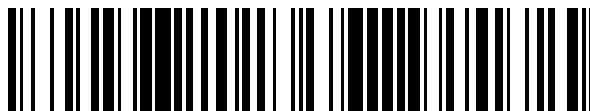


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 561 707**

21 Número de solicitud: 201531857

51 Int. Cl.:

B01L 7/04 (2010.01)

F25D 3/10 (2006.01)

G01N 15/08 (2006.01)

12

PATENTE DE INVENCION

B1

22 Fecha de presentación:

21.12.2015

43 Fecha de publicación de la solicitud:

29.02.2016

Fecha de la concesión:

13.02.2017

45 Fecha de publicación de la concesión:

20.02.2017

73 Titular/es:

UNIVERSITAT D'ALACANT / UNIVERSIDAD DE ALICANTE (100.0%)

**Edificio Torre de Control. Crta. San Vicente del Raspeig, s/n
03690 San Vicente del Raspeig (Alicante) ES**

72 Inventor/es:

**GADEA RAMOS, Enrique;
CAZORLA AMORÓS, Diego y
RODRÍGUEZ REINOSO, Francisco**

74 Agente/Representante:

TEMIÑO CENICEROS, Ignacio

54 Título: **Dispositivo para mantener constante la temperatura de un porta-muestras y uso del dispositivo en analizadores de sorción**

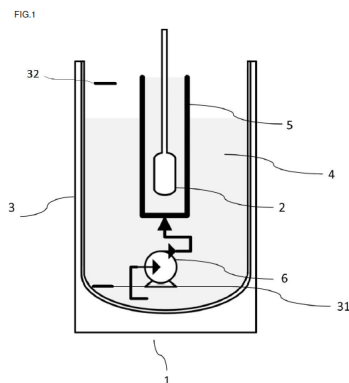
57 Resumen:

Dispositivo para mantener constante la temperatura de un porta-muestras y uso del dispositivo en analizadores de sorción.

Dispositivo (1) para mantener constante la temperatura de un porta-muestras (2), que tiene:

- un recipiente térmico (3) que contiene un líquido criogénico (4);
- un vaso (5), por el que fluye líquido criogénico (4);
- un porta-muestras (2), alojado en el interior del vaso (5);
- un equipo de bombeo (6) del líquido criogénico (4) para bombear de forma continua líquido criogénico (4) hacia el vaso (5).

El vaso (5) está colocado para que el líquido criogénico (4) caiga en el interior del recipiente térmico (3) cuando el borde del vaso (5) es rebosado por el líquido criogénico (4).



ES 2 561 707 B1

DESCRIPCIÓN

DISPOSITIVO PARA MANTENER CONSTANTE LA TEMPERATURA DE UN PORTA-MUESTRAS Y USO DEL DISPOSITIVO EN ANALIZADORES DE SORCIÓN

5

Campo de la invención

La presente invención se refiere a un dispositivo para mantener constante la temperatura media de un recipiente porta-muestras parcialmente sumergido en un líquido criogénico, cuya tasa de evaporación es alta, durante un largo periodo de tiempo. La invención también se refiere a un uso del dispositivo de la presente invención en analizadores de sorción.

Estado de la técnica anterior

Los analizadores de sorción vienen siendo ampliamente utilizados para la medida del área superficial, distribución de tamaño de poro y capacidad adsorbente de sólidos.

Para realizar estas medidas, se adiciona una cantidad conocida de un gas en un recipiente cerrado en el que se encuentra la muestra a analizar y en el que se mide la presión. Al menos una parte de este recipiente, donde se encuentra la muestra a analizar, se encuentra a la temperatura de análisis. Conociendo la cantidad de gas que se ha adicionado, la presión final que se alcanza en el recipiente, el volumen del recipiente y la temperatura media del recipiente, se puede obtener la cantidad de gas sorbido por la muestra.

Para que el análisis sea preciso, la temperatura media del recipiente no debe variar durante toda la duración del análisis o, si ésta varía, se debe conocer exactamente su variación a lo largo del análisis. En muchas de estas medidas, la temperatura de trabajo es una temperatura criogénica.

Una forma muy habitual de mantener la muestra a analizar a la temperatura criogénica de análisis es sumergir la parte del recipiente donde se encuentra la muestra a analizar en un líquido criogénico, quedando otra parte del recipiente fuera de él. Para que la temperatura media del recipiente donde se encuentra la muestra sea constante durante todo el análisis, el nivel del líquido criogénico con respecto al recipiente donde se encuentra la muestra debe mantenerse constante, lo cual es un problema debido a que la tasa de evaporación de los líquidos criogénicos es muy elevada y los análisis pueden durar desde varios minutos hasta varios días, con lo que la temperatura media del gas contenido en el recipiente parcialmente

sumergido varía con la variación del nivel del fluido criogénico

Los fabricantes de equipos de sorción tratan de solucionar este efecto mediante diferentes sistemas de control basados en mantener un nivel lo más constante posible de fluido criogénico alrededor del recipiente donde se aloja la muestra a estudiar. Algunos de estos sistemas implementados en la actualidad están descritos en las patentes US4693124, US5646335, USRE33567 y CN202330371.

En otros casos, en vez de tratar de controlar el nivel constante de fluido criogénico, se han propuesto soluciones para poder conocer cómo afecta la variación del nivel de éste a la temperatura media del recipiente, de modo que se pueda aplicar correcciones a la medida de la presión interna del recipiente, como la descrita en la patente US6387704.

Existe pues la necesidad de proporcionar un dispositivo mediante el cual se asegure el control y la constancia de la temperatura media de un recipiente donde se aloje una muestra a estudiar mediante el aseguramiento de un nivel constante de líquido criogénico con respecto a este recipiente por un largo tiempo, incluso pudiendo llegar a ser indefinido. .

Breve descripción de la invención

La presente invención soluciona los problemas descritos en el estado de la técnica ya que se refiere a un dispositivo para mantener constante la temperatura media de un porta-muestras cerrado, parcialmente sumergido en un líquido criogénico mediante el mantenimiento de un nivel constante del líquido criogénico en el que está sumergido este porta-muestras.

Así pues, en un primer aspecto, la presente invención se refiere a un dispositivo para mantener constante la temperatura de un porta-muestras que contiene una muestra (de aquí en adelante, dispositivo de la presente invención), que comprende:

- un recipiente térmico que contiene un líquido criogénico,
- al menos un vaso por el que fluye el líquido criogénico
- al menos un porta-muestras, alojado en el interior del vaso
- medios de bombeo del líquido criogénico configurados para bombear de forma continua líquido criogénico hacia el vaso.

donde el vaso está configurado para que el líquido criogénico caiga en el interior del recipiente térmico cuando el borde del vaso es rebosado por el líquido criogénico.

En una realización en particular de la presente invención, los medios de bombeo del líquido

criogénico se encuentran en el interior del recipiente térmico.

En una realización en particular de la presente invención, los medios de bombeo del líquido criogénico son bombas de impulsión.

5 En una realización particular de la presente invención, el nivel de líquido criogénico en el recipiente térmico está, como máximo, al mismo nivel que la parte superior del vaso donde se aloja el porta-muestras cuya temperatura se quiere controlar.

10 En una realización en particular de la presente invención, el recipiente térmico comprende un nivel de control inferior, indicativo de un nivel insuficiente de líquido criogénico en el recipiente térmico. El nivel de control inferior está configurado de tal forma que, cuando el líquido criogénico desciende por debajo de dicho nivel, se puede realizar un aporte externo de líquido criogénico al recipiente térmico.

En la presente invención, el nivel de control inferior del líquido criogénico se refiere a la altura o medida mínima que debe alcanzar el líquido criogénico en el recipiente térmico por debajo de la cual debe haber un aporte externo del líquido criogénico.

15 En una realización en particular de la presente invención, el nivel de control inferior de líquido criogénico del recipiente térmico se encuentra por debajo de los medios de bombeo.

20 En una realización en particular de la presente invención, el recipiente térmico comprende un nivel de control superior de líquido criogénico indicativo de un nivel excesivo de líquido criogénico (4) en el recipiente térmico (3). El nivel de control superior está configurado de tal forma que, cuando el líquido criogénico que se repone supera dicho nivel, se puede detener el aporte externo de líquido criogénico.

En la presente invención el nivel de control superior del líquido criogénico se refiere a la altura o medida máxima que debe alcanzar el líquido criogénico en el recipiente térmico por encima de la cual debe detenerse el aporte externo del líquido criogénico.

25 En una realización en particular de la presente invención, el nivel de control superior de líquido criogénico del recipiente térmico se encuentra por debajo del nivel de rebose del vaso.

30 En una realización en particular, el dispositivo de la presente invención comprende medios de control automático para el nivel de líquido criogénico en el recipiente térmico. En una realización en particular, los medios de control automático para el nivel del líquido criogénico, están conectados a un sistema de aviso al usuario para que éste haga la reposición manual y/o conectados a un sistema automático de reposición de líquido

criogénico.

Con este dispositivo y teniendo en cuenta las tasas de evaporación de los fluidos criogénicos y los volúmenes habituales de los termos utilizados en los equipos de sorción (entre 1 y 5 litros), se consigue mantener el nivel de líquido criogénico constante alrededor del porta-muestras durante un periodo de tiempo que puede ser de hasta varios días sin necesidad de reponer líquido criogénico.

En una realización en particular, el recipiente térmico alberga más de un vaso, dichos vasos pueden estar a su vez conectados cada uno de ellos con medios de bombeo de líquido criogénico. En una realización más en particular, cada uno de los vasos alberga más de un porta-muestras.

Los medios de bombeo utilizados en la presente invención están configurados de tal forma que aportan al menos un caudal equivalente a la tasa de evaporación del líquido criogénico en el área transversal expuesta del vaso o de los vasos.

En un segundo aspecto, la presente invención se refiere al uso del dispositivo de la presente invención en analizadores de sorción.

Descripción de los dibujos

La figura 1 muestra una realización particular de la invención en la que el dispositivo para mantener constante la temperatura comprende un recipiente térmico, con al menos un vaso, al menos un porta-muestras, medios de bombeo del líquido criogénico, nivel de control inferior y nivel de control superior.

Referencias:

- Dispositivo para mantener constante la temperatura (1)
- Porta-muestras (2)
- Recipiente térmico (3)
- Nivel de control inferior del recipiente térmico (31)
- Nivel de control superior del recipiente térmico (32)
- Líquido criogénico (4)
- Vaso (5)
- Medios de bombeo (6)

Descripción detallada de la invención

El dispositivo para mantener constante la temperatura (1) de un porta-muestras (2) de la presente invención comprende:

- un recipiente térmico (3) que contiene un líquido criogénico (4),
- 5 – al menos un vaso (5), por el que fluye líquido criogénico (4)
- al menos un porta-muestras (2), alojado en el interior del vaso (5)
- medios de bombeo (6) del líquido criogénico (4) configurados para bombear de forma continua líquido criogénico (4) hacia el vaso (5).

10 El vaso (5) está configurado para que el líquido criogénico (4) caiga en el interior del recipiente térmico (3) cuando el borde del vaso (5) es rebosado por el líquido criogénico (4).

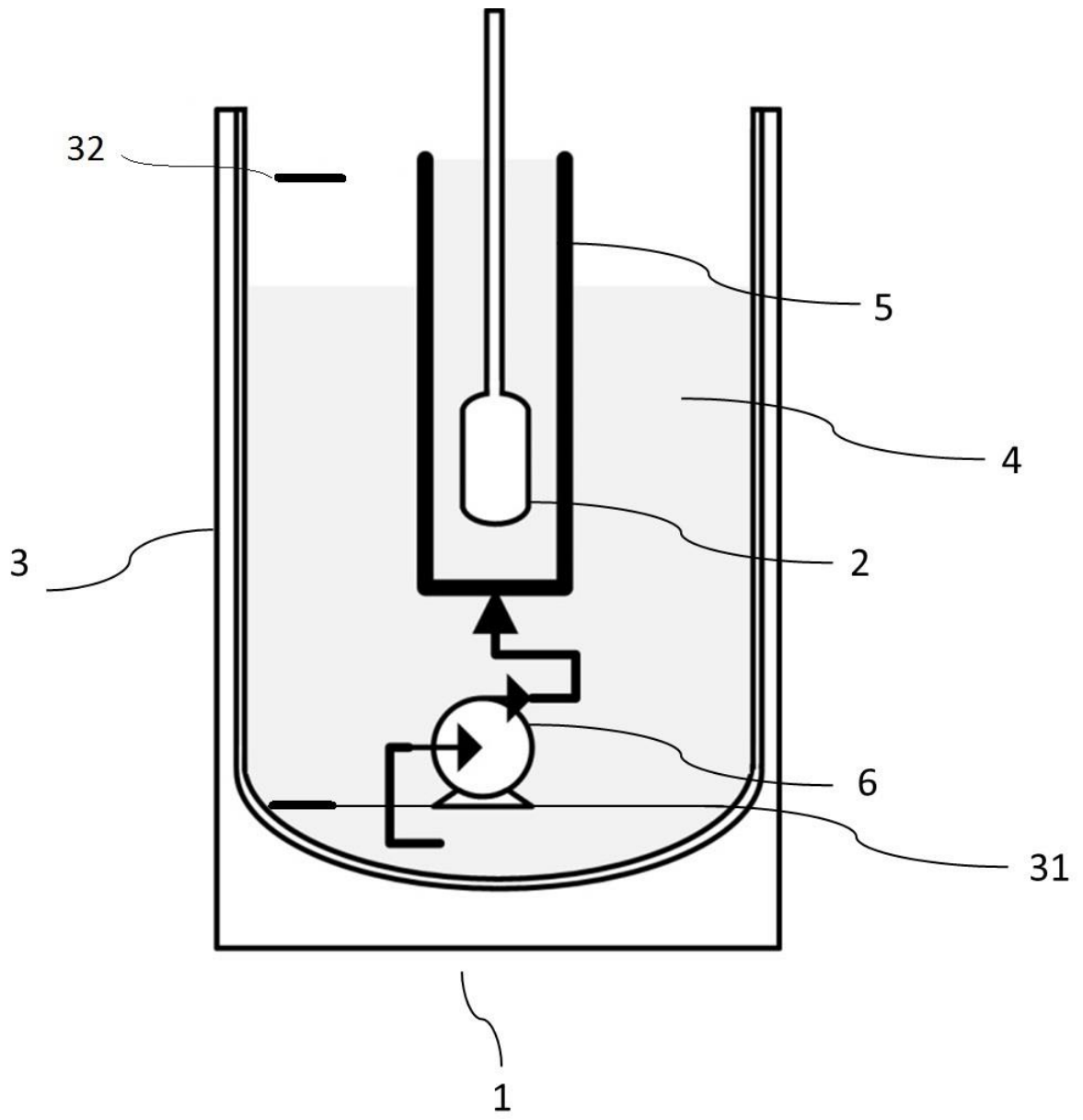
En un ejemplo de realización de la presente invención, que se observa en la figura 1, se parte de un estado inicial en el que el nivel del líquido criogénico (4) no supera el nivel de rebose del vaso (5), una vez se conecta los medios de bombeo (6) del líquido criogénico (4), éste rebosa por la parte superior del vaso (5) de tal forma que el líquido criogénico (4) 15 vuelve a caer en el recipiente térmico (3) manteniendo un nivel estable de líquido criogénico (4) alrededor del porta-muestras (2) parcialmente sumergido en el líquido criogénico (4), cuya temperatura se quiere controlar independientemente de la evaporación del líquido criogénico. En este ejemplo de realización, el sistema funciona correctamente hasta que el nivel del líquido criogénico (4) contenido en el recipiente térmico (3) caiga por debajo de la 20 toma de los medios de bombeo (6) que es donde se encuentra el nivel de control inferior (31) del líquido criogénico.

REIVINDICACIONES

1. Dispositivo para mantener constante la temperatura (1) de un porta-muestras (2), caracterizado por que comprende:
- 5 – un recipiente térmico (3) que contiene un líquido criogénico (4);
 - al menos un vaso (5), por el que fluye líquido criogénico (4);
 - al menos un porta-muestras (2), alojado en el interior del vaso (5);
 - medios de bombeo (6) del líquido criogénico (4) configurados para bombear de forma continua líquido criogénico (4) hacia el vaso (5);
- 10 donde el vaso (5) está configurado para que el líquido criogénico (4) caiga en el interior del recipiente térmico (3) cuando el borde del vaso (5) es rebosado por el líquido criogénico (4).
2. Dispositivo según la reivindicación 1, donde los medios de bombeo (6) del líquido criogénico (4) están en el interior del recipiente térmico (3).
3. Dispositivo según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, donde los medios de
- 15 bombeo (6) son bombas de impulsión.
4. Dispositivo según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, donde el recipiente térmico (3) comprende un nivel de control inferior (31), indicativo de un nivel insuficiente de líquido criogénico (4) en el recipiente térmico (3).
5. Dispositivo según la reivindicación 4, donde el nivel de control inferior (31) está por debajo
- 20 de los medios de bombeo (6).
6. Dispositivo según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, donde el recipiente térmico (3) comprende un nivel de control superior (32) indicativo de un nivel excesivo de líquido criogénico (4) en el recipiente térmico (3).
7. Dispositivo según la reivindicación 6, donde el nivel de control superior (32) está por
- 25 debajo de un nivel de rebose del vaso (5).
8. Dispositivo según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende medios de señalización para mostrar el nivel de líquido criogénico (4) para su posible reposición manual.
9. Dispositivo según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende medios
- 30 de control automático del nivel de líquido criogénico (4).

10. Uso de un dispositivo según cualquiera de las reivindicaciones 1-9 en analizadores de sorción.

FIG.1





②¹ N.º solicitud: 201531857

②² Fecha de presentación de la solicitud: 21.12.2015

③² Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤¹ Int. Cl.: Ver Hoja Adicional

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤ ⁶ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	US 6595036 B1 (NAKAI KAZUYUKI) 22.07.2003, columnas 6-11; figuras 1-4.	1-10
X	US 5239482 A (AJOT HUBERT et al.) 24.08.1993, columnas 4-6; columna 7, líneas 35-46; figura 1.	1-10
X	US RE33567E E (KILLIP GRAHAM R et al.) 09.04.1991, columnas 4-7; figura 1.	1-10
X	EP 0239221 A1 (MICROMERITICS INSTR CORP) 30.09.1987, columnas 6-9; figuras 1-3.	1-10

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe
18.02.2016

Examinador
C. Galdeano Villegas

Página
1/4

CLASIFICACIÓN OBJETO DE LA SOLICITUD

B01L7/04 (2010.01)
F25D3/10 (2006.01)
G01N15/08 (2006.01)

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

B01L, F25D, G01N

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 18.02.2016

Declaración

Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones	SI
	Reivindicaciones 1-10	NO
Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)	Reivindicaciones	SI
	Reivindicaciones 1-10	NO

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

Base de la Opinión.-

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

1. Documentos considerados.-

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	US 6595036 B1 (NAKAI KAZUYUKI)	22.07.2003

2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración

La invención consiste en un dispositivo para mantener constante la temperatura de un porta-muestras.

Con respecto a la reivindicación independiente 1, el documento más relevante del estado de la técnica es el documento D01, al cual pertenecen las referencias que se indican a continuación. Este documento divulga un dispositivo para mantener constante la temperatura de un porta muestras (columnas 2, 3 y 4; figura 4; referencia 53) caracterizado porque comprende:

- un recipiente térmico que contiene un líquido criogénico (columna 6,, líneas 22 a 50)
- al menos un vaso, por el que fluye el líquido criogénico (columna 6, Figura 1 y 2, referencia 12 , 13)
- al menos un porta-muestras, alojado en el interior del vaso (columna 6, líneas 50 a 61; Figuras 1, 2 y 4, referencia 12a)
- medios de bombeo del líquido criogénico, configurados para bombear de forma continua líquido criogénico hacia el vaso; (referencia 18, figuras 1 y 2, columna 7, líneas 15 a 30),
donde el vaso está configurado para que el líquido criogénico caiga en el interior del recipiente térmico cuando el borde del vaso es rebosado por el líquido criogénico (columna 9 - columna 11)

Como se deduce del párrafo anterior, la invención, según la reivindicación 1, se encuentra totalmente anteriorizada en el documento D01, y por tanto, carece de los requisitos de novedad y actividad inventiva, según los artículos 6.1 y 8.1 de LP. Las reivindicaciones 2 a 9, dependientes de la reivindicación 1, carecen igualmente de novedad y actividad inventiva, según los artículos 6.1 y 8.1 de LP.

La reivindicación independiente 10, que describe el uso del dispositivo descrito en las reivindicaciones anteriores, carece, por razones equivalentes a las expuestas para la reivindicación 1-9, de novedad y actividad inventiva, según los artículos 6.1 y 8.1 de LP.