

308103



1965

PATENTE DE INVENCION

E 1491-3.

Memoria Descriptiva
sobre

"PERFECCIONAMIENTOS EN POROSIMETROS DE MERCURIO".

Solicitante: COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE, entidad francesa,
residente en 29, rue de la Fédération, París 15ème,
Francia.

=====

El presente invento tiene por objeto un
porosímetro destinado a la determinación del espectro
de los poros de una muestra por el método de penetra-
ción de un líquido no humectante tal como el mercurio

5. Consiste este método en eliminar el gas



contenido en los poros de la muestra por desgasificación al vacío, y después en hacer penetrar mercurio en los poros, por capilaridad, bajo el efecto de una presión creciente. Se registra el volúmen de mercurio penetrado en los poros en función de la presión. Se obtiene así una curva característica del reparto de las dimensiones de los poros de la muestra estudiada.

5. Los dispositivos utilizados para determinar el espectro de poros de una muestra con arreglo a este método comprenden generalmente una cámara en la cual se sitúa la muestra y que se comunica, por mediación de canalizaciones provistas de válvulas, por una parte a un grupo de bombeo y por otra parte a una fuente de mercurio.

10. Estos dispositivos presentan numerosos defectos. En primer lugar, las canalizaciones, al presentar recodos, se deforman bajo el efecto de presiones elevadas y alteran los resultados de las medidas. En segundo lugar, las válvulas son puntos de escapes que falsean los valores de la penetración del mercurio. Por consiguiente, estos aparatos adolecen de falta de fidelidad y precisan ajustes delicados y frecuentes realizados por un personal áltamente especializado.

15. El presente invento tiene por objeto paliar estos inconvenientes. Se refiere a un porosímetro para determinar el reparto de las dimensiones de poros de una muestra por penetración de un líquido no humec-

- 3 -
308103



- tante tal como el mercurio en los poros bajo el efecto de una presión variable, que comprende una cámara obturada por un casquete amovible y por un pistón, medios para hacer penetrar el pistón en el interior de la cámara y hacer variar el volumen de ésta, medios de introducción en dicha cámara de un líquido no humectante y medios para medir la presión de este líquido en la cámara, caracterizado por el hecho de que el citado casquete presenta por lo menos un orificio de comunicación con medios para hacer el vacío en la cámara y desgasificar una muestra situada en esta cámara, existiendo una primera junta de estanqueidad respecto al exterior que deja la cámara en comunicación con los medios para hacer el vacío para una primera posición del casquete, y una segunda junta que aísla dicho orificio de la cámara, para una segunda posición del casquete.
- 5.
- 10.
- 15.

Describiremos a continuación, con referencia a las figuras 1 y 2 adjuntas, una forma de realización particular del dispositivo según el invento, tomada a título indicativo.

20.

La figura 1 representa esquemáticamente el conjunto del porosímetro de mercurio según la invención.

La figura 2 representa el detalle del cuerpo del porosímetro.

25.

Este porosímetro comprende un cilindro vertical 1 que delimita una cámara interior en la cual penetra un pistón que determina su volumen. El reco-



rrido del pistón 2 está limitado por dos microcontactos 3 y 4 que pueden ponerse respectivamente en contacto con dos levas 5 y 6 montadas sobre el pistón 2. El cilindro 1 se apoya sobre un bastidor 7. Se halla cerrado en su parte superior por un casquete 8, que es accionado mediante una palanca de bloqueo 9. Por este casquete 8 penetra una canalización 10 de una bomba de vacío, canalización que comprende una válvula de final de llenado 11.

Un depósito de mercurio 12 comunica con el cilindro 1 por una canalización 13. El porosímetro va igualmente equipado con un manómetro registrador 14 (por ejemplo un manómetro de variación de inducción).

El pistón 2 es arrastrado por un motor 16, regulado por un inversor 17 y que acciona el pistón por intermedio de un reductor 18. La polea de entrada 19 del reductor lleva una leva 20 que acciona un conjunto contador de impulsos 21 por mediación de un microrruptor 22. De este modo, a cada impulso le corresponde un desplazamiento determinado de pistón 2, y por consiguiente una variación de volumen determinada de la cámara interna 23 del cilindro 1.

Como se ve en la figura 2, la cámara 23, de paredes gruesas, se hace más estrecha en su parte inferior para formar el alojamiento del pistón 2. Las paredes del alojamiento del pistón 2 llevan dos ramuras circulares 24 y 25, en las que se hallan dispuestas dos juntas tóricas que sirven para asegurar la estanqueidad de la cámara



23 con respecto al exterior.

Entre estas ramuras desemboca, en 26, la canalización de llegada del mercurio 13. A esta canalización corresponde, en el interior del pistón, un canal 27 que desemboca sobre la cara superior del pistón, en el interior de la cámara 23. En la fig. 2, la leva 6 se ha representado cerrando el contacto 4, que limita el recorrido posterior del pistón 2. La posición de éste corresponde entonces a la posición frente a los orificios de la canalización 13 de alimentación en mercurio y del canal 27. Inversamente, cuando el pistón 2 se desplaza hacia el interior de la cámara 23, la estanqueidad entre la canalización de llegada del mercurio 13 y la cámara 23 se realiza por la junta superior 24 tan pronto como el orificio del canal 27 rebasa esta junta.

La estanqueidad de la cámara 23 en su parte superior y su enlace con el circuito de vacío se hacen por intermedio de una cubierta 29. La cara inferior de esta cubierta presenta, por encima de la cara superior anular 28 de la pared del cilindro I, dos gargantas concéntricas destinadas a recibir unas juntas tóricas. En la garganta externa se sitúa una junta gruesa 30 de poca dureza, el tercio de cuyo grueso, aproximadamente, sobresale sobre la cara inferior de la cubierta. En la garganta interna se halla situada una junta tórica 31 de sección recta mucho menor, y de dureza más elevada.



Entre las dos gargantas desembocan los orificios 32 y 33 de canales soldados 34 y 35 perforados en la masa de la cubierta 29 y que desembocan ambos en la canalización 10 unida al circuito de vacío, la cual va soldada al casquete 29. En el plano se ha practicado la sección en el plano de los canales 34 y 35.

Al poner en servicio el porosímetro, las juntas 30 y 31 vienen a comprimirse sobre la cara superior 28 de la pared de la cámara 23, cara que, a tal efecto, se encuentra perfectamente rectificada y pulida. Se obtiene la compresión, en el momento necesario, por el casquete 8, que comprende un fileteado interior 37 que se enrosca sobre un fileteado exterior correspondiente del cilindro 1. este casquete 8 presenta un orificio 38, que deja pasar el tubo 10, y está provisto de una palanca de bloqueo 9.

Dos electrodos 39 y 40, convenientemente aislados, atraviesan la cubierta 29 y se detienen al ras de su superficie interna. Van unidos a un indicador luminoso no representado, que se enciende cuando el nivel de mercurio en la cámara 23 alcanza los dos electrodos.

El funcionamiento del aparato es el siguiente:

Después de haber colocado la muestra a estudiar 41 en la parte superior de la cámara 23, se coloca la cubierta 29 sobre el cilindro 1, y después se pone el casquete 8 en contacto con la cubierta 29, sin ajustar (podrían dejarse, incluso, algunos milímetros de dis-

308103



tancia entre la cubierta y el casquete). La cubierta 29 queda entonces simplemente apoyada sobre el cuerpo 1, por intermedio de la junta tórica 30; los orificios de bombeo 32 y 33 se hallan, pues, en comunicación con la

5. celda 23.

Puede entonces comenzar la operación de bombeo, asegurando la junta externa 30 una perfecta estanqueidad. Esta operación tiene como finalidad la desgasificación de la muestra, para permitir la ulterior penetración del mercurio por los poros de la misma. Simultáneamente, el mercurio penetra en la cámara 23, estando el pistón 2 en el punto bajo de su recorrido y el canal 27 frente al orificio de llegada del mercurio 26. El mercurio que llega por la parte inferior de la cámara 23, expulsa las burbujas de aire al subir y suprime así los riesgos de aprisionamiento de estas últimas. Se evita, por otra parte, el riesgo de introducción de burbujas de aire que existe en las instalaciones en las que la introducción de mercurio se efectúa con ayuda de una válvula de alta presión susceptible de presentar escapes.

10.

15.

20.

Cuando se alcanza el nivel de la muestra situada en lo alto de la cámara 23, el vacío es suficiente, generalmente inferior a 1 mm Hg, para que la muestra quede completamente desgasificada. Cuando el mercurio, después de haber rodeado la muestra, alcanza la superficie inferior de la cubierta 29, cierra el cir-

25.



5. cuito entre los dos electrodos 39, 40 y se enciende el indicador luminoso. Se cierra entonces la válvula 11 del circuito de vacío, después de haber comprimido completamente las juntas externa e interna 30 y 31 con ayuda de la palanca de bloqueo 9. Se asegura así la estanqueidad de la cámara 23 con respecto al circuito de bombeo.

10. Se puede entonces efectuar la experiencia de porosimetría empezando a accionar el pistón 2. Tan pronto como el orificio rebasa la junta 24, la cámara 23 queda aislada del depósito de mercurio 12 y la presión del mercurio en la cámara 23 crece.

15. Por capilaridad, el mercurio penetra en todos los poros de la muestra de una dimensión determinada que varía con la presión.

20. Así, el espectro de poros de la muestra puede caracterizarse por las variaciones del volumen de mercurio que ha penetrado en la muestra en función de la presión que reina en la cámara. Las variaciones de volumen se caracterizan por su parte por el avance del pistón 2. La curva se traza automáticamente con ayuda del manómetro registrador 14, cuyo avance va acoplado al arrastre del pistón por intermedio del contador de impulsos 21.

25.

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la prác-



- tica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una
5. solicitud de patente presentada en Francia con fecha y número siguientes: 14 de enero de 1964, nº PV.960.225, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que
10. se solicita Patente de Invención por 20 años en España sobre: "Perfeccionamientos en porosímetros de mercurio"; caracterizándose por lo siguiente:
- I.- Perfeccionamientos en Porosímetros de mercurio, caracterizados porque comprenden una cámara destinada a recibir una muestra a estudiar obturada por un
15. pistón y un casquete amovible provisto de un orificio de comunicación con medios para hacer el vacío en dicho recinto y desgasificar dicha muestra, medios de introducción de mercurio en la cámara, medios para hacer penetrar el pistón en la cámara y hacer variar el volumen de ésta y medios de estanqueidad constituidos por una
20. primera junta, por lo menos, interpuesta entre dicho orificio del casquete y el exterior de la cámara y una segunda junta que aísla la cámara de dicho orificio correspondiendo a posiciones determinadas del casquete.
- 25.

308103



14 ENE. 1965

2.- Perfeccionamientos en Porosímetros de mercurio; tal y como queda descrito substancialmente en la presente Memoria e ilustrada en los dibujos adjuntos.

5.

Esta Memoria consta de 10 hojas escritas a máquina por una sola cara.

14 ENE. 1965

Madrid,

COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE

A. GOMEZ ABEJO / MOJEN

[Handwritten signature]

ESCALA
VARIABLE



308103

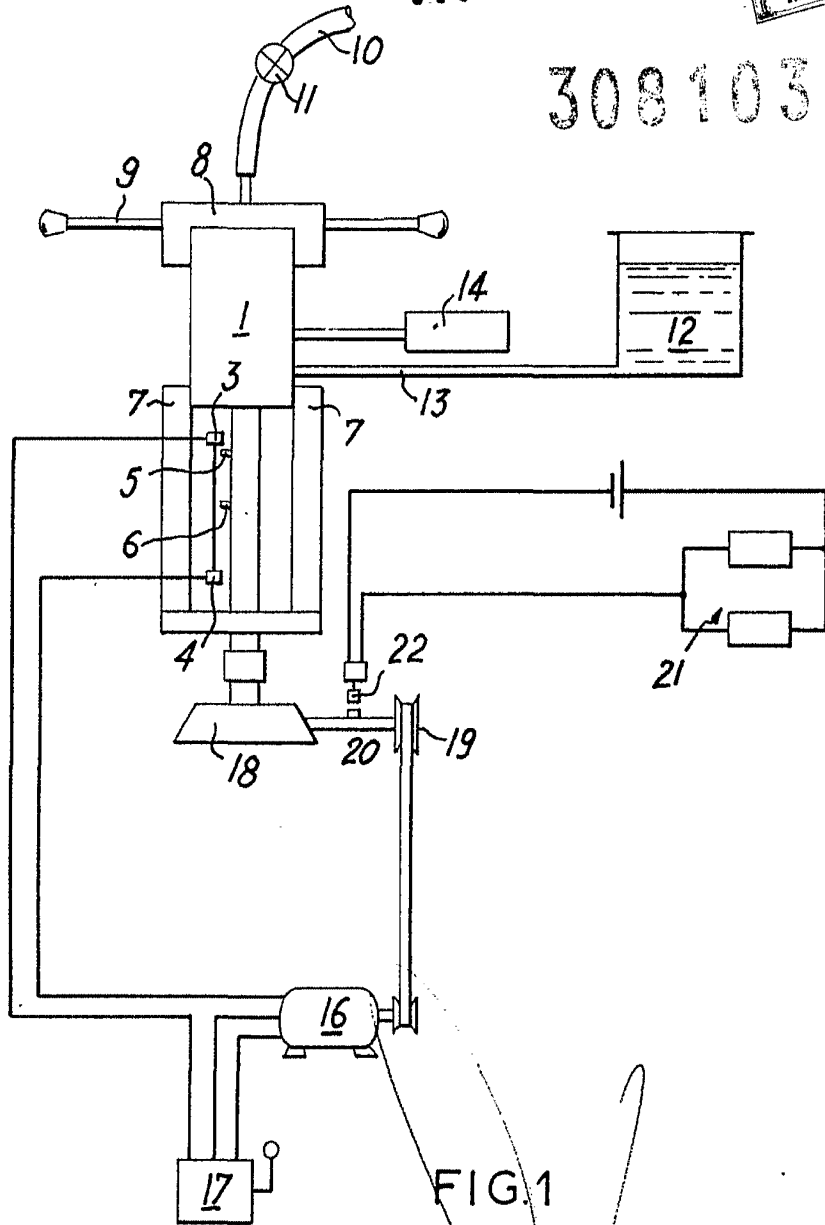


FIG. 1

Madrid, 21 FEB. 1965

J. GOMEZ GONZALEZ Y MODRÓ

ESCALA VARIABLE



302103

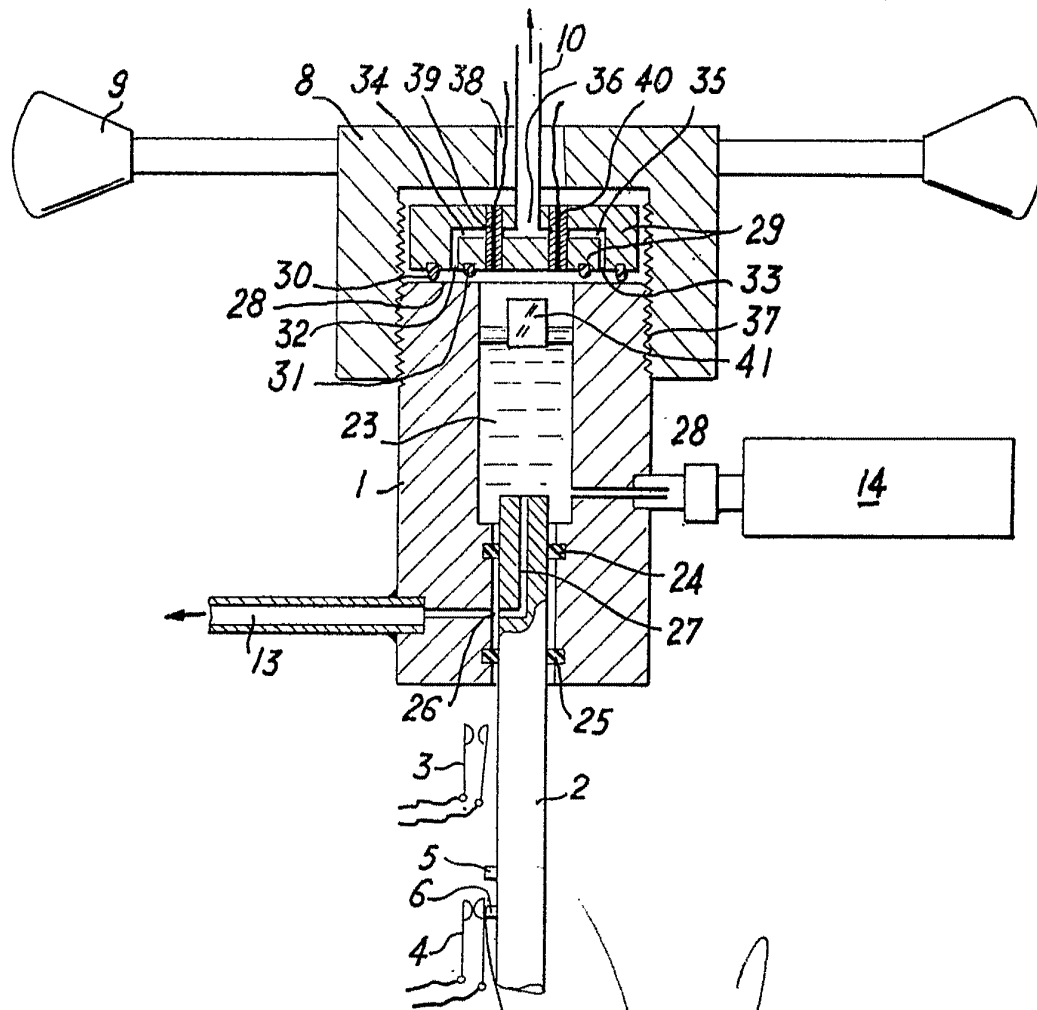


FIG. 2

Madrid 14 ENE 1955

AGUIRRE BARRIO Y MOORE