

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 749 445**

51 Int. Cl.:

B65D 39/00 (2006.01)

G01M 3/02 (2006.01)

G01M 3/28 (2006.01)

G01N 15/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.11.2012** **E 12193825 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.08.2019** **EP 2597048**

54 Título: **Celda para la medición de la permeabilidad de tapones**

30 Prioridad:

23.11.2011 FR 1160701

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
20.03.2020

73 Titular/es:

DIAM BOUCHAGE (100.0%)
Espace Tech Ulrich
66400 Ceret, FR

72 Inventor/es:

RABIOT, DOMINIQUE y
BOSCH, PHILIPPE

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 749 445 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

Celda para la medición de la permeabilidad de tapones

5 La invención tiene por objeto un dispositivo para medir la permeabilidad de un tapón a ciertos gases, en especial de un tapón espeso o de una junta de botella o un tarro. En el caso de botellas, frascos o tapones o tarros destinados a contener alimentos o bebidas, cabe interesarse, por ejemplo, por la permeabilidad del tapón al oxígeno, el cual, al entrar en la botella o en el tarro, puede oxidar el alimento o la bebida que en ellos se contiene.

Cabe interesarse, asimismo, por la permeabilidad del tapón a gases desprendidos por el alimento o la bebida contenidos en la botella o el tarro, por ejemplo por la permeabilidad del tapón al dióxido de carbono presente en las bebidas efervescentes tales como el champán.

10 Más en particular, la invención tiene por objeto una celda de ensayo que permite aplicar, a ambos lados de un tapón, unas condiciones de vacío y/o de presión de ciertos gases, necesarias para la medición de la permeabilidad.

Se encuentran descritos métodos de medición de la permeabilidad de un gas a través de membranas de materiales diversos, por ejemplo, en las normas ASTM D 1434-82, ASTM F 2622-08, ASTM F 1927-07, ASTM F 1307-02 o en la norma NF EN ISO 2556 de febrero de 2001.

15 Estos métodos, y los dispositivos asociados, sin embargo, no están adaptados para medir la permeabilidad de tapones espesos tales como los tapones de corcho o los tapones de material sintético que sustituyen a los tapones de corcho, cuyo espesor es sensiblemente mayor que su diámetro, por lo que no se pueden asimilar a membranas.

20 Por el espesor de materia que se ha de atravesar, las cantidades de gas que se pueden recoger aguas abajo de un tapón son menores que en los dispositivos de medición utilizados tradicionalmente para membranas. Adicionalmente, con objeto de que la medida sea representativa de las condiciones de funcionamiento reales del tapón, se desea utilizar, como presión de gas aplicada al tapón, una presión cercana a la existente en las condiciones reales, por ejemplo una presión del orden de la atmósfera para medir la permeabilidad al oxígeno.

25 La invención tiene por finalidad un dispositivo que permite obtener medidas fiables y reproducibles de la permeabilidad de un tapón, limitando el número de manipulaciones que ha efectuar el operario, y permitiendo obtener un resultado de medición al cabo de un tiempo de ensayo relativamente corto, es decir, del orden del día o de la semana. La invención tiene por finalidad, en particular, proponer una celda de ensayo que puede ser fabricada de manera reproducible, permite una colocación sencilla de la muestra que va a medirse, y permite una recogida y una cuantificación fiable de los gases que hayan atravesado la muestra.

30 Entre las instalaciones propuestas para medir la permeabilidad de tapones al oxígeno, encontramos, por ejemplo, bancos sobre los cuales se instalan cuellos de botellas modificados, provistos de tapones, hallándose los tapones, por el exterior del cuello de la botella, a la atmósfera ambiente y estando sometidos por su cara "interna a la botella" a un flujo de gases neutros. Detectores de oxígeno, basados por ejemplo en los métodos coulombimétricos, permiten medir el flujo de oxígeno que atraviesa el tapón, una vez establecido un régimen de difusión a través del tapón. Estos detectores contabilizan intercambios electrónicos entre las moléculas de oxígeno y un detector electroquímico, que se debe cambiar periódicamente cuando ya no dispone de una cantidad suficiente de sitios reactivos. Estos detectores son onerosos y frágiles (el elemento de detección no debe entrar en contacto con el aire, so pena de saturarse irreversiblemente). Por ende, no se conecta el cuello de botella ficticio al detector sino en el momento de la medición, emplazándose el cuello ficticio el resto del tiempo sobre un banco de alimentación de gases neutros sin detector. Adicionalmente, los cuellos de botella modificados se obtienen a partir de un laborioso corte artesanal de botellas de vidrio, y la estanqueidad de tal cuello "instrumentado" no es siempre óptima.

40 Por lo tanto, al elevado coste del aparellaje se suma el coste de la mano de obra necesaria para conectar y desconectar sucesivamente los cuellos ficticios y efectuar mediciones.

45 Otra finalidad de la invención es proponer un dispositivo de medición de permeabilidad que utiliza sensores ampliamente disponibles en el mercado, lo cual permite dejar el sensor instalado sobre cada celda de medición todo el tiempo que dure el ensayo. Así, se limitan los costes de mantenimiento y los artefactos experimentales ligados al montaje o al desmontaje de una celda en vistas a conectarla al detector.

De esta manera, se minimiza el volumen interior a la celda y que se encuentra aguas abajo del tapón, comprendiendo este volumen el volumen del conducto de captación al que se suma un volumen de juego residual entre la parte aguas abajo del tapón y la placa de captación.

50 El conducto del portamuestras presenta una superficie de apoyo interior que es una superficie de revolución, que incluye una sección de menor diámetro. El diámetro de esta sección es rigurosamente inferior al diámetro de las demás secciones de la superficie de apoyo. La superficie de apoyo interior incluye al menos una primera porción de superficie troncocónica que converge hacia esta sección de menor diámetro, así como una segunda porción de superficie de apoyo que diverge por el lado opuesto a partir de la sección de menor diámetro.

De esta manera, el portamuestras incluye un alojamiento sensiblemente cilíndrico apto para recibir una muestra de manera inserta en el alojamiento, con apoyo circunferencial sobre la superficie de apoyo interior. El alojamiento presenta un estrangulamiento local que favorece la permanencia de emplazamiento de la muestra y que no estropea la muestra en su colocación. De manera preferente, la longitud del alojamiento es al menos igual al diámetro del alojamiento. Según las longitudes de los conductos de alimentación y de captación de la placa distribuidora y de captación, estos conductos se pueden asimilar eventualmente a orificios, si su longitud se limita al espesor de la placa.

Para este fin, se propone una celda de ensayos para la medición de la permeabilidad a los gases de al menos una muestra de material o de un tapón, que comprende:

- 10 - una campana de acondicionamiento sensiblemente cilíndrica que incluye una pared circunferencial estanca, un primer orificio de entrada y un primer orificio de salida,
- una placa distribuidora estanca a los gases, apta para ser ensamblada con la campana de acondicionamiento a estanqueidad, y que incluye al menos un conducto de alimentación pasante a través de la placa en orden a ir a parar en el primer orificio de entrada,
- 15 - un portamuestras monopieza a través del cual es pasante un conducto sensiblemente cilíndrico que une un segundo orificio de entrada y un segundo orificio de salida, siendo el portamuestras una pieza separada apta para ser ensamblada con la campana, en orden a configurar un volumen estanco a los gases que une el primer orificio de entrada y el segundo orificio de salida,
- 20 - una placa de captación estanca a los gases, apta para ser ensamblada con el portamuestras a estanqueidad y que incluye al menos un conducto de captación pasante a través de la placa, en orden a ir a parar en el segundo orificio de salida,

caracterizada por que la placa distribuidora incluye al menos una oquedad de centrado en la que pasa a insertarse axialmente un primer extremo axial de la campana, de manera que la placa distribuidora recubre el primer orificio de entrada, y por que la placa de captación incluye al menos una oquedad de centrado, en la que pasa a insertarse axialmente un extremo axial del portamuestras, de manera que la placa de captación recubre el segundo orificio de salida, siendo estas oquedades de centrado respectivamente aptas para sujetar radialmente la campana con respecto a la placa distribuidora y para sujetar el portamuestras con respecto a la placa de captación,

y por que el extremo del conducto de captación que se encara con el segundo orificio de salida es de diámetro rigurosamente inferior al diámetro interior de la oquedad de centrado de la placa de captación destinada a recibir el portamuestras, y estando unidos el conducto de captación y el extremo del conducto cilíndrico del portamuestras por una porción de superficie sensiblemente plana o cónica de la placa de captación.

De manera preferente, la porción troncocónica es de longitud igual o superior a 10 mm, y preferentemente igual o superior a 20 mm, y presenta una inclinación con respecto a su eje comprendida entre $0,7^\circ$ y 3° .

De acuerdo con una forma de realización ventajosa, el portamuestras es una pieza metálica, presentando la rugosidad, paralelamente al eje del conducto del portamuestras, de la superficie interior de apoyo un $Ra \leq 0,7 \mu\text{m}$ y un $Rp \leq 1,5 \mu\text{m}$, y preferentemente un $Ra \leq 0,5 \mu\text{m}$ y un $Rp \leq 1,3 \mu\text{m}$. Estos valores máximos de rugosidad permiten una colocación de la muestra con el concurso de medios de taponamiento tradicionales, sin aumentar en demasía la fuerza necesaria para insertar el tapón, y permiten obtener una estanqueidad satisfactoria en la intercara entre la muestra y la superficie de apoyo.

En una forma de realización, la celda incluye una campana y un portamuestras, aptos para estar unidos por una zona anular de estanqueidad para configurar el volumen estanco a los gases, de manera que una porción del portamuestras que rodea el segundo orificio de entrada sobresalga en el interior de la campana en una porción de superficie libre que rodea una porción del conducto interior del portamuestras. Por porción de superficie libre, se entiende, en el presente documento, una porción de superficie que no está en contacto ni con la campana ni con el sistema de estanqueidad de la zona anular.

Ventajosamente, el portamuestras incluye al menos un bordón circunferencial o una rosca en correspondencia con la superficie libre.

De acuerdo con una forma preferida de realización, la placa distribuidora y la placa de captación incluyen cada una de ellas al menos una oquedad de centrado, respectivamente aptas para sujetar radialmente la campana con respecto a la placa distribuidora y para sujetar la campana y/o el soporte con respecto a la placa de captación.

De manera preferente, las dos oquedades de centrado son de igual diámetro. Así, es posible voltear el volumen estanco con respecto a las placas distribuidora y de captación, para ensayar la estanqueidad "hacia el exterior" del tapón o de la cápsula montado(a) sobre el portamuestras, por ejemplo para ensayar la permeabilidad al CO_2 de un tapón con cápsula y bozal.

De acuerdo con una forma de realización que puede combinarse con la anterior, el conducto de captación va a parar en el centro de la oquedad de centraje de la placa de captación, y el extremo del conducto de captación, así como el extremo del conducto cilíndrico están unidos por una porción de superficie sensiblemente cónica de la placa de captación.

- 5 Ventajosamente, el conducto de captación va a parar en el centro de la oquedad de centraje de la placa de captación, y la placa de captación, en su superficie, está provista de canales arbitrados en el interior de la oquedad de centraje y que convergen radialmente hacia el conducto de captación.

- 10 De acuerdo con una forma preferida de realización, el portamuestras presenta un perfil exterior que reproduce la geometría de un extremo de cuello de botella apto para recibir un tapón con placa y bozal, una cápsula de rosca, o una cápsula de corona, y la campana es apta para contener el portamuestras provisto del tapón o de la cápsula. Ventajosamente, si el perfil exterior del portamuestras reproduce un cuello para tapón con cápsula y bozal, el perfil interior del portamuestras también reproduce el perfil interior de un cuello de botella apto para admitir un tapón de este tipo.

- 15 En una forma de realización ventajosa, varias campanas son aptas para ser ensambladas simultáneamente entre una misma placa distribuidora y una misma placa de captación. La placa distribuidora puede incluir entonces varios conductos de alimentación, dispuestos en estrella y que unen cada uno de los orificios de entrada de cada campana y un mismo orificio de alimentación, apto para ser conectado a un conducto exterior a la celda.

- 20 La placa de captación también puede incluir varios conductos de captación, dispuestos en estrella y que unen cada uno de los orificios de salida del portamuestras asociado a cada campana y un mismo orificio de captación, apto para ser conectado a un conducto exterior a la celda.

De manera preferente, la red de conductos de la placa de captación comprende un segundo orificio de captación apto, asimismo, para ser conectado a un sensor o a un conducto exterior a la celda.

En una forma preferente de realización, el volumen total de los conductos de la placa distribuidora es superior al volumen total de los conductos de la placa de captación.

- 25 Asimismo, se propone un conjunto de ensayo que comprende una celda tal y como se ha descrito anteriormente, y que comprende un soporte de taponamiento determinante de un tronco vertical apto para recibir un portamuestras de la celda, sobre un relieve de diámetro similar a una oquedad de centraje de la placa de captación arbitrado en la parte superior del tronco. El soporte de taponamiento puede ser, por ejemplo, un cilindro de igual diámetro que una botella asociada usualmente al perfil de cuello reproducido por el portamuestras, y de altura complementaria de aquella del portamuestras, para que el conjunto soporte + portamuestras tenga una altura compatible con unos medios de taponamiento previstos para la botella.
- 30

Por tapón se entiende, en el texto, salvo puntualización en contra, un elemento de cierre y de estanqueidad de tipo tapón o cápsula, apto para encargarse del cierre de la boca de una botella o de un tarro, ya sea por inserción dentro de la boca, ya sea por engarce u otro modo de ensamblaje con la parte superior de la boca.

- 35 Otros propósitos, características y ventajas de la invención se irán poniendo de manifiesto con la lectura de la siguiente descripción, dada únicamente a título de ejemplo no limitativo y llevada a cabo con referencia a los dibujos que se acompañan, en los cuales:

- la figura 1 es una vista esquemática de un banco de medición de permeabilidad según la invención;
- la figura 2 es un elemento de una celda de medición de un dispositivo según la invención;
- 40 - la figura 3 es otro elemento de una celda de medición de un dispositivo según la invención;
- la figura 4 es una vista simplificada en sección de una celda de un dispositivo según la invención;
- la figura 5 es una vista esquemática en despiece ordenado de otra variante de celda de un dispositivo según la invención;
- la figura 6 es una vista de frente de una de las piezas componentes de la celda de la figura 5;
- 45 - la figura 7 es una vista esquemática en sección de una tercera celda de un dispositivo según la invención; y
- la figura 8 es una vista esquemática en sección de una cuarta celda de un dispositivo según la invención.

- 50 Tal como se ilustra en la figura 1, un banco de medición de permeabilidad, referenciado con 1, comprende una alimentación de gas 2, una bomba de vacío 3 y una o varias unidades de medición, referenciadas en el presente documento con 4, 5, 6, dispuestas entre la alimentación de gas 2 y la bomba de vacío 3. En la figura 1, se han representado tres unidades de medición. De acuerdo con las variantes de realización, se pueden construir bancos de medición que no incluyan más que una sola unidad de medición o que incluyan más de tres unidades de medición, por ejemplo cinco, siete, diez unidades de medición.

- Las diferentes unidades de medición 4, 5, 6, están conectadas en paralelo entre la alimentación de gas 2 y la bomba de vacío 3. Adicionalmente, entre la alimentación de gas 2 y las unidades de medición 4, 5, 6, se halla dispuesta una unidad de regulación de presión 87 que comprende un sensor de presión aguas arriba 7 y un regulador de presión aguas arriba 8. El regulador de presión 8 puede comprender un manorreductor (no representado) que permite evacuar una presión en exceso –con respecto a una consigna de presión– que se produjera aguas arriba de la unidad de regulación 87. Cada unidad de medición 4, 5, 6 comprende respectivamente una conducción de gas, 4a, 5a, 6a respectivamente, que une la alimentación de gas 2 y la bomba de vacío 3. En el trayecto de esta conducción de gas, se halla interpuesta una celda de medición 10 que permite interponer, en el trayecto del gas circulante de la alimentación 2 hacia la bomba de vacío 3, uno o varios tapones cuya permeabilidad se desea evaluar.
- 5
- 10 Llamaremos, más adelante en la descripción, “posición aguas arriba” a las posiciones cercanas a la alimentación de gas, y “posición aguas abajo” a las posiciones cercanas a la bomba de vacío 3.
- En lo que sigue, describimos la arquitectura de una unidad de medición en particular, por ejemplo la unidad de medición 6.
- 15 Cada unidad de medición 4, 5, 6 comprende una válvula de aislamiento aguas arriba 9, que permite aislarla de la alimentación de gas 2, y comprende una válvula de aislamiento aguas abajo 19, que permite aislarla de la bomba de vacío 3. Estas dos válvulas de aislamiento permiten, por ejemplo, desactivar la unidad de medición asociada y seguir trabajando en las otras unidades de medición.
- Aguas abajo de la válvula 9, se halla dispuesta una válvula pilotada de alimentación 12 que permite, al igual que la válvula 9, aislar la unidad de medición de la alimentación de gas 2. De acuerdo con una variante de realización, la apertura y el cierre progresivos de la válvula 12 se pueden regular de manera más fina que las de la válvula 9, que es una válvula todo o nada. De acuerdo con otra variante de realización, la válvula 12 puede ser una válvula de marcha-parada. La válvula de alimentación 12 está unida a una unidad de control electrónico (UCE) (no representada), apta para pilotar la válvula 12 en función de las necesidades de alimentación de gas de la celda 10 a lo largo de un ciclo de medición de permeabilidad.
- 20
- 25 Asimismo, la válvula 19 está auxiliada por una válvula pilotada de puesta a vacío 14, ubicada aguas arriba de la válvula 19 y que, cuando la válvula 19 está abierta, puede desempeñar la misma función de aislamiento frente a la bomba de vacío 3 que la válvula 19. La válvula de puesta a vacío 14 está unida a la unidad de control electrónico (UCE) (no representada), apta para pilotar la válvula 14 en función de las necesidades de vacío de la celda 10 a lo largo de un ciclo de medición de permeabilidad.
- 30 El sensor de presión aguas arriba 7 y el regulador de presión aguas arriba 8 también están unidos a la unidad de control electrónico.
- La celda de medición 10 va dispuesta entre la válvula de alimentación 12 y la válvula de puesta a vacío 14. Una válvula de contención aguas abajo 11, también pilotada por la UCE, se halla dispuesta aguas abajo de la celda de medición 10, entre la celda de medición 10 y la válvula de puesta a vacío 14.
- 35 La celda 10 contiene uno o varios tapones para evaluar, dispuestos de manera que todos los gases pasantes a través de la celda se vean forzados a atravesar uno u otro de los tapones. La válvula de contención aguas abajo 11 se halla dispuesta próxima a la celda 10, preferentemente lo más cerca posible, tomando en consideración las imposiciones de ensamblaje de las diferentes conexiones de la conducción de gases (conexión de la parte aguas abajo de la celda 10 con la válvula 11, por ejemplo, conexión de un sensor de presión a la celda o a la parte aguas arriba de la válvula 11, ver más adelante en la descripción...).
- 40 Queda definida una cámara aguas abajo 16 por el volumen comprendido, en el interior de la conducción 4a, 5a, o 6a y de la celda 10, entre la cara aguas abajo del o los tapones y la válvula de contención aguas abajo 11. Un sensor de presión 20 está conectado a la cámara aguas abajo 16.
- 45 Cuando la válvula de contención aguas abajo 11 está cerrada, los gases que atraviesan el o los tapones dispuestos en la celda 10 pueden acumularse en la cámara aguas abajo 16.
- Más adelante en la descripción, se designa por volumen mínimo de la cámara aguas abajo, el volumen mínimo disponible en la cámara aguas abajo cuando un tapón, o cuando cada tapón de un grupo de tapones, está insertado en la celda hasta una posición de tope en la que el volumen de la cámara aguas abajo es el menor, con respecto a otras posiciones en las que todos los tapones no estuvieran en posición de tope. Por volumen real de la cámara aguas abajo, se designa el volumen de la cámara aguas abajo una vez que se ubica un tapón cualquiera en la celda, o que se ubica un grupo de tapones cualesquiera en la celda, contabilizando el volumen suplementario de la cámara aguas abajo debido al hecho de que todos los tapones no están en posición de tope.
- 50
- 55 Entre cada pareja de válvulas pilotadas de contención aguas abajo 11 y de puesta a vacío 14 de una misma unidad de medición, se halla conectada una segunda toma de aire 18. Esta toma de aire 18 puede estar aislada mediante una válvula pilotada 15, que separa la atmósfera exterior de la porción de conducción comprendida entre la válvula pilotada 11 y la válvula pilotada 14. Se prevé, preferentemente, una válvula pilotada 15 por cada unidad de medición 4, 5, 6.

ES 2 749 445 T3

- Una conducción de derivación 42 une una primera porción de conducción, dispuesta entre la parte aguas arriba de la celda 10 y la parte aguas abajo de la válvula de alimentación 12, y una segunda porción de conducción que une la válvula de contención aguas abajo 11 y la válvula de puesta a vacío 14. Sobre la conducción de derivación 42 se halla dispuesta una válvula de derivación 13. Cuando la válvula de contención aguas abajo 11 y la válvula de derivación 13 están abiertas, la parte aguas arriba y la parte aguas abajo de la celda 10 quedan unidas a través de la conducción de derivación 42, siendo entonces posibles los intercambios de gases entre la parte aguas arriba y la parte aguas abajo de la celda 10 sin atravesar los tapones contenidos en la celda. Cuando la válvula de derivación 13 está cerrada, todos los gases que pasan a través de la celda 10 se ven forzados a atravesar uno de los tapones dispuestos en la celda.
- Queda así definida una cámara aguas arriba 76 por el volumen comprendido, en el interior de la conducción 4a, 5a o 6a y de la celda 10 asociada, entre la cara aguas arriba del tapón o de los tapones, la válvula de alimentación 12 y la válvula de derivación 13.
- Cuando la válvula de alimentación 12 así como la válvula de ventilación 15 de la unidad de medición están cerradas, estando abiertas las válvulas 11, 14, 19 de la unidad, la bomba de vacío 3 puede hacer el vacío en la cámara aguas abajo 16 aspirando el gas contenido en esta cámara a través de la válvula de aislamiento aguas abajo 11, luego, de la válvula de regulación 14 y, finalmente, de la válvula de aislamiento aguas abajo 19. Si la válvula 13 está abierta, la bomba 3 permite hacer el vacío simultáneamente en la cámara aguas arriba 76. Si la válvula 13 está cerrada, el vacío se efectúa en la cámara aguas abajo 16, con independencia de la presión reinante aguas arriba de la válvula 13, especialmente de la presión en la cámara aguas arriba 76.
- Cuando las válvulas 11 y 13 de la unidad de medición están cerradas, estando abiertas las válvulas 9 y 12, gas proveniente de la alimentación de gas 2 puede entrar a la unidad de medición por la válvula de aislamiento aguas arriba 9, atravesar la válvula de alimentación 12, llegar a la celda de medición 10, atravesar el o los tapones interpuestos a su paso y volver a salir a la cámara aguas abajo 16 provista del sensor de presión 20.
- Si con antelación se ha efectuado el vacío en la cámara aguas abajo 16, todo el gas presente en la cámara aguas abajo 16 habrá llegado hasta ella atravesando el o los tapones de la celda 10.
- El gas que llega a través de los tapones de la celda de medición 10 provoca entonces un aumento de presión en la cámara aguas abajo 16, que puede ser medido por el sensor 20, siempre y cuando la presión de la cámara aguas abajo 16 se encuentre dentro del rango de medición del sensor.
- Las porciones de conducciones comprendidas entre las cuatro válvulas 11, 13, 14 y 15, que pueden estar constituidas, por ejemplo, por un enlace en cruz, delimitan un volumen de dosificación 17, que puede estar unido o aislado respecto a la cámara aguas abajo 16 por medio de la válvula de contención aguas abajo 11. Este volumen de dosificación 17, asimismo, mientras la válvula 11 esté cerrada, se puede someter a vacío mediante la bomba 3, a través de las válvulas 14 y 19, o poner en contacto con la atmósfera a través de la válvula 15, o alimentar a partir de la alimentación de gas 2 a través de las válvulas 9, 12 y 13, todo ello sin afectar a la presión de la cámara aguas abajo 16.
- Vamos a describir ahora la utilización del banco en vistas a obtener una medida de permeabilidad. Los tapones que han de someterse a ensayo se ubican en las celdas de medición 10, cuya geometría se describe más adelante.
- Cuando está instalado un tapón dentro de la celda 10, la cara aguas arriba del tapón está sometida a la presión reinante en la porción de canalización comprendida entre la celda 10 y la válvula de alimentación 12. La cara aguas abajo del tapón está sometida a la presión reinante en la cámara aguas abajo 16. Con objeto de acondicionar previamente los tapones, se cierra la válvula de alimentación 12, se abren las válvulas 11, 13, 14, 19 y se hace el vacío simultáneamente en la cámara aguas arriba 76 y en la cámara aguas abajo 16 con el concurso de la bomba de vacío 3. Así, se descargan los gases y la humedad atrapados en el material del tapón y que podrían, de no tomarse esta precaución, hacer aumentar la presión en la cámara aguas abajo 16 en las ulteriores mediciones de presión. A continuación, se cierra la válvula de contención aguas abajo 11, con el fin de mantener el vacío en la cámara aguas abajo 16, se cierra la válvula de derivación 13, se abre la válvula 12 y se aplica una presión predefinida de gas a partir de la alimentación de gas 2, por ejemplo 1200 milibares de oxígeno.
- Para llevarlo a cabo, la válvula de alimentación 12 puede ser una válvula de marcha-parada, la presión aguas arriba de la válvula 12 está regulada por la unidad de regulación de presión 87. Por lo tanto, en el momento necesario, simplemente se abre la válvula de alimentación 12 para imponer la presión aguas arriba en la cámara aguas arriba 76. Se halla entonces ventajosamente interpuesta una válvula de pérdida de carga 44, del tipo, por ejemplo, válvula de aguja, entre la válvula 12 y la celda de medición 10, con el fin de crear una pérdida de carga y de evitar una aplicación demasiado violenta de la presión aguas arriba después de haber efectuado el vacío aguas arriba y aguas abajo del tapón, lo cual podría, por ejemplo, causar un desplazamiento del tapón contenido en la celda 10.
- De acuerdo con otra variante de realización, si la válvula 12 es una válvula pilotada de manera proporcional, la apertura de la válvula 12 se puede regular mediante la unidad de control electrónico con el concurso de valores recibidos del sensor de presión aguas arriba 7. Entonces, la instalación puede no comprender una válvula 44.

Con objeto de facilitar la regulación de presión por la unidad de regulación 87, se elige preferentemente una presión de gas aplicada aguas arriba de la celda 10 que es superior a la presión atmosférica. Por lo tanto, los tapones encerrados en la celda 10 se encuentran sometidos a una presión de gas aguas arriba, en su cara aguas arriba, y al vacío creado en la cámara aguas abajo 16, en su cara aguas abajo. Las moléculas de gas que entonces atraviesan el tapón hacen aumentar la presión progresivamente en la cámara aguas abajo 16. La unidad de control electrónico unida al sensor de presión 20 provoca una adquisición de valor de presión a intervalos sucesivos que permite construir una curva de elevación de presión de la cámara aguas abajo 16. Cabe prever, por ejemplo, registrar un valor de presión cada minuto, hasta que la presión en la cámara aguas abajo haya alcanzado una presión umbral del orden de 150 mbar. En lugar de un registro a intervalos de tiempo predeterminados, cabe asimismo, con el concurso de un detector de eventos, registrar sucesivos valores de presiones que difieran cada uno de ellos del valor registrado anterior en un valor mínimo. Así, se evita almacenar valores "sin interés", por estar alineados en una meseta de presión. Si las primeras mediciones permiten determinar las pendientes perseguidas (véase seguidamente) incluso antes de que la presión supere 10 mbar, se podrá preferir limitarse a estos primeros valores. La mayor parte de las veces, basta con una semana para obtener un número satisfactorio de medidas.

Los puntos de medición obtenidos se comparan a continuación con una curva teórica, para extraer de ella parámetros de la curva experimental que permitan cuantificar la permeabilidad del tapón.

Los puntos de la curva pueden ser utilizados asimismo para determinar un caudal de oxígeno (por ejemplo, en moles/día) a través del o los tapones. Con objeto de evaluar el caudal de oxígeno correspondiente a un punto particular de la curva experimental de presión, se puede evaluar la pendiente $\frac{dp}{dt}$ de la curva en la proximidad de este punto, y utilizar la ecuación de los gases perfectos, esto es, $pV = nRT$

donde:

p: la presión de gas en la cámara aguas abajo (en Pa),

V: el volumen real de la cámara aguas abajo (en m³),

n: la cantidad de gas en moles en la cámara aguas abajo,

R: la constante universal de los gases perfectos (esto es, 8,314 J.K⁻¹.mol⁻¹),

T, la temperatura, en Kelvin, de la pieza y del banco de medición, es decir, la temperatura en °C a la que se ha añadido 273,15°, esto es, $T = T\text{ °C} + 273,15$.

Derivando la ecuación de los gases perfectos respecto al tiempo, se obtiene la relación: $\frac{dn}{dt} = \frac{dp}{dt} \times \frac{V \times 24 \times 3600}{R \times T}$, donde $\frac{dp}{dt}$ es la pendiente de la curva de presión en Pa/s, y $\frac{dn}{dt}$ es el caudal de gas que atraviesa el o los tapones, en moles/día.

Si se desea, por ejemplo, expresar un caudal de gas en cm³.día⁻¹ (por ejemplo, para el oxígeno, será el "OTR", en cm³/día), se sabe que un mol de gas ocupa 22,4 litros, esto es, 22 400 cm³. Por lo tanto

$$OTR = \frac{dn}{dt} \times 22400.$$

Si se desea, por ejemplo, expresar un caudal de gas en mg.día⁻¹ (por ejemplo, para el oxígeno será el "OTR", en mg/día), se sabe que un mol de O₂ pesa 32000 mg. Por lo tanto

$$OTR = \frac{dn}{dt} \times 32000.$$

En este tipo de cálculo, la diferencia de presión, el espesor y la superficie de intercambio no se tienen en cuenta.

Con objeto de calcular el coeficiente de permeabilidad Pe del o los tapones, se efectúa una transformación logarítmica de la curva de presión trazando una curva y(t) con $y(t) = -1n \left[\frac{p_d(t) - p_u}{p_{d0} - p_u} \right] = -1n[p_d(t) - p_u] + k$, donde:

P_d(t): es la presión en la cámara aguas abajo en el instante t (en Pa),

p_u: es la presión de gases aplicada en la cámara aguas arriba (en Pa),

$$k = 1n[p_{d0}(t) - p_u]$$

P_{d0}: es, por ejemplo, la presión en la cámara aguas abajo correspondiente al primer punto de medición (en Pa).

A continuación, se linealiza esta curva y(t) siguiendo técnicas conocidas para determinar su pendiente media $\frac{dy}{dt}$, y de ahí se deduce el coeficiente de permeabilidad Pe del tapón según la fórmula:

ES 2 749 445 T3

$$Pe = \frac{e \cdot V_a \cdot T_s}{A \cdot p_s \cdot T \cdot V_m} \chi \frac{dy}{dt}$$

Donde:

Pe: es el coeficiente de permeabilidad perseguido (en mol.m⁻¹.Pa⁻¹.s⁻¹),

A: la sección total (en m²) de los tapones atravesados por el gas,

5 e: el espesor (en m) del tapón o el espesor medio de los tapones, es decir, el espesor de material que debe atravesar el gas,

p_s: una presión estándar igual a 101 325 Pa,

t: (en s) la abscisa de los tiempos correspondientes a los diferentes instantes de medición de presión,

T: la temperatura (en K) del banco de medición,

10 T_s: una temperatura estándar de 273 K,

V_a: el volumen real de la cámara aguas abajo, en m³,

V_m: el volumen molar del gas con el que se lleva a cabo la medición, por ejemplo, 0,0224 m³/mol para el oxígeno.

15 Es de señalar que la elección de la presión inicial P_{d0} no influye en el resultado, pues, cambiando el valor de P_{d0}, sencillamente se desplaza la curva y(t) en un valor fijo siguiendo el eje de ordenadas, sin modificar la pendiente de la curva.

También se puede, en primera aproximación, considerar que, cuando la presión p_d en la cámara aguas abajo es muy pequeña frente a la presión p_u aplicada en la cámara aguas arriba, $y(t) \cong \frac{p_d}{p_u}$, lo cual arroja un valor aproximado para el coeficiente de permeabilidad Pe sensiblemente igual a $\frac{e \cdot V_a \cdot T_s}{A \cdot p_s \cdot T \cdot V_m} \chi \frac{1}{p_u} \chi \frac{d(p_d)}{dt}$. Cabe, por tanto, según una variante de puesta en práctica, contentarse con determinar directamente la pendiente de la presión con respecto al tiempo, en lugar de efectuar la transformación logarítmica.

20 Es de señalar que el coeficiente de permeabilidad Pe es intrínseco al material medido, teniéndose en cuenta la geometría de la muestra (superficie, espesor) en la anterior fórmula con el fin de reducir el valor de Pe a una unidad de superficie y a una unidad de espesor. El caudal de gas, por ejemplo el OTR, es un valor de conjunto dependiente de la geometría de la muestra.

25 La unidad de control electrónico puede estar configurada en orden a efectuar automáticamente la explotación del conjunto de medidas de presión obtenidas. Se contempla asimismo la posibilidad de una explotación semi-manual de las medidas, donde un operario selecciona, por ejemplo, la porción de la curva de medición que parece más propicia para arrojar valores pertinentes.

30 Claro es que se necesita una estimación precisa del volumen V_a de la cámara aguas abajo para obtener una estimación precisa del coeficiente de permeabilidad Pe. Al ser este volumen V_a susceptible de variar según el posicionamiento de la cara aguas abajo del tapón o de los tapones dentro de la celda de medición 10, un posicionamiento que no fuera rigurosamente reproducible de los tapones dentro de la celda puede acarrear desviaciones de medición que pueden falsear, por ejemplo, comparaciones entre dos materiales de tapón.

35 Con objeto de evitar tales artefactos, después de cada colocación de un tapón y de una serie de tapones dentro de la celda de medida 10, se procede a una evaluación del volumen real de la cámara aguas abajo 16. Para llevarlo a cabo, se procede como sigue. El volumen de la cámara de dosificación 17 es invariable y es conocido mediante una medición previa, efectuada, por ejemplo, llenando de agua esta cámara de dosificación, y pesando esta agua para determinar su volumen.

40 Después de haber colocado el o los tapones dentro de la celda de medición 10, se cierran las válvulas 13 y 15, se abren las válvulas 11, 14 y 19, se acciona la bomba de vacío 3 y, a continuación, se vuelve a cerrar la válvula 14. Así, se hace el vacío simultáneamente en la cámara aguas abajo 16 y en la cámara de dosificación 17. A continuación, se cierra la válvula de contención aguas abajo 11, se abre la válvula de ventilación 15, lo cual llena la cámara de dosificación 17 de aire a la presión atmosférica. Se vuelve a cerrar la válvula 15 y se abre la válvula 11, lo cual permite repartir el aire de la cámara de dosificación 17 entre la cámara aguas abajo 16 y la cámara de dosificación 17.

45 A continuación, se vuelve a cerrar la válvula 11. Se abren las válvulas 14 y 19 y se vuelve a hacer el vacío en la cámara de dosificación 17. A continuación, se vuelve a cerrar la válvula 14. Se verifica si la presión en la cámara aguas abajo 16 está en el rango medible por el sensor de presión 20. Si no lo está, se efectúa un fraccionamiento del gas comprendido dentro de la cámara aguas abajo 16: se abre la válvula 11 para repartir el gas entre las dos cámaras 16 y 17, se vuelve a cerrar la válvula 11, se vuelve a hacer el vacío en la cámara de dosificación 17, se vuelve a cerrar la válvula 14 y se vuelve a abrir la válvula 11, con el fin de redistribuir el gas restante en la cámara aguas abajo 16.

Una vez que la presión en la cámara aguas abajo 16 se encuentra en el rango de medición del sensor 20, se apunta el valor p_1 de esta presión, se vuelve a hacer el vacío en la cámara de dosificación 17, se vuelve a cerrar la válvula 14, se vuelve a abrir la válvula 11 y se mide la presión p_2 del gas distribuido entre las dos cámaras 16 y 17. Como rango de medición del sensor, se puede tomar un intervalo de presiones recomendado por el proveedor del sensor, o un intervalo de valores de presiones arbitrario en el que el sensor de presión 20 da valores reproducibles.

Si señalamos con V_a el volumen real de la cámara aguas abajo 16, y con V_{17} , el volumen de la cámara de dosificación 17, la ecuación de los gases perfectos permite escribir que:

$$p_1 \cdot V_a = p_2 \cdot (V_a + V_{17})$$

esto es,

$$V_a = \frac{V_{17} \cdot p_2}{p_1 - p_2}$$

La unidad de control electrónico puede estar configurada para efectuar automáticamente, después de la colocación de las celdas de medición 10 provistas de los tapones que han de caracterizarse, la determinación del volumen real V_a de la cámara aguas abajo 16 de cada unidad de medición 4, 5 o 6.

Para llevarlo a cabo, la unidad de control electrónico puede estar programada para efectuar el fraccionamiento del gas contenido en la cámara aguas abajo 16 hasta que el valor de la presión en la cámara 16 se encuentre en el rango considerado como rango de medición fiable para el sensor de presión 20. De acuerdo con una variante de puesta en práctica, la unidad de control electrónico puede estar programada para efectuar los fraccionamientos del gas contenido en la cámara aguas abajo 16 un número predeterminado de veces.

Las figuras 2 a 6 ilustran algunos ejemplos de celdas y de elementos de celdas de medición que permiten interponer entre la cámara aguas arriba y la cámara aguas abajo los tapones que se desea ensayar.

En lo sucesivo, llamamos dirección axial a la dirección del eje longitudinal del tapón. La figura 2 ilustra un anillo de sujeción 21 que abraza un tapón 22 que va a ensayarse. El anillo 21 se muestra en sección parcial. El anillo 21 abraza el tapón 22 a estanqueidad por toda la circunferencia del tapón. El perfil interior del anillo reproduce un perfil tipo de cuello de botella, con el fin de ubicar el tapón en unas condiciones de compresión representativas de su uso normal. Así, este perfil interior presenta una superficie de apoyo interior 104 que es una superficie de revolución y que incluye una sección 105 de menor diámetro. El diámetro de esta sección 105 es rigurosamente inferior al de las demás secciones radiales de la superficie de apoyo. La superficie de apoyo incluye al menos una primera porción de superficie troncocónica 106 que converge hacia esta sección mínima 105, así como una segunda porción de superficie de apoyo 107 que diverge por el lado opuesto a partir de la sección de menor diámetro. La segunda porción puede ser otra distinta de troncocónica, y puede estar seguida de una superficie convergente 108, cuya sección mínima no deja de ser, sin embargo, superior a la sección mínima 105. Con objeto de no dañar el tapón y con objeto de asegurar, sin embargo, una sujeción axial eficaz del mismo, la porción troncocónica 106 es de longitud igual o superior a 10 mm, y preferentemente igual o superior a 20 mm, y el tronco de cono presenta una inclinación con respecto a su eje comprendida entre $0,7^\circ$ y 3° .

El anillo puede estar realizado en aleaciones metálicas de mecanización sencilla, por ejemplo una aleación de aluminio. Se contempla asimismo la posibilidad de anillos de material sintético, con un revestimiento interior que permita garantizar, entre el anillo y el tapón, un coeficiente de fricción que siga siendo comparable al del coeficiente de fricción del tapón contra vidrio. Con objeto de que las tensiones internas al tapón sean comparables a las tensiones internas de un tapón insertado en un cuello de vidrio (para que la permeabilidad medida refleje la del tapón "en situación real"), es menester, en especial, que el coeficiente de rozamiento entre el tapón y el interior del anillo sea comparable al coeficiente de rozamiento entre el tapón y un cuello de vidrio de igual perfil. Se ha comprobado que la fuerza necesaria para la colocación del tapón era en particular comparable en ambas situaciones si la rugosidad de la superficie de apoyo 104 paralelamente al eje del anillo 21 presenta un $R_a \leq 0,7 \mu\text{m}$ y un $R_p \leq 1,5 \mu\text{m}$, y preferentemente un $R_a \leq 0,5 \mu\text{m}$ y un $R_p \leq 1,3 \mu\text{m}$.

Para constituir una celda de ensayo 10 de la figura 1, el anillo 21 se ciñe entre una placa distribuidora 31, visible, por ejemplo, en la figura 4, y una placa de captación 29, visible en perspectiva en la figura 3 y de la cual en la figura 4 es visible en sección una variante afín. La placa distribuidora 31 y la placa de captación 29 presentan formas similares en su conjunto. Cada una de ellas está provista de una oquedad de centraje 27 que permite alojar y sujetar radialmente uno de los extremos del anillo 21. Cada oquedad de centraje incluye una zona de vaciado cilíndrico que permite insertar en ella un extremo axial del anillo. A través de la placa distribuidora 31 y de la placa de captación 29 es pasante un conjunto de agujeros de apriete 24 que permiten pasar tornillos, distanciadores o varillas roscadas que unen la placa distribuidora 21 y la placa de captación 29 para mantener los extremos del anillo 21 apretados axialmente en el interior de sendas oquedades de centraje 27.

Con objeto de asegurar la estanqueidad de la celda 10 frente a los gases que atraviesan el tapón 22, está prevista una junta tórica 28 en el interior de cada oquedad de centraje 27 de la placa distribuidora 31 y de la placa de captación 29.

- La placa de captación 29 está provista en su centro de un orificio colector 25 que permite recuperar los gases que han atravesado el tapón 22. Al ser el tapón 22 susceptible de apoyarse contra el fondo de la oquedad de centraje 27, sobre esta oquedad de centraje está previsto un rosetón colector 26 en forma de un relieve en estrella que a la vez delimita unas ramas radiales 23a en relieve que sirven de tope axial a la cara aguas abajo del tapón 22 y delimita unos canales de drenaje 23b que permiten recoger el gas que ha atravesado el tapón sobre una superficie superior a la del orificio colector 25, en especial cuando el tapón 22 se encuentra a tope contra la oquedad de centraje 27.
- La figura 4 ilustra una forma particular de celda de medición 30, destinada a medir la permeabilidad de tapones con bozal, de tipo tapón de champán.
- La celda 30 comprende una placa de captación 29 idéntica a la descrita en la figura 3. Comprende, asimismo, una placa distribuidora 31 similar a la placa de captación 29, pero que difiere de la placa de captación 29 en correspondencia con el relieve que rodea un orificio central de alimentación 35 por el que el gas es conducido a la parte aguas arriba del tapón (no representado). Así, el rosetón colector 26 que rodea el orificio colector se sustituye por un perfil troncocónico 38, menos costoso en su mecanización.
- El diámetro del orificio colector 25 se elige en orden a minimizar el volumen de la cámara aguas abajo 16, y en particular el volumen mínimo de la cámara aguas abajo 16. Para llevarlo a cabo, el diámetro del orificio 25 es típicamente inferior a la mitad del diámetro de la oquedad de centraje, al igual que en la figura 3, e incluso, como más adelante se ilustra en la figura 5, a la tercera parte del diámetro de la oquedad de centraje.
- El orificio colector 25 y el orificio de alimentación 35 pueden incluir cada uno de ellos una o varias zonas de taladrado recto 36, así como un escalón 37, que permiten limitar el desplazamiento axial de un extremo de conducción (no representado) que conduce el gas hacia la celda o de un extremo de conducción (no representado) que recoge el gas presente en la celda aguas abajo del tapón (no representado).
- Al igual que en la figura 3, la placa de captación 29 y la placa distribuidora 31 incluyen sendas oquedades de centraje 27. Los diámetros de las oquedades de centraje de ambas placas son comparables y pueden estar previstos para alojar indistintamente un anillo simple 21, tal como se describe en la figura 2, o una cámara 40 para tapón efervescente, tal como se representa en la figura 4. La cámara 40 para tapón efervescente de la figura 4 comprende un anillo exterior 32 determinante de una cámara cilíndrica en su conjunto, cuyo extremo superior está configurado para pasar a imbricarse a estanqueidad en la oquedad de centraje 27 de la placa distribuidora 31 y cuyo diámetro interior máximo está ensanchado con respecto al diámetro de la oquedad de centraje 27, en orden a poder insertarse ahí, por un orificio inferior 151, un portamuestras 33 y un tapón con bozal (no representado) que desborda radialmente de este portamuestras 33. El anillo exterior 32 presenta por su parte superior un orificio axial 43.
- El perfil troncocónico 38 de la placa distribuidora 31 permite asumir una transición entre el diámetro del orificio de alimentación 35 y el diámetro del orificio superior 43 del anillo exterior 32.
- El portamuestras 33 incluye una porción de cuello facticio 41 que reproduce el relieve interior y exterior de un cuello de botella apto para recibir un tapón con bozal, es decir, de un cuello de botella provisto de un escalón 34 que permite retener el bozal del tapón. A través del portamuestras 33 es pasante un conducto axial 100 que une un orificio de entrada 150 a un orificio de salida 152 del portamuestras.
- El portamuestras 33 presenta una base inferior cuya geometría es complementaria de la propia de la oquedad de centraje 27 de la placa de captación 29, con el fin de poder enchufarse en ella a estanqueidad. El portamuestras 33 está diseñado en orden a poder encajarse en el interior del anillo exterior 32, una vez se ha equipado el cuello facticio 41 con un tapón con bozal, de manera que la cámara 40, delimitada por el anillo exterior 32 y el anillo interior 34, sea estanca a los gases distintos a los que llegan por el orificio 43 del anillo exterior 32 o regresen por el centro del cuello facticio 41.
- Con objeto de asegurar esta estanqueidad, pueden disponerse juntas inter-anillos 39 alrededor de la base del portamuestras 33. La celda 30 así definida permite ensayar la permeabilidad de un tapón provisto de su bozal, aplicando una presión de gas sobre la parte del tapón exterior al cuello facticio 41 y midiendo la presión de los gases que llegan hasta el orificio colector 25. Al tener los dos extremos de la celda unos diámetros exteriores idénticos, la celda puede montarse permutando las posiciones de los dos extremos con respecto a la placa distribuidora 31 y con respecto a la placa de captación 29, para medir una permeabilidad a partir de la base del tapón, correspondiente a la permeabilidad de escape del CO₂ hacia el exterior de la botella.
- La figura 8 ilustra una forma particular de celda de medición 130, destinada a medir la permeabilidad de cápsulas de rosca, en particular de cápsulas de rosca metálicas. En la figura 8, nos encontramos con elementos comunes a la figura 4, designándose los mismos elementos mediante las mismas referencias. Un recinto 140 para cápsula de rosca comprende un anillo exterior 132 con forma de campana, que define una cámara cilíndrica en su conjunto. El extremo superior del anillo 132 está configurado para pasar a imbricarse a estanqueidad en la oquedad de centraje 27 de la placa distribuidora 31. El diámetro interior máximo del anillo 132 es más amplio que el diámetro de la oquedad de centraje 27, en orden a poder insertar en el anillo 132, por un orificio interior, un portamuestras 133 que incluye una porción 141 con forma de cuello facticio de botella. El cuello facticio 141, en su parte exterior, reproduce una rosca 134 de una botella apta para ser cerrada mediante una cápsula de rosca (no representada). La rosca 134 del cuello

facticio está realizada en orden a poder ensamblar en ella una cápsula de rosca con medios de producción existentes destinados a botellas reales. Puede estar previsto un soporte (no representado), por ejemplo en forma de bloque cilíndrico, que reproduce la forma de la parte inferior de una botella. Así, el conjunto constituido por el soporte con el portamuestras ensamblado encima puede ser compatible, desde el punto de vista dimensional, con los citados medios de producción. Así, se puede engarzar una cápsula de rosca sobre el portamuestras 133 en las mismas condiciones en que se engazaría sobre una botella real. El anillo exterior 132 presenta por su parte superior un orificio axial 43. El portamuestras 133 lleva taladrado un conducto axial 100 de diámetro inferior al diámetro interior de un cuello de botella de vidrio, con el fin de limitar el volumen de la cámara aguas debajo de la que define una porción del conducto axial 100. Alrededor del extremo superior —es decir, del extremo opuesto a la placa de captación— del conducto axial 100, hay practicada una oquedad de captación 101, con el fin de que la cápsula (no representada) quede apoyada sobre una porción anular 102 del cuello facticio, siendo la superficie de la porción anular de superficie comparable a la superficie de apoyo de la cápsula sobre un cuello de botella de vidrio. Se hace constar que, en la forma de realización de la figura 4, al igual que en la forma de realización de la figura 8, el anillo interior 33 o el portamuestras 133, una vez insertado en el anillo exterior 32, o 132 respectivamente, presenta una porción de superficie libre 103 sensiblemente axial, contenida en el interior del anillo 33 o de la campana 133. Es sobre esta superficie, con el concurso del escalón 34 o de la rosca 134, donde se puede engarzar o fijar una porción de un tapón o de una cápsula exterior al cuello.

La figura 5 es una vista en despiece ordenado de una celda 50 multianillo que permite aplicar la presión aguas arriba de gas simultáneamente sobre varios tapones, con el fin de obtener un valor medio de permeabilidad sobre varios tapones. En la figura 5, nos encontramos con elementos presentes en las figuras 1 a 4, designándose entonces los mismos elementos mediante las mismas referencias.

En este punto, entre una placa distribuidora 55 y una placa de captación 57, se halla interpuesto un conjunto de ocho anillos 21. Se hace constar, de paso, que en ciertas variantes de realización, entre ellas la de la figura 5, la placa de captación puede presentar un o unos perfiles troncocónicos casi planos convergentes hacia el orificio de captación o hacia los orificios de captación de gas, en lugar del rosetón 26 dispuesto sensiblemente en plano de las figuras 3 y 4. El ángulo del cono es muy abierto, en orden a limitar el volumen mínimo de la cámara aguas abajo 16. En una variante de realización, el fondo de la oquedad de centrado 27 puede ser plano. La sujeción de los anillos 21 entre las placas 55 y 57 recae en unos distanciadores 59 interpuestos axialmente entre las dos placas, en cuyos distanciadores pasan a atornillarse unos tornillos 54 de cierre de la celda 50. Cada tornillo 54 es pasante por un orificio no roscado de una de las placas 55 o 57 y pasa a engancharse en una rosca interior a un distanciador 59.

Al ser los distanciadores ligeramente más cortos que los anillos, cabe así la posibilidad de asegurar el apriete de los anillos entre las dos placas. Con objeto de facilitar el distanciamiento de las dos placas y la colocación de los anillos 21, unas barras de guía 51 provistas de muelles 52 de distanciamiento de las placas pueden ir soldadas por un extremo a una de las placas y deslizar en el interior de un orificio de guía de la otra placa.

Las longitudes de muelles 52 pueden estar previstas para ser del mismo orden que las longitudes de los anillos 21, o para ser ligeramente superiores. La placa distribuidora 55, al tener que alimentar esta vez varios anillos, está realizada en dos partes, que definen entre sí un volumen de distribución 60 hecho estanco mediante una junta 64. El volumen de distribución 60 une un orificio de alimentación central 35, al cual puede estar ensamblada una conducción que conduce el gas hacia la celda, y unos orificios 61 que alimentan el centro de cada uno de los anillos 21.

El volumen de distribución 60 está delimitado entre una base de placa distribuidora 55a y una tapa de placa distribuidora 55b. La base de placa distribuidora 55a porta las oquedades de centrado 27 superiores de cada uno de los anillos 21, así como los orificios 53 que permiten posicionar los tornillos de ensamblaje 54 de apriete de los anillos. La tapa de placa distribuidora 55b está atravesada por el orificio central de distribución 35 y está ensamblada a la base de placa distribuidora 55a por un grupo de tornillos 68.

De manera similar, la placa de captación 57 comprende una base de placa de captación 57a y una tapa de placa de captación 57b unida por un conjunto de tornillos de ensamblaje 67, y que definen entre sí un volumen colector 77. El volumen colector 77 une unos orificios colectores 25 de cada anillo 21, taladrados en la base de la placa de captación 57a, y dos orificios de salida 78 y 79, taladrados en la tapa de la placa de captación 57b. A los orificios de salida 78 y 79 pueden estar soldados, respectivamente, un primer conector que permite conectar una canalización que va hacia la bomba de vacío 3 y un segundo conector que permite conectar un sensor de presión 20 (no representado en la figura 5), apto para medir la presión reinante en el interior del volumen colector 77. Cabe contemplar la posibilidad de variantes de realización en las que la tapa de placa de captación no incluya más que un orificio de salida, conectándose entonces el sensor de presión 20 aguas abajo de este orificio de salida, sobre la canalización que va hacia la bomba de vacío 3.

La figura 6 ilustra la cara de la placa 57a que queda oculta en la figura 5. Se comprueba que la forma de la base de placa de captación 57a, vista desde el lado del volumen colector 77, tal como en la figura 6, es similar a la parte superior de la base de placa distribuidora 55a que puede verse en la figura 5.

Los orificios captadores 25 están rodeados en particular por una junta 64, que es sensiblemente en forma de estrella, con el fin de poder circundar por el exterior de la placa los orificios captadores 25 y de poder circundar por el centro de la placa un grupo de perforaciones roscadas 67a que permiten apretar los tornillos de ensamblaje 67.

Sin embargo, el volumen colector 77 es inferior, en volumen, al volumen de distribución 61, ya que el volumen colector 77 se limita a un grupo de canales 63 en estrella que unen los ocho orificios captadores 25 y los dos orificios 78 y 79. Por comparación, el volumen de distribución 61 es mayor, pues comprende una porción cilíndrica central cuyo diámetro está limitado por el diámetro interior de la junta 64.

- 5 Así, el volumen de distribución 60 es menos costoso en su mecanizado. El volumen colector 77, un poco más costoso en su realización, en cambio, permite limitar el volumen total de la cámara aguas abajo 16 de la que forma parte, y mejorar la precisión de las mediciones de presión en esta cámara aguas abajo.

En efecto, para un volumen de gas dado que atraviesa los tapones, el aumento de presión originado en la cámara aguas abajo 16 es más perceptible si se reduce el volumen de esta cámara.

- 10 La figura 7 ilustra otro modelo de celda de medición 70, destinada en esta ocasión a medir la permeabilidad de juntas de tipo cápsula. Al igual que en la anterior forma de realización, la celda 70 comprende una placa distribuidora 31 y una placa de captación 29, unidas, en este punto, axialmente mediante tornillos 81 que permiten graduar el espaciado.

- 15 De manera similar a la forma de realización de la figura 4, queda definida una cámara 80 por la placa distribuidora 31, la placa de captación 29 y dos anillos 71 y 72, de los cuales un anillo superior 71, inserto en el interior de una oquedad de centraje 27 de la placa distribuidora provista de una junta tórica 28, y un anillo inferior 72, apoyado en el interior de una oquedad de centraje 27 de la placa de captación 29. El anillo inferior 72 reproduce la geometría del extremo de un cuello de botella, destinado a recibir cápsulas de cierre que cubren el extremo del cuello. Está configurado en orden a poderse insertar en el interior del anillo superior, asegurando al propio tiempo la estanqueidad entre los dos anillos con el concurso de una junta inter-anillos 39.

- 20 Entre el anillo inferior 72 y el anillo superior 71, se ha arbitrado un intervalo 73, en el que es posible alojar una junta de cápsula 74, en orden a reservar un espacio perimetral vacío alrededor de la junta 74. La junta de cápsula queda sujeta entonces en su periferia por apriamiento entre los dos anillos 71 y 72. Dispuesto en el interior del cuello facticio del anillo inferior 72, se halla un soporte poroso 88, de manera que una junta de cápsula 74 aprisionada entre los anillos 71 y 72 no sea aspirada al interior del cuello cuando se hace el vacío aguas abajo de esta junta 74. La presión de apriete de los tornillos de la celda se elige de manera que la junta quede aprisionada con una presión de engarce comparable a la presión de engarce de una cápsula. Es de señalar que, en el montaje descrito en las figuras 2 o 4, asimismo, se puede disponer un inserto poroso en el interior del anillo, bajo el tapón, con el fin de reducir el volumen eficaz de la cámara aguas abajo.

- 30 La placa de captación 29 presenta un orificio colector 25 dispuesto por debajo del soporte poroso 88. A través de la placa distribuidora 31, es pasante un orificio de alimentación central 35a que permite conducir gas a presión por encima de la parte central de la junta 74, es decir, sobre la superficie que cubre el soporte poroso 88. A través de la placa distribuidora 31, es pasante, asimismo, un orificio de alimentación perimetral 35b, que se continúa en un canal lateral 82 que atraviesa el anillo superior 71 y concurre con la periferia del intervalo 73.

- 35 Así, gas a presión inyectado en el orificio de alimentación perimetral 35b es susceptible de atravesar la junta 74 en dirección al orificio colector 25, ya sea difundiendo en la intercara entre la junta 74 y el anillo inferior 72, ya sea difundiendo en el interior del material de la junta 74 a partir de la periferia de esta junta.

Esta celda de medición 70 de junta de cápsula permite efectuar mediciones de permeabilidad siguiendo el mismo principio descrito más arriba, si se aplica la presión de gas en correspondencia con el orificio de alimentación central 35a.

- 40 Asimismo, esta celda de medición 70 permite llevar a cabo ensayos comparativos de permeabilidad de diferentes juntas 74, ensayos estos que tienen en cuenta efectos de difusión de intercara y/o de difusión por el borde de la junta. El mecanismo de difusión por el borde de la junta, en efecto, puede ser diferente del de difusión en el sentido del espesor de la junta.

- 45 El objeto de la invención no se limita a los ejemplos de realización descritos, y puede diversificarse en abundantes variantes. Puede variar el número de unidades de medición 10 por cada banco de medición 1, al igual que el número de anillos que se pueden montar sobre una celda de medición 10 dada. Cabe prever montar en paralelo varias celdas para tapones con bozal, o montar en paralelo varias celdas para juntas de cápsulas. Es posible conectar varias unidades de medición a una sola unidad de regulación de presión, como en la figura 1, o regular la presión aguas arriba de cada unidad de medición mediante una unidad de regulación de presión especializada.

- 50 Se puede conectar la unidad de control electrónico a todas las válvulas descritas, las cuales son entonces válvulas pilotadas, es decir, pilotadas electrónicamente, o reservar algunas de las válvulas para un pilotaje manual, por ejemplo, las válvulas de aislamiento 9 y 19 y/o la válvula de derivación 42. Asimismo, se puede pilotar manualmente todas las válvulas y no tener ninguna válvula pilotada.

- 55 Las válvulas 11, 12, 13, 14 pueden ser válvulas accionables de manera proporcional, o pueden ser todas ellas, o algunas de ellas, válvulas de marcha-parada. En caso de ser la válvula de alimentación 12 una válvula de marcha-parada, la regulación de la presión aguas arriba recae únicamente en la unidad de regulación de presión 87. Se halla

entonces ventajosamente interpuesta una válvula de pérdida de carga 44, del tipo, por ejemplo, válvula de aguja, entre la válvula 12 y la celda de medición 10, con el fin de crear una pérdida de carga y de evitar una aplicación demasiado violenta de la presión aguas arriba después de haber efectuado el vacío aguas arriba y aguas abajo del tapón, lo cual podría, por ejemplo, causar un desplazamiento del tapón.

- 5 Aunque, en el ejemplo descrito, las celdas de medición 10 se alimentan con gas mediante una placa superior, y la aspiración hacia la bomba de vacío 3 se lleva a cabo a partir de una placa inferior, se da por supuesto que la alimentación de gas podría llevarse a cabo por la placa inferior, y la aspiración, por la placa superior.

- 10 A efectos de las conexiones de las conducciones que llevan, o que captan, los gases de la celda 10, cabe prever, por ejemplo, que la conducción de gas que llega a la celda de medición 10 esté roscada, lo cual es un modo de ensamblaje económico, mientras que el enlace que permite unir la misma celda de medición a la conducción determinante de la parte aguas abajo de la cámara aguas abajo 16 esté, por el contrario, soldado. De esta manera, se limitan las fugas del gas que llega aguas abajo del tapón y se aumenta la precisión de la medición. Son posibles, sin embargo, otras elecciones de métodos de ensamblaje de las canalizaciones que llegan a y parten de la celda 10. Se puede elegir utilizar únicamente enlaces roscados o únicamente enlaces soldados.

- 15 Con objeto de que la cantidad de gas objeto de detección pueda originar una presión detectable por el sensor 20, se intenta reducir en la medida de lo posible el volumen de la cámara aguas abajo 16. Así, típicamente, para una celda con un solo tapón, el volumen mínimo comprendido entre la parte aguas abajo del tapón y la válvula 11 podrá ser del orden de unos cm^3 .

- 20 En el caso de una celda apta para admitir varios tapones, el volumen de conjunto de la cámara aguas abajo 16 será mayor, pero se intenta, de todas maneras, conservar un volumen que, una vez dividido por el número de tapones de la celda, permanezca dentro de este rango de unos cm^3 por tapón.

- 25 En todo caso, como puede estimarse en las figuras, la porción de cámara aguas abajo integrada en la celda de medición, es decir, el volumen total de circulación de gas que comprende la zona de toma de contacto entre el portamuestras y la placa de captación aguas abajo del tapón, y que comprende el circuito de gas a través de la placa de captación, es de volumen igual o inferior al volumen total máximo de los tapones que la celda es apta para admitir.

Con objeto de que las operaciones de fraccionamiento de gas entre la cámara aguas abajo 16 y la cámara de dosificación 17 arrojen relaciones de presión aprovechables, es deseable que los volúmenes de las dos cámaras 16 y 17 no dejen de ser del mismo orden de magnitud y, en todo caso, no difieran en más de un orden de magnitud.

- 30 Se podrá, por ejemplo, utilizar cámaras de dosificación que tengan un volumen del orden de 2 a 6 cm^3 , por ejemplo entre 3 cm^3 y $4,5 \text{ cm}^3$. De manera oportuna, se elegirán relaciones entre volumen mínimo de la cámara aguas abajo 16 y volumen de la cámara de dosificación 17 tales que el volumen de la cámara de dosificación 17 esté comprendido entre 1/10 del volumen mínimo de la cámara aguas abajo 16 y cinco veces el volumen mínimo de la cámara aguas abajo 16.

- 35 La evaluación del volumen real de la cámara aguas abajo se verá todavía más simplificada si el volumen de la cámara de dosificación y el volumen mínimo de la cámara aguas abajo son cercanos uno del otro, por ejemplo, si el volumen de la cámara de dosificación está comprendido entre $\frac{1}{4}$ y cuatro veces el volumen mínimo de la cámara aguas abajo.

- 40 Ciertas variantes de la invención pueden no incluir un estrangulamiento interior en correspondencia con la superficie interior de apoyo 104 del anillo 21 o del portamuestras 33 o 133. Estas variantes conciernen, en especial, a anillos con conducto interior cuya longitud es reducida, por ejemplo comprendida entre 0,4 y 1 vez el diámetro mínimo del conducto (no representados), o pueden concernir a portamuestras provistos de un bordón circunferencial o de una rosca alrededor de su orificio de entrada, tales como los ejemplos de las figuras 4 y 8.

- 45 El dispositivo de medición según la invención permite evaluar de manera fiable y reproducible la permeabilidad de muestras de material espeso, tales como tapones de vino o de champán. La medición puede llevarse a cabo en un tiempo limitado con respecto a los métodos convencionales de medición que miden la difusión por culombimetría. La construcción del dispositivo de medición según la invención tan solo precisa de elementos de canalización y de válvulas estándar para gases a presión, así como de sensores de amplia difusión en el mercado, tales como sensores de presión o sensores de vacío de tipo Pirani, basados en una medición de conductancia térmica. Asimismo, pueden ser utilizados sensores un tanto menos precisos, por ejemplo de tipo capacitivo. Así, se evita recurrir a dispositivos onerosos tales como aparatos de medición culombimétricos de difusión de oxígeno.

50

REIVINDICACIONES

1. Celda de ensayos (30, 50) para la medición de la permeabilidad a los gases de al menos una muestra de material o de un tapón (22), que comprende:
- 5 - una campana de acondicionamiento (21, 32, 132) sensiblemente cilíndrica que incluye una pared circunferencial estanca, un primer orificio de entrada (43) y un primer orificio de salida (151),
 - una placa distribuidora (31) estanca a los gases, apta para ser ensamblada con la campana de acondicionamiento (21, 32, 132) a estanqueidad, y que incluye al menos un conducto de alimentación (35) pasante a través de la placa (31), en orden a ir a parar en el primer orificio de entrada (43),
 - 10 - un portamuestras (21, 33, 133) monopieza a través del cual es pasante un conducto (100) sensiblemente cilíndrico que une un segundo orificio de entrada (150) y un segundo orificio de salida (152), siendo el portamuestras una pieza separada (33, 133) apta para ser ensamblada con la campana (32, 132), en orden a configurar un volumen estanco a los gases que une el primer orificio de entrada (43) y el segundo orificio de salida (152),
 - una placa de captación (29) estanca a los gases, apta para ser ensamblada con el portamuestras (21, 33, 133) a estanqueidad y que incluye al menos un conducto de captación (25) pasante a través de la placa (29), en orden a ir a parar en el segundo orificio de salida,
 - 15 caracterizada por que la placa distribuidora (31) incluye al menos una oquedad de centraje (27) en la que pasa a insertarse axialmente un primer extremo axial de la campana (32), de manera que la placa distribuidora recubre el primer orificio de entrada (43), y por que la placa de captación (29) incluye al menos una oquedad de centraje (27), en la que pasa a insertarse axialmente un extremo axial del portamuestras (33), de manera que la placa de captación (29) recubre el segundo orificio de salida (152), siendo estas oquedades de centraje respectivamente aptas para sujetar radialmente la campana (32) con respecto a la placa distribuidora (31) y para sujetar el portamuestras (33) con respecto a la placa de captación (29),
 - 20 y por que el extremo del conducto de captación (25) que se encara con el segundo orificio de salida (152) es de diámetro rigurosamente inferior al diámetro interior de la oquedad de centraje de la placa de captación destinada a recibir el portamuestras, y estando unidos el conducto de captación (25) y el extremo del conducto cilíndrico (100) del portamuestras por una porción de superficie sensiblemente plana o cónica de la placa de captación.
 - 25
2. Celda de ensayos según la reivindicación 1, en la que el conducto (100) del portamuestras (21, 33) presenta una superficie de apoyo interior que es una superficie de revolución, que incluye una sección de menor diámetro (105), cuyo diámetro es rigurosamente inferior al de las demás secciones de la superficie de apoyo, e incluye al menos una primera porción de superficie troncocónica (106) que converge hacia esta sección de menor diámetro (105), así como una segunda porción de superficie de apoyo (107) que diverge por el lado opuesto a partir de la sección de menor diámetro.
- 30
3. Celda de ensayos según las reivindicaciones 1 o 2, en la que la porción troncocónica (106) es de longitud igual o superior a 10 mm, y preferentemente igual o superior a 20 mm, y presenta una inclinación con respecto a su eje comprendida entre 0,7° y 3°.
- 35
4. Celda de ensayos según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el portamuestras (21, 33) es una pieza metálica, presentando la rugosidad, paralelamente al eje del conducto (100) del portamuestras, de la superficie interior de apoyo un $Ra \leq 0,7 \mu m$ y un $Rp \leq 1,5 \mu m$, y presentando preferentemente un $Ra \leq 0,5 \mu m$ y un $Rp \leq 1,3 \mu m$.
- 40
5. Celda según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que incluye una campana (32) y un portamuestras (33) aptos para estar unidos por una zona anular de estanqueidad (39) para configurar el volumen estanco a los gases, de manera que una porción (41) del portamuestras que rodea el segundo orificio de entrada (150) sobresalga en el interior de la campana (32) en una porción de superficie libre (34) que rodea una porción del conducto interior (100) del portamuestras.
- 45
6. Celda según la reivindicación anterior, que incluye al menos un bordón circunferencial (34) o una rosca (134) en correspondencia con la superficie libre.
7. Celda según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que las oquedades de centraje (27) son de igual diámetro.
- 50
8. Celda según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el conducto de captación (25) va a parar en el centro de la oquedad de centraje (27) de la placa de captación (29), y en la que el extremo del conducto de captación (25) y el extremo del conducto cilíndrico (100) están unidos por una porción de superficie sensiblemente cónica de la placa de captación.

9. Celda según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el conducto de captación (25) va a parar en el centro de la oquedad de centraje (27) de la placa de captación (29), y en la que la placa de captación (29), en su superficie, está provista de canales (23b) arbitrados en el interior de la oquedad de centraje (27) y que convergen radialmente hacia el conducto de captación (25).
- 5 10. Celda según una cualquiera de las reivindicaciones 5 a 9, en la que el portamuestras (33, 133) presenta un perfil exterior que reproduce la geometría de un extremo de cuello de botella (41, 141) apto para recibir un tapón con placa y bozal, una cápsula de rosca, o una cápsula de corona, y en la que la campana (32, 132) es apta para contener el portamuestras provisto del tapón o de la cápsula.
- 10 11. Celda (50) según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que incluye varias campanas (21, 32, 132) aptas para ser ensambladas simultáneamente entre una misma placa distribuidora (55) y una misma placa de captación (57).
- 15 12. Celda (50) según la reivindicación anterior, en la que la placa distribuidora (55) incluye varios conductos de alimentación (61), dispuestos en estrella y que unen cada uno de los orificios de entrada (43) de cada campana (21, 32, 132) y un mismo orificio de alimentación (35) de la placa, apto para ser conectado a un conducto exterior a la celda (50).
13. Celda (50) según la reivindicación anterior, en la que la placa de captación (57) incluye varios conductos de captación (63), dispuestos en estrella y que unen cada uno de los orificios de salida (152) del portamuestras (21, 33, 133) asociado a cada campana (21, 32, 132) y un mismo orificio de captación (78), apto para ser conectado a un conducto exterior a la celda (50).
- 20 14. Celda (50) según la reivindicación anterior, en la que la red de conductos (63) de la placa de captación comprende un segundo orificio de captación (79) apto, asimismo, para ser conectado a un sensor o a un conducto exterior a la celda (50).
- 25 15. Conjunto de ensayo que comprende una celda según una de las reivindicaciones 5 a 14, y que comprende un soporte de taponamiento determinante de un tronco vertical apto para recibir un portamuestras (33, 133) de la celda, sobre un relieve de diámetro similar a una oquedad de centraje de la placa de captación arbitrado en la parte superior del tronco.

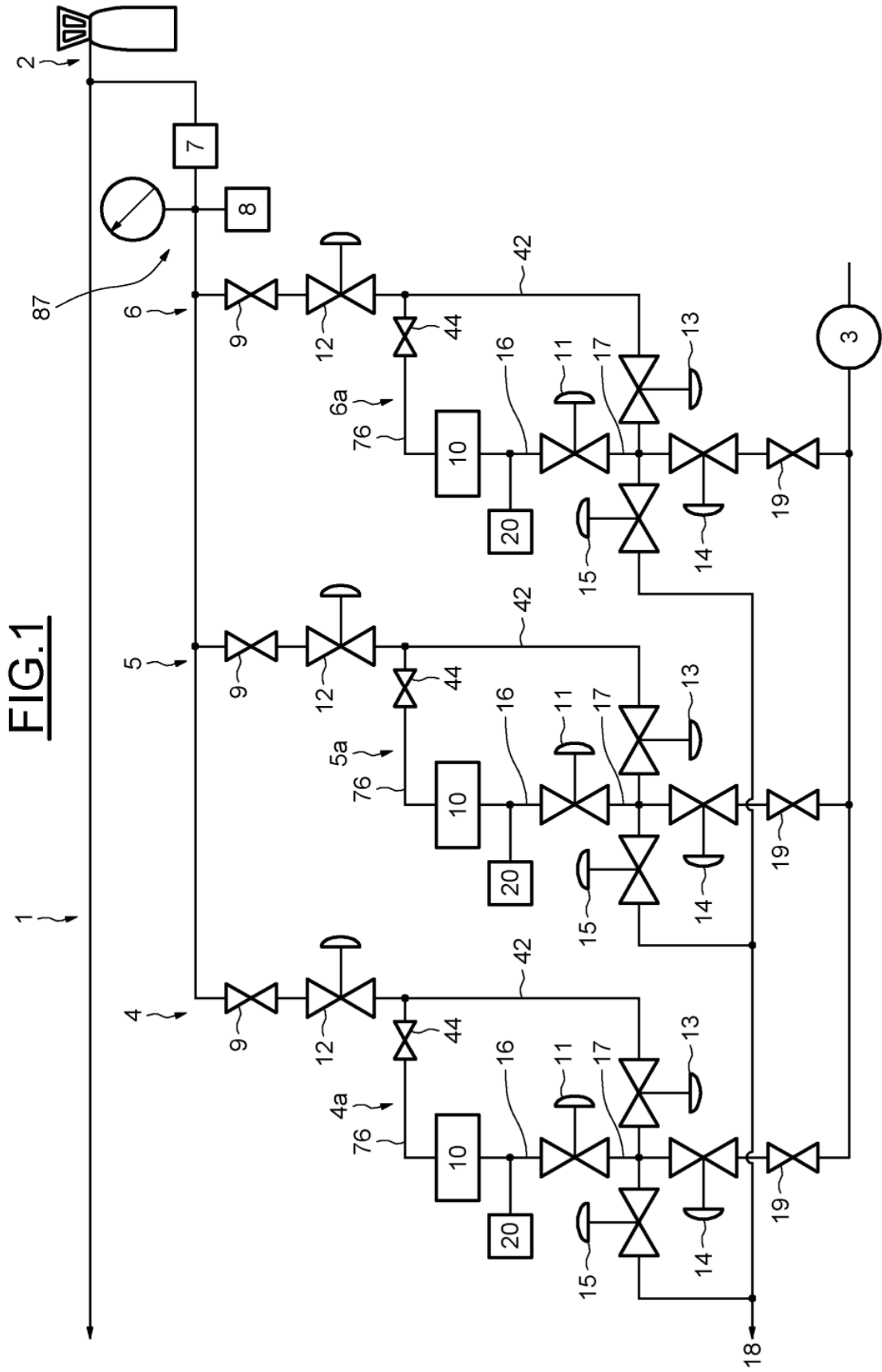


FIG.2

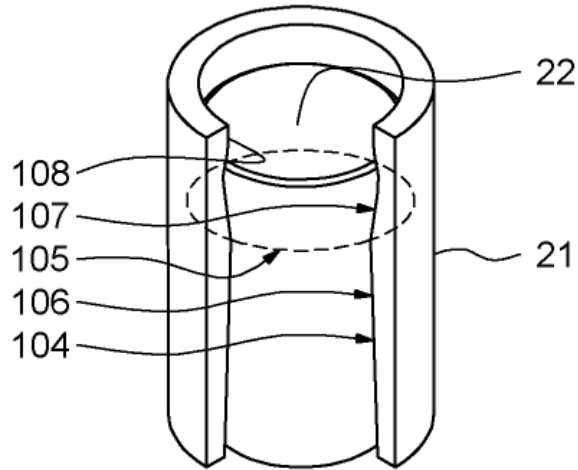


FIG.3

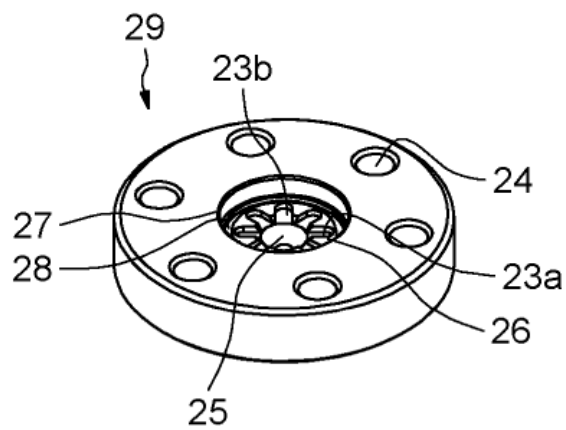


FIG.4

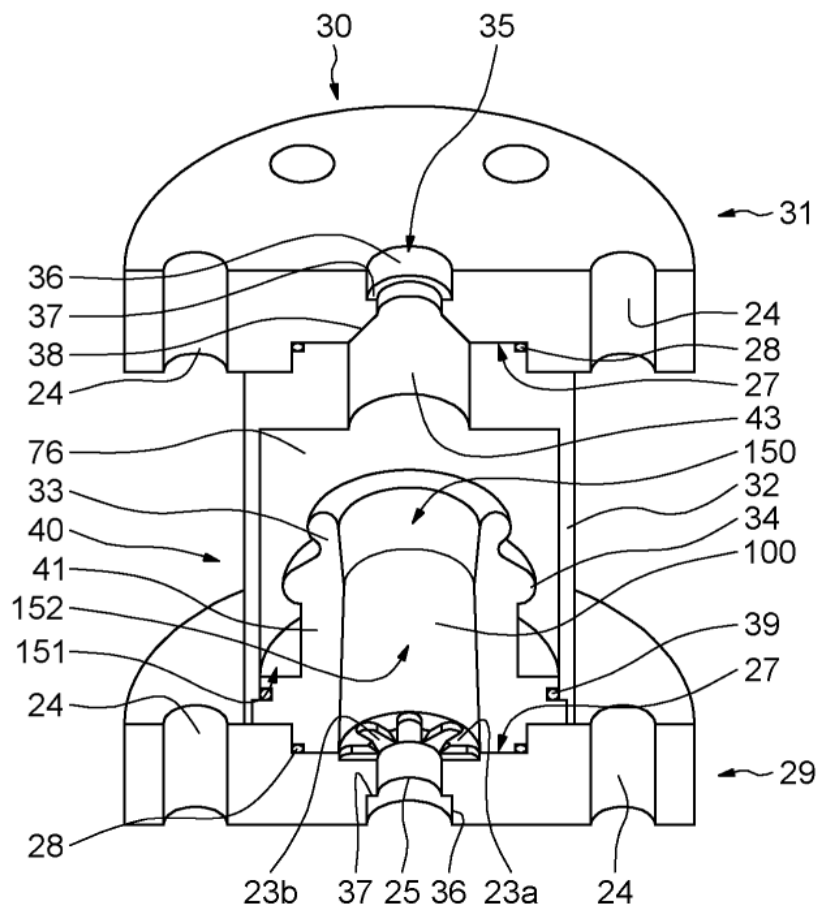


FIG.5

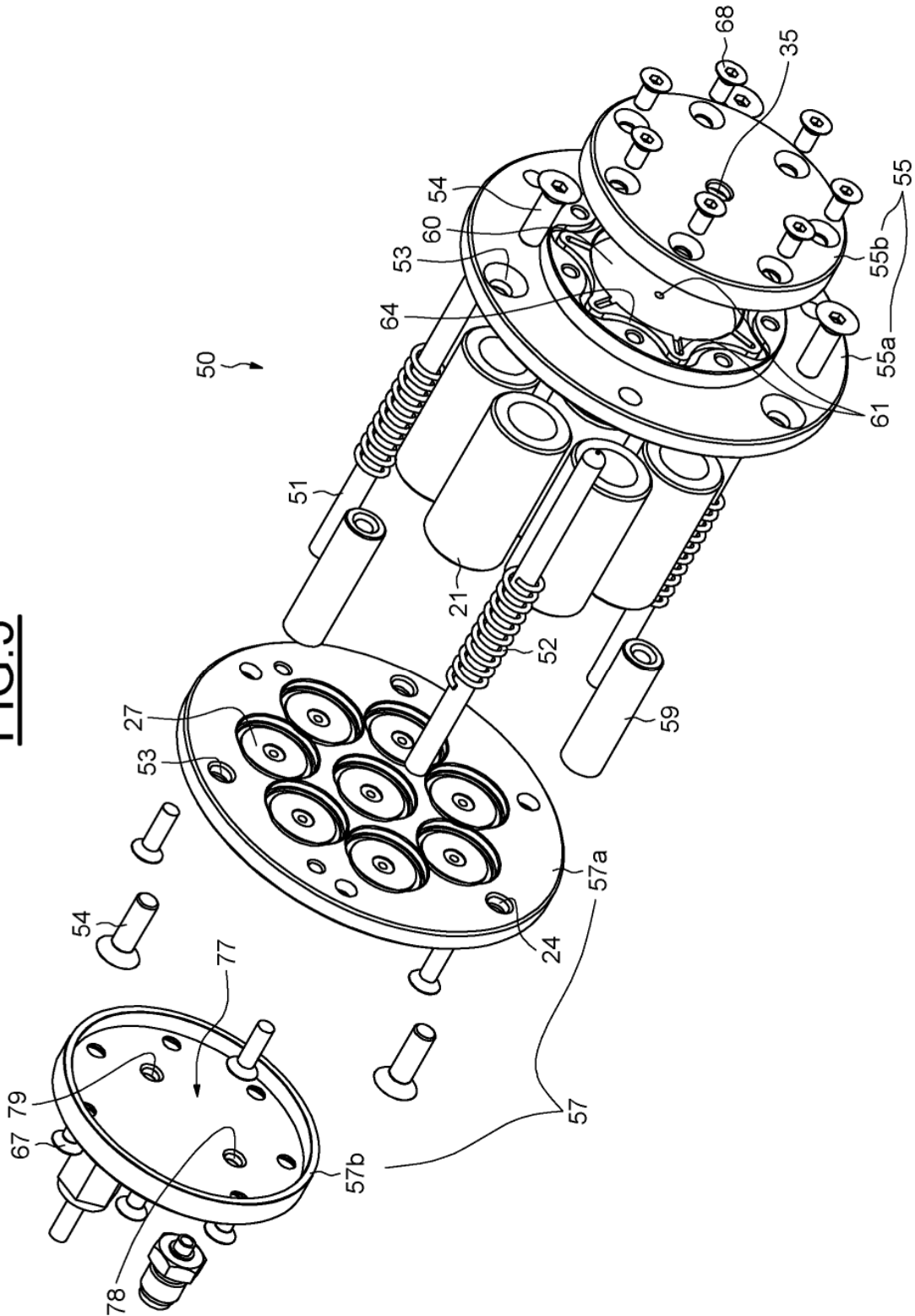


FIG.6

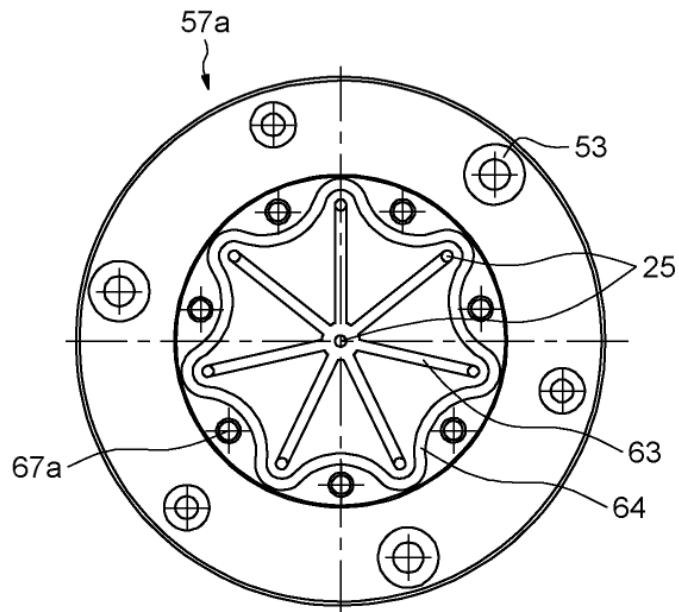


FIG.7

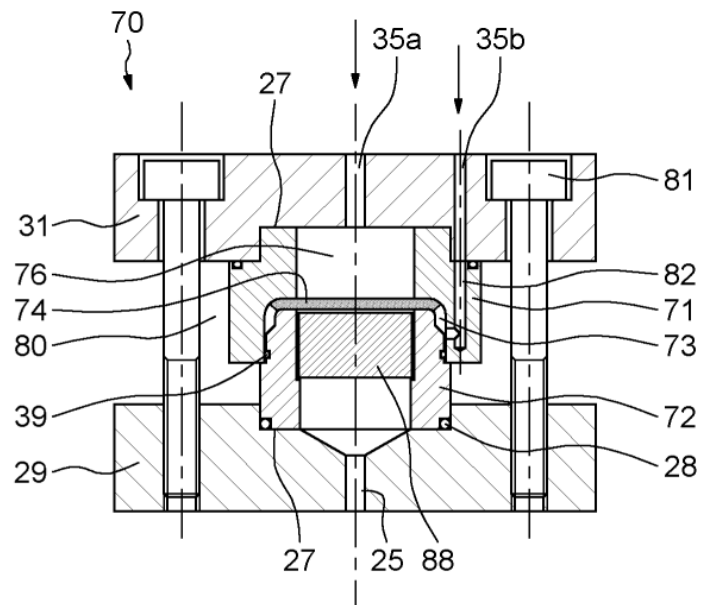


FIG.8

