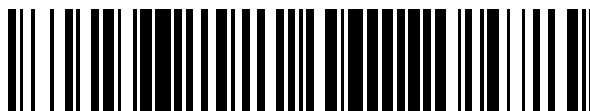


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 432 437**

51 Int. Cl.:

G01N 9/00

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.06.2011** **E 11170283 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.07.2013** **EP 2402733**

54 Título: **Procedimiento de medición precisa de la densidad de una muestra**

30 Prioridad:

02.07.2010 FR 1055354

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

03.12.2013

73 Titular/es:

**INSTRUMENTATION SCIENTIFIQUE DE
LABORATOIRE (ISL) (100.0%)**

**Parc d'activité de la Mesnillière BP 70285 Verson
Impasse des 4 Vents
14653 Carpiquet, FR**

72 Inventor/es:

**BORYS, RICHARD y
URVANTSAU, VIACHASLAU**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 432 437 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

Procedimiento de medición precisa de la densidad de una muestra

Campo de la invención

5 El objeto de la presente invención se refiere a un procedimiento para medir con precisión la densidad de una muestra.

Estado de la técnica

Entre las mediciones físicas que se deben efectuar en el ámbito de los procedimientos industriales, la de la densidad figura entre las que se requieren con más frecuencia.

10 A estos efectos, en el mercado los fabricantes proponen una gama de densímetros basados en diferentes principios, de los cuales todos presentan ventajas e inconvenientes.

Un densímetro que se puede utilizar de manera satisfactoria para medir la densidad de una muestra estará equipado con una célula de medición que comprenda los siguientes elementos:

- un recinto masivo con muy buena conductividad térmica que defina por su parte interna una cámara de medición cerrada con un tapón;
- 15 - un tubo en U, que se mantiene conectado a masa y fijado al tapón, que tiene por objeto llenarse con la muestra a analizar y se extiende por la cámara de medición;
- una placa de lectura, conductora, aislada que se mantiene con una diferencia de potencial con respecto al tubo en U y fijada al tapón enfrente de este tubo, de manera que defina un condensador con el mismo;
- 20 - una bobina de excitación electromagnética montada en un alojamiento del recinto en perpendicular al elemento ferromagnético; y
- unos medios de control de la bobina así como unos medios de lectura de la tensión en los bornes del condensador.

25 El tubo en U de la célula de un densímetro de este tipo comprende por una parte, de una rama central equipada con un elemento ferromagnético en su parte media y por otro lado, de dos ramas laterales que sobresalen hacia el exterior de la cámara de medición para permitir la inyección de la muestra a analizar en el tubo en U y la evacuación de esta muestra.

El principio de la medición de la densidad de una muestra con la ayuda de un densímetro de este tipo, consiste en hacer vibrar el tubo en U a la frecuencia de resonancia y en determinar esta frecuencia a partir de las variaciones de la tensión en los bornes del condensador.

30 La frecuencia de resonancia permite, en efecto, calcular en una primera aproximación la densidad de la muestra a analizar basándose en una ecuación estándar conocida en sí misma y a partir de una calibración previa del densímetro.

No obstante, un cálculo de este tipo sólo sería admisible si no se busca una precisión superior a e^{-4} g/ml ya que no se tiene en cuenta el efecto amortiguador debido a la viscosidad de esa misma muestra.

35 Ya se han propuesto diferentes algoritmos para tener en cuenta este parámetro de viscosidad, pero todos presentan el inconveniente de precisar varias mediciones, lo que hace que resulten a la vez largos y costosos.

Unos densímetros del tipo mencionado anteriormente se describen a modo de ejemplo en las siguientes patentes americanas: US 4 132 110; US 4 170 128; US 4491009; US 4 524 610; US 4655075; US 4 838 084; US 4912962; US 5339258; US 5477726; US 6 334 356 y US 6 647 778.

40 Por otra parte también se describen unos procedimientos para medir la densidad de muestras en los documentos US 2009/084 178 A1; FR 1 531 961 A; US 4 655 075 A y JP 2008 145 444 A.

Objeto de la invención

45 La presente invención tiene por objeto proponer un procedimiento de medición precisa de la densidad de una muestra con la ayuda de una célula densimétrica del tipo mencionado anteriormente cuya naturaleza ponga remedio a estos inconvenientes.

Descripción y ventajas de la invención

De acuerdo con la invención, la primera etapa de este procedimiento consiste en inyectar la muestra a analizar en el tubo en U de esta célula.

50 La siguiente etapa consiste en accionar los medios de control de la bobina para que transmita permanentemente al tubo en U una señal de excitación rectangular, sincronizada que permite que este tubo vibre a la frecuencia de

resonancia.

Esta vibración conlleva unas variaciones constantes de la tensión en los bornes del condensador que se representan en un oscilógrafo mediante una señal de resonancia $V = f(t)$ sinusoidal.

La señal de excitación está centrada con respecto al cero de dicha señal de resonancia.

- 5 Se conoce de forma más específica que la densidad d de un fluido es aproximadamente una función lineal del cuadrado del periodo de resonancia T_R , que puede determinarse a partir de la señal de resonancia y por lo tanto de las variaciones de tensión en los bornes del condensador.

Para un densímetro dado esta recta $d = f(T_R)^2$ puede establecerse durante una etapa previa de calibración que consiste en obtener dos puntos de referencia a partir de productos de los que se conoce la densidad.

- 10 Esta calibración se efectúa por norma general, inyectando agua pura y aire seco en el tubo en U.

A continuación puede leerse un valor aproximado de la densidad de una muestra a analizar en la recta $d = f(T_R)^2$ establecida durante la etapa de calibración previa.

Este valor aproximado de la densidad incurre, no obstante, en un error en la medida, ya que no tiene en cuenta la viscosidad de esta muestra.

- 15 Ahora bien, para que la señal de resonancia sinusoidal representativa de la vibración del tubo en U sea tan "limpia" como sea posible y que su amplitud no disminuya con el curso del tiempo, es necesario que la señal de excitación rectangular, que transmite la energía que hay que aportar para mantener esta amplitud, tenga una anchura tanto más importante como viscosa sea la muestra a analizar.

- 20 Para tener en cuenta este imperativo, se propone, de conformidad con la invención, supervisar y controlar esta anchura de los pulsos de la señal de excitación rectangular, de manera que se mantenga la amplitud de la señal de resonancia en un valor constante predefinido.

La anchura de los pulsos regulada de este modo permite determinar, en otra etapa del procedimiento conforme a la invención, un factor de corrección que depende de la viscosidad de la muestra a analizar.

- 25 A continuación puede calcularse la densidad real de esta muestra, basándose en el valor aproximado de esta densidad determinada anteriormente y en este factor de corrección.

El procedimiento de conformidad con la invención, presenta de este modo la ventaja de poder aplicarse directamente, en la medida en la que permite obtener simultáneamente, por un lado un valor aproximado la densidad de una muestra a analizar y por otro lado, un factor de corrección que depende de la viscosidad de esta muestra, que permiten calcular con precisión en una etapa posterior la densidad real de la misma.

30 **Dibujos**

Las características del procedimiento objeto de la invención, se describen con más detalle con referencia a los dibujos no limitativos adjuntos, en los que:

- la figura 1 es un esquema que ilustra la configuración de la célula de medición del densímetro propuesto, de conformidad con la invención;
- 35 - las figuras 2, 3 y 4 representan tres ejemplos de oscilogramas obtenidos a partir de un densímetro de este tipo durante la aplicación del procedimiento conforme a la invención, en el caso del análisis de una muestra constituida por aire seco, de una muestra de densidad $d = 0,9$ g/ml de poca viscosidad y de una muestra de densidad $d = 0,9$ g/ml de mayor viscosidad, respectivamente.

Descripción de un modo de realización de la invención

- 40 De acuerdo con la figura 1, la célula de medición del densímetro consiste en un recinto masivo con muy buena conductividad térmica, esquematizado con una línea discontinua que define por su parte interna una cámara 1 termostática.

Esta cámara 1 termostática está cerrada por un tapón 11 en su parte superior.

- 45 La cámara 1 termostática contiene en su parte interna, un tubo 2 en U que se mantiene conectado a masa y que consiste en una rama 2_1 central, así como de dos ramas 2_2 , 2_3 laterales, que se extienden verticalmente hacia arriba a partir de la rama 2_1 central.

Las dos ramas 2_2 , 2_3 laterales, se fijan al tapón 11 a la altura de su extremo libre y sobresalen hacia el exterior de la cámara 1 termostática, de manera que permiten la inyección de una muestra a analizar por un orificio 4 de inyección, según la flecha A y la evacuación de esta muestra a través de un orificio 5 de evacuación según la flecha B.

La rama 2₁ central del tubo 2 en U está equipada en su parte media con un elemento 3 ferromagnético cuya función se precisará más adelante en esta misma descripción.

La cámara 1 termostática, también contiene en su parte interna una placa 6 de lectura, conductora, aislada.

5 Esta placa 6 de lectura que también se fija al tapón 11 enfrente del tubo 2 en U está conectada a una fuente de alta tensión 7 de manera que se mantiene constantemente una diferencia de potencial con respecto a este tubo y que define un condensador junto con el mismo.

Se monta una bobina 8 de excitación electromagnética enfrente de la rama 2₁ central del tubo 2 en U, en perpendicular al elemento 3 ferromagnético.

10 A esta bobina 8 de excitación la controla un controlador 10 de manera que transmite permanentemente al tubo 2 en U y más concretamente al elemento 3 ferromagnético, una señal de excitación rectangular sincronizada que permite que este tubo vibre a la frecuencia de resonancia.

Esta vibración conlleva unas variaciones constantes de la tensión en los bornes del condensador 2, 6 que se representan mediante una señal de resonancia $V = f(t)$ sinusoidal.

15 Esta señal de resonancia, cuyo periodo es una función de la densidad de la muestra a analizar, se transmite a un amplificador 9 y se toma a la altura de un punto de control a para permitir su lectura en un oscilógrafo.

Esta señal de resonancia sinusoidal además se transmite permanentemente al controlador 10, que controla en respuesta la anchura de los pulsos de la señal de excitación rectangular transmitida a la bobina 8 de excitación, de manera que la amplitud de la señal de resonancia sinusoidal se mantiene en un valor constante predefinido.

20 La señal de excitación rectangular regulada de este modo, cuya anchura es una función de la viscosidad de la muestra a analizar, se toma a la altura de un punto de control b para permitir su lectura en un oscilógrafo.

Los oscilogramas así obtenidos se representan en las figuras 2, 3 y 4.

En cada uno de estos oscilogramas se representa la señal de resonancia sinusoidal y la señal de excitación rectangular en la parte superior sobre de 2 a 4 periodos de vibración y en la parte inferior con 10 aumentos.

25 De este modo, se ha podido medir en cada caso, por un lado el periodo t_1 de la señal de resonancia sinusoidal y por otro lado, la anchura de los pulsos t_2 de la señal de excitación rectangular.

De acuerdo con la figura 2 que representa los cromatogramas de aire seco, es decir que no se ha inyectado ninguna muestra en el tubo en U, $t_1 = 2,9 \cdot 10^{-3}$ segundos y $t_2 = 2,5 \cdot 10^{-4}$ segundos.

La masa del tubo en U que no contiene muestra es entonces mínima, por lo tanto la frecuencia de resonancia es máxima y los periodos de tiempo t_1 y t_2 son también mínimos.

30 De acuerdo con la figura 3, que representa los cromatogramas de una muestra de densidad $d = 0,9$ g/ml poco viscosa, $t_1 = 3,8 \cdot 10^{-3}$ segundos y $t_2 = 3,1 \cdot 10^{-4}$ segundos.

Con respecto al caso representado en la figura 2, la masa del tubo es superior y por lo tanto la frecuencia de resonancia es inferior.

35 Asimismo, la disipación de la energía de vibración es más importante y en consecuencia el controlador 10 debe aumentar la anchura de los pulsos de la señal de excitación rectangular para compensar la disminución de la amplitud.

De acuerdo con la figura 4 que representa los cromatogramas de una muestra de densidad $d = 0,9$ g/ml de mayor viscosidad, $t_1 = 3,8 \cdot 10^{-3}$ segundos y $t_2 = 4,8 \cdot 10^{-4}$ segundos.

40 Las frecuencias de resonancia medidas en los cromatogramas correspondientes a las figuras 3 y 4 son las mismas en la medida en la que las muestras inyectadas en el tubo en U, tienen la misma densidad.

Sin embargo, de acuerdo con la figura 4, teniendo en cuenta la viscosidad de la muestra inyectada, la disipación de la energía de vibración es máxima y en consecuencia la anchura de los pulsos de la señal de excitación rectangular también es máxima para poder compensar la disminución de amplitud.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de medición precisa de la densidad de una muestra con la ayuda de un densímetro equipado con una célula de medición que consiste en:

- 5 – un recinto masivo con muy buena conductividad térmica que define por su parte interna una cámara (1) de medición cerrada con un tapón (11);
- un tubo (2) en U que se mantiene conectado a masa, que tiene por objeto llenarse con la muestra a analizar y que se extiende por la cámara (1) de medición, comprendiendo este tubo (2) en U una rama (21) central, equipada con un elemento (3) ferromagnético en su parte media así como de dos ramas (22, 23) laterales fijas al tapón a la altura de su extremo libre y que sobresalen hacia el exterior de la cámara (1) de medición para permitir la inyección de la muestra a analizar en el tubo (2) en U y la evacuación de esta muestra;
- 10 – una placa (6) de lectura, conductora, aislada que se mantiene con una diferencia de potencial con respecto al tubo (2) en U y fijada al tapón (11) enfrente de este tubo (2) de manera que define un condensador con el mismo;
- una bobina (8) de excitación electromagnética montada en un alojamiento del recinto en perpendicular al elemento (3) ferromagnético; y
- 15 – unos medios de control de la bobina así como unos medios de lectura de la capacidad del condensador;

procedimiento **caracterizado por** las siguientes etapas:

- se inyecta la muestra a analizar en el tubo (2) en U;
- 20 – se accionan los medios de control de la bobina de manera que transmite permanentemente al tubo (2) en U una señal de excitación, rectangular, sincronizada que permite hacer vibrar ese tubo a la frecuencia de resonancia, estando esta vibración representada por una señal de resonancia sinusoidal;
- se determina la frecuencia de resonancia a partir de las variaciones de tensión en los bornes del condensador (2, 6) y se deduce un valor aproximado de la densidad de la muestra a analizar basándose en una ecuación estándar conocida por si misma;
- 25 – se controla la anchura de los pulsos de la señal de excitación rectangular para mantener una amplitud constante predefinida de la señal de resonancia y se deduce un factor de corrección que depende de la viscosidad de la muestra a analizar; y
- se calcula la densidad real de la muestra a analizar basándose en el valor aproximado de esta densidad determinada anteriormente y en el factor de corrección.
- 30

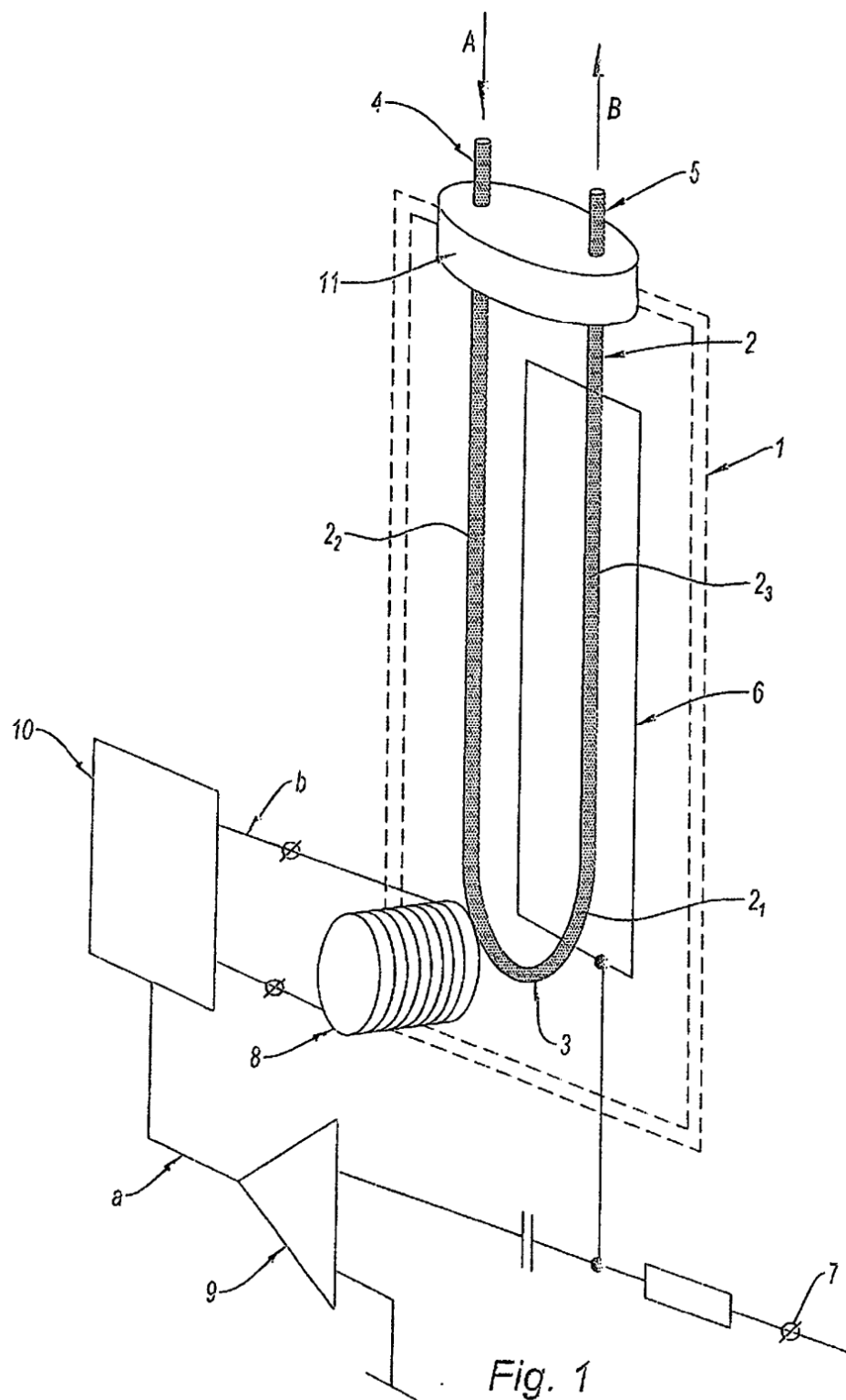


Fig. 1

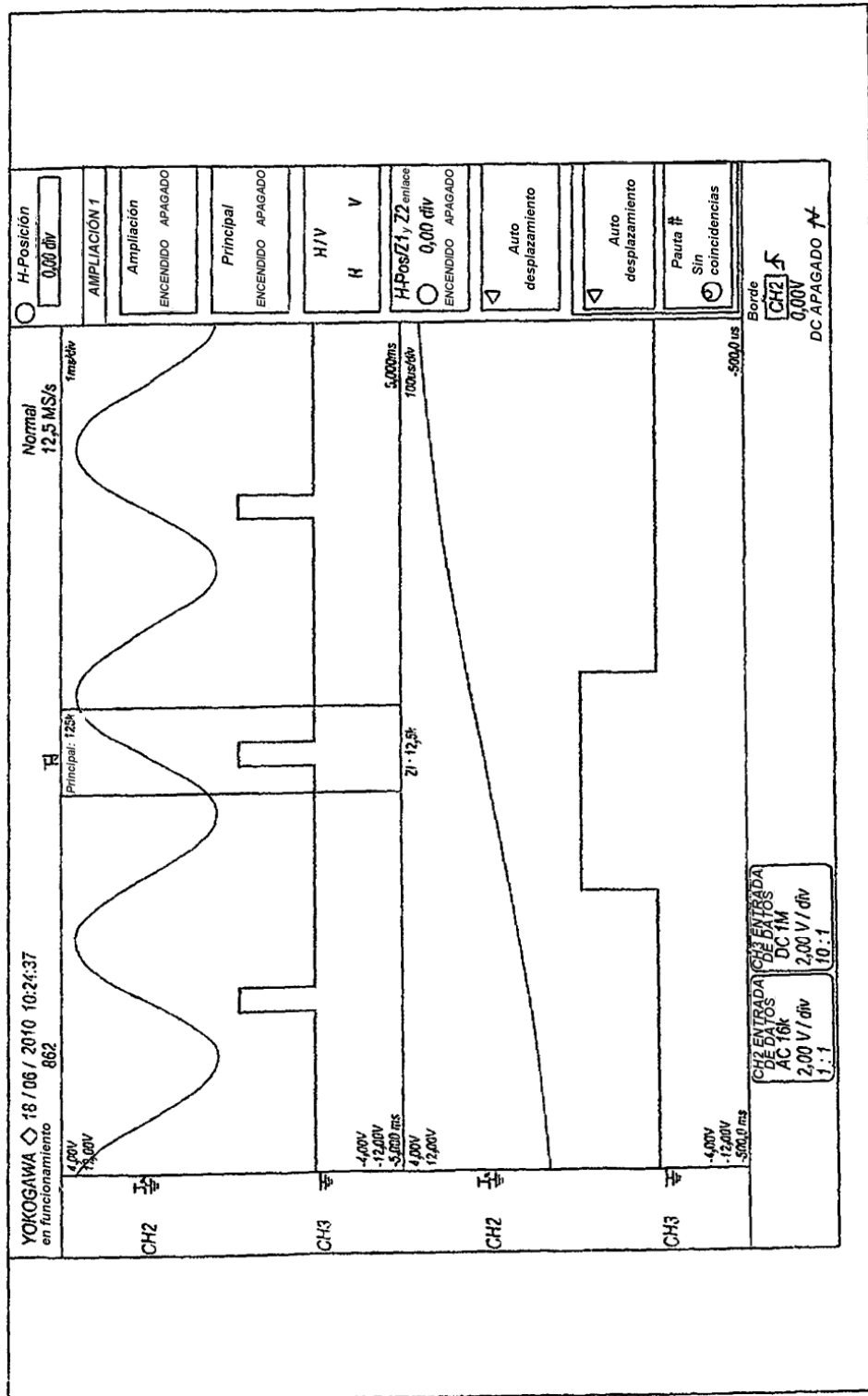


Fig. 2

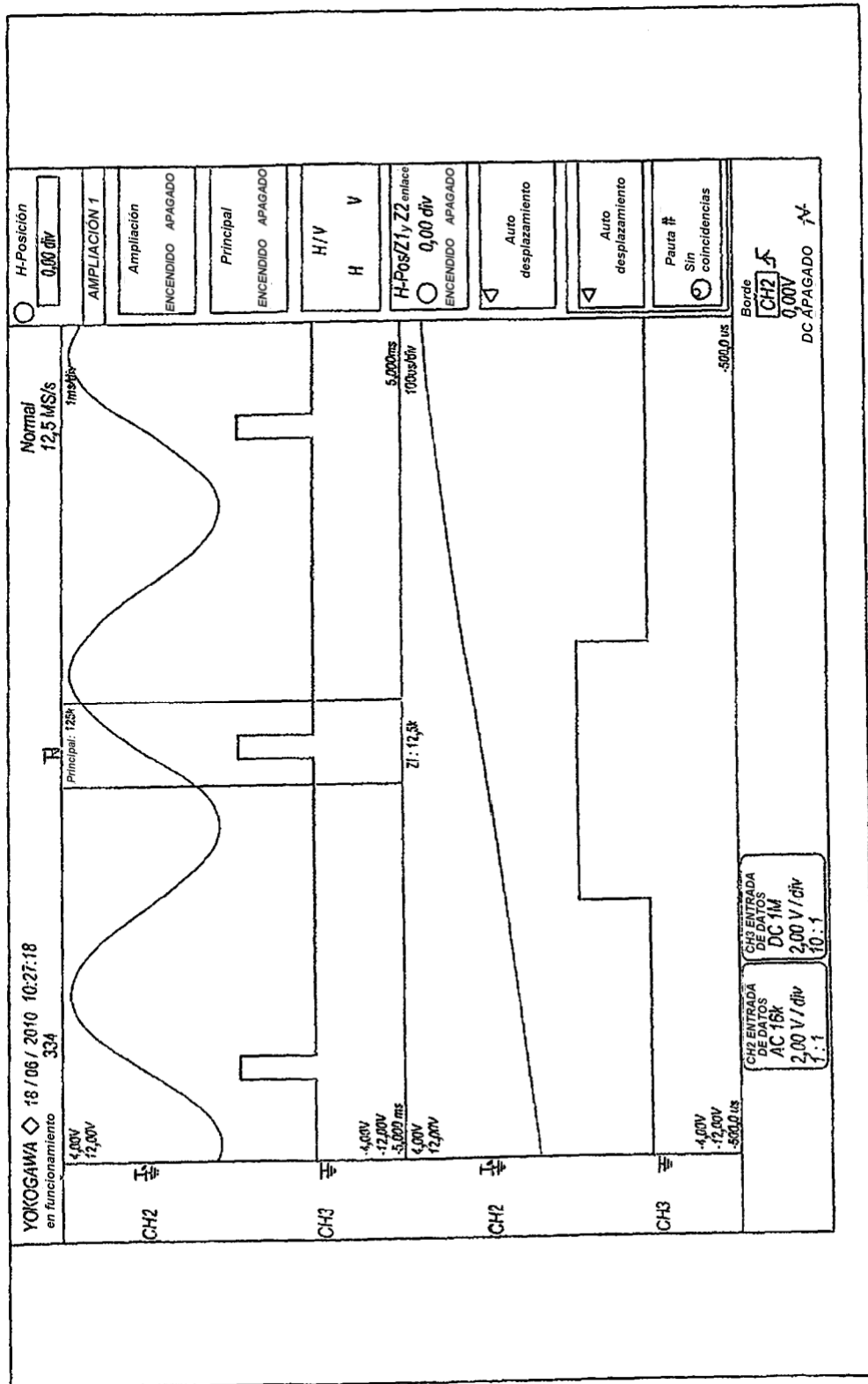


Fig. 3

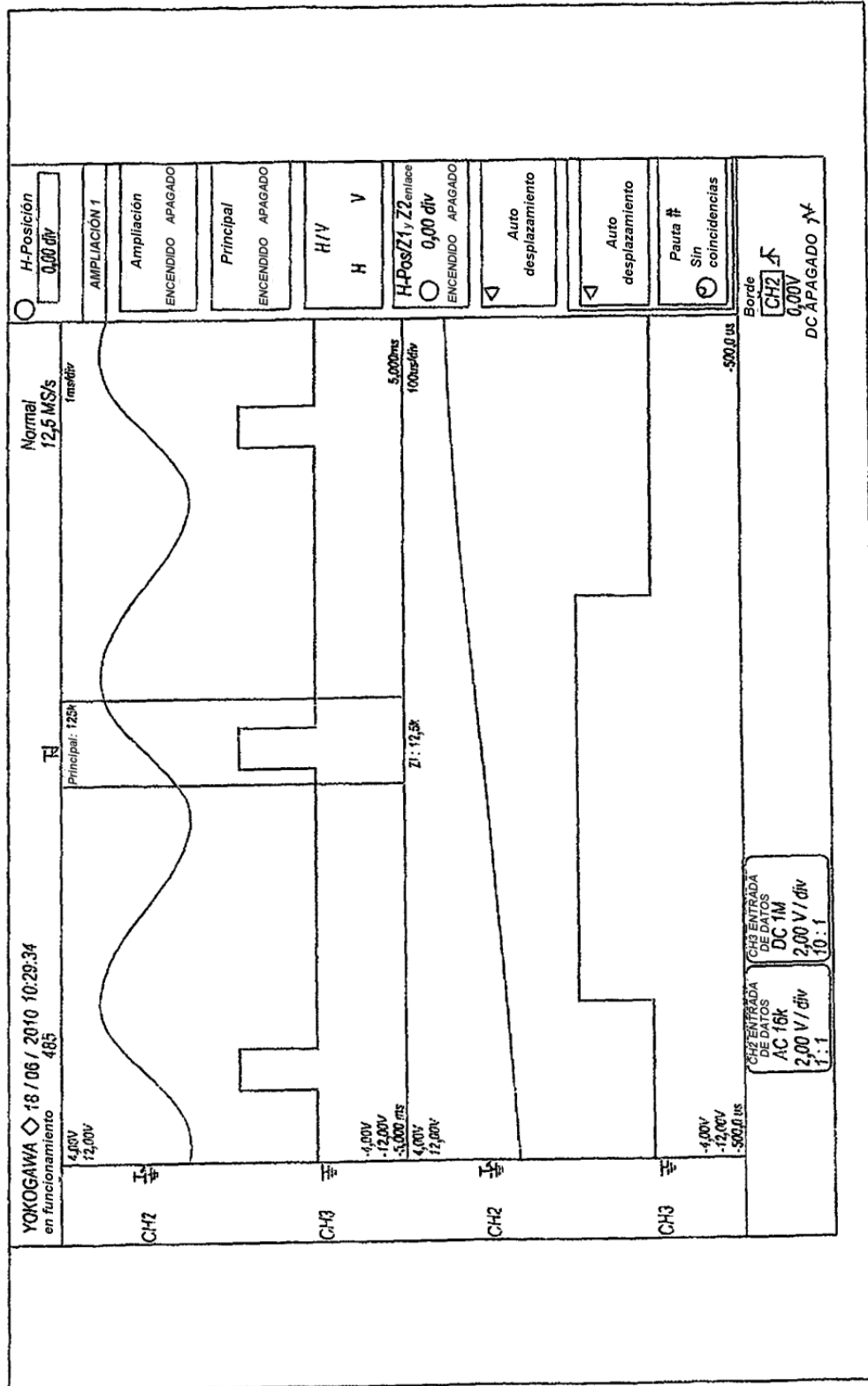


Fig. 4