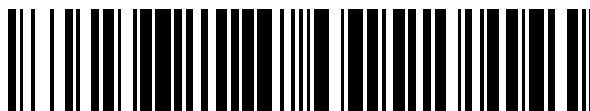


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 388 920**

51 Int. Cl.:
G01N 31/22 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **04003731 .9**
96 Fecha de presentación: **12.04.2000**
97 Número de publicación de la solicitud: **1431761**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **23.06.2004**

54 Título: **Indicadores de humedad**

30 Prioridad:
22.04.1999 GB 9909219

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
19.10.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
19.10.2012

73 Titular/es:
**PQ SILICAS UK LIMITED
BANK QUAY 4 LIVERPOOL ROAD WARRINGTON
CHESHIRE WA5 1AQ, GB**

72 Inventor/es:
**Moreton, Stephen y
Earl, Graham James**

74 Agente/Representante:
ballester cañizares, Rosalia

ES 2 388 920 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).

INDICADORES DE HUMEDAD

Descripción

[0001] La presente invención hace referencia a indicadores de humedad basados en sílice.

5 [0002] Los geles indicadores con cloruro de cobalto se utilizan en una gran variedad de aplicaciones, p.ej., para indicar el cambio de humedad en columnas de secado de gas. Otras aplicaciones de secado incluyen su uso en respiraderos de transformadores, respiraderos de depósitos, en la protección de electrónica y sistemas de telecomunicación y en desecadores de laboratorio. Se calcula que se
10 utilizan aproximadamente 2.000 toneladas de gel indicador con cloruro de cobalto cada año a nivel mundial.

[0003] Los geles con contenido de cobalto para el uso como indicadores de humedad se han revelado en US-A-2460071 (revela el cloruro de cobalto), US-A-2460089 (revela el bromuro de cobalto), US-A-2460073 (revela el yoduro de cobalto), US-A-
15 2460074 (revela el tiocianato de cobalto), US-A-2460085 (revela el sulfato de cobalto) y US-A-2460070 (revela el fosfato de cobalto).

[0004] El gel de sílice indicador se produce actualmente mediante la impregnación de gel de sílice húmedo o un hidrogel de sílice con una solución de cloruro de cobalto para producir un producto final seco granular que contiene un mínimo de un 0,5%
20 cloruro de cobalto y que es de color azul, cambiando al rosa cuando se ha adsorbido agua. El gel húmedo es gel de sílice que ha sido saturado con agua de la fase vapor para evitar la decrepitación en el momento de la impregnación. Si se añade la solución de cloruro de cobalto directamente al gel seco, el tamaño del grano se reduce.

[0005] El cloruro de cobalto se ha clasificado recientemente como carcinógeno de la
25 categoría 2 (notificación de la CEE, 15/12/98) con la consecuencia de que el gel indicador con cloruro de cobalto en usos industriales requerirá un control mucho más liviano para asegurar que se controlan de forma estricta los límites de exposición. Si no hubiera disponibles alternativas aceptables al gel indicador con cloruro de cobalto para indicar cuando se produce una saturación en las aplicaciones de secado de
30 gas/aire, por ejemplo, esto podría tener repercusiones graves en procesos posteriores de los usuarios, p.ej., corrosión por los daños de la humedad.

[0006] Los documentos US-A-2480072 y US-A-2460057 también revelan cloruro de cobre(II) y bromuro de cobre(II), respectivamente, pero estos compuestos no se consideran candidatos adecuados para un indicador de humedad comercial basado
35 en gel de sílice debido a la toxicidad potencial y consideraciones medioambientales.

[0007] Se ha demostrado que el compuesto de vanadio VOCl_3 , cuando está impregnado en gel de sílice produce un cambio de color de incoloro a amarillo, a

naranja, a rojo, a marrón, a medida que aumenta la humedad; véanse las siguientes referencias:

Belolserkovskaya et al., "indicator properties of vanadium-modified silicas and zeolites" Zh. Prikl. Khim. (Leningrad), 63(8), 1674-9;

5 Malygin, A.A. "Synthesis and study of physicochemical properties of vanadium-containing silica- a humidity indicator", Sb. Nauch. Tr. VNII Lyuminoforov I Osobo Chist. Vashchestv, 23, 24-8; y

Malygin, A.A. et al, "Study of properties of vanadium-containing silica gel", Zh. Prikl. Khim. (Leningrad), 52(9).2094-6.

10 **[0008]** Sin embargo, el VOCl_3 , es corrosivo, tóxico y difícil de preparar y manipular.

[0009] Por lo tanto, la presente invención trata el problema de producir un gel indicador seguro y alternativo a aquellos basados en cobalto o que contienen una sal metálica de transición que se considere tóxica.

15 **[0010]** El documento SU-988479 revela el uso de gel de sílice con contenido de Fe como detector de vapor de agua. El indicador contiene 0,537mg, átomo Fe^{2+} /g que corresponde a una capa de grupos de FeCl_2 unida a la superficie del gel.

[0011] El JP 06-086804 revela un artículo que consta de partículas finas de metal Fe sujetas a un soporte que consta de un cuerpo formado de gel de sílice resistente al agua. El artículo se prepara mediante la inmersión del gel de sílice en solución acuosa
20 que contiene sulfato ferroso e hidracina a proporciones casi iguales, y secado para hacer que el metal Fe precipite en la superficie del gel de sílice.

[0012] El SU-1239582 revela una composición de indicador para la determinación cualitativa de acetatos de alquilo en aire. La composición contiene Cr_2O_3 , H_2SO_4 y un soporte inerte. La sensibilidad y precisión del indicador fue aumentada mediante la
25 adición de gel de sílice como el soporte inerte y $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ y FeSO_4 a la composición. En el ejemplo, la solución de FeSO_4 se mezcla con gel de sílice y se calienta durante 2 horas a 950-1050°C.

[0013] El SU-109298 revela la adición de SO_3 , $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$ y MnSO_4 o FeSO_4 a una mezcla de indicador utilizada en la determinación de clorobenceno en aire para
30 aumentar la precisión del método. La mezcla también contiene gel de sílice y agua.

[0014] La invención proporciona un método para producir un indicador de humedad según la reivindicación 1, y también proporciona un indicador de humedad obtenible por el método.

35 **[0015]** Normalmente, se usa gel de sílice húmedo como soporte; sin embargo, se pueden usar otras formas de sílice en la producción del soporte basado en sílice, p.ej., hidrogel de sílice o gel de sílice seco. El material basado en sílice puede tener cualquiera de las formas físicas disponibles normalmente. En concreto, la forma puede

ser de gránulos irregulares o aproximadamente perlas esféricas (a menudo llamadas gel de sílice esférico o perlado).

5 **[0016]** La presencia de sales de hierro implanta un color amarillo o ámbar al soporte basado en sílice seco. Cuando el indicador se expone a la humedad, entonces adsorbe agua y se observa como el color pierde intensidad hasta que se vuelve casi incoloro cuando el soporte basado en sílice se encuentra casi saturado con agua. Este efecto se ha observado que es general para aquellas sales de hierro que han sido examinadas.

10 **[0017]** Una vez que la amplitud de exposición del indicador a la humedad ha provocado un cambio de color del amarillo/ámbar a casi incoloro el soporte basado en sílice puede procesarse, p.ej., mediante calor, para restablecer su color, y reutilizarlo para el control de la humedad.

15 **[0018]** El efecto al que se hace referencia arriba, es decir, el cambio de color de amarillo o ámbar a casi incoloro, se ha observado en todas las sales de hierro examinadas, p.ej., sales de hierro simples como sulfato férrico, cloruro férrico o nitrato de hierro y sales que tienen al menos dos cationes de los cuales uno es hierro(II) o hierro(III), cuyos ejemplos son sulfato de hierro(III) amoniacal, sulfato de hierro(II) amoniacal y sulfato de hierro(III) y potasio. Se ha descubierto que el efecto es especialmente pronunciado para los sulfatos dobles y alumbres.

20 **[0019]** Aunque no deseamos quedar limitados por la teoría, se cree que el efecto está relacionado con la hidrólisis y formación de especies Fe-hidroxi de color y poliméricas. En sílice seca, tales especies se cree que son polimerizadas, y también unidas a la sílice en mayor medida que en el húmedo. Cuanto mayor es el grado de polimerización, y posiblemente también de enlace a la sílice, más intenso es el color.

25 **[0020]** Parece que el efecto está relacionado con el pH. Aquellas sales de hierro que exhiben valores de pH más altos cuando se disuelven en agua dan colores más intensos, y cambios de color más pronunciados que aquellos que exhiben valores de pH más bajos (es decir, más ácidos), posiblemente debido al más alto grado de polimerización de los complejos Fe-hidroxi. Por tanto, el sulfato de hierro(III) amoniacal al 10% en peso en agua tiene un pH de 1,7 y produce un soporte basado en sílice con un color ámbar intenso, mientras que una solución al 10% de cloruro férrico tiene un pH de 1,3 y causa un tono amarillo más pálido. El color de las sales simples puede realizarse ajustando el pH a niveles más altos, comparables a las alumbres. Esto puede lograrse mediante la adición de pequeñas cantidades de solución de hidróxido
30 de sodio.
35

[0021] Normalmente se emplea una sal de hierro(III); sin embargo, también pueden utilizarse los equivalentes ferrosos de las sales férricas puesto que el ion ferroso oxida fácilmente hasta el estado férrico.

5 [0022] Típicamente, el gel de sílice utilizado tiene un área superficial BET en el intervalo de 200 a 1500 m²/g. El volumen de poros del gel de sílice puede oscilar entre 0,2 y 2,0 ml/g, medido mediante absorción de nitrógeno. Por ejemplo, el gel desecador Sorbsil, (Sorbsil es una marca de Crosfield Limited) normalmente tiene un área superficial de aproximadamente 800 m²/g y un volumen de poros de aproximadamente 0,4 ml/g. El área superficial se determina utilizando los métodos de adsorción de
10 nitrógeno estándar de Brunauer, Emmett y Teller (BET).

[0023] La cantidad de hierro presente en el soporte basado en sílice es preferiblemente de al menos aproximadamente 0,01 por ciento en peso de hierro, determinado como Fe, en relación con el peso en seco del soporte, normalmente hasta aproximadamente el 2,0 por ciento y normalmente en el margen de
15 aproximadamente 0,01 por ciento a aproximadamente 1,0 por ciento en peso del peso en seco del soporte basado en sílice. El peso en seco de un indicador de humedad preparado, basado en gel de sílice, según la invención puede determinarse situando una muestra pesada (aprox. 20 gramos) en un horno a 145°C durante 16 horas y después pesando el material seco.

20 [0024] Según otro aspecto de la presente invención, se proporciona un método para producir un indicador de humedad que comprende empapar un soporte basado en sílice en una solución de una sal de hierro(III) y/o hierro(II) para lograr la impregnación del soporte y secar el soporte impregnado a una temperatura de hasta 230°C, preferiblemente de 105 a 230°C.

25 [0025] Normalmente el gel indicador se prepara poniendo en contacto el soporte basado en sílice con una solución de sal de hierro que contiene un 1 por ciento en peso o más (hasta el punto de saturación) de la sal de hierro, p.ej., empapando el gel de sílice blanco húmedo en la solución de sal de hierro. Se prefiere el gel húmedo, pero el uso de gel seco es aceptable. Cuando se usa gel seco, los gránulos decrepitan
30 de forma que el producto tiene un tamaño de partícula menor que el producto original, pero, generalmente, el tamaño de partícula es aún satisfactorio para su uso como agente secante. En el caso del sulfato de hierro(III) amoniacal (denominado aquí alumbre de hierro (III)), la solución puede oscilar entre el 1 por ciento y aproximadamente el 50 por ciento en peso (saturación a 25°C), o más a temperaturas
35 más altas. Preferiblemente, la solución contiene del 10 al 40 por ciento en peso de alumbre de hierro(III) a 25°C. El uso de una alta concentración de sal de hierro ayuda a reducir el tiempo de tratamiento para preparar el producto basado en sílice indicador.

Se empapa el gel en la solución normalmente durante un periodo de 10 minutos a 10 días, preferiblemente de 1 a 30 horas, más preferiblemente de 2 a 24 horas. El exceso de solución se extrae y se seca el gel de 105 a 230°C, con lo que se desarrolla su color ámbar. Un producto impregnado y secado de esta manera tendrá normalmente una pérdida de peso tras el calentamiento a 145°C durante 16 horas de menos del 10 por ciento en peso. Preferiblemente, la pérdida de peso a 145°C será inferior al 2 por ciento en peso. La invención se ilustra mediante los siguientes ejemplos, sin carácter limitativo.

EJEMPLO 1

10 **[0026]** El gel de sílice Sorbsil (disponible comercialmente en Crosfield Limited de Warrington, Inglaterra) se expuso a humedad o vapor hasta que el sistema de poros estaba totalmente saturado con agua transportada de la fase vapor. Se impregnaron 50 g de este gel húmedo con una sal férrica empapando el gel con 200 ml de solución de alumbre de hierro (III) al 20 por ciento en peso durante 24 horas. El gel se desecó y después se secó a 145°C durante 16 horas. Se situaron muestras de 6 g del gel seco e impregnado en una serie de tubos de vidrio y se pasó aire a diversos niveles de humedad relativa (HR) a través del gel durante 7 horas con un índice de flujo de 4 litros/minuto. Tras la exposición al aire que contenía humedad durante este periodo de tiempo, se midió el color de las muestras de gel utilizando un cromámetro Minolta CR200, calibrado a una placa blanca estándar y utilizando iluminante CIE serie C y un ángulo del observador de 2°. Los resultados, expresados según el sistema L*, a*, b*, se muestran en la Tabla 1 abajo.

TABLA 1

% HR	% aumento de peso	L*	a*	b*
0	0,0	39,96	10,96	32,38
20	8,4	44,40	8,95	35,47
40	14,9	48,13	4,39	23,53
50	18,2	50,00	1,67	15,90
80	25,6	59,94	-0,30	12,30

25 **[0027]** Se advierte el aumento de luminosidad (L*), y disminución en la tonalidad del rojo (a*) y amarillo (b*) a partir de los datos anteriores y estos cambios se observan fácilmente de forma visual, permitiendo una indicación obvia de cuando el gel se ha saturado con humedad. Visualmente, el gel parece casi incoloro tras la exposición al aire al 50% de HR a 4 litros/min durante 7 horas.

EJEMPLO 2

[0028] Se preparó otro lote de gel de sílice según el método del Ejemplo 1 y se empapó el gel con la solución de alumbre férrico durante 4 horas, en lugar de 24 horas. El producto se expuso de forma similar al aire húmedo y los resultados se muestran en la Tabla 2 abajo.

5

TABLA 2

% HR	Color	% aumento de peso	L*	a*	b*
0	Ámbar intenso	0,0	40,77	+13,23	35,13
20	Ámbar pálido	11,7	45,62	+6,94	36,90
40	Amarillo	20,6	56,48	+0,59	23,94
50	Amarillo pálido	25,4	53,64	-0,28	17,90
80	Casi incoloro	31,0	57,93	-1,74	14,28

[0029] Este producto muestra una mejora sobre el Ejemplo 1 especialmente en términos de capacidad de adsorción de agua.

10

EJEMPLO 3

[0030] Se situaron muestras de sales férricas en el horno a 145°C durante 16 horas para observar el efecto de deshidratación y para ver si alguno de los cambios de color observados correspondía con aquellos obtenidos con soportes basados en sílice impregnados con las sales férricas. Las observaciones se muestran en la Tabla 3 abajo.

15

TABLA 3

Sal	Color antes del secado	Color tras el secado
Alumbre férrico	Lila pálido	Beige claro
Sulfato férrico	Beige claro	Beige claro
Cloruro férrico	Amarillo intenso	Marrón oscuro (descompuesto en óxido férrico)
Nitrato férrico	Violeta pálido	Marrón oscuro (descompuesto en óxido férrico)

[0031] En los casos en los que se observa un cambio de color, se descubrió que no correspondían con aquellos vistos en el soporte impregnado. Esto indica que el cambio de color observado en el soporte impregnado con sales de hierro(III) no se debe al simple efecto de hidratación/rehidratación como con sales de cobalto y cobre.

5 EJEMPLO 4

[0032] Se impregnó gel de sílice con diversas sales de hierro utilizando un método similar al descrito en el Ejemplo 1. Los detalles de las condiciones de reacción se muestran en la Tabla 4 a continuación. En estos experimentos de laboratorio, se prestó una especial atención a eliminar tanto exceso de solución como fuera posible del gel utilizando un tejido o pañuelo antes del secado en el horno. Durante el secado en el horno, los materiales tratados se extendieron en una capa tan fina como fue posible. Se descubrió que esto daba un producto con un color más homogéneo.

TABLA 4

Muestra	Sal de hierro	Concentración de la disolución	Proporción gel/solución	Tiempo de remojo
A	Alumbre de hierro y potasio	10 %	50 g/200 ml	24 horas
B	Sulfato férrico	40 %	50 g/200 ml	24 horas
C	Cloruro férrico	10 %	100 g/200 ml	2,5 horas
D	Nitrato férrico	10 %	100 g/200 ml	2,5 horas

15 **[0033]** Se expusieron las muestras a aire húmedo como se ha descrito en el Ejemplo 1 y se muestran los resultados en la Tabla 5 a continuación.

TABLA 5

Muestra	% HR	% humedad	Color	L*	a*	b*
A	0	0	Ámbar	50,97	+7,54	+35,06
	20	10,5	Ámbar	49,55	+6,61	+34,73
	40	20,9	Amarillo	54,34	+2,00	+25,10
	50	23,6	Casi incoloro	59,63	-0,23	+17,80
	80	26,1	Casi incoloro	60,20	+0,29	+18,02
B	0	0	Amarillo/ámbar	41,94	+4,15	+29,37

Muestra	% HR	% humedad	Color	L*	a*	b*
	20	11,0	Amarillo	53,22	+2,55	+30,21
	40	19,4	Amarillo	53,75	+1,32	+27,22
	50	21,5	Amarillo pálido	57,67	+1,14	+26,74
	80	23,8	Casi incoloro	55,01	-0,32	+22,54
C	0	0	Ámbar	39,02	+10,12	+32,63
	20	11,2	Amarillo/ámbar	48,05	+4,20	+28,30
	40	23,5	Ámbar/amarillo pálido	52,35	+2,88	+25,76
	50	27,1	Ámbar/amarillo pálido	54,62	+1,79	+23,67
	80	31,5	Ámbar/amarillo pálido	55,45	+1,46	+23,29
D	0	0	Ámbar	44,49	+7,17	+31,10
	20	10,8	Ámbar pálido	45,79	+6,47	+29,90
	40	23,2	Ámbar pálido	53,71	+4,14	+28,64
	50	26,6	Ámbar pálido	51,47	+3,62	+26,16
	80	29,6	Amarillo pálido	53,74	+2,68	+25,34

[0034] El cloruro y el nitrato muestran cambios de color menos marcados que cuando se utiliza alumbre. No obstante, es visible cierto aclaramiento de color para el ojo humano y la tendencia puede detectarse todavía utilizando el sistema L*a*b*.

5 EJEMPLO 5

[0035] Se empaparon 50 g de gel húmedo, preparado según el Ejemplo 1, en 200 ml de una solución al 20% en peso de sulfato de hierro(II) amoniacal durante 4 horas y se secó según el Ejemplo 1. El producto fue expuesto a aire húmedo como en el Ejemplo 1 y los cambios de color observados se muestran en la Tabla 6 a continuación.

TABLA 6

% HR	% agua absorbida	Color	L*	a*	b*
0	0	Ámbar	44,09	+15,81	+43,11

% HR	% agua absorbida	Color	L*	a*	b*
20	11,4	Ámbar	44,97	+14,44	+40,84
40	23,4	Ámbar pálido	52,82	+8,43	+36,41
50	26,6	Ámbar/Amarillo pálido	52,05	+6,08	+32,99
80	30,0	Amarillo pálido	57,91	+2,62	+27,56

[0036] El sulfato de hierro(II) amoniacal tiene el color verde normal de las sales ferrosas. Sin embargo, el sílice impregnado con él y secado tiene el color ámbar asociado a las sales de hierro(III).

5 EJEMPLO 6

[0037] Se humedecieron muestras disponibles en el mercado de gel de sílice en perlas de tres proveedores y se impregnaron después con solución de alumbre de hierro(III) al 20% durante 7 horas, se secaron a 145°C durante la noche y se anotó el color. Después, se situaron las muestras en un desecador a una humedad relativa del 100% durante una semana y se anotó el color.

10

[0038] Las perlas de gel de sílice desecantes utilizadas en este experimento, y sus proveedores, fueron:

Tamaño/tipo de perla	Proveedor
"TS6", 2-5 mm	QingDao HaiYang Chemical Group Co. Ltd., 7 Mian Yang Road, QingDao, China.
2-5 mm	Silgel Packaging Ltd., 2 Horton Court, Hortonwood 50, Telford, Shropshire, UK.
Ca. 1-3 mm	Engelhard Corp., 600 E. McDowell Road, Jackson, MS 39204, U.S.A.

[0039] A continuación, se muestran en la Tabla 7 los cambios de color en el gel de sílice en perlas desecante impregnado con alumbre de hierro(III).

15

TABLA 7

Proveedor		Color	L*	a*	b*
Haiyang	Antes de la exposición	Ámbar	46,05	+10,10	+37,91

Proveedor		Color	L*	a*	b*
	Después de la exposición	Casi incoloro	53,10	-1,58	+18,05
Silgel	Antes de la exposición	Ámbar	48,69	+13,64	+43,57
	Después de la exposición	Casi incoloro	61,07	-2,16	+16,04
Engelhard	Antes de la exposición	Ámbar	50,27	+16,18	+51,36
	Después de la exposición	Casi incoloro	58,03	-1,35	+15,50

[0040] En cada caso el gel de sílice en perlas muestra un cambio de color pronunciado del ámbar cuando está seco a casi incoloro cuando se humedece. Este es el mismo comportamiento observado que cuando se utiliza gel de sílice granular irregular.

5 **EJEMPLO 7**

[0041] Es conocido que el gel de sílice seco, cuando se sitúa en el agua (o una solución acuosa), decrepita. Sin embargo, la decrepitación no es un problema necesariamente en la preparación de un gel de sílice indicador aceptable. Para demostrarlo, se empaparon 50 g de gel de sílice seco que presentaba un intervalo de tamaño de aproximadamente 2,5 a 6,0 mm en 200 ml de solución de alumbre de hierro (III) al 20% en peso durante 4 horas y después se secaron a 145°C durante la noche. Se midió el color del gel resultante antes y después de dejarlo en el desecador a una humedad relativa del 100% durante 3 semanas. En la tabla 8 a continuación se muestran los cambios de color. Se llevó a cabo un análisis granulométrico antes y después de la etapa de impregnación para demostrar el efecto de la decrepitación en la distribución del tamaño de las partículas. Se muestran los resultados en la Tabla 9 a continuación.

TABLA 8

	Color	L*	a*	b*
Antes de la exposición	Ámbar	58,32	+9,97	+53,29
Después de la exposición	Amarillo pálido	66,67	-2,84	+20,06

TABLA 9

Tamaño partícula (mm)	% peso antes de la impregnación	% peso después de la impregnación
> 5,6	4,74	0,00
3,55 – 5,6	63,31	0,71
1,6 – 3,55	31,91	36,17
1,0 – 1,6	0,04	36,35
0,5 – 1,0	0,01	22,40
< 0,5	0,00	4,37

5 **[0042]** Se había producido cierta descomposición en el tamaño de las partículas como resultado de la decrepitación, pero esto no interfiere con la indicación de humedad. El gel en este ejemplo aún mostraba el cambio de color esperado de ámbar a casi incoloro y la distribución de tamaño de partículas aún era aceptable para su uso como desecante normal.

EJEMPLO 8

10 **[0043]** Se empaparon 100 kg de gel de sílice de 2,5-6,0 mm húmedo preparado como en el Ejemplo 1 en 180 litro de solución de alumbre de hierro(III) al 20 por ciento en peso durante 4 horas. Se utilizó una bomba para que la solución circulara de forma constante a entre 25 y 50 litros por minuto. Después, se retiró el gel, permitiendo que escurriera y después se secó a 150°C durante la noche en una bandeja de 2 cm de
15 profundidad en un horno. Se midió el color y la capacidad de absorción en el material fresco como en el Ejemplo 1. El análisis mostró que contenía 0,34% Fe.

[0044] Se colocaron 200 g de gel indicador naranja, fabricado como se ha descrito arriba, en una cubeta en un desecador que contenía agua. La humedad relativa en este desecador era de casi 100% a 25°C. Tras alrededor de dos semanas de
20 exposición a esta elevada humedad el gel se había decolorado. Después, se secó en el horno a 145°C durante la noche y se repitió el proceso. Se llevó a cabo esta exposición y regeneración diez veces. Tras los diez ciclos de humedecer y secar, el color y la capacidad de absorción del gel se volvieron a medir como en el Ejemplo 1 y se comparó a los del material original. Los resultados se muestran a continuación en
25 las Tablas 10 y 11.

TABLA 10

Efecto sobre el color.				
Muestra		L*	a*	b*
Fresca	Antes de la exposición	42,80	+11,28	+37,71
	Después de la exposición	61,92	-1,02	+15,18
Tras 10 ciclos	Antes de la exposición	41,74	+11,48	+37,86
	Después de la exposición	56,72	-1,64	+12,58

TABLA 11

Efecto sobre la capacidad de absorción.		
Muestra	% HR	% agua adsorbida
Fresca	20	11,6
	40	22,9
	50	28,0
	80	31,2
Tras 10 ciclos	20	10,1
	40	22,5
	50	27,6
	80	30,8

- 5 **[0045]** Visualmente, los geles frescos y los regenerados no se podían distinguir. No hubo deterioro en el tono, intensidad o distribución del color y el efecto del cambio de color tampoco quedó afectado. Además, las capacidades de adsorción no muestran cambios adversos tras los diez ciclos de regeneración.
- [0046]** Se pueden obtener resultados de reutilización similares con otras sales de hierro, pero se ha descubierto que la temperatura de secado podría tener que mantenerse por debajo de los 100°C aproximadamente cuando se usan determinadas sales (p.ej., FeCl₃), para evitar el desarrollo de una coloración irregular.
- 10

Reivindicaciones

1. Un método para producir un indicador de humedad que comprende empapar un soporte de gel de sílice en una solución para asegurar la impregnación del soporte y secar el soporte impregnado **caracterizado porque** la solución es una solución de sulfato de hierro y el secado se realiza a una temperatura de hasta 230°C.
2. Un método según la reivindicación 1, en el que el secado es de 105 a 230°C.
3. Un método según la reivindicación 1 ó 2, en el que el sulfato de hierro está presente en una cantidad en el intervalo del 0,01 por ciento al 2,0 por ciento en peso expresado como Fe basándose en el peso del soporte seco.
4. Un método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el color del indicador es realizado mediante el ajuste del pH a valores más altos.
5. Un método según la reivindicación 4, en el que el ajuste de pH se realiza mediante adición de álcali.
6. Un método según la reivindicación 5, en el que el álcali es hidróxido de sodio.
7. Un método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el sulfato de hierro es sulfato de hierro (II) y/o hierro (III).
8. Un método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el sulfato de hierro es sulfato férrico.
9. Un método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el gel de sílice es un gel de sílice húmedo.
10. Un método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el gel de sílice es un gel de sílice granular o en perlas.
11. Un indicador de humedad en la forma de un soporte de gel de sílice impregnado de sulfato de hierro producido por el método de cualquiera de las reivindicaciones precedentes.
12. El uso, como indicador de humedad, del soporte de gel de sílice impregnado de sulfato de hierro de la reivindicación 11.
13. Un método de vigilancia del nivel de humedad en una atmósfera que comprende exponer el soporte de gel de sílice impregnado de sulfato de hierro de la reivindicación 11, y observar los cambios de color del mismo.