

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 534 869**

21 Número de solicitud: 201500193

51 Int. Cl.:

**G01N 17/00** (2006.01)

12

PATENTE DE INVENCION CON EXAMEN PREVIO

B2

22 Fecha de presentación:

**22.12.2014**

43 Fecha de publicación de la solicitud:

**29.04.2015**

Fecha de la concesión:

**16.09.2015**

45 Fecha de publicación de la concesión:

**23.09.2015**

62 Número y fecha presentación solicitud principal:

**P 201401035 22.12.2014**

73 Titular/es:

**UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID  
(100.0%)**

**Sección de Contratos y Patentes C/ Donoso  
Cortés, 65 - 1ª planta  
28015 Madrid (Madrid) ES**

72 Inventor/es:

**SANTOS BARAHONA, Héctor;  
DE MIGUEL GAMO, Teresa;  
LASANTA CARRASCO, María Isabel;  
GARCÍA MARTÍN, Gustavo y  
PÉREZ TRUJILLO, Francisco Javier**

74 Agente/Representante:

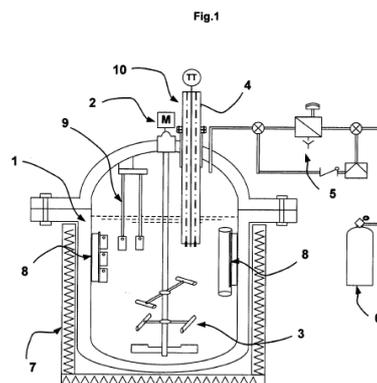
**TIRADO FERNÁNDEZ, José Francisco**

54 Título: **Equipo y procedimiento para ensayo de materiales y fluidos a elevada temperatura tales como sales, metales, aleaciones o vidrios en estado fundido en un tanque agitado**

57 Resumen:

Equipo y procedimiento para ensayo de materiales y fluidos a elevada temperatura tales como sales, metales, aleaciones o vidrios en estado fundido en un tanque agitado.

La invención se refiere a un equipo para realizar ensayos de degradación de materiales expuestos a medios fundidos que garantiza el mantenimiento de condiciones de ensayo estables a lo largo de la duración del mismo, de forma particular, en lo referente a la influencia del medio gaseoso en la reactividad del medio fundido. Dispone de un sistema auxiliar de circulación de gases capaz de captar los efluentes gaseosos generados, condensar y purgar las fracciones no deseables y recircularlos a la cámara de ensayo. El equipo permite operar con distintos medios fundidos en tanque agitado y está dispuesto de un sistema de sujeción de muestras dispuesta a distancias definidas que permite evaluar el cambio de velocidad relativa de la fase fundida respecto a las muestras.



ES 2 534 869 B2

## DESCRIPCIÓN

Equipo y procedimiento para ensayo de materiales y fluidos a elevada temperatura tales como sales, metales, aleaciones o vidrios en estado fundido en un tanque agitado.

5

### **Sector de la Técnica**

La presente invención pertenece al campo de los materiales fundidos, de forma más concreta, en ensayos de corrosión y degradación que producen los materiales fundidos en otros materiales. La invención describe un equipo  
10 de ensayo dinámico de probetas en medios tales como metales, aleaciones, sales o vidrios, todos ellos en estado fundido.

### **Estado de la técnica**

En el ensayo de degradación dinámico en medios fundidos son conocidas  
15 algunas patentes como es el caso de CN 102928332 A. En este caso la patente se circunscribe a un ensayo dinámico con agitación magnética, disponiendo dentro de la cámara de ensayos un recipiente resistente a la exposición de la fase fundida a alta temperatura y procediendo a la precarga inicial desde depósitos externos. La modificación de atmósfera dispuesta en  
20 esta patente se limita a aplicar un grado de vacío parcial, no procediendo en ningún caso a modular la composición de la atmósfera de proceso para compensar cambios en la reactividad del medio fundido derivados de la liberación de productos de corrosión de las muestras ni de la descomposición de la propia fase fundida. Este último aspecto resulta crucial de cara a  
25 ensayos de larga duración.

Existe la necesidad de instalaciones que permitan realizar ensayos de degradación de materiales expuestos a medios fundidos de interés tales que garanticen mantener unas condiciones de ensayo estables a lo largo de la  
30 duración del mismo, particularmente en lo referente a la influencia del medio gaseoso en la reactividad del medio fundido.

En la presente invención se describe un equipo para ensayos de degradación de materiales expuestos a medios fundidos donde la atmósfera de ensayo se mantiene controlada mediante un sistema auxiliar de captación, purga de condensados y venteo parcial de los gases generados durante el ensayo

5

### **Descripción detallada de la invención**

Equipo y procedimiento para ensayo de materiales y fluidos a elevada temperatura tales como sales, metales, aleaciones o vidrios en estado fundido en un tanque agitado.

La presente invención se refiere a una instalación y al procedimiento asociado al ensayo dinámico de probetas en medios tales como metales, aleaciones, sales o vidrios, todos ellos en estado fundido. Dicho ensayo dinámico se acota a una cámara de ensayos conformada por un tanque agitado.

El objeto de la invención es una instalación que permita realizar ensayos de degradación de materiales expuestos a medios fundidos de interés tal que se garantice mantener unas condiciones de ensayo estables a lo largo de la duración del mismo, particularmente en lo referente a la influencia del medio gaseoso en la reactividad del medio fundido.

Esta instalación permite operar con distintos medios fundidos disponiendo, en las superficies internas del conjunto de elementos estructurales expuestos, bien de recubrimientos protectores o bien de materiales especialmente resistentes que permitan prevenir cualquier modificación de la composición del medio fundido derivada la corrosión de estos elementos complementarios de la instalación.

El sistema experimental asegura una circulación continua del medio fundido sobre las probetas de materiales de interés, gracias a la aplicación de una agitación constante y regulable en el seno del fluido generado en la cámara de ensayos. La temperatura óptima del ensayo se mantiene mediante un

sistema de control de temperatura entre la cámara de ensayos y el sistema de resistencias eléctricas dispuestas en las paredes de la cámara de ensayos.

- 5 El ensayo de degradación transcurre siguiendo la secuencia experimental descrita a continuación. A fin de controlar el proceso de degradación desarrollado durante el ensayo, las muestras de interés han de ser introducidas con antelación en la cámara de ensayos. Durante la etapa de puesta a punto puede garantizarse una atmósfera inerte respecto la carga a  
10 fundir en la cámara de ensayos, introduciendo un gas o mezcla de gases apropiados a tal fin.

Desde el comienzo del ensayo de degradación se puede modificar la atmósfera de la cámara de ensayos a fin de contrarrestar cambios que  
15 puedan afectar al potencial corrosivo del medio fundido. El sistema de soporte de las probetas ensayadas ha de garantizar una completa inmersión de las probetas, aunque complementariamente puede disponerse un control de nivel a fin de que las probetas se hallen parcialmente inmersas en el fundido, posibilitando posteriormente una caracterización diferencial entre las áreas  
20 afectadas, las no afectadas y, particularmente, la interfase entre ambas.

El sistema experimental ha de contar con un circuito auxiliar de gases capaces de captar los efluentes gaseosos generados, condensar y purgar las fracciones no deseables, y recircular el remanente a la cámara, contando con  
25 el posible aporte complementario desde un depósito de gases, a fin de mantener constante la influencia del medio gaseosos en la corrosividad del medio fundido.

Los ensayos en medios fundidos pueden desarrollarse durante periodos de  
30 tiempos cortos, superiores a 300 horas, o bien de larga duración, superiores a 2000 horas de ensayo. Estos ensayos pueden incluir etapas intermedias de parada, inspección visual e incluso extracción de muestras a fin de evaluar el

desarrollo del proceso de degradación. En dicho caso ha de seguirse el mismo procedimiento al propio del aplicado al final del ensayo, abajo descrito.

5 Tras cubrir el tiempo de ensayo estipulado para el ensayo de las muestras de interés se puede proceder a reducir el nivel del fundido en relación a las probetas, dejándolas fuera de la fase fundida, a la par que se modifica la composición de la fase gas a fin de reducir la degradación de las probetas derivada de su exposición a la atmósfera estabilizada durante el ensayo. A este fin se ha de contar con el sistema de auxiliares dispuestos en el circuito  
10 de gases.

Una vez reducida la temperatura de las probetas y retirado el fundido de la cámara de ensayos (previamente inertizada), se procede a extraer las probetas ancladas al sistema de sujeción dispuesto en la tapa de la cámara  
15 de ensayos.

La realización experimental mostrada en la Figura 1 cuenta con un portamuestras (3) asociado a un agitador (2) mecánico convencional que garantiza un flujo relativo de la fase fundida respecto a las muestras próximo  
20 a la mezcla perfecta en la práctica totalidad del volumen efectivo de la cámara de ensayos (1). Con esta premisa, las probetas se podrán disponer a lo largo del eje del agitador, adaptando tanto el sistema de sujeción como la propia geometría de las probetas a fin de que éstas se hallen expuestas a unas condiciones de ensayos prácticamente equivalentes entre sí.

25 Además de este sistema de sujeción de muestras se incorpora un sistema de sujeciones complementarias, dispuestos a  $1/3$ ,  $2/3$  y  $3/3$  de la distancia entre el eje central del agitador y la pared de la cámara de ensayos (8 y 9, respectivamente). Este sistema complementario permite incluir en el mismo  
30 desarrollo experimental un grupo muestral expuesto a distintas velocidades relativas del fluido respecto a las probetas, permitiendo, por tanto, evaluar el impacto en los fenómenos de degradación de una velocidad relativa variable

entre la fase fundida y las probetas complementarias. Además, el sistema de sujeción a 3/3 del radio de la cámara de ensayos (8) permite mejorar el grado de mezcla de la fase fundida agitada dado que facilita romper el vórtice generado por el agitador (2).

5

Esta instalación ha de contar con un circuito auxiliar de gases (5), incluyendo un reservorio de uno o más gases destinados tanto a inertizar la cámara de ensayos durante las etapas transitorias del ensayo, así como para compensar las purgas necesarias para mantener la reactividad de la atmósfera gaseosa del ensayo en relación al medio fundido.

10

En este caso el control de temperatura se garantiza mediante un lazo de control entre el detector/transmisor de temperatura (4) y las resistencias (7) dispuestas en el perímetro del cuerpo principal de la cámara de ensayos.

15

#### **Breve descripción de las figuras**

**Figura 1.** Muestra una vista esquemática de la instalación en la que se lleva a cabo el ensayo de un sistema muestral dado en un tanque agitado con medio fundido con un sistema auxiliar de control de atmósfera de ensayo.

20

#### **Modo de realización de la invención**

La presente invención se ilustra adicionalmente mediante los siguientes ejemplos, que no pretenden ser limitativos de su alcance.

#### **25 Ejemplo 1.**

Este ejemplo se refiere a un equipo para para ensayo de degradación de muestras frente a un medio fundido en tanque agitado.

30

Tal y como se aprecia en la Figura 1 la instalación comprende los siguientes elementos:

- Una cámara de ensayos (1) modular, incluyendo una tapa que incluya un sistema de sujeción (3) de las muestras a ensayar así

como una agitación mediante paletas o elementos de mezcla mecánica asimilables (2).

- 5
- Un sistema complementario de sujeción de muestras (8, 9) dispuesto a distancias definidas respecto al eje central a fin de evaluar el impacto del cambio en la velocidad relativa de la fase fundida respecto a las probetas complementarias.
- 10
- Esta cámara ha de mantener una temperatura de ensayo regulada mediante un lazo de control de temperatura, basado en un sistema de medición y transmisión de la temperatura (4) en el seno del fundido y el conjunto de, por ejemplo, resistencias eléctricas (7) dispuestas en torno a las paredes de la cámara de ensayos (1).
- 15
- Un circuito auxiliar (5) para gases, incluyendo una reserva (6) de uno o varios gases; disponible para garantizar el mantenimiento de la reactividad del fundido. Estos auxiliares pueden incluir un separadores liquido/vapor, purgas de la fracción condensada, sistemas de venteo de gases, además de válvulas de tres vías y antirretorno.
- 20
- El sensor de temperatura (4), pudiendo ir integrado en el cuerpo de, por ejemplo, un sensor de corrosión (10), en contacto con el medio fluido de interés.

## **Ejemplo 2**

25 Este ejemplo se refiere al procedimiento de ensayo de degradación de muestras frente a un medio fundido.

El procedimiento de ensayo, utilizando la instalación descrita en el ejemplo 1, transcurre de acuerdo a las siguientes fases experimentales:

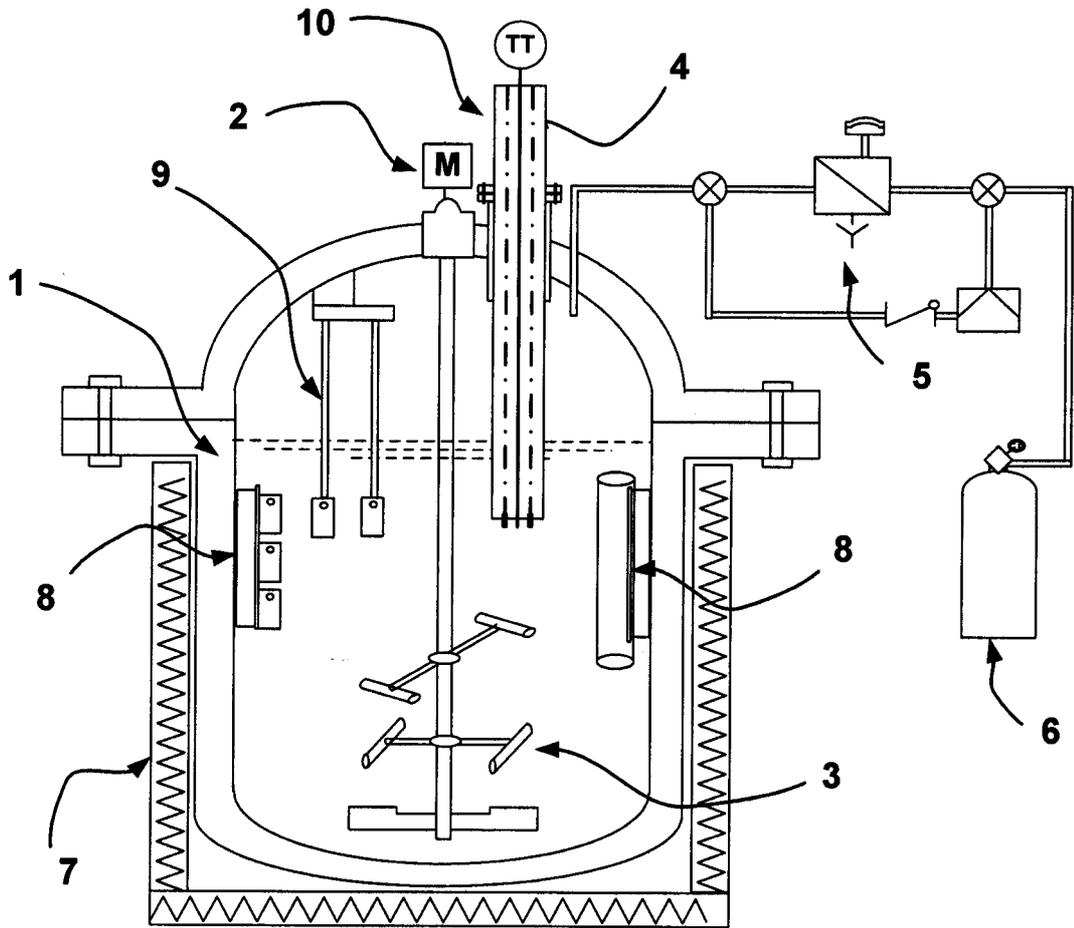
- 30
- Introducción del sistema muestral de interés en la cámara de ensayos, manteniendo un control de la atmósfera reinante en la cámara.

- 5
- Precalentamiento y fusión del sistema sólido generador de la fase fundida.
  - Introducción de la carga de fase fundida, modulando antes y durante el transcurso del ensayo la composición de la fase gas a través del circuito auxiliar asociado a la cámara de ensayos.
  - Retirada de las muestras de interés del medio fundido y nuevo cambio y control de la atmósfera gaseosa durante el proceso de enfriamiento de las muestras.

## REIVINDICACIONES

1. Instalación para ensayo de degradación de muestras frente a un medio fundido en un tanque agitado con control de atmósfera, caracterizada por:
- 5
- Una cámara de ensayos (1) modular con una sujeción (3) para el sistema muestral de interés, así como un agitador (2) apropiado para modular el grado de mezcla de la fase fundida.
  - Un sistema complementario de sujeción de muestras (8, 9) a 10 distintas distancias respecto al eje central apropiado tanto para evaluar el efecto de usar probetas de geometría particular, así como para establecer el impacto de velocidades relativas variables.
  - Circuito auxiliar (5) para gases efluentes y reservorio (6) de reposición y modulación de la atmósfera gaseosa.
  - 15 - Sistema de control de temperatura compuesto por detector/transmisor de temperatura (4) y un sistema de calefacción (7) dispuesto en el perímetro externo del cuerpo principal de la cámara modular de ensayos (1).
- 20 2. Procedimiento para el ensayo de degradación de muestras frente a medios fundidos, empleando el equipo reivindicado, caracterizado por:
- Regulación de la atmósfera de la cámara de ensayos en la etapa previa al ensayo, durante el precalentamiento y la fusión del sistema sólido generador de la fase fundida.
  - 25 - Ensayo de degradación del sistema muestral con una duración prefijada manteniendo un control efectivo de la composición química de la atmósfera gaseosa en interacción con el sistema muestral considerando igualmente el medio fundido corrosivo.
  - Retirada de las muestras de interés del medio fundido y control de 30 atmósfera destinado a cortar el proceso de degradación de las muestras hasta su enfriamiento.

Fig.1





- ②<sup>1</sup> N.º solicitud: 201500193  
②<sup>2</sup> Fecha de presentación de la solicitud: 22.12.2014  
③<sup>2</sup> Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑤<sup>1</sup> Int. Cl.: **G01N17/00** (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤ <sup>6</sup> Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
A	CN 102928332 A (HUAINAN ZHONGKE STORED ENERGY TECHNOLOGY CO LTD) 13.02.2013, Resumen de la base de datos WPI. Recuperado de EPOQUE, número de acceso: 2013-J29521.	1-2
A	US 2006037386 A1 (ROPITAL FRANCOIS et al.) 23.02.2006, todo el documento.	1-2
A	JP 2004354243 A (MITSUBISHI ELECTRIC CORP) 16.12.2004, Resumen de la base de datos WPI. Recuperado de EPOQUE, número de acceso: 2005-007233.	1-2

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

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

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

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

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

**El presente informe ha sido realizado**

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones n.º:

Fecha de realización del informe  
21.04.2015

Examinador  
I. Abad Gurumeta

Página  
1/4

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

G01N

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

INVENES, EPODOC

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 21.04.2015

**Declaración**

<b>Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)</b>	Reivindicaciones 1-2	<b>SI</b>
	Reivindicaciones	<b>NO</b>
<b>Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)</b>	Reivindicaciones 1-2	<b>SI</b>
	Reivindicaciones	<b>NO</b>

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

**Base de la Opinión.-**

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

**Consideraciones:**

El objeto de la invención es una instalación para realizar ensayos de degradación de muestras en un medio fundido en un tanque agitado en el que hay una cámara de ensayos con sujeción para el sistema muestral, un sistema complementario de sujeción de muestras, un circuito auxiliar para gases efluentes y modular la atmósfera gaseosa, un sistema de control de temperatura y un sistema de calefacción en el perímetro externo (reivindicación 1). Y el procedimiento de ensayo en el que se regula la atmósfera durante todo el proceso, se realiza el ensayo de la muestra introduciendo de forma continua la carga de fundido y manteniendo el control de la atmósfera gaseosa, retirando las muestras finalmente (reivindicación 2).

**1. Documentos considerados.-**

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

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	CN 102928332 A (HUAINAN ZHONGKE STORED ENERGY TECHNOLOGY CO LTD)	13.02.2013
D02	US 2006037386 A1 (ROPITAL FRANCOIS et al.)	23.02.2006
D03	JP 2004354243 A (MITSUBISHI ELECTRIC CORP)	16.12.2004

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

El D01 publica un dispositivo analógico de alta temperatura para medir la corrosión dinámica en un medio líquido, tiene contenedor principal cuyo un lado está conectado con el tanque de fusión y el tanque de almacenamiento, donde contenedor principal está provisto de válvula de vacío y anillo de conexión

El D02 se refiere a un dispositivo de análisis de corrosión en un depósito de sal fundida en la que se realiza la medición de la variación de masa de muestra de material.

El D03 divulga un aparato de diagnóstico del deterioro térmico en el que un muelle helicoidal presiona la barra de metal insertado en el agujero del bloque principal, de modo que la barra de metal y soldadura eutéctica vierte en el agujero genera la tensión de cizallamiento.

NOVEDAD (ART. 6.1 Ley 11/1986) Y ACTIVIDAD INVENTIVA (ART. 8.1 Ley 11/1986)

Los documentos D01-D03 reflejan el estado de la técnica más cercano. Todos estos documentos, aunque muestran dispositivos de análisis de degradación, en ninguno de ellos se encuentra una instalación para realizar ensayos de degradación de muestras en un medio fundido en un tanque agitado tal y como se reivindica en la solicitud.

Por lo tanto, el objeto de las reivindicaciones 1-2 cumplen los requisitos de novedad y de actividad inventiva de acuerdo con los Artículos 6.1 y el 8.1 de la Ley 11/1986.