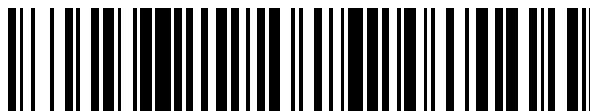


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 752 083**

21 Número de solicitud: 201830949

51 Int. Cl.:

G01N 11/08 (2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A1

22 Fecha de presentación:

02.10.2018

43 Fecha de publicación de la solicitud:

02.04.2020

71 Solicitantes:

UNIVERSIDAD DE HUELVA (100.0%)
C/ Dr. Cantero Cuadrado 6
21071 Huelva ES

72 Inventor/es:

MARTIN ALFONSO, Maria Jose;
MARTINEZ BOZA, Francisco Jose;
PARTAL LOPEZ, Pedro y
NAVARRO DOMINGUEZ, Francisco Javier

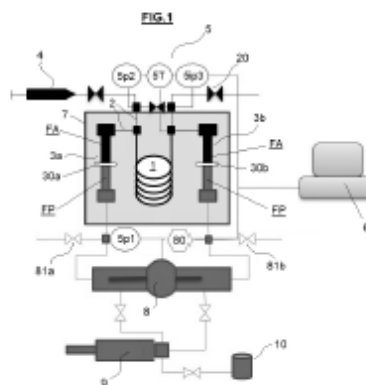
74 Agente/Representante:

ALGUACIL OJEDA, Juan

54 Título: **EQUIPO PARA LA MEDICIÓN DE LAS PROPIEDADES REOLÓGICAS EN FLUIDOS**

57 Resumen:

Equipo para la medición de las propiedades reológicas en fluidos, que permite el estudio del flujo capilar y la determinación de propiedades reológicas de toda clase fluidos tales como dispersiones, fluidos orgánicos e inorgánicos, en un rango de presión comprendido entre 0-4000 bar y un rango de temperatura desde -180°C hasta 800°C; donde al fluido a analizar se le hace pasar por un capilar de sección circular; que tiene la particularidad de disponer un circuito independiente de carga de fluido a analizar en el capilar que es protegido térmicamente por medio de una cámara termoestática, y de un circuito independiente de fluido de presurización, estando todo ello controlado automáticamente por medio de un computador que gestiona todas las acciones de regulación y recibe los datos de las variaciones de presión del fluido al paso por el capilar con las que calcula los valores reológicos del fluido.



ES 2 752 083 A1

DESCRIPCIÓN

EQUIPO PARA LA MEDICIÓN DE LAS PROPIEDADES REOLÓGICAS EN FLUIDOS

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a un dispositivo para la medida de propiedades reológicas tales como la viscosidad y el esfuerzo umbral, de toda clase de fluidos mediante el control de las condiciones de fluencia por un conducto a presión y temperatura seleccionadas

10

El invento se encuadra dentro de los equipos y dispositivos con los que se puede estudiar el flujo capilar en fluidos comprimidos.

Estado de la técnica

15

Es conocido que la medida de propiedades reológicas a presiones diferentes de la atmósfera se consigue mediante el uso de diversos dispositivos y aparatos como viscosímetros y reómetros. En este sentido, los viscosímetros de caída de cuerpos permiten la medida de las propiedades de fluencia bajo condiciones de presión, midiendo la velocidad terminal de caída de un objeto en el seno de un fluido presurizado, impulsado por una fuerza como la gravitatoria.

20

Por otro lado, los viscosímetros y reómetros rotacionales someten a un fluido a una velocidad de cizalla entre dos superficies. Estos dispositivos constan de uno o varios motores y acoplamientos magnéticos capaces de controlar el torque o la velocidad de giro y una geometría que contiene la muestra y crea un campo de cizalla conocido en un vaso presurizado. Para efectuar la medida el motor aplica un torque o una velocidad de giro sobre la parte móvil de la geometría, la cual se transmite al vaso mediante el acoplamiento y se cuantifica la amortiguación del movimiento o el torque de reacción como consecuencia de la presencia del fluido en la geometría.

30

En el caso de la presente memoria, el equipo está basado en un dispositivo que está comprendido dentro de los dispositivos capilares, y por norma general estos dispositivos constan de un sistema que impulsa un fluido obligándolo a pasar por un conducto o capilar de

geometría conocida. La determinación de propiedades reológicas como la viscosidad o el esfuerzo umbral es posible de dos maneras:

- a) mediante el registro de la pérdida de carga o diferencia de presión que se produce en los extremos del conducto al paso de una cantidad determinada de fluido, durante un tiempo suficiente para conseguir un estado estacionario;
- b) mediante el registro del intervalo de tiempo necesario que invierte un fluido en pasar por un tramo de conducto al ser sometido a una diferencia de presión o pérdida de carga determinada.

En ambos casos, el cálculo de las propiedades reológicas se consigue aplicando la ley de Hagen-Poiseuille o modelos no estacionarios, como el descrito en la patente WO2016178650, donde se determina la viscosidad en línea al estudiar el flujo de compresión oscilante sobre un sistema coaxial que se introduce en una tubería ya presurizada por donde circula un fluido.

Dentro del estado de la técnica se conocen otras tipologías de dispositivos capilares que utilizan la presión hidrostática solo para crear la pérdida de carga necesaria para determinar la viscosidad, elevando la presión sobre la atmósfera en uno de los extremos del capilar, manteniendo el otro abierto, como los descritos en las patentes US20020139175 y CN107036936; o determinando la presión diferencial en los extremos del capilar como proponen las patentes US2008012771 y US13884099. Todos estos dispositivos están estructuralmente constituidos para poder únicamente soportar bajas presiones en tipologías de conductos flexibles, plásticos y de vidrio.

También existen otros dispositivos que además de utilizar la presión para determinar la viscosidad, presurizan todo el sistema antes de crear la pérdida de carga o la fuerza impulsora necesaria para la medida, con objeto de determinar la viscosidad en condiciones de alta presión. Así las patentes US4750359 y US4916678 describen un dispositivo capilar para la medida de la viscosidad de líquidos y gases a presión, creando la presión en el sistema mediante la evaporación de parte de la muestra, registrando el tiempo que tarda en fluir una porción de líquido por un capilar y aplicando finalmente ecuaciones matemáticas para obtener el resultado.

En otros casos, como el descrito en la patente US4578990, el flujo y la pérdida de carga se detectan bombeando el líquido por varios capilares y esperando a alcanzar el estado estacionario del sistema. Cuando el diseño del dispositivo y/o las condiciones de operación

requieren un tiempo largo para alcanzar el estado estacionario se han planteado soluciones, como la que se divulga en la patente US4890482, que se basan en flujo transitorio. El procedimiento consiste en presurizar el fluido mediante botellas de gas, se hace fluir abriendo una válvula y se determina la viscosidad midiendo la variación de la presión diferencial, en función del tiempo en los extremos de un capilar antes de alcanzar el estado estacionario, mediante la aplicación de las ecuaciones de flujo transitorio.

También se conocen dispositivos basados en flujo capilar que utilizan sistemas de bombeo para presurizar el conjunto y crear el movimiento del fluido a través del capilar. Estos dispositivos necesitan un tiempo muy largo para alcanzar el estado estacionario y cuantificar con precisión el movimiento del fluido en el conducto, así como inconvenientes derivados de la necesidad de acondicionar térmicamente grandes cantidades de muestra. Así la patente CN201420820887 describe un viscosímetro capilar de alta presión y alta temperatura compuesto por dos capilares, una válvula de regulación de presión y una balanza para determinar la cantidad de muestra que fluye por el capilar. La patente US9513272 describe un sistema compuesto de un reómetro capilar adaptado para la medida de propiedades en fluidos de perforación operado por una bomba.

La precisión en la determinación de propiedades reológicas tales como la viscosidad mediante dispositivos capilares requieren la determinación precisa de dos variables:

- el flujo másico que circula por el capilar y
- la diferencia de presión o pérdida de carga en los extremos de éste.

Una de estas variables se considera fija y la otra se determina experimentalmente. La presente invención frente a cualquiera de las tecnologías y dispositivos conocidos en el estado de la técnica aporta la solución no obvia del uso de dos dispositivos independientes, uno convencional para la presurización de la muestra (bomba de pistón simple) y otro especial dedicado a conseguir un flujo estable y perfectamente cuantificado (bomba de pistones opuestos).

Además, la presente invención aporta la ventaja de requerir únicamente una pequeña cantidad de fluido de estudio, con las ventajas de su fácil acondicionamiento térmico, al confinarlo en una zona independiente de la zona de presurización, mediante la incorporación de dos cilindros de alta presión, provistos de sendos émbolos internos de baja fricción, que separan el fluido de estudio del fluido de presurización.

Habida cuenta de los antecedentes existentes en el estado de la técnica, y de la problemática técnica previamente comentada, la presente invención divulga una solución que aporta las ventajas de obtener la medida de propiedades reológicas de un fluido de forma que, de una parte, solo necesita una pequeña cantidad de muestra y, de otra parte, amplía el techo de temperatura de los dispositivos capilares existentes y descritos en el estado del arte, sin poner en peligro la integridad los sellos del sistema de bombeo del fluido en estudio, al utilizar una bomba independiente de pistones opuestos, garantizando así el valor preciso del flujo que circula por el capilar.

10 Descripción de la invención

En la presente invención se describe un equipo para el estudio del flujo capilar y la determinación de propiedades reológicas de toda clase fluidos tales como cualquier clase de dispersiones, fluidos orgánicos e inorgánicos, en el rango de presión comprendido entre 0-4000 bar y rango de temperatura desde -180°C hasta 800°C.

Esta invención permite determinar el flujo másico del fluido de estudio mediante una bomba de pistones opuestos, que se presuriza mediante otra bomba de pistón simple hasta una presión P1, presión que se transmite desde el fluido de presurización al fluido de estudio mediante un sistema de cilindros provistos de unos émbolos intermedios.

Una vez presurizado el fluido de estudio, la bomba de pistones opuestos impulsa un volumen fijo de fluido en un sentido y, al mismo tiempo, succiona el mismo volumen en el otro, sin necesidad de la intervención de un sistema de control de flujo al ser pistones opuestos, manteniendo exactamente la continuidad material del sistema y calculado la pérdida de carga mediante la diferencia entre la presión positiva de impulso (P2) y la presión negativa de succión (P3) o viceversa.

Se ha de tener en cuenta que, a lo largo de la descripción y las reivindicaciones, el término “comprende” y sus variantes no pretenden excluir otras características técnicas o elementos adicionales. Además, el presente equipo permite la obtención de los datos reológicos de cualquier clase de fluido, no limitándose a los expuestos inicialmente.

De forma adicional, con el objeto de completar la descripción y de ayudar a una mejor comprensión de las características del invento, se presenta un juego de figuras y dibujos en

donde con carácter ilustrativo y no limitativo se representa lo siguiente:

Figura 1. Esquema del equipo de medición de reometría capilar objeto de la presente invención.

5

Figura 2. Diagrama que representa la pérdida de carga para varias velocidades de vaivén a la presión P1 de 3000 bar.

Descripción detallada de la invención

10

El equipo para la medición de las propiedades reológicas de un fluido que se describe en la presente invención, a diferencia de cualquier equipo conocido en el estado de la técnica, comprende los componentes que a continuación se detallan.

15

Una tubería o capilar (1) de sección circular interna comprendida, pero no limitada, entre 0,25 y 10 mm de diámetro y con sección externa que soportar la presión de 5000 bar, y longitud comprendida, pero no limitada, entre 10 y 50000 mm.

20

El capilar se conecta hidráulicamente por medio de conductos (2) a un sistema de cilindros de alta presión (3a y 3b), provistos de émbolos (30a y 30b) internos de baja fricción y resistentes a la temperatura que separan un fluido de presurización (FP) (que puede ser por ejemplo agua o aceite) del fluido de estudio que precisamente se quiere analizar (FA).

25

El equipo dispone de un sistema de carga y purga del capilar (1) constituido por una bomba de jeringa (4) de carga auxiliar, que se conecta mediante los conductos (2) del sistema hidráulico de alta presión y alta temperatura, a un sistema de transductores (5) de presión y temperatura, y éstos a su vez a un sistema de adquisición de datos, mediante un convertidor analógico/digital y a una computadora (6) o equipo electrónico similar.

30

La bomba de jeringa (4) es una bomba de carga que está constituida preferentemente por una jeringa con control manual y/o automático y un elemento de conexión a los conductos (2) del sistema hidráulico que alimenta y purga a los cilindros de alta presión (3a y 3b) del fluido que se quiere analizar.

35

El conjunto de capilar (1), sistema hidráulico constituido por conductos (2) que alimentan del

fluido a analizar (FA) a los cilindros de alta presión (3a y 3b), y dichos cilindros (3a y 3b) quedan protegidos dentro de una cámara termostática (7). Esta cámara es un sistema de atemperación capaz de mantener una temperatura constante, o una rampa de temperatura controlada, en el rango preferente pero no limitado desde -180°C hasta 800°C. Esta cámara
5 permite la estabilidad térmica del conjunto capilar (1), sistema hidráulico de conexión constituidos por los conductos (2) y los cilindros de alta presión (3a-3b), por estar encerrados todos ellos en la cámara termostática (7).

Los elementos anteriores están destinados a definir la alimentación del fluido a analizar (FA) dentro del capilar y cilindros. Del mismo modo, para que el equipo pueda realizar las mediciones, los cilindros requieren ser adicionalmente alimentados con un fluido de presurización (FP). Para ello, el equipo comprende un sistema de control de flujo constituido por al menos una bomba automática de pistones (8), que se ubica-ubican exteriormente a la cámara (7) y en una posición opuesta a los elementos previamente descritos. Estas bombas
15 tienen la particularidad de tener cámaras y pistones opuestos idénticos, y este sistema de control de flujo, que puede estar presurizado entre 0 y 4000 bar, impulsa por un extremo un caudal constante y controlado de fluido de presurización (FP) a los cilindros de alta presión (3a y 3b) y al mismo tiempo succiona la misma cantidad de fluido, de modo que impulsa y succiona al circuito cerrado (3a – 1 – 3b) la misma cantidad de líquido. El caudal suministrado
20 es estable desde el valor mínimo de 0,007 ml/min hasta el valor máximo de 100 ml/min, a cualquier presión P1 en el rango 0-4000 bar.

El actuador de la bomba de pistones (8) opuestos posee una pluralidad de salidas analógicas de velocidad de flujo másico, posición/volumen de la bomba y presión del sistema, así como
25 un elemento de seguridad mediante disco de ruptura (80), todos ellos controlados a su vez por la computadora (6). El sistema de bombeo puede cargarse/purgarse por unas válvulas de regulación (81a-81b) con un fluido de presurización que como se ha adelantado previamente, puede ser igual o distinto al líquido de muestra.

30 El sistema de presurización se completa con una bomba de presurización (9) manual o automática de pistón simple, que se carga con el fluido contenido en un tanque (10), y que presuriza a una P1 entre 0 y 4000 bar, a la bomba de pistones (8), la cual a su vez carga al sistema o circuito capilar cerrado (3a-1-3b) para que así se puedan realizar las mediciones.

35 Una vez definidos el sistema de carga tanto del fluido a analizar (FA) como del fluido de

presurización (FP), para poder obtener los resultados reológicos, tal como se ha adelantado previamente, el equipo comprende unos transductores (5), que es un sistema de adquisición y control de señales que comprende al menos tres transductores de presión (5p1, 5p2 y 5p3) y uno de temperatura (5T), uno o varios convertidores analógicos digitales, entradas y salidas analógicas y digitales y un módulo programable electrónico, en conexión con la computadora (6), que registra las señales de la bomba (velocidad de vaivén, posición de los pistones opuestos y presión) y calcula la pérdida de carga sobre la presión de consigna medida en uno de los transductores (5p1), como diferencia entre la lectura de los otros transductores de presión (5p2 y 5p3), realizando finalmente el cálculo de la viscosidad y/o esfuerzo umbral.

10

Un ejemplo del proceso de medida de una realización preferente de la invención, tal como se puede observar a partir del esquema representado en la Figura 1, es que el equipo se carga con el fluido de estudio mediante la bomba de jeringa (4) inundando el capilar (1) y purgando por una válvula de regulación (20). Se bombeando más líquido de estudio mediante la bomba de jeringa (4) y el equipo se purga por las válvulas (81a y 81b), con lo que se cargan los cilindros de alta presión (3a y 3b) hasta la posición del embolo interna deseada y previamente fijada, lo cual está controlado por la computadora (6). Por otro lado, la bomba de presurización (9) se carga mediante succión del depósito (10) externo donde se almacena un fluido de presurización, el cual se bombea a la bomba de pistones (8) opuestos y a los cilindros de alta presión (3a y 3b), purgando si es necesario por las válvulas de regulación. Cerrado este conjunto de válvulas se alcanza la presión de consigna en los cilindros de alta presión (3a y 3b) y en el circuito cerrado (3a – 1 -3b) mediante el control de la bomba de presurización (6), y se obtienen los resultados de los indicadores (5P1, 5p2 y 5p3). La medida se consigue comandando una velocidad de vaivén en la bomba de pistones (8), la cual obliga al movimiento del fluido impulsando desde el cilindro (3a) y succionando desde el cilindro (3b) o viceversa, pasando el fluido por el capilar (1) y creando una diferencia de presión en sus extremos que se detecta en la diferencia de lectura de (5p2) y (5p3) o viceversa, que se registra por la computadora (6) y se muestra en la Figura 2, calculándose los parámetros reológicos mediante la ley de Hagen-Poiseuille (fórmula F1)

15

20

25

$$Q = \frac{\Delta p \pi R^4}{8L\eta}$$

30

(F1)

donde Q es el caudal que pasa a través del capilar; Δp es la diferencia de presión detectada en los indicadores; r es el radio del capilar; L la longitud del capilar; y η el valor de la viscosidad o dato reológico de partida que se busca con la presente invención. Con este valor de partida

se pueden calcular el resto de los valores reológicos del fluido. Para ello, en la Figura 2 se puede observar los valores de pérdida de carga registrados en la computadora (6) para varias velocidades de vaivén programadas en el dispositivo, a la presión P1 de 3000 bar. La viscosidad se calcula a partir de los valores registrados y las características geométricas del capilar (r y L). En la Tabla 1 se detalla un ejemplo del cálculo de la viscosidad de un aceite lubricante, sometido a una presión de 3000bar, a partir de los valores de flujo Q, programados en el dispositivo, las lecturas de pérdida de carga de la Figura 2 y las constantes geométricas del capilar, 3000 mm de longitud L y 0,5 mm de radio interno r, mediante la aplicación de la formula (F1).

10

Flujo Q (mL/min)	Pérdida de carga ΔP (bar)	Viscosidad η (Pa·s)
1	0,66	0,0324
2	1,35	0,0331
5	3,35	0,0329
7	4,75	0,0333
10	6,86	0,0337
12	8,23	0,0337
15	10,2	0,0334
10	6,8	0,0334
5	3,38	0,0332

Tabla 1

Tabla 1. Ejemplo del cálculo de la viscosidad de un aceite lubricante a 25°C y 3000bar de presión.

15

Por tanto, el equipo descrito en la presente invención permite el estudio de las propiedades de todo tipo de fluidos mediante el control del flujo capilar en tubería por separar el fluido de estudio del fluido de presurización mediante un sistema de cilindros de alta presión y baja fricción, controlándose el movimiento del fluido de estudio en el capilar; que tiene la particularidad frente a otros equipos conocidos que la carga y purga es independiente entre el circuito (y fluido) de presurización y el circuito (y el fluido) de estudio; y que todo ello es controlado automáticamente por medio de un computador que centraliza y gestiona todas las acciones de regulación y recibe los datos para el cálculo y obtención de los valores reológicos.

20

REIVINDICACIONES

1.- Equipo para la medición de las propiedades reológicas en fluidos, en el que el fluido a analizar (FA) se hace pasar por un capilar (1) de sección circular; y que se caracteriza por que
5 comprende:

- una bomba de jeringa (4) que el carga al equipo con el fluido a analizar (FA), que se conecta mediante unos conductos (2) hidráulicos a unos cilindros de alta presión (3a y 3b), provistos de émbolos (30a y 30b) internos de baja fricción que separan dicho fluido a analizar (FA) de un fluido de presurización (FP), y donde los cilindros (3a y 3b) están en conexión con
10 el capilar (1) haciendo pasar el fluido a analizar por dicho capilar, habiendo por tanto un circuito hidráulico cerrado (3a-1-3b) de fluido a analizar (FA); y donde este circuito cerrado está en conexión con un sistema de transductores (5) con una pluralidad de transductores de presión y temperatura con los que se adquieren datos y lecturas de diferencia de presión, y todo ello en conexión con una computadora (6);

- una cámara termostática (7) que protege térmicamente el circuito cerrado de fluido a analizar formado por el capilar (1), los cilindros de alta presión (3a y 3b) y sus conexiones hidráulicas;

- una bomba automática de pistones (8) externa a la cámara termostática (7) que carga los cilindros de alta presión (3a y 3b) con un fluido de presurización (FP), que posee una
20 pluralidad de salidas analógicas de velocidad de flujo másico, posición/volumen de la bomba y presión del sistema, así como un elemento de seguridad mediante disco de ruptura (80), todos ellos controlados a su vez por la computadora (6) y en conexión también con el sistema de transductores (5); donde la bomba de pistones (8) está en conexión hidráulica con una bomba de presurización (9) que se carga y alimenta a la bomba de pistones (8) con fluido de
25 presurización mediante la succión de dicho fluido de presurización (FP) de un depósito (10) externo; y

donde una vez detectada la diferencia de presión en los extremos del circuito cerrado (3a-1-3b) de fluido a analizar (FA) por las diferencias de lectura en los transductores, la computadora (6) calcula los parámetros reológicos mediante la ley de Hagen-Poiseuille.

2.- Equipo para la medición de las propiedades reológicas en fluidos, según la reivindicación 1, que se caracteriza por que el sistema de transductores (5) comprende al menos tres transductores de presión (5p1, 5p2 y 5p3) y uno de temperatura (5T), al menos un convertidor analógico digital, entradas y salidas analógicas y digitales, y un módulo programable de
35 electrónico.

3.- Equipo para la medición de las propiedades reológicas en fluidos, según la reivindicación 1, que se caracteriza por que el caudal suministrado desde bomba de jeringa (4) de fluido a analizar es estable desde el valor mínimo de 0,007 ml/min hasta el valor máximo de 100 ml/min, y a cualquier presión en el rango 0-4000 bar.

4. Equipo para la medición de las propiedades reológicas en fluidos, según la reivindicación 1, que se caracteriza por que el capilar (1) es de sección circular interna comprendida entre 0,25 y 10 mm de diámetro, y longitud comprendida entre 10 y 50000 mm.

5. Equipo para la medición de las propiedades reológicas en fluidos, según la reivindicación 1, que se caracteriza por que la cámara termostática (7) mantiene al circuito hidráulico cerrado (3a-1-3b) de fluido a analizar a una temperatura constante que esté comprendida dentro del rango desde -180°C hasta 800°C.

FIG.1

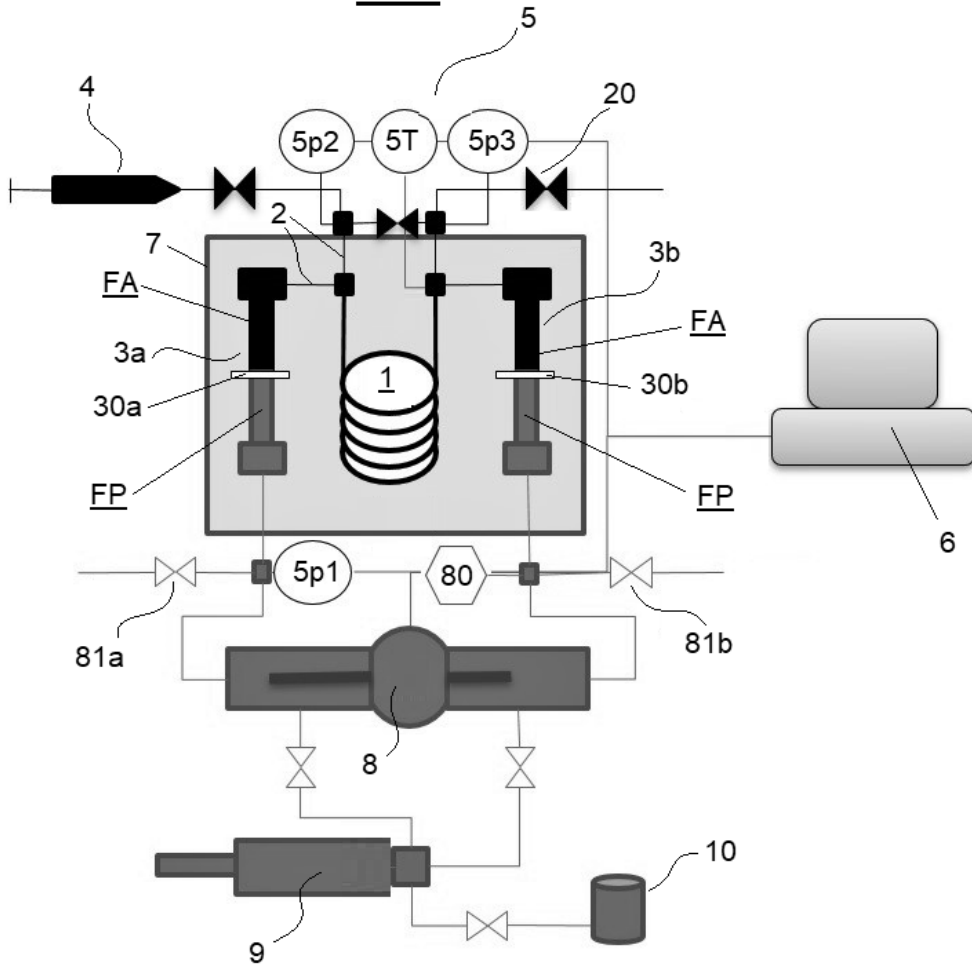
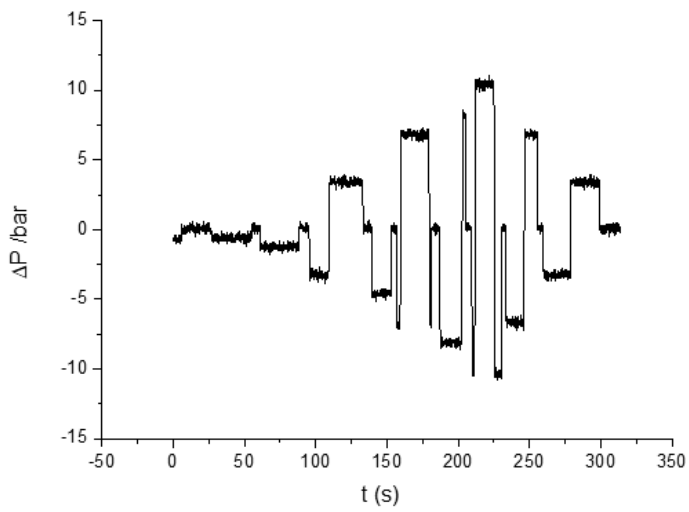


FIG.2





②¹ N.º solicitud: 201830949

②² Fecha de presentación de la solicitud: 02.10.2018

③² Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑤¹ Int. Cl.: **G01N11/08** (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤ ⁶ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	CN 207730608U U (CHINA HUANENG GROUP et al.) 14/08/2018, Resumen de la base de datos WPI. Recuperado de EPOQUE [recuperado el 21-10-2019]; descripción; figura 1.	1-5
A	EP 0840104 A1 (BELONENKO VLADIMIR NIKOLAEVICH et al.) 06/05/1998, resumen; columna 5, línea 3 - columna 7, línea 46; figura 1.	1-5
A	CN 202041437U U (CHINA PETROLEUM & CHEMICAL et al.) 16/11/2011, Resumen de la base de datos WPI. Recuperado de EPOQUE [recuperado el 21-10-2019]; descripción; figura 1.	1-5
A	DE 4218190 A1 (HAAKE MEDINGEN GMBH) 09/12/1993, Resumen de la base de datos WPI. Recuperado de EPOQUE [recuperado el 21-10-2019], descripción; figura 2.	1-5

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
21.10.2019

Examinadora
E. Pina Martínez

Página
1/2

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, XPAIP, XPESP, XPI3E, XPIEE, XPOACNPL, INSPEC, NPL