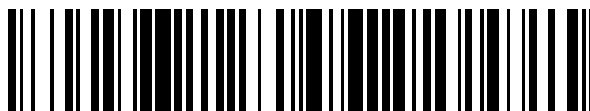


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **3 074 835**

51 Int. Cl.:

G01N 15/04

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.06.2023** **E 23382643 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.03.2026** **EP 4481364**

54 Título: **Método y aparato para medir la capacidad de materiales adsorbentes para absorber sustancias disueltas en un medio líquido**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
23.07.2026

73 Titular/es:

**UNIVERSIDAD DEL PAÍS VASCO/EUSKAL
HERRIKO UNIBERTSITATEA (50,00%)
Barrio Sarriena, s/n
48940 Leioa, Bizkaia, ES y
UNIVERSIDAD DE CANTABRIA (50,00%)**

72 Inventor/es:

**PÉREZ AGUIRRE, RUBÉN;
CASTILLO GARCÍA, OSCAR;
BEOBIDE PACHECO, GARIKOITZ;
DE PEDRO DEL VALLE, MANUEL;
FERNÁNDEZ BARQUÍN, LUIS y
RODRÍGUEZ FERNÁNDEZ, JESÚS MARÍA**

74 Agente/Representante:

BALDER IP LAW, S.L.

ES 3 074 835 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Método y aparato para medir la capacidad de materiales adsorbentes para absorber sustancias disueltas en un medio líquido

Campo técnico

La invención puede enmarcarse en el ámbito de la química y en el campo técnico dedicado al desarrollo de instrumentación científica.

La invención se refiere a un método y un dispositivo para medir la capacidad de materiales adsorbentes para absorber sustancias químicas disueltas en un medio líquido.

Uno de los objetivos de la invención es proporcionar un método y un dispositivo para la medición de la adsorción en materiales adsorbentes de sustancias químicas disueltas en un medio líquido, que se basa en la medición directa de un parámetro para la determinación de la cantidad de masa adsorbida. Esto no requiere una caracterización previa de la variación de un campo magnético. El dispositivo es capaz de funcionar de forma autónoma (es decir, sin necesidad de contar con una fuente de alimentación ni un circuito de refrigeración) para su aplicación en la determinación de la adsorción en sólidos adsorbentes.

Estado de la técnica

La adsorción se usa ampliamente para diferentes fines debido a las ventajas que ofrece, tales como su bajo coste y su alta eficiencia. Durante décadas, se han dedicado grandes esfuerzos a la búsqueda de adsorbentes adecuados, pero son pocos los trabajos que se han centrado en el desarrollo de técnicas de caracterización directa adecuadas para los procesos de adsorción en disolución que no dependan de propiedades fisicoquímicas específicas del adsorbato. Las mayores ventajas de la adsorción en la eliminación y purificación de sustancias químicas son el bajo coste, la alta eficiencia y la facilidad de funcionamiento en comparación con métodos convencionales tales como la precipitación química, el intercambio iónico, la extracción con líquidos o la filtración, y la considerable variedad de adsorbentes disponibles. Por este motivo, la adsorción es un proceso ampliamente usado en diferentes aplicaciones industriales y de protección del medio ambiente, tales como la catálisis, el almacenamiento y la purificación de agua y aire. Por lo tanto, la capacidad de adsorción, la cinética y la entalpía se estudian ampliamente con el fin de analizar y evaluar el rendimiento de los adsorbentes.

Hoy en día, la cuantificación de la adsorción de especies químicas disueltas en un medio líquido se lleva a cabo principalmente de forma indirecta, usando instrumentos que determinan la variación de la concentración de la especie química de interés en la disolución, y no en el soporte adsorbente. Estos instrumentos incluyen una amplia variedad de equipos analíticos comunes que se eligen en función del problema que se va a analizar, y que también son capaces de realizar análisis en fase líquida de forma continua o semicontinua. Los ejemplos incluyen HPLC-UV, GC-MS, GC-FID, ICP-AES, RMN, etc.

Aunque es posible extraer el contenido del sólido adsorbente a posteriori, mediante la extracción y el análisis de las especies de interés, no se conoce ninguna técnica universal que permita monitorizar el proceso de adsorción directamente sobre el sólido.

Algunos estudios analizan la adsorción de especies químicas (fármacos, alcoholes...) sobre un adsorbente usando la fuerza de elevación magnética proporcionada por un electroimán. En este procedimiento, la variación de la corriente que alimenta el electroimán permite variar el campo magnético que sostiene el sólido adsorbente contenido en un medio líquido (agua u otro disolvente). Esto permite observar el campo magnético crítico en el que el sólido se desprende y cae. El valor del campo magnético crítico depende de la masa adsorbida y, por lo tanto, la adsorción de la especie química de interés puede determinarse a partir de su valor.

Cabe señalar que esta técnica determina la relación de la masa del compuesto adsorbido con respecto a la masa del material adsorbente. Esto permite la medición del adsorbato *in situ* sin realizar ninguna manipulación ni del material adsorbente ni de la disolución con la que está en contacto, a diferencia de otras técnicas analíticas. También debe destacarse que es una técnica no destructiva.

El trabajo descrito hasta la fecha requiere el uso de un electroimán, un elemento relativamente caro (20.000-30.000 €) que, además de una fuente de alimentación eléctrica, requiere un sistema de refrigeración para evitar el sobrecalentamiento de las bobinas. Además, es necesaria una caracterización previa del electroimán para determinar cómo varía el campo magnético en función de la corriente aplicada a las bobinas del electroimán.

Por otra parte, en el amplio mundo de los materiales porosos usados como adsorbentes, una clase interesante con propiedades intrínsecas que pueden correlacionarse directamente con la cantidad de adsorbato capturado son los estructuras metalorgánicas (MOF) paramagnéticas. Las MOF son una clase de materiales cristalinos porosos tridimensionales (3D) formados por conectores orgánicos (unidades de construcción orgánicas, OBU) y centros o

clústeres metálicos (unidades de construcción inorgánicas, IBU) que están conectados mediante fuertes enlaces de coordinación. Sus propiedades más destacadas incluyen porosidad elevada y permanente, grandes áreas superficiales (que superan a las de otros adsorbentes), sostenibilidad estructural y funcional, alta estabilidad térmica, poros y cavidades personalizables, y una alta afinidad de adsorción.

Las MOF ofrecen la posibilidad de diseñar y sintetizar un material específico con precisión atómica. Por lo tanto, dichos materiales se han vuelto muy atractivos, ya que sus propiedades pueden diseñarse y ajustarse fácilmente. Aunque muchas MOF contienen centros paramagnéticos, existen muy pocas técnicas de caracterización que aprovechen su comportamiento magnético para monitorizar los diferentes parámetros físicos/químicos.

El artículo: Barroso Nagore ET AL: "Magnetic sustentation as an adsorption characterization technique for paramagnetic metal-organic frameworks", Communications Chemistry, vol. 6, n.º 1, 5 de enero de 2023 (05-01-2023), XP93100585, DOI: 10.1038/s42004-022-00799-w. Obtenido de Internet: URL: <https://www.nature.com/articles/s42004-022-00799-w>, se refiere a un método para medir la capacidad de absorción de materiales adsorbentes para adsorber sustancias disueltas en un medio líquido. En este artículo no se contempla el uso de imanes permanentes.

La publicación: Barroso García Nagore: "A STUDY OF METAL-ORGANIC FRAMEWORK SORPTION PHENOMENA IN SOLUTION", 4 de mayo de 2023 (04-05-2023), páginas 1-197, XP93100647. Obtenido de Internet: URL: <https://addi.ehu.es/handle/10810/61382> [consultado el 13 de noviembre de 2023], es una ampliación del artículo mencionado anteriormente.

Descripción de la invención

La presente invención proporciona un método y un dispositivo basados en un imán permanente que no requiere mantenimiento capaz de funcionar de forma autónoma (es decir, sin necesidad de contar con una fuente de alimentación ni un circuito de refrigeración) para su aplicación en la determinación de la adsorción en sólidos adsorbentes. Los fundamentos científicos se basan en una correlación lineal entre un parámetro físico, directamente medible, por ejemplo, la distancia de separación entre un imán permanente y un recipiente que contiene un medio líquido con partículas magnéticamente activas, y la cantidad de masa adsorbida. En otras palabras, no requiere una caracterización previa de la variación del campo, como ocurre con un electroimán.

Más específicamente, un aspecto de la invención se refiere a un método para medir la capacidad de materiales adsorbentes para absorber sustancias disueltas en un medio líquido, en donde el método comprende:

proporcionar un recipiente que contenga un medio líquido con partículas de un material adsorbente con susceptibilidad magnética positiva (magnéticamente activo), y una sustancia disuelta en el medio líquido,

colocar el recipiente en las proximidades de al menos un imán permanente, de modo que las partículas magnéticamente activas queden retenidas en el medio líquido por la atracción magnética del imán permanente,

aumentar la distancia de separación entre el imán permanente y el recipiente hasta que la atracción magnética del imán permanente ya no retenga las partículas magnéticamente activas,

medir la distancia de separación entre el imán permanente y el recipiente en la que la totalidad o una cantidad predeterminada de las partículas magnéticamente activas han caído por gravedad hasta el fondo del recipiente, y

determinar, mediante una correlación lineal, la masa de la sustancia capturada por las partículas magnéticamente activas basándose en la distancia de separación medida.

Preferiblemente, el material adsorbente es un material dotado de porosidad, un área superficial relativamente elevada y una susceptibilidad magnética positiva.

La etapa de aumentar la distancia de separación entre el imán permanente y el recipiente se lleva a cabo preferiblemente manteniendo el imán permanente en una posición fija y desplazando el recipiente linealmente con respecto al imán permanente en una dirección ortogonal al imán permanente.

Preferiblemente, el recipiente es un tubo de ensayo que se coloca entre dos imanes permanentes situados uno frente al otro, y muy próximo o en contacto con uno de los imanes, de tal manera que el fondo del tubo de ensayo se encuentre fuera del campo magnético generado por el imán.

La ecuación que media la atracción entre las partículas del material magnéticamente activo y el campo magnético implica: $F_{\text{magnetismo}} = \nabla(m \cdot H)$, donde el gradiente ∇ es la variación de la cantidad $m \cdot H$ por unidad de distancia (m : dipolo magnético de la partícula y H : campo magnético externo), y la dirección es la del aumento máximo de $m \cdot H$. Dado que el dipolo magnético (m) de las partículas está orientado en la misma dirección que H , el gradiente atrae a las partículas hacia la región de máximo campo H .

Dado que el dipolo magnético de las partículas puede expresarse como una función del campo magnético externo y que el gradiente del dipolo magnético es insignificante si las partículas son pequeñas (< 1 mm), el momento dipolar magnético puede considerarse constante a lo largo de toda la longitud de la partícula y expresarse como una función de la susceptibilidad magnética del material de la partícula (Ecuación 1):

$$F_P = \mu_0 \frac{\chi_M}{MW} \cdot \rho_P \cdot V_P \cdot H \cdot \nabla(H_P) \quad (1)$$

Donde F_P es la fuerza de atracción magnética sobre la partícula, μ_0 la permeabilidad del vacío, χ_M la susceptibilidad molar, MW el peso molecular de la estructura del adsorbente (excluidas las moléculas de disolvente situadas en los poros), ρ_P la densidad del adsorbente, V_P el volumen de la partícula, H y $\nabla(H_P)$ el campo magnético y el gradiente de campo en la posición ocupada por la partícula.

Los experimentos de elevación magnética descritos son el resultado de un equilibrio entre las tres fuerzas a las que están sometidas las partículas del material adsorbente: atracción magnética, flotabilidad (flotación) y fuerza gravitatoria.

La fuerza magnética se define como la fuerza que ejerce el imán sobre la partícula y que eleva la partícula hasta el borde inferior del polo magnético (zona de máxima fuerza magnética) (Ecuación 2); la gravedad es la fuerza opuesta que empuja las partículas hacia abajo (Ecuación 3) y la flotabilidad del medio líquido que empuja las partículas hacia arriba (Ecuación 4). A continuación se describen las ecuaciones que rigen cada una de las fuerzas descritas anteriormente.

$$F_{magnetismo} = \nabla(m \cdot H) = m \cdot \nabla H = \frac{\chi_M}{MW_F} \cdot \rho_F \cdot V_F \cdot H \cdot \nabla H \quad (2)$$

$$F_{gravedad} = M \cdot g = (M_F + M_M) \cdot g = (V_F \cdot \rho_F + V_M \cdot \rho_M) \cdot g \quad (3)$$

$$F_{flotación} = (V_F \cdot \rho_S + V_M \cdot \rho_S) \cdot g \quad (4)$$

En estas ecuaciones, se ha hecho una separación arbitraria entre la masa, el volumen y la densidad correspondientes al material adsorbente (M_F , V_F y ρ_F) y los del adsorbato (M_M , V_M y ρ_M). Los demás parámetros son (χ_M), la susceptibilidad molar, (H), el campo magnético, ($H \cdot \nabla H$), el gradiente del campo magnético y (g) la aceleración de la gravedad de la tierra.

El valor del campo magnético crítico corresponde al valor en el momento en que las fuerzas ejercidas sobre la partícula se igualan (Ecuación 5):

$$F_{magnetismo} = F_{gravedad} - F_{flotación}$$

Sustituyendo las Ecuaciones (2-4) en la Ecuación (5), se obtiene la Ecuación (6):

$$\frac{\chi_M}{MW_F} \cdot \rho_F \cdot V_F \cdot H \cdot \nabla H = (V_F \cdot \rho_F + V_M \cdot \rho_M) \cdot g - (V_F \cdot \rho_S + V_M \cdot \rho_S) \cdot g \quad (6)$$

La cual puede simplificarse y reescribirse como la Ecuación (7):

$$\frac{\chi_M}{MW_F} \cdot \rho_F \cdot H \cdot \nabla H = (\rho_F - \rho_S) \cdot g + (\rho_M - \rho_S) \cdot \frac{V_M}{V_F} \cdot g \quad (7)$$

Por otra parte, V_F y V_M pueden definirse como:

$$V_F = \frac{M_F}{\rho_F} = \frac{n \cdot MW_F}{\rho_F} \quad y \quad V_M = \frac{M_M}{\rho_M} = \frac{n \cdot x \cdot MW_M}{\rho_M},$$

Para tener la relación entre los volúmenes del adsorbato capturado (V_M) y del sorbente (V_F), como se muestra en la Ecuación (8):

$$\frac{V_M}{V_F} = \frac{x \cdot MW_M \cdot \rho_F}{MW_F \cdot \rho_M} \quad (8)$$

Sustituyendo la Ecuación (8) en la Ecuación (7) se obtiene la Ecuación (9):

$$\frac{\chi_M}{MW_F} \cdot \rho_F \cdot H \cdot \nabla H = (\rho_F - \rho_S) \cdot g + (\rho_M - \rho_S) \cdot \frac{x \cdot MW_M \cdot \rho_F}{MW_F \cdot \rho_M} \cdot g \quad (9)$$

La cual puede reescribirse como la Ecuación (10):

$$x \cdot MW_M = \frac{\chi_M \cdot MW_F \cdot \rho_M}{MW_F \cdot (\rho_M - \rho_S) \cdot g} H \cdot \nabla H - \frac{(\rho_F - \rho_S) \cdot MW_F \cdot \rho_M}{(\rho_M - \rho_S) \cdot \rho_F} \quad (10)$$

Teniendo en cuenta que todos los parámetros son constantes, a excepción de " $H \cdot \nabla H$ " y " $x \cdot MW_M$ ", la ecuación anterior puede simplificarse hasta la forma de la Ecuación (11):

$$x \cdot MW_M = A \cdot H \cdot \nabla H - B \quad (11)$$

Podemos definir $M_{M(F)} = x \cdot MW_M$, en donde $M_{M(F)}$ es la masa de adsorbato capturado por fórmula de peso del adsorbente para obtener la Ecuación (12), que establece una relación lineal entre la masa capturada y el $H \cdot \nabla H$ al que caen las partículas.

$$M_{M(F)} = A \cdot H \cdot \nabla H - B \quad (12)$$

Si se dispone de una configuración de campo magnético que muestre una variación lineal de " $H \cdot \nabla H$ " con respecto a un parámetro físico fácilmente medible (D) (Ecuación 13), donde a y b son las constantes correspondientes que representan la pendiente y la intersección con el eje y de la línea recta correspondiente, la Ecuación (12) podría reescribirse como la Ecuación (14):

$$H \cdot \nabla H = a \cdot D + b \quad (13)$$

$$M_{M(F)} = aA \cdot D + bA - B \quad (14)$$

La Ecuación (14) puede simplificarse aún más, ya que los parámetros a , b , A y B son constantes en la forma de la Ecuación (15):

$$M_{M(F)} = A' \cdot D - B' \quad (15)$$

En esta disposición de imanes permanentes, este parámetro físico es el desplazamiento lateral del recipiente que contiene las partículas de material adsorbente suspendidas en un líquido y puede obtenerse directamente a partir de la lectura del accionador integrado en el equipo. Esta linealidad se mantiene dentro de los intervalos de desplazamientos observados en las mediciones experimentales, como se representa en las Figuras 6 y 7.

Por lo tanto, una vez determinados los valores de las constantes A' y B' para el adsorbente usado, mediante una calibración con muestras con una cantidad conocida de masa capturada, el equipo proporciona fácilmente información cuantitativa sobre la cantidad de masa capturada de cualquier adsorbato por el material adsorbente.

El proceso de calibración para cada material adsorbente se lleva a cabo midiendo el parámetro D (desplazamiento lateral) en el que las últimas partículas caen sobre el dispositivo de la invención, y también para los mismos materiales adsorbentes, pero incorporando moléculas adsorbidas en una cantidad de masa conocida. La cantidad de masa de adsorbato capturada de las muestras empleadas para la calibración se calcula a partir de la diferencia entre la concentración inicial de la disolución que contiene el adsorbato y la restante tras el proceso de adsorción en disolución. La medición de la concentración de adsorbato en la disolución requiere el uso de técnicas analíticas, tales como espectroscopia UV-Vis, RMN o cromatografía, según las características intrínsecas de la molécula de adsorbato. La representación de ambos valores en un diagrama de Masa (%) frente a desplazamiento lateral (D) permite establecer la línea recta de calibración. Este resultado permite posteriormente cuantificar el porcentaje de masa de adsorbato capturado por el adsorbente directamente a partir de la lectura del parámetro D en este dispositivo, como se representa en las Figuras 8 y 9.

Otro aspecto de la invención se refiere a un dispositivo para medir la capacidad de absorción de materiales adsorbentes de sustancias disueltas en un medio líquido.

El dispositivo comprende:

- 5 un soporte de material ferromagnético y dos imanes permanentes colocados sobre el soporte de material ferromagnético de tal manera que estén situados uno frente al otro, y con un espacio entre ellos,
 - 10 un recipiente alargado para contener un medio líquido que contenga partículas magnéticamente activas de un material absorbente, y
 - 15 una sustancia disuelta en el medio líquido, y una plataforma configurada para retener el recipiente entre los dos imanes permanentes, de modo que el fondo del recipiente quede fuera del campo magnético generado por los imanes.
- El dispositivo incluye además un accionador mecánico acoplado a la plataforma y configurado para mover el recipiente con respecto a los imanes permanentes, y medios para medir la distancia de separación entre el recipiente y uno de los imanes.
- 20 El dispositivo incluye además medios de cálculo adaptados para determinar la masa de la sustancia capturada mediante la correlación lineal de acuerdo con el método definido anteriormente.

Breve descripción de los dibujos

- 25 Para completar la descripción y con el fin de proporcionar una mejor comprensión de la invención, se proporciona un conjunto de ilustraciones. Estas forman parte integrante de la descripción y representan realizaciones de la invención, que no deben interpretarse como una restricción del alcance de la invención, sino únicamente como ejemplos de cómo puede implementarse la invención. Las ilustraciones comprenden las siguientes figuras:
- 30 Figura 1.- muestra una vista en perspectiva del bastidor metálico donde se colocan los imanes permanentes, en donde sus componentes se muestran desacoplados para facilitar su identificación.
- Figura 2.- muestra el soporte de metacrilato fijado al eje móvil encargado de aumentar o disminuir la distancia entre el tubo de ensayo y la superficie del imán.
- 35 Figura 3.- muestra una vista del bastidor metálico y los imanes montados con el soporte de metacrilato. Una vista ampliada en esta figura muestra la placa de metacrilato donde se apoya el tubo de ensayo, que se aleja del imán permanente gracias al eje móvil.
- 40 Figura 4.- muestra un tubo de ensayo que toca uno de los imanes.
- Figura 5.- muestra cómo, a medida que el tubo de ensayo se aleja, se alcanza una distancia en la que las partículas del material poroso caen debido al debilitamiento del campo magnético externo, lo cual será característico de cada material poroso y de la masa de adsorbato capturado.
- 45 Figura 6.- muestra un gráfico del parámetro $H \cdot \nabla H$ (campo magnético y gradiente de campo magnético) frente al desplazamiento lateral (D) dentro del intervalo medido para el material adsorbente MIL-100(Fe), que muestra la dependencia lineal entre ambos parámetros.
- 50 Figura 7.- muestra un gráfico del parámetro $H \cdot \nabla H$ frente al desplazamiento lateral (D) dentro del intervalo medido para el material adsorbente MIL-101(Cr), que muestra la dependencia lineal entre ambos parámetros.
- Figura 8.- muestra un gráfico de la masa adsorbida frente al desplazamiento lateral para el material adsorbente MIL-100(Fe). Las moléculas cuya masa adsorbida ha sido corroborada mediante otra técnica analítica para determinar la ecuación de la línea se identifican con un círculo, mientras que las moléculas cuya masa se ha determinado mediante la extrapolación del valor de su parámetro lateral (D) se identifican con un cuadrado.
- 55 Figura 9.- muestra un gráfico con una representación lineal de la masa adsorbida frente al desplazamiento lateral para el material adsorbente MIL-101(Cr). Las moléculas cuya masa adsorbida ha sido corroborada mediante otra técnica analítica para determinar la ecuación de la línea de calibración se identifican con un círculo, mientras que las moléculas cuya masa se ha determinado mediante la extrapolación del valor de su parámetro lateral (D) se identifican con un cuadrado.
- 60

Realizaciones preferidas de la invención

- 65 Las Figuras 1 a 3 muestran una realización preferida de un dispositivo (1) para medir la capacidad de absorción de

materiales adsorbentes de sustancias disueltas en un medio líquido según la invención.

- El dispositivo (1) está provisto de al menos un imán permanente, y preferiblemente dos (marcados como 2 y 2'), dispuestos en una configuración enfrentada y con una distancia reducida entre ellos (3-10 cm) para concentrar las líneas de campo en la zona confinada entre ambos imanes (2, 2'). Se genera un gradiente de campo suficientemente alto lejos de esta zona intermedia, de modo que el tubo de ensayo (3) que contiene partículas (4) del material poroso magnéticamente activo pueda colocarse en el límite de esta zona. Allí, el gradiente del campo magnético alcanzará su valor máximo.
- El gradiente de campo magnético alto en el límite inferior entre la zona entre imanes y el exterior ejerce una atracción suficientemente fuerte sobre las partículas (4) del adsorbente o material poroso magnéticamente activo (paramagnético o funcionalizado con partículas ferromagnéticas), de modo que estas quedan retenidas y no caen al fondo.
- Además, el dispositivo (1) comprende un accionador de desplazamiento lateral (5) para modificar y medir la distancia relativa del material poroso respecto a la zona de máximo gradiente de campo magnético. Este accionador (5) está adaptado para permitir un desplazamiento homogéneo y suave, y una precisión de, al menos, una décima de milímetro.
- El valor del campo magnético y su gradiente disminuirán a medida que el tubo de ensayo (3) se aleje de la superficie del imán. El valor de la distancia a la que cae la última partícula, que depende, como se ha descrito anteriormente, del equilibrio entre las fuerzas de la gravedad, la atracción ejercida por el campo magnético y el efecto de flotabilidad del disolvente, será característico de cada material poroso y de la cantidad de adsorbato capturado.
- La medición comienza con el tubo de ensayo (3) que contiene el líquido en la zona de máximo gradiente de campo (parte inferior del polo del imán permanente) y se añade al tubo de ensayo (3) el material poroso o una suspensión del mismo. El material adsorbente (4) se retiene en la zona donde el gradiente de campo es máximo y, a continuación, se usa el accionador (5) para aumentar la distancia (D) del tubo de ensayo (3) con respecto a esta zona de máximo gradiente de campo magnético hasta alcanzar la separación necesaria para que las partículas del material caigan. Este valor de distancia es el que proporciona, tras la calibración del equipo, un parámetro directamente vinculado al porcentaje de masa adsorbida por el material poroso (4). La calibración del equipo se lleva a cabo para cada material adsorbente y requiere varias preparaciones del material adsorbente con diferentes porcentajes de masa capturada conocida. Tanto las mediciones de calibración como las mediciones de cuantificación de la adsorción deben realizarse a la misma temperatura.
- Para la construcción del dispositivo (1), como se muestra en la Figura 1, se usan tres piezas (6a, 6b, 6c) de acero magnético o metal ferromagnético capaces de condensar las líneas del campo magnético de un imán. Estas tres piezas se fijan entre sí en una disposición en forma de U, actuando la más larga como base, configurando así un soporte en forma de U de material ferromagnético. Dos espaciadores circulares (7, 7') de acero ferromagnético u otro metal/aleación ferromagnética se fijan a los extremos superiores internos de la forma en U mediante un tornillo. Dos imanes permanentes circulares (2, 2') se fijan a los espaciadores (7, 7') por la propia fuerza de atracción magnética.
- Se proporciona un soporte de metacrilato (8) con una muesca (12) de la misma anchura y longitud que el soporte metálico en forma de U, de modo que el soporte metálico en forma de U pueda colocarse y no pueda moverse ni desplazarse.
- Una placa de metacrilato (o cualquier otro material no ferromagnético) (9) con un orificio (10) se fija en el eje (13) del accionador (5), de tal manera que cuando el tubo de ensayo (3) se inserta en este orificio (10), queda firmemente fijado a la superficie de un imán (2), como se muestra en la Figura 4 al inicio de la medición, pero también puede desplazarse lateralmente.
- El tubo de ensayo (3) se coloca con respecto a los imanes (2, 2') de tal manera que el nivel del líquido (11) contenido en el interior del tubo de ensayo (3) se encuentre por encima del borde inferior del imán (2) y el fondo del tubo, en este caso, por debajo del borde inferior del imán. De este modo, el tubo de ensayo (3) se encuentra dentro del mismo plano definido por el soporte en forma de U y los imanes (2, 2'), y en contacto con uno de los imanes permanentes, como se muestra en la Figura 4.
- El tubo de ensayo (3) se llena con agua o cualquier otro líquido (11) y se coloca en el dispositivo de medición (1) fijado a uno de los imanes permanentes (2, 2'). Posteriormente, se vierten partículas del material adsorbente magnéticamente activo, ya sea directamente o contenidas en una suspensión. El efecto de flotabilidad ejercido por el medio líquido (11) reduce la fuerza de la gravedad y ralentiza la velocidad de su caída, lo que permite que el campo magnético del imán permanente retenga las partículas en la zona del tubo de ensayo (3) adyacente al borde inferior del imán permanente (2). Una vez fijadas, se usa el eje (13) del accionador (5) para alejar lentamente el tubo de ensayo (3) de la superficie del imán (2), como se representa en la Figura 5.
- A medida que aumenta la distancia *D* entre las partículas fijadas y los imanes, como se muestra en la Figura 5, disminuye el gradiente del campo magnético que permite que estas partículas eviten caer hasta el fondo del tubo. En

algún momento, habrá una distancia a la que la fuerza magnética es demasiado pequeña para contrarrestar el peso del material poroso, lo que provocará que descienda. La distancia D a la que la última de las partículas cae del material adsorbente, un valor obtenido directamente del accionador lineal, es el parámetro que permite la cuantificación de la adsorción. A medida que el material adsorbente (4) captura una mayor masa de adsorbato, disminuye la distancia a la que se produce esta caída.

5

REIVINDICACIONES

1. Método para medir la capacidad de absorción de materiales adsorbentes para absorber sustancias disueltas en un medio líquido, que comprende:

proporcionar un recipiente (3) que contenga un medio líquido con partículas magnéticamente activas (4) de un material adsorbente, y una sustancia disuelta en el medio líquido,
colocar el recipiente (3) en las proximidades o en contacto con al menos un imán permanente (2, 2'), de modo que las partículas magnéticamente activas (4) queden retenidas en el medio líquido por la atracción magnética del imán permanente (2, 2'),
aumentar la distancia de separación entre el imán permanente (2, 2') y el recipiente (3) hasta que la atracción magnética del imán permanente (2, 2') ya no retenga las partículas paramagnéticas (4),
medir la distancia de separación entre el imán permanente (2, 2') y el recipiente (3) a la que todas o una cantidad predeterminada de las partículas magnéticamente activas (4) han caído por gravedad hasta el fondo del recipiente (3), y
determinar, mediante una correlación lineal, la masa de la sustancia capturada por las partículas magnéticamente activas (4) basándose en la distancia de separación medida.

2. Método según la reivindicación 1, en donde la correlación lineal para determinar la masa de la sustancia capturada es la siguiente:

$$M_{M(F)} = A' \cdot D - B'$$

donde: ($M_{M(F)}$) es la masa de adsorbato capturada por fórmula de peso del adsorbente; (D) es la distancia de separación lateral entre el imán permanente y el recipiente; (A' y B') son constantes determinadas mediante un procedimiento de calibración.

3. Método según la reivindicación 2, en donde las constantes A' y B' se obtienen para cada adsorbente a través de un procedimiento de calibración, en el que se mide el parámetro D en varias muestras del adsorbente que contienen porcentajes en masa conocidos de adsorbato con respecto a la masa del adsorbente, y en donde el ajuste lineal de la representación obtenida del porcentaje en masa frente a D proporciona los valores de A' , a partir de la pendiente del ajuste a una línea recta, y B' , a partir del valor extrapolado de la línea recta en $D = 0$.

4. Método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el recipiente (3) se coloca entre dos imanes permanentes (2, 2') situados uno frente al otro, y de tal manera que se alcancen grandes valores del producto $H \cdot \nabla H$ en la parte inferior del espacio entre los imanes (siendo H el campo magnético y siendo ∇H el gradiente del campo magnético).

5. Método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el aumento de la distancia de separación entre el imán permanente (2, 2') y el recipiente (3) se lleva a cabo manteniendo el imán permanente (2, 2') en una posición fija y desplazando el recipiente (3) linealmente con respecto al imán permanente en una dirección ortogonal al imán permanente.

6. Método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el material adsorbente es una estructura metalorgánica (MOF).

7. Método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el imán permanente es cilíndrico.

8. Método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el recipiente (3) es alargado y se coloca delante del imán permanente (2, 2'), de tal manera que el fondo del recipiente se encuentre fuera del campo magnético generado por el imán permanente (2, 2').

9. Dispositivo (1) para medir la capacidad de absorción de materiales adsorbentes de sustancias disueltas en un medio líquido, que comprende:

un soporte de material ferromagnético y dos imanes permanentes duros (2, 2') colocados sobre el soporte de material ferromagnético de tal manera que estén situados uno frente al otro y con un espacio de separación entre ellos,
un recipiente alargado para contener un medio líquido que contenga partículas magnéticamente activas (4) de un material adsorbente, y una sustancia disuelta en el medio líquido,
y una plataforma configurada para retener el recipiente entre los dos imanes permanentes duros (2, 2'), y de modo que el fondo del recipiente se encuentre fuera del campo magnético generado por los imanes,
un accionador mecánico (5) acoplado a la plataforma y configurado para mover el recipiente con respecto a los imanes permanentes (2, 2'),
medios para medir la distancia de separación entre el recipiente y uno de los imanes permanentes (2, 2'), y

medios de cálculo adaptados para determinar la masa de la sustancia capturada mediante la correlación lineal de la reivindicación 2 o de las reivindicaciones 2 y 3.

- 5 10. Dispositivo (1) según la reivindicación 9, en donde el soporte de material ferromagnético tiene una configuración en forma de U, y en donde el recipiente alargado está situado dentro de un plano definido por el soporte en forma de U.

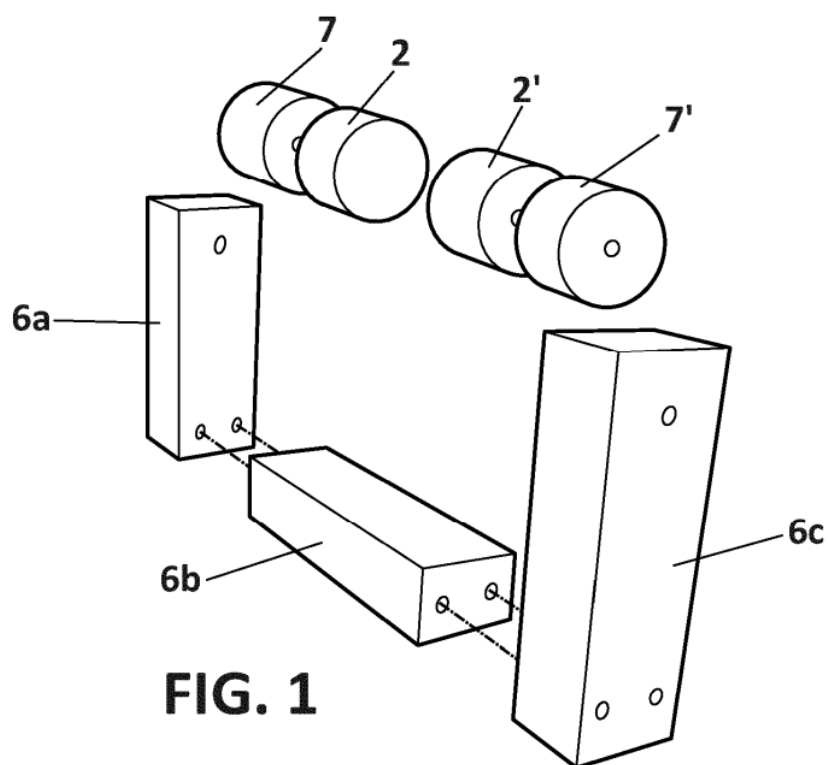


FIG. 1

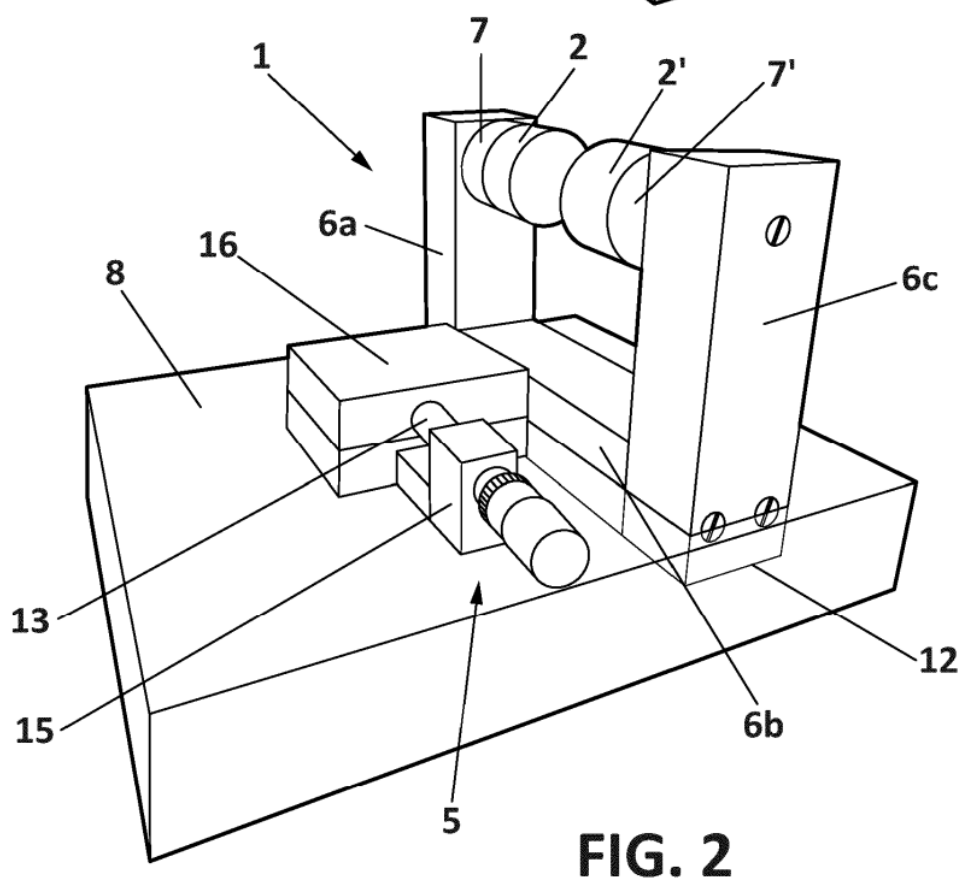
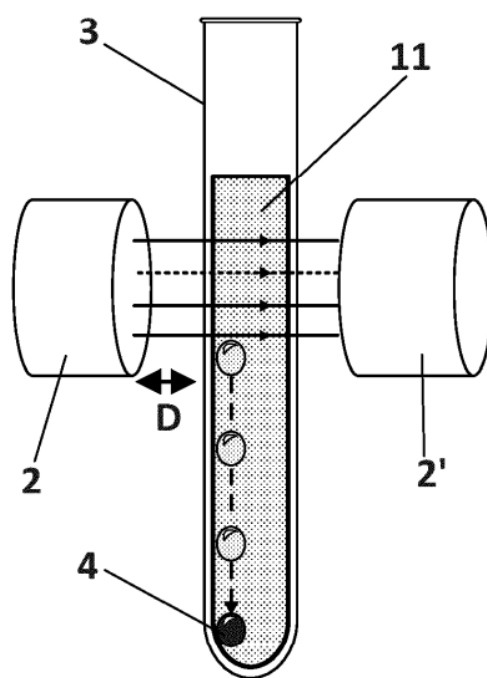
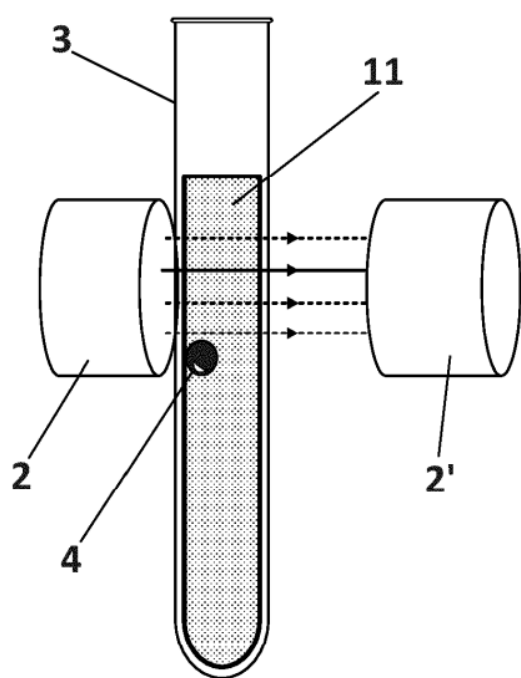
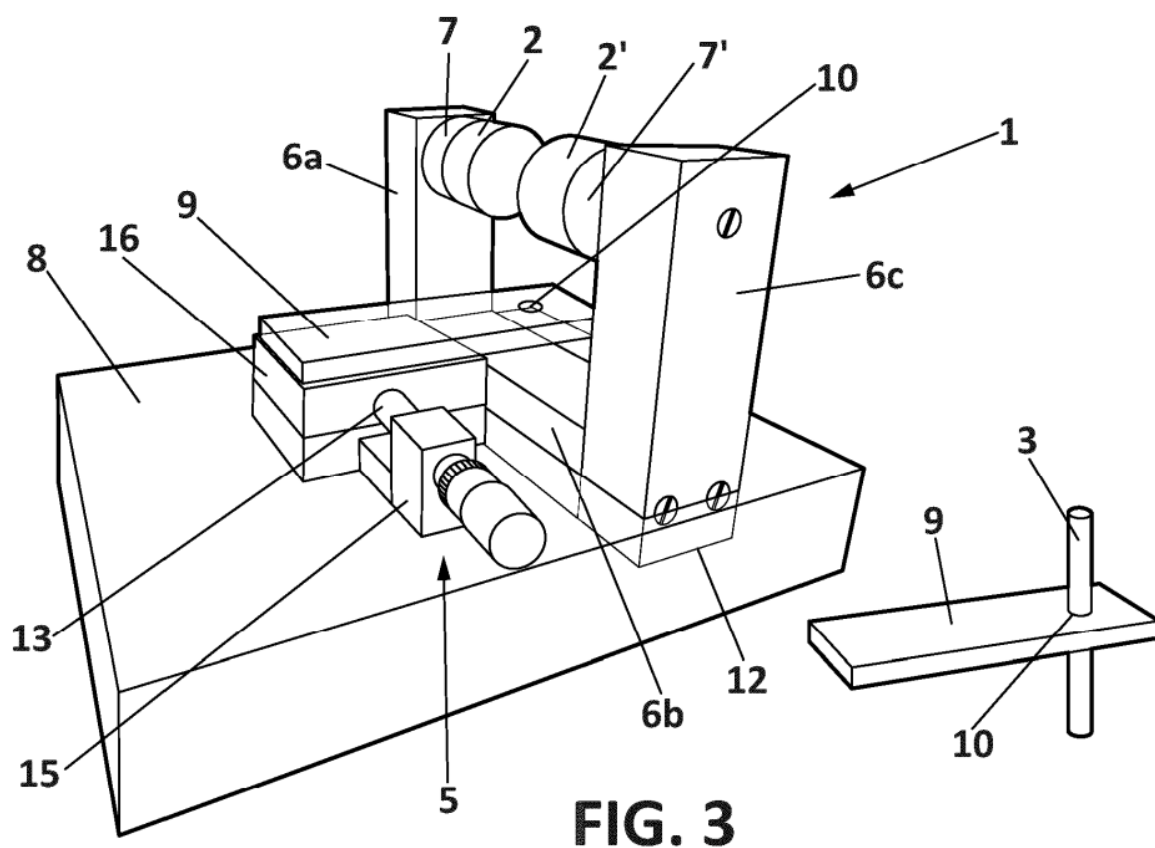


FIG. 2



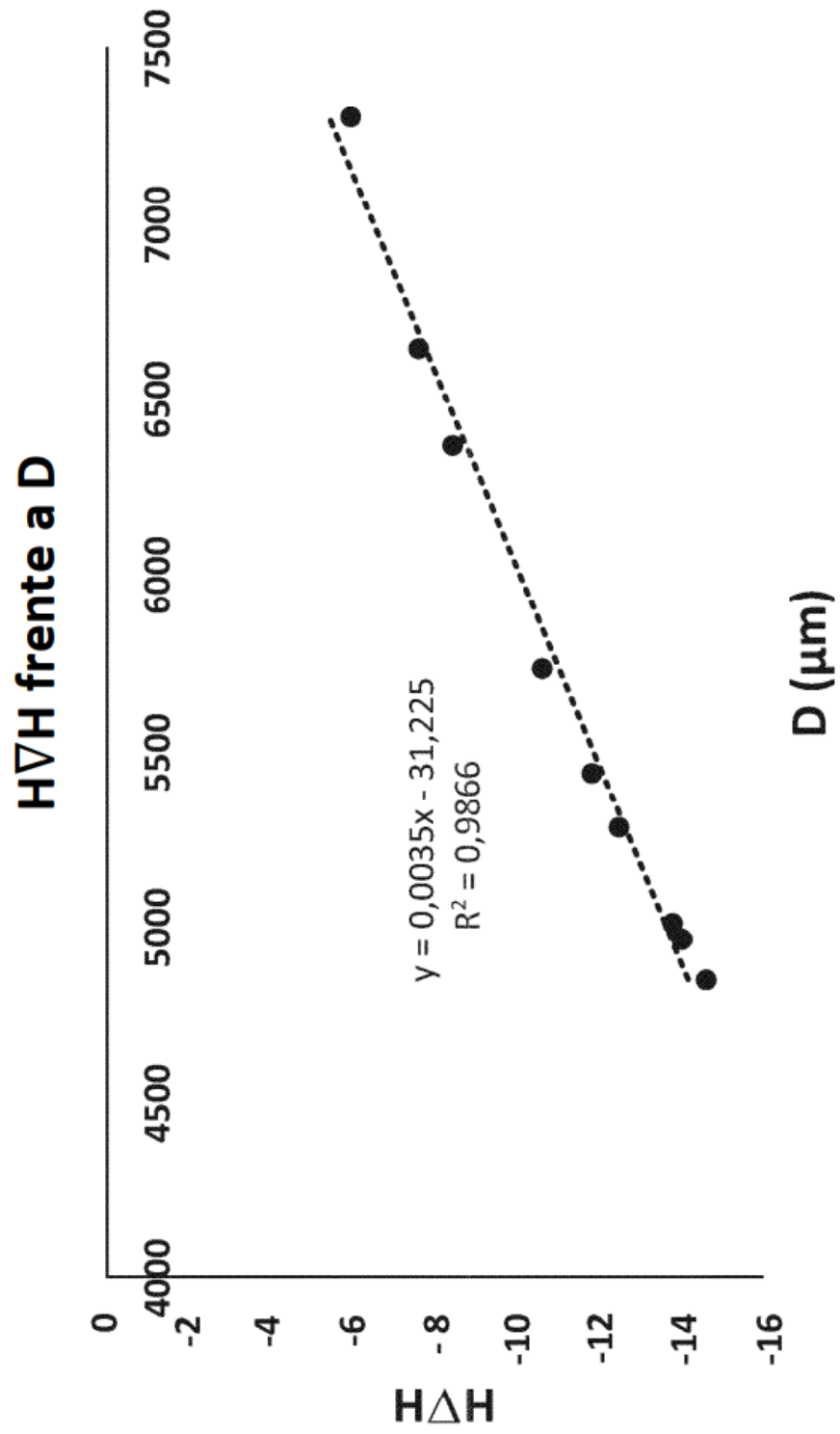


FIG. 6

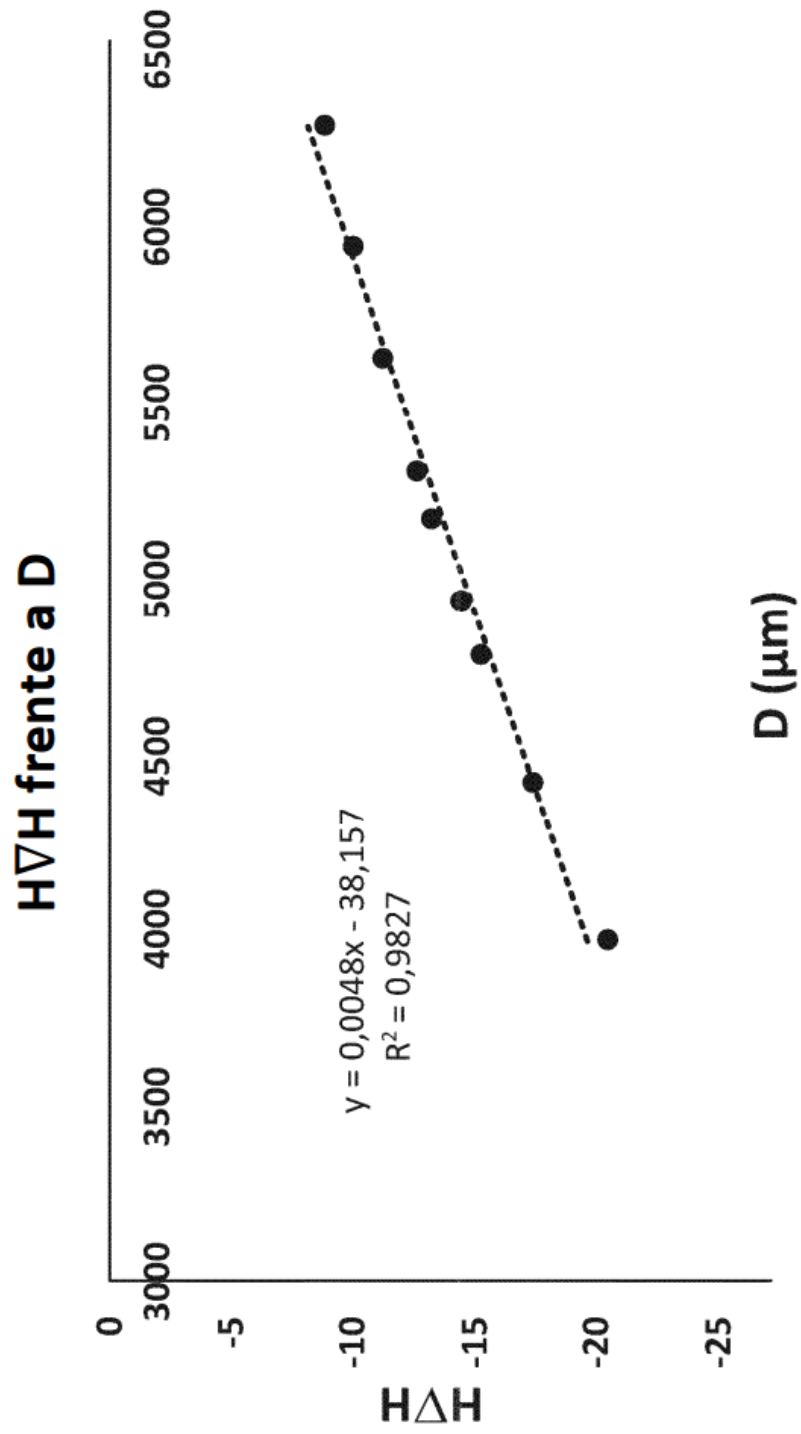


FIG. 7

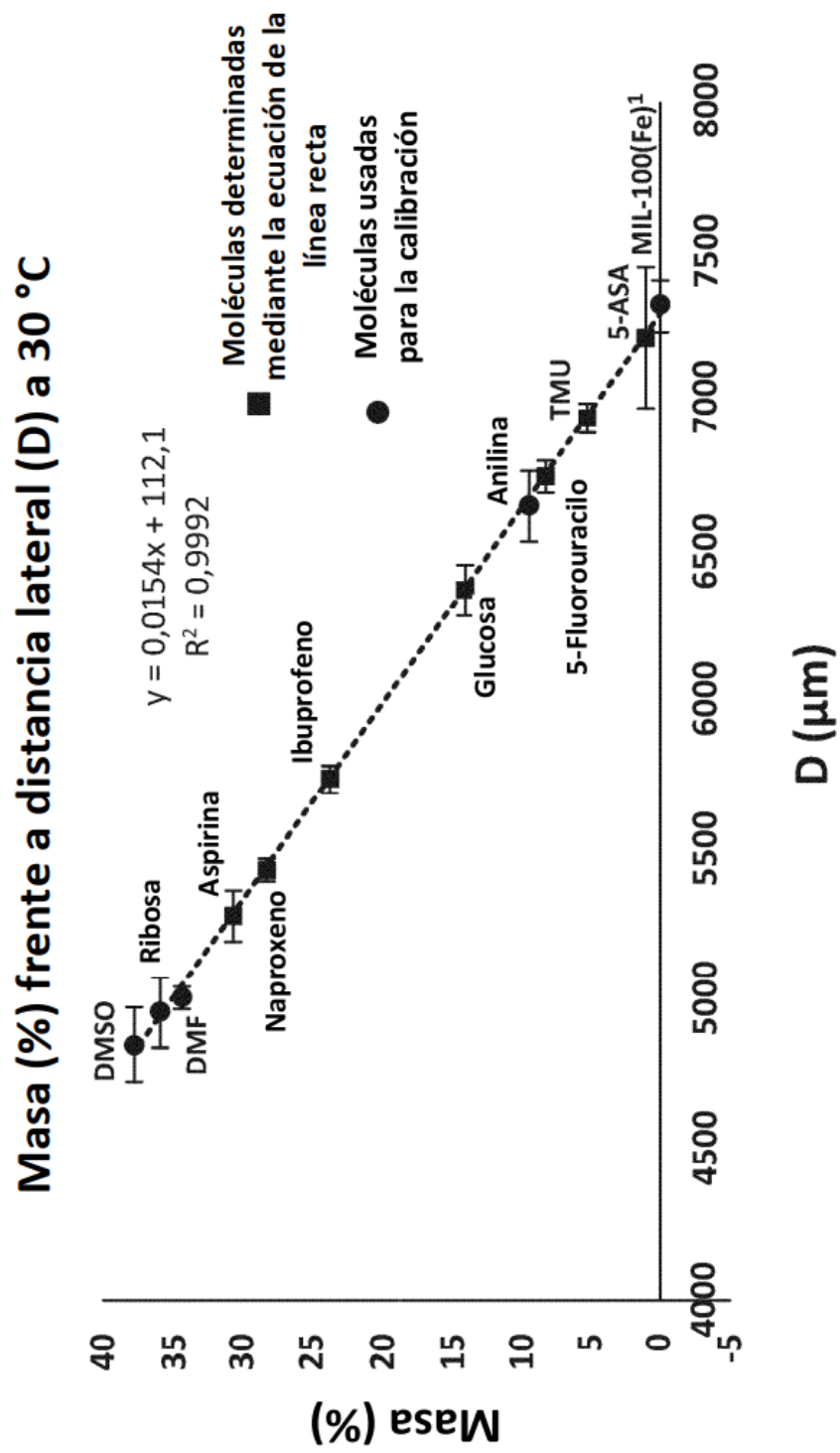


FIG. 8

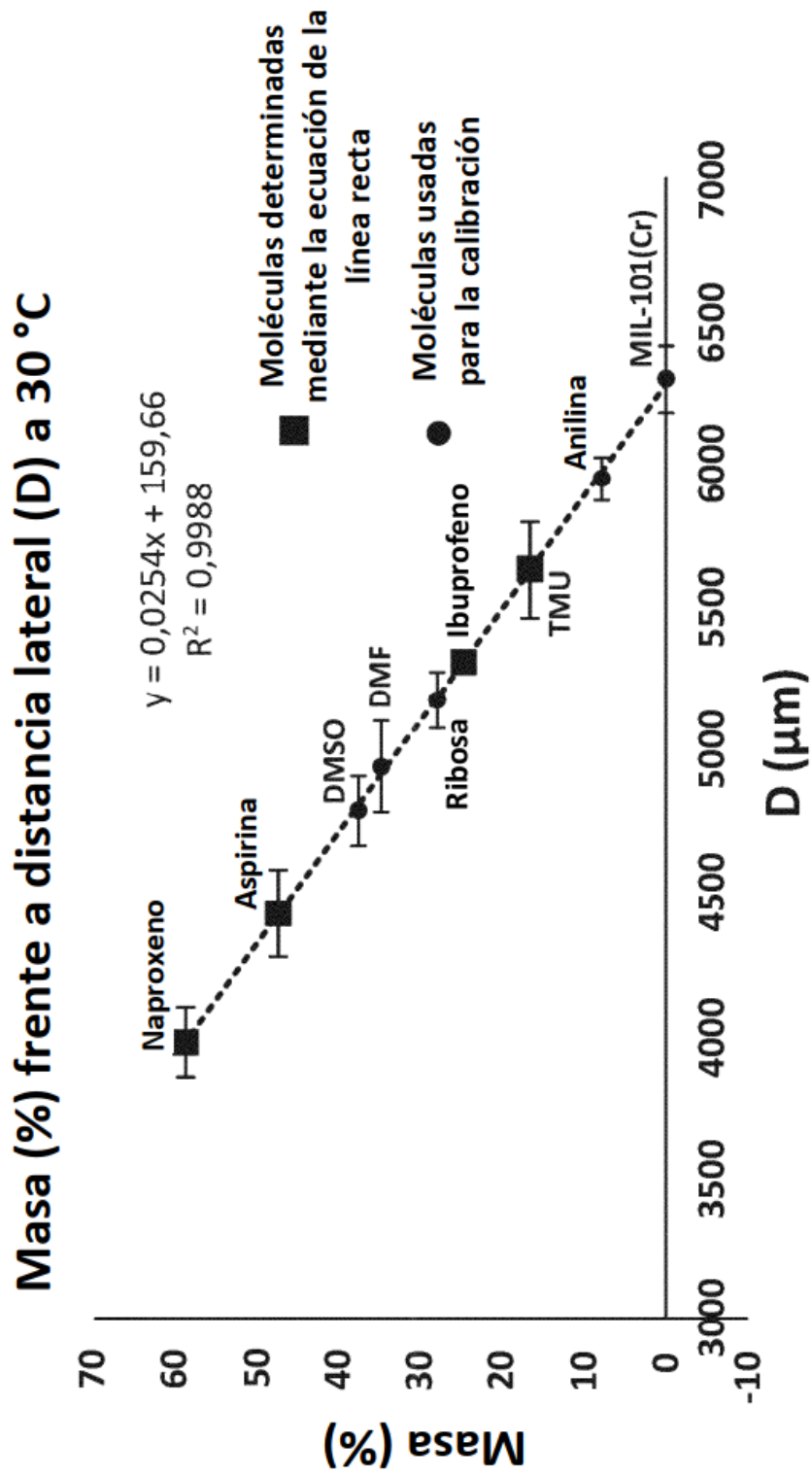


FIG. 9