

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 802 295**

21 Número de solicitud: 201900103

51 Int. Cl.:

G01N 27/28 (2006.01)

G01N 17/00 (2006.01)

12

PATENTE DE INVENCION CON EXAMEN

B2

22 Fecha de presentación:

09.07.2019

43 Fecha de publicación de la solicitud:

18.01.2021

Fecha de modificación de las reivindicaciones:

10.03.2021

Fecha de concesión:

17.05.2021

45 Fecha de publicación de la concesión:

24.05.2021

73 Titular/es:

**UNIVERSIDAD DE LAS PALMAS DE GRAN
CANARIA (50.0%)**

Juan de Quesada, 30

**35001 Las Palmas de G. C. (Las Palmas) ES y
UNIVERSIDAD DE LA LAGUNA (50.0%)**

72 Inventor/es:

**SOUTO SUÁREZ, Ricardo Manuel;
MENA GONZÁLEZ, Vicente Fernando;
DE LA NUEZ PESTANA, Ignacio Agustín y
SANTANA RODRÍGUEZ, Juan José**

54 Título: **Dispositivo de medición para la obtención de medidas electroquímicas en una muestra**

57 Resumen:

Dispositivo de medición, o celda electroquímica, para la obtención de medidas electroquímicas en una muestra (1) que comprende al menos un cuerpo (2) con un alojamiento (22) para albergar dicha muestra (1), en donde dicho alojamiento (22) comprende una abertura (23) a una cavidad (3) estanca configurada para alojar una disolución de trabajo (32), caracterizado porque dicha cavidad (3) comprende al menos una abertura (23) cerrada de modo estanco con un elemento desplazable (4), pudiéndose usar en un ángulo distinto de 0° sobre la horizontal, permitiendo de este modo la medida de procesos electroquímicos o de otra naturaleza, sin la pérdida de líquido debido a la inclinación sufrida por la celda electroquímica. Además, permitiría el estudio de cualquier material incluso los que producen gases en sus reacciones electroquímicas, sin peligro de registrar interferencias en la adquisición de las medidas.

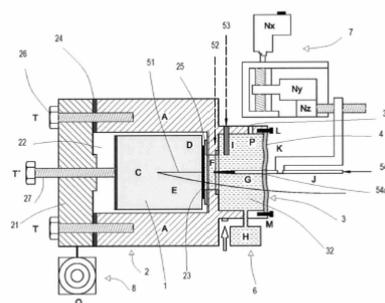


FIG 1

ES 2 802 295 B2

Aviso: Se puede realizar consulta prevista por el art. 41 LP 24/2015.
Dentro de los seis meses siguientes a la publicación de la concesión en el Boletín Oficial de la Propiedad Industrial cualquier persona podrá oponerse a la concesión. La oposición deberá dirigirse a la OEPM en escrito motivado y previo pago de la tasa correspondiente (art. 43 LP 24/2015).

DESCRIPCIÓN

DISPOSITIVO DE MEDICIÓN PARA LA OBTENCIÓN DE MEDIDAS ELECTROQUÍMICAS EN UNA MUESTRA

5

OBJETO DE LA INVENCIÓN

La presente solicitud de patente tiene por objeto un dispositivo de medición para la
10 obtención de medidas electroquímicas en una muestra, según la reivindicación 1,
incorporando notables innovaciones y ventajas frente a las soluciones técnicas utilizadas
hasta el momento.

15 ANTECEDENTES DE LA INVENCIÓN

El campo de aplicación de la presente invención se enmarca dentro del sector técnico de los
dispositivos de medidas electroquímicas de una muestra.

20 Se ha detectado que actualmente la industria requiere cada vez más del conocimiento de los
procesos involucrados en la interacción de un electrolito con diversas superficies de
materiales, tanto a escala micrométrica como a escala nanométrica. Las medidas se
realizan habitualmente en una celda electroquímica, en presencia de una cantidad de líquido
llamado electrolito, lo que presenta la dificultad de contener este líquido cuando se trata de
25 medidas con inclinación sobre la horizontal.

A nivel introductorio señalar que una celda electroquímica es un dispositivo capaz, bien de
generar energía eléctrica a través de la energía de las reacciones químicas, bien de facilitar
las reacciones químicas a través de la introducción de energía eléctrica. Un ejemplo común
30 de una celda electroquímica es una celda estándar de 1.5 voltios (pila AA) hecha para el uso
del consumidor. Este tipo de dispositivo se conoce como una sola celda galvánica. Una
batería consta de dos o más celdas, conectadas, ya sea en paralelo o en patrón de series.

Son conocidos en el actual estado de la técnica diversos dispositivos de medición para la obtención de medidas electroquímicas en una muestra.

5 Concretamente, es conocido del estado de la técnica, según lo que divulga el documento JP2006220597, un microscopio de sonda de barrido, medidor de rugosidad de superficie de muestra, microscopio electroquímico para medir información de superficie de muestras diversas, como disco duro y obleas semiconductoras. El dispositivo de medición de información de superficie, el microscopio de sonda de barrido, tiene un mecanismo de micro-
10 movimiento y ajuste de ángulo que ajusta el ángulo entre la etapa de movimiento de la muestra y la superficie de la muestra.

Es también conocido del estado de la técnica, según lo que divulga el documento CN102183678, un tanque electrolítico multifuncional para un microscopio electroquímico de barrido, que comprende una cubierta superior, una cubierta inferior y un cilindro de doble
15 capa, en el que la cubierta superior y la inferior son cóncavas. El lado interior de la cubierta superior y el lado interno de la cubierta inferior están provistos respectivamente con una rosca interna, dos extremos del cilindro de doble capa están provistos respectivamente con una rosca externa. El tanque electrolítico multifuncional puede completar los experimentos de un sistema de tres electrodos, un sistema de cuatro electrodos y un complejo sistema de
20 electrodos a través de diferentes estructuras de la cubierta inferior.

A la vista de estos y otros antecedentes ya conocidos en el estado de la técnica, se ve que todavía existe una necesidad de encontrar un diseño de una celda electroquímica para su uso en un ángulo distinto de 0° sobre la horizontal. Este diseño permitiría la medida de
25 procesos electroquímicos o de otra naturaleza, sin la pérdida de líquido debido a la inclinación sufrida por la celda de medida. Además, permitiría el estudio de cualquier material, incluso los que producen gases en sus reacciones electroquímicas, sin peligro de registrar interferencias en la adquisición de las medidas.

30

DESCRIPCIÓN DE LA INVENCIÓN

La presente invención consiste en una celda electroquímica de trabajo para realizar medidas de naturaleza electroquímica u otra naturaleza de materiales sometidos a la acción de un
35 electrolito expuestos con diferentes inclinaciones respecto de la horizontal. Así, la invención

permite observar, medir y analizar muestras que no necesariamente estén en la posición horizontal, sino inclinada con diversas pendientes o ángulos, incluso variables en el espacio, o sea curvas, no planas, macroscópicamente hablando.

5 Así, y más concretamente, el dispositivo de medición para la obtención de medidas electroquímicas en una muestra comprende al menos un cuerpo con un alojamiento para albergar dicha muestra, en donde dicho alojamiento comprende una abertura a una cavidad estanca configurada para alojar una disolución de trabajo, y dicha cavidad comprende al menos una abertura cerrada de modo estanco con un elemento desplazable. De modo que
10 se posibilita la medida de procesos electroquímicos o de otra naturaleza, sin la pérdida de líquido debido a la inclinación sufrida por la celda de medida. Se minimiza adicionalmente el peligro de registrar interferencias en la adquisición de las medidas en el estudio de cualquier material, incluso los que producen gases en sus reacciones electroquímicas.

15 Ventajosamente, el elemento desplazable del dispositivo de medición es una membrana flexible. Dicha membrana flexible posee preferentemente un sistema de anclaje estanco del electrodo de trabajo que permite deformarse, de tal forma que, el electrodo de trabajo puede moverse sin resistencia sobre toda la superficie de la muestra expuesta al electrolito y/o disolución de trabajo.

20 Según otro aspecto de la invención, el cuerpo con el alojamiento comprende una tapa que cierra dicho alojamiento, con un primer elemento de sellado entre el cuerpo y la tapa, de modo que dicha unión de la tapa de la celda al cuerpo de la misma resulta estanca.

25 Cabe mencionar que la tapa se fija al cuerpo mediante al menos un primer elemento de sujeción, presentando dicha unión la suficiente robustez, evitando que se produzcan aberturas incontroladas de la celda.

Por otro lado, el dispositivo de medición comprende un segundo elemento de sellado entre
30 la muestra y la abertura a una cavidad, presentado también la correspondiente y necesaria estanqueidad.

Precisar que el segundo elemento de sellado está situado en el lado opuesto de la tapa del cuerpo, de modo que la fuerza que se ejerce en el cierre del dispositivo de medición
35 incrementa las prestaciones de estanqueidad de este segundo elemento.

Señalar adicionalmente que la muestra se fija en el alojamiento mediante un segundo elemento de sujeción que presiona a la muestra contra el segundo elemento de sellado. De esta forma se consigue una instalación de la muestra de forma estanca.

5

En una realización preferida de la invención, el dispositivo de medición comprende un primer electrodo en conexión con la muestra, al objeto de poder tomar las medidas electroquímicas correspondientes.

10 Ventajosamente, el dispositivo de medición comprende un segundo electrodo en conexión con la disolución de trabajo, estando posicionado dicho segundo electrodo en la abertura del alojamiento a la cavidad. De este modo y a través de este segundo electrodo, denominado también contraelectrodo, se hace posible fijar el potencial de trabajo. Adicionalmente el dispositivo de medición puede comprender un tercer electrodo de referencia de los valores a
15 medir.

Según otra realización preferida de la invención, el dispositivo de medición comprende un depósito de expansión de la disolución de trabajo, de modo que se posibilita absorber variaciones de volumen, e inercias a consecuencia del movimiento de la disolución de
20 trabajo.

Adicionalmente, el dispositivo de medición comprende un cuarto electrodo para la toma de medidas, ofreciendo una mayor versatilidad en la labor de medición. Dicho cuarto electrodo puede denominarse también electrodo de trabajo o ultramicroelectrodo.

25

Según otro aspecto de la invención, dicho cuarto electrodo está acoplado al elemento desplazable mediante una junta adaptable al perímetro de dicho cuarto electrodo. Lo cual redunda en un sistema de anclaje estanco del electrodo de trabajo en su parte central, y que permite un cierto grado de deformación. Señalar que el elemento desplazable está fijado a la
30 cavidad por el lado opuesto a la tapa, mediante un tercer elemento de sellado. Preferentemente el tercer elemento de sellado es un tornillo y una junta tórica lo cual garantiza la estanqueidad del sistema. Y adicionalmente a la estanqueidad el acople mediante una junta adaptable al diámetro del electrodo le permite moverse en las direcciones x-y-z por flexibilidad de la membrana flexible, permaneciendo la cavidad estanca
35 en todo momento.

Según una realización preferente de la invención, el cuarto electrodo es orientado en el espacio por al menos un motor de orientación, lo cual permite la orientación de dicho cuarto electrodo en al menos una de las tres direcciones coordenadas del espacio x-y-z. En una realización preferente el cuarto electrodo es orientado en el espacio por un motor de orientación por cada eje, lo cual permite la orientación de dicho cuarto electrodo en las tres direcciones coordenadas del espacio, definiéndose como (Nx, Ny, Nz).

Más en particular, el dispositivo de medición comprende un motor de rotación del propio dispositivo de medición respecto de la vertical, de modo que se hace posible la medida de procesos electroquímicos o de otra naturaleza, sin la pérdida de líquido debido a la inclinación sufrida por la celda de medida.

Según otro aspecto de la invención, la cavidad del dispositivo de medición comprende un orificio en su parte superior, al objeto de establecerse un equilibrado de presión. Dicho orificio representa una abertura en la celda que permita el trabajar a presión atmosférica, así como la evacuación de posibles gases producidos durante la medida. Así se permitiría el estudio de cualquier material, incluso los que producen gases en sus reacciones electroquímicas, sin peligro de registrar interferencias en la adquisición de las medidas. De modo preferente el orificio ha de estar próximo a elemento desplazable. Concretamente ha de estar ubicado en la parte superior de la celda, lo más próximo posible a la membrana flexible.

En los dibujos adjuntos se muestra, a título de ejemplo no limitativo, un dispositivo de medición para la obtención de medidas electroquímicas en una muestra, constituido de acuerdo con la invención. Otras características y ventajas de dicho dispositivo de medición para la obtención de medidas electroquímicas en una muestra, objeto de la presente invención, resultarán evidentes a partir de la descripción de una realización preferida, pero no exclusiva, que se ilustra a modo de ejemplo no limitativo en los dibujos que se acompañan, en los cuales:

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

Figura 1.- Es una vista en sección del dispositivo de medición para la obtención de medidas electroquímicas en una muestra, de acuerdo con la presente invención.

5 DESCRIPCIÓN DE UNA REALIZACIÓN PREFERENTE

A la vista de la mencionada figura y, de acuerdo con la numeración adoptada, se puede observar en ellas un ejemplo de realización preferente del dispositivo de medición, o celda electroquímica, para la obtención de medidas electroquímicas en una muestra, la cual comprende de los siguientes elementos:

- 10 - un cuerpo 2 de la celda electroquímica, con una tapa 21 que se enrosca al cuerpo 2 mediante tornillos de sujeción, denominados primer elemento de sujeción 26;
- una junta tórica, denominada primer elemento de sellado 24, que sirve de sellado para la unión de la tapa 21 de la celda al cuerpo 2 de la misma;
- 15 - la muestra 1 sometida a ensayo. La muestra 1 es fijada a la celda mediante el uso de un tornillo, denominado segundo elemento de sujeción 27, que la presiona contra una junta tórica, o segundo elemento de sellado 25, ubicada en la cara opuesta a la tapa 21 de la celda. La muestra 1 se coloca en el alojamiento 22, el cual comprende abertura 23 en el lado opuesto a la tapa 21;
- 20 - una conexión eléctrica del dispositivo de medida o medición de la muestra 1 mediante un primer electrodo 51;
- un segundo electrodo 52, o contraelectrodo de conexión al dispositivo de medida o medición, siendo dicho segundo electrodo 52 preferentemente un electrodo de metal noble o material conductor inerte (acero inoxidable, oro, platino, carbón, etc...) que rodea la zona de
- 25 medida;
- un depósito o cavidad 3 donde va ubicado el electrolito o disolución de trabajo 32;
- un depósito de expansión 6 del electrolito o disolución de trabajo;
- un electrodo de referencia o tercer electrodo 53 con conexión al dispositivo de medición;
- un cuarto electrodo 54, o electrodo de trabajo o ultramicroelectrodo o sonda de medida,
- 30 conectada a una membrana flexible o elemento desplazable 4 de forma estanca mediante una junta adaptable 54a al diámetro del cuarto electrodo 54 que le permite moverse en las direcciones X-Y-Z, manteniendo las propiedades de estanqueidad;
- un elemento desplazable 4 o membrana flexible, que permite deformarse, de tal forma que, el electrodo de trabajo o cuarto electrodo 54 puede moverse sin resistencia sobre toda la
- 35 superficie de la muestra 1 expuesta al electrolito o disolución de trabajo 32. Dicho elemento

desplazable 4 está anclado en la zona opuesta a la tapa 2 mediante unos tornillos de sujeción o de anclaje, generando de esta forma la zona estanca. Entre la zona de trabajo y el sistema de anclaje de, hay una junta tórica que garantiza la estanqueidad del sistema;

- 5 - al menos un motor de orientación 7 que mueven al electrodo de trabajo, o cuarto electrodo 54, en las tres direcciones coordenadas (Nx, Ny, Nz).
- un sistema de giro de la celda electroquímica o dispositivo de medición en el eje Y. Se entiende que el eje Y es el que sale perpendicularmente del plano de la sección de la figura 1.
- 10 - al menos una abertura, u orificio 31, en la celda electroquímica o dispositivo de medición ubicada en la parte superior de la celda, lo más próximo posible a la membrana flexible o elemento desplazable 4;

Así, y más concretamente, tal y como se observa en la figura 1, el dispositivo de medición para la obtención de medidas electroquímicas en una muestra 1 comprende al menos un
15 cuerpo 2 con un alojamiento 22 para albergar dicha muestra 1, en donde dicho alojamiento 22 comprende una abertura 23 a una cavidad 3 estanca configurada para alojar una disolución de trabajo 32, y dicha cavidad 3 comprende al menos una abertura 23 cerrada de modo estanco con un elemento desplazable 4. Dicho elemento desplazable 4 está anclado
20 en la zona opuesta a la tapa 2 mediante unos tornillos de sujeción o de anclaje, generando de esta forma la zona estanca. Entre la zona de trabajo y el sistema de anclaje hay una junta tórica que garantiza la estanqueidad del sistema. Precisar que la disolución de trabajo 32 puede ser un electrolito o un líquido iónico.

De modo preferente, tal y como se observa en la figura 1, el elemento desplazable 4 es una
25 membrana flexible.

Según otro aspecto de la invención, tal y como se observa en la figura 1, el cuerpo 2 con el alojamiento 22 comprende una tapa 21 que cierra dicho alojamiento 22, con un primer elemento de sellado 24 entre el cuerpo 2 y la tapa 21.

30 Más concretamente, tal y como se observa en la figura 1, la tapa 21 se fija al cuerpo 2 mediante al menos un primer elemento de sujeción 26, el cual puede ser un tornillo de sujeción, o una pinza de sujeción.

Según una realización particular de la invención, tal y como se observa en la figura 1, el dispositivo de medición comprende un segundo elemento de sellado 25 entre la muestra 1 y la abertura 23 a una cavidad 3. Precisar que, según una realización preferente de la invención, el primer elemento de sellado 24 y/o el segundo elemento de sellado 25 son al menos una junta tórica.

Más específicamente, tal y como se observa en la figura 1, el segundo elemento de sellado 25 está situado en el lado opuesto de la tapa 21 del cuerpo 2.

10 Por otro lado, tal y como se observa en la figura 1, la muestra 1 se fija en el alojamiento 22 mediante un segundo elemento de sujeción 27 que presiona a la muestra 1 contra el segundo elemento de sellado 25. Precisar que el segundo elemento de sujeción 27 puede ser un tornillo roscado pasante a través de la tapa 21.

15 Según otro aspecto de la invención, tal y como se observa en la figura 1, el dispositivo de medición comprende un primer electrodo 51 en conexión con la muestra 1. Dicha conexión se puede realizar por la parte de la tapa trasera, a través un cable eléctrico soldado a la probeta y un agujero en la tapa trasera.

20 Cabe mencionar que, tal y como se observa en la figura 1, el dispositivo de medición comprende un segundo electrodo 52 en conexión con la disolución de trabajo 32, estando posicionado dicho segundo electrodo 52 en la abertura 23 del alojamiento 22 a la cavidad 3. Señalar que la abertura 23 a la cavidad 3 es la zona de medida, y que el segundo electrodo 52, o contraelectrodo, es un electrodo de metal noble o material conductor inerte (acero inoxidable, oro, platino, carbón, etc...)

Adicionalmente, tal y como se observa en la figura 1, el dispositivo de medición comprende un depósito de expansión 6 de la disolución de trabajo 32.

30 Más en particular, tal y como se observa en la figura 1, el dispositivo de medición comprende un cuarto electrodo 54 para la toma de medidas.

Cabe mencionar que, tal y como se observa en la figura 1, el cuarto electrodo 54 está acoplado al elemento desplazable 4 mediante una junta adaptable 54a al perímetro de dicho cuarto electrodo 54.

Según una realización preferente de la invención, tal y como se observa en la figura 1, el cuarto electrodo 54 es orientado en el espacio por al menos un motor de orientación 7.

- 5 Según una realización particular de la invención, tal y como se observa en la figura 1, el dispositivo de medición comprende un motor de rotación 8 del propio dispositivo de medición respecto de la vertical.

Adicionalmente, tal y como se observa en la figura 1, la cavidad 3 comprende un orificio 31
10 en su parte superior.

Los detalles, las formas, las dimensiones y demás elementos accesorios, así como los componentes empleados en el dispositivo de medición para la obtención de medidas electroquímicas en una muestra, podrán ser convenientemente sustituidos por otros que
15 sean técnicamente equivalentes, y no se aparten de la esencialidad de la invención ni del ámbito definido por las reivindicaciones que se incluyen a continuación de la siguiente lista.

Lista referencias numéricas:

20

- 1 muestra
- 2 cuerpo
- 21 tapa
- 22 alojamiento
- 25 23 abertura
- 24 primer elemento de sellado
- 25 segundo elemento de sellado
- 26 primer elemento de sujeción
- 27 segundo elemento de sujeción

30

- 3 cavidad
- 31 orificio
- 32 disolución de trabajo
- 4 elemento desplazable
- 51 primer electrodo

35

- 52 segundo electrodo

- 53 tercer electrodo
- 54 cuarto electrodo
- 54a junta adaptable
- 6 depósito de expansión
- 5 7 motor de orientación
- 8 motor de rotación

REIVINDICACIONES

1- Dispositivo de medición para la obtención de medidas electroquímicas en una muestra (1) que comprende al menos un cuerpo (2) con un alojamiento (22) para
5 albergar dicha muestra (1), en donde dicho alojamiento (22) comprende una abertura (23) a una cavidad (3) estanca configurada para alojar una disolución de trabajo (32), caracterizado porque dicha cavidad (3) comprende al menos una abertura (23) cerrada de modo estanco con un elemento desplazable (4), un depósito de expansión (6) de la disolución de trabajo (32), un primer electrodo (51) en conexión con la muestra (1), un
10 segundo electrodo (52) en conexión con la disolución de trabajo (32), estando posicionado dicho segundo electrodo (52) en la abertura (23) del alojamiento (22) a la cavidad (3) y un cuarto electrodo (54) para la toma de medidas.

2- Dispositivo de medición según la reivindicación 1, caracterizado porque el elemento
15 desplazable (4) es una membrana flexible.

3- Dispositivo de medición según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el cuerpo (2) con el alojamiento (22) comprende una tapa (21) que
20 cierra dicho alojamiento (22), con un primer elemento de sellado (24) entre el cuerpo (2) y la tapa (21).

4- Dispositivo de medición según la reivindicación 3, caracterizado porque la tapa (21) se fija al cuerpo (2) mediante al menos un primer elemento de sujeción (26).

25 5- Dispositivo de medición según la reivindicación 3, caracterizado porque comprende un segundo elemento de sellado (25) entre la muestra (1) y la abertura (23) a una cavidad (3).

6- Dispositivo de medición según la reivindicación 3, caracterizado porque el segundo
30 elemento de sellado (25) está situado en el lado opuesto de la tapa (21) del cuerpo (2).

7- Dispositivo de medición según alguna de las reivindicaciones 5 ó 6, caracterizado porque la muestra (1) se fija en el alojamiento (22) mediante un segundo elemento de
35 sujeción (27) que presiona a la muestra (1) contra el segundo elemento de sellado (25).

8- Dispositivo de medición según la reivindicación 3, caracterizado porque el cuarto electrodo (54) está acoplado al elemento desplazable (4) mediante una junta adaptable (54a) al perímetro de dicho cuarto electrodo (54).

5 9- Dispositivo de medición según la reivindicación 1, caracterizado porque el cuarto electrodo (54) es orientado en el espacio por al menos un motor de orientación (7).

10- Dispositivo de medición según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque comprende un motor de rotación (8) del propio dispositivo de medición respecto de la vertical.

11- Dispositivo de medición según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la cavidad (3) comprende un orificio (31) en su parte superior.

15

20

25

30

35

Figura 1

