

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 371 137**

51 Int. Cl.:  
**G01K 17/00** (2006.01)  
**G01N 25/26** (2006.01)  
**G01N 25/44** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **08853297 .3**  
96 Fecha de presentación: **20.11.2008**  
97 Número de publicación de la solicitud: **2212666**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **04.08.2010**

54 Título: **CALORÍMETRO CON UN RECIPIENTE DE DISGREGACIÓN Y UNA CAMISA DE AGUA.**

30 Prioridad:  
**29.11.2007 DE 102007057463**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**27.12.2011**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**27.12.2011**

73 Titular/es:  
**IKA - WERKE GMBH & CO. KG  
JANKE UND KUNKEL STRASSE 10  
79219 STAUFEN, DE**

72 Inventor/es:  
**PINHACK, Hubert**

74 Agente: **Lehmann Novo, Isabel**

ES 2 371 137 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**

Calorímetro con un recipiente de disgregación y una camisa de agua.

5 La invención concierne a un calorímetro con un recipiente de disgregación que contiene una cámara de combustión y en el que están previstos un dispositivo de alojamiento para una muestra y un dispositivo de encendido, así como al menos una tubería de alimentación de oxígeno, con una camisa de agua o camisa de líquido que rodea al recipiente de disgregación, con una sonda de temperatura que penetra en la camisa de agua o de líquido y con un recipiente exterior que rodea a la camisa de agua o de líquido.

10 Tales calorímetros son conocidos en múltiples formas, por ejemplo por los documentos DE 43 14 454 C1 o DE 100 24 147 C1. Para que la presión interior producida durante la combustión de una muestra no conduzca a una destrucción, el recipiente de disgregación que contiene la cámara de combustión debe tener una camisa gruesa y estable y, además, debe consistir en un material de alta calidad a fin de que no pueda perturbar o influenciar la combustión y no resulte él mismo dañado.

15 En la práctica, se ha visto que para una medición calorimétrica se necesitan en general alrededor de veinte minutos de tiempo, puesto que primero el calor correspondiente tiene que transmitirse a la camisa de agua a través del recipiente de disgregación de pared gruesa y tiene que distribuirse allí. Al mismo tiempo, los calorímetros ya conocidos son relativamente complicados y correspondientemente caros, puesto que es necesario todavía un aislamiento por fuera de la pared del vaso que contiene el agua o el líquido para excluir al menos en muy amplio grado las influencias del medio ambiente sobre el resultado de la medida.

20 Los documentos DE10024147 y US2005/0008063 reconocen el problema de la alta masa y de la inercia térmica correspondiente de los calorímetros conocidos con recipientes de presión y, por tanto, son conscientes del largo tiempo necesario para las mediciones. El documento DE10024147 resuelve este problema mediante un atemperado de la camisa de agua. El documento US2005/0008063 revela que, para acortar el tiempo de medición, tienen que hacerse más delgadas las paredes, y revela también la utilización de un recipiente de presión exterior.

Los documentos GB2089507, US4616938 y DE19542138 revelan otros calorímetros semejantes conocidos.

25 Por tanto, existe el problema de crear un calorímetro de la clase citada al principio en el que, sobre todo, el tiempo para realizar una medición sea lo más corto posible.

30 Para resolver este problema se ha previsto en el calorímetro definido al principio que el recipiente de disgregación esté configurado como un recipiente de presión y absorba a través de la camisa de agua o de líquido, en lo que sigue llamada, en aras de una mayor sencillez, "camisa de agua", la presión producida en la pared del recipiente de disgregación que cede bajo la presión durante una combustión realizada en el mismo, y se ha previsto también que, para compensar los movimientos del calor y las diferencias de la presión, la pared del recipiente de disgregación esté unida con su fondo a través de un asiento corredizo hermético que cede bajo la presión o bien esté dispuesta en el recipiente de disgregación una membrana, un fuelle o un pistón móvil.

35 Gracias a esta disposición es posible configurar con pared delgada el recipiente de disgregación que contiene la cámara de combustión, puesto que la presión producida durante la combustión en este recipiente de disgregación que cede bajo la presión y eventualmente varía su volumen es conducida al recipiente de presión exterior a través del líquido incompresible o del agua incompresible y es absorbida por este recipiente de presión, con lo que la transmisión de calor del recipiente de disgregación al agua puede tener lugar de una manera correspondientemente rápida. El proceso de medida necesita un tiempo correspondientemente reducido. Al mismo tiempo, se necesita menos cantidad del material relativamente caro para el recipiente de disgregación.

40 Por tanto, la invención hace posible que el recipiente de disgregación esté configurado con pared delgada en proporción al recipiente de presión exterior y su espesor de pared sea más pequeño que el espesor de pared del recipiente de presión.

45 Una ejecución conveniente de la invención puede prever que el lado interior de la pared del recipiente de presión este provisto de un aislamiento para aislarlo frente a influencias exteriores y para reducir el transporte de energía del recipiente de disgregación hacia o hasta dentro del recipiente de presión a través del líquido o el agua incompresible que circunda a dicho recipiente de disgregación. Se puede conseguir así que se caliente ciertamente el líquido o el agua, pero no el recipiente de presión, lo que podría falsear la medición. Por tanto, el recipiente de presión puede absorber ciertamente la presión que se presenta durante la combustión de una muestra, pero él mismo tan sólo se calienta en pequeño grado y, juntamente con el aislamiento situado en su lado inferior, hace que las influencias exteriores se mantengan alejadas de la camisa de agua, con lo que se evitan al menos en amplio grado falseamientos del resultado de medida dimanantes de esto.

50 Es favorable a este respecto que el aislamiento sea un recipiente aislante. Éste puede prefabricarse de manera sencilla y conveniente e insertarse después en el recipiente exterior.

Una ejecución conveniente de, sobre todo, el aislamiento puede prever que este aislamiento o el recipiente aislante esté distanciado del lado interior del recipiente de presión o toque sólo esporádicamente el lado interior del recipiente de presión. De este modo, se puede mantener todavía entre el recipiente de presión y el aislamiento un espacio aislante que mejora la acción de aislamiento.

- 5 Entre el recipiente de presión y el aislamiento o el recipiente aislante pueden estar previstos distanciadores y/o deformaciones dispuestas en uno o ambos recipientes, tales como nervios, botones o similares. La presión que actúa también sobre el aislamiento durante la combustión de una muestra puede transmitirse así mejor al recipiente exterior o recipiente de presión. Al mismo tiempo, estos distanciadores pueden dimensionarse tan pequeños respecto de su sección transversal y dimensión que no se puedan transmitir cantidades de calor apreciables a través de ellos.

Al menos el recipiente de disgregación puede consistir en un material estable frente a la temperatura y/o los productos químicos, por ejemplo un material de metal, cerámica y/o plástico. Incluso es posible un plástico debido a que el propio recipiente de disgregación no tiene que absorber presión alguna, sino que transmite esta presión al recipiente de presión exterior a través de la camisa de agua.

- 15 El recipiente de presión y/o el recipiente aislante pueden consistir en metal, cerámica y/o plástico. La elección del material se puede hacer aquí en función de las muestras que en general deberán quemarse y analizarse en ellos.

Otra ejecución de la invención puede prever que en el lado exterior del recipiente de presión esté dispuesto un aislamiento o envoltura aislante. Esto puede servir para mejorar la exclusión de influencias externas. Además, se puede evitar o economizar así un recipiente aislante dentro del recipiente de presión.

- 20 En el espacio entre el vaso de disgregación, lleno del líquido o del agua incompresible durante el uso, y el recipiente de presión puede estar previsto al menos un medio para mover el líquido o un agitador. Se puede acelerar así la distribución del calor producido al quemar una muestra.

Es especialmente favorable que en el espacio del calorímetro lleno del líquido o del agua incompresible durante el uso esté previsto o dispuesto un agitador magnético.

- 25 Por tanto, la circulación de líquido a realizar en este espacio o espacio intermedio para lograr una rápida compensación del calor puede efectuarse con la parte magnéticamente accionable y móvil de un agitador magnético. Resulta así posible el movimiento de circulación a las altas presiones producidas por la combustión, sin una conducción hacia fuera, tal como un árbol o similar. Asimismo, se evita el desarrollo de calor que influye sobre el procedo calorimétrico y que es originado por rozamiento de deslizamiento de un árbol de esta clase, que necesita una junta eficaz frente a alta presión.

En el espacio intermedio dispuesto entre el recipiente de disgregación y el recipiente de presión y que acoge en uso agua o un líquido incompresible puede estar prevista eventualmente más de una sonda de medida de temperatura, pudiendo estar distribuidas de preferencia uniformemente estas varias sondas de medida de temperatura. Se puede incrementar así la velocidad de medida y la precisión de medida.

- 35 Para lograr un balance de energía pueden estar dispuestas una o varias sondas de medida de temperatura en el lado exterior del recipiente de presión. Por tanto, se puede comprobar si y cuánto calor ha salido eventualmente también a través del recipiente de presión o qué diferencia de temperatura existe entre los dos lados de la pared del recipiente de presión.

- 40 Otra ejecución de la invención puede prever que en el recipiente de presión esté previsto un equipo de atemperado para ajustar una temperatura constante de este recipiente de presión. Se puede conseguir así que se excluyan influencias exteriores durante la medición.

- 45 La forma de la cámara de combustión dentro del recipiente de disgregación puede ser de cualquier clase y puede estar bombeada al menos en una zona parcial o puede ser cilíndrica en toda la altura o estar realizada como un fuelle para permitir una forma economizadora de espacio, si bien no tiene que prestarse atención a la resistencia a la presión, puesto que la presión se transmite de manera ventajosa, a través de la camisa de líquido, al recipiente exterior que sirve de recipiente de presión.

- 50 Sobre todo con la combinación de algunas o varias de las características y medidas anteriormente descritas se logra que todo el calorímetro pueda fabricarse con ahorro de espacio, es decir, con un volumen total netamente más pequeño que el de los calorímetros usuales hasta ahora, especialmente debido a que la presión producida durante la combustión de una muestra es absorbida por el recipiente, el cual limita también la camisa de agua o líquido en su lado exterior. Correspondientemente fácil y sencillo es su transporte y con una rapidez correspondiente pueden realizarse también en corto plazo las mediciones calorimétricas en sitios o lugares diferentes. A causa de la incompresibilidad del líquido puede ser suficiente aquí ya una pequeña flexibilidad frente a la presión o eventualmente una pequeña extensibilidad del recipiente de disgregación.

A continuación, se describen con detalle ejemplos de realización de la invención ayudándose del dibujo. Muestran en representación fuertemente esquematizada:

La figura 1, una sección vertical a través de un primer ejemplo de realización de un calorímetro según la invención y

5 La figura 2, una representación - correspondiente a la figura 1 - de un segundo ejemplo de realización del calorímetro según la invención.

En la descripción siguiente de dos ejemplos de realización las partes coincidentes en su función, aun cuando se hayan modificado en su conformación, reciben números de referencia coincidentes.

10 Un calorímetro designado en conjunto con 1 sirve para medir el calor de combustión de materias y presenta para ello un recipiente de disgregación 3 que contiene una cámara de combustión 2, en el que están previstos un dispositivo de alojamiento 4 para una muestra de esta clase y un dispositivo de encendido 5, así como una tubería de alimentación 6 para oxígeno.

El recipiente de disgregación 3 se encuentra aquí de la manera usual en un baño de agua, es decir que está rodeado por una camisa de agua 7, pudiendo estar previsto también otro líquido incompresible en lugar de agua. La tubería de alimentación 7a que va a la camisa de agua 7 está prevista en la zona del fondo.

15 En esta camisa de agua 7 o camisa de líquido penetra una sonda de medida de temperatura 8 para medir el calentamiento que se produce durante la combustión de una muestra. Asimismo, está previsto un recipiente exterior 9 que abraza a la camisa 7 de agua o de líquido.

20 Para conseguir tiempos de medida lo más cortos posible y al mismo tiempo también dimensiones relativamente pequeñas, el recipiente exterior 9 está configurado como un recipiente de presión y absorbe, a través de la camisa 7 de líquido o de agua, la presión producida en la pared 10 del recipiente de disgregación 3 durante la combustión realizada en el mismo, con lo que la pared 10 puede tener un espesor relativamente pequeño que influya sobre la transmisión de calor en grado correspondientemente reducido.

25 En las figuras se aprecia que el recipiente de disgregación 3 está construido con pared delgada en proporción al recipiente exterior 9 configurado como recipiente de presión, siendo el espesor de pared del recipiente de disgregación 3 netamente más pequeño que el espesor de pared del recipiente exterior o recipiente de presión 9, en lo que sigue llamado también "recipiente de presión 9".

30 En el ejemplo de realización según la figura 1 el lado interior de la pared del recipiente de presión 9 está provisto de un aislamiento para aislarlo frente a influencias exteriores que pudieran perjudicar la precisión de medida y para reducir el transporte de energía del recipiente de disgregación 3 al recipiente de presión 9 a través del agua de la camisa de agua 7 que circunda a dicho recipiente de disgregación, y dicho aislamiento es en el ejemplo de realización un recipiente aislante 11 que, por tanto, contiene la camisa de agua 7. Se aprecia claramente que el aislamiento, es decir, el recipiente aislante 11, está distanciado del lado interior del recipiente de presión 9 y sólo esporádicamente toca el lado interior del recipiente de presión 9 a través de distanciadores 12. La distancia así formada entre el recipiente aislante 11 y el recipiente exterior 9 puede reforzar el aislamiento.

35 En el ejemplo de realización según la figura 2 está previsto que en el lado exterior del recipiente de presión 9 esté dispuesto un aislamiento o una envoltura aislante 11a, con lo que se puede prescindir de un recipiente aislante 11 dentro del recipiente de presión 9. Se aprecia aquí entre esta envoltura aislante 11a y el recipiente de presión 9 una rendija de aire 12a que, juntamente con la envoltura aislante 11a, forma el aislamiento exterior. Se puede reducir así un transporte de energía del recipiente de presión o recipiente exterior 9 al medio ambiente.

40 Cabe mencionar que al menos el recipiente de disgregación 3, pero convenientemente también el recipiente de presión 9 y eventualmente el recipiente aislante 11, pueden consistir en un material estable frente a la temperatura y/o a los productos químicos, por ejemplo a base de metal, cerámica y/o plástico, con lo que se ahorra peso. De una manera no representada, en el lado exterior del recipiente de presión 9 podría estar dispuesto un aislamiento o una envoltura aislante para evitar aún mejor las influencias externas. En el espacio lleno en uso con el líquido o el agua incompresible, es decir, en la camisa de agua 7, se ha previsto en el ejemplo de realización según la figura 1 un medio para mover el líquido o el agua, concretamente un agitador 13, con el cual se puede mover de manera correspondiente el agua y así se puede distribuir rápida y uniformemente la temperatura reinante o incrementada en ella.

50 En el ejemplo de realización según la figura 2 se ha previsto también en el espacio lleno en uso con el líquido o el agua incompresible, es decir, en la camisa de agua 7, un medio para mover el líquido o el agua, en este caso un agitador magnético 13a, con el cual se puede mover también el líquido o el agua y se puede distribuir así rápida y uniformemente la temperatura reinante o incrementada en el mismo. Sin embargo, en contraste con el ejemplo de realización según la figura 1, no se necesita ningún árbol de accionamiento para el elemento agitador propiamente dicho, puesto que el agitador magnético 13 puede ser accionado de manera conocida sin contacto a través de un

acoplamiento magnético.

Eventualmente, podría estar prevista también más de una sonda de medida de temperatura 8 para poder captar variaciones de temperatura con mayor rapidez y con ello diferencias de temperatura que eventualmente se presenten.

5 Cabe mencionar todavía que, para compensar los movimientos de calor y las diferencias de presión, la pared 10 del recipiente de disgregación 3 está unida con el fondo 14 de éste a través de un asiento corredizo hermético 15. La compensación de presión puede efectuarse también por medio de una membrana, un fuelle o un pistón móvil dispuestos en el recipiente de disgregación.

10 Para el balance de energía, se puede disponer en el lado exterior del recipiente de presión 9 otra sonda de medida de temperatura 16 que está prevista entonces, en el ejemplo de realización, en el lado superior. De una manera no representada con detalle puede estar previsto todavía en el recipiente de presión 9 un equipo de atemperado para ajustar una temperatura constante del recipiente de presión 9 a fin excluir influencias externas sobre el resultado de medida.

15 El calorímetro 1 presenta un recipiente de disgregación 3 con cámara de combustión 2, en el que están previstos un dispositivo de alojamiento 4 para una muestra y un dispositivo de encendido 5, así como al menos una tubería de alimentación 6 para oxígeno. El recipiente de disgregación 3 está rodeado por una camisa 7 de líquido o de agua en la que penetra al menos una sonda de medida de temperatura 8. La camisa 7 de líquido o de agua es abrazada por un recipiente exterior 9 que está configurado como recipiente de presión y que, debido al asiento corredizo hermético 15, absorbe a través del agua o del líquido incompresible la presión que se produce en la pared 10 del recipiente de disgregación 3 durante la combustión de una muestra en el mismo. El recipiente de disgregación 3 puede estar configurado con una pared correspondientemente delgada, con lo que el calor producido durante la combustión de una muestra llega con una rapidez correspondiente a la sonda o sondas de medida de temperatura 8.

## REIVINDICACIONES

1. Calorímetro (1) con un recipiente de disgregación (3) que contiene una cámara de combustión (2) y en el que están previstos un dispositivo de alojamiento (4) para una muestra y un dispositivo de encendido (5), así como al menos una tubería de alimentación (6) para oxígeno, con una camisa (7) de líquido o de agua que rodea al recipiente de disgregación (3), con al menos una sonda de medida de temperatura (8) que penetra en la camisa (7) de líquido o de agua y con un recipiente exterior (9) que abraza a la camisa (7) de líquido o de agua, **caracterizado** porque el recipiente exterior (9) está configurado como recipiente de presión y, a través de la camisa (7) de líquido o de agua, absorbe la presión que se produce en la pared (10) del recipiente de disgregación (3) que cede bajo presión durante una combustión realizada en el mismo, y porque, para compensar movimientos de calor y diferencias de presión, la pared (10) del recipiente de disgregación (3) está unida con el fondo (14) de éste a través de un asiento corredizo hermético (15) que cede bajo presión o bien está dispuesta en el recipiente de disgregación (3) una membrana, un fuelle o un pistón móvil.
2. Calorímetro según la reivindicación 1, **caracterizado** porque el recipiente de disgregación (3) está construido con una pared delgada en proporción al recipiente de presión exterior y su espesor de pared es más pequeño que el espesor de pared del recipiente de presión (9).
3. Calorímetro según la reivindicación 1 ó 2, **caracterizado** porque el lado interior de la pared del recipiente de presión (9) está provisto de un aislamiento para aislarlo frente a influencias externas y para reducir el transporte de energía del recipiente de disgregación (3) al recipiente de presión (9) a través del agua que circunda a dicho recipiente de disgregación.
4. Calorímetro según la reivindicación 3, **caracterizado** porque el aislamiento del recipiente de presión (9) es un recipiente aislante (11).
5. Calorímetro según cualquiera de las reivindicaciones 3 ó 4, **caracterizado** porque el aislamiento o el recipiente aislante (11) está distanciado del lado interior del recipiente de presión (9) y/o toca tan sólo esporádicamente el lado interior del recipiente de presión (9).
6. Calorímetro según cualquiera de las reivindicaciones 3 a 5, **caracterizado** porque entre el recipiente de presión (9) y el aislamiento o recipiente aislante (11) están previstos unos distanciadores (12) y/o unas deformaciones, tales como nervios o botones, dispuestas en uno o ambos recipientes.
7. Calorímetro según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado** porque al menos el recipiente de disgregación (3) está constituido por un material estable frente a la temperatura y/o a los productos químicos, por ejemplo a base de metal, cerámica y/o plástico.
8. Calorímetro según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado** porque el recipiente de presión (9) y/o el recipiente aislante (11) son de metal, cerámica y/o plástico.
9. Calorímetro según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizado** porque en el lado exterior del recipiente de presión (9) está dispuesto un aislamiento o envoltura aislante.
10. Calorímetro según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado** porque en el espacio lleno en uso por el líquido o el agua incompresible está previsto al menos un medio para mover el líquido o un agitador (13).
11. Calorímetro según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, **caracterizado** porque en el espacio (7) lleno en uso por el líquido o el agua incompresible está previsto un agitador magnético.
12. Calorímetro según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, **caracterizado** porque en el espacio intermedio dispuesto entre el recipiente de disgregación (3) y el recipiente de presión (9) y que en uso recibe agua o un líquido incompresible están previstas más de una sonda de medida de temperatura (8), en particular uniformemente distribuidas.
13. Calorímetro según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, **caracterizado** porque, para establecer el balance de energía, están dispuestas una o varias sondas de medida de temperatura (16) en el lado exterior del recipiente de presión (9).
14. Calorímetro según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, **caracterizado** porque en el recipiente de presión (9) está previsto al menos un equipo de atemperado para ajustar una temperatura constante de este recipiente de presión (9).

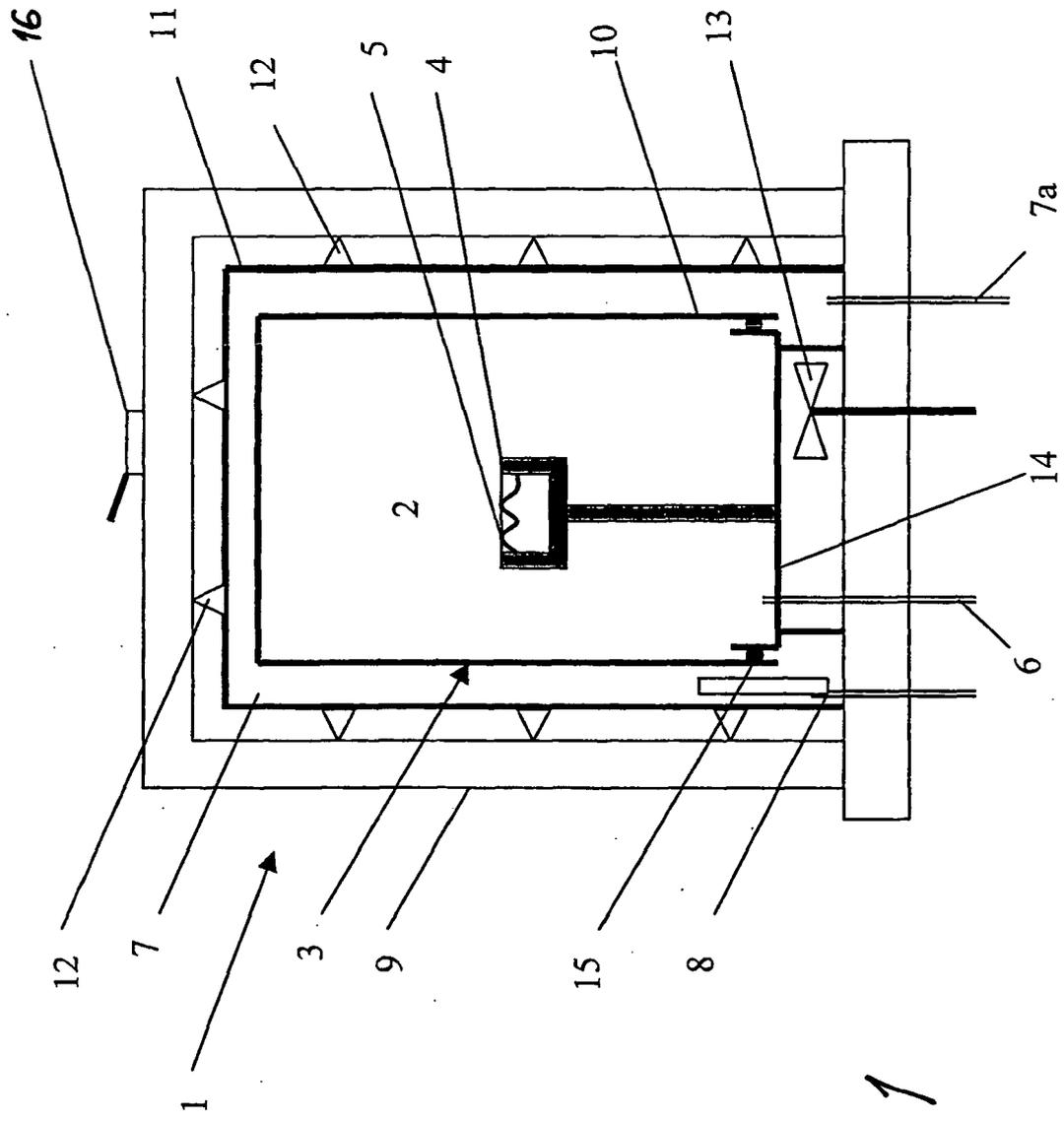


Fig. 1

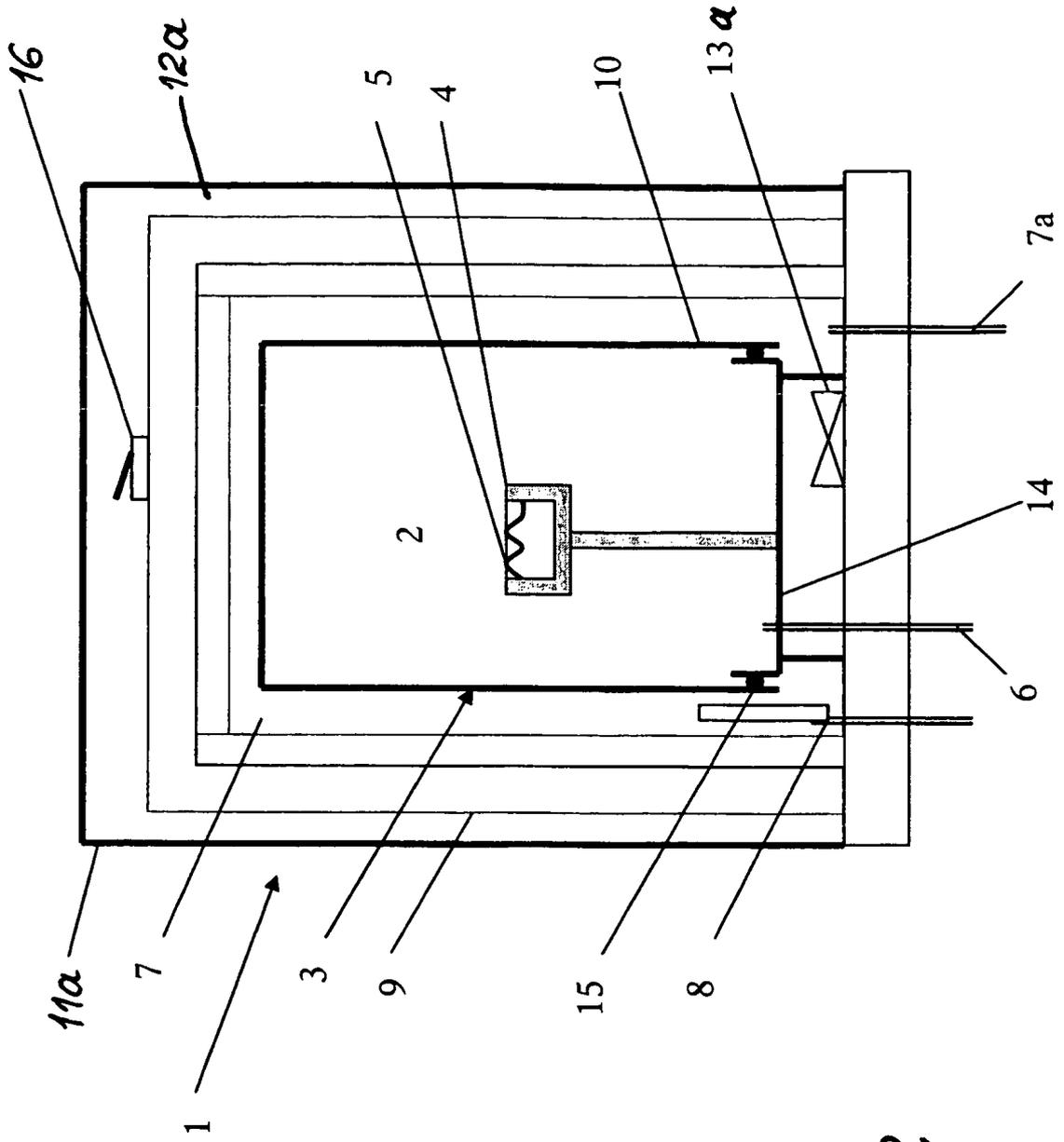


Fig. 2