

(12) SOLICITUD INTERNACIONAL PUBLICADA EN VIRTUD DEL TRATADO DE COOPERACIÓN EN MATERIA DE PATENTES (PCT)

(19) Organización Mundial de la Propiedad
Intelectual
Oficina internacional



(43) Fecha de publicación internacional
4 de febrero de 2010 (04.02.2010)

(10) Número de Publicación Internacional
WO 2010/012855 A1

(51) Clasificación Internacional de Patentes:
B01L 3/00 (2006.01) *G01N 35/00* (2006.01)

E-46022 Valencia (ES). **PUCHADES PLA, Rosa**
[ES/ES]; CTT. Edificio 6G, Camino de Vera s/n, E-46022
Valencia (ES).

(21) Número de la solicitud internacional:
PCT/ES2009/070325

(74) **Mandatario: UNGRIA LÓPEZ, Javier;** Avenida
Ramón y Cajal, 78, E-28043 Madrid (ES).

(22) Fecha de presentación internacional:
31 de julio de 2009 (31.07.2009)

(81) **Estados designados** (*a menos que se indique otra cosa, para toda clase de protección nacional admisible*): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(25) Idioma de presentación: español

(26) Idioma de publicación: español

(30) **Datos relativos a la prioridad:**
P200802378 31 de julio de 2008 (31.07.2008) ES

(71) **Solicitante** (*para todos los Estados designados salvo US*): **UNIVERSIDAD POLITÉCNICA DE VALENCIA** [ES/ES]; CTT. Edificio 6G., Camino de Vera s/n, E-46022 Valencia (ES).

(72) **Inventores; e**

(75) **Inventores/Solicitantes** (*para US solamente*): **KIDO, Horacio** [US/ES]; CTT. Edificio 6G, Camino de Vera s/n, E-46022 Valencia (ES). **MAQUEIRA CATALÁ, Angel** [ES/ES]; CTT. Edificio 6G, Camino de Vera s/n,

(84) **Estados designados** (*a menos que se indique otra cosa, para toda clase de protección regional admisible*): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), euroasiática (AM, AZ, BY, KG,

[Continúa en la página siguiente]

(54) **Title:** EQUIPMENT AND METHOD FOR EXTRACTING AN EXTRACT FROM A SAMPLE, USING, TO THAT END, AN EXTRACTANT AND EXTRACT PRECONCENTRATION

(54) **Título:** EQUIPO Y MÉTODO PARA LA EXTRACCIÓN EN UNA MUESTRA DE UN EXTRACTO EMPLEANDO PARA ELLO UN EXTRACTANTE Y PRECOCENTRACIÓN DE EXTRACTOS

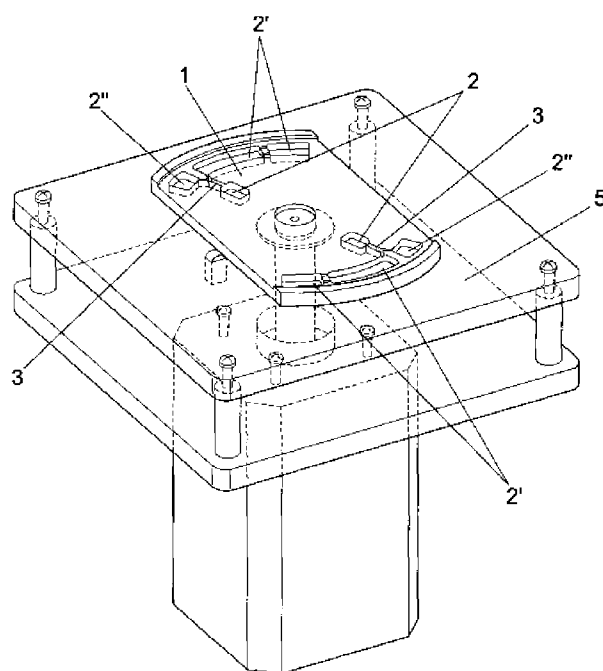


FIG. 1

(57) **Abstract:** The present invention relates to an item of equipment and a methodology for the extraction of an extract from a sample, using, to that end, an extractant. Said item of equipment comprises at least a support, preferably an inert disc (1) with at least one compartment (2, 2, 2) and a conduit (3) and centrifugation means (4) that comprise an electric motor (11), wherein said centrifugation means (4) are such as to allow the variation in speed, acceleration and direction of rotation of the disc (1) or other conditions, such as pressure, atmosphere and temperature, said disc (1) being secured to the centrifugation means (4) by means of a supporting element (5) that comprises a plurality of magnets (6) on the surface thereof. In this way, by rotation of the disc at sufficient speed, the extractant mixed with the sample is capable of extracting an extract from the sample. The invention also describes a method for performing said extraction, cleaning the extracts and automating the entire process.

(57) **Resumen:**

[Continúa en la página siguiente]



KZ, MD, RU, TJ, TM), europea (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publicada:

- *con informe de búsqueda internacional (Art. 21(3))*
- *antes de la expiración del plazo para modificar las reivindicaciones y para ser republicada si se reciben modificaciones (Regla 48.2(h))*

La presente invención se refiere a un equipo y metodología para la extracción en una muestra de un extracto empleando para ello un extractante. Dicho equipo comprende, al menos un soporte, preferentemente un disco (1) inerte con al menos un compartimento (2, 2, 2) y un conducto (3); y medios de centrifugación (4) que comprenden, un motor eléctrico (11); donde dichos medios de centrifugación (4) son tales que permiten la variación de velocidad, aceleración y sentido de giro del disco (1), u otras condiciones como presión, atmósfera y temperatura, siendo dicho disco (1) solidario con los medios de centrifugación (4) por medio de un soporte (5) que comprende una pluralidad de imanes (6) en su superficie. De este modo, girando el disco a la velocidad suficiente, el extractante mezclado con la muestra ser capaz de extraer un extracto de la muestra. La invención también describe un método para la realización de dicha extracción, la limpieza de los extractos y la automatización de todo el proceso.

**EQUIPO Y MÉTODO PARA LA EXTRACCIÓN EN UNA MUESTRA DE UN
EXTRACTO EMPLEANDO PARA ELLO UN EXTRACTANTE Y
PRECOCENTRACIÓN DE EXTRACTOS.**

5

Objeto de la invención

El objeto de la presente invención es un equipo y método para la realización de extracciones en una muestra empleando para ello un extractante, mediante un equipo automatizado, compuesto esencialmente de una plataforma extractante y un motor, que permite la aplicación de un campo magnético, la variación de la velocidad, la aceleración, el sentido de giro así como la temperatura, la presión y la atmosfera de trabajo.

15

Antecedentes de la invención

La extracción líquido-líquido y la extracción sólido-líquido son técnicas de preparación de muestras muy utilizadas para la purificación de sustancias, enriquecimiento (pre-concentración) y cambio de matriz. Encuentran aplicaciones en multitud de ámbitos y problemáticas que van, desde los analíticos a los preparativos a escala de laboratorio o industrial.

La extracción sólido-líquido [Thurman, E.M., Mills, M.S. Solid-Phase extraction. Principles and practise. John Wiley, N.Y. 1998] se basa en recuperar selectivamente una o varias sustancias, contenidas en una muestra líquida o previamente disuelta, utilizando un sólido constituido por gel de sílice, estireno-divinilbenceno o un material similar, funcionalizado químicamente, de modo que se pueden anclar en su superficie diferentes compuestos. Esto permite escoger las propiedades del material base.

Existen soportes comerciales con diferentes características y presentaciones, permitiendo extraer desde sustancias muy hidrofóbicas (fase octadecilo, C18) hasta

todo lo contrario, sustancias polares (fases intercambiadores de iones), además de poder incorporar otros soportes como, por ejemplo, los de impronta molecular y otros mecanismos de separación como, por ejemplo, exclusión molecular o bioafinidad.

Las metodologías en uso para extracción sólido-líquido disponen el soporte sólido en un cartucho, jeringa o membrana por donde se fuerza a pasar la muestra líquida. Posteriormente, el soporte es lavado varias veces con un líquido adecuado y finalmente se eluyen las sustancias retenidas en la fase sólida utilizando el extractante adecuado. En ocasiones, este extracto es posteriormente preconcentrado a vacío, mediante arrastre del disolvente con gases (N_2), roto-evaporación, etc. Todas estas operaciones se pueden realizar manualmente o con distintos grados de automatización.

Existen diferentes firmas que comercializan los soportes y los accesorios para su manipulación, muy posicionadas en el mercado.

Además de la metodología general ya comentada, existen otras propuestas que utilizan, por ejemplo, barras agitadoras magnéticas (Stir bar solid phase extraction, SBSE) recubiertas de un sólido (polidimetilsiloxano, PDMS) que actúa de extractante. Esta aplicación resulta muy interesante para extraer sustancias apolares en medios acuosos, ya que la desorción de los analitos se efectúa térmicamente, con la gran ventaja de no necesitar disolventes orgánicos [Beyer, A., Biziuk, M. Applications of sample preparation techniques in the analysis of pesticides and PCBs in food. *Food Chemistry* 108 (2008) 669-680.].

Por otro lado, existen diferentes equipos comerciales para la extracción sólido-líquido y líquido - sólido como, por ejemplo, los fabricados por DIONEX Corporation (<http://www1.dionex.com/en-us/ASE/lp65455.html>). Mediante

- 3 -

estos equipos se consigue automatizar el proceso de extracción, sin embargo son costosos y emplean cantidades importantes de muestra y disolventes.

5 Todos estos modos de operar presentan como principal
desventaja la dificultad de automatizarse a precios
reducidos mediante un equipo sencillo y efectivo que
conjugue los aspectos positivos de los protocolos y medios
en uso. También requieren utilizar volúmenes importantes de
10 disolventes orgánicos de alta pureza con una elevada
repercusión económica, dado que además son sustancias
catalogadas como problemáticas (tóxicas, inflamables, etc.)
con lo que su almacenamiento y eliminación también encarece
su uso.

15 La extracción líquido - líquido, se basa en la
separación de una o varias sustancias de interés,
utilizando un líquido extractante no miscible con la
muestra problema (Seader, J.D. and Henley, E.J. Separation
Process Principles. John Wiley and Sons. New York, 1999). Es
esta una técnica de separación muy establecida y bien
20 conocida, aplicada como técnica de laboratorio o en usos
industriales. Existen diferentes equipos para la
automatización de la técnica, especialmente con fines
analíticos. La principal limitación es el excesivo consumo
de disolventes y material de laboratorio.

25 Finalmente, la extracción líquido-sólido es una
técnica similar a la sólido-líquido, con la diferencia de
que en este caso el extractante es un líquido y la muestra
es un sólido. Un ejemplo a escala industrial es la
extracción de aceites de semillas oleaginosas mediante
30 hexano.

Descripción de la invención

En aras de solucionar los problemas arriba
mencionados, se presenta el equipo y método para la
35 extracción en una muestra de un extracto empleando para

ello un extractante objeto de la presente invención. A lo largo de la presente invención se entenderá por muestra una mezcla de al menos dos sustancias, pudiendo ser sólidas o líquidas, estando siempre presente al menos una sustancia líquida, de la que se desea aislar y obtener una de dichas sustancias. El extracto será la sustancia obtenida, la cual será una sustancia líquida. El extractante será un elemento que se agregará a la muestra, con la intención de que por sus características físico-químicas sea capaz de separar el extracto de la muestra. En general, dicho extractante consiste en un sólido, un líquido, un gas o un gel, con diferente composición y presentación como, por ejemplo, partículas sólidas, partículas huecas, etc. ó líquidos con diferente viscosidad, composición, puros o mezclados con otros líquidos o sólidos, con capacidad para extraer una o varias sustancias de una muestra.

Respecto al equipo objeto de la invención, el mismo se caracteriza por comprender, al menos:

- un disco, extractor o plataforma extractora inerte que comprende, a su vez, una pluralidad de compartimentos, comprendiendo un compartimento de muestra, un compartimento de desecho y un compartimento de extracto, y conductos.

A efectos de esta patente, se entiende por disco un elemento con capacidad de rotar, independientemente de la forma geométrica del mismo.

A su vez, dicho disco podrá estar realizado en polímero sintético u otros materiales metálicos, cerámicos, vidrios, composites, sílice, silicio, aleaciones, etc., resistentes a diferentes condiciones de trabajo (por ejemplo muestras que deterioren al polímero, o muestras que se contaminen con el material que compone el cuerpo del extractor), y

- medios de centrifugación que comprenden un motor eléctrico a prueba de explosiones, tal que permita la variación de velocidad, aceleración y sentido de giro del disco de plástico el cual es solidario con el motor por

medio de un soporte que, a su vez, comprende una pluralidad de imanes en su superficie;

Donde en una de las cavidades o compartimentos de muestra se sitúa una cantidad prefijada de extractante, y
5 una pequeña pieza metálica inerte y paramagnética que actuará de agitador mecánico. Dicho extractante podrá consistir en un soporte sólido, igual a los utilizados en los cartuchos estándar, o un líquido no miscible con el problema. A esta cavidad o compartimento de muestra se hace
10 llegar, manualmente o mediante un dispensador automático, un volumen conocido de muestra.

A continuación se acopla solidariamente el disco en el eje del motor, de modo que los agitadores se mueven por efecto del campo magnético creado por los imanes situados
15 entre el motor y el disco, agitando la mezcla muestra/extractante.

Una vez consumada esta operación, se invierte el sentido de giro del disco y se hace que el líquido se desplace hasta el compartimento de extracto de la muestra.
20 Esta etapa puede ser reiterativa, comprendiendo varias etapas iguales realizadas una tras otra. Por ejemplo, en extracciones líquido-líquido, se puede extraer el extracto una sola vez o bien después de separados muestra y extractante, añadir de nuevo líquido extractante y obtener
25 un segundo volumen de extracto. Este proceso se puede repetir tantas veces como interese hasta llenar el compartimento de recogida de extractos. Finalmente, y si se considera necesario, se puede eliminar parcial o totalmente el disolvente del extracto girando el disco a una velocidad
30 dada y permitiendo que el fluido evaporado salga por el orificio de ventilación al exterior. Esta operación de eliminación de disolvente del extracto, al estar el extractor en el interior de una cámara estanca, puede efectuarse también a presión reducida o vacío, de modo que
35 se mejora la velocidad de evaporación y la reproducibilidad

de esta etapa. Como se mostrará, es mucho mas efectivo el vacío que la velocidad de giro, a la hora de evaporar disolvente. De este modo, se consigue la reducción del volumen del extracto, es decir, su preconcentración.

5 Adicionalmente, la presente invención es de aplicación para la limpieza o filtrado de los extractos obtenidos. Para ello, el receptáculo donde se recupera el extracto de cada muestra, el compartimento de extracto, en lugar de estar vacío, podrá estar parcialmente relleno con una
10 sustancia que permite limpiar selectivamente el extracto, como por ejemplo sulfato sódico para deshidratar o tamices moleculares que eliminan selectivamente alcoholes, oxígeno, etc. De este modo, al tiempo que se separa el extracto, éste se mezcla con el medio sólido de limpieza permitiendo
15 su purificación. Al haber dos fases no miscibles el extracto puede recuperarse fácilmente por succión de la fase líquida.

 De acuerdo a lo que se ha descrito arriba, el equipo puede utilizarse para llevar a cabo la extracción de una
20 muestra, pudiendo utilizarse a su vez para realizar múltiples extracciones simultáneas.

 Asimismo, el equipo objeto de la invención es capaz de trabajar en atmósfera controlada, pudiéndose reducir o aumentar la humedad, o en un ambiente reductor, oxidante o
25 inerte, así como con cualquier otra modificación de los parámetros de las variables que definen la atmósfera del procedimiento, sin más que variar las condiciones de trabajo, inyectando el gas que interese, por ejemplo argón, o bien eliminando el que convenga, por ejemplo oxígeno.

30 Otro modo de operar del equipo es mediante control de la temperatura y a presión por encima de la atmosférica. Para ello, se eleva la presión del equipo de extracción mediante inyección de un gas. La temperatura se regula mediante la conmutación de una resistencia o de un
35 dispositivo Peltier, si se requiere un medio refrigerado.

- 7 -

Ambos accesorios se incorporan en la carcasa del dispositivo de extracción. Esta alternativa de trabajo es especialmente interesante cuando la muestra o el extractante son muy volátiles a presión atmosférica.

5 Por otro lado, al equipo se le puede dotar de un cabezal desplazable en altura según el eje perpendicular a la superficie del disco, con cánulas que se insertan en los orificios de entrada de muestra y de ventilación de la cámara donde se recoge cada extracto, de modo que pueden
10 dispensarse las muestras en las cámaras de extracción o compartimento de muestra y recogerse los extractos en sus correspondientes receptáculos o compartimento de extracto para, a continuación transferirse a recipientes o a otros equipos. El manejo de líquidos es efectuado mediante una
15 bomba de pistón conectada a una válvula rotativa multipuerto, o a un equipo auxiliar de manejo de líquidos de los muchos que existen en el mercado.

Breve descripción de las figuras

20 A continuación se pasa a describir de manera muy breve una serie de dibujos que ayudan a comprender mejor la invención y que se relacionan expresamente con una realización de dicha invención que se presenta como un ejemplo no limitativo de ésta.

25 Figura 1. Muestra una vista esquematizada de un equipo para extracción objeto de la presente invención.

Figuras 2. Muestra una vista esquematizada explosionada del equipo para extracción objeto de la presente invención, según la figura 1.

30 Figura 3. Presenta uno de los diferentes modos que se pueden emplear para el sellado del dispositivo de extracción. En este caso se logra la estanqueidad mediante la interposición de una junta de un polímero inerte a los líquidos manipulados en la extracción y
35 limpieza de extractos, y entre el cuerpo del

extractor, donde se encuentran grabados las cámaras y los conductos, y la tapa de cerrado. Este dispositivo de sellado de los discos es parte integrante del equipo objeto de la presente invención.

5 Figura 4. Muestra una vista en detalle de las cámaras y conductos del disco, parte integrante del equipo objeto de la presente invención. Este esquema puede alterarse a voluntad para adaptar el equipo de extracción a diferentes problemáticas que requieran
10 variar la cantidad de extractante, sólido o líquido, y el volumen de muestra, líquida o sólida.

Figura 5. Muestra el disco encerrado en una cámara dotada de una tapa y de dos conductos para entrada y salida de gases.

15 Figura 6. Cabezal ajustable en altura para dispensación o succión de muestra o disolvente en la cámara de extracción y de recuperación de extractos, respectivamente.

Figura 7. Muestra una gráfica en la que se representa la capacidad de evaporación de metanol en función de la velocidad de giro del extractor.

20 Figura 8. Muestra una gráfica en la que se representa la capacidad de evaporación de metanol en función del vacío aplicado.

25 Figura 9. Muestra la variación del rendimiento de extracción en función del número de etapas aplicadas.

Realización preferente de la invención

30 Tal y como puede observarse en las figuras adjuntas, el equipo para la extracción en una muestra de un extracto empleando para ello un extractante, objeto de la presente invención, comprende, al menos:

35 - un soporte para extracción, preferentemente, pero no únicamente, un disco (1) inerte que comprende, a su vez, una pluralidad de compartimentos (2, 2', 2''),

comprendiendo un compartimento de muestra (2), un compartimento de desecho (2') y un compartimento de extracto (2''), y conductos (3); y

5 - medios de centrifugación (4) que comprenden, a su vez, un motor eléctrico (11) y medios para modificar las condiciones de trabajo, es decir, presión, temperatura y atmósfera de la muestra,

10 donde dichos medios de centrifugación (4) son tales que permiten la variación de velocidad, aceleración y sentido de giro del disco (1), el cual es solidario con los medios de centrifugación (4) por medio de un soporte (5) que, a su vez, comprende una pluralidad de imanes (6) en su superficie.

15 El disco (1) es de un material inerte respecto a la sustancia y muestra en extracción, no ferromagnético, preferentemente, de material plástico.

20 Del mismo modo, el equipo comprende al menos un agitador mecánico (7) de forma tal que al menos un agitador mecánico (7) pueda ser introducido en cada compartimento de muestra (2) del disco (1), donde dicho agitador (7) consiste en una pieza metálica inerte y paramagnética, o bien la misma pieza recubierta de un material inerte, como por ejemplo plástico, vidrio, cerámica, etc.

25 La invención comprende así mismo un dispositivo de dispensación de muestra en las cámaras de extracción y de recuperación de extractos en sus correspondientes receptáculos o compartimentos de extracto (2''), mostrado en la figura 6. El dispositivo de dispensación se compone de un eje (8) por el que se desplaza un cabezal (9) con un
30 numero de cánulas (10), de material inerte, preferentemente acero inoxidable, igual al de receptáculos o compartimentos de extracto (2'') o cámaras de extracción y de recuperación de extractos, conectadas mediante tubos de un polímero inerte, por ejemplo teflón, a una bomba de impulsión/
35 succión de fluidos

El método para la extracción de muestras sólidas y líquidas, segundo aspecto de la presente invención, se basa en diferentes mecanismos de separación, preferentemente seleccionados de entre los muchos que se emplean en los procedimientos de extracción como por ejemplo, intercambio iónico, adsorción, reparto, exclusión molecular, afinidad, derivatización química, complejación, etc., o cualquier combinación de las anteriores.

De manera general, el método para la extracción de muestras de la presente invención se caracteriza por comprender, al menos, las siguientes etapas:

- una primera etapa donde, en una de las cavidades o compartimentos de muestra (2) del disco (1) se sitúa un agitador mecánico (7) y una cantidad prefijada de un extractante. El extractante podrá ser seleccionado entre:

- soporte sólido extractante;
- líquido no miscible con el problema;

- una segunda etapa de inserción de un volumen o masa conocido de muestra;

- una tercera etapa de colocación del disco (1) en los medios de centrifugación (4), de modo que los agitadores (7) se mueven por efecto del campo magnético creado por los imanes (6), permanentes o electroimanes, situados entre el motor (11) y el disco (1), sobre los soportes, agitando la mezcla: extractante - muestra;

- una cuarta etapa de inversión del sentido de giro del disco (1) y se hace que el líquido se desplace hasta la cámara de recogida del extracto.

Las operaciones de la primera, segunda o tercera etapa podrán efectuarse manualmente, mediante una pipeta de vidrio o automática, o bien automáticamente empleando el equipo de manejo de líquidos descrito anteriormente.

La metodología expuesta incorpora la purificación de los extractos mediante limpieza con un sólido, ubicado en

la cámara donde se recuperan estos después de su separación de la muestra original.

Finalmente, el método contempla la variación opcional de las condiciones de extracción modificando presión y temperatura o bien una etapa adicional al final de la
5 cuarta etapa, donde dicha etapa adicional comprende la eliminación parcial o total del disolvente del extracto girando el disco (1) a una gran velocidad y permitiendo que el fluido evaporado salga por un orificio de ventilación
10 espontáneamente o bien mediante la modificación de las condiciones de trabajo, como presión, atmósfera y/o temperatura.

De este modo, se consigue la reducción del volumen del extracto, es decir, su preconcentración, donde en la escala
15 de trabajo utilizada se pueden manejar entre 6 y 12 muestras por disco.

Esta operación de eliminación de disolvente del extracto, al estar el extractor en el interior de una cámara estanca, véase la figura 1 y 5, puede efectuarse
20 también a presión reducida o vacío, de modo que se mejora la velocidad de evaporación y la reproducibilidad de esta etapa.

A modo de ejemplo se describe a continuación la extracción de un insecticida en una muestra de agua con
25 insecticida, siendo por tanto, tanto el extractante como la muestra ambas líquidas. Para la extracción del insecticida se empleará como extractante hexano, el cual no es miscible en agua.

En los compartimentos de muestra (2) del disco (1) se
30 procederá a introducir la muestra de agua e insecticida, el hexano y los agitadores mecánicos (7). Una vez que en los compartimentos de muestra (2) esté presente la mezcla muestra - extractante se procederá a hacer girar el disco (1) en un primer sentido de giro, levógiro, por ejemplo, a
35 una determinada velocidad, de tal modo que por la acción de

extractante, hexano en este caso, y de los agitadores mecánicos (7), el insecticida será extraído del agua, y, aumentando la velocidad y cambio del sentido de giro el hexano sobrenadante pasará al compartimento de extracto (2''). En el compartimento de muestra (2) en el que permanecen el agua con el insecticida residual, más algún otro tipo de sustancia, podrá añadirse hexano de nuevo y efectuar una segunda extracción de la muestra de acuerdo al procedimiento descrito arriba. De este modo, se efectúa la extracción total del insecticida de la muestra. Los sucesivos extractos en hexano se van incorporando en la cámara de extracto (2'') hasta finalizar el proceso. Adicionalmente, podrá aumentarse más la velocidad de giro o reducir la presión con el fin de evaporar parte del hexano presente en el extracto y obtener un extracto con una mayor concentración de insecticida.

El procedimiento descrito es también de aplicación si en la muestra anterior de agua con insecticida, muestra líquida, se emplea como extractante un sólido, como puede ser una fase octadecilo o C18. En este caso, el C18 captará el insecticida cuando en el compartimento de muestra (2) se coloque la muestra y el C18. Como en el caso anterior, el agua pasará a un compartimento de desecho (2'). De nuevo, se limpiará el primer compartimento de muestra (2) con agua destilada, pasando el residuo obtenido también al compartimento de desecho (2'). Con el fin de separar del C18 el insecticida, se añade en el compartimento de muestra (2) metanol y se hace girar el disco (1) en el sentido contrario al que ha girado anteriormente. El metanol captará el insecticida y el extracto será evacuado al compartimento de extracto (2'') del que se recogerá para su uso posterior, en este caso su análisis.

La invención es también de aplicación para la extracción, por ejemplo, de hidrocarburos en arena. La muestra será en este caso sólida, la arena con los

hidrocarburos absorbidos a la misma. Como extractante se podrá emplear un líquido, como por ejemplo hexano. Como en los casos anteriores, el hexano disolverá o captará el producto a extraer, es decir, los hidrocarburos, que
5 pasarán directamente al compartimento de extracto (2''). Esta misma operación se podrá efectuar reiteradamente para conseguir la extracción cuantitativa de los extractos o analitos.

Las figuras 7 y 8 muestran la capacidad de evaporación
10 de metanol en función de la velocidad de giro del extractor y del vacío aplicado. Como puede observarse, es mucho mas efectivo el vacío que la velocidad de giro, a la hora de evaporar disolvente.

La figura 9 muestra la variación del rendimiento de
15 extracción en función del número de etapas aplicadas. Así, cuando se extrae un colorante apolar disuelto en agua con un soporte C18, se observa que la recuperación por parte del soporte aumenta a medida que la extracción es más reiterativa, manifestando un comportamiento similar al
20 mostrado por otras técnicas de extracción comparables.

Reivindicaciones

1. Equipo para la extracción en una muestra de un extracto empleando para ello un extractante **caracterizado porque**
5 comprende, al menos:
- un disco (1) inerte que comprende, al menos un compartimento (2, 2', 2''), dicho compartimento comprendiendo un compartimento de muestra (2), un compartimento de desecho (2') y un compartimento de
10 extracto (2'') y un conducto (3); y
 - medios de centrifugación (4) que comprenden un motor eléctrico (11);
- donde dichos medios de centrifugación (4) son tales que permiten la variación de velocidad, aceleración y
15 sentido de giro del disco (1), siendo dicho disco (1) solidario con los medios de centrifugación (4) por medio de un soporte (5) que comprende una pluralidad de imanes (6) en su superficie.
- 20 2. Equipo según la reivindicación 1, **caracterizado porque** comprende medios para variar la temperatura, presión y atmósfera de trabajo.
3. Equipo según cualquiera de las reivindicaciones 1-2,
25 **caracterizado porque** comprende medios para dispensar y recuperar manualmente muestras, disolventes y extractos.
4. Equipo según cualquiera de las reivindicaciones 1-2,
30 **caracterizado porque** comprende medios para dispensar y recuperar automáticamente muestras, disolventes y extractos.
5. Equipo según cualquiera de las reivindicaciones 1-4,
35 **caracterizado porque** el disco (1) es de un material no ferromagnético.

6. Equipo según cualquiera de las reivindicaciones 1-4, **caracterizado porque** el disco (1) es de material inerte.
- 5 7. Equipo según cualquiera de las reivindicaciones 1-4, **caracterizado porque** el disco (1) es de un material seleccionado de un grupo que consiste al menos en un material cerámico, vidrio, sílice, silicio, un polímero sintético, un composite, un metal y una aleación.
- 10 8. Equipo según cualquiera de las reivindicaciones 1-7, **caracterizado porque** comprende al menos un agitador mecánico (7) de forma tal que pueda ser introducido en al menos una compartimento de muestra (2) del disco (1).
- 15 9. Equipo según la reivindicación 8 **caracterizado porque** dicho agitador mecánico (7) es una pieza metálica inerte y paramagnética.
- 20 10. Equipo, según la reivindicación 8 **caracterizado porque** dicho agitador mecánico (7) es una pieza no metálica inerte y paramagnética.
- 25 11. Método para la extracción en una muestra de un extracto empleando para ello un extractante **caracterizado porque** comprende, al menos, las siguientes etapas:
- una primera etapa donde, en un compartimiento de muestra (2) de un disco (1) se sitúa un agitador mecánico (7) y una cantidad prefijada de extractante;
 - 30 - una segunda etapa de inserción de un volumen conocido de muestra líquida en el compartimento de muestra (2) del disco (1), formándose una mezcla extractante - muestra;
 - una tercera etapa de colocación del disco (1) en unos
- 35 medios de centrifugación (4) y centrifugación del disco

- a una velocidad predeterminada y en un sentido de giro, de modo que los agitadores (7) se mueven por efecto del campo magnético creado por unos imanes (6) situados entre un motor (11) y el disco (1), agitando la mezcla extractante - muestra;
- 5 - una cuarta etapa de inversión del sentido de giro del disco (1), desplazándose el extracto hasta una cámara de recogida.
- 10 12. Método según la reivindicación 11 caracterizado **porque** tras la cuarta etapa se realiza una limpieza selectiva de impurezas del extracto.
- 15 13. Método según la reivindicación 11 **caracterizado porque** la cuarta etapa es reiterativa comprendiendo varias etapas iguales y sucesivas.
- 20 14. Método según cualquiera de las reivindicaciones 11-12, **caracterizado porque** comprende una etapa adicional al final de la cuarta etapa, donde dicha etapa adicional comprende:
- la eliminación parcial o total de un disolvente de la muestra líquida girando el disco (1) permitiendo que el fluido evaporado salga por un orificio de ventilación.
- 25 15. Método según la reivindicación 11 **caracterizado** porque la primera, segunda y cuarta etapa se efectúan automáticamente.
- 30 16. Método según cualquiera de las reivindicaciones 11-13 **caracterizado porque** comprende una etapa de modificación de al menos una condición de trabajo.
- 35 17. Método según cualquiera de las reivindicaciones 11-14 **caracterizado porque** el extractante es un soporte sólido.

18. Método según cualquiera de las reivindicaciones 11-14 **caracterizado porque** el extractante es un líquido no miscible con la muestra.

5 19. Uso de un equipo según cualquiera de las reivindicaciones 1-10 para llevar a cabo al menos un procedimiento de extracción seleccionado entre al menos un procedimiento de extracción sólido-líquido y/o al menos un procedimiento de extracción líquido-líquido.

10

20. Uso de un equipo, según la reivindicación 19 **caracterizado porque**, en caso de llevarse a cabo más de un procedimiento de extracción, dichos procedimientos de extracción se llevan a cabo de manera simultánea.

15

21. Uso de un equipo, según cualquiera de las reivindicaciones 19-20, **caracterizado porque** dicho procedimiento de extracción se basa en un mecanismo de separación seleccionado de un grupo que consiste al menos en intercambio iónico, adsorción, reparto, exclusión molecular, afinidad, derivatización química y complejación, o cualquier combinación de las anteriores.

20

1/9

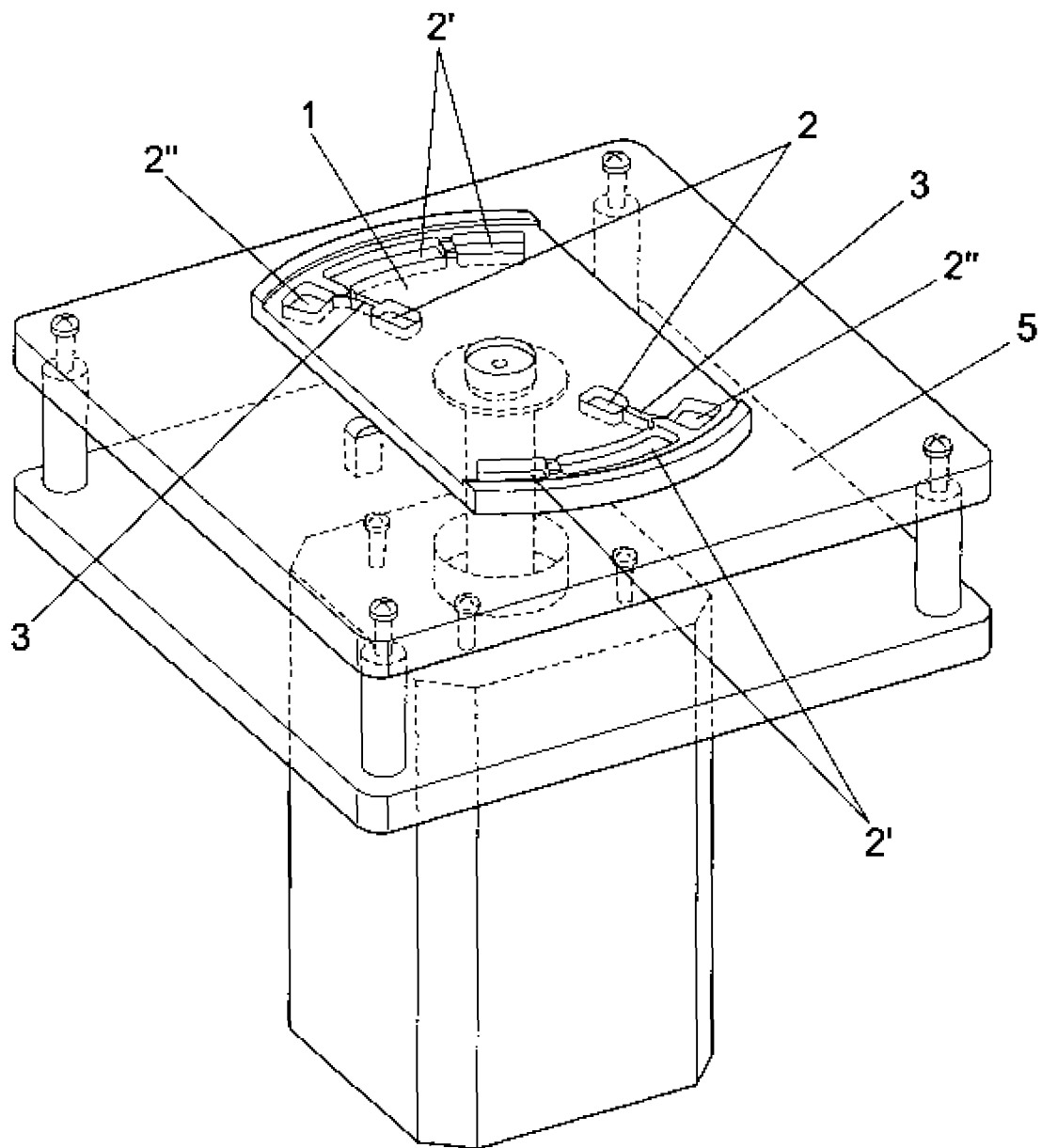
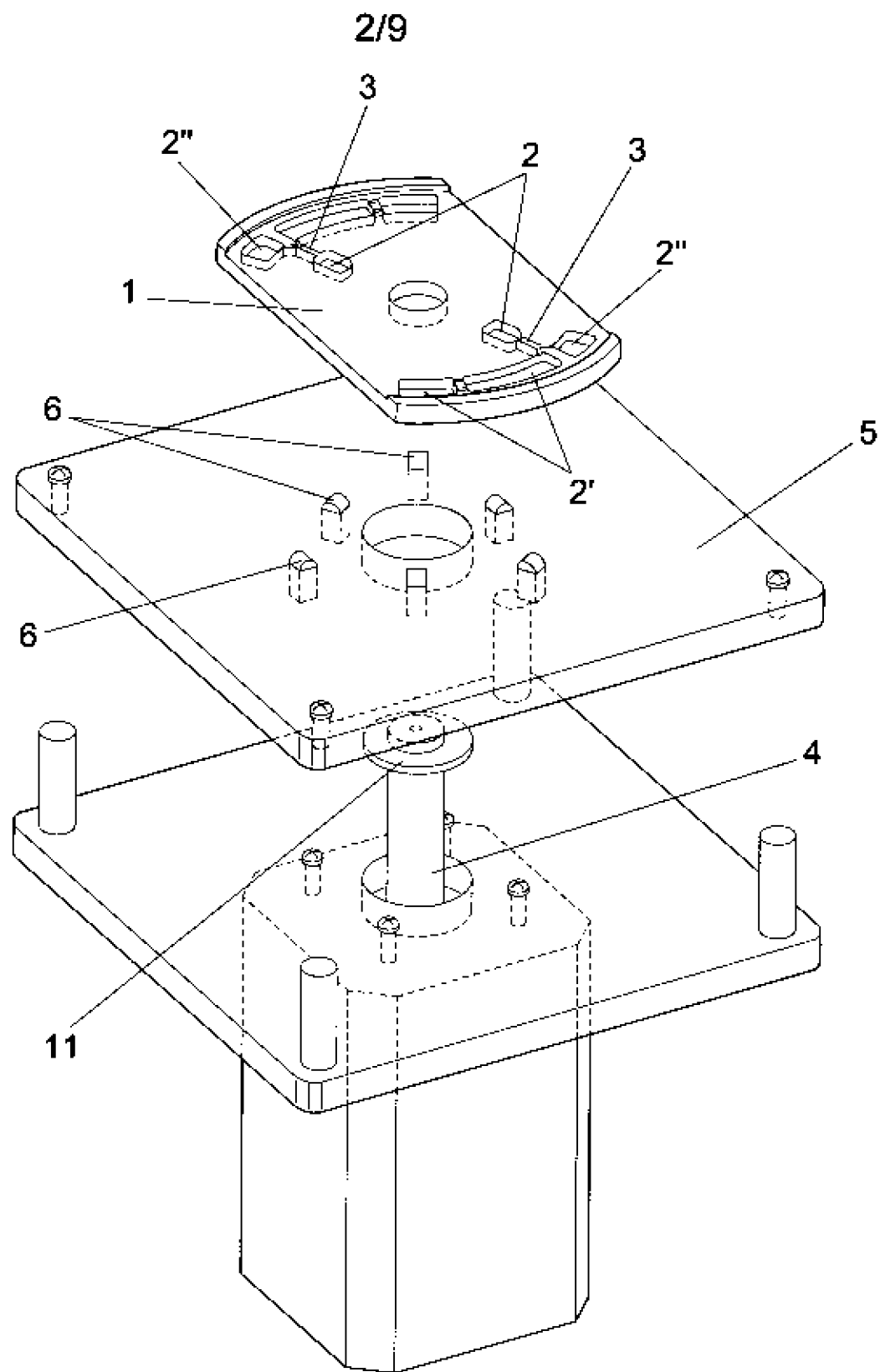


FIG. 1

**FIG. 2**

3/9

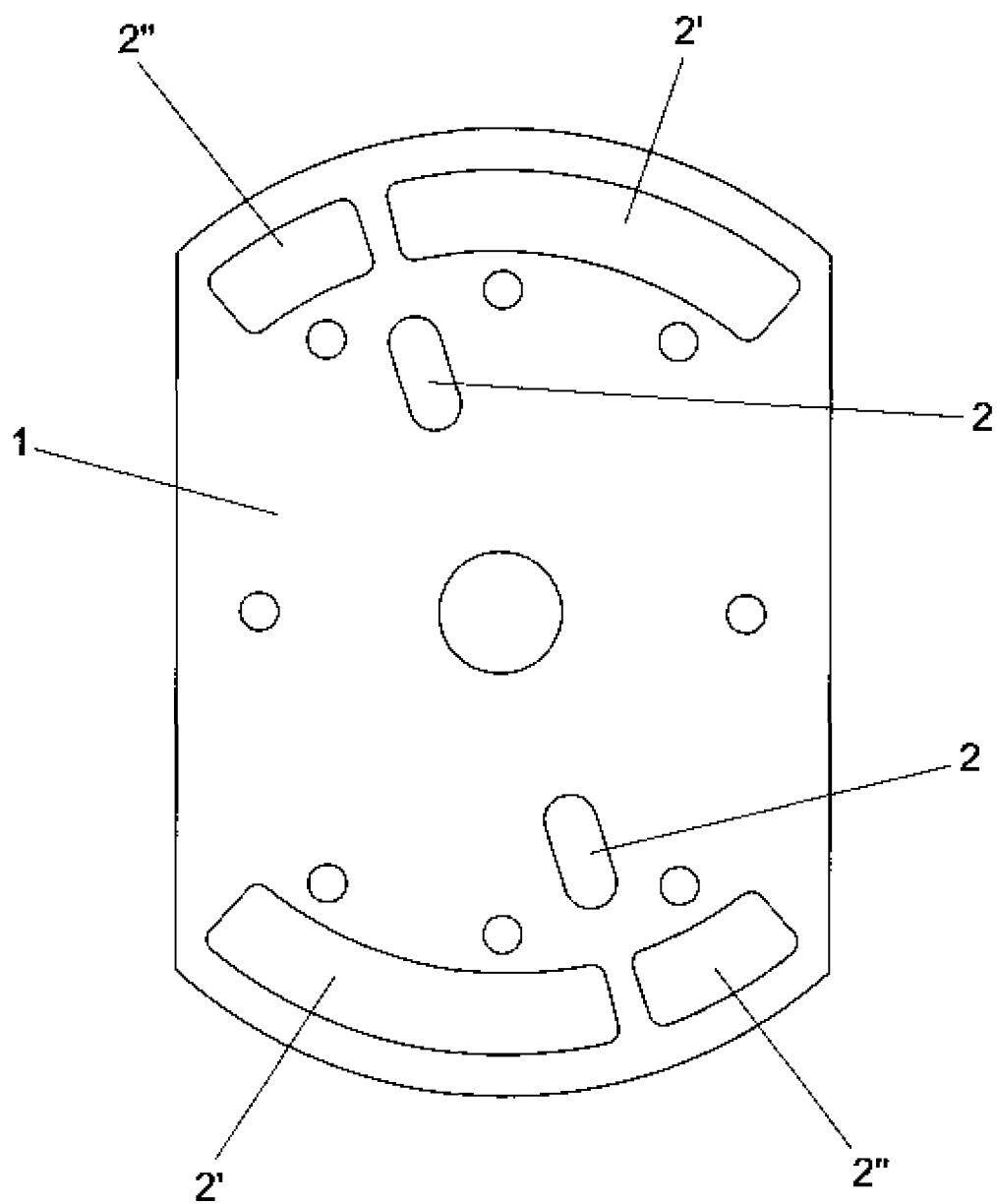


FIG. 3

4/9

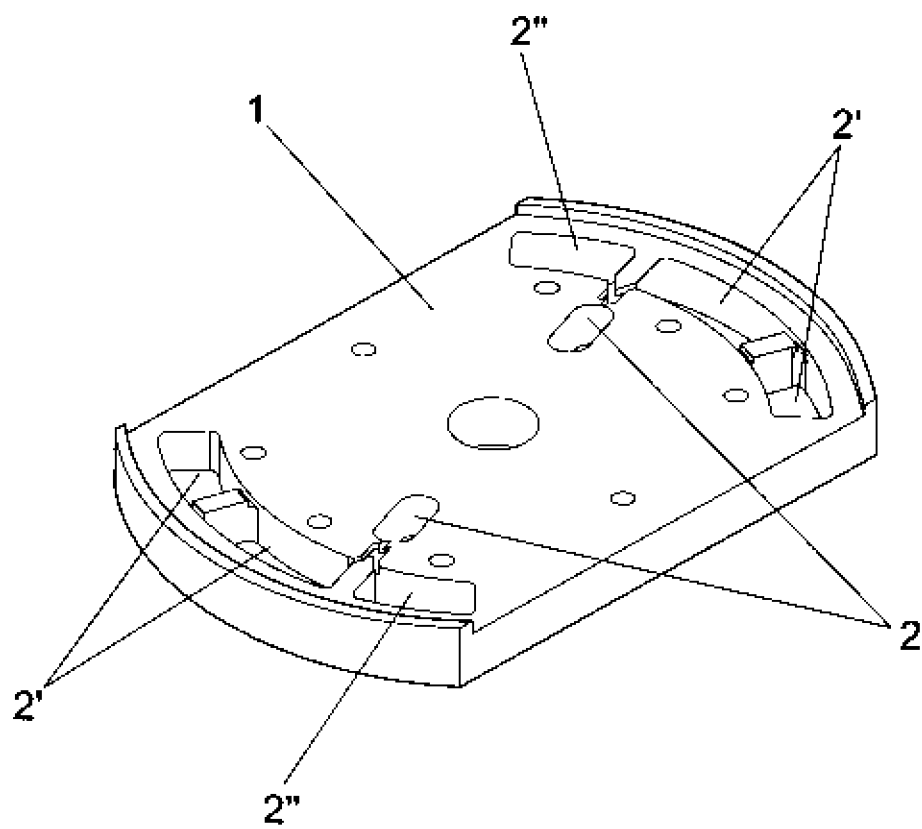


FIG. 4

5/9

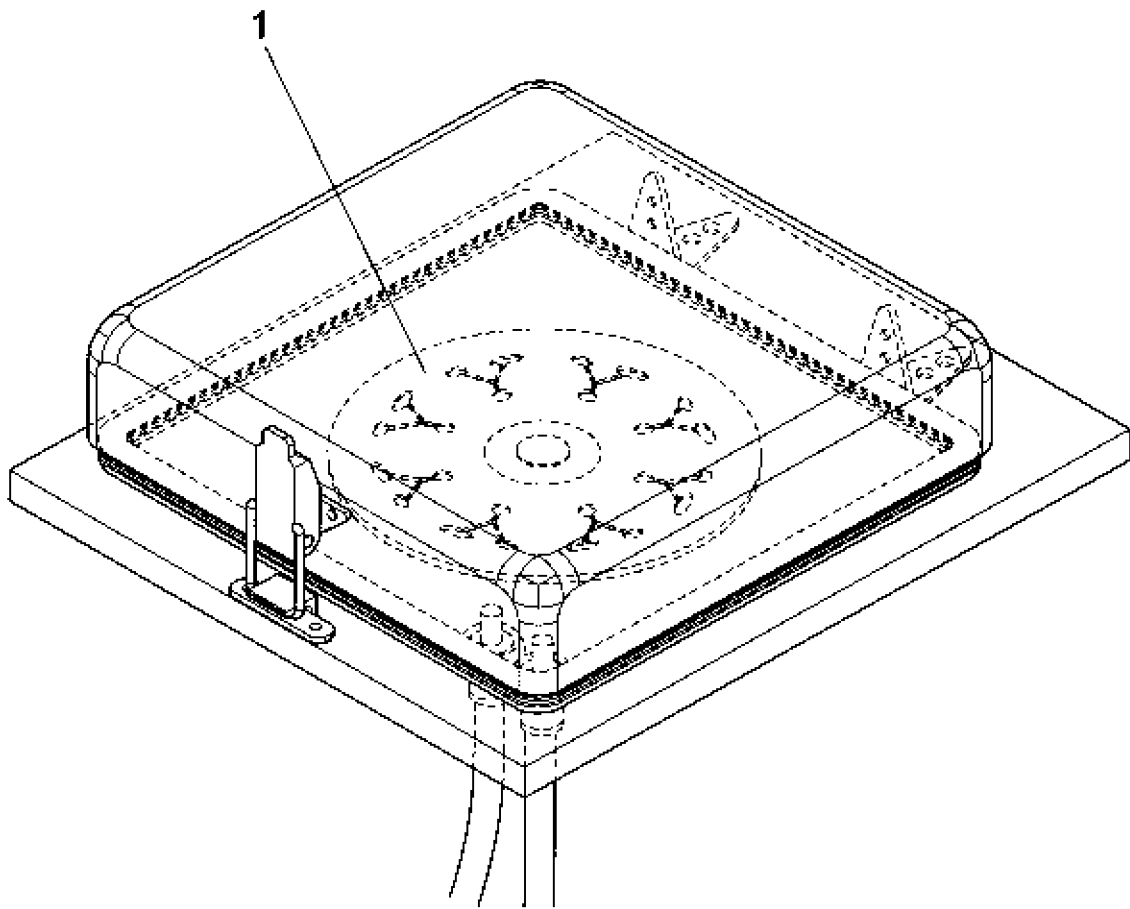


FIG. 5

6/9

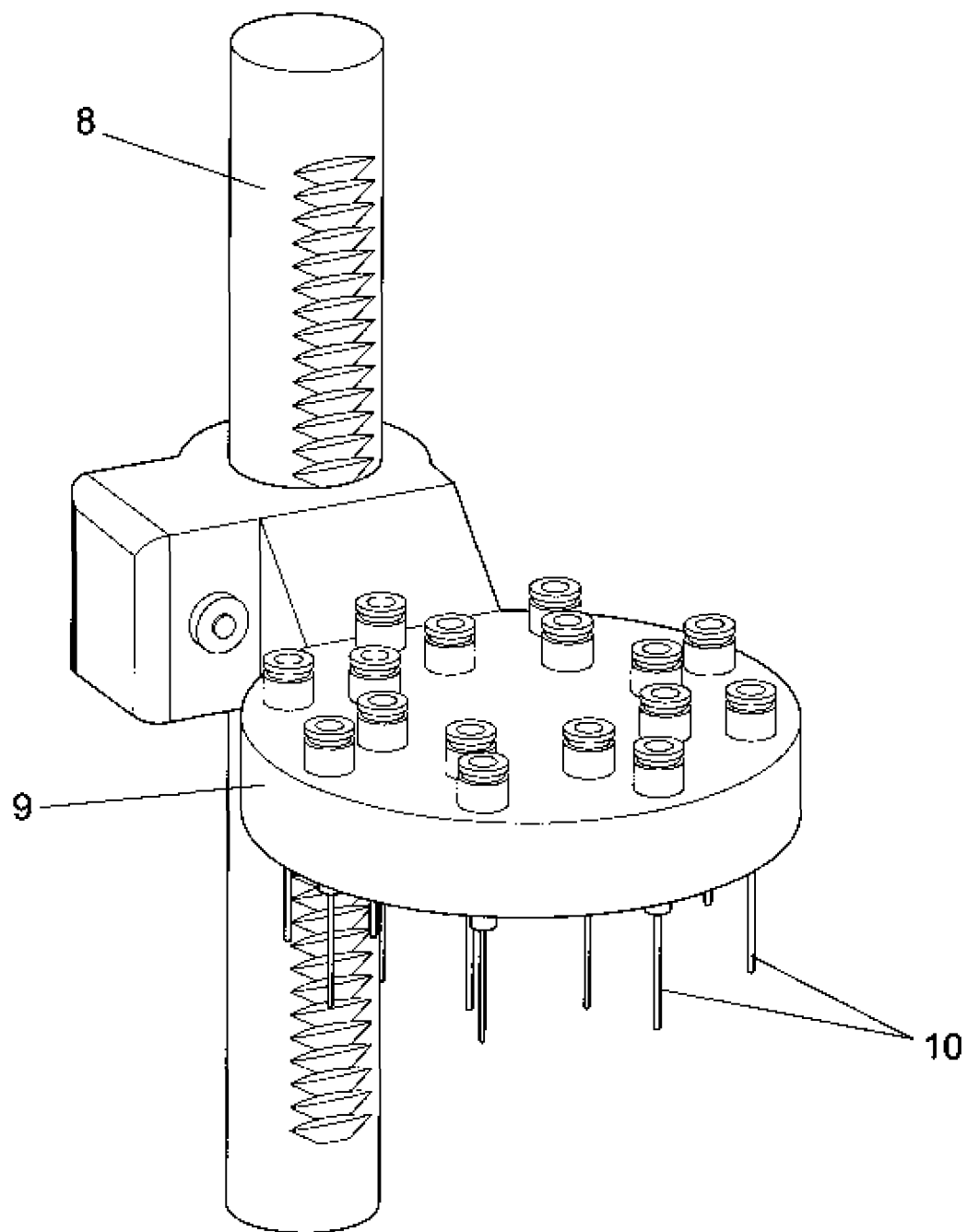


FIG. 6

7/9

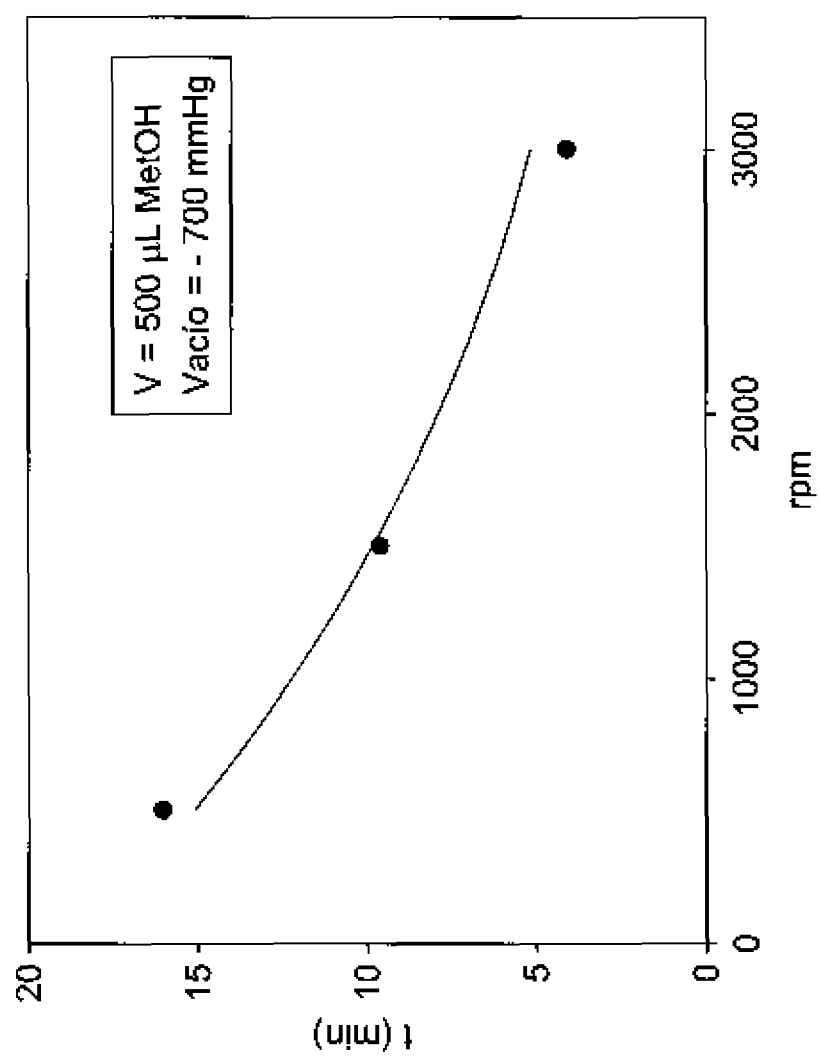


FIG. 7

8/9

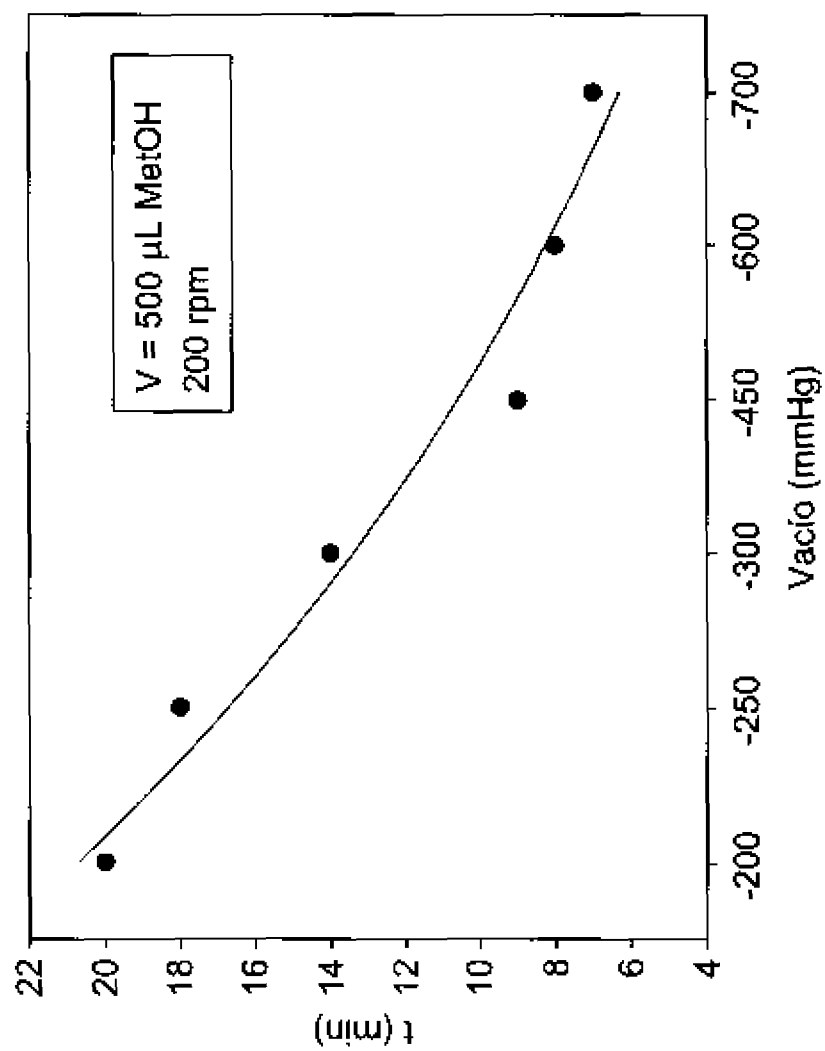


FIG. 8

9/9

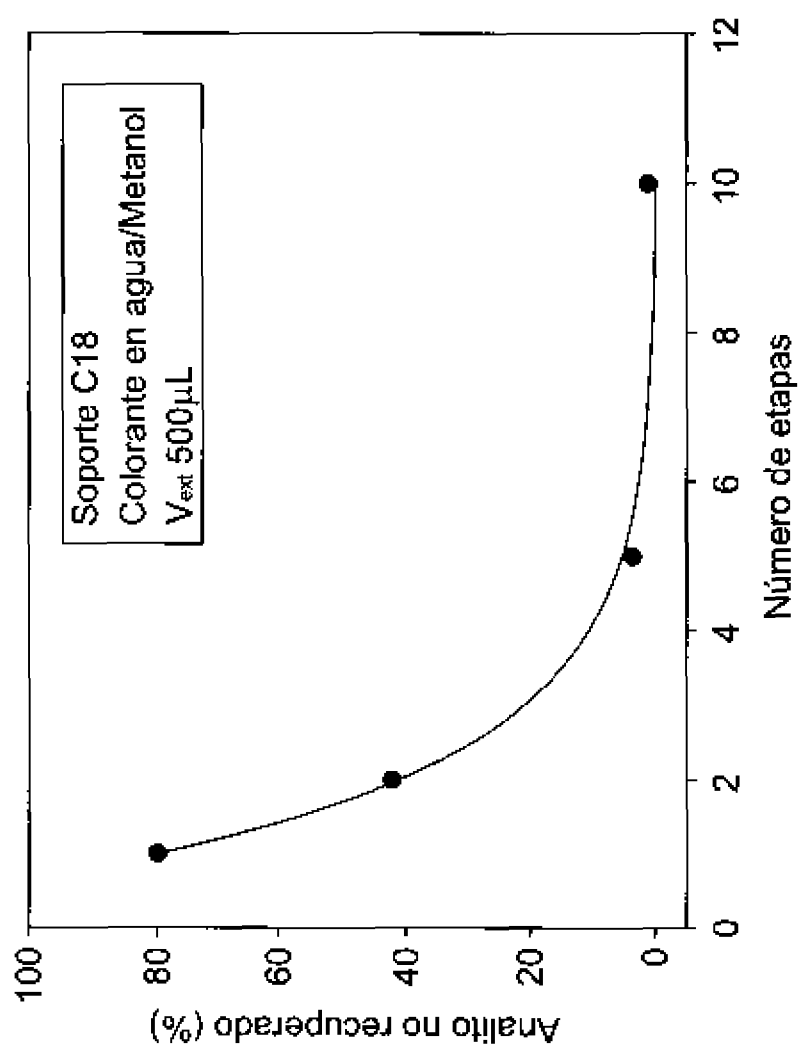


FIG. 9

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/ ES 2009/070325

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

see extra sheet

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

B01L3, G01N35

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

INVENES,EPODOC

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 2008035579 A1 (LEE et al.) 14.02.2008, paragraphs [0005-0007], [0010], [0037-0044], [0048], [0052]; figures 1-2.	1-21
X	US 5242803 A (BURTIS et al.) 07.09.1993, column 3, lines 24-29; column 7, lines 31-60; column 18, line 34 - column 20, line 29; column 21, lines 45-54; figures 1,25.	1-21
X	EP 1475638 A1 (MATSUSHITA ELECTRIC IND CO LTD) 10.11.2004, paragraphs [0020-0040]; figures 1,2,3.	1-21
X	WO 2007106013 A1 (GYROS PATENT AB ; ANDERSSON PER ; JESSON GERALD) 20.09.2007, page 2, line 13 - page 3, line 24; page 19, line 10 - page 20, line 33; figures 4a-4b.	1-21

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T"	later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance.		
"E" earlier document but published on or after the international filing date		
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"X"	document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"O" document referring to an oral disclosure use, exhibition, or other means	"Y"	document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other documents , such combination being obvious to a person skilled in the art
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed		
	"&"	document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

26.November.2009 (26.11.2009)

Date of mailing of the international search report

(01/12/2009)

Name and mailing address of the ISA/
O.E.P.M.

Paseo de la Castellana, 75 28071 Madrid, España.
Facsimile No. 34 91 3495304

Authorized officer

I. Ramos Asensio

Telephone No. +34 91 349 85 02

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No.

PCT/ ES 2009/070325

Patent document cited in the search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 2008035579 A	14.02.2008	KR 20080014624 A EP 1939629 A EP 20070104742	14.02.2008 02.07.2008 23.03.2007
US 5242803 A	07.09.1993	WO 8900458 A US 4835106 A EP 0371054 AB EP 19880906564 CA 2053894 A WO 9015321 A JP 3502659 T EP 0477206 AB EP 19900908386 JP 4507288 T US 5173262 A CA 1321374 C JP 6024649 B AT 110593 T DE 3851331 T EP 0629850 AB EP 19940202473 EP 0631124 AB EP 19940202471 EP 0631126 AB EP 19940202475 EP 0631125 AB EP 19940202472 JP 7111436 B AT 156266 T AT 158407 T AT 158406 T AT 158408 T AT 158405 T DE 69031474 T DE 69031473 T DE 69031470 T DE 69031472 T	26.01.1989 30.05.1989 06.06.1990 12.07.1988 01.12.1990 13.12.1990 20.06.1991 01.04.1992 09.05.1990 17.12.1992 22.12.1992 17.08.1993 06.04.1994 15.09.1994 15.12.1994 21.12.1994 09.05.1990 28.12.1994 09.05.1990 28.12.1994 09.05.1990 28.12.1994 09.05.1990 28.12.1994 09.05.1990 29.11.1995 15.08.1997 15.10.1997 15.10.1997 15.10.1997 15.10.1997 29.01.1998 29.01.1998 29.01.1998 05.02.1998
EP 1475638 A	10.11.2004	JP 2003215133 A JP 4052840 B WO 03065039 A EP 20030701839 US 2005087479 A CN 1620610 A CN 100397079 C	30.07.2003 27.02.2008 07.08.2003 22.01.2003 28.04.2005 25.05.2005 25.06.2008
WO 2007106013 A	20.09.2007	US 2008073546 A EP 2004541 A EP 20070716043 JP 2009530606 T	27.03.2008 24.12.2008 08.03.2007 27.08.2009

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/ ES 2009/070325

CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

B01L 3/00 (2006.01)

G01N 35/00 (2006.01)

INFORME DE BÚSQUEDA INTERNACIONAL

Solicitud internacional N°
PCT/ ES 2009/070325

A. CLASIFICACIÓN DEL OBJETO DE LA SOLICITUD

Ver hoja adicional

De acuerdo con la Clasificación Internacional de Patentes (CIP) o según la clasificación nacional y CIP.

B. SECTORES COMPRENDIDOS POR LA BÚSQUEDA

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

B01L3, G01N35

Otra documentación consultada, además de la documentación mínima, en la medida en que tales documentos formen parte de los sectores comprendidos por la búsqueda

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda internacional (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC

C. DOCUMENTOS CONSIDERADOS RELEVANTES

Categoría*	Documentos citados, con indicación, si procede, de las partes relevantes	Relevante para las reivindicaciones N°
X	US 2008035579 A1 (LEE et al.) 14.02.2008, párrafos [0005-0007], [0010], [0037-0044], [0048], [0052]; figuras 1-2.	1-21
X	US 5242803 A (BURTIS et al.) 07.09.1993, columna 3, líneas 24-29; columna 7, líneas 31-60; columna 18, línea 34 - columna 20, línea 29; columna 21, líneas 45-54; figuras 1,25.	1-21
X	EP 1475638 A1 (MATSUSHITA ELECTRIC IND CO LTD) 10.11.2004, párrafos [0020-0040]; figuras 1,2,3.	1-21
X	WO 2007106013 A1 (GYROS PATENT AB ; ANDERSSON PER ; JESSON GERALD) 20.09.2007, página 2, línea 13 - página 3, línea 24; página 19, línea 10 - página 20, línea 33; figuras 4a-4b.	1-21

☐ En la continuación del Recuadro C se relacionan otros documentos ☒ Los documentos de familias de patentes se indican en el Anexo

* Categorías especiales de documentos citados:	"T"	documento ulterior publicado con posterioridad a la fecha de presentación internacional o de prioridad que no pertenece al estado de la técnica pertinente pero que se cita por permitir la comprensión del principio o teoría que constituye la base de la invención.
"A" documento que define el estado general de la técnica no considerado como particularmente relevante.	"X"	documento particularmente relevante; la invención reivindicada no puede considerarse nueva o que implique una actividad inventiva por referencia al documento aisladamente considerado.
"E" solicitud de patente o patente anterior pero publicada en la fecha de presentación internacional o en fecha posterior.	"Y"	documento particularmente relevante; la invención reivindicada no puede considerarse que implique una actividad inventiva cuando el documento se asocia a otro u otros documentos de la misma naturaleza, cuya combinación resulta evidente para un experto en la materia.
"L" documento que puede plantear dudas sobre una reivindicación de prioridad o que se cita para determinar la fecha de publicación de otra cita o por una razón especial (como la indicada).	"&"	documento que forma parte de la misma familia de patentes.
"O" documento que se refiere a una divulgación oral, a una utilización, a una exposición o a cualquier otro medio.		
"P" documento publicado antes de la fecha de presentación internacional pero con posterioridad a la fecha de prioridad reivindicada.		

Fecha en que se ha concluido efectivamente la búsqueda internacional. 26.Noviembre.2009 (26.11.2009)	Fecha de expedición del informe de búsqueda internacional 01-DICIEMBRE-2009 (01/12/2009)
--	--

Nombre y dirección postal de la Administración encargada de la búsqueda internacional O.E.P.M. Paseo de la Castellana, 75 28071 Madrid, España. N° de fax 34 91 3495304	Funcionario autorizado I. Ramos Asensio
--	---

N° de teléfono +34 91 349 85 02

INFORME DE BÚSQUEDA INTERNACIONAL

Información relativa a miembros de familias de patentes

Solicitud internacional N°

PCT/ES 2009/070325

Documento de patente citado en el informe de búsqueda	Fecha de Publicación	Miembro(s) de la familia de patentes	Fecha de Publicación
US 2008035579 A	14.02.2008	KR 20080014624 A EP 1939629 A EP 20070104742	14.02.2008 02.07.2008 23.03.2007
US 5242803 A	07.09.1993	WO 8900458 A US 4835106 A EP 0371054 AB EP 19880906564 CA 2053894 A WO 9015321 A JP 3502659 T EP 0477206 AB EP 19900908386 JP 4507288 T US 5173262 A CA 1321374 C JP 6024649 B AT 110593 T DE 3851331 T EP 0629850 AB EP 19940202473 EP 0631124 AB EP 19940202471 EP 0631126 AB EP 19940202475 EP 0631125 AB EP 19940202472 JP 7111436 B AT 156266 T AT 158407 T AT 158406 T AT 158408 T AT 158405 T DE 69031474 T DE 69031473 T DE 69031470 T DE 69031472 T	26.01.1989 30.05.1989 06.06.1990 12.07.1988 01.12.1990 13.12.1990 20.06.1991 01.04.1992 09.05.1990 17.12.1992 22.12.1992 17.08.1993 06.04.1994 15.09.1994 15.12.1994 21.12.1994 09.05.1990 28.12.1994 09.05.1990 28.12.1994 09.05.1990 28.12.1994 09.05.1990 28.12.1994 09.05.1990 29.11.1995 15.08.1997 15.10.1997 15.10.1997 15.10.1997 15.10.1997 29.01.1998 29.01.1998 29.01.1998 05.02.1998
EP 1475638 A	10.11.2004	JP 2003215133 A JP 4052840 B WO 03065039 A EP 20030701839 US 2005087479 A CN 1620610 A CN 100397079 C	30.07.2003 27.02.2008 07.08.2003 22.01.2003 28.04.2005 25.05.2005 25.06.2008
WO 2007106013 A	20.09.2007	US 2008073546 A EP 2004541 A EP 20070716043 JP 2009530606 T	27.03.2008 24.12.2008 08.03.2007 27.08.2009

CLASIFICACIÓN DEL OBJETO DE LA SOLICITUD

B01L 3/00 (2006.01)

G01N 35/00 (2006.01)