

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 586 287**

21 Número de solicitud: 201600561

51 Int. Cl.:

**G01N 17/00** (2006.01)

12

PATENTE DE INVENCION CON EXAMEN PREVIO

B2

22 Fecha de presentación:

**11.07.2016**

43 Fecha de publicación de la solicitud:

**13.10.2016**

Fecha de la concesión:

**19.01.2017**

45 Fecha de publicación de la concesión:

**26.01.2017**

73 Titular/es:

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

**Sección de Contratos y Patentes (Otri), Centro de  
Investigación y Transferencia Complutense. Fac.  
de Medicina (Edificio Entrepabellones 7 y 8)  
Doctor Severo Ochoa, 7 Ciudad Universitaria  
28040 Madrid (Madrid) ES**

72 Inventor/es:

**PÉREZ TRUJILLO, Francisco Javier;  
LASANTA CARRASCO, María Isabel;  
DE MIGUEL GAMO, Teresa;  
GARCÍA MARTÍN, Gustavo y  
ENCINAS SÁNCHEZ, Víctor**

54 Título: **Instalación y procedimiento para ensayo de componentes y fundidos sometidos a ciclos de temperatura y presión en reactor refrigerado y agitado mediante rotor-tridimensional**

57 Resumen:

Instalación y procedimiento para ensayo de componentes y fundidos sometidos a ciclos de temperatura y presión en reactor refrigerado y agitado mediante rotor tridimensional.

La invención se refiere a una instalación para realizar ensayos de degradación de componentes expuestos a medios fundidos a alta temperatura y presión que garantiza el mantenimiento de condiciones de ensayo estables a lo largo de la duración de los mismos, de forma particular, en lo referente a la influencia del medio gaseoso en la reactividad del medio fundido. Incorpora un sistema auxiliar de circulación de gases, un segundo sistema auxiliar para someter al reactor agitado a ciclos de presión controlada y dispone de una camisa exterior para la circulación de agentes refrigerantes para someter a los materiales expuestos a ciclos de enfriamiento forzados y programados de temperatura.

ES 2 586 287 B2

## DESCRIPCIÓN

Instalación y procedimiento para ensayo de componentes y fundidos sometidos a ciclos de temperatura y presión en reactor refrigerado y agitado mediante rotor tridimensional.

5

### Sector de la Técnica

La presente invención pertenece al campo de la instrumentación y medida de la estabilidad química y física de componentes y fundidos. De forma más concreta, la invención se refiere a un equipo para ensayar la degradación de componentes y fundidos a elevada temperatura y presión en estado dinámico.

10

### Estado de la técnica

En el ensayo de degradación dinámico en medios fundidos son conocidas 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 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 ensayos de larga duración.

15

La patente CN104764686A describe un equipo para llevar a cabo ensayos de degradación a través de medidas de corrosión de metales líquidos y sólidos, que consta de dos tanques de reacción con un sistema de calefacción y agitación magnética. Sin embargo, el sistema no posibilita el control de la atmósfera de trabajo ni es posible realizar cambios rápidos de la temperatura interior de los tanques mediante la camisa de refrigeración.

En la patente CN204228682 se describe una maquina para realizar ensayos dinámicos de corrosión de metales líquidos zinc-aluminio en la que las muestras a ensayar se fijan a un brazo giratorio mediante el cual se alcanza la temperatura y presión que se quiere simular. Sin embargo, el equipo carece de sistema de control de la atmósfera de trabajo y no permite cambios rápidos de temperatura.

20

Existe la necesidad de instalaciones que permitan realizar la monitorización de ensayos de degradación de materiales expuestos a medios fundidos de interés y sometidos a ciclos con variación de temperatura y de presión manteniendo las condiciones de ensayo estables a lo largo de la duración del mismo.

25

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, venteo parcial de los gases generados durante el ensayo e incorporación de nuevos compuestos gaseosos a la corriente recirculada. A la vez, la temperatura de ensayo se puede controlar mediante un sistema a auxiliar de refrigeración acoplado a través del cual un agente refrigerante circula por una camisa exterior a la cámara de ensayos. A su vez, el

30

35

40

45

50

sistema auxiliar de presión acoplado permite realizar el ensayo de degradación bajo presión y todo ello con agitación rotacional tridimensional.

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

5

Instalación y procedimiento para ensayo de componentes y fundidos sometidos a ciclos de temperatura y presión en reactor refrigerado y agitado mediante rotor tridimensional.

10

La presente invención se refiere a una instalación y al procedimiento asociado al ensayo dinámico de componentes y fundidos como metales, aleaciones, sales o vidrios. Dicho ensayo dinámico se acota a un reactor de ensayo conformado por un tanque a elevada temperatura, con agitación rotacional tridimensional, refrigerado y bajo presión.

15

El objeto de la invención es una instalación que permita realizar ensayos de degradación de componentes 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 y al control de la temperatura y de la presión.

20

Las condiciones estables en el caso de ciclos de temperatura se consiguen con un sistema auxiliar de refrigeración que consiste en una camisa externa por la que circula un agente refrigerante y un rotor para agitación tridimensional que fomenta la transmisión de calor entre la superficie de intercambio de calor y el medio fundido permitiendo así condiciones estables y homogéneas en cualquier punto del medio fluido en contacto con las muestras.

25

30

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 existentes que permitan prevenir, cualquier modificación de la composición del medio fundido derivada la corrosión de estos elementos complementarios de la instalación.

35

El sistema experimental asegura una circulación continua del medio fundido sobre los componentes de interés expuestos, gracias a la aplicación de una agitación rotacional tridimensional constante y regulable en el seno del fluido generado en el reactor de ensayos. La temperatura óptima del ensayo se mantiene mediante un sistema de control de temperatura entre el reactor de ensayos y un sistema de resistencias eléctricas.

40

Mediante la camisa exterior de refrigeración y el circuito auxiliar de presión se asegura también los programas de temperatura y presión controlado.

45

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 fundir en la cámara de ensayos, introduciendo un gas o mezcla de gases apropiados a tal fin.

50

Desde el comienzo del ensayo de degradación se puede modificar la atmósfera de la cámara de ensayos a fin de contrarrestar cambios que 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 afectadas, las no afectadas y, particularmente, la interfase entre ambas.

5

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 el posible aporte complementario de otros compuestos desde un depósito de gases, a fin de mantener constante la influencia del medio gaseosos en la corrosividad del medio fundido.

10

Los ensayos en medios fundidos pueden desarrollarse durante periodos de 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.

15

En esta instalación también se puede someter al sistema a variaciones extremas de temperatura en el interior del reactor haciendo circular por la camisa exterior de refrigeración el agente refrigerante, con el objetivo de monitorizar el stress térmico de las sales, metales, aleaciones o vidrios en estado fundido contenidos en la cámara de muestras.

20

El circuito auxiliar de presión acoplado, también posibilita el uso de realizar ensayos bajo presión con el fin de monitorizar los cambios de fases de los fundidos a alta temperatura y presión.

25

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 vez 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 de gases.

30

35

Una vez reducida la temperatura de las probetas, eliminada la sobrepresión y parada la circulación del refrigerante, si fuera el caso concreto, 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 de ensayos.

40

La realización experimental mostrada en la Figura 1 cuenta con un portamuestras (3) asociado a un agitador (2) que puede además rotar tridimensionalmente y que garantiza un flujo relativo de la fase fundida respecto a las muestras próximo a la mezcla perfecta en la práctica totalidad del volumen efectivo del reactor 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.

45

Además de este sistema de sujeción de muestras se incorpora un sistema de sujeciones complementarias, pudiendo estar dispuestas a diferentes distancias entre el eje central del agitador y la pared de la cámara de ensayos (8 y 9, respectivamente). Este sistema

50

complementario permite incluir en el mismo desarrollo experimental un grupo de componentes expuestos 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.

5

Esta instalación ha de contar con un circuito auxiliar de gases (5) y (6), incluyendo un reservorio de uno o más gases destinados tanto a inertizar la cámara de ensayos durante las etapas transitorias del ensayo como para compensar las purgas necesarias para controlar la reactividad de la atmósfera gaseosa del ensayo en relación al medio fundido y mantener el reactor de ensayos bajo presión, si así se requiere. La presión en el reactor se monitoriza mediante el manómetro situado en la parte superior del mismo (13).

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

Por último, la instalación cuenta con circuito auxiliar de refrigeración (12) y (11) para realizar el ensayo de degradación con bajadas extremas de temperatura.

## 20 **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 muestra! dado en un tanque agitado con medio fundido con un sistema auxiliar de control de atmósfera de ensayo.

25

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

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

30

### **Ejemplo 1**

Este ejemplo se refiere a la instalación para ensayo de degradación de muestras frente a un medio fundido en tanque agitado, refrigerado y bajo presión.

35

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

- Un reactor de ensayos, (1) modular, incluyendo una tapa que incluya un sistema de sujeción (3) de las muestras a ensayar así como una agitación rotacional tridimensional mediante paletas o elementos de mezcla mecánica asimilables (2). En la parte superior del reactor también se sitúa el manómetro de control de la presión en el interior del mismo (13).
- 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.
- 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). Un

50

5 circuito auxiliar (5) para gases, incluyendo una reserva (6) de uno o varios gases; disponible para garantizar el mantenimiento de la reactividad del fundido y la presión en el interior del reactor. Estos auxiliares pueden incluir unos separadores líquido/vapor, purgas de la fracción condensada, sistemas de venteo de gases, además de válvulas de tres vías y antirretorno. El sistema cuenta con un sensor de temperatura (4), el cual puede ir integrado en el cuerpo de, por ejemplo, un sensor de corrosión (10), en contacto con el medio fluido de interés.

- 10
- Un sistema de refrigeración auxiliar (12) que incluye una camisa externa a la cámara de muestras (11).

## Ejemplo 2

15 Este ejemplo se refiere al procedimiento de ensayo de degradación de componentes 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:

- 20
- Introducción de los componentes de interés en la cámara de ensayos, manteniendo un control de la atmósfera reinante en la cámara.
- 25
- Introducción de la carga de fase sólida, modulando antes y durante el transcurso de la fusión, la composición de la fase gas a través del circuito auxiliar asociado al reactor de ensayos.
- 30
- Aplicación de presión en el reactor de ensayo mediante el sistema auxiliar de gases.
  - Bajada de la temperatura en el interior de la cámara de muestras mediante el sistema auxiliar de refrigeración, sometiendo al conjunto a un programa de temperatura controlada en función de la fase fundida; calefacción de nuevo del ensayo de degradación, operación y nueva bajada de temperatura en la cámara de ensayos. Esta operación cíclica, se puede repetir y programar en función del operador y el ensayo de degradación específico.
- 35
- Cese de la refrigeración y la sobrepresión en el interior del reactor de muestras.
  - Retirada de los componentes de interés del medio fundido y nuevo cambio y control de la atmósfera gaseosa durante el proceso de enfriamiento de las muestras.

## REIVINDICACIONES

5 1. Instalación para ensayo de componentes y fundidos sometidos a ciclos de temperatura y presión en reactor refrigerado y agitado mediante rotor tridimensional **caracterizada** por:

10 • Un reactor de ensayos (1) modular con una sujeción (3) para el sistema de componentes de interés, así como un rotor de agitación tridimensional (2) apropiado para modular el grado de mezcla de la fase fundida así como la velocidad relativa entre el fundido y los componentes expuestos ensayo.

15 • Un sistema complementario de sujeción de muestras (8, 9) a diferentes 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.

20 • Circuito auxiliar (5) y (6) para gases efluentes para la modulación de la atmósfera gaseosa y la aplicación de sobrepresión dentro del reactor, con un manómetro (13) para regular la presión interna.

25 • Sistema de control de temperatura compuesto por detector/transmisor de temperatura (4), un sensor de corrosión (10) y un sistema de calefacción (7) que puede estar dispuesto en el perímetro externo del cuerpo principal de la cámara modular de ensayos (1).

• Sistema auxiliar de refrigeración (12), compuesto por una camisa externa (11) que rodea a la cámara de ensayos.

30 2. Procedimiento para el ensayo de degradación de muestras frente a medios fundidos, empleando el equipo reivindicado, **caracterizado** por:

35 • 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.

40 • Ensayo de degradación del sistema de componentes de interés con una duración prefijada manteniendo un control efectivo de la composición química de la atmósfera gaseosa en interacción con el sistema de componentes considerando igualmente el medio fundido corrosivo.

45 • Regulación de la temperatura de la cámara de muestras mediante el sistema auxiliar de refrigeración, sometiendo al conjunto a un programa de bajada de temperatura controlada. Aplicación de presión en el sistema mediante el circuito auxiliar de gases. Calefacción de nuevo del ensayo de degradación, operación y nueva bajada de temperatura del en la cámara de ensayos y cese de la presión.

• Retirada de las muestras de interés del medio fundido y control de atmósfera destinado a cortar el proceso de degradación de las muestras hasta su enfriamiento.

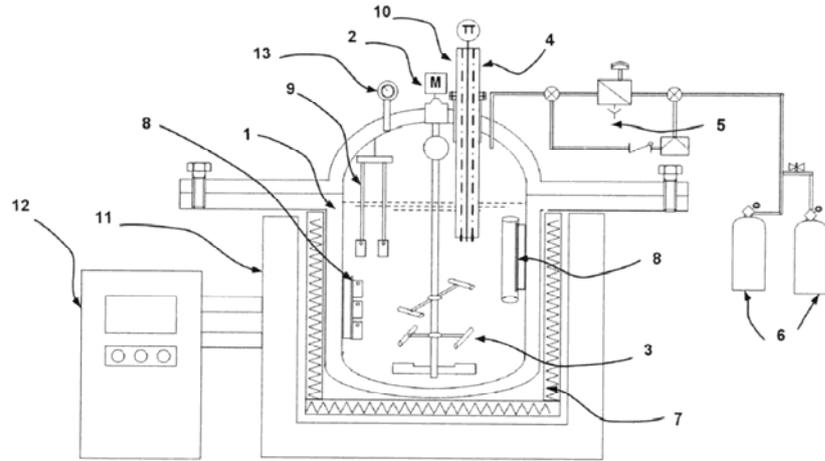


Figura 1



- ②<sup>1</sup> N.º solicitud: 201600561  
 ②<sup>2</sup> Fecha de presentación de la solicitud: 11.07.2016  
 ③<sup>2</sup> Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

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

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤ <sup>6</sup> Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
A	ES 2534869 A1 (UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID) 29.04.2015, ejemplos 1-2, figura 1	1-2
A	CN 104215571 A (PETROCHINA COLTD) 17.12.2014, (resumen) [en línea] Resumen de la base de datos WPI. Recuperado de EPOQUE	1-2
A	CN 101900664 B (UNIV NANJING) 01.12.2010, (resumen) [en línea] Resumen de la base de datos WPI. Recuperado de EPOQUE, figura 1	1-2
A	CN 102507428 A (SHANGHAI UNIVERSITY) 20.06.2012, (resumen) [en línea] Resumen de la base de datos WPI. Recuperado de EPOQUE, figura 1	1-2
A	CN 203405397 U (INST METAL RES CHINESE ACAD SC) 22.01.2014, (resumen) Resumen de la base de datos WPI. Recuperado de EPOQUE	1-2
A	CN 103954548 B (CHINA PETROLEUM&CHEMICAL) 30.07.2014, (resumen) [en línea] Resumen de la base de datos WPI. Recuperado de EPOQUE, figura 1	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  
30.09.2016

Examinador  
A. Rua Agüete

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, WPI, TXTE, XPESP, CAPLUS

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 30.09.2016

**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.

**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	ES 2534869 A1 (UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID)	29.04.2015

**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 objeto de la invención es un instalación y procedimiento para ensayo de componentes y fundidos sometidos a ciclos de temperatura y presión en un reactor refrigerado y agitado mediante rotor tridimensional.

El documento D1 considerado como el documento más cercano en el estado de la técnica, divulga una instalación para ensayo de corrosión de componentes en un reactor agitado con control de atmósfera que comprende una cámara de ensayos modular con una sujeción para el sistema de componentes de interés y un agitador apropiado para modular el grado de mezcla fundida, un sistema complementario de sujeción de muestras a distintas distancias respecto al eje central, un circuito auxiliar para gases efluentes para la modulación de la atmósfera gaseosa, un sistema de control de temperatura compuesto por detector/transmisor de temperatura, un sensor de corrosión y un sistema de calefacción dispuesto en el perímetro externo del cuerpo principal de la cámara modular de ensayos. A diferencia de la instalación objeto de la invención no cuenta con un sistema auxiliar de refrigeración mediante una camisa externa por la que circula un agente refrigerante, un segundo sistema auxiliar de gases para someter al reactor a ciclos de presión controlada y el agitador apropiado no se especifica que sea un rotor para agitación tridimensional. (Ver ejemplo 1).

También se encuentra divulgado en D1 el procedimiento para el ensayo de degradación de componentes frente a medios fundidos en atmósfera controlada en lo que se refiere a la influencia del medio gaseoso. (Ver ejemplo 2).

No se encuentra revelado en el estado de la técnica una instalación para ensayos de componentes fundidos que comprende un sistema auxiliar de refrigeración, un rotor para agitación tridimensional para fomentar la transmisión de calor entre la superficie de intercambio de calor y el medio fundido y un segundo sistema auxiliar de gases. Tampoco se encuentra revelado en el estado de la técnica un procedimiento para el ensayo de la degradación de componentes expuestos a medios fundidos utilizando la invención objeto de la invención para someter a los materiales a ciclos de enfriamiento forzados y programados de temperatura que permita el mantenimiento de las condiciones de ensayo estables a lo largo de la duración de los mismos.

Por lo tanto, la invención tal y como se recoge en las reivindicaciones 1 y 2 de la solicitud es nueva e implica actividad inventiva. (Art. 6 y 8 LP).