

OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 N.º de publicación: **ES 2 071 546**

21 Número de solicitud: 9202202

51 Int. Cl.⁶: G01N 1/10

12

PATENTE DE INVENCION

B1

22 Fecha de presentación: **02.11.92**

43 Fecha de publicación de la solicitud: **16.06.95**

Fecha de concesión: **14.12.95**

45 Fecha de anuncio de la concesión: **01.02.96**

45 Fecha de publicación del folleto de patente:
01.02.96

73 Titular/es:
**Universidad de Granada y en su representación,
Francisco González Lodeiro
Vicerrector de Investigación
Hospital Real C/ Cuesta del Hospicio s/n
18071 Granada, ES**

72 Inventor/es: **Delgado Calvo Flores, Rafael;
Delgado Calvo Flores, Gabriel;
González Martínez, Domingo y
Barahona Fernández, Enrique**

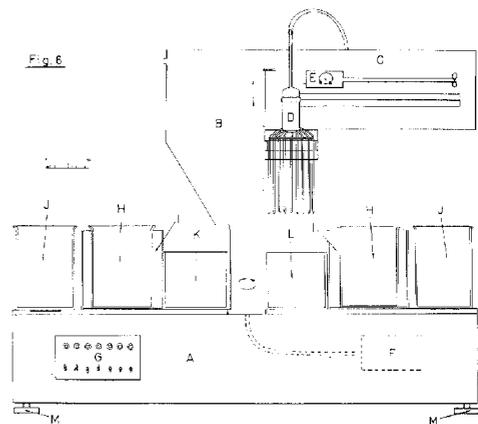
74 Agente: **No consta**

54 Título: **Procedimiento para la extracción y extractor, automáticos de arcilla en suspensión, para muestreo rápido.**

57 Resumen:

Procedimiento para la extracción y extractor, automáticos de arcilla en suspensión, para muestreo rápido.

El objeto de la patente es un prototipo y simultáneamente un procedimiento, nuevos, de extraer fracción granulométrica arcilla. El prototipo consiste básicamente en un succionador múltiple, automatizado, que permite, mediante el procedimiento, extraer de muestras en suspensión acuosa de tamaño de partícula heterogéneo, una cantidad de arcilla suficientemente grande como para realizar en ella análisis compositivos y de otros caracteres científicos y técnicos.



ES 2 071 546 B1

Aviso: Se puede realizar consulta prevista por el artº 37.3.8 LP.

DESCRIPCION

Objeto de la invención

El objeto de la patente es un prototipo y simultáneamente un procedimiento, nuevos, de extraer fracción granulométrica arcilla. El prototipo consiste básicamente en un succionador múltiple, automatizado, que permite, mediante el procedimiento, extraer de muestras en suspensión acuosa de tamaño de partícula heterogéneo, una cantidad de arcilla suficientemente grande como para realizar en ella análisis compositivos y de otros caracteres científicos y técnicos. Las principales ventajas que presenta respecto a otros sistemas son: 1) Reducción del tiempo de extracción, 2) Representatividad de la fracción arcilla extraída, 3) Reducción del espacio necesario para la extracción, 4) Análisis simultáneo de gran número de muestras, 5) Reducción del material de laboratorio necesario para este tipo de análisis, 6) Minimización de errores y 7) Reducción de horas de trabajo. Puede ser aplicable y, por ende, útil en todos los campos de la Técnica y la Ciencia donde se estudia y emplea la arcilla (sensus lato): arcilla mineral, los productos derivados o procesados desde la misma y materiales similares de pequeño tamaño de partícula (<2-5 micrómetros). El prototipo consta de las siguientes partes: 1.- Mesa soporte, 2.- Recipientes para la suspensión dispersa, la suspensión de arcilla extraída y la solución de limpieza. 3.- Baño termostático para los vasos de la suspensión dispersa. 4.- Mástil: Soporte vertical del succionador y del agitador. 5.- Brazo: Soporte horizontal del succionador y agitador. 6.- Succionador múltiple. 7.- Sistema de agitación. 8.- Sistema de succión y 9.- Unidad de control automático.

Sector de la técnica

La invención interesa en primer lugar a las ramas de la Técnica donde se emplean las arcillas (s. 1.). Estos materiales se utilizan como el principal producto objeto de algunos procesos industriales o bien como material añadido al producto elaborado (aditivos, cargas, excipientes, vehículos etc.). Así mismo la arcilla se emplea industrialmente como parte esencial de algunos procesos de fabricación: catálisis, moldeo, refinado, decoloración, purificación etc.. En todos estos casos el conocimiento de la composición y propiedades de la arcilla es importante, lo que resalta la utilidad de la invención que se presenta.

Las principales industrias que emplean la arcilla y sus derivados son: Cerámicas (consideradas en un sentido amplio para incluir Vidrios, Cementos y Nuevos Materiales Cerámicos), Papel, Textiles, Farmacéuticas, Cosméticas, Metalúrgicas, Petróleo, Grasas y Aceites, Alimenticias y Químicas.

La invención, en segundo lugar, puede interesar a todas las disciplinas científicas en donde la arcilla mineralógica o los materiales de tamaño arcilla van a ser el objeto de estudio o fuente de información sobre propiedades de gran interés en esa ciencia. Así pueden citarse: Física de Suelos, Tecnología de Suelos, Mecánica de suelos, Geotecnia, Edafología, Mineralogía de suelos, Mineralogía de arcillas, Farmacia galénica, Cosmetología, Geofarmacia, Estratigrafía-Sedimentología, Química industrial, Ciencia de materiales y Física aplicada, como más importantes.

Estado de la técnica1.- *El término "Arcilla"*

En primer lugar es necesario precisar algo más el término arcilla, tal como se emplea en esta patente.

Por *arcillas* se conocen los materiales arcillosos minerales -algunos de ellos denominados rocas industriales arcillosas- los materiales derivados de los anteriores con diversos grados de procesado y elaboración, e incluso todos los materiales de uso tecnológico que presenten tamaños de partícula en el campo de la fracción granulométrica arcilla.

Se entiende pues por arcilla tanto un material mineral de composición, propiedades y génesis determinadas, como un material con un tamaño de partícula específico. Entre ambas concepciones existe una relación estrecha (Caillere et al., 1982 y Guillot, 1987).

En lo referente a la composición, las arcillas están compuestas esencialmente de filosilicatos (Grim, 1968) cuya tendencia a presentarse en cristales de pequeños tamaños es manifiesta.

Por lo que respecta al límite de tamaño de partícula que la califica granulométricamente, éste depende del sistema aplicado, aunque en la mayoría de los casos el límite superior de tamaño de la arcilla se encuentra entre 2 y 5 μm . En Edafología la arcilla es la fracción granulométrica menor de 2 μm , debiéndose este límite a Atterberg (1905). En Sedimentología se emplea el límite 1/256 mm (3,906 μm) debido a

Wentworth (Pettijohn, 1949) y en otras disciplinas científicas o ramas de la técnica el límite aceptado son los 5 micrómetros (p. ej. A.S.T.M., AASHTO (Steinhard, 1979).

2.- *Generalidades sobre la extracción de arcilla*

5

El estudio de la arcilla con fines científicos se inicia en la mayor parte de los casos separándola granulométricamente del resto del material. En el caso de los estudios con fines técnicos, por ejemplo de las rocas industriales arcillosas, también éste es el primer paso, ya que el valor de las mismas depende de la calidad y cantidad de las fracciones arcillosas, consideradas desde el punto de vista granulométrico. Como prueba de esto, muchas de las labores de procesado a las que se someten dichas rocas tienden a enriquecerlas en fracciones finas: p. ej. proceso de lavado en caolines (Sinha, 1984).

10

Los métodos de separación granulométrica usuales, para esta fracción, se realizan en suspensiones homogéneas en medio acuoso (Allen, 1981).

15

Previo a la separación granulométrica, hay que verificar dos procesos sobre la muestra, que en secuencia son: 1) decementación y 2) dispersión (Guitian y Carballas, 1976, Riviére, 1977).

20

La decementación tiene por objeto eliminar o romper las uniones entre partículas, con el fin de individualizarlas y evitar agregados de ellas que falseen la distribución real de tamaños y por consiguiente la fracción a extraer. La decementación se verifica por métodos físicos (p. ej. sondas de ultrasonidos) y/o métodos químicos; seleccionando en este último caso el tipo de desagregante de acuerdo al tipo de cemento. (Kunze y Dixon, 1982, Starkey et al., 1984).

25

La dispersión contribuye a la individualización de las partículas iniciada en el proceso de decementación y además las reparte homogéneamente; ambas son condiciones necesarias para aplicar los métodos de separación. La dispersión se puede verificar por múltiples sistemas que van desde la aplicación de las sondas de ultrasonidos, hasta el hervor de la suspensión, pasando por toda una suerte de formas de agitación mecánica (vaivén, giro, agitadores de varillas, etc). Usualmente se añade un agente dispersante que incrementa la hidratación y carga superficial de las partículas y contribuye a separarlas (Guitian y Carballas, 1976, Bowles, 1980, Allen, 1981).

30

Considerando ya el proceso concreto de fraccionamiento granulométrico de la suspensión, el primer paso es la separación por tamizado de las partículas de tamaño superior a 75 -80 micrómetros (Gibbs et al., 1971), o 50 micrómetros (Starkey et al., 1984 y Guillot, 1987).

35

Las partículas por debajo de estos límites -tal como le ocurre a la arcilla- hay que separarlas por otros métodos, entre los que destacan los basados en la ley de Stokes sobre la caída de un cuerpo esférico en una suspensión, bien sea en el campo gravitatorio, o ley de Stokes propiamente dicha, o modificada para campo centrífugo (Tanner y Jackson, 1947; Gibbs et al., 1971).

40

3.- *La ley de Stokes*

La ley de Stokes rige la velocidad de caída libre, en campo gravitatorio, de una esfera en un fluido y se puede formular como sigue:

45

$$V = \frac{g(ps-pl)X^2}{18\eta} \quad (1)$$

donde:

50

x.- diámetro de la partícula

ps.- densidad de la partícula

55

pl.- densidad del líquido

η .- viscosidad del líquido

60

g.- aceleración de la gravedad

X.- diámetro de la partícula

ES 2 071 546 B1

Esta es la ecuación resultante de igualar la fuerza de caída de la partícula debida a la gravedad, con la de resistencia debida a la fricción ejercida por el líquido; la última fue establecida por Stokes en 1851 (Hillel, 1982, Birds et al., 1982). Ambas se formulan como sigue:

$$5 \quad F.\text{caída} = \frac{4}{3}\pi \frac{X^3}{8}(p_s-p_l)g \quad (2)$$

$$F.\text{resistencia} = 3 \pi X \eta^v \quad (3)$$

10 Resulta pues, que la velocidad de caída es una función del diámetro de la partícula, o lo que es lo mismo, diferentes tamaños recorrerán por caída libre en el líquido, en una misma unidad de tiempo, diferentes distancias y se fraccionarán. Este es el fundamento de la separación granulométrica de acuerdo con la ley de Stokes.

15 La temperatura de la suspensión tiene un doble efecto sobre la velocidad de descenso de las partículas (Fórmula 1), ya que afecta a los valores de la viscosidad y la densidad; de forma inversa uno respecto del otro. El efecto global, sin embargo, es un aumento de la velocidad de caída, paralelamente al descenso de la temperatura.

20 Las principales limitaciones que presenta la ley de Stokes han sido ampliamente estudiadas (Guillott, 1987, Baize, 1988) y son las siguientes:

1- Se supone que las partículas son esféricas y lisas, lo que no se cumple en el caso de los filosilicatos de la arcilla, de formas planas, a veces asimétricas, y con abundantes irregularidades superficiales. A pesar de ello, los ajustes entre realidad y teoría son relativamente buenos, pero obligan a trabajar con radios equivalentes: radio de una partícula esférica con el mismo volumen (Jiménez Salas y Justo Alpañés, 1975).

2- El flujo alrededor de la partícula debe ser laminar y lento (Bird et al., 1982). Además la velocidad final tiene que alcanzarse casi desde el instante cero y ser constante a lo largo de la caída. Ello sólo se cumple en partículas menores de 75-80 micrómetros o menores de 50 micrómetros.

3- Para el cálculo se toma un valor de densidad de las partículas medio (en los filosilicatos la media es de 2,65 g/cc.) cuando esta propiedad es variable de unos minerales a otros. A pesar de ello los errores son pequeños porque las diferencias entre la densidad de los distintos minerales no es muy grande.

4- Las fuerzas actuantes se deben exclusivamente a la gravedad y a la viscosidad del líquido y así las partículas no deben estar sometidas a movimiento Browniano considerable (Baver et al., 1972). De acuerdo con este problema, el límite inferior de tamaño de partícula, por debajo del cual no se cumple la ley de Stokes en campo gravitatorio, se cifra en 0,02 micrómetros (Jiménez Salas y Justo Alpañés, 1975).

5- No debe existir interacción entre las partículas y el líquido en el que se produce la caída, lo que incumplen en cierta medida las arcillas dispersas en agua por la existencia, en los principales minerales de esta fracción, de carga superficial y el momento dipolar del agua. Este problema está en relación y se afecta, además, con la forma y el tamaño de las partículas.

6- Las soluciones deben ser diluidas (Gee y Bauder, 1982) dicho en otros términos, las partículas deben descender independientemente unas de otras. Se supone que no existen interferencias cuando la concentración es inferior a 30 g/l (Yong y Warkentin, 1975), aunque la cantidad límite es función de la metodología empleada (Allen, 1981). En general se recomienda que la concentración se mantenga lo más baja posible, siempre teniendo en cuenta el resto de características de la técnica empleada.

3.- Fundamentos teóricos de los métodos de muestreo de arcilla en suspensión mediante pipeta y agotamiento.

55 En estrecha relación con la ley de Stokes y de gran importancia para comprender el Estado de la Técnica y el fundamento de la Patente, están los *frentes de sedimentación* o profundidades alcanzadas por las partículas en caída libre en el líquido y *la distribución de tamaño de partícula* en el seno de la suspensión que ha sido homogeneizada (dispersa) y que se deja en reposo para proceder a su fraccionamiento granulométrico.

60 De acuerdo con la ley de Stokes (fórmula 1) podemos calcular (tabla 1) la distribución de los frentes de sedimentación con la profundidad y la distribución de tamaños de la fracción arcilla ($> 5\mu\text{m}$) en

ES 2 071 546 B1

una suspensión acuosa, para unas condiciones determinadas y apropiadas al caso: Temperatura 20°C, densidad media de las partículas de 2,65 g/cc (correspondiente a los filosilicatos), densidad del agua a esa temperatura de 0,99823 g/cc., aceleración por la fuerza de la gravedad 9,79675 m/s² (valor del Observatorio Universitario de Cartuja, en la ciudad de Granada, localidad de los inventores), viscosidad del agua a 20°C de 1,008 cp (los datos anteriores han sido extraídos de Washburn, 1928).

El frente de los 2 μm se encuentra a 5 centímetros de la superficie a las 4 horas, a 10 cm a las 8 horas y a 20 cm a las 16 horas. Este hecho abre paso a una doble posibilidad de muestreo/extracción de fracción arcilla:

Técnica 1.- Muestrear con una pipeta a la profundidad que marca el frente.

Técnica 2.- Extraer sucesivas veces la suspensión que se encuentra por encima de ese límite de profundidad, hasta agotamiento de toda la fracción arcilla. Es decir, realizar sucesivas puestas en suspensión y extracciones de arcilla en la misma suspensión, en las condiciones que marca la Ley de Stokes, hasta que la muestra no contenga arcilla: Esté “agotada” la fracción.

Por la importancia que poseen para la Patente analizaremos esas dos alternativas mediante algunos cálculos teóricos.

La técnica primera, de muestreo con la pipeta, es el fundamento de diversos métodos de análisis granulométrico, entre los que se encuentran el de la pipeta de Robinson, pipeta de Andreasen, etc (Rivière, 1987). El método de Robinson es el adoptado por la Sociedad Internacional de la Ciencia del Suelo y las Normas Británicas (Jimenez Salas y Justo Alpañés, 1975, Guillot, 1987).

De acuerdo a la teoría de Khon (1928) una pipeta u otro instrumento que succione por un punto teórico, extrae una esfera de suspensión, con centro en el punto de la succión y cuyo radio es el de la esfera de volumen igual al extraído. Así una pipeta de 20 cc, empleada con mucha frecuencia en el análisis granulométrico, succiona una esfera de 1,6839 cm.

Sobre esta base, la ley de Stokes (fórmula 1) y las mismas condiciones experimentales que en las empleadas en los cálculos de la Tabla 1, se han efectuado los cálculos de la Figura 1. Teniendo en cuenta que la esfera de succión abarca varios frentes de sedimentación por debajo y por encima del punto de succión, se comete un error sistemático en el muestreo al tomar partículas de frentes de succión que no corresponden a las dos micras, este error disminuye conforme aumenta el tiempo de sedimentación y por ende la profundidad a la que se ha de introducir la pipeta. A las cuatro horas (para muestrear la arcilla es necesario introducir la pipeta 5 cm de profundidad) el error de muestreo cometido al recoger partículas de tamaño superior a las 2 μm , es decir, por exceso, es de 15,5 % y por defecto de 18,0 % (columna C de la Fig. 1). A las 8 horas (10 cm de profundidad) el error es de 9 %, por exceso y por defecto del 8 %; mientras que a las 16 horas el error es de 4 % por exceso y 4,5 por defecto.

Si se considera, también sobre los cálculos recogidos en la Figura 1, que en el espacio de +/- 1 cm del punto de succión se contiene el 78,6 % del volumen extraído (Fig. 1.II) el error calculado disminuye, al tratarse no de tamaño, sino de cantidades de esos tamaños. En cualquier caso, la precisión del muestreo aumenta cuanto mayor es el tiempo de sedimentación.

La cantidad de muestra de arcilla extraída por una pipeta de 20 cc en una suspensión que cumpla la ley de Stokes es insuficiente para realizar los análisis identificativos más importantes. Así un material que contiene un 50 % de fracción arcilla, y del que se prepara una suspensión con la proporción de 30 g/l (cumple la ley de Stokes) permite recoger 300 mg de arcilla con una extracción de la pipeta. A pesar de ello, éste es el punto de partida de la Patente, ya que con la pipeta se obtiene una muestra de suspensión de arcilla que representa granulométricamente a la fracción arcilla estimada de acuerdo con las metodologías usuales de análisis.

Para solventar el problema anterior de la pequeña cantidad de muestra, para la extracción de arcilla, se puede acudir a los métodos de agotamiento (Técnica 2). Las extracciones hasta agotamiento pueden realizarse bien sea sifonando o por decantación.

De la Tabla 1 se deduce que si extraemos toda la suspensión que se encuentra por encima del límite del frente de sedimentación de la arcilla, ésta contiene sólo partículas dentro del rango granulométrico de la fracción. Ahora bien, si tenemos en cuenta que la velocidad de sedimentación varía aún dentro de los tamaños correspondientes a la fracción arcilla, decreciendo al disminuir estos, se comprueba que la

suspensión extraída se enriquece en las fracciones más finas. En otros términos, para agotar la suspensión en arcilla hay que realizar un número determinado de extracciones y evidentemente más de una.

En la Figura 2 se representa el porcentaje de un determinado tamaño extraído, frente al número de extracciones realizadas. Corresponde al caso en que la suspensión de una muestra en agua alcanza una altura de 10 cm y la extracción de arcilla de la suspensión se verifica a las 8 horas, decantando o sifonando la totalidad del líquido. Las condiciones de la experimentación son las mismas que en los cálculos anteriores: Se supone que las extracciones se realizan sobre la misma suspensión con el objeto de agotarla en su fracción arcilla.

En la primera extracción se recogen el 90 % de las partículas de $0,63 \mu\text{m}$ de tamaño y sólo el 10 % de las de 1,9 micrómetros (estos tamaños medios han sido escogidos a modo de ejemplo). En las sucesivas extracciones sobre la misma dispersión inicial, y tendentes al agotamiento, se produce la extracción total de las fracciones más finas, pero no ocurre lo mismo con las gruesas. En efecto, en la sexta extracción sólo se han recogido el 47 % de las de $1,9 \mu\text{m}$. Es evidente que para extraer la totalidad de la fracción arcilla (100 %) comprendida entre 1,9 y $2 \mu\text{m}$, y por extensión extraer la totalidad de la fracción (idealmente de 0 a $2 \mu\text{m}$) serían necesarias infinitas extracciones.

En la práctica no suelen realizarse más de 13 extracciones e incluso hay autores que suponen suficientes 4. (Guitián y Carballas, 1976). Para 13 extracciones, según las curvas de la Fig. 2 se recogen el 75 % de las partículas de $1,9 \mu\text{m}$ (seguimos con el ejemplo de los tamaños anteriores), pero con 4 extracciones sólo el 30%, aunque se muestreen en este último caso casi el 100% de las partículas con $1 \mu\text{m}$ de diámetro. Este es el tamaño medio de la fracción, pero no representa a la totalidad, al infravalorar las fracciones gruesas de la arcilla.

Para ilustrar la problemática planteada se pueden analizar algunos casos de la bibliografía.

Soriano et al., (1992) estudian las diferentes fracciones granulométricas de un polvo de talco de aplicación farmacéutica mediante Microscopía Electrónica de Barrido y Análisis de Imagen, y determinan que el tamaño medio de la fracción arcilla es de $1,72 \mu\text{m}$. Para la extracción del 75 % de este tamaño medio se requieren al menos 5 extracciones, aunque seguimos infravalorando las fracciones más gruesas: se recogen menos del 50 % de las partículas de $1,9 \mu\text{m}$.

Delgado et al., (1990) determinan, en un suelo fersialítico, mediante Microscopía Electrónica de Transmisión, el diámetro medio de dos subfracciones de la arcilla: fina ($< 0,2 \mu\text{m}$) y gruesa ($2 - 0,2 \mu\text{m}$), resultando ser respectivamente de 0,14 y 0,6 micrómetros. En este caso serían suficientes 4 extracciones para muestrear con rigor los tamaños medios, pero subsistiría el problema ya mencionado de los tamaños gruesos.

Gámiz Martín (1987) determina el tamaño medio de la arcilla de 7 caolines industriales, mediante microscopía electrónica de barrido, con un rango de tamaños medios entre 1,3 y 0,7 micrómetros. Se requerirían por tanto un número de extracciones no menor a 4 ó 5.

Estos rendimientos de los sistemas de agotamiento se han calculado extrayendo, como ya indicábamos, hasta el fondo del recipiente. En otro caso, es decir, si queda parte del líquido en el recipiente después de la extracción, disminuyen los porcentajes de las distintas fracciones recuperadas en cada extracción. Como ejemplo podríamos citar que extrayendo los 10 cm superiores de una suspensión acuosa de arcilla de 18 cm de altura, se puede calcular que con 7 operaciones se obtendría cerca del 100 % de la fracción de $0,63 \mu\text{m}$ y serían necesarias al menos 74 extracciones para obtener ese mismo porcentaje de la de $1,9 \mu\text{m}$. Este cálculo se efectúa suponiendo las mismas condiciones anteriores.

4.- Principales métodos de extracción de arcillas. Limitaciones

Como ya hemos indicado, los principales métodos de extracción de arcillas en suspensión, están basados en la ley de Stokes sobre la caída de un cuerpo esférico en una suspensión, bien sea en el campo gravitatorio, o ley de Stokes propiamente dicha, o modificada para campo centrífugo.

Los métodos de separación de arcillas basados en la sedimentación diferencial en el campo gravitatorio, que a partir de ahora denominaremos como Métodos 1, son básicamente dos, muy parecidos entre sí:

1a: Extracciones sucesivas hasta agotamiento total de la fracción arcilla (Guillet y Rouiller, 1987).

1b: Extracciones sucesivas en número determinado, hasta conseguir una muestra aproximadamente representativa de la fracción arcilla. (Guitian y Carballas, 1976).

La sedimentación diferencial en suspensión acuosa en campo centrífugo basada en la ley de Stokes modificada (los denominaremos 2) se realiza con centrífugas convencionales de rotor fijo basculante (Tanner y Jackson, 1947) o en centrífugas de flujo continuo (Tran-Vinh-An, 1972). En estos casos también se puede optar por el agotamiento total (2a) o aproximado con pocas extracciones (2b).

Los métodos de agotamiento total (1a y 2a) requieren, un número elevado de extracciones, tal como se ha expuesto en el apartado anterior. Teniendo en cuenta el ciclo nocturno de paralización de actividades, ello supone un consumo de tiempo muy considerable. Por otra parte hay un manejo de cantidades importantes de suspensión, lo que conlleva paralelamente necesidades de espacio y de material de laboratorio. Estas dificultades se acusan en el método 1a.

La extracción de la suspensión sobrenadante en todos los métodos (1a, 1b, 2a, y 2b) puede realizarse por sifonado, lo que es muy susceptible de errores de muestreo por flujos y corrientes incontroladas dentro de la suspensión, en relación con: a) posición del extremo del sifón por donde se succiona el líquido (es necesario que esté acodado hacia arriba de acuerdo con la teoría de la geometría de la succión a través de una punta de pipeta, que ya ha sido expuesta, b) la introducción del sifón en la suspensión, que debe ser progresiva desde la superficie hasta alcanzar la profundidad requerida y c) movimientos accidentales no controlados, si el sifón se introduce manualmente. En caso de realizarse la decantación inclinando el recipiente, los errores son aún mayores, al no tener una medida exacta de la profundidad a decantar y maximizar los flujos y corrientes incontroladas.

La obtención de fracción arcilla desde una suspensión con pocas extracciones, como ya se ha destacado, presenta el problema del enriquecimiento relativo en los tamaños más finos de la fracción, lo que además puede suponer que la muestra recogida no represente a la composición mineralógica y propiedades de la totalidad de la fracción arcilla. Es un hecho demostrado en numerosas investigaciones que la composición de la arcilla cambia con el tamaño de la misma (Besoain, 1985, Delgado et al., 1990) debido a que los distintos minerales tienden a presentarse en cristales de tamaños distintos (Tessier y Pedro, 1984).

La regulación de la temperatura es otro de los factores a tener en cuenta en estos métodos, de acuerdo con la ley física aplicada. En el caso de los centrífugos obliga al empleo de aparatos termostatados y en los gravitatorios suponen un gran problema ante la dificultad de regular la temperatura de espacios considerables durante mucho tiempo.

Los métodos citados requieren bastantes horas de dedicación del analista, siendo los de centrifugación los más acusados para este extremo.

5.- *Fundamento teórico del extractor múltiple de arcilla*

Todas las consideraciones expuestas son la base para el diseño del procedimiento y del prototipo objeto de esta patente.

En primer lugar se destaca que la fracción que se considera "arcilla" extraída y cuantificada con los métodos basados en la pipeta (Robinson, Andreasen etc.). Corresponde a un sector de la suspensión a la que se ha dejado sedimentar durante un determinado tiempo, que abarca frentes de sedimentación situados por encima y por debajo del punto de succión, a una distancia aproximadamente igual al radio de la esfera de succión (Fig. 1). Ello engendra un error sistemático, ya comentado anteriormente. Por tanto, la analítica, para ser homogénea, debe comprender siempre ese mismo campo muestral de la suspensión, con su error correspondiente.

Es importante también considerar la poca muestra que se obtiene con la succión de una sola pipeta (también calculado anteriormente) para la realización de otras técnicas analíticas sobre el material extraído.

El succionador múltiple objeto de esta patente, pretende solucionar ambos problemas con el planteamiento que exponemos a continuación.

Si en un mismo plano de succión se colocan un número de puntos de extracción, de forma que se cumplan las siguientes condiciones:

ES 2 071 546 B1

1.- El volumen extraído por cada punto de succión debe ser el mismo y corresponder al que se recoge por la pipeta empleada en el análisis granulométrico.

2.- Las esferas teóricas de succión deben estar suficientemente separadas de las paredes del recipiente que contiene la suspensión, de manera que no se extraigan partículas cuya sedimentación haya sido disturbada por las interacciones partícula-superficie del recipiente.

3.- La distancia entre puntos de succión debe ser, aproximadamente, el doble del radio de la esfera teórica de extracción, de forma que la composición por solapamiento de las esferas (Fig. 3), suponga un volumen de líquido que compense sobradamente la suspensión que se encuentra en el cilindro de suspensión cuya altura es el diámetro de la esfera de succión (Fig. 4)

4.- La velocidad de succión debe ser idéntica para todos los puntos, para que ninguna esfera sea de un diámetro superior al requerido.

Cumpléndose estas condiciones, se puede afirmar que la arcilla extraída es equivalente a la cuantificada en el análisis granulométrico y en cantidad suficiente para su posterior análisis.

Los dos succionadores propuestos en la Patente poseen respectivamente 7 y 14 puntos de succión, con un volumen total de suspensión de arcilla extraída de 140 y 280 cc.

Podemos calcular de forma teórica, la cantidad de arcilla extraída, en diverso número de extracciones sucesivas sobre la misma dispersión, para muestras con diferentes proporciones de esta fracción (Fig. 5). El cálculo se realiza en las mismas condiciones de sedimentación descritas en los apartados anteriores y para una muestra de 20 g.

El estudio compositivo de la arcilla informa de sus propiedades mineralógicas y de aplicación técnica. Entre los métodos más empleados para la identificación de los distintos constituyentes de la arcilla destacan: Difractometría de Rayos X, Espectrofotometría de Rayos infrarrojos, Métodos térmicos y Análisis químico elemental (Grim, 1968; Besoain 1985). Las cantidades necesarias para los referidos análisis oscilan entre 3 mg y 1 g. Valga como ejemplo el caso de la difractometría de Rayos X, donde la preparación de dos muestras orientadas según 001 (agregados orientados), necesarias para la distinción de algunas de las fases de la arcilla, requiere unos 800 mg (Rich y Barnhisel, 1977). Si se realizan toda la serie de análisis citados la cantidad de arcilla necesaria es de aproximadamente 3 g. A partir de las gráficas de la Fig. 5 se puede deducir el número de extracciones necesarias. El cálculo se ha efectuado para una muestra dispersa de 20 g aunque tal como hemos indicado esta cantidad puede ser mayor, lo que incrementa los rendimientos de la extracción.

6.- Bibliografía

Allen T., 1981. Particle size measurement. Chapman and Hall. 678 pp.

Atterberg, A. 1905. Die rationelle klassifikation der sande und kiese chemiker. Zeitung, 29: 195-198.

Baize D., 1980. Guide des analyses courantes en pédologie. INRA. 172 pp.

Baver L. D., Gardner H. and Gardner W. R., 1972. Soil Physics. 4^a Ed. Willey. 498 pp.

Besoain, E. 1985. Mineralogía de arcillas de suelos. CIDIA -IICA, Costa Rica: 1205 pp.

Bird R.B., Stewart W. E. y Lightfoot E. N., 1982. Fenómenos de transporte. Reverté. Barcelona.

Bowles J. E., 1980. Manual de laboratorio de suelos en ingeniería civil. McGraw-Hill Latino-Americana. 239 pp.

Caillère S., Hénin S. et Rautureau M., 1982. Minéralogie des argiles. Vol. 1 y 2: 1.- Structure et Propriétés Physicochimiques; 2.- Classification et nomenclature. 2^a Ed., Masson. 184 pp y 189 pp.

Delgado R., Párraga J., Delgado G., Huertas F. et Linares J., 1990. Genèse d'un sol Fersiallitique de la Formation Alhambra (Granada-Espagne). Science du Sol, 28, 1, pp 53-70.

Gámiz Martín E., 1978. Caracterización de Caolines, Talcos y Bentonitas españoles para su posible apli-

ES 2 071 546 B1

- cación en Farmacia. Tesis Doctoral. Universidad de Granada. 418 pp.
- Gee G. W. and Bauder J. W.*, 1982. Particle size analysis. En Klute A. (Ed.). Methods of soil analysis I: Physical and mineralogical methods 2^a ed. ASA-SSSA, USA: pp 383-409.
- 5 *Gibbs R. J., Matthews M. D. and Link D. A.*, 1971. The relationships between sphere size and settling velocity. *J. Sed. Petrol.* 41, pp 7-18.
- Grim, R.E.* 1968. *Clay Mineralogy* (2 ed.). McGraw-Hil. 596 pp.
- 10 *Guillet, B. y Rouiller, J.* 1987. La Granulometría. En Bonneau, M. y Souchier, B., Eds. *Edafología 2 Constituyentes y Propiedades del suelo*. Masson: 225-231.
- Guillot J. E.*, 1987 *Clay in engineering geology. Developments in geotechnical engineering. Vol. 41.* Elsevier. 468 pp.
- 15 *Guitian Ojea F. y Carballas Fernández T.*, 1976. *Técnicas de análisis de suelos. Pico Sacro. Santiago de Compostela.* 288 pp.
- 20 *Hillel D.*, 1982. *Introduction to Soil Physics.* Academic Press. 364 pp.
- Jiménez Salas J. A. y Justo Alpañés J. L.*, 1975. *Geotecnia y cimientos. I.- Propiedades de los suelos y de las rocas. 2^a Ed.*, Rueda. Madrid. 466 pp.
- 25 *Khon M.*, 1928. *Beitrag zur theorie und praxis der mechanischen bodenanalyse. Landwirtsch. Jahrb.* 67, pp 485-546.
- Kunze G. W. y Dixon J. B.*, 1982. Pre-treatment for mineralogical analysis. En Klute A. (Ed). *Methods in Soil Analysis. I- Physical and mineralogical methods. 2^a Ed.* ASA-SSSA. USA. pp 91-99.
- 30 *Pettijohn F. J.*, 1949. *Sedimentary rocks.* Harper's Geoscience Series. 526 pp.
- Rich, Ch. I. and Barnhisel, R.I.* 1977. Preparation of Clay samples for X-ray Diffraction Analysis. En Dixon, J. and Weed, S.B., eds. *Minerals in Soil Environments.* SSSA, Madison, USA: 797-808.
- 35 *Rivière A.*, 1987. *Méthodes granulométriques. Techniques et interprétations.* Masson. 170 pp.
- Sihna R. K.*, 1984. *Industrials minerals.* Balkema. Rotterdam. 480 pp.
- 40 *Soriano M., Delgado G., Gámiz E., Ollero J. y Delgado R.*, 1992. Particle size analysis of pharmaceutical talcum powders using SEM and Image Analysis. *Proceedings of the European Congress on Electron Microscopy.* Granada. Spain.
- Starkey H. C., Blackman P. D. and Hauff P. H.*, 1984. The routine mineralogical analysis of clay-bearing samples. *U S Geological Survey Bull.* 1563. U S D I. 32 pp.
- 45 *Steinhard, G.C.* 1979. Particle size distribution. En Fairbridge, Rh.W. and Finkl, Ch. W. eds. *The Encyclopedia of Soil Science, part 1.* Dowden, Hutchinson and Ross, Inc.: 350 -358.
- 50 *Tanner, C.B. and Jackson, M.L.* 1947. *Monographs of sedimentation Times for Soil Particles Under Gravity or Centrifugal Acceleration.* *Soil Sci. Soc. Am. Proc.*: 60-65.
- Tessier, D. et Pedro, G.* 1984. *Recherches sur le rôle des minéraux argileux dans l'organisation et le comportement des sols. Livre Jubilaire du Cinquantenaire AFES, 1934-1984:* 223-234.
- 55 *Tran-Vinh-An, Ndejuru E.*, 1972. Analyse granulométrique de la fraction argileuse par centrifugation en flux continu. Mise au point d'une méthode et application a quelques sols tropicaux. *Pedologie*, XXII, 3, 366-382.
- 60 *Washburn, E.W.*, ed. 1928. *Int. Critical Tables of numerical data in Physic, Chemistry and Technology.* McGraw-Hill.

Yong R. M. and Warkentin B. P., 1975. Soil properties and behaviour. Elsevier. 449 pp.

Breve descripción de la invención

5 **Esquema de la invención**

El objeto de la patente es un prototipo y simultáneamente un procedimiento nuevos, de extraer fracción granulométrica arcilla de suspensiones. Consiste básicamente en un succionador múltiple y automatizado de líquido, que se introduce en la suspensión problema con partículas de tamaño heterogéneo, a un tiempo de reposo y una profundidad quedeterminan la ley de Stokes en campo gravitatorio, para
10 extraer la fracción arcilla. Con él se muestra cantidad suficiente para análisis compositivos y de muchas de las propiedades de la arcilla.

En relación con los métodos citados en el Estado de la Técnica, no existe ningún prototipo ni procedimiento igual al que se patenta.
15

Las partes esenciales del prototipo se recogen en la Fig. 6 y son:

1-Mesa-soporte con baño termostatado, 2-Mástil, 3-Brazo, 4-Sistema de agitación, 5-Succionador múltiple, 6-Sistema de succión y 7-Unidad de control informatizada.
20

Las fases esenciales del procedimiento serían 1-Preparación de la suspensión 2-Agitación programada, 3-Reposo programado y 4-Extracción programada.

25 *Ventajas*

En relación con otros métodos de extracción, ya citados en el estado de la técnica presenta las siguientes:

1- Con el aparato y procedimiento propuestos, en una sola extracción, se recoge cantidad suficiente de arcilla para la mayor parte de los análisis compositivos y de muchas de sus propiedades.
30

2- Simultáneamente pueden muestrearse 7 ó 14 suspensiones.

2- La muestra de arcilla recogida es representativa de la fracción granulométrica y por ende informadora fielmente de su composición y propiedades.
35

3- El aparato y procedimiento suponen un ahorro combinado de espacio, tiempo, material de laboratorio y horas de trabajo muy considerable.

40 4- La automatización del método además, de la economía citada, estandariza la extracción de la arcilla y evita al máximo errores aleatorios en el muestreo y los errores accidentales de operador.

Descripción detallada

45 Comenzaremos por el *prototipo*:

1-Mesa-soporte con baño termostatado.- Consiste (Figs. 6, 7 y 8) en una plataforma de sustentación donde se han practicado alojamientos adecuados (un total de 12) para situar los recipientes que contienen las suspensiones y los que se utilizarán para depositar la arcilla extraída, en la parte más externa. Los primeros están emplazados dentro de un baño termostático de forma de corona circular y permiten el uso alternativo de 1 litro de suspensión o 2, con el empleo de vasos de precipitado standard. En el círculo interior de la mesa, que rodea al Mástil, se sitúan los recipientes de limpieza del Succionador y Agitador, uno para toma de solución acuosa limpiadora (agua y un agente dispersante) y otro para vaciado y evacuación. La parte inferior de la Mesa aloja el conjunto de rodamientos de la base del Mástil, la transmisión de desmultiplicación, el motor (todos ellos para el giro del Mástil) y el Sistema de Succión. La sustentación y equilibrado de la mesa se consigue con unas patas de altura regulable y un conjunto de niveles. Se admiten dos tipos de patas: cortas, para situación de sobremesa y largas (60 cm) para situación sobre el suelo.
50

2-Mástil.- Formado (Figs. 6, 8 y 9) por un eje central, está unido por un conjunto de rodamientos a la Mesa-soporte. Tiene atornilladas guías verticales por las que se desliza el Brazo, mediante patines de rodadura. En su parte central se aloja un husillo accionado por un motor, adosado mediante tornillos
60

de fijación y apoyado en el mismo por rodamientos. La limitación de alturas para el posicionamiento del Succionador o el Sistema de agitación se consigue mediante detectores y regulando el motor “paso a paso”.

5 3-*Brazo.*- Está constituido (Figs. 6, 10 y 11) básicamente por dos pletinas, solidarias en sus extremos, que abrazan al Mástil y se deslizan por él mediante un camino de rodadura. El movimiento vertical se consigue merced a una tuerca solidaria con éste y roscada a su husillo central. Unidos a esta parte central, tiene dos conjuntos de motores en posición simétrica, así como un sistema de transmisión, husillo y guías. El husillo se encuentra apoyado en cojinetes y por las guías se mueven dos tuercas roscadas al mismo y guiadas mediante casquillos a bolas para guías rectilíneas. Una de las tuercas lleva incorporado el sistema de amarre del Succionador Múltiple y la otra el del Sistema de Agitación. El posicionamiento de todos los movimientos, incluyendo los del Succionador y Agitador, con respecto a los recipientes donde se sitúan las suspensiones, se consigue mediante detectores y regulando el motor “paso a paso”.

15 4-*Sistema de agitación.*- Recogido en las Figs. 6 y 11. El agitador consta de un motor eléctrico con una varilla que tiene en su extremo una o varias hélices de tamaño adecuado a los recipientes, para conseguir la perfecta homogeneización de las suspensiones. La sujeción del brazo se consigue mediante casquillos a bolas que se deslizan por dos varillas solidarias al brazo. El desplazamiento horizontal se consigue mediante un sistema de tuerca y husillo que es accionado por un motor eléctrico con poleas y correa de transmisión. En el punto de unión al brazo el agitador tiene un sistema basculante de noventa grados accionado por un electroimán, que levanta la varilla de su posición vertical para agitación o su posición horizontal paralela al brazo, con lo cual no interfiere en los movimientos del succionador.

25 5-*Succionador múltiple.*- Consta (Figs. 11, 12 y 13) de un colector de vidrio, pipetas de vidrio, y soporte de metacrilato. Los materiales con los que se fabrican las distintas partes, vidrio, y metacrilato, están escogidos por ser de fácil limpieza e inalterables a las suspensiones, ya que esta parte está muy en contacto con los líquidos. El colector permite la conexión al sistema de succión y está dotado de aforo. Las pipetas son recambiables. El soporte tiene diversas funciones como son: sujeción al Brazo, regulación de la succión de las pipetas y conexión de las pipetas al colector. Se han diseñado dos succionadores diferentes, que presentan distinto tamaño del colector, diferente número de pipetas y en consecuencia distintas dimensiones del soporte. El primero de ellos está destinado a un litro de suspensión, posee 7 pipetas y su capacidad, desde el orificio de las pipetas hasta el aforo es de 140 cm cúbicos. El otro se utiliza para los dos litros de suspensión, tiene catorce pipetas y su capacidad es de 280 cc. La cantidad de solución absorbida se limita por una fotocélula que detecta la altura en el sistema de aforo. La sujeción al brazo, así como sus movimientos y transmisión, son similares a los del agitador, excepto en el sistema basculante, que en este caso es fijo, pero intercambiable. La disposición del succionador en el brazo es simétrica respecto al del agitador y discurriendo el primero por la parte interna de la guías, para evitar que sus centros estén muy desviados. Solidario con el succionador se encuentra el sistema de regulación de la profundidad, constituido por una fotocélula.

40 6-*Sistema de succión.*- Alojado también debajo de la Mesa-soporte consta (Fig. 6) de una bomba aspirante conectada mediante tubo de silicona al Succionador y sistema de seguridad para evitar la entrada de suspensión en la bomba, en caso de fallo de los automatismos. La presión de succión se regula mediante un estrangulador y un manómetro.

45 7-*Unidad de Control informatizada.*- Externa al conjunto para mayor comodidad de manejo (Fig. 6), o solidaria, si así se requiere. Consta en primer lugar de un armario eléctrico con panel de mandos, donde se han interconexionado los distintos elementos para su correcto funcionamiento. Por mediación del panel el sistema puede manejarse manualmente. Así mismo, la Unidad de Control tiene un ordenador PC para el funcionamiento del aparato a través del mismo, con los programas adecuados, considerando tiempos, temperaturas, diversos sistemas de tamaño de partícula etc..

La descripción detallada del *procedimiento* es como sigue:

55 1-*Fase previa de decementación*, dispersado y tamizado de la muestra. Con ella se obtienen las suspensiones de las que se extraerá la arcilla. No se detallan los métodos de decementación, dispersado o tamizado, ya que se emplearían cualquiera de los usuales descritos en la bibliografía. Se puede optar por suspensiones de 1 o 2 litros, dependiendo de las necesidades de cantidad de arcilla, pero en cualquier caso procurando que la concentración sólido/líquido no supere 30 gr/litro, límite de la aplicabilidad de la ley de Stokes.

2-*Fase de programado.* Una vez situadas las suspensiones en los alojamientos de la Mesa soporte, se

procede a programar en el ordenador las fases de agitado-reposo y extracción-vertido de la suspensión de arcilla, de acuerdo con el número de muestras, tamaño de la arcilla seleccionado, temperatura, profundidad de extracción y tiempo de reposo (ley de Stokes) etc.. También se puede escoger la modalidad de manejo manual o una combinación de manual y programado.

5

3-Fase de agitado-reposo. El agitado se realiza con la varilla agitadora con la siguiente secuencia de movimientos, partiendo de la primera suspensión: A-Posicionamiento del agitador de horizontal, y paralelo al Brazo, a vertical. B -Posicionamiento sobre la suspensión. C-Descenso hasta la profundidad necesaria; generalmente a unos 2 cm del fondo. D-Agitación de unos 5 minutos. E-Lavado del agitador, que consta a su vez de salida de la suspensión, posicionamiento en el tanque de lavado, descenso y agitación dentro del mismo durante 15 segundos y salida del mismo. La agitación de las siguientes suspensiones se realizarían repitiendo estos movimientos desde el punto B. Finalizadas las agitaciones, el Sistema de agitación vuelve a su posición de inactividad, paralelo al brazo. Las suspensiones una vez agitadas inician la fase de reposo que no debe ser menos de 7 horas ni más de 9, dadas las dimensiones

15

4-Fase de extracción-vertido-limpieza. Cuando se ha cumplido el tiempo de reposo programado, se introduce el succionador, en la primera suspensión, a una profundidad programada dependiendo del tiempo y la temperatura (ley de Stokes). Succionada la cantidad correspondiente, éste se levanta y se desplaza horizontalmente hasta la posición de vaciado, el cual se realiza por gravedad sobre unas botellas colectoras con un embudo o en vasos de precipitado de la misma anchura que los vasos con suspensión. Posteriormente al vaciado, sigue la limpieza, que se realiza en los dos tanques que se encuentran en el círculo interno de la mesa soporte, con solución limpiadora (agua + dispersante convencional) y para recogida- evacuación de la solución usada en la limpieza. Las operaciones anteriores se repiten para la totalidad de las muestras, en un orden prefijado que puede ser correlativo a la situación de las muestras en la Mesa -soporte u otro que se establezca por razones diversas: floculación de una muestra, rotura accidental en el manejo, incorporación posterior etc.. La expulsión de la suspensión de arcilla o de la solución limpiadora se efectúa con la apertura de una electroválvula que conecta el interior del succionador con la atmósfera.

20

25

30

Descripción de las figuras

Figura 1

35

Cálculos sobre el volumen, diámetro de las partículas y error que se comete, al muestrear con una pipeta que aspira 20 cc. de suspensión. La esfera de succión tiene un radio de 1,6839 cm. otras condiciones de experimentación son: Temperatura 20°C, densidad media de las partículas de 2,65 g/cc (correspondiente a los filosilicatos), densidad del agua a esa temperatura de 0,99823 g/cc., aceleración por la fuerza de la gravedad 9,79675 m/s² (valor del Observatorio Universitario de Cartuja, en la ciudad de Granada, localidad de los inventores), viscosidad del agua a 20°C de 1,008 cp (los datos anteriores han sido extraídos de Washburn, 1928).

40

I.- Diámetro de partícula cuyo frente de sedimentación se encuentra a + - una determinada distancia del punto de succión, para tiempos de sedimentación de 4, 8 y 16 horas: A) Profundidad en cm. desde la superficie de la suspensión. B) Diámetro en micrómetros de las partículas cuyo frente de sedimentación se encuentra a la profundidad señalada en A. C) Error de tamaño en % que se comete al muestrear partículas de tamaño distinto a 2 μm en cada una de las anteriores profundidades. F) Incremento o disminución de diámetro de partícula, por cada mm. que varíe la profundidad del punto de succión, en cada uno de los tiempos de sedimentación considerados.

45

50

II.- Volumen aspirado a + - una determinada distancia desde el punto de succión: E) volumen expresado en cc. F) volumen expresado en % respecto del total de la esfera (entre +- 1 cm. del punto de succión se encuentra el 78,6 % del total del volumen extraído).

55

Representación gráfica del porcentaje de distintos tamaños de partícula dentro de la fracción arcilla (comprendidos entre 1,90 y 0,63 μm) extraídos por decantación o sifonado frente a número de extracciones. A: Porcentaje de arcilla (ordenadas). B: Número de extracciones (abcisas). Condiciones de experimentación: a) La suspensión alcanza 10 cm. de altura y se extrae toda esa altura por una u otra técnica. b) Tiempo de sedimentación= 8 h. y c) Otras condiciones de experimentación son, temperatura 20°C, densidad media de las partículas de 2,65 g/cc (correspondiente a los filosilicatos), densidad del

60

ES 2 071 546 B1

agua a esa temperatura de 0,99823 g/cc., aceleración por la fuerza de la gravedad 9,79675 m/s² (valor del Observatorio Universitario de Cartuja, en la ciudad de Granada, localidad de los inventores), viscosidad del agua a 20°C de 1, 008 cp (los datos anteriores han sido extraídos de Washburn, 1928).

5 Figura 3

Disposición en el plano horizontal de las esferas de succión. Por cada punto de succión se aspiran 20 cc de la suspensión, lo que equivale a una esfera de radio= 1,6839 cm. I.- Succionador de 280 cc.; 14 puntos de succión. II.- Succionador de 140 cc.; 7 puntos de succión. A.- Zonas de solapamiento entre dos
10 esferas de succión. B.- Zonas de solapamiento entre tres esferas de succión.

Figura 4

Corte vertical del solapamiento entre dos esferas de succión. A.- Zona de solapamiento. B.- Zona de
15 aspiración teórica para compensar el déficit de volumen producido por el solapamiento. E.- Esfera de succión. O.- Punto de succión. P.- Pipeta.

Figura 5

20 Representación gráfica de la cantidad de arcilla recogida con el succionador, expresada en gramos frente a porcentaje de arcilla en la muestra, para 1, 2 y 3 extracciones. I: Cantidad de arcilla en gramos (ordenadas). II: Porcentaje de arcilla en la muestra (abcisas). A: succionador de 140 cc.; B: succionador de 280 cc. Condiciones de la experimentación: La concentración de muestra es de 20 g/l. Además, temperatura 20°C, densidad media de las partículas de 2,65 g/cc (correspondiente a los filosilicatos),
25 densidad del agua a esa temperatura de 0,99823 g/cc., aceleración por la fuerza de la gravedad 9,79675 m/s² (valor del Observatorio Universitario de Cartuja, en la ciudad de Granada, localidad de los inventores), viscosidad del agua a 20°C de 1,008 cp (los datos anteriores han sido extraídos de Washburn, 1928).

Figura 6

30 *Descripción general del aparato.*

A.- Mesa - Soporte, B.- Mástil, C.- Brazo, D.- Succionador múltiple, E.- Agitador, F.- Sistema de aspiración, G.- Unidad de control, H.- Vasos para la muestra dispersa, I.- Baño termostático, J.- Recipientes de recogida de la arcilla dispersa, K.- Tanque de llenado de la solución limpiadora, L.- Tanque colector de la solución limpiadora (vaciado), M.- Patas con ajuste de nivel en la opción de sobremesa (también pueden ser de 60 cm).

Figura 7

40 *Planta del prototipo.*

A.- Mesa Soporte, B.- Mástil, C.- Brazo, D.- Vasos para la muestra dispersa, E.- Recipientes de recogida de la arcilla dispersa, F.- Tanque de llenado de la solución limpiadora, G.- Tanque para la solución limpiadora (vaciado), H.- Baño termostático.

Figura 8

Mecanismos de giro del mástil

50 M.- Motor eléctrico "paso a paso", B.- Piñones y correa dentada, C.- Cojinetes radiales y axiales de giro, D.- Tuerca de sujeción del mástil, E.- Orificio central para el paso del tubo succionador, F.- Tubo succionador, G.- Superficie de la mesa soporte, H.- Tornillos de sujeción del mástil a la mesa soporte, I.- Retenes.

Figura 9

Interior del Mástil. Movimiento vertical del Brazo.

60 A.- Pletinas soporte, B.- Pistas de rodadura, C.- Patines de rodadura, E.- Eje de giro, F.- Plataforma superior, G. soporte del brazo, N.- Polea del motor, I.- Husillo, K. soporte del rodamiento, L.- Polea del husillo, M.- Motor.

Figura 10

Interior del Brazo. Mecanismos de movimiento horizontal.

5

A.- Guías cilíndricas del brazo, B.- Husillo apoyado en rodamientos, C.- Corredera para sujeción y movimiento del succionador y del agitador, C1.- Casquillos guía C2.- Tuerca, D.- Polea para conexión al motor, E.- Soporte R.- Rodamientos del husillo.

10 Figura 11

Visión vertical del brazo, con el succionador en posición de trabajo y el agitador en posición de reposo (horizontal).

15

M.- Motores de movimiento vertical del brazo y horizontal del succionador y agitador, A.- Agitador, S.- Succionador, E.- Electroimán para efectuar posicionamientos del agitador (vertical a horizontal y viceversa), F.- Rodamiento para giro de agitador, C y C'.- Soportes del brazo, X.- Soporte del succionador.

Figura 12

20

Succionador múltiple de 140 cc

25

A.- Cuerpo central con 7 ramificaciones en la base (colector), B.- Cuello de aforo, C.- Pipetas en número de siete, D.- Soporte, E.- Regulador de la velocidad de succión (uno por pipeta), F.- Tornillo de sujeción al brazo, G.- Oliva para tubo de succión, H.- Disposición de las pipetas proyectada en el plano horizontal.

Figura 13

30

Succionador múltiple de 280 cc.

35

A.- Cuerpo central con catorce ramificaciones en la base (colector), B.- Cuello de aforo, C.- Pipetas en número de catorce, D.- Soporte, E.- Regulador de velocidad de succión (uno por pipeta), F.- Tornillo de sujeción al Brazo, G.- Oliva del tubo de succión, H.- Disposición de las pipetas proyectada en el plano horizontal.

Manera de realizar la invención

40

Comencemos con el *prototipo*, en cada una de sus partes y mecanismos:

45

Mesa soporte y Baño termostático.- La plataforma de sustentación se construye en chapa de aluminio de 10 mm de espesor. Las patas se fabrican del mismo material, regulables en altura, y con apoyos de goma para aislar el sistema de posibles vibraciones.

50

En el centro de la plataforma se mecaniza un orificio para alojar el buje de sujeción del Mástil.

55

Así mismo, en la parte superior de la plataforma, y en la posición correspondiente a los vasos receptores de las muestras, se mecanizan alojamientos concéntricos del mismo diámetro que los vasos a utilizar, para un exacto posicionamiento respecto al Succionador.

60

El Baño termostático se construye en metacrilato, con dos cilindros concéntricos de 17,5 cm de altura y 5 mm de espesor. Estos se cierran en su parte inferior por una corona circular del mismo material y 15 mm de espesor, en donde se han mecanizado los alojamientos de los vasos con las suspensiones de las que se extraerá la arcilla. El control de la temperatura se consigue con un microtermostato de inmersión con un máximo de temperatura de 65°C y precisión de + / - 0,25°C.

65

El recipiente de la solución limpiadora se construye también en metacrilato de 5 mm de espesor y como en el caso anterior se desarrolla en dos cilindros concéntricos de 12,5 cm de altura, cerrados inferiormente por una corona circular del mismo material y espesor.

70

El tanque colector para la evacuación de la solución limpiadora tiene las mismas características del que contiene dicha solución.

ES 2 071 546 B1

La bomba de vacío alojada en la parte inferior de la mesa tiene una capacidad de succión máxima de 3 l/min.

5 *Mecanismo de giro del mástil.*- El giro del mástil se consigue con un motor eléctrico tipo “paso a paso”, reductor, de 0,1 CV a 220 V y salida a 100 rpm. Al eje del motor se acopla un piñón dentado, de acero, que transmite el movimiento a la corona solidaria al mástil, fabricada también en acero y de una dimensión de 20 cm. La transmisión del movimiento se realiza mediante una correa dentada de 15 mm de ancho, con una relación de transmisión de 20 : 1.

10 La unión entre el mástil y la mesa se construye con un buje encajado en la plataforma y amarrado por tornillos de. En este buje entra un cojinete combinado de dos axiales y uno radial, amarrados al eje del mástil mediante tuerca y contratuerca con arandela antigiro intermedia. Por último, en el extremo del buje se disponen sendos retenes de engrase y para evitar la entrada de objetos extraños.

15 *Mástil.*- Cada una de las pletinas del mástil se construyen en aluminio de 10 mm, a las que se atornillan sendas pistas de rodadura de acero templado, por donde circulan los patines de rodadura.

20 Las pletinas se atornillan en su parte inferior al eje de giro, mediante el que se unen a la plataforma de la mesa y en su parte superior se atornillan a la plataforma entrando en unos encajes mecanizados al efecto.

25 Los patines se construyen en acero y sirven para el deslizamiento de dos “eles” de aluminio atornilladas entre sí por una tuerca de bronce que recibe el movimiento de un husillo sujeto a las pletinas soporte por los rodamientos. El inferior lleva un soporte atornillado a las pletinas y el superior va alojado en la plataforma superior.

Las poleas de transmisión de movimiento son del tipo trapezoidal con una relación 10:1 y el motor es del tipo “paso a paso”. Está gobernado por un variador de velocidad.

30 *Brazo.*- Las guías cilíndricas son de acero de 16 mm de grosor y por ellas se deslizan los soportes del succionador y el agitador ambos en aluminio y provistos de casquillos GLICODUR 16 y tuercas de bronce con rosca trapezoidal de 3 mm de paso y 20 mm de diámetro. El husillo transmisor del movimiento se sustenta por dos rodamientos del tipo 6203-2RS. Las poleas trapezoidales tienen una relación 10-1 y los
35 motores eléctricos son también de tipo “paso a paso”. Se emplean microrruptores para limitar el movimiento en los extremos del recorrido.

40 *Agitador.*- El motor eléctrico del agitador es de 50 W, con velocidad regulable desde lenta a 2000 rpm. La varilla se fabrica en acero de 6 mm. con paletas atornilladas al extremo de tipo hélice y otros modelos aptos para la agitación de suspensiones. El posicionamiento desde la posición de reposo a la de trabajo se consigue con un electroimán.

45 *Unidad de control.*- Compuesta de reles gobernados por un automater programable conectado a un ordenador PC.

Succionadores de 140 y 280 cc.- El cuerpo central, el cuello de aforo y las pipetas, son de vidrio. Cuerpo, cuello y ramificaciones forman una sola pieza (colector)

50 El soporte consta de tres plataformas circulares de metacrilato de distintos grosores (2,5 y 1 mm) ensambladas con varillas macizas de 8 mm. de diámetro, también de metacrilato, unidas a las plataformas con rebajes, cemento plástico y tornillos roscachapa insertos en alojamientos practicados previamente.

55 El regulador de la velocidad de succión consiste en un tubo de silicona alojado en el soporte que une la ramificación del “cuerpo” con la pipeta y que puede estrangularse mediante un tornillo sin cabeza con el extremo redondeado, roscado en el interior del soporte de metacrilato.

El succionador se sujeta al brazo del aparato, mediante un tornillo de bronce de 6 mm., roscado y fijado con cemento plástico a la plataforma superior del soporte de metacrilato.

60 La cantidad de suspensión succionada, se controla con una fotocélula situada en la zona de aforo y sujeta con una presilla, que interrumpe la succión con una electroválvula y parada simultánea de la bomba de succión.

ES 2 071 546 B1

La altura de la suspensión a la que se deben introducir las pipetas para proceder a la succión, es variable de acuerdo a las condiciones de la experimentación y la ley de Stokes, y se controla mediante una célula fotoeléctrica que interrumpe el descenso del brazo.

5

Vasos para contener la suspensión para extraer la arcilla.- Para el succionador de 280 cc. se emplearán vasos de precipitado estandar, de vidrio y forma baja, con un capacidad de 2000 cc. y dimensiones aproximadas de 18 cm. de altura y 12,5 cm. de diámetro interno. Para la opción de 140 cc., vasos de precipitado estandar, de vidrio y forma alta, con una capacidad de 1000 cc. y dimensiones de 18 cm. de altura y 9 cm. de diámetro interno. Los recipientes para recoger la muestra pueden ser vasos de precipitado, de las mismas características, o botellas provistas de un embudo de la misma anchura que los vasos correspondientes.

10

La manera de realizar el *procedimiento* es como sigue:

15

1-Fase previa de decementación, dispersado y tamizado de la muestra. Con ella se obtienen las suspensiones de las que se extraerá la arcilla. No se detallan los métodos de decementación, dispersado o tamizado, ya que se emplearían cualquiera de los usuales descritos en la bibliografía. Se puede optar por suspensiones de 1 o 2 litros, dependiendo de las necesidades de cantidad de arcilla, pero en cualquier caso procurando que la concentración sólido/líquido no supere 30 gr/litro, límite de la aplicabilidad de la ley de Stokes.

20

2-Fase de programado. Una vez situadas las suspensiones en los alojamientos de la Mesa soporte, se procede a programar en el ordenador las fases de agitado-reposo y extracción-vertido de la suspensión de arcilla, de acuerdo con el número de muestras, tamaño de la arcilla seleccionado, temperatura, profundidad de extracción y tiempo de reposo (ley de Stokes) etc.. También se puede escoger la modalidad de manejo manual o una combinación de manual y programado.

25

3-Fase de agitado-reposo. El agitado se realiza con la varilla agitadora con la siguiente secuencia de movimientos, partiendo de la primera suspensión: A-Posicionamiento del agitador de horizontal, y paralelo al Brazo, a vertical. B -Posicionamiento sobre la suspensión. C-Descenso hasta la profundidad necesaria; generalmente a unos 2 cm del fondo. D-Agitación de unos 5 minutos. E-Lavado del agitador, que consta a su vez de salida de la suspensión, posicionamiento en el tanque de lavado, descenso y agitación dentro del mismo durante 15 segundos y salida del mismo. La agitación de las siguientes suspensiones se realizarían repitiendo estos movimientos desde el punto B. Finalizadas las agitaciones, el Sistema de agitación vuelve a su posición de inactividad, paralelo al brazo. Las suspensiones una vez agitadas inician la fase de reposo que no debe ser menos de 7 horas ni más de 9, dadas las dimensiones de los recipientes y el margen de seguridad para la extracción.

30

35

3-Fase de extracción-vertido-limpieza. Cuando se ha cumplido el tiempo de reposo programado, se introduce el succionador, en la primera suspensión, a una profundidad programada dependiendo del tiempo y la temperatura (ley de Stokes). Succionada la cantidad correspondiente, éste se levanta y se desplaza horizontalmente hasta la posición de vaciado, el cual se realiza por gravedad sobre unas botellas colectoras con un embudo o en vasos de precipitado de la misma anchura que los vasos con suspensión. Posteriormente al vaciado, sigue la limpieza, que se realiza en los dos tanques que se encuentran en el círculo interno de la mesa soporte, con solución limpiadora (agua + dispersante convencional) y para recogida- evacuación de la solución usada en la limpieza. Las operaciones anteriores se repiten para la totalidad de las muestras, en un orden prefijado que puede ser correlativo a la situación de las muestras en la Mesa-soporte u otro que se establezca por razones diversas: floculación de una muestra, rotura accidental en el manejo, incorporación posterior etc..

40

45

50

La expulsión de la suspensión de arcilla o de la solución limpiadora se efectúa con la apertura de una electroválvula que conecta el interior del succionador con la atmósfera.

55 Tablas

60

ES 2 071 546 B1

Tabla 1.

Distribución de tamaños de partículas en la suspensión, en relación con la profundidad y el tiempo.

Diámetro Micrómetros			
Altura (cm)	4 horas	8 horas	16 horas
1	0,89	0,63	0,45
2	1,26	0,89	0,63
3	1,55	1,10	0,77
4	1,79	1,26	0,89
5	2,00	1,41	1,00
6	2,19	1,55	1,10
7	2,37	1,67	1,18
8	2,53	1,79	1,26
9	2,68	1,90	1,34
10	2,83	2,00	1,41
11	2,97	2,10	1,48
12	3,10	2,19	1,55
13	3,22	2,28	1,61
14	3,35	2,37	1,67
15	3,45	2,45	1,73
16	3,58	2,53	1,79
17	3,69	2,61	1,84
18	3,79	2,68	1,90
19	3,90	2,76	1,95
20	4,00	2,83	2,00
21	4,10	2,90	2,05
22	4,20	2,97	2,10
23	4,29	3,03	2,14
24	4,38	3,10	2,19
25	4,47	3,16	2,24
26	4,56	3,22	2,28
27	4,65	3,29	2,32
28	4,73	3,35	2,37
29	4,82	3,41	2,41
30	4,90	3,46	2,45

Condiciones de experimentación: Temperatura 20°C, densidad media de las partículas de 2,65 g/cc (correspondiente a los filosilicatos), densidad del agua a esa temperatura de 0,99823 g/cc., aceleración por la fuerza de la gravedad 9,79675 m/s² (valor del Observatorio Universitario de Cartuja, en la ciudad de Granada, localidad de los inventores), viscosidad del agua a 20 grados de 1,008 cp (los datos anteriores han sido extraídos de Washburn, 1928).

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la extracción automática de arcilla en suspensión, para muestreo rápido, **caracterizado** por un proceso secuencial de diversas fases: a) preparación de la suspensión, b) agitación programada de la suspensión, c) reposo programado, de acuerdo con la ley de Stokes de caída libre de partículas en medio fluido, y el tamaño considerado como límite de la fracción arcilla, d) extracción, recogida y limpieza, programadas; y que permite procesar simultáneamente 7 ó 14 suspensiones.

2. Extractor automático de arcilla en suspensión, para muestreo rápido, según el procedimiento que se describe en la reivindicación 1ª, **caracterizado** por: a) mesa soporte con baño termostatado y con alojamientos para recipientes de suspensión, recogida y limpieza, b) mástil con movimiento giratorio de 360°, c) brazo dotado de movimiento vertical y sistema de desplazamiento para el succionador múltiple y el agitador, d) agitador, e) succionador múltiple, f) sistema de succión y g) unidad de control informatizada.

3. Extractor automático de arcilla en suspensión, para muestreo rápido, según reivindicación 2ª, **caracterizado** por un succionador múltiple que consta de un colector aforado, 7 ó 14 pipetas según modelo y soporte; y que succiona una cantidad fija de 140 ó 280 cc de una suspensión de partículas, a una profundidad variable.

4. Extractor automático de arcilla en suspensión, para muestreo rápido, según reivindicaciones 2ª y 3ª, **caracterizado** porque los movimientos del extractor vienen controlados por un conjunto de mecanismos eléctricos de precisión y un autómata electrónico programable.

Fig. 1

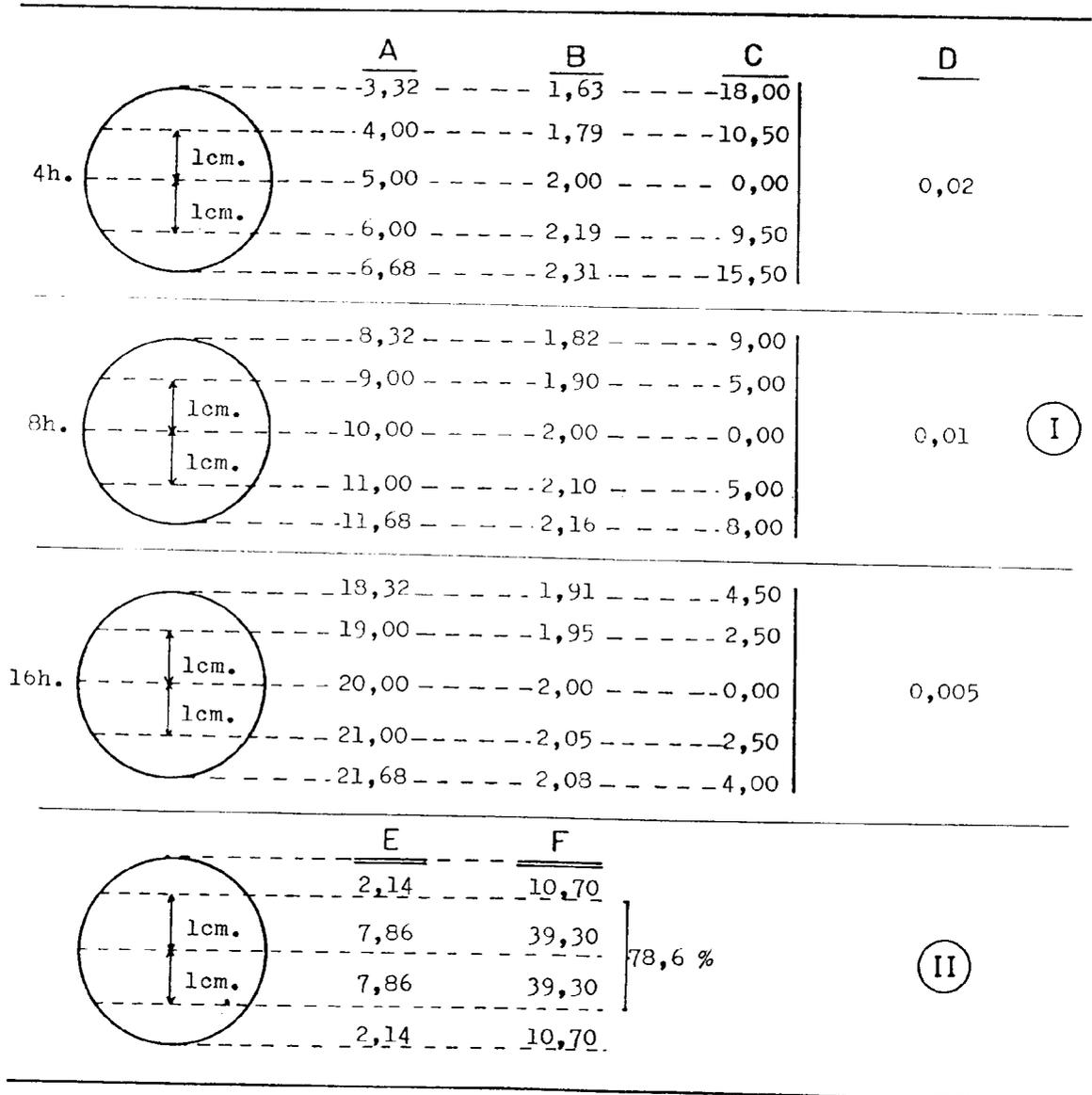


Fig. 2

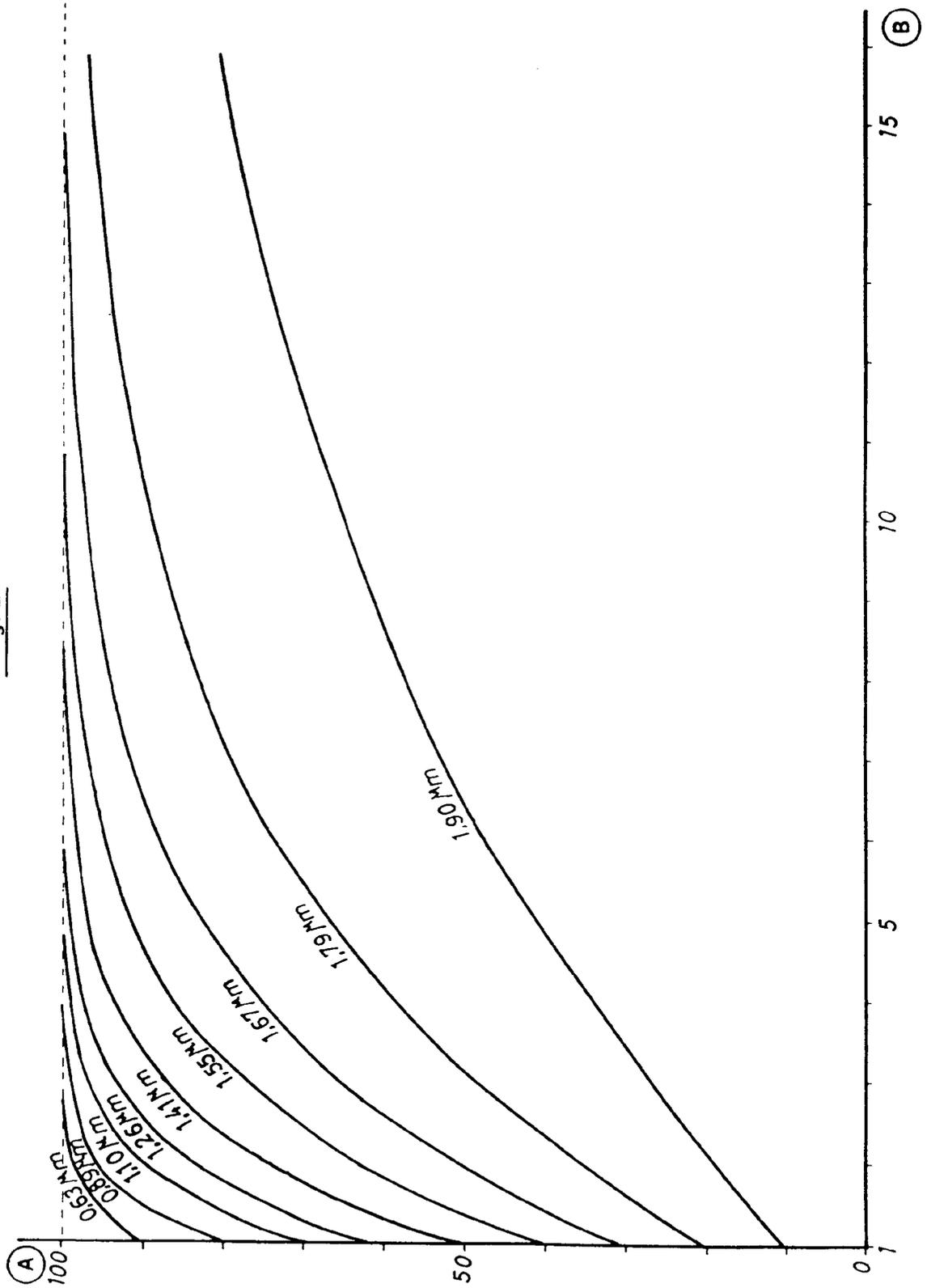


Fig. 3

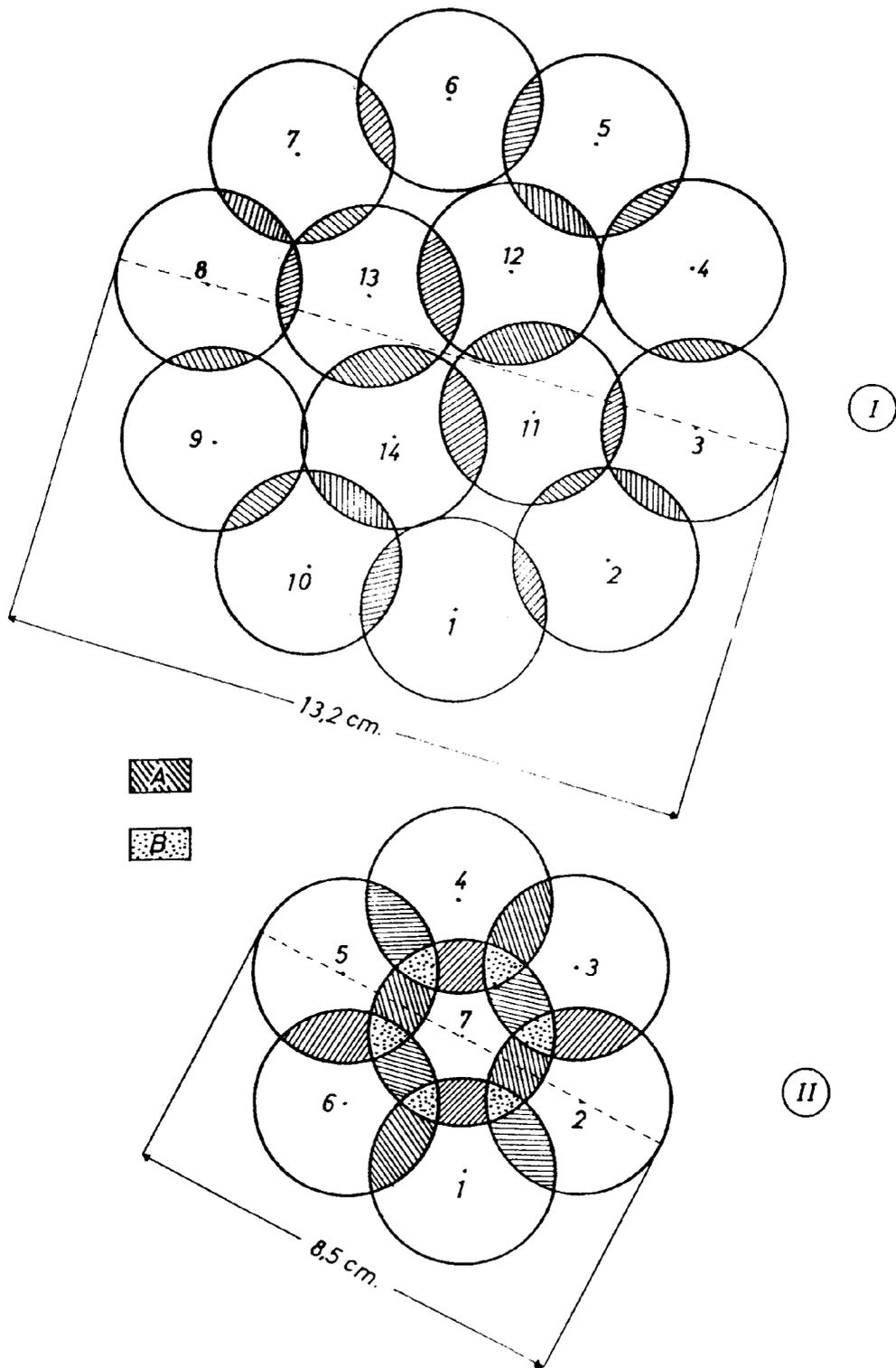
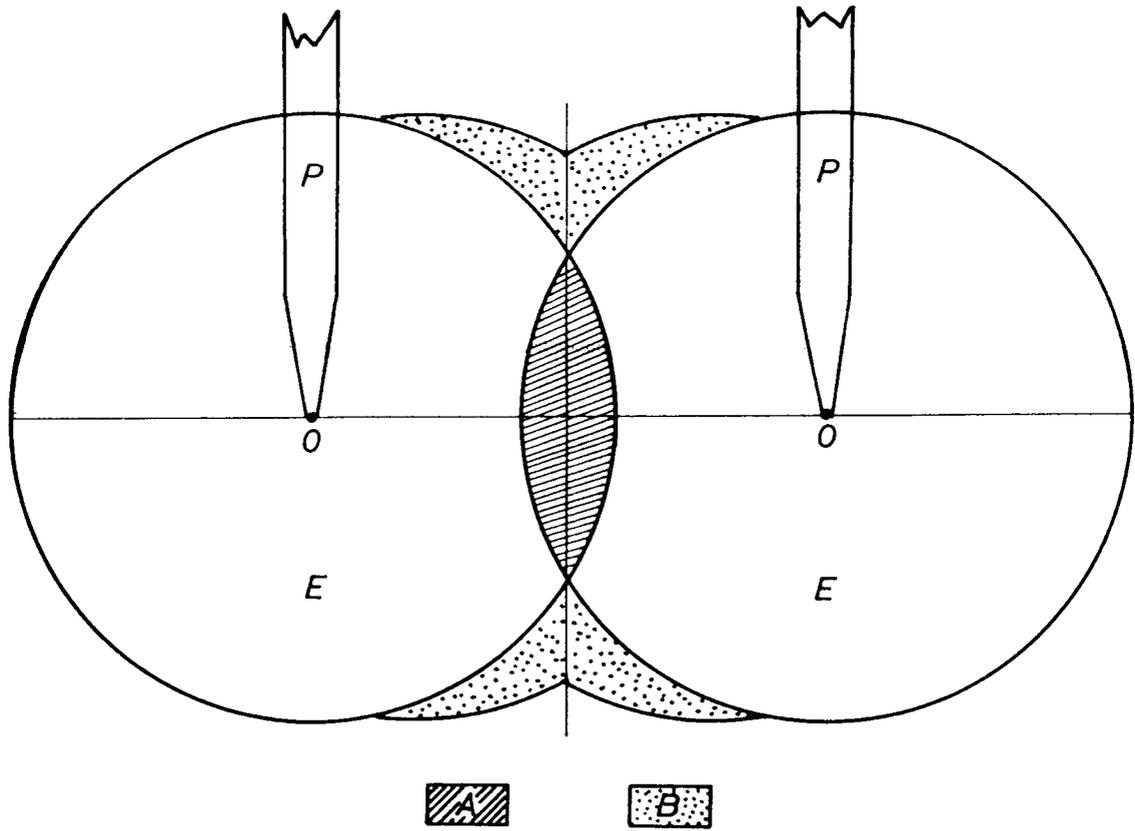
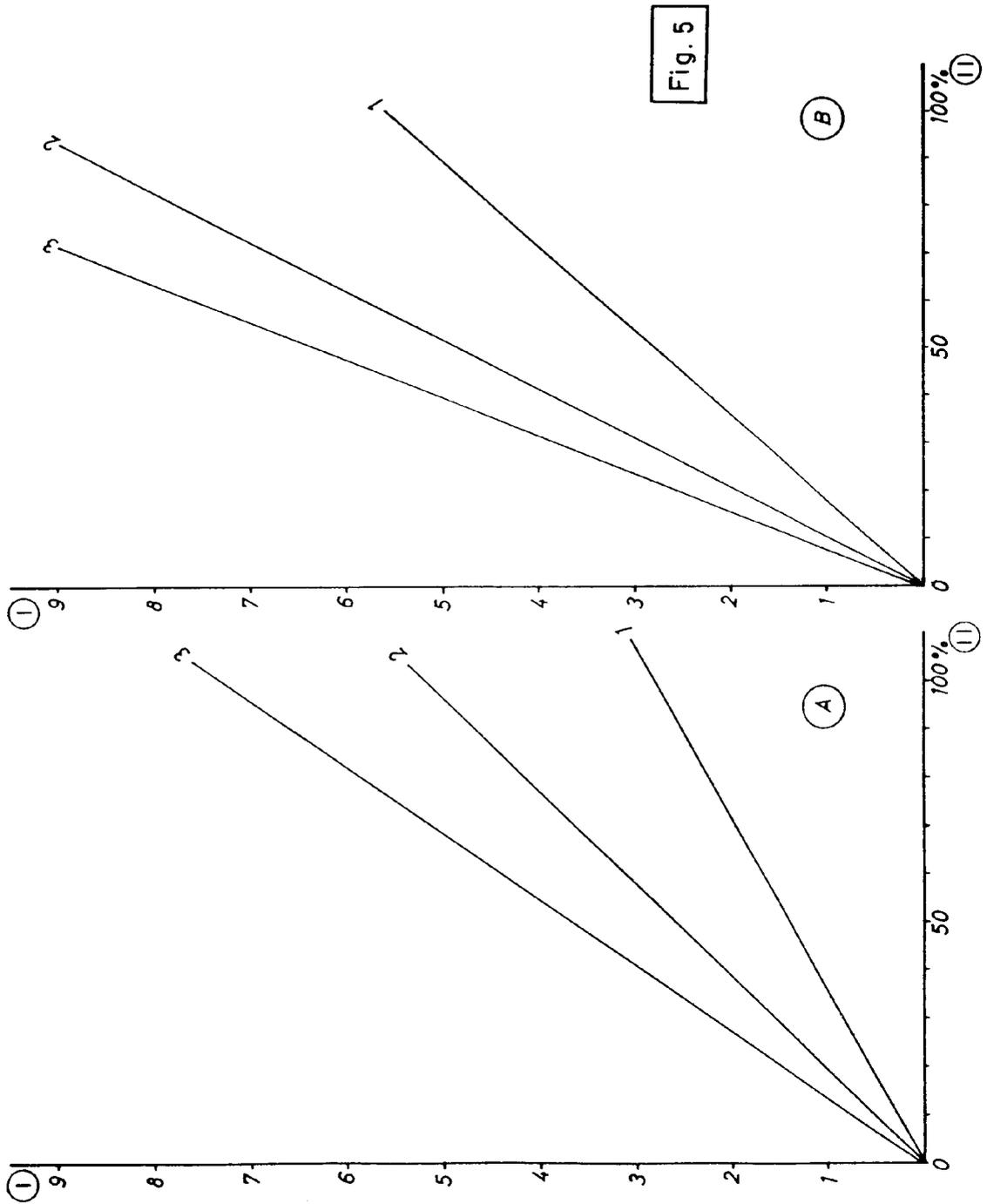


Fig. 4





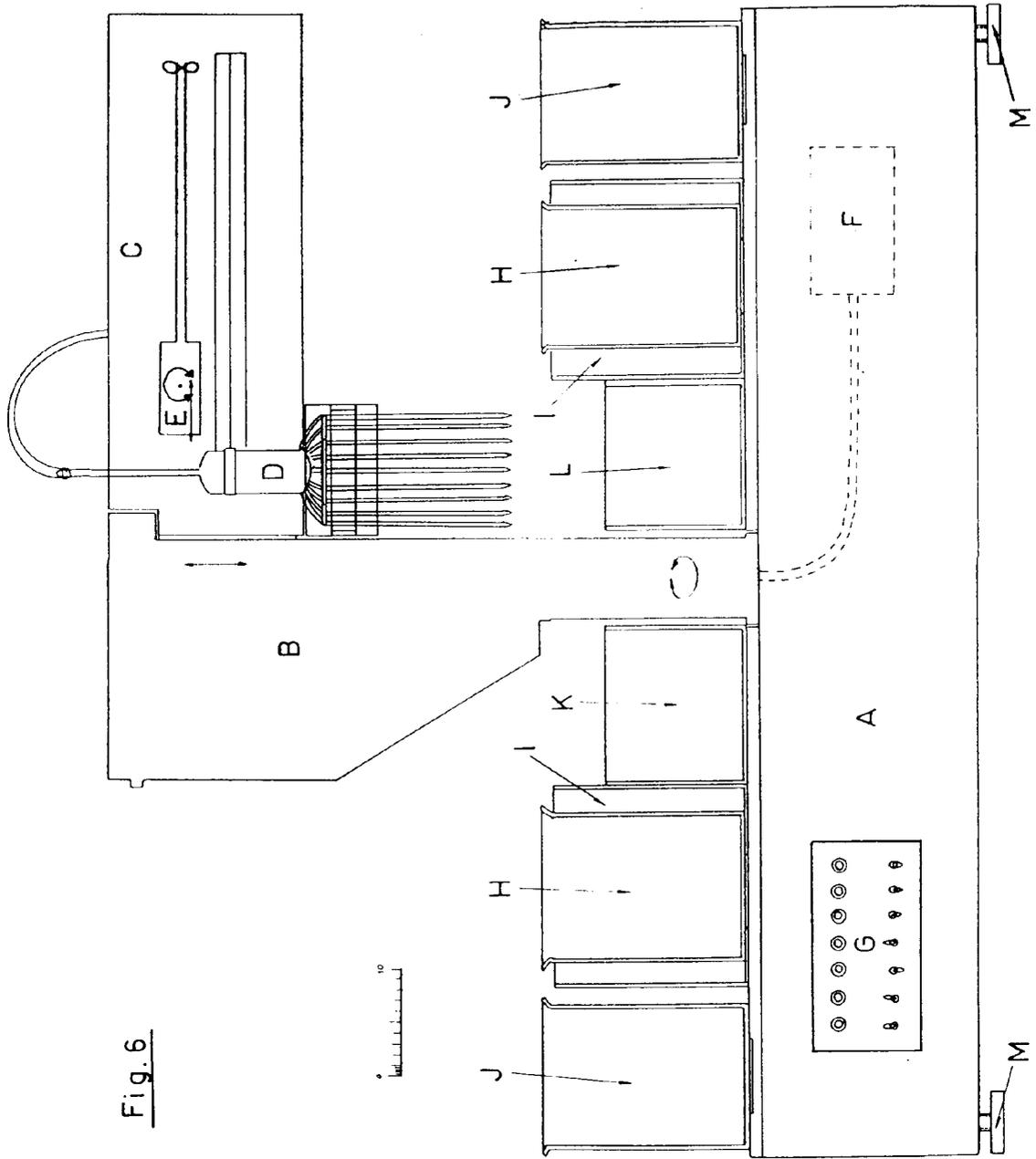
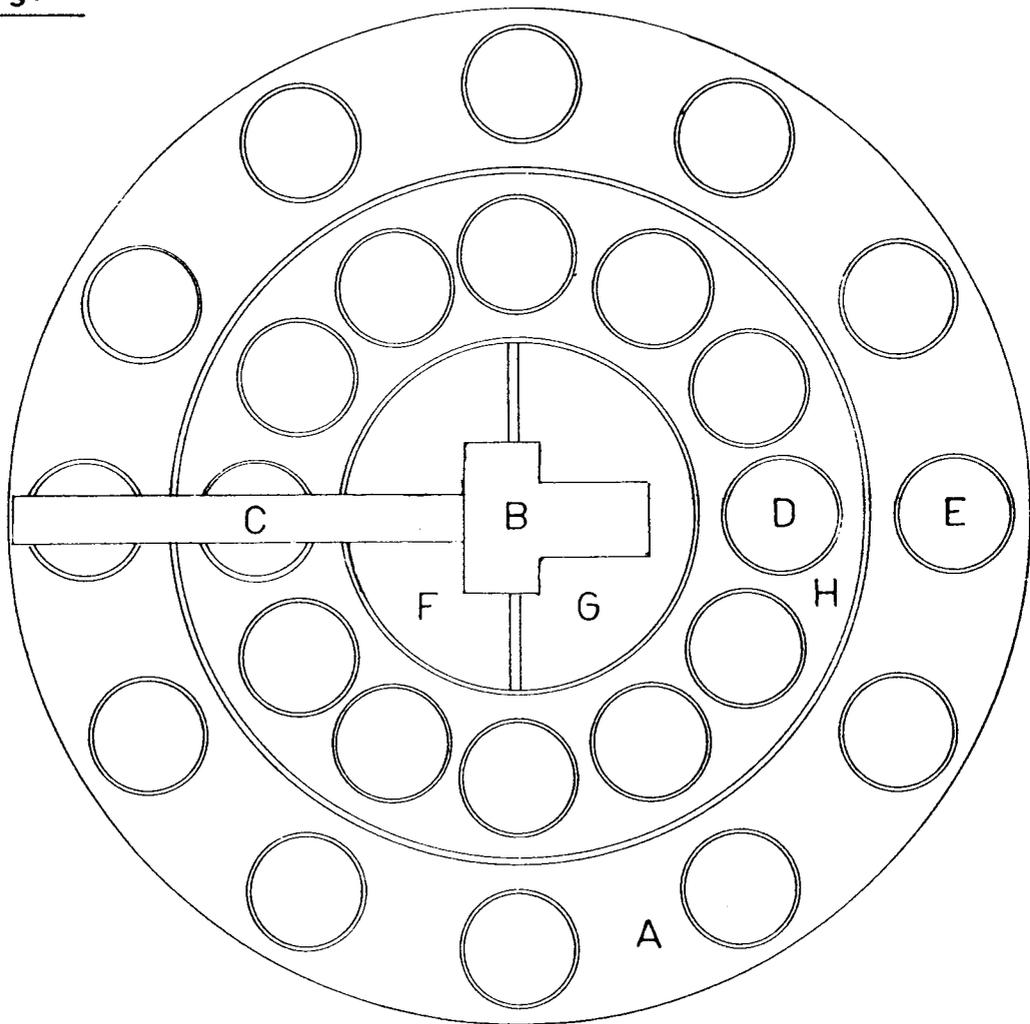


Fig. 6

Fig. 7



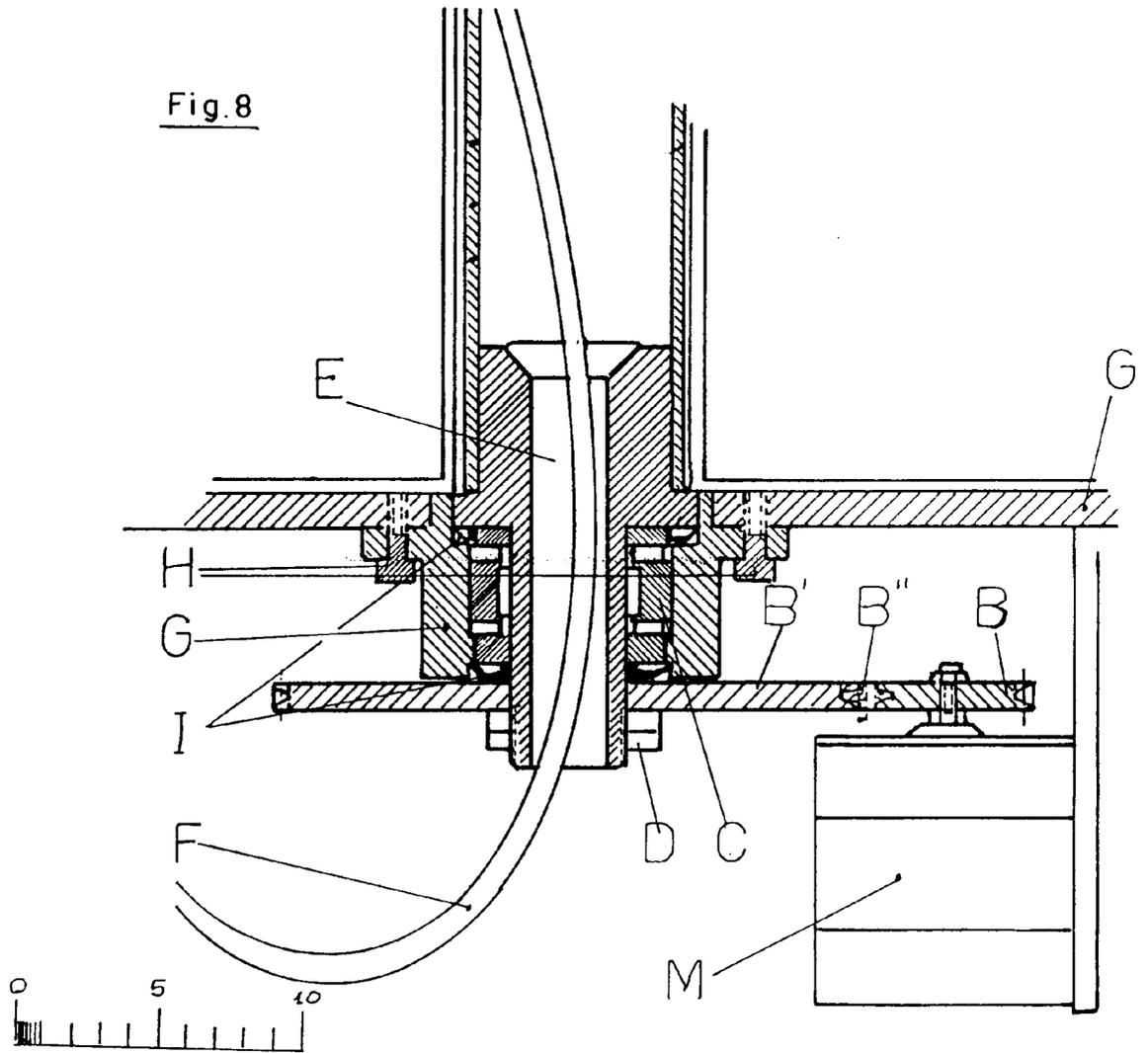


Fig.9

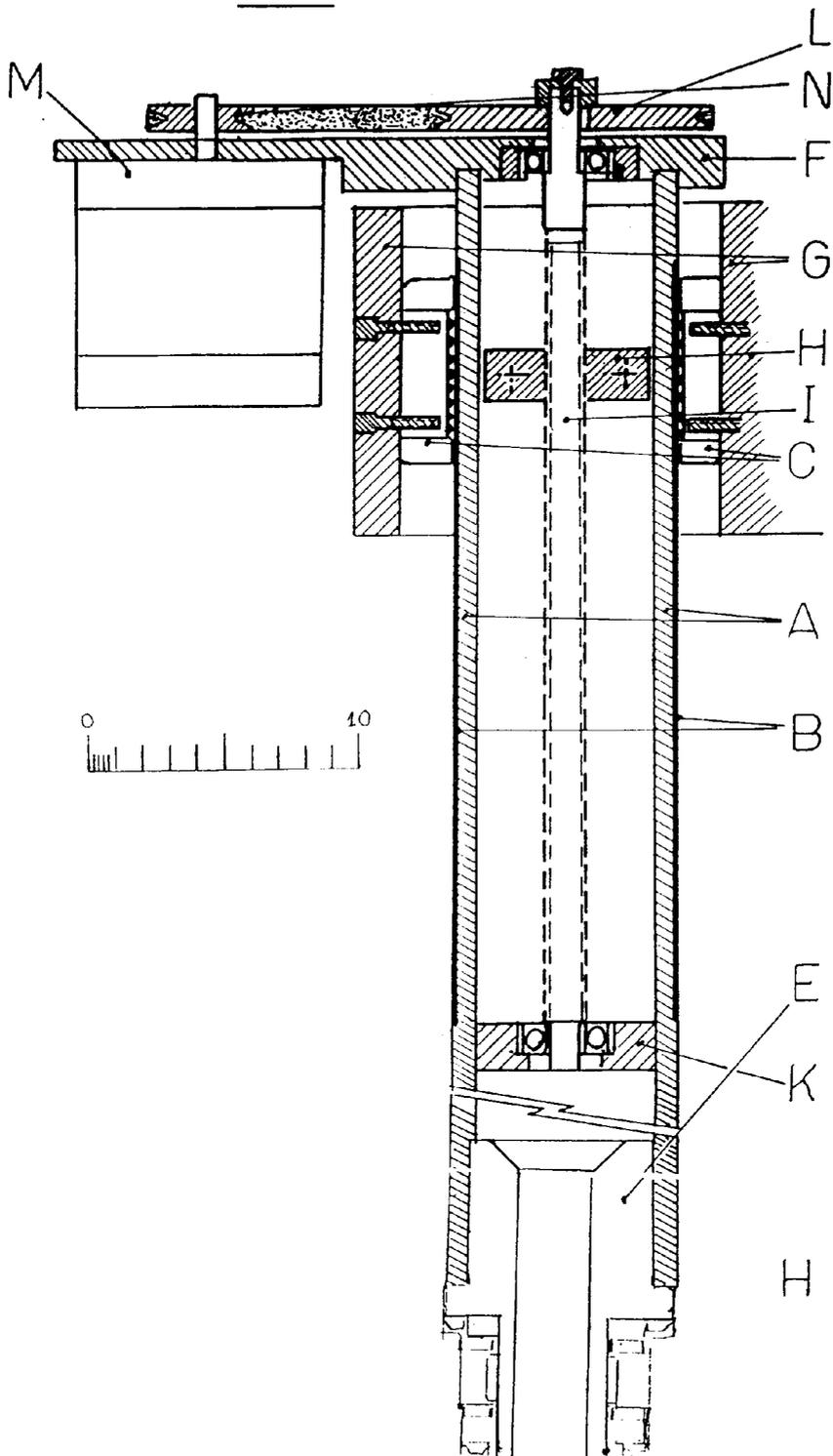


Fig.10

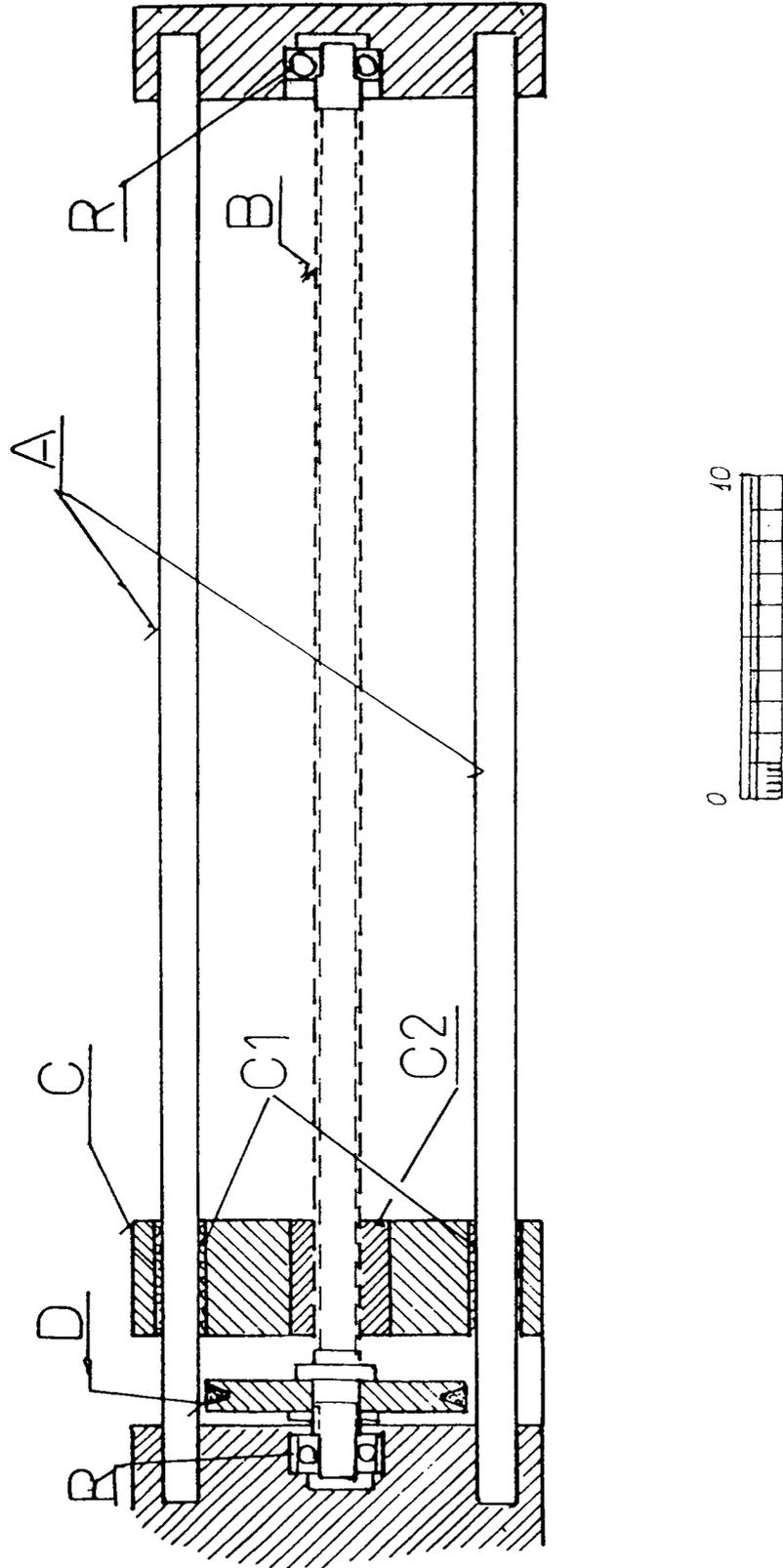


Fig. 11

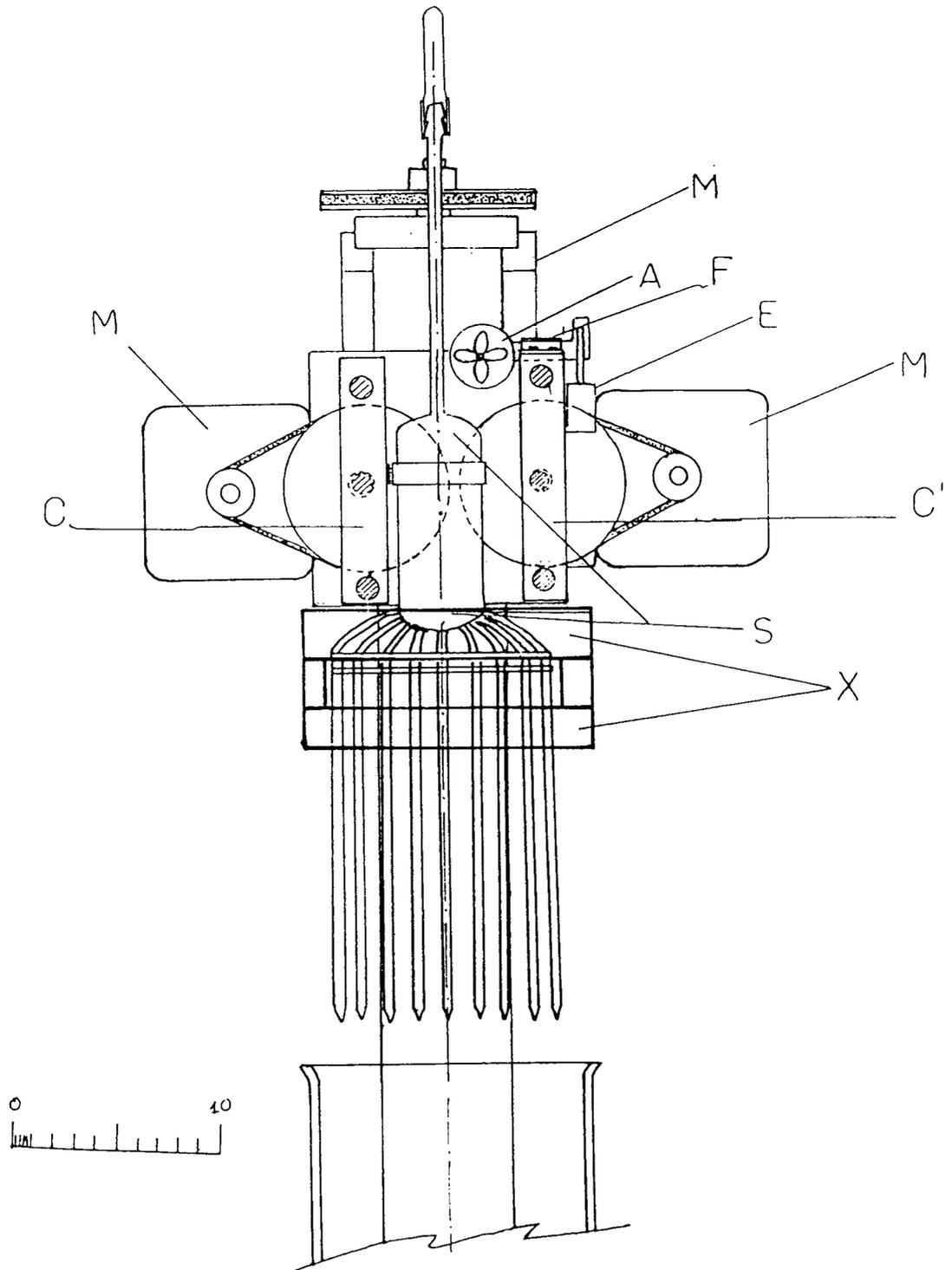


Fig. 12

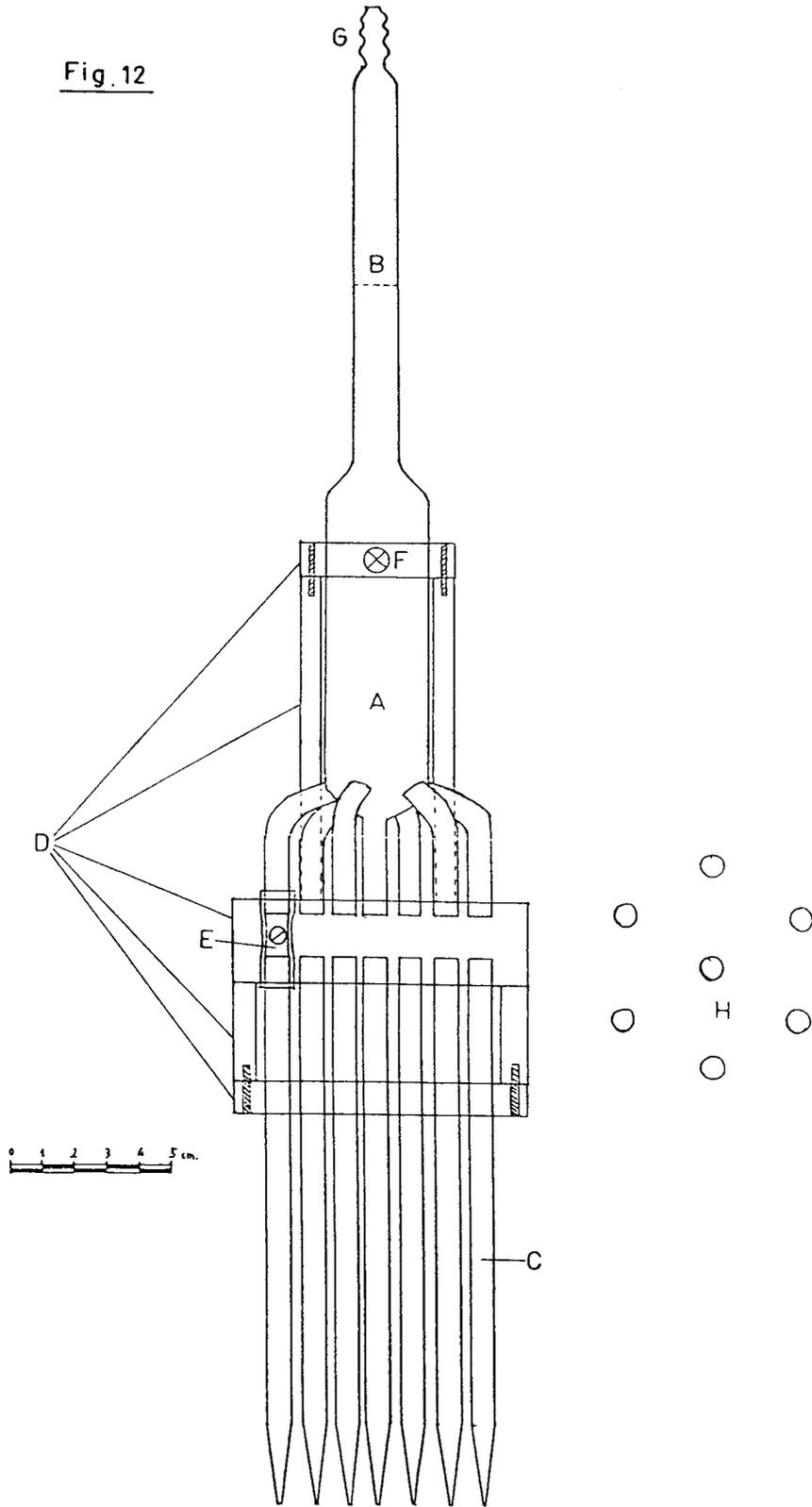
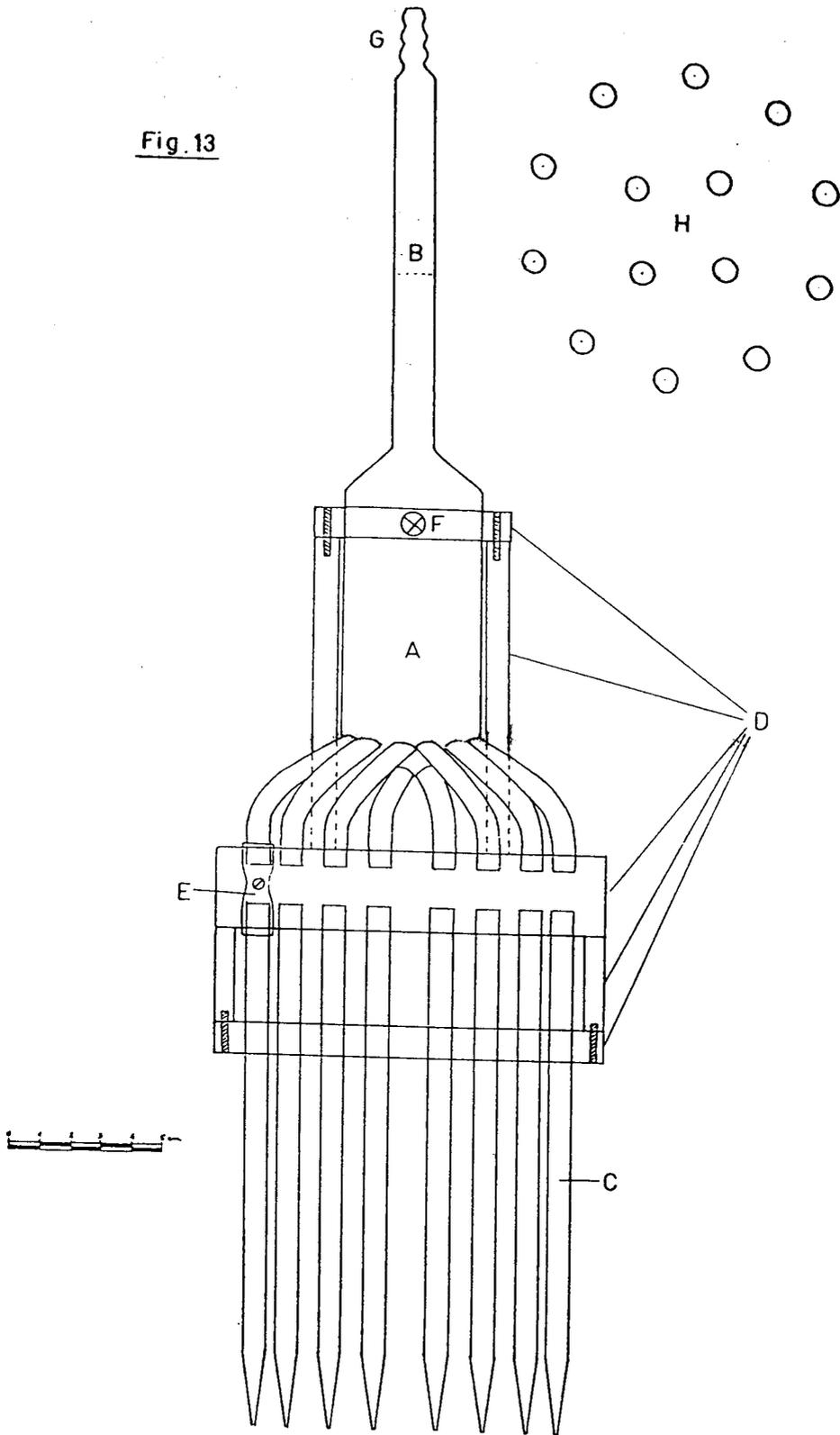


Fig. 13





INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤ Int. Cl.⁶: G01N 1/10

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
A	EP 405729 A (EXACT SCIENCE INC.) (02.01.91)	
A	US 4252020 A (EDWIN D. ONGLEY) (24.02.81)	

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones n.º:

Fecha de realización del informe
30.03.95

Examinador
M.P. Corral Martínez

Página
1/1