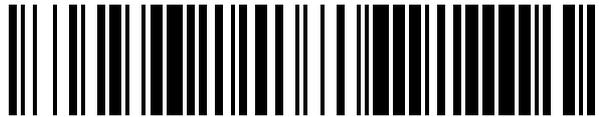


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **1 240 388**

21 Número de solicitud: 201931556

51 Int. Cl.:

G01N 25/20 (2006.01)

G01N 25/00 (2006.01)

12

SOLICITUD DE MODELO DE UTILIDAD

U

22 Fecha de presentación:

26.09.2019

30 Prioridad:

27.09.2018 EP 18382688

43 Fecha de publicación de la solicitud:

31.01.2020

71 Solicitantes:

**FUNDACIÓN CENTRO DE INVESTIGACIÓN
COOPERATIVA DE ENERGÍAS ALTERNATIVAS
CIC ENERGIGUNE FUNDAZIOA (100.0%)
Parque Tecnológico de Álava, Albert Einstein 48,
Edificio CIC
01510 Vitoria-Gasteiz (Araba/Álava) ES**

72 Inventor/es:

**GONZÁLEZ FERNÁNDEZ, Luis;
GROSU, Yaroslav;
UDAYASHANKAR, Nithiyantham y
FAIK, Abdessamad**

74 Agente/Representante:

ARIAS SANZ, Juan

54 Título: **Recipiente de muestra de análisis térmico**

ES 1 240 388 U

DESCRIPCIÓN

Recipiente de muestra de análisis térmico

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere al campo del análisis térmico y, más particularmente, se refiere a un recipiente de muestra adecuado para análisis térmico.

10 **Antecedentes**

La determinación de las propiedades termofísicas de los materiales tales como conductividad térmica, calor específico y viscosidad se puede llevar a cabo mediante varias técnicas de análisis térmico bien establecidas, tales como análisis de pulso láser (LFA) para determinar difusividad térmica, calorimetría diferencial de barrido (DSC) para determinar el calor específico, dilatometría (DIL) para determinar la expansión/contracción térmica, reología para determinar la viscosidad, etc.

En la práctica, la alta precisión de las técnicas más avanzadas para determinar las propiedades termofísicas ya se ha demostrado para la mayoría de los materiales tales como polvos, cerámicas, óxidos y aleaciones metálicas. Por ejemplo, el documento de Patente US 7.976.215 B2 describe un aparato y un método para aumentar la precisión de las mediciones de difusividad térmica con la técnica LFA mediante el cálculo del espesor aparente del grafito de una muestra revestida de grafito que se mide basándose en el valor de resistencia térmica. El documento de Patente US 4.928.254 B2 describe el uso de una sofisticada técnica de procesamiento de señales.

Sin embargo, la naturaleza de algunos materiales puede introducir un error significativo en la determinación de sus propiedades, como en el caso conocido de las sales inorgánicas fundidas. Como ejemplo, la mezcla no eutéctica bien conocida de nitrato de sodio y nitrato de potasio (60 % en peso y 40 % en peso, respectivamente), conocida en el mercado como sal solar, se usa habitualmente como material de almacenamiento de energía térmica y/o fluido de transferencia de calor en la industria de la energía solar concentrada (CSP) [T. Bauer *et al.* Applied Energy 111 (2013) 1114-1119]. Por lo tanto, la determinación con alta precisión de las propiedades termofísicas de la sal solar en el intervalo de aplicación de la temperatura de trabajo (entre 300 °C y 565 °C) es un factor crucial tanto para apoyar el

diseño de plantas de CSP como para desarrollar nuevas sales inorgánicas con propiedades termofísicas mejoradas.

5 Durante los últimos años, la calidad y la precisión de los datos de las propiedades termofísicas de las sales inorgánicas se han sometido a un gran debate debido a la discrepancia entre los resultados experimentales publicados obtenidos por diferentes grupos que usan diferentes técnicas para determinar la misma propiedad [T. Bauer *et al.* Applied Energy 111 (2013) 1114-1119]. Por ejemplo, la Figura 3 de N. Pflieger *et al.* [Beilstein Journal of nanotechnology 6 (2015) 1487-1497] muestra los valores de la conductividad
10 térmica de la misma sal inorgánica (sal solar) publicada por diferentes autores usando diferentes técnicas y diferentes protocolos de medición. En este caso también se puede observar una gran discrepancia en los resultados.

En 2016, once instituciones llevaron a cabo un ensayo interlaboratorio independiente (*round robin*) para determinar el calor específico de la misma sal solar de partida en fases sólidas y líquidas en el intervalo de temperatura de 100-450 °C [H. Navarro *et al.* SolarPaces 2016, AIP Conf. Proc. 1850, 080017-1-080017-8]. La Figura 1 de Navarro *et al.* muestra el calor específico experimental obtenido por ocho socios usando cuatro calorímetros de barrido diferencial diferentes pero el mismo método de preparación para llenar los crisoles de
20 aluminio y el mismo protocolo de medición. Se observó una gran discrepancia entre los valores de calor específico informados por los diferentes socios de este trabajo.

En vista de lo anterior, existe la necesidad de conseguir mediciones precisas de diferentes propiedades termofísicas de las sales fundidas, tales como calor específico y conductividad
25 térmica, entre otras.

Breve descripción de la invención

Los autores de la presente invención han descubierto de forma sorprendente que los
30 recipientes de muestra hechos parcial o totalmente de materiales de baja tensión superficial permiten mejorar la precisión de los resultados de las mediciones de análisis térmico llevadas a cabo en sales fundidas.

Por lo tanto, en un primer aspecto, la invención se refiere a un recipiente de muestra para
35 colocar una muestra de sal fundida en un aparato de análisis térmico, caracterizado porque el recipiente de muestra está hecho parcial o totalmente de un material de baja tensión

superficial que tiene una tensión superficial inferior a 1000 mNm^{-1} .

El recipiente de muestra de la presente invención es adecuado en análisis térmicos convencionales tales como análisis de pulso láser (LFA), calorimetría diferencial de barrido
5 (DSC), análisis térmico simultáneo (STA), dilatometría, reología, etc.

Además, el recipiente de muestra de la presente invención no requiere la modificación del diseño o los métodos de fabricación de los recipientes de muestra o portamuestras convencionales conocidos por los expertos en la materia.
10

De ese modo, otro aspecto de la invención se refiere a un aparato de análisis térmico que comprende un recipiente de muestra como se ha definido anteriormente.

Figuras

15

Figura 1: representación esquemática de los fenómenos de humectación de una sal fundida que humedece la superficie del recipiente de muestra. (a) A una temperatura por debajo del punto de fusión ($T < T_m$), la sal fundida forma una capa uniforme adecuada. (b) A una temperatura superior al punto de fusión ($T > T_m$), la sal fundida forma un menisco cóncavo y
20 se extiende sobre las paredes del recipiente de un modo tal que se forma una capa no uniforme, que distorsiona fuertemente la medición.

Figura 2: ángulo de contacto entre sal solar (mezcla de un 60 % de NaNO_3 y un 40 % de KNO_3) y materiales de construcción comunes utilizados como recipientes de muestra
25 (alúmina, platino rodio (PtRh), zafiro y los aceros inoxidable SS316, SS304 y CS516).

Figura 3: ángulo de contacto entre sal solar (mezcla de un 60 % de NaNO_3 y un 40 % de KNO_3) y metales seleccionados (magnesio, cinc y plata) que se usan para la construcción de los recipientes de muestra.
30

Figura 4: ángulo de contacto entre sal solar (mezcla de un 60 % de NaNO_3 y un 40 % de KNO_3) y acero inoxidable 304 antes (izquierda) y después (derecha) del revestimiento con oro.

35 Figura 5: comparación de los valores de conductividad térmica obtenidos mediante la técnica de LFA utilizando crisoles de Pt/Rh y cinc, los de la bibliografía y el presente trabajo.

Descripción detallada de la invención

A menos que se definan de otro modo, todos los términos técnicos y científicos que se usan
5 en el presente documento tienen el mismo significado que entiende habitualmente el experto
en la materia a la que pertenece la presente divulgación.

En un aparato de análisis térmico habitual, la muestra que se analiza se coloca en un
recipiente de muestra. Es necesario un contacto adecuado entre la muestra y la superficie
10 del recipiente de muestra para obtener resultados correctos.

Los autores de la presente invención han observado de forma sorprendente que, cuando la
muestra es una sal fundida, debido a su baja tensión superficial, la sal fundida humedece
fuertemente la superficie del recipiente de la muestra, lo que da como resultado la formación
15 de menisco cóncavo en la superficie del recipiente de muestra y, por lo tanto, el
desplazamiento de la sal fundida desde el centro del recipiente a sus paredes.

Sin estar sujeto a ninguna teoría en particular, los autores de la presente invención creen
que esto se debe a que, impulsada por fenómenos de humectación, la sal fundida tiende a
20 aumentar la superficie de contacto. Como resultado, se forma una capa de sal fundida de
espesor no uniforme, lo que genera un error inaceptable en la medición. Este problema se
muestra de forma esquemática en la Figura 1 utilizando, a modo de ejemplo no limitante, un
esquema de un recipiente de muestra de Análisis de pulso láser.

25 Por lo tanto, el propósito de la presente invención es resolver el problema de las mediciones
imprecisas de las propiedades termofísicas de sales fundidas relacionado con los
fenómenos de humectación.

De ese modo, la presente invención se refiere a un recipiente de muestra para colocar una
30 muestra de sal fundida en un aparato de análisis térmico, caracterizado porque el recipiente
de muestra está hecho parcial o totalmente de un material de baja tensión superficial que
tiene una tensión superficial inferior a 1000 mNm^{-1} .

En el contexto de la presente invención, la expresión "recipiente de muestra" se refiere a un
35 elemento configurado para soportar o contener una muestra que se mide en un aparato de
análisis térmico, de un modo tal que la muestra que se mide esté en contacto directo con la

superficie del recipiente de muestra. En un aparato de análisis térmico habitual, la muestra que se analiza se coloca en el recipiente de muestra que se puede colocar en un soporte de muestra que a su vez se inserta en un horno que somete la muestra a un programa de temperatura y una atmósfera deseados. El recipiente de muestra puede incluir además una
5 tapa que pueda cerrarse de forma hermética. El experto en la materia entiende fácilmente que un recipiente de muestra como se define en el presente documento no puede ser una olla de cocción debido a las diferentes dimensiones y fines.

La expresión "análisis térmico" se refiere a las técnicas que estudian la relación entre una
10 propiedad de la muestra y su temperatura y/o la propiedad termofísica de una muestra a una temperatura dada.

A modo de ejemplos no limitantes, el recipiente de muestra de la presente invención es adecuado para técnicas de análisis térmico tales como análisis térmico dieléctrico (DEA),
15 análisis térmico diferencial (DTA), calorimetría diferencial de barrido (DSC), dilatometría (DIL), análisis mecánico dinámico (DMA o DMTA), análisis de gas desprendido (EGA), análisis de pulso láser (LFA), análisis termogravimétrico (TGA), análisis termomecánico (TMA), análisis termoóptico (TOA), reometría o análisis térmico simultáneo (STA).

20 En una realización preferente, el recipiente de muestra de la invención está configurado para llevar a cabo análisis de calorimetría diferencial de barrido (DSC), dilatometría (DIL), análisis de pulso láser (LFA), análisis térmico simultáneo (STA) o reometría, más preferentemente análisis de pulso láser (LFA).

25 La expresión "calorimetría diferencial de barrido" o "DSC" se refiere a la medición de los cambios de flujo térmico frente a la temperatura o el tiempo. El término "dilatometría" o "DIL" se refiere a la medición de los cambios de volumen con el cambio de temperatura. La expresión "análisis de pulso láser" o "LFA" se refiere a la medición de la difusividad térmica, que se usa para calcular la conductividad térmica. La expresión "análisis térmico simultáneo"
30 o "STA" se refiere a la medición simultánea de termogravimetría (TGA) y calorimetría diferencial de barrido (DSC) para la misma muestra en un solo instrumento. El término "termogravimetría" (TGA) se refiere a la medición del cambio de masa frente a la temperatura o el tiempo. El término "reometría" se refiere a la medición del flujo de materia (principalmente en estado líquido, pero también en forma de "sólidos blandos" o sólidos en
35 condiciones en las que responden con un flujo plástico en lugar de deformarse de forma elástica) en respuesta a una fuerza aplicada y para una temperatura específica.

En una realización preferente, el recipiente de muestra se coloca en un aparato de calorímetro diferencial de barrido (DSC), un aparato de análisis de pulso láser (LFA), un aparato de análisis térmico simultáneo (STA), un dilatómetro o un reómetro, más
5 preferentemente en un aparato de análisis de pulso láser (LFA).

La expresión "sal fundida" se refiere a una sal que es sólida a temperatura y presión estándares (STP) pero entra en fase líquida debido al aumento de temperatura. Algunos ejemplos no limitantes de sales fundidas adecuadas en la presente invención son nitratos,
10 nitritos, carbonatos, cloruros, fluoruros, acetatos y las mezclas de los mismos.

En una realización preferente, la sal fundida es sal solar (mezcla no eutéctica de un 60 % en peso de nitrato de sodio y un 40 % en peso de nitrato de potasio).

15 Los materiales habituales para los recipientes de muestras de análisis térmico son metales que tienen una tensión superficial superior a 1200 mNm^{-1} en sus puntos de fusión, tales como aluminio y aceros inoxidable para temperaturas bajas y moderadas ($< 600 \text{ }^\circ\text{C}$); platino y aleaciones del grupo del platino tales como platino/rodio (Pt/Rh), aleaciones basadas en níquel y zafiro para temperaturas más elevadas ($600\text{-}1000 \text{ }^\circ\text{C}$); y cerámicas
20 tales como alúmina para temperaturas muy elevadas ($> 1000 \text{ }^\circ\text{C}$).

En el contexto de la presente invención, la expresión "tensión superficial" se refiere a la fuerza neta intermolecular de las moléculas superficiales de un material en su punto de fusión. Las unidades de tensión superficial son Nm^{-1} . Los métodos que se usan para medir
25 la tensión superficial son preferentemente el método de placa, el método de estribo o el método de anillo de acuerdo con la norma ISO 304 para todos ellos. Los "materiales de alta tensión superficial" son los que tienen una tensión superficial mayor o igual a 1000 mNm^{-1} . Los "materiales de baja tensión superficial" son los que tienen una tensión superficial inferior a 1000 mNm^{-1} .

30

Los autores de la presente invención han observado que cuando se usa un recipiente de muestra convencional (hecho completamente de un material de alta tensión superficial que tiene una tensión superficial mayor o igual a 1200 mNm^{-1}), el ángulo de contacto entre las sales fundidas y la superficie del recipiente de muestra es inferior a 90° .

35

La expresión "ángulo de contacto (θ)" se refiere al ángulo entre la superficie de la sal fundida

y el contorno de la superficie del recipiente de muestra de contacto.

Sin estar sujeto a ninguna teoría en particular, los autores de la presente invención creen que los valores de ángulo de contacto inferiores a 90° están relacionados con fenómenos de humectación, es decir, con una humectación parcial de la superficie del recipiente de muestra por parte de la muestra, lo que causa el desplazamiento de sal fundida desde el centro del recipiente a sus paredes debido a la formación de menisco cóncavo.

Por el contrario, los autores de la presente invención descubrieron que el ángulo de contacto entre las sales fundidas y los materiales de baja tensión superficial que tienen una tensión superficial inferior a 1000 mNm^{-1} era superior a 90° , lo que según la teoría explicada anteriormente sería una indicación de que se consiguió ese fenómeno de no humectación. Tal comportamiento limitará la migración de la sal fundida del centro a las paredes del recipiente de muestra debido a la formación de un menisco convexo como se ha explicado anteriormente.

En vista de lo expuesto anteriormente, la solución de la presente invención para resolver el problema de las mediciones imprecisas de las propiedades termofísicas de las sales fundidas, es un recipiente de muestra hecho parcial o totalmente de un material de baja tensión superficial que tiene una tensión superficial inferior a 1000 mNm^{-1} .

Por lo tanto, el recipiente de muestra de la invención puede estar hecho completamente de un material de baja tensión superficial que tiene una tensión superficial inferior a 1000 mNm^{-1} , es decir, el volumen total del recipiente de muestra está hecho de un material de baja tensión superficial. Alternativamente, el recipiente de muestra de la invención puede estar hecho parcialmente de un material de baja tensión superficial, es decir, el material de baja tensión superficial reviste completamente o, reviste parcialmente la superficie de un material de alta tensión superficial que tiene una tensión superficial mayor o igual a 1000 mNm^{-1} de un modo tal que la muestra que se mide solo esté en contacto directo con el material de baja tensión superficial.

En una realización preferente, el revestimiento de material de baja tensión superficial es una capa delgada, por ejemplo, una capa que tiene un espesor de 10 nm.

En una realización preferente, el material de alta tensión superficial en el recipiente de muestra que se ha definido anteriormente es una aleación de Pt/Rh.

En la presente invención, el recipiente de muestra que se ha definido anteriormente está hecho de un material de baja tensión superficial que no es un óxido metálico.

- 5 En una realización preferente, el recipiente de muestra que se ha definido anteriormente está hecho de un material de baja tensión superficial que tiene una tensión superficial inferior a 1000 mNm^{-1} , y más preferentemente en una forma no oxidada.

Algunos ejemplos no limitantes de materiales de baja tensión superficial adecuados para la construcción del recipiente de muestra de la invención son metales seleccionados entre el grupo que incluye Li, Na, K, Rb, Cs, Mg, Ca, Sr, Ba, Ti, Eu, Yb, Sm, Pb, Sb, Bi, Se, Te, Sn, In, Cd, Ge, Nd, La, Ce, Gd, Tb, Hb, Er, Dy, Si, Y, Lu, Th, Be, Au, Zn y las aleaciones de los mismos.

- 10
- 15 En una realización preferente, el material de baja tensión superficial es Zn, Mg, Ag o las aleaciones de los mismos, más preferentemente el material de baja tensión superficial es Zn.

Es ventajoso que, en el caso de que el recipiente de muestra se coloque en un portamuestras, el material del recipiente de muestra sea compatible con el material del portamuestras, pues de lo contrario se pueden producir reacciones que pueden dañar el recipiente de muestra y el portamuestras e introducir señales indeseables en las mediciones.

- 20
- 25 El recipiente de muestra de la presente invención no requiere la modificación del diseño de los recipientes de muestra o los portamuestras convencionales conocidos por los expertos habituales en la materia.

Por lo tanto, algunos ejemplos no limitantes de diseños adecuados para el recipiente de muestra de la presente invención son crisoles, portamuestras de DSC, cápsulas y geometrías de reómetro tales como placas paralelas, placas cónicas o cilindros concéntricos.

En una realización preferente, el recipiente de muestra es un crisol.

35

Para llevar a cabo una medición en un aparato de análisis térmico, la muestra que se mide

se coloca en el recipiente de muestra. El recipiente de muestra se somete con la muestra a un programa de temperatura y se observa el comportamiento térmico. El recipiente de muestra debe ser capaz de soportar alta presión en ciertos casos y de ese modo se diseña como un recipiente de alta presión.

5

El recipiente de muestra de la presente invención no requiere la modificación del diseño del aparato de análisis térmico convencional conocido por los expertos en la materia. Por lo tanto, el recipiente de muestra de la presente invención es adecuado para llevar a cabo mediciones de análisis térmico.

10

Otro aspecto de la invención se refiere a un aparato de análisis térmico que comprende el recipiente de muestra que se ha definido anteriormente.

El aparato de análisis térmico convencional comprende por lo general al menos un
15 recipiente de muestra colocado en un portamuestras, un horno, un programador de temperatura y un sistema de registro.

De ese modo, en una realización preferente, el aparato de análisis térmico que se ha
20 definido anteriormente comprende el recipiente de muestra de la presente invención colocado en un portamuestras.

A modo de ejemplo, un aparato de calorimetría diferencial de barrido (DSC) comprende
25 además dos termopares conectados a un voltímetro. Un termopar se coloca por lo general en un material inerte tal como alúmina, mientras que el otro se coloca en una muestra del material en estudio. A medida que aumenta la temperatura, hay una breve desviación del voltímetro si la muestra está experimentando una transición de fase. Esto ocurre porque la entrada de calor aumenta la temperatura de la sustancia inerte, pero se incorpora como calor latente en la fase cambiante del material.

30 Otro ejemplo es un aparato de análisis de pulso láser (LFA) que además comprende, en una configuración vertical, una fuente de luz (por ejemplo, láser, lámpara de pulsos) que calienta la muestra desde el lado inferior y un detector en la parte superior detecta el aumento de temperatura dependiente del tiempo. Para medir la difusividad térmica, que depende en gran medida de la temperatura, a diferentes temperaturas, la muestra se puede colocar en un
35 horno a temperatura constante.

Por lo tanto, el recipiente de muestra de la presente invención es adecuado para llevar a cabo mediciones de análisis térmico en cualquier aparato de análisis térmico convencional.

5 El recipiente de muestra de la presente invención no requiere la modificación de los métodos de fabricación de los recipientes de muestra o los portamuestras convencionales conocidos por los expertos habituales en la materia.

10 La presente invención permite la medición de diferentes propiedades termofísicas de sales fundidas con una precisión mejorada. Esto se debe, como se ha explicado anteriormente, a que el recipiente de muestra de la invención está hecho parcial o totalmente de un material de baja tensión superficial que tiene una tensión superficial inferior a 1000 mNm^{-1} , lo que evita fenómenos de humectación.

15 Ejemplos

La presente invención se describirá a continuación por medio de ejemplos que sirven para ilustrar la construcción de y someter a ensayo las realizaciones ilustrativas. Sin embargo, se ha de entender que la presente invención no está limitada en modo alguno por los siguientes ejemplos.

20

Medición de ángulos de contacto entre sal solar y materiales comunes usados para la construcción de crisoles de análisis térmico

25 Se midieron los ángulos de contacto entre sal solar y materiales habituales usados para la construcción de crisoles (alúmina, platino rodio (PtRh) y zafiro para LFA, y los aceros inoxidable SS316, SS304 y CS516 para reómetro) como se muestra en la Figura 2.

30 Como se puede observar, en todos los casos el ángulo de contacto fue inferior a 90° , lo que corresponde a una humectación parcial de la superficie del crisol por parte de la muestra, causando el desplazamiento de la sal desde el centro del crisol a sus paredes debido a la formación de menisco cóncavo.

Medición de ángulos de contacto entre sal solar y Mg, Zn y Ag.

35 La Figura 3 muestra las medidas del ángulo de contacto entre sal solar y los metales seleccionados Mg, Zn y Ag.

Como se puede observar, en todos estos casos, el ángulo de contacto fue superior a 90° , lo que fue una clara indicación de que se lograron fenómenos no humectantes. Tal comportamiento limitó la migración de la sal fundida desde el centro a las paredes del crisol debido a la formación de menisco convexo en el crisol.

Medición de ángulos de contacto entre sal solar y acero inoxidable (SS 304) tal como se recibe y revestido con oro.

Para verificar el comportamiento de la sal fundida con un material de alta tensión superficial revestido con uno de tensión superficial inferior, se sometió un crisol de acero inoxidable SS 304 (alta tensión superficial) común a un revestimiento con oro de 10 nm de espesor.

La Figura 4 compara el ángulo de contacto entre la sal solar y este material constructivo antes y después del revestimiento con oro. El valor del ángulo de contacto fue superior a 90° en el crisol revestido, mientras que fue inferior en el no revestido. Se puede concluir que cuando se revistió un material de alta tensión superficial con otro material con tensión superficial inferior, el ángulo de contacto se modificó de acuerdo con el último.

Medición de la conductividad térmica de sal solar en un crisol de Zn.

Se construyó un crisol de LFA hecho de Zn (tensión superficial inferior) con un diseño similar a los crisoles comerciales convencionales de platino-rodio.

Los resultados experimentales de la conductividad térmica obtenidos para la sal solar con el crisol de platino/rodio original y el crisol de cinc se representan en la Figura 5 y se comparan con los valores publicados en la bibliografía en los que \square se refiere a Ho B. *et al.* Australian Journal of Chemistry 18.8 (1965)1171-1176; \circ se refiere a McDonald J. y Davis H.T. The Journal of Physical Chemistry, 74(4) (1970) 725-730; \triangle se refiere a Omotani T. *et al.* International Journal of Thermophysics, 3(1) (1982) 17-26; ∇ se refiere a Santini R. *et al.* International journal of heat and mass transfer 27.4 (1984): 623-626; \diamond se refiere a Kitade S. *et al.* High Temperatures-High Pressures, 21(2) (1989) 219-224; \diamondsuit se refiere a Zavoico A. B. Sandia National Laboratories, SAND2001-2100, (2001) Albuquerque, NM; \bullet y \star se refieren al crisol de platino/rodio y al crisol de cinc de la presente invención, respectivamente.

Como se puede observar en el gráfico, cuando se utilizó el crisol de platino-rodio

convencional, los valores obtenidos fueron mucho más bajos en comparación con los de la bibliografía.

5 Los autores de la presente invención creen que los valores más bajos obtenidos se debieron principalmente a la migración de la sal desde el centro hacia las paredes del crisol y su reemplazo por la atmósfera del gas que se usa en las mediciones, es decir, argón con un valor de conductividad térmica inferior ($0,01772 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$) que el de la sal solar (aproximadamente $0,48 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$).

10 Por otra parte, los valores de conductividad térmica obtenidos con el crisol de cinc fueron muy cercanos a los de la bibliografía, lo que confirma que la migración de la muestra desde el centro del recipiente de muestra fue la razón principal de los bajos valores obtenidos en la medición anterior. Los resultados obtenidos demuestran que se eliminaron los fenómenos de humectación mediante el uso de material de baja tensión superficial y se mantuvo una
15 capa uniforme durante las mediciones.

REIVINDICACIONES

1. Un recipiente de muestra para colocar una muestra de sal fundida en un aparato de análisis térmico, caracterizado porque el recipiente de muestra está hecho parcial o
5 totalmente de un material de baja tensión superficial que tiene una tensión superficial inferior a 1000 mNm^{-1} en su punto de fusión, medida de acuerdo con al menos uno de los métodos seleccionados entre el método de la placa, el método del estribo o el método del anillo de acuerdo con la norma ISO 304, y en el que el ángulo de contacto entre dicha sal fundida y dicho material de baja tensión superficial es superior a 90° y en el que dicho material de baja
10 tensión superficial no es un óxido metálico y en el que el recipiente de muestra no es una olla de cocción.
2. El recipiente de muestra de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el aparato de análisis térmico es un aparato de calorimetría diferencial de barrido, un aparato de análisis
15 de pulso láser, un aparato de análisis térmico simultáneo, un dilatómetro o un reómetro.
3. El recipiente de muestra de acuerdo con la reivindicación 2, en el que el aparato de análisis térmico es un aparato de análisis de pulso láser.
- 20 4. El recipiente de muestra de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la sal fundida es sal solar.
5. El recipiente de muestra de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el recipiente de muestra está hecho de un material de baja tensión
25 superficial que tiene una tensión superficial inferior a 1000 mNm^{-1} y un material de alta tensión superficial que tiene una tensión superficial mayor o igual que 1000 mNm^{-1} , en el que el material de baja tensión superficial reviste la superficie del material de alta tensión superficial.
- 30 6. El recipiente de muestra de acuerdo con la reivindicación 5, en el que el material de alta tensión superficial es una aleación de Pt/Rh.
7. El recipiente de muestra de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que el material de baja tensión superficial es Zn, Mg, Ag o las aleaciones de los mismos.
35
8. El recipiente de muestra de acuerdo con la reivindicación 7, en el que el material de baja

tensión superficial es Zn.

9. El recipiente de muestra de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que el recipiente de muestra es un crisol.

5

10. Un aparato de análisis térmico que comprende un recipiente de muestra de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9.

11. El aparato de análisis térmico de acuerdo con la reivindicación 10, en el que el recipiente
10 de muestra está en un portamuestras.

Figura 1

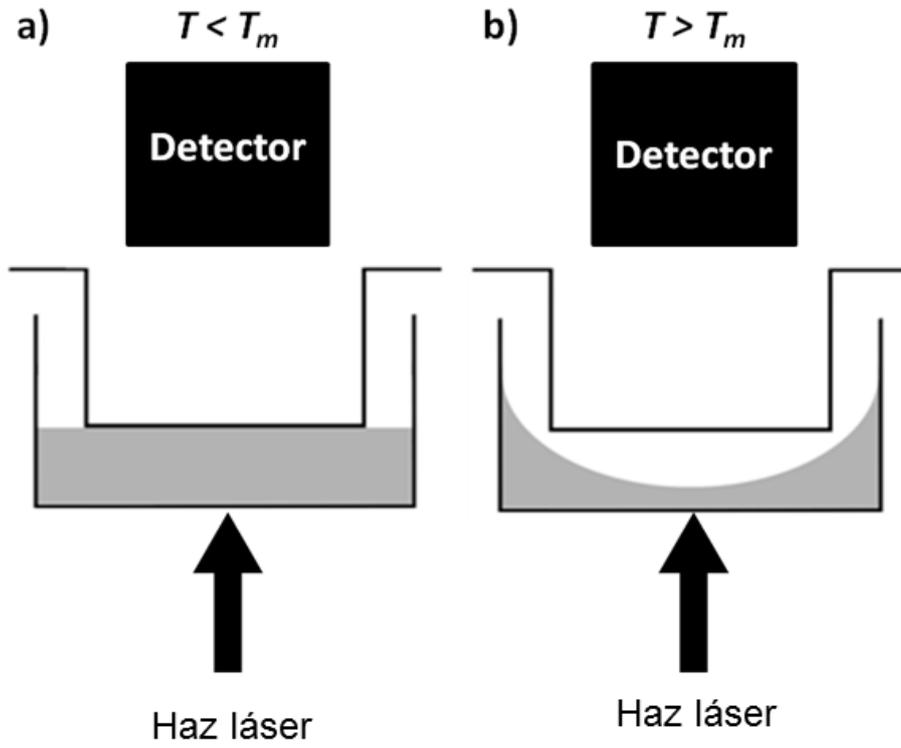


Figura 2

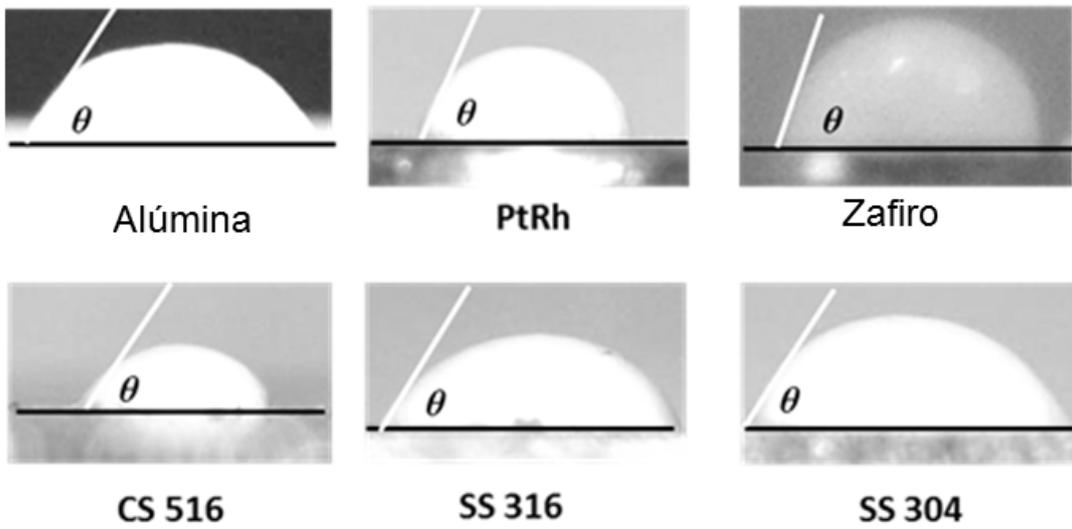


Figura 3

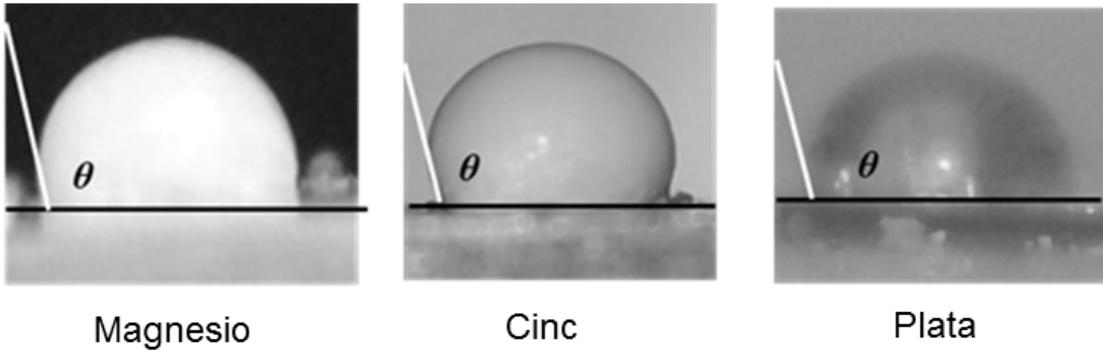


Figura 4

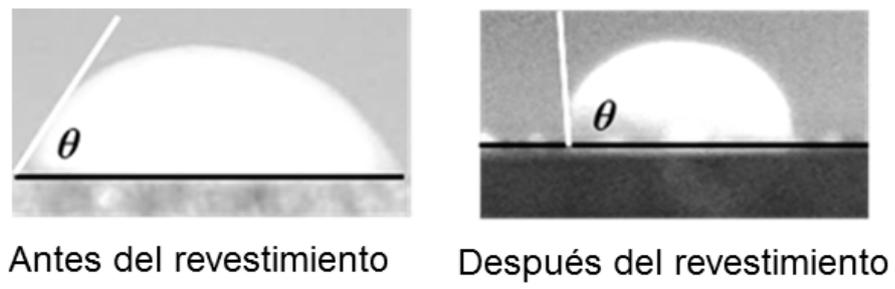


Figura 5

