(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 123 413**

(21) Número de solicitud: 9600383

(51) Int. Cl.[6]: G01N 5/02

G05D 9/00

(12) SOLICITUD DE PATENTE A1

(22) Fecha de presentación: **09.02.96**

(43) Fecha de publicación de la solicitud: **01.01.99**

(43) Fecha de publicación del folleto de la solicitud: **01.01.99**

(71) Solicitante/s: **Universidad de Cádiz, y en su nombre y representación D. Guillermo Martínez Massanet, El Rector**
C/Ancha, 16
11001 Cádiz, ES

(72) Inventor/es: **Martín Calleja, Joaquín;**
Mosquera Díaz, Mª. Jesús y
Merello Luna, Rosario

(74) Agente: **No consta**

(54) Título: **Un procedimiento para el estudio de procesos de sorción en materiales sólidos de naturaleza porosa y un aparato para su realización.**

(57) Resumen:
Un procedimiento para el estudio de procesos de sorción en materiales sólidos de naturaleza porosa y un aparato para su realización.
Metodología para registrar de manera continua la variación que experimenta el peso de una muestra, al ponerla en contacto con un medio acuoso, sin necesidad de extraerla del entorno de trabajo.
La muestra (C), se encuentra suspendida de un sistema electrónico (A) que permite la detección continua de su peso y dentro de un recipiente (G) con condiciones estabilizadas de temperatura y humedad relativa.
La muestra puede colocarse en el interior de un medio acuoso, en contacto superficial, o en un entorno determinado de temperatura y humedad ambiente, según la propiedad que se desee estudiar.
El control informático (B), permite un registro continuo de la evolución del proceso, incluso para aquellas muestras que dado su pequeño tamaño requieren un tiempo de ensayo muy corto.

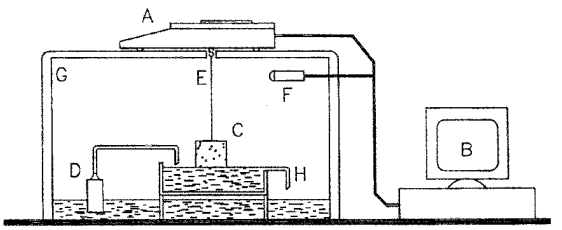

Figura 1

ES 2 123 413 A1

DESCRIPCION

Un procedimiento para el estudio de procesos de sorción acuosa en materiales sólidos de naturaleza porosa y un aparato para su realización.

Objeto de la invención

Diseño de una nueva metodología y de un montaje instrumental que permite caracterizar cualquier proceso de interpenetración entre un fluido y un sólido de naturaleza porosa, mediante la detección continua de la variación temporal del peso del material poroso. En particular, el aparato que se presenta ha sido especialmente utilizado en el estudio de diversos procesos de sorción acuosa en materiales sólidos porosos usados en construcción. Entre los procesos estudiados cabe destacar la sorción por inmersión total, la sorción por capilaridad, la sorción de vapor, y su desorción.

Antecedentes

El estudio de los procesos de interacción de sólidos porosos con disoluciones acuosas representa un factor clave en diversos campos de investigación, que abarcan desde interacciones del agua con materiales de construcción hasta problemas de estabilidad originados por la presencia de humedad en industrias químicas, farmacéuticas o alimenticias. A pesar de la importancia de estos procesos, las únicas normativas que existen, se refieren a sorciones acuosas en materiales de construcción. Esta selectividad de la normativa es explicable desde el punto de vista de la importancia que juega el agua en las alteraciones experimentadas por estos materiales, tales como la formación interna de hielo o los depósitos de sales y contaminantes por difusión, entre otros. (*Martín, A. Ensayos para caracterizar el comportamiento de los materiales pétreos frente al agua. En: Ensayos y experiencias de alteración en la conservación de obras de piedra de interés artístico. Centro de Estudios Ramón Areces, Madrid, 1990. pág 439-487*)

Según el proceso de interacción sólido-agua al que se haga referencia, existen diversas metodologías de trabajo, propuestas en la normativa vigente, las cuales, como característica general, presentan el mismo fundamento: medida de la evolución de la masa de la muestra (pérdidas o ganancias) a intervalos de tiempo prefijados, interrumpiendo el correspondiente proceso que se esté estudiando y transportando la muestra al lugar donde se efectúa la pesada. A continuación, se describen brevemente dichas normativas.

Sorción acuosa por inmersión

- *C.N.R.-I C.R. (1981). Doc Normal. 7/81, Roma.*
- *R.LL.E.M (1980). Essai n° II.1. Matérieux et Constructions, Bull. RILEM, 13(75), 194-196.*
- *A.S.T.M. (1978). Anual Book of ASTM. Standards. Norma C97-47. Parte 19.*
- *I.S.R.M (1979). Int. J. Rock Mech. and Min. Sci., 16(2), 143-156.*

Según estas normativas, se realiza una inmersión total de la muestra objeto de estudio en agua destilada, manteniéndose en dicha situación durante el intervalo de tiempo que se estime oportuno, en función de la naturaleza del material. A determinados intervalos de tiempo, se determina la masa de la muestra, después de limpiar su superficie con un paño húmedo. El ensayo se puede llevar a cabo a temperatura ambiente o en entornos térmicamente controlados.

Sorción acuosa por capilaridad

Existen dos procedimientos diferentes:

C.N.R. -I.C.R. (1983). Doc Normal: 11/82, Roma

Según este método, el ensayo se lleva a cabo en bandejas sobre las que se coloca una delgada base porosa (arenisca), situando encima un papel de filtro grueso, y después se añade agua destilada hasta el nivel del papel de filtro. Las muestras a estudiar, secadas previamente, se colocan sobre el papel de filtro, lo que provoca una sorción de agua por capilaridad. La cantidad de agua sorbida se controla por la variación de la masa de la muestra a intervalos regulares de tiempo, eliminado el exceso de agua superficial con un paño húmedo.

R.I.L.E.M (1980). Essai n° II.6. Matéricux et Constructions, Bull. RILEM, 13(75), 208-209

Según este segundo método, las muestras objeto de estudio, una vez secas, se introducen aproximadamente 2 min en un tanque con agua destilada a una temperatura aproximada de 20°C. La temperatura y el nivel de agua debe mantenerse constante durante toda la realización del ensayo. Igual que en el caso anterior, se controla la variación de la masa sorbida a intervalos regulares de tiempo, cuidando de eliminar previamente el exceso de agua adherida.

Sorción de vapor de agua: higroscopía

A.S.T.M. (1991). Anual Book of ASTM. Standards. Norma E96. Vol. 04.06

Según esta normativa, las muestras se sitúan dentro de una campana en la que se mantiene constante la temperatura y la humedad relativa. Las muestras se pesan a intervalos de tiempo prefijados. La caracterización del proceso de sorción de vapor de agua ha sido ampliamente estudiado en numerosos sólidos de naturaleza porosa. A partir de la relación establecida entre la variación del peso de la muestra y la humedad relativa a temperatura constante, se construyen las correspondientes isotermas de sorción-desorción de agua.

Desorción de agua: Evaporación

Existen dos métodos diferentes:

R.I.L.E.M. (1980). Essai n° II.5. Matéricux et Constructions, Bull. RILEM, 13(75), 204-206

Según la metodología desarrollada en esta normativa la muestra se coloca, saturada de agua, en una cámara con unas condiciones de humedad y temperatura específicas. Se determina las pérdidas, por evaporación, de agua de la muestra a intervalos de tiempo previamente fijados.

C.N.R.-I.C.R. (1989). Doc Normal: 86/52, Roma

Es una modificación del método anterior según el cual, la muestra debe someterse, previamente, a un ensayo de sorción de agua por inmersión to-

tal, cuya norma ha sido citada con anterioridad. A continuación, se sitúa la probeta en un desecador que contiene gel de sílice y cloruro de cobalto como indicador. Se determina la pérdida, por desecación, de agua de la muestra a intervalos de tiempo prefijados.

Todos los ensayos descritos se realizan de la siguiente forma: (1) El material objeto de estudio se pesa en las condiciones iniciales y se sitúa en el entorno correspondiente al estudio a realizar, (2) A intervalos de tiempo prefijados, se extrae la muestra de dicho entorno y, si es necesario, se elimina el exceso de agua con un paño húmedo y (3) Se procede a pesar la muestra extraída. Una vez obtenidos los diferentes valores de masa para cada tiempo, se construye una gráfica en la que se representa, normalmente, la variación de la masa frente a la raíz cuadrada del tiempo transcurrido. Finalmente, a partir de la gráfica obtenida, se determinan parámetros de interés como el contenido total de agua en la saturación, el tiempo de saturación, la velocidad del proceso, etc.

La aplicación de la normativa citada puede ser causa de errores asociados a la extracción de la muestra del entorno de trabajo y su transporte hasta el lugar donde se determina la masa total. Entre los principales errores que se cometen, cabe citar las pérdidas de material sólido (muestras poco consistentes), las variaciones de cantidad agua sorbida (evaporaciones, hidrataciones, etc.), contaminación general del sistema (ensuciamiento en la manipulación, etc.). Además, la realización de esta metodología implica un laborioso proceso para la obtención de cada dato por lo que, a lo largo de cada experiencia, sólo es posible la obtención de un número reducido de datos y en el caso de procesos de sorción muy rápidos, los errores pueden ser sustanciosos.

Explicación de la invención

La presente invención es el desarrollo de un nuevo procedimiento para el estudio de procesos de interacción no reactiva entre materiales sólidos de naturaleza porosa con sustancias en estado liquido. Básicamente, el concepto fundamental utilizado es la detección de la evolución del peso de la muestra sin su extracción del entorno de trabajo, lo cual permite un control eficaz, exhaustivo y continuado de todo el proceso. Es decir, que en contraposición con los métodos clásicos, en ningún instante es necesario retirar la muestra del entorno experimental en el que se ha situado, tanto en los casos en los que se encuentra en contacto directo con el medio fluido como en los que, simplemente, se encuentra en contacto con su vapor.

La metodología a seguir es idéntica para el estudio de las diferentes propiedades anteriormente relatadas y únicamente, se presentan pequeñas variaciones en función de la propiedad que se desea estudiar. El método se basa esencialmente en un registro permanente de la variación del peso de la muestra cuando ésta se encuentra suspendida de un sistema electrónico que permita la detección de dicho peso. La informatización del sistema facilita el control continuado de las evoluciones que ocurran durante todo el proceso de medición y permite, al mismo tiempo, un almacenamiento de la información obtenida para su posterior tratamiento matemático.

De acuerdo con lo expresado anteriormente, en el caso del ensayo de sorción acuosa por inmersión, la muestra se suspenderá de la balanza de forma que quede inmersa en el interior del medio acuoso, mientras que, para el estudio de la cantidad de agua sorbida por capilaridad, la muestra ha de suspenderse de forma que quede en contacto superficial con el líquido. Finalmente, cuando queremos estudiar la sorción o desorción de vapor de agua, sólo es preciso mantener la muestra suspendida en el entorno ambiental que sea adecuado para la realización del ensayo.

En estas condiciones, podemos mantener un registro continuo de la evolución del proceso a estudiar, incluso para el caso de muestras que, dado su pequeño tamaño, el tiempo que transcurre desde el comienzo del experimento hasta su finalización es tan corto que, si se emplease la metodología tradicional, escasamente podríamos tomar algún dato.

Descripción de la invención

El objetivo del sistema que se describe a continuación, es el estudio de los diferentes procesos de sorción de un líquido por cualquier tipo de material sólido poroso. El estudio de la evolución del proceso se realizará por seguimiento de la variación de la masa de fluido sorbida en función del tiempo transcurrido desde el inicio del experimento. Fundamentalmente, el método diseñado se orienta al estudio del proceso de sorción acuosa y permite la caracterización de la evolución del peso de la muestra en contacto con un medio acuoso, tanto en fase líquida como gaseosa.

De los distintos procesos que pueden estudiarse, el de sorción por capilaridad es el que precisa de una metodología más compleja para su caracterización, por lo que será éste el que se tome como referencia para el desarrollo de la explicación. Fundamentalmente, siempre partiremos de una situación previa idéntica que es la disponibilidad de un entorno medio-ambiental del cual podremos conocer sus propiedades de temperatura y humedad relativa. En dicho entorno, se encuentra una balanza de precisión situada sobre un soporte, encima de un recipiente que contendrá el agua con el que va a interaccionar la muestra a estudiar. Al inicio de la experiencia, la muestra suspendida de la balanza se pone en contacto con la superficie del agua del recipiente. Este contacto ha de ser estable y, por lo tanto, no sometido a alteraciones de nivel de inmersión de la muestra en el agua.

El sistema consta esencialmente de las siguientes partes (ver Figura 1):

a.- *Sistema de pesada*

De acuerdo con lo indicado en la explicación de la 'invención, se emplea una balanza que permita pesar muestras por suspensión. En el caso de que se pretenda informatizar la toma de datos, la balanza que se use debe permitir su comunicación con un ordenador el cual se encargará del registro de datos. La precisión que debe poseer el sistema de pesada debe de ser tal que, en ningún caso, sea inferior a 1/1024 del valor de sorción máxima para ese material. Habitualmente, se empleará

un soporte que permita colocar la muestra suspendida de la balanza, siendo fundamental que este soporte sea suficientemente inelástico como para que la muestra permanezca siempre a una altura constante.

b.- *Sistema de control del nivel de agua*

En esta parte del sistema, hemos de distinguir claramente qué tipo de estudio vamos a realizar ya que, dependiendo de cual sea éste, las condiciones de estabilidad del nivel de agua serán diferentes. Así, distinguiremos de mayor a menor rigurosidad:

Sorción acuosa por capilaridad

Para la realización de estos ensayos, es fundamental un perfecto control del nivel de agua, ya que las posiciones relativas de la superficie acuosa y la superficie de la muestra (que deben estar en contacto) deben permanecer invariables durante todo el tiempo que dure el proceso. La razón de este rigor es el de minimizar los errores derivados de los efectos de flotabilidad y tensión superficial.

Sorción y desorción de vapor de agua

En estos casos, la muestra no precisa su contacto con un medio acuoso. Sin embargo, estos ensayos deben realizarse en condiciones estrictas de conocimiento de la humedad relativa y la temperatura ambiente.

Sorción acuosa por inmersión total

Para realización de este tipo de ensayo no existe ninguna restricción importante respecto al nivel del agua en la cual se produce la inmersión, pero es conveniente un buen conocimiento de la temperatura a la que se realiza la experiencia.

Tal y como se ha indicado, las condiciones geométricas en el posicionamiento de la muestra y el agua, en los estudios de sorción capilar, son más estrictas En este caso, la muestra suspendida de la balanza debe ponerse en un contacto somero con la superficie acuosa, siendo necesario que, a fin de minimizar los efectos de empuje o tensión superficial, la estabilidad del contacto probeta-agua sea perfecta durante todo el tiempo que dura el ensayo. Por tanto, hay que conseguir que la probeta se mantenga en una posición estable y que el nivel de agua permanezca constante.

Para llevar a cabo este control se ha diseñado un método estacionario de recirculación de agua, que genere escasas turbulencias, por medio de una técnica de alimentación-desagüe (ver Figura 2). El sistema consta de un recipiente, con un desagüe en forma de "V", alimentado constantemente por una bomba eléctrica de inmersión. Para conseguir que la bomba funcione sin fluctuaciones, se conecta a un generador eléctrico de alta estabilidad, de forma que proporcione un caudal aproximado de 0.3 litros por minuto. Además, el hecho de que el recipiente tenga un desagüe en forma de "V", permite que aunque varíe levemente el caudal de agua aportado por la bomba, el nivel de agua en el recipiente permanezca estable. En estas condiciones y en ausencia de factores externos que alteren el sistema, a igual caudal de alimentación le corresponde siempre una altura estable del nivel de la superficie acuosa.

Como ventaja adicional al diseño y en el caso de que el agua bombeada al recipiente se mantenga en circuito cerrado, ésta puede usarse para controlar, a lo largo de la duración de la experiencia, los valores de variables químico-físicas como: pH, conductividad, turbidez, concentración de sales..., a fin de relacionar dichas variables con alteraciones químicas producidas en la muestra como son disoluciones, reprecipitaciones, contaminaciones, etc.

c.- *Sistema de registro de datos*

Un sistema informático se encarga de controlar el registro de datos. En el diseño más básico basta con tomar datos de variación de masa, pero si el sistema es suficientemente completo es factible tomar datos isotemporales de masa, temperatura, humedad ambiente, pH, conductividad, turbidez, etc. Normalmente, no se requieren frecuencias de muestreo más rápidas de un dato cada segundo pero es factible un aumento sustancial de esta frecuencia en la toma de datos.

El conjunto de valores medidos por el sistema a lo largo de una experiencia podrá ser analizado y tratado por cualquier método informático de los existentes en el mercado.

d.- *Sistema de medición de parámetros ambientales*

Tal y como hemos visto, para la realización de cualquiera de las experiencias descritas, es aconsejable conocer la temperatura y la humedad relativa del ambiente. En el caso de pretender mantener relativamente estables los valores ambientales de humedad relativa y temperatura, el sistema probeta-agua debe permanecer en un receptáculo con aislamiento térmico, el cual si es suficientemente pequeño, mantendrá de por sí, estables ambos parámetros.

Comparación del método propuesto con la Normativa tradicional

Todas las Normas Estandarizadas, anteriormente descritas, presentan siempre un procedimiento de ensayo común: el material objeto de estudio se pone en contacto con la fase acuosa de referencia. A intervalos de tiempo, se retira la muestra de su ubicación y se seca con un paño húmedo para eliminar el exceso de agua adherida. A continuación se determina, con una balanza la variación de masa debida al agua sorbida. Posteriormente, se vuelva a colocar en la ubicación original hasta que transcurra el tiempo necesario para la realización de la siguiente medida. De este procedimiento cabe deducir los siguientes inconvenientes:

a.- Para realizar la toma de datos es necesario separar la muestra del contacto con el medio acuoso, y transportarla hasta el lugar de pesada.

b.- No es posible desarrollar un registro continuo de la variación en peso de las muestra.

c.- La mediciones deben estar lo suficientemente espaciadas en el tiempo como para que, el tiempo necesario para la toma de cada dato, sea despreciable respecto al tiempo de contacto con el agua. Normalmente, no es posible realizar un muestreo con intervalos inferiores a 2 minutos.

d.- Al eliminar el agua superficial adherida con un paño húmedo, estamos generando un

nuevo sistema muestra-paño. Si este paño está poco humedecido se transforma en un sistema fuertemente absorbente, secando en exceso la muestra, por el contrario, si está demasiado húmedo puede transferir agua a la muestra.

e.- El agua sorbida por las muestras no se repone de forma continuada en el recipiente de trabajo. En el caso de trabajar simultáneamente con varias muestras, no es posible asegurar un nivel constante entre las muestras y la superficie acuosa.

f.- La escasez de datos obtenidos, tan solo permite burdos ajustes lineales entre la cantidad de agua sorbida y el tiempo transcurrido.

g.- En función de las limitaciones del sistema referentes a la secuencia de toma de datos, estamos condicionados a que, la relación superficie/volumen de las muestras ensayadas, se sitúe entre 1 y 2 cm-1.

En nuestro sistema:

a.- Es posible efectuar la toma de datos de forma instantánea al mismo tiempo que se produce el proceso de interacción sólido-agua.

b.- El registro de datos es continuo. La única limitación de intervalo de tiempo la pone las características de la propia balanza.

c.- No es necesario eliminar el exceso de agua con un paño húmedo, desapareciendo, en consecuencia, todos los posibles errores que este método origina.

d.- La existencia de un circuito de alimentación-desagüe del recipiente que contiene el agua permite mantener su nivel estabilizado, minimizando las variaciones por fenómenos de empuje o tensión superficial.

e.- Se obtiene un número elevado de datos lo cual permite eliminar errores aleatorios y realizar ajustes a diferentes funciones matemáticas complejas. Además, es posible el estudio de las evoluciones que pueden ocurrir en espacios de tiempo muy cortos que, de otra forma, no sería posible detectar.

f.- El registro de datos es continuo y se realiza en intervalos de tiempo suficientemente cortos que permite eliminar todo tipo de limitaciones sobre dimensiones de las muestras ensayadas.

Manera de realizar la invención

Instrumentación necesaria

Para la descripción del proceso a seguir es preciso disponer de la infraestructura física definida en el apartado anterior como descripción de la invención. En esencia el material necesario es el siguiente:

Una balanza que permita el pesaje de muestras por suspensión y que proporcione una lectura continua del valor medido. Si el sistema es electrónico y tiene algún tipo de salida, bien analógica o bien digital, los valores obtenidos podrán ser detectados por un sistema informático conectado a la balanza.

Un entorno aislado térmicamente que permita realizar la experiencia en condiciones estabilizadas de temperatura y humedad relativa. En el caso de disponer de los sensores apropiados, los valores de humedad relativa y temperatura podrán ser leídos de forma continuada por el sistema informático.

En el caso específico de la determinación de la sorción por capilaridad, se deberá disponer de un sistema para mantener estabilizado el nivel de agua en un recipiente, independientemente de la cantidad de agua que sea sorbida por la muestra.

Disponer de una cantidad de muestra a estudiar tal que, la probeta que se fabrique, posea las dimensiones adecuadas para que el proceso a realizar permita la medición de un mínimo de 20 datos. Tal y como hemos indicado, en condiciones normales, es suficiente con un tiempo de muestreo de 1 dato por segundo. De acuerdo con este condicionamiento, la estabilización no debe producirse antes de 30 segundos. No obstante, este tiempo puede ser reducido ampliamente con el empleo de sistemas más sofisticados de toma de datos, como son ordenadores más rápidos con tarjetas conversoras de señal analógico-digitales. Así mismo, es recomendable que la probeta de trabajo tenga una morfología regular de tipo cilíndrico o prismático.

Modo de llevar a cabo la experiencia

En primer lugar, hemos de conseguir que todos los componentes, relacionados directamente con el proceso de sorción, estén situados dentro la cámara de muestras que deberá estar aislada térmicamente y con una humedad relativa conocida. Esencialmente, los componentes que siempre deberán estar en el interior de dicha cámara de muestras serán la propia muestra que vayamos a estudiar y la fase acuosa con la que deba estar en contacto. Una campana de ensayos, con aislamiento térmico, que permita situar en su interior las partes esenciales del sistema, es suficiente para la consecución del entorno indicado.

La muestra a estudiar, que deberá estar situada en el interior de la cámara de muestras, se suspende del sistema de pesaje que, por lo general, será una balanza (electrónica o no) con capacidad de medición por suspensión. Como la metodología va destinada al estudio de la sorción acuosa de materiales porosos, dependiendo del tipo de estudio que se quiera realizar las condiciones iniciales de la muestra y la fase acuosa serán diferentes, distinguiendo los siguientes casos:

a.- *Situaciones en las que se parte de una muestra porosa seca*

Para el caso de determinación de agua sorbida por inmersión, se sumerge la muestra en un recipiente con agua destilada.

En el caso de la medición de agua sorbida por capilaridad, la muestra suspendida debe ponerse en contacto somero con la superficie del agua con-

tenida en un recipiente.

Para el caso de medición de la capacidad de sorción de vapor, la muestra suspendida simplemente permanece en el medio ambiente con una humedad relativa conocida.

b.- *Situaciones en las que se parte de una muestra porosa húmeda*

Para el caso del estudio de la evaporación del agua contenida, la muestra suspendida simplemente permanece en el medio ambiente con una humedad relativa conocida.

Procedimiento específico para el estudio de la sorción de agua por capilaridad

Cuando el ensayo que se va a realizar es de sorción acuosa por capilaridad, algunas disposiciones geométricas del sistema muestra-fase acuosa deben de estar controladas estrictamente, siendo su control menos estricto en los otros tipos de ensayo. En primer lugar, hay que conseguir que la superficie de la muestra, que va a estar en contacto con el agua, se mantenga horizontal. También, debe asegurarse que el elemento con el que se suspende la muestra no debe influir en la experiencia. Ambos objetivos pueden lograrse sujetando la muestra con un fino filamento que sea resistente, de bajo coeficiente de elongación y no poroso, como por ejemplo, un alambre de cobre de 0.1 mm.

Una vez suspendida la muestra, el proceso de sorción comenzará cuando ésta se ponga en contacto superficial con la fase acuosa. Para conseguir dicho contacto, normalmente se pueden seguir dos caminos diferentes, (a) se puede desplazar la muestra, junto con el sistema de pesaje hasta que se produzca el contacto con la superficie del agua y (b) se puede subir el nivel de agua hasta que se produzca el contacto con la muestra. Este último sistema es mucho más fiable ya que la elevación de la superficie acuosa puede realizarse muy suavemente, mediante el llenado, con un sistema de bombeo, del recipiente que contendrá el agua. En este caso, el nivel máximo de llenado debe estar previamente tarado en función de la intensidad de bombeo.

Un sencillo sistema de tarado consiste en bombear agua al recipiente de contacto desde un recipiente externo, mediante una bomba de inmersión con regulación de caudal en función de la tensión de alimentación. El recipiente de contacto mantendrá un nivel estable de la superficie acuosa cuando se alcance un régimen de estabilidad entre el caudal de agua de llenado y el caudal desaguado. Con el fin de minimizar las fluctuaciones de nivel, el desagüe del recipiente se efectuará por un corte en la pared lateral en forma de V.

Una vez suspendida la muestra y antes de ponerla en contacto con la superficie del agua, se está en situación de comenzar la experiencia, registrando el valor de peso suministrado por la balanza con el sistema informático. Este valor deberá se estable. Al ascender el nivel de agua hasta el valor prefijado, se genera el contacto muestra-agua, lo que provoca una alteración en el peso detectado por la balanza y el sistema informático. A partir de este momento, la muestra comienza a sorber agua a través de sus poros generándose, de esta forma, un aumento continuado de su peso. La determinación de la variación del peso en función del tiempo transcurrido constituye la información básica buscada.

Si se desea, con el fin de eliminar datos irrelevantes, el programa informático que controla el proceso, puede comenzar a almacenar datos válidos a partir de cualquier evento que se considere oportuno como podría ser la primera alteración que experimente el peso de la muestra al producirse el contacto muestra-agua.

Como se ha indicado anteriormente, salvo para casos de sorciones muy rápidas, el intervalo de tiempo de muestreo no es necesario que sea más rápido de un dato por segundo. Los datos adquiridos son almacenados en un fichero por cualquiera de los posibles métodos de almacenamiento que disponga el ordenador. Si se desea, paralelamente a dicho almacenamiento, el programa puede dibujar un gráfico que represente la cantidad de agua sorbida frente al tiempo total transcurrido. Una vez finalizado el ensayo, los datos almacenados pueden ser sometidos al tratamiento gráfico y matemático más conveniente.

Otros tipos de estudio de sorción acuosa

Para la realización de otros estudios de sorción acuosa diferente de la sorción por capilaridad, el control geométrico de la posición de la muestra y de la superficie acuosa es mucho menos estricto, bastando la inmersión de la muestra en un recipiente con agua o la simple presencia en un medio con humedad relativa conocida. En estos casos, la metodología de procedimiento a emplear es idéntica a la anteriormente citada salvo aquellas parte que hacen referencia al procedimiento de puesta en contacto entre la muestra y la superficie acuosa.

Breve descripción de las figuras

Figura 1.- Esquema general de la instrumentación utilizada para lleva a cabo la metodología propuesta en la presente patente. El sistema consta de las siguiente partes:

- A.- Sistema de pesada basado en una balanza con salida digital de datos y capacidad para pesar por suspensión.
- B.- Sistema informático de captación de información y tratamiento de la misma.
- C.- Muestra a estudiar
- D.- Sistema de alimentación de agua consistente en una bomba eléctrica de inmersión.
- E.- Hilo inelástico para la suspensión de la muestra hasta el contacto con el agua.
- F.- Sistema de medición de humedad relativa y temperatura ambientes.
- G.- Cámara aislada de realización de la experiencia.
- H.- Desagüe, del recipiente de contacto muestra agua, para funcionamiento en circuito cerrado.

Figura 2.- Esquema del recipiente donde se genera el contacto muestra-agua, que consta de los siguientes elementos:

R.-Recipiente donde se produce el contacto

I.- Entrada inferior de agua al recipiente de contacto.

S.- Sistema de desagüe en forma de “V”.

N.-Nivel máximo alcanzable por el agua en función del caudal de entrada y salida.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para el estudio de procesos de sorción-desorción acuosa en materiales sólidos de naturaleza porosa y un aparato para su realización, **caracterizado** porque dicho procedimiento permite realizar un control continuado y exhaustivo de todo el proceso, sin necesidad de retirar la muestra de su entorno, ni de variar la geometría del sistema, posibilitando el estudio de muestras con tiempos muy cortos para la finalización del proceso como son las muestras muy pequeñas o de gran capacidad de sorción.

2. El aparato citado en la reivindicación 1, consiste en un receptáculo aislado, **caracterizado** porque permite mantener en su interior un ambiente estable de humedad y temperatura, y en el cual pueden disponerse los elementos descritos en las reivindicaciones 3, 4 y 5.

3. Aparato, según la reivindicación 2, **caracterizado** porque permite pesar muestras por suspensión, por medio de una balanza electrónica con capacidad de comunicarse con un ordenador, u otro tipo de registro de información.

4. Aparato, según la reivindicación 2, **caracterizado** porque está dotado de un sistema inelástico para suspender la muestra a estudiar, de la balanza descrita en la reivindicación 3, y que permite regular la nivelación de la muestra.

5. Procedimiento, según la reivindicación 1, **caracterizado** porque está dotado de un sistema informático, externo al receptáculo, descrito en la reivindicación 2, capaz de recoger la información suministrada por la balanza, descrita en la reivindicación 3, permitiendo el tratamiento de la información obtenida a lo largo de un ensayo.

6. Procedimiento, según la reivindicación 1, aplicable al estudio de sorción de agua por inmersión.

7. Procedimiento, según la reivindicación 1, aplicable al estudio de sorción de agua por capilaridad.

8. Procedimiento, según la Revindicación l, aplicable al estudio de sorción de vapor agua.

9. Procedimiento, según la Revindicación 1, aplicable al estudio de desorción de agua.

10. Procedimiento, según la reivindicación 7, **caracterizado** porque se utilizará un recipiente con agua, de forma que pueda controlarse a voluntad la altura del nivel de agua, y que la superficie acuosa pueda contactar con la muestra a estudiar, de forma que ésta se ponga en contacto con la superficie acuosa, mediante la elevación del nivel de agua, hasta que se produzca el contacto, basado en un circuito de alimentación-desagüe, de manera que para un caudal estable de alimentación, le corresponda un nivel estable de llenado.

11. Procedimiento, según la reivindicación 10, **caracterizado** porque una bomba alimentada eléctricamente, proporciona un caudal de agua constante, en función de la tensión de alimentación.

12. Procedimiento, según la reivindicación 10, **caracterizado** porque el control del nivel del agua contenida en dicho recipiente se consigue por medio del caudal proporcionado por la bomba descrita en la reivindicación 11, y por su sistema de desagüe que se describe en la reivindicación 13.

13. Procedimiento, según la reivindicación 10, **caracterizado** porque el recipiente utiliza un desagüe en forma de V, de manera que el caudal desaguado sigue una ley cuadrática respecto a la altura del agua en el recipiente.

14. Procedimiento, según la reivindicación 10, **caracterizado** porque la conducción de agua desaguada se realiza de forma tal que, en unión de la bomba descrita en la reivindicación 11, conforma un circuito cerrado de alimentación, que permite controlar los valores de variables químico-físicas de la muestra, como consecuencia de la recirculación constante del agua utilizada en la realización del ensayo.

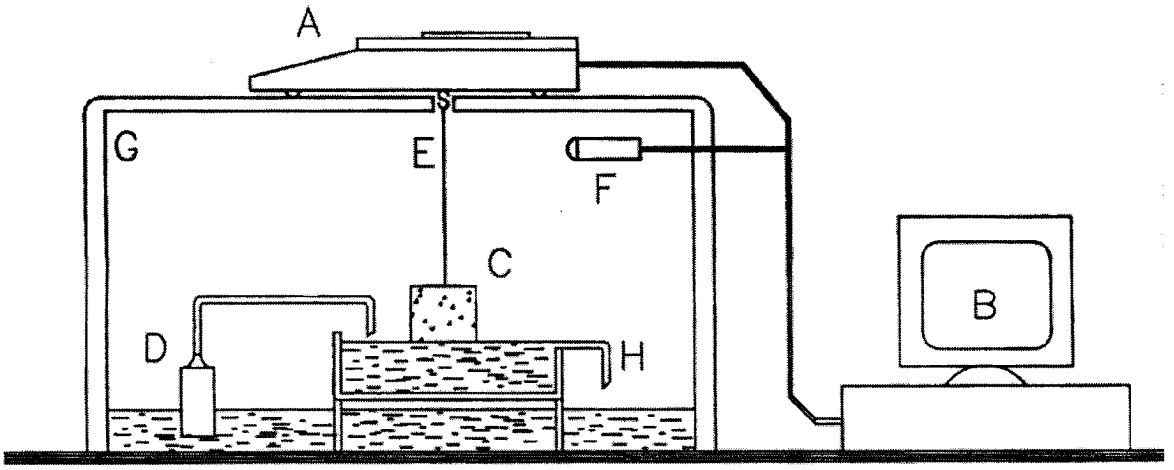

Figura 1

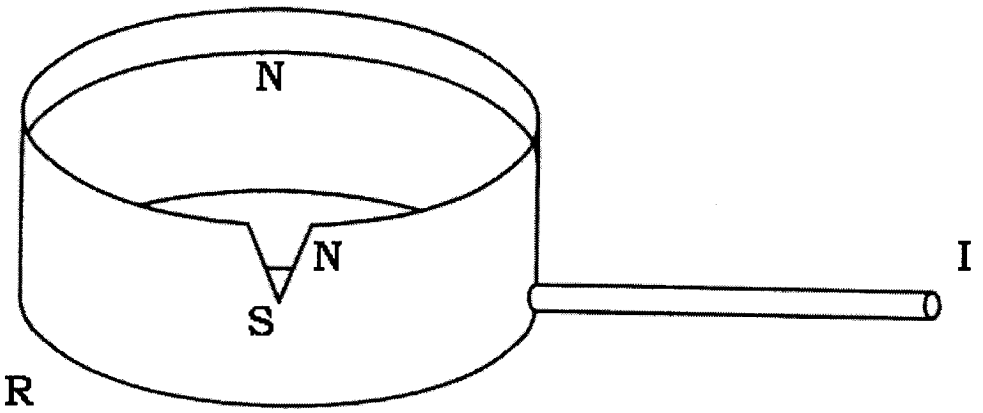

Figura 2

OFICINA ESPAÑOLA
DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) ES 2 123 413

(21) N.° solicitud: 9600383

(22) Fecha de presentación de la solicitud: **09.02.96**

(32) Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

(51) **Int. Cl.**[6]**:** G01N 5/02, G05D 9/00

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	US 4271698 A (WINGRAVE, J.A.) 09.06.1981, columna 2, línea 64 - columna 5, línea 16.	1-4,7,10
Y		11-14
Y	US 3763028 A (RYERSON, J.N. et al.) 02.10.1973, columna 1, línea 53 - columna 3, línea 13.	11-14
X	US 2575169 A (GREEN, H.G.) 13.11.1951, columna 2, líneas 2-9.	1,2,8
E	WO 9627125 A1 (LAINE, E. et al.) 06.09.1996, página 3, líneas 9-35.	1-3,5,8, 9

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°:

Fecha de realización del informe	Examinador	Página
20.11.98	S. Fernández Díez-Picazo	1/1