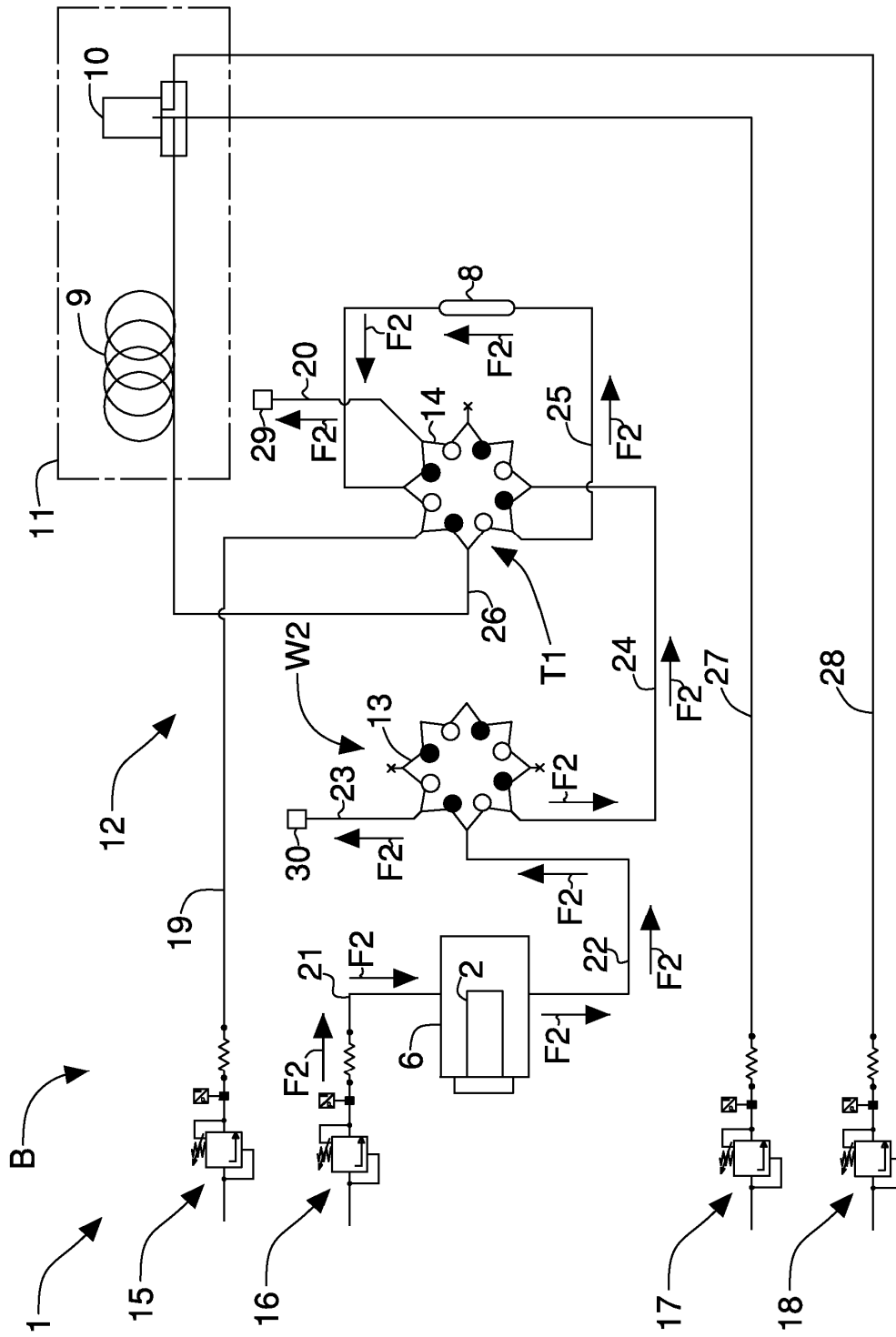


Fig. 3

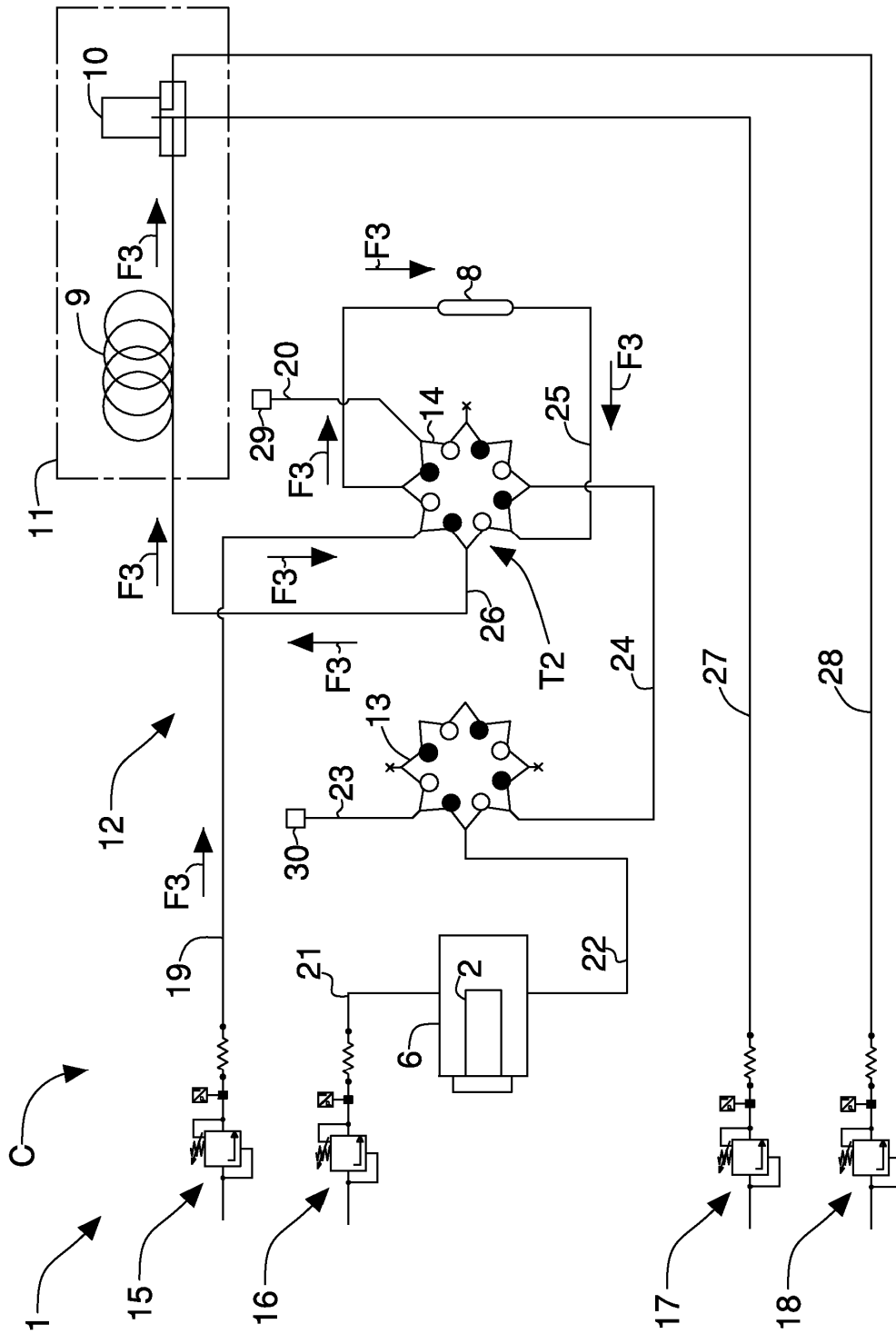


Fig. 4

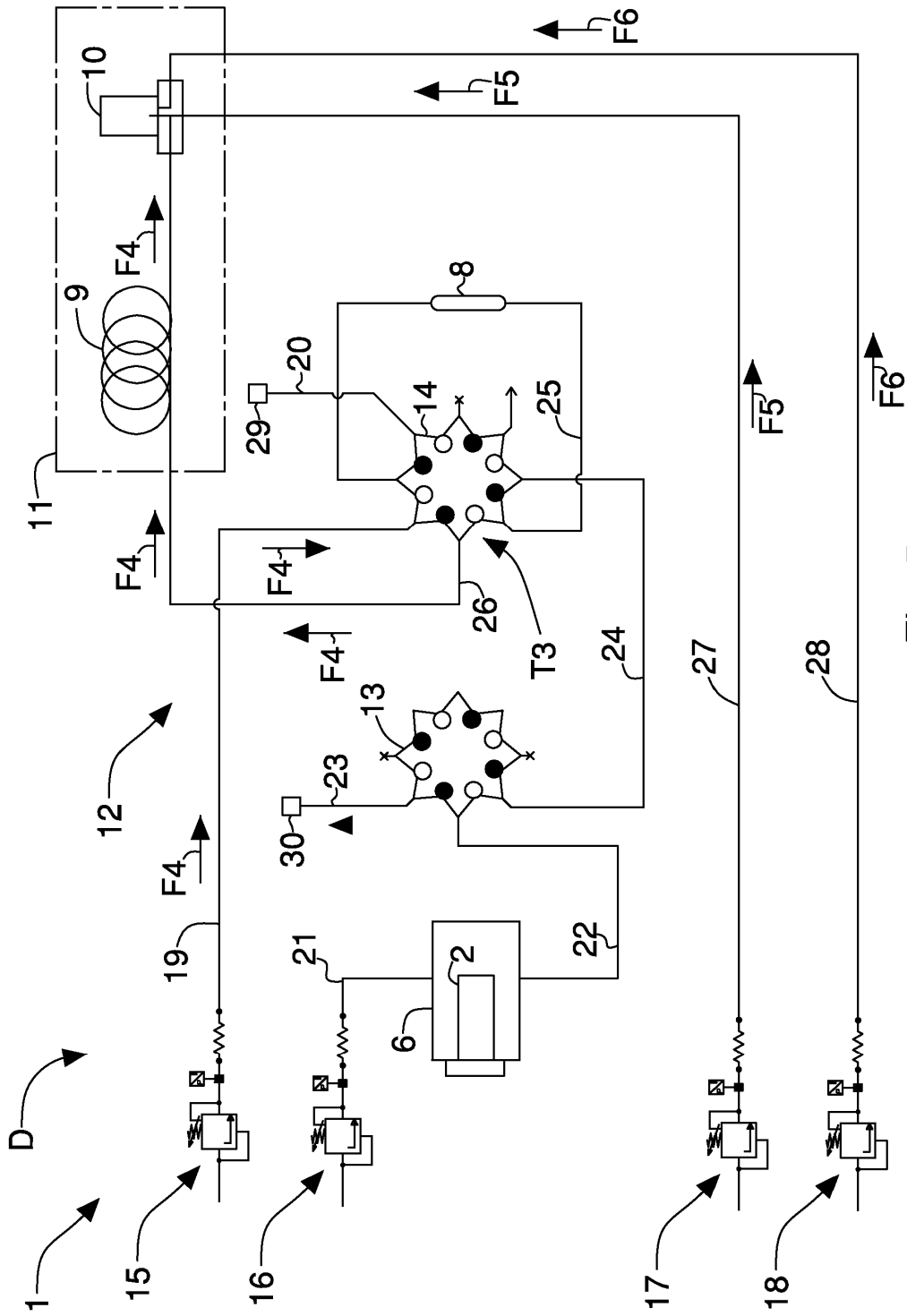


Fig. 5