

(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



(11) Número de publicación: **1 038 154**

(21) Número de solicitud: U 9702323

(51) Int. Cl.⁶: G01N 31/22

(12)

SOLICITUD DE MODELO DE UTILIDAD

U

(22) Fecha de presentación: **08.09.97**

(43) Fecha de publicación de la solicitud: **16.05.98**

(71) Solicitante/s: **Asociación de Investigación de
las Industrias Cerámicas A.I.C.E.
Campus Universitario - Ctra. de Borriol Km. 0,7
12004 Castellón, ES**

(72) Inventor/es: **Sánchez Vilches, Enrique;
Gines Llorens, Fernando y
Llorens Mesado, Domingo**

(74) Agente: **Ungría López, Javier**

(54) Título: **Dispositivo para la determinación del contenido en carbonatos.**

ES 1 038 154 U

DESCRIPCION

Dispositivo para la determinación del contenido en carbonatos.

Objeto de la invención

La invención que nos ocupa consiste en un dispositivo para determinar el contenido en carbonatos de una muestra purulenta de forma precisa y exacta.

La invención puede ser utilizada en la industria cerámica, análisis de suelos, sedimentos y otros materiales.

Antecedentes de la invención

En el estado de la técnica es conocido el uso de dispositivos para la determinación de carbonatos en piezas cerámicas, suelos, etc., para lo que en este sentido el equipo más utilizado en la industria cerámica es el dispositivo conocido como calcímetro Bernard, debido a la sencillez de procedimiento experimental y sobre todo, a su reducido coste.

El procedimiento experimental se fundamenta en la medida del volumen de anhídrido carbónico (CO₂) desprendido al reaccionar el carbonato, que contiene la muestra analizada, con ácido clorhídrico (HCl). Así por ejemplo, cuando el carbonato es cálcico (CaCO₃) se produce la siguiente reacción:



El calcímetro Bernard consta de un erlenmeyer, en el que se introduce la muestra a determinar, y está dotado de un tapón de cierre que incluye un recipiente para el ácido clorhídrico, y una bureta en la que se mide el desplazamiento del gas desprendido.

Para el cálculo del contenido en carbonatos se utiliza la ecuación de los gases perfectos:

$$PV = nRT$$

siendo:

P la presión del gas desprendido,

V es el volumen desplazado que es $V = V_f - V_i$, donde V_f es el volumen final y V_i el volumen inicial,

n son los moles de carbonato donde, $n = mc/P_m$; siendo mc la masa total de carbonato en gramos y P_m su peso molecular en g/mol,

R es la constante de los gases perfectos siendo;

$R = 82 \text{ g ml/Mol } ^\circ\text{K}$,

T temperatura del gas en grados Kelvin.

Suponiendo que todo el carbonato es cálcico ($P_m = 100$) y $P = 1 \text{ at}$, a partir de la ecuación de los gases perfectos se obtiene que el contenido de carbonatos de la muestra es:

$$C(\%) = K \frac{V}{m}$$

siendo C el contenido en carbonatos en tanto por ciento, m la masa total de muestra ensayada en gramos y $K = 121.95/T$ una constante dependiente de la temperatura.

Este dispositivo y técnica presentan los siguientes inconvenientes:

- Dificultad para conocer con toda seguridad cuando se ha completado la reacción entre el carbonato y el ácido clorhídrico. Este hecho puede originar importantes errores de medida.

Debido a que se necesita una bureta para medir el desplazamiento CO₂, el dispositivo tiene unas dimensiones considerables, que lo hacen poco manejable.

- El dispositivo presenta un gran número de conexiones, de modo que aumenta la posibilidad de que existan escapes de gas.

- Este dispositivo no faculta registrar en modo continuo la cinética de la reacción.

En el estado de la técnica también cabe citar otro método utilizado con menor frecuencia para determinar el contenido en carbonatos de una muestra, que es la volumetría por retroceso. Este método consiste en introducir en un erlenmeyer la muestra y añadir un exceso de clorhídrico. Posteriormente, el ácido clorhídrico sobrante se valora con hidróxido sódico, utilizando fenoltaleína como indicador. Este método presenta también problemas importantes, como son la posibilidad de producirse reacciones paralelas, en las que algún compuesto diferente al carbonato reacciona con el clorhídrico, aparte de la dificultad que existe para determinar el punto exacto en el que vira el indicador.

En el estado de la técnica también cabe citar la patente de invención n° 8405150 que se refiere a un calcímetro manométrico, en la que la medida del contenido de carbonatos se determina a partir del aumento de presión que tiene lugar por la evolución del CO₂ cuando el material se ataca con un ácido fuerte, como puede ser el ácido clorhídrico, dentro de un recipiente de reacción herméticamente cerrado.

Este aparato presenta el inconveniente de que el tapón que produce el cierre hermético del recipiente cuenta con dos válvulas de silicona que han de ser perforadas con una aguja hipodérmica que está conectada a un manómetro de mercurio de forma que una vez mezclado el clorhídrico con la muestra y producirse la reacción, debe de atravesarse la válvula de silicona con la aguja hipodérmica del manómetro de mercurio, obteniéndose la media de la presión. Si esta medida es inferior a un cierto valor ha de repetirse la lectura con un manómetro de agua que igualmente ha de ser pinchado con una aguja hipodérmica a través de una válvula de silicona. Por tanto, este aparato requiere la utilización de dos manómetros, lo que por otro lado resulta aparatoso, ya que éstos son del tipo de los que están constituidos por un tubo en cuyo interior; en uno se incluye el mercurio y en otro agua.

Para obtener el contenido del carbonato, éste se calcula a partir del aumento de presión que tiene lugar en otro recipiente similar en el que se ha atacado una cantidad conocida de carbonato cálcico. Como presión de referencia se toma la que se mide en un recipiente preparado en las mismas condiciones pero sin carbonato o cargado con un material totalmente desprovisto de él. En cualquier caso las cantidades de líquido y muestra adicionados en los diferentes recipientes deben ser tales que el volumen interno libre sea el mismo, lo que igualmente complica la medida considerablemente.

Descripción de la invención

Para resolver los inconvenientes anteriormente indicados, la invención basa la obtención del con-

tenido de carbonatos de una muestra en la medida de la presión del CO₂ desprendido en la reacción que se produce al mezclar los carbonatos con el clorhídrico, tal y como se efectúa convencionalmente.

Para ello, la invención se basa en los dispositivos existentes, que cuentan con un recipiente en el que se incluye la muestra a medir, y que se cierra herméticamente mediante una tapa que está dotada en su cara inferior de un contenedor del ácido clorhídrico de modo que una vez cerrado herméticamente el recipiente con la muestra ubicada en su interior y con el clorhídrico ubicado en el contenedor, tras efectuar la inclinación del recipiente se vierte el clorhídrico mezclándose con la muestra, momento a partir del cual comienza la reacción desprendiéndose el CO₂ cuya presión se mide mediante un sensor de presión, que presenta la característica novedosa de que está previsto en un alojamiento que se comunica con el interior del recipiente a través de una conducción en la que se intercala una llave de apertura-cierre.

Otra característica novedosa de la invención, reside en el hecho de que para realizar el cálculo de la concentración de carbonato, también se mide la temperatura del interior del recipiente, ya que partiendo de la ecuación de los gases perfectos la concentración de carbonato en tanto por ciento será:

$$C = \frac{121,95}{T} \cdot \frac{V}{m}$$

donde 121,95 viene de la constante de los gases perfectos, y además se ha considerado que todo el carbonato es cálcico y que por tanto su peso molecular es 100.

Por tanto, conociendo el volumen, la masa de la muestra y la presión y temperaturas medidas, se obtiene la concentración del carbonato en tanto por ciento.

Para realizar la medida de la temperatura, en el interior del recipiente se ha previsto un sensor de temperatura cuya conexión se efectúa a través de la tapa mediante un paso estanco, estando el sensor de temperatura, al igual que el sensor de presión, conectado a un indicador digital para mostrar el valor de la medida efectuada.

Además inferiormente al recipiente se ha previsto un agitador magnético, que se complementa con la inclusión del correspondiente imán en el interior del recipiente, para acelerar la reacción del carbonato con el clorhídrico.

Tanto el sensor de presión como el de temperatura pueden estar conectados a un ordenador, con el objeto de registrar de forma continua estos parámetros, determinando la cinética de la reacción entre el carbonato y el ácido clorhídrico.

A continuación para facilitar una mejor comprensión de esta memoria descriptiva y formando parte integrante de la misma se acompaña una única figura en la que con carácter ilustrativo y no limitativo se ha representado el objeto de la invención.

Breve enunciado de las figuras

En la figura 1 y única, se muestra un esquema del dispositivo para la determinación del contenido en carbonatos de una muestra pulperenta,

según la invención.

Descripción de la forma de realización preferida

A continuación se realiza una descripción de la invención basada en la figura anteriormente comentada.

El dispositivo de la invención cuenta con un recipiente 1 que se cierra superiormente mediante una tapa 2 en cuya cara inferior se ha previsto un contenedor 3 en el que se incluye ácido clorhídrico 4.

De la tapa 2 emerge una conducción 5 en la que se intercala una llave 6 y que finaliza en un alojamiento 7 en el que se incluye un sensor de presión 8.

El sensor de presión 8 está conectado al correspondiente amplificador 9, y éste a un indicador digital 10.

Además en el interior del recipiente 1 se ha previsto un sensor de temperatura 11 que está conectado, a través de la tapa 2, a otro indicador digital 12.

Inferiormente al recipiente 1 se ha previsto un agitador magnético 13 cuya funcionalidad se complementa con el imán 14 que se incluye en el interior del recipiente 1.

De esta forma, inicialmente, tras conocer la masa de la muestra en la que se va a determinar la concentración de carbonatos, dicha muestra se introduce en el interior del recipiente 1, y se deposita el clorhídrico en el contenedor 3, efectuándose posteriormente el cierre hermético del recipiente 1 mediante la tapa 2.

Seguidamente se inclina el recipiente 1, de forma que el ácido clorhídrico 4 incluido en el contenedor 3 se vierte mezclándose con la muestra que contiene el carbonato, momento a partir del cual se produce el anhídrido carbónico, de modo que aumenta la presión interior del recipiente, de forma que para realizar la medida de presión, se realiza la apertura de la llave 6, permitiendo el paso del gas hasta el alojamiento 7 en el que se incluye el sensor de presión 8 que muestra a través del indicador digital 10 el valor de la presión que el recipiente 1 tiene en cada instante.

Mediante el agitador magnético 13 se acelera el proceso de reacción, y además a través del indicador digital 12 se obtiene el valor de la temperatura que hay en el interior del recipiente 1 en cada instante de la reacción.

De este modo, conociendo la presión y temperatura, se calcula el contenido de carbonato en tanto por ciento, mediante la ecuación indicada en el apartado de descripción de la invención.

Este cálculo igualmente puede ser efectuado a través de un ordenador que recibe los diferentes parámetros, y en el que previamente se ha introducido el valor del volumen del recipiente 1, así como el valor de la masa de la muestra de la que se desea obtener el tanto por ciento de su contenido en carbonatos, pudiendo así calcular el valor de éste utilizando la ecuación ya comentada.

Además con la conexión del ordenador a dichos sensores, aquél puede registrar la cinética de la reacción entre el carbonato y el ácido clorhídrico.

REIVINDICACIONES

1. Dispositivo para la determinación del contenido en carbonatos, del tipo de los que cuentan con un recipiente (1) que es cerrado superiormente y herméticamente por una tapa (2) en cuya cara inferior se incluye un contenedor (3) en el que se ubica ácido clorhídrico (4), de modo que tras introducir la muestra, de la que se desea obtener su contenido en carbonatos, en el recipiente (1), se vuelca éste derramándose el ácido clorhídrico y reaccionando con la muestra aumentándose la presión del recipiente por la aparición de anhídrido carbónico, de modo que a partir de la ecuación de los gases perfectos y de la medida de la presión se obtiene el contenido en carbonatos de la muestra; **caracterizándose** esencialmente porque de la tapa (2) emerge una conducción (5) en la que se intercala una llave (6) de apertura/cierre y que desemboca en un alojamiento (7) en el que se incluye el sensor de presión (8); habiéndose previsto que en el interior del recipiente (1) se incluya además un sensor de temperatura (11) para obtener el contenido de carbonato de forma rápida y eficaz en función de la presión y temperatura medida.

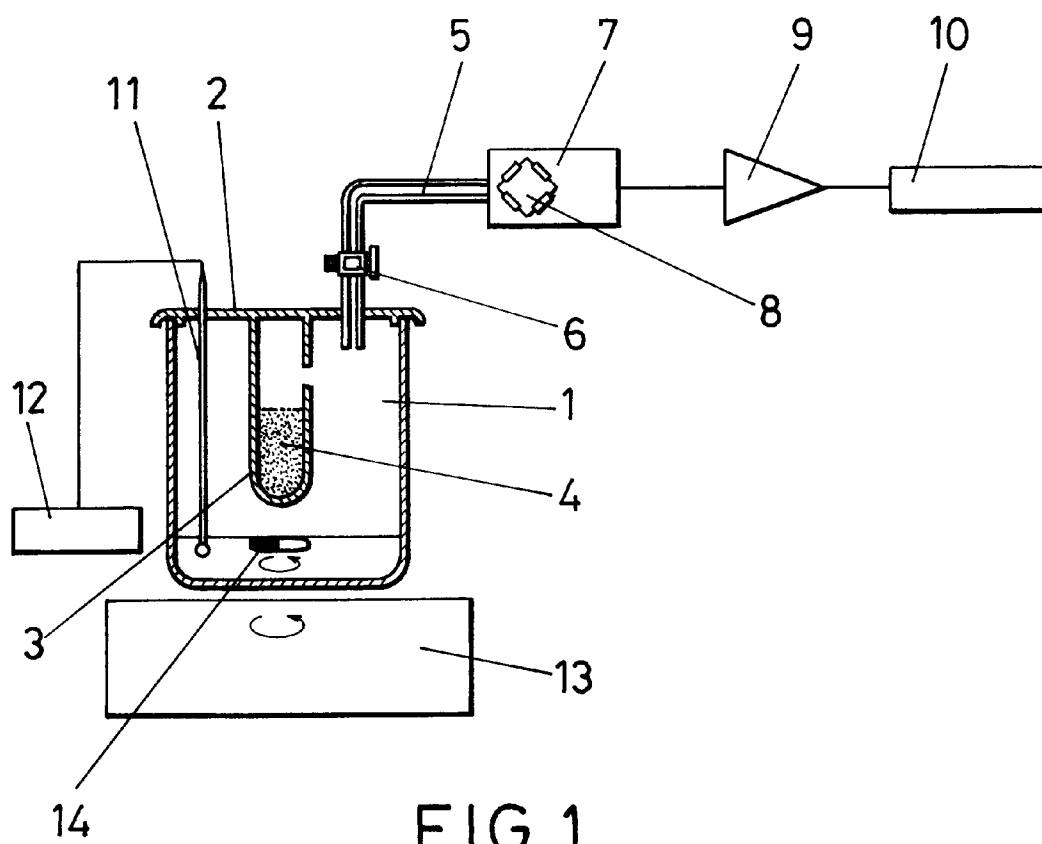
2. Dispositivo para la determinación del contenido en carbonatos, según reivindicación 1, **ca-**

racterizado porque el sensor (8) está conectado a un indicador digital (10) a través del correspondiente amplificador (11) al objeto de mostrar el valor de la presión del recipiente (1) en cada instante de la reacción, tras efectuarse la apertura de la llave (6).

3. Dispositivo para la determinación del contenido en carbonatos, según reivindicación 1, **caracterizado** porque el sensor de temperatura (11) está conectado a un indicador digital (12) en orden a mostrar el valor de la temperatura del interior del recipiente (1) en cada instante.

4. Dispositivo para la determinación del contenido en carbonatos, según reivindicación (1), **caracterizado** porque inferiormente al recipiente (1) se ha previsto un agitador magnético (13) que acelera la reacción del ácido clorhídrico (4) con la muestra, para lo que en el interior del recipiente (1) se incluye el correspondiente imán (14) cuyo giro es controlado por el agitador magnético (13).

5. Dispositivo para la determinación del contenido de carbonatos, según reivindicación 1, **caracterizado** porque tanto el sensor de presión (8) como el sensor de temperatura (11) se conectan a un ordenador en orden a determinar y registrar la cinética de la reacción entre el carbonato y el ácido clorhídrico.



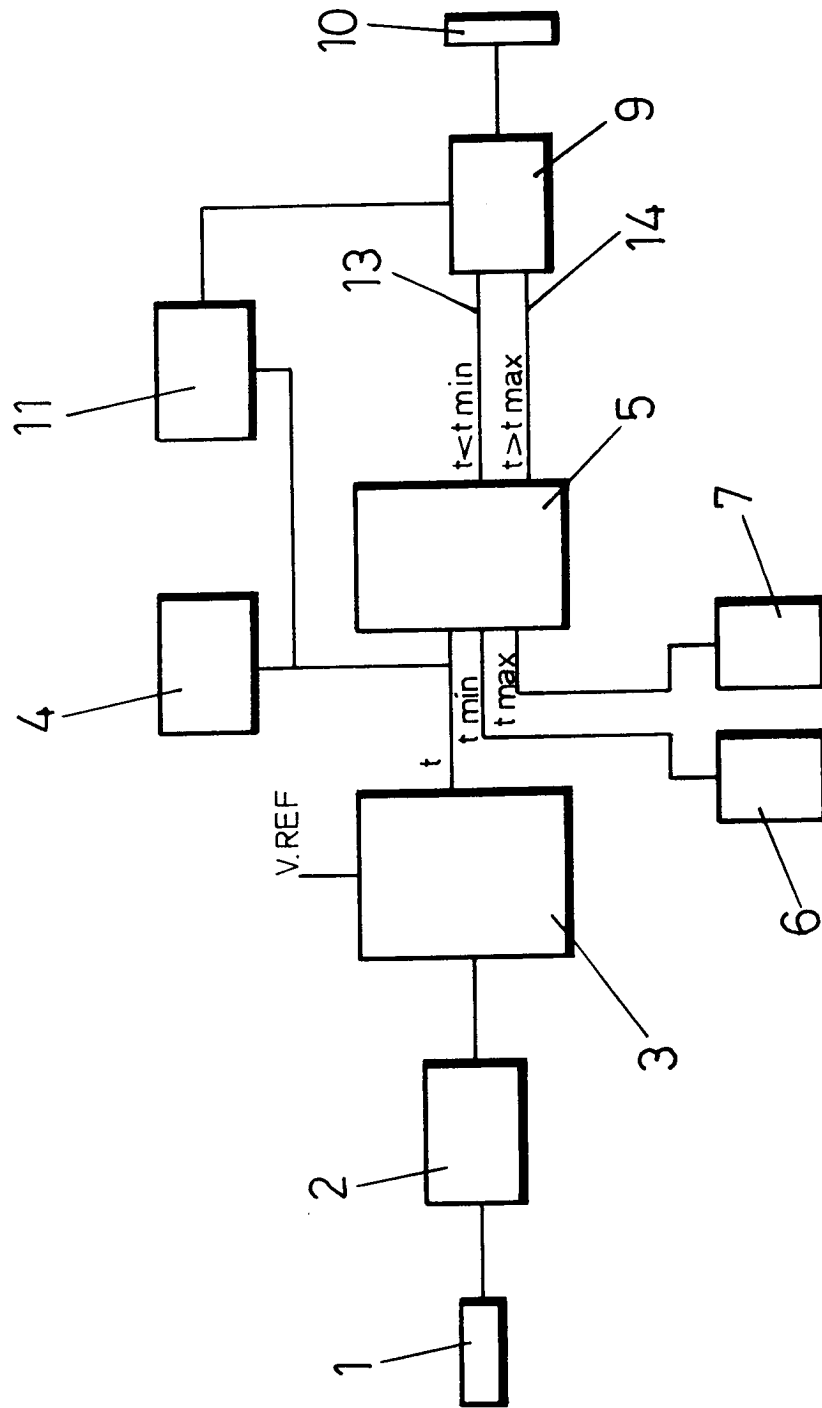


FIG. 2