

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 779 298**

51 Int. Cl.:

**G01N 21/85** (2006.01)

**G01N 33/34** (2006.01)

**G01N 15/00** (2006.01)

**G01N 15/02** (2006.01)

12

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **24.11.2014 PCT/FI2014/050897**

87 Fecha y número de publicación internacional: **28.05.2015 WO15075319**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.11.2014 E 14809070 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.01.2020 EP 3071955**

54 Título: **Un método y sistema para analizar una muestra líquida que contiene partículas de materia sólida y el uso de dicho método y sistema**

30 Prioridad:

**24.11.2013 FI 20136172**

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

**14.08.2020**

73 Titular/es:

**KEMIRA OYJ (100.0%)  
Energiakatu 4  
00180 Helsinki, FI**

72 Inventor/es:

**JOENSUU, IIRIS y  
PIIRONEN, MARJATTA**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

ES 2 779 298 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

Un método y sistema para analizar una muestra líquida que contiene partículas de materia sólida y el uso de dicho método y sistema

**Campo de la invención**

5 La invención comprende tecnología de medición y/o monitoreo de líquidos industriales que contienen materia sólida. En particular, la invención se refiere al muestreo de líquidos como suspensiones acuosas o filtrados que contienen materia sólida en la industria forestal, petrolera y minera, así como en procesos de tratamiento de agua, desalinización o reutilización de agua, y en la medición posterior de las muestras. Con más detalle, la invención se refiere a un método y sistema de análisis en línea que utiliza tecnología de fraccionamiento de un flujo de muestra.

**10 Antecedentes de la invención**

Un ejemplo de un área notable donde se necesitan mediciones de materia sólida que contiene líquidos es la industria forestal, en la cual muestras de pulpa de madera o filtrados, como p. ej. El agua de alambre, agua blanca, filtrados espesantes u otro filtrado de pulpa similar, o agua circulada, necesitan ser monitoreados para poder controlar el proceso general. P.ej. en los procesos de la industria petrolera y minera y en la industria del tratamiento del agua, como la reutilización del agua, los procesos de desalinización y el tratamiento del agua de enfriamiento, los líquidos usados a menudo contienen materia sólida que necesita ser medida y monitoreada.

Tales procesos pueden llevarse a cabo fuera de línea o en línea, donde los métodos fuera de línea a menudo implican muestreo por lotes y análisis de laboratorio. Tienen el beneficio de proporcionar información precisa y versátil sobre la suspensión, pero sufren retrasos considerables. Los métodos en línea, por otro lado, proporcionan información instantánea o casi instantánea sobre la suspensión, pero los datos que se pueden obtener generalmente no son tan precisos como se pueden lograr en el laboratorio. Algunas propiedades de suspensión no pueden medirse utilizando las técnicas actuales en línea.

Muchas de estas suspensiones incluyen partículas, cuya distribución de cantidad y tamaño tiene un efecto considerable en las próximas etapas del proceso. P.ej. De hecho, se ha demostrado que la aglomeración es la principal amenaza para la deposición y los problemas de funcionamiento relacionados en las máquinas de papel. Los líquidos y los filtrados en la industria de pulpa también tienen una fuerte tendencia a flocular, lo que dificulta el análisis de la materia sólida en las corrientes líquidas.

Algunas técnicas de monitoreo de muestras de pulpa o filtrado de la técnica anterior han utilizado el fraccionamiento de muestras, p. ej. por filtración, centrifugación, sedimentación o flujo de columna. El único fraccionador continuo conocido es un fraccionador de flujo de columna, también llamado "fraccionador de tubo". Se discuten los fraccionadores de tubos, p.ej. en los documentos WO 2007/122289 y WO 2010/116030. La descripción del documento WO 2007/122289 es equivalente al del documento US 2009/0301674 A1. El documento US 2009/0301674 A1 describe un aparato de medición para medir pulpa de fibra reciclada en un proceso que comprende una tubería de fraccionamiento dispuesta para recibir una muestra del proceso y para organizar las partículas de la muestra que fluye de acuerdo con el tamaño de partícula. El aparato comprende un fraccionador y un dispositivo de medición óptica. Cuando la muestra que es una suspensión fluye en la tubería, las partículas sólidas de la muestra se disponen de acuerdo con el tamaño de partícula de modo que las partículas más grandes se acumulen en la parte frontal de la muestra, las partículas más pequeñas se acumulen en la parte posterior de la muestra.

La llamada técnica de citometría de flujo ha demostrado ser exitosa en la detección y evaluación, p. ej. recuentos de partículas, tamaño y/o tipo en muestras de pulpa o filtrados procedentes de la industria de fabricación de pulpa y papel. Sin embargo, esa técnica requiere un pretratamiento manual de la muestra en el laboratorio y no puede utilizarse para mediciones en línea. Otras técnicas conocidas discutidas, p. ej. en los documentos WO 2012/010744 y WO 2012/010745 se proporciona información en línea sobre la turbidez general de las muestras. Sin embargo, esa información no es suficiente para todas las necesidades de control del proceso, ya que los métodos no pueden diferenciar los diferentes tipos de partículas basadas, p. ej. en hidrofobicidad, tamaño de partícula y/o naturaleza de las partículas, por lo que no se proporciona información detallada sobre sustancias perturbadoras.

El fraccionamiento de flujo de campo (FFF, de sus siglas en inglés) representa un procedimiento en la medición de partículas en muestras de procesos no industriales. La FFF descrita por primera vez por J. C. Giddings en 1966 permite separar físicamente las partículas que tienen diferentes propiedades físicas entre sí en una suspensión. En principio, un flujo de líquido pasa a través de una celda perpendicular a un campo, p. ej. un campo de gravitación, donde las partículas más pequeñas (más ligeras) se mueven más rápido en la dirección del flujo en comparación con las partículas más grandes (más pesadas). Otros campos que pueden aplicarse a la celda FFF incluyen temperatura y electricidad.

En una celda de flujo, las partículas viajan en un flujo laminar y las partículas pesadas sedimentan más rápido que las partículas ligeras y, por lo tanto, las partículas pesadas experimentan una fricción adicional al tocar las paredes de la celda de flujo en comparación con las partículas ligeras. Hay muchos sistemas FFF diferentes disponibles dependiendo de la aplicación y más notablemente en el intervalo de tamaño de partícula que se quiere fraccionar. Por

ejemplo, hay sistemas de sedimentación FFF (SdFFF, de sus siglas inglés) disponibles donde el campo gravitacional es inducido por la fuerza centrífuga.

Sin embargo, es típico que un sistema SdFFF solo sea capaz de manejar cantidades muy pequeñas de muestra, lo cual no es aplicable en una muestra de fábrica de papel, si se usa turbidez como detector primario. El principal problema con muestras procedentes de procesos industriales, p. ej. con las muestras de fábrica de papel está la presencia de fibras y especialmente finos de fibra que tienen una fuerte tendencia a flocular en la celda FFF y, por lo tanto, bloquear la celda. Esto hace que el fraccionamiento sea un desafío ya que las bandadas atrapan también partículas ligeras.

Además de la floculación, otro problema es la adhesión mecánica o química de las sustancias entre sí y la fijación de sustancias adhesivas e hidrófobas a las superficies de los sistemas de fraccionamiento conocidos, en particular aquellos basados en filtros de flujo cruzado o técnicas FFF conocidas.

Una técnica para analizar las muestras del proceso de fabricación de papel es un método donde se produce una aglomeración nociva e incontrolada de brea, adhesivos, incrustaciones, microbios y limo que perturban el proceso de fabricación de papel, lo que provoca un tiempo de inactividad de la producción y se detectan defectos en el papel. El núcleo del sistema es el fraccionamiento de partículas según su masa y/o tamaño. Las muestras fraccionadas se analizan con mediciones ópticas.

El sistema se basa en la solicitud de patente finlandesa No. 20125560, presentada por el presente solicitante, y se basa en el fraccionamiento de flujo de campo, donde el fraccionamiento se realiza conduciendo la muestra a un canal de desintegración que una o más depresiones, y aplicando un flujo de líquido que tiene un perfil de velocidad temporal no constante a través del canal de desintegración. De esta manera, la materia sólida de la muestra se tomará gradualmente con el flujo de líquido de las depresiones para proporcionar fracciones de muestra. Este procedimiento permite medir el tamaño de partícula y/o la distribución de masa de un filtrado o una muestra de pulpa y ha demostrado detectar problemas de máquinas de papel que no se pueden ver con las mediciones tradicionales. No hay limitación en cuanto a los tamaños de partículas que pueden detectarse y medirse, a diferencia de muchos métodos de laboratorio que funcionan en el intervalo de micras.

La presente invención busca desarrollar más este sistema y otros similares mediante el desarrollo de un sistema en línea robusto para el monitoreo continuo de partículas hidrofóbicas/hidrofílicas en corrientes de agua y suspensiones de pulpa. También se describen los medios para interpretar los resultados y extraer variables clave para el recuento de partículas y la hidrofobicidad de una muestra. Se describe el tratamiento previo y la separación de muestras para lograr los objetivos.

### Sumario de la invención

La presente invención está dirigida a un sistema y un método para analizar una muestra líquida que contiene partículas de materia sólida, donde el análisis se realiza en línea coleccionando una muestra de una corriente de líquido, y se añade un tinte a la muestra para teñir las partículas contenidas en el mismo. La muestra puede fraccionarse, pretratarse o no tratarse. Por lo tanto, las partículas en la muestra pueden separarse en diferentes poblaciones de partículas, la separación se lleva a cabo por fraccionamiento, o sedimentación o centrifugación, p. ej. según la masa o el tamaño (o ambos) de las partículas.

Según una realización de la invención, la muestra se conduce a una primera cámara de flujo equipada con medios de desintegración, donde se introduce un flujo líquido de agua con un perfil de velocidad que provoca el fraccionamiento de las partículas de muestra en una o varias poblaciones de partículas. Inicialmente, se utiliza una velocidad baja, lo que hace que las poblaciones de partículas más pequeñas o más ligeras pasen primero por los medios de desintegración y, gradualmente, p. ej. paso a paso, aumentando la velocidad del flujo de líquido según con el perfil de velocidad, todas las poblaciones de partículas pasarán los medios de desintegración en un tiempo de retención característico de las propiedades de cada población. Las poblaciones de partículas fluyen hacia una segunda cámara de flujo que tiene un flujo esencialmente laminar, en el que al menos una propiedad física o química de las partículas teñidas en una población de partículas se mide con instrumentos ópticos y/o detectores, para producir al menos una medición señal. Las señales de medición se procesan para cada población de partículas medida para extraer variables clave descriptivas de las propiedades medidas y para correlacionar las mediciones de poblaciones individuales con otros parámetros del proceso y/o con variables clave de toda la muestra. Las propiedades químicas o físicas de la muestra a medir pueden ser una o más de las siguientes: concentración de partículas, volumen de partículas, área superficial de partículas, tamaño de partícula, turbidez, concentración de sólido suspendido, absorbancia de luz, fluorescencia, dispersión de luz, e hidrofobicidad.

La invención ofrece ventajas significativas, ya que permite la medición usando sensores ópticos/mediciones como dispersión de luz, contador de partículas, turbidez, absorbancia, fluorescencia y sólidos suspendidos. Esto proporciona el diseño de un sistema en línea robusto y simple. A diferencia de las soluciones existentes, cada partícula no necesita ser analizada una por una.

La invención también se dirige al uso de un método de la invención en un sistema para analizar una muestra líquida que contiene partículas de materia sólida.

Los detalles de las diversas realizaciones de la invención se explican a continuación y se exponen en las reivindicaciones adjuntas. A continuación, se describen realizaciones y ventajas de la invención con más detalle con referencia a los dibujos adjuntos.

**Breve descripción de los dibujos**

- 5 La figura 1 muestra un diagrama de flujo del método según una realización de la presente invención.
- La figura 2 muestra un diagrama de bloques de varios elementos del presente sistema de medición según una realización.
- La figura 3 muestra una ilustración esquemática de un sistema de medición según una realización de la invención.
- 10 La figura 4 muestra el principio del fraccionamiento del flujo de campo.
- La Fig. 5 muestra señales de fluorescencia y turbidez;
- La figura 6 muestra perfiles de turbidez de muestras de agua de alambre.
- La figura 7 muestra perfiles de fluorescencia de muestras de agua de alambre.

**Descripción detallada de las realizaciones**

- 15 Con referencia a la figura 1, según una realización, el presente método comprende una secuencia de varias fases. En la fase 10, se proporciona una muestra directamente de un proceso para ser monitoreada o controlada. Normalmente, la muestra es una muestra discontinua o "tapón" de aproximadamente 10 ml tomada con medios de muestreo automatizados. Después, en la fase 11, se usa un colorante hidrófobo como el rojo Nilo para teñir la muestra. En esta etapa de pretratamiento, las partículas se preparan para la medición. La tinción de la muestra o partículas de la muestra
- 20 se realiza antes o en el canal de desintegración, es decir, durante el fraccionamiento. La cantidad de mancha puede ser de alrededor de 40 µl por mililitro de muestra.
- En la fase 12, la muestra se alimenta a un canal de desintegración. Se prefiere conducir la muestra relativamente rápido al canal para que experimente aceleraciones locales rápidas que rompan las bandadas potenciales en la muestra. Sin embargo, la muestra no debe alimentarse a una velocidad que haga pasar el canal de desintegración.
- 25 La muestra se conservará en su totalidad en el canal de desintegración hasta el comienzo de la siguiente fase.
- En la fase 13, un flujo de líquido, normalmente flujo de agua, se conduce a través del canal de desintegración a un canal de fraccionamiento de flujo de campo (FFF) con propiedades de flujo esencialmente laminar. La dilución global de la muestra en agua puede ser alrededor de 1:10 - 1:200, preferiblemente alrededor de 1:50 - 1:70. Esta fase se denota con el número de referencia 14. Para separar las partículas más pequeñas de las más grandes o más pesadas,
- 30 la velocidad de flujo es baja al principio. De esta manera, la separación de partículas se logra en el canal con partículas ligeras que pasan primero por el sistema. Para que las partículas más pesadas entren al flujo de agua, la velocidad del flujo aumenta etapa a etapa. La velocidad se incrementa así a un nivel que atrapa incluso las partículas más pesadas (o al menos todas de interés). Como consecuencia, la muestra se fracciona eficazmente en el canal FFF en la etapa 14. Los perfiles de velocidad de flujo pueden optimizarse preferiblemente para diferentes tipos de líquidos,
- 35 por ejemplo uno para muestras de agua blanca de la máquina de papel y otro para muestras de pulpa.
- Las propiedades deseadas de la muestra fraccionada se miden en la fase 15. Según la invención, se realizan al menos mediciones ópticas, pero también puede haber etapas de medición alternativas o adicionales.
- Las fases de desintegración y fraccionamiento 13 y 14, y normalmente también la fase de medición 15, ocurren al menos en parte simultáneamente en una configuración continua. Sin embargo, también es posible recuperar las
- 40 fracciones para mediciones separadas posteriores, si no se necesitan resultados inmediatos en línea.
- Todo el proceso de fraccionamiento puede demorar aproximadamente 50 minutos, incluida la medición de muestras y la limpieza del sistema de muestreo. Por supuesto, puede haber una variación en el ciclo de tiempo dependiendo del sistema y la naturaleza de la muestra, por ejemplo, 2 a 180 minutos, o normalmente 5 a 50 minutos.
- Con referencia a la figura 2, el sistema de medición comprende una parte fraccionadora 20, 21, 22, 23, 24, 26 y una
- 45 parte de medición 25 con uno o más detectores. La parte fraccionadora comprende una fuente de agua dulce 20 y un dispositivo para tomar muestras 21. Se proporciona una bomba 22 para conducir la muestra o el agua hacia adelante en el sistema usando válvulas adecuadas (no mostradas). La bomba está conectada en dirección hacia adelante a una primera cámara de flujo, aquí un canal de desintegración 23 y más allá a una segunda cámara de flujo, aquí un canal de fraccionamiento de flujo de campo (FFF) 24. Una unidad de tinción 26 con un depósito de tinte (no se muestra)
- 50 alimenta la cantidad apropiada de tinte para la muestra antes de fraccionar las partículas en poblaciones. El sistema también incluye una unidad de procesamiento que tiene p. ej. una lógica programable (PLC) u ordenador industrial para la operación automática del sistema y la recolección de datos. La unidad de procesamiento también puede incluir

un ordenador que tenga el software apropiado para llevar a cabo el procesamiento de las señales de medición para extraer las variables clave que son los principales resultados del sistema. El ordenador puede incluirse en la parte de medición 25, o conectarse a ella como un ordenador separado, opcionalmente para monitoreo remoto (no mostrado). También se puede proporcionar un sistema de limpieza automático para las diversas partes del sistema que transportan líquidos.

En la Fig. 3 se muestra en una vista esquemática más ilustrativa del sistema de la Fig. 2. La corriente de entrada de muestra y agua se denota con el número 30 y la corriente de salida con el número 38. El canal de desintegración 31 a modo de ejemplo está provisto de expansiones 31A y partes estrechas 31B de tal manera que se forman depresiones en la región de la expansión 31A. Las depresiones sirven para desintegrar los flóculos y liberar gradualmente partículas según su tamaño y/o masa al canal FFF 33 que sigue al canal de desintegración 31. El fraccionamiento continúa en el canal FFF 33. Un tubo homogeneizador 35, que es una parte opcional, comprende un recipiente con un área de sección transversal mayor que el canal FFF 33 y homogeneiza las poblaciones de partículas y las bandadas que salen del canal FFF en una población. Desde el tubo homogeneizador 35, la muestra fraccionada se conduce a través de un conducto 36 a un dispositivo de medición 37, que está dispuesto para medir la propiedad física y/o química deseada de la muestra. La primera cámara de flujo puede, sin desviarse de la idea de la invención, ser también un fraccionador del tipo donde la separación de partículas en poblaciones de partículas se basa en la sedimentación de partículas, la separación centrífuga o el filtrado según la masa o el tamaño (o ambos) de las partículas. Además, la muestra puede fraccionarse como pretratada o no tratada.

En referencia a la Fig. 4, donde se muestra una muestra típica antes y después del fraccionamiento. La muestra no fraccionada 41 contiene, por supuesto, una mezcla de partículas de diferentes tamaños. Las partículas más pesadas tienden a hundirse, como lo muestran las flechas que apuntan hacia abajo en 41. En una muestra fraccionada de flujo 42, las partículas se dividen en (al menos) tres poblaciones de partículas 42a - 42b en un canal FFF, como se muestra. En realidad, la distancia entre las poblaciones en el canal FFF es mayor que en la imagen porque la muestra se diluye en esta etapa con agua como se describió anteriormente. Se puede ver que hay una separación horizontal y vertical de las poblaciones de partículas, la diferencia vertical se debe a la diferencia de peso de las partículas. El presente método está destinado a controlar partículas, p. ej. coloides, adhesivos, brea de madera, brea blanca, bandadas, fibras y partículas aglomeradas.

Las señales de salida del sistema en línea son la intensidad de fluorescencia y la turbidez. La intensidad de fluorescencia se correlaciona directamente con la hidrofobicidad de las fracciones de la muestra cuando se añade un tinte hidrofóbico como el rojo Nilo a la muestra. La turbidez se utiliza para medir las concentraciones de partículas. Cabe señalar que el tamaño de partícula y/o el volumen de partícula también afecta la turbidez. La Figura 5 muestra un ejemplo de la señal de turbidez 51 y la hidrofobicidad 52 para una muestra de agua de alambre en una fábrica de papel fino. Se introdujeron 10 ml de muestra en el fraccionador junto con agua de dilución fresca. Como se puede ver, la turbidez primero aumenta solo ligeramente desde la línea base cero 50 debido al pequeño tamaño y la baja concentración de partículas. Pequeños coloides en la Población 1 (53) salen primero del fraccionador, seguidos de la población 2 (54) y partículas más pesadas como los aglomerados en la población 3 (55), que salen del fraccionador cuando aumenta la velocidad del flujo. Como se puede ver en la Fig. 5, la fluorescencia comienza a aumentar más tarde que la turbidez, lo que significa que las partículas más pequeñas 53 son menos hidrófobas que las más grandes 54, 55. La intensidad de fluorescencia es bastante alta para las partículas más grandes 55. Como se puede ver, el sistema de la invención produce datos que son muy útiles y de donde al menos, las siguientes variables clave pueden extraerse de las señales de datos como se muestra en la Fig. 5:

- recuento (s) de partículas: recuento total y recuento de cada población de partículas
  - de la señal de turbidez;
- tamaño (s) de partículas
  - del tiempo de retención de cada población de partículas en el sistema, es decir, el tiempo cuando las partículas salen del fraccionador;
- distribución de tamaño de partícula
  - de turbidez y tiempo (s) de retención;
- hidrofobicidad de las partículas: hidrofobicidad total e hidrofobicidad de cada población de partículas
  - de la señal de fluorescencia;
- distribución de hidrofobicidad de partículas
  - de señal de fluorescencia y tiempo (s) de retención.

Se desarrolla un kit de herramientas de software específico para el pretratamiento de señales y el cálculo de variables clave para las propiedades de las partículas. El pretratamiento de la señal incluye aquí el filtrado, el promedio, la

derivación y la corrección de la línea base de las señales, o cualquier otra operación matemática básica y/o el uso de funciones aplicables para modificar las señales de medición. Como ejemplo del procedimiento, la línea base puede eliminarse de las señales sin procesar de una muestra fraccionada, y las sumas acumulativas se calculan a partir de las señales. La suma acumulativa de la señal de turbidez está correlacionada con el recuento de partículas, y la suma acumulativa de la señal de fluorescencia está correlacionada con la hidrofobicidad de las partículas. La hidrofobicidad y el recuento para cada población de partículas se derivan de las señales en ciertos intervalos de tiempo. Cada población de partículas tiene su propio intervalo de tiempo en la segunda cámara de flujo. La hidrofobicidad total y el recuento total se derivan de la señal completa de muestras fraccionadas. La turbidez, el tamaño de partícula y el número en una población de muestra pueden determinarse midiendo valores absolutos o valores relativos. Si se usa una medición relativa, los medios de procesamiento para procesar la señal de medición para cada población de partículas se calibran con respecto a las muestras conocidas.

En otras palabras, las variables clave en una población de partículas se producen mediante el cálculo de la suma acumulativa de señal(es), derivación de señal(es), integral de señal(es), valores medios, máximos y mínimos de la señal de medición( s) o señales pretratadas, o por operadores estadísticos que producen, por ejemplo asimetría, desviación, modo, mediana, cuartales, intervalo, varianza, curtosis, percentiles de la(s) señal(es), o por cualquier otra operación matemática básica y/o el uso de funciones aplicables para modificar las variables clave con el fin de adjuntar propiedades físicas/químicas para cada población. Las propiedades químicas o físicas de la muestra a medir pueden ser una o más de las siguientes: concentración de partículas, volumen de partículas, área superficial de partículas, tamaño de partícula, turbidez, concentración de sólido suspendido, absorbancia de luz, fluorescencia, dispersión de luz, e hidrofobicidad. Las señales basadas en datos de medición sin procesar o señales pretratadas pueden mapearse en un sistema de coordenadas, para extraer de allí también otras características de la muestra.

Opcionalmente, un kit de herramientas de software específico contiene medios para la calibración. El recuento de partículas y/o el(los) tamaño(s) de partículas se pueden calibrar en unidades SI utilizando una ecuación matemática adecuada, p. ej. ecuaciones de primer y/o segundo grado.

Opcionalmente, una o más variables clave de poblaciones individuales o la muestra completa se utilizan para monitorear, controlar y/u optimizar un proceso (por ejemplo, en una máquina de papel). Ejemplos: las variables clave se utilizan para monitorear los parámetros de funcionamiento y las propiedades de una máquina de papel, incluyendo el monitoreo de las tendencias de aglomeración de partículas en el proceso y el monitoreo del comportamiento químico en el proceso.

Opcionalmente, una o más variables clave de poblaciones individuales o la muestra completa se utilizan para monitorear el rendimiento de los productos químicos controlando los productos químicos (por ejemplo, controlar la dosificación de productos químicos) y la optimización de la dosificación química o el programa químico (tipo de productos químicos, dosificaciones químicas, puntos de dosificación de productos químicos en el proceso).

Para estudiar la hidrofobicidad (fluorescencia), el tamaño y el recuento de partículas en diversos entornos, se midieron muestras de agua de cuatro hilos de diferentes máquinas de papel con el sistema de la invención equipado con sensores de turbidez y fluorescencia. Los resultados de turbidez presentados en la Fig. 6 muestran que las muestras 61 y 62 tienen partículas mucho más pequeñas en comparación con la muestra 63 y la muestra 64, que tenían aglomerados muy grandes. El perfil de fluorescencia de las mismas muestras se muestra en la Figura 7. La diferencia de la línea base entre los diferentes perfiles se debe probablemente a la contaminación del detector de fluorescencia. Los resultados de fluorescencia muestran que las muestras 71, 72 que contienen pulpa mecánica tienen claramente la fluorescencia más alta y, por lo tanto, también hidrofobicidad en comparación con las muestras 73 y 74. Esto se espera debido a la presencia de altas cantidades de brea de madera en estas pulpas. La muestra más hidrofóbica 72 también deja la línea base mucho más alta en comparación con la línea base inicial, lo que indica que tales muestras tienden a contaminar el detector de fluorescencia, que es un punto importante al diseñar los ciclos de lavado de un instrumento en línea. La muestra 74 no muestra ninguna respuesta de fluorescencia en absoluto.

En particular, la invención se refiere al muestreo de líquidos como suspensiones acuosas o filtrados que contienen materia sólida en la industria forestal, petrolera y minera, así como en procesos de tratamiento de agua, desalinización o reutilización de agua, y en la medición posterior de las muestras. Con más detalle, la invención se refiere a un método y sistema de análisis en línea que utiliza tecnología de fraccionamiento de un flujo de muestra.

La tecnología de la invención es genérica y puede aplicarse ampliamente en la industria de pulpa y papel, por ejemplo, monitoreo de extremos húmedos, tratamiento de roturas, control de adhesivos de pulpa reciclada y tratamiento químico/mecánico de pulpa incluyendo sección de blanqueo y de secado.

Se puede usar para el monitoreo en línea de poblaciones de partículas como coloides, brea blanca, brea de madera, adhesivos, finos, rellenos o aglomerados, y su hidrofobicidad. El sistema en línea de la invención permite la resolución de problemas en tiempo real y la optimización de la química en una fábrica de papel.

**Ejemplo**

Se utilizó un sistema en línea de la invención en una máquina de papel de fino. El sistema mide las propiedades de las partículas en muestras de agua blanca cada 30 minutos. Para obtener información sobre la hidrofobicidad de las partículas, la muestra se tiñe con colorante hidrofóbico. El perfil de velocidad de flujo del sistema se optimizó para esta agua. El sistema puede separar la muestra en al menos cuatro poblaciones de partículas según su tamaño/masa (población 1 a 4). La experiencia del período de prueba del molino indica buena repetibilidad.

Los problemas de funcionamiento (por ejemplo, defectos de papel) en la máquina de papel se relacionaron con una fuerte aglomeración de partículas hidrofóbicas en el extremo húmedo. Por lo tanto, el objetivo principal en este caso era controlar los recuentos y la hidrofobicidad de las poblaciones de partículas, especialmente aglomerados. Los resultados logrados con el sistema de la invención indican claramente que el procedimiento de la invención funciona bien. El sistema de la invención puede producir el mismo tipo de datos que el equipo de laboratorio, la diferencia principal es que el sistema no mide los valores exactos para cada partícula (tamaño, recuento, hidrofobicidad), sino que mide los valores de hidrofobicidad y recuento para toda la muestra y para las poblaciones de partículas detectadas. No hay limitación en cuanto a los tamaños de partículas que se pueden detectar y medir, a diferencia de muchos métodos de laboratorio que funcionan en el intervalo de micras.

La tecnología de la invención es genérica y puede aplicarse ampliamente en la industria del papel, incluido el control adhesivo de pulpa reciclada y el tratamiento mecánico de pulpa. Puede usarse para el monitoreo en línea de poblaciones de partículas como coloides, finos, rellenos o aglomerados, y su hidrofobicidad. El sistema en línea de la invención permite la resolución de problemas en tiempo real y la optimización de la química en una fábrica de papel.

Debe entenderse que las realizaciones de la invención descritas no se limitan a las estructuras particulares, etapas del proceso o los materiales descritos en el presente documento, sino que se extienden a equivalentes de los mismos, como reconocerían los expertos habituales en las técnicas relevantes. También debe entenderse que la terminología empleada en el presente documento se usa con el propósito de describir realizaciones particulares solamente y no pretende ser limitante.

La referencia a lo largo de esta especificación a "una realización" o "una realización" significa que una característica, estructura o característica particular descrita en relación con la realización se incluye en al menos una realización de la presente invención. Por lo tanto, las apariciones de las frases "en una realización" o "en una realización" en varios lugares a lo largo de esta especificación no se refieren necesariamente a la misma realización.

Como se usa en el presente documento, una pluralidad de elementos, elementos estructurales, elementos de composición, y/o materiales pueden presentarse en una lista común por conveniencia. Sin embargo, estas listas deben interpretarse como si cada miembro de la lista se identificara individualmente como un miembro separado y único. Por lo tanto, ningún miembro individual de dicha lista debe interpretarse como un equivalente de facto de cualquier otro miembro de la misma lista únicamente en función de su presentación en un grupo común sin indicaciones en contrario. Además, pueden hacerse referencia en el presente documento a varias realizaciones y ejemplos de la presente invención junto con alternativas para los diversos componentes de la misma. Se entiende que tales realizaciones, ejemplos y alternativas no deben interpretarse como equivalentes de facto entre sí, sino que deben considerarse representaciones separadas y autónomas de la presente invención.

Además, los rasgos, estructuras o características descritas pueden combinarse de cualquier manera adecuada en una o más realizaciones. En la siguiente descripción, se proporcionan numerosos detalles específicos, tales como ejemplos de longitudes, anchuras, formas, etc., para proporcionar una comprensión completa de las realizaciones de la invención. Sin embargo, un experto en la técnica relevante reconocerá que la invención puede practicarse sin uno o más de los detalles específicos, o con otros métodos, componentes, materiales, etc. En otros casos, estructuras, materiales u operaciones bien conocidos no se muestran o describen en detalle para evitar ocultar aspectos de la invención.

Si bien los ejemplos anteriores son ilustrativos de los principios de la presente invención en una o más aplicaciones particulares, será evidente para los expertos en la técnica que pueden realizarse numerosas modificaciones en la forma, uso y detalles de implementación sin el ejercicio de facultad de la invención, y sin apartarse de los principios y conceptos de la invención. Por consiguiente, no se pretende que la invención esté limitada, excepto por las reivindicaciones expuestas a continuación.

**REIVINDICACIONES**

1. Un método para analizar una muestra líquida que contiene partículas de materia sólida, el método comprende las etapas de:
- proporcionar (10) una muestra (41) a partir de una corriente de líquido (30);
- 5 añadir (11) un tinte a dicha muestra para teñir las partículas contenidas en el mismo;
- conducir (12) la muestra a una primera cámara de flujo en forma de un canal de desintegración (23; 31) que tiene medios para hacer que dicha muestra se divida en una pluralidad de poblaciones de partículas (42a - 42c) según su tamaño o masa;
- 10 aplicar (13) un flujo de líquido a través de dicho canal de desintegración (23; 31) para hacer que las poblaciones de partículas fluyan hacia una segunda cámara de flujo (24; 33);
- medir (15) mediante medición óptica dichas poblaciones de partículas en la segunda cámara para producir al menos una señal de medición representativa de la cantidad y/o propiedades de las partículas;
- 15 por lo que la velocidad de flujo en el canal de desintegración (31) se incrementa etapa a etapa según un perfil de velocidad, permitiendo que poblaciones de partículas más pequeñas o más ligeras entren primero en dicha segunda cámara de flujo (33) que tiene un flujo esencialmente laminar, y que entren otras poblaciones de partículas más tarde en un orden ascendente de tamaño y peso, hasta que todas las poblaciones de partículas hayan entrado en dicha segunda cámara de flujo, comprendiendo el método además
- procesar dicha señal de medición para cada una de dichas poblaciones de partículas medidas (42a - 42c) para extraer variables clave de cada una de dichas poblaciones de partículas medidas; y
- 20 presentar dichas variables clave como un análisis de dichas poblaciones de partículas o la muestra completa en términos de recuento y tamaño de partículas y/o su hidrofobicidad.
2. Un método según la reivindicación 1, en el que el tinte es un tinte hidrófobo.
3. El método según la reivindicación 1 o 2, en el que el canal de desintegración (31) es un fraccionador que tiene una o más depresiones (31A), al que se conduce la muestra (41) aplicando un flujo de líquido (30) que tiene un perfil de velocidad temporal no constante.
- 25 4. Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el canal de desintegración es un fraccionador donde la separación de partículas en poblaciones de partículas se basa en la sedimentación de partículas, separación centrífuga y/o filtración.
5. Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que la cantidad y/o tamaño de las partículas en dicha muestra (61 a 64) se mide por dispersión de luz de las partículas en la muestra.
- 30 6. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que la hidrofobicidad de las partículas en dicha muestra se mide midiendo la fluorescencia emitida por las partículas en la muestra (71 a 74).
7. Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que las propiedades químicas o físicas de dicha muestra a medir son una o más de las siguientes: concentración de partículas, volumen de partículas, área superficial de partículas, tamaño de partículas, turbidez, concentración de sólido suspendido, absorbancia de luz, fluorescencia, dispersión de luz e hidrofobicidad.
- 35 8. Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que el procesamiento de dichas señales de medición para las variables clave incluye operaciones estadísticas sobre los datos que incluyen uno o más de los siguientes: integración de señal(es), derivación de señal(es), suma acumulativa de señal(es), valor medio, valores máximo y mínimo.
- 40 9. Un método según la reivindicación 7 u 8, en el que el procesamiento de dichas señales de medición incluye el filtrado, el promedio y la corrección de la línea base de dichas señales.
10. Un sistema para analizar una muestra líquida que contiene partículas de materia sólida, en el que el sistema incluye:
- 45 - medios (21) para proporcionar una muestra de una corriente de líquido;
- medios (26) para añadir un tinte a dicha muestra para teñir las partículas contenidas en ella;
- una primera cámara de flujo en forma de un canal de desintegración (23; 31) que tiene medios para hacer que las partículas en dicha muestra se dividan en poblaciones de partículas (42a - 42c) determinadas por su tamaño o masa;

- medios (22) para aplicar un flujo de líquido a través de dicho canal de desintegración (23; 31);
- una segunda cámara de flujo (24; 33) dispuesta para recibir líquido que contiene las poblaciones de partículas desde dicho canal de desintegración (23; 31);
- 5 - medios ópticos de medición (25; 37) para producir al menos una señal de medición representativa de la cantidad y/o el carácter de las partículas en dicha segunda cámara de flujo; por el cual el sistema incluye
  - medios de procesamiento para procesar dicha señal de medición para cada una de dichas poblaciones de partículas medidas para extraer variables clave de cada una de dichas poblaciones de partículas medidas, así como para presentar dichas variables clave como un análisis de poblaciones de partículas o la muestra completa en términos de recuento y tamaño de partículas y/o su hidrofobicidad;
- 10 en el que los medios (22) para aplicar un flujo de líquido (30) a través de dicho canal de desintegración (23; 31) se configuran para aumentar la velocidad de flujo de líquido en dicho canal de desintegración (23; 31) paso a paso de acuerdo con un perfil de velocidad de flujo predeterminado.
  - 11. Un sistema según la reivindicación 10, en el que el canal de desintegración es un fraccionador donde la separación de partículas en poblaciones de partículas se basa en sedimentación de partículas, separación centrífuga o filtración.
- 15 12. Un sistema según cualquiera de las reivindicaciones 10 a 11, en el que los medios ópticos de medición (25; 37) comprenden medios en dicha segunda cámara de flujo para medir la dispersión de la luz de las partículas en la muestra (71 a 74).
  - 13. Un sistema según cualquiera de las reivindicaciones 10 a 12, en el que los medios de medición ópticos comprenden medios en dicha segunda cámara de flujo para medir la fluorescencia emitida por las partículas en la muestra.
- 20 14. Un sistema según cualquiera de las reivindicaciones 10 a 13, que incluye la unidad de procesamiento (25) que se ha adaptado para la operación automática de la toma de muestras, fraccionamiento y recolección de datos.
  - 15. Un sistema según cualquiera de las reivindicaciones 10 a 14, que incluye medios de procesamiento para realizar el filtrado, el promedio y la corrección de la línea base de dichas señales de medición.
- 25 16. Un sistema según de las reivindicaciones 10 a 15, que incluye medios de procesamiento para realizar operaciones estadísticas sobre las variables clave, incluye uno o más de los siguientes: integración de señal(es), derivación de señal(es), suma acumulativa de señal(s), valor medio, valores máximos y mínimos.
  - 17. Uso del método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9 o el dispositivo según cualquiera de las reivindicaciones 10 a 16 para analizar una muestra líquida (41) que contiene partículas de materia sólida.
- 30 18. El uso del método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9 o el dispositivo según cualquiera de las reivindicaciones 10 a 16 en el monitoreo y la optimización del rendimiento químico y del proceso en un proceso de fabricación de pulpa o papel o cartón.
  - 19. El uso del método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9 o el dispositivo según cualquiera de las reivindicaciones 10 a 16 en el monitoreo y optimización del rendimiento químico y del proceso en un proceso de tratamiento de agua, desalinización o reutilización de agua.
- 35 20. El uso del método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9 o el dispositivo según cualquiera de las reivindicaciones 10 a 16 en el monitoreo y la optimización del rendimiento químico y del proceso en un proceso de membrana.
  - 40 21. El uso del método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9 o el dispositivo según cualquiera de las reivindicaciones 10 a 16 en el monitoreo y la optimización del rendimiento químico y del proceso en un proceso petrolero o minero.

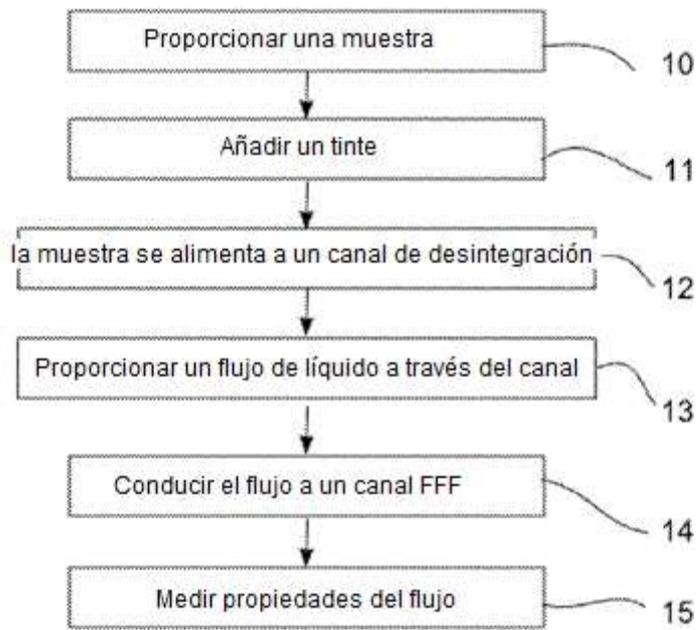


Fig. 1

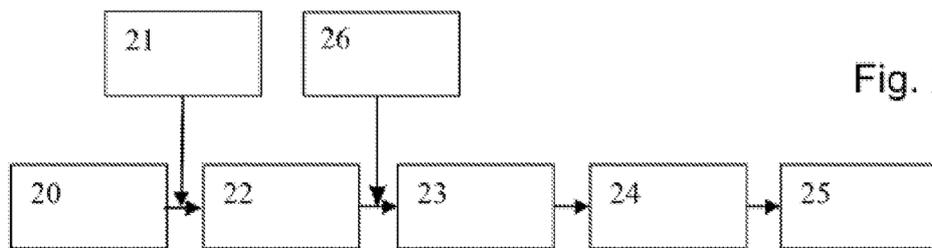


Fig. 2

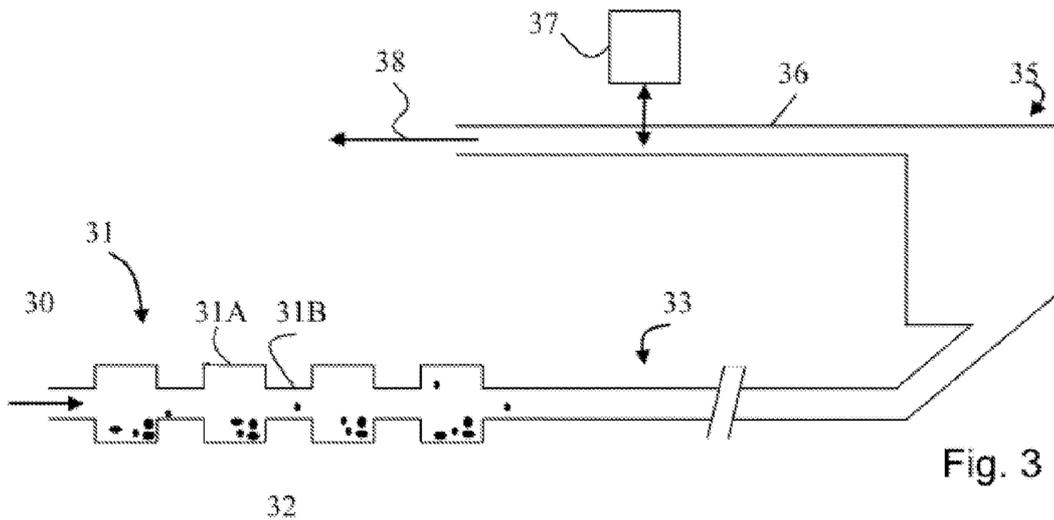


Fig. 3

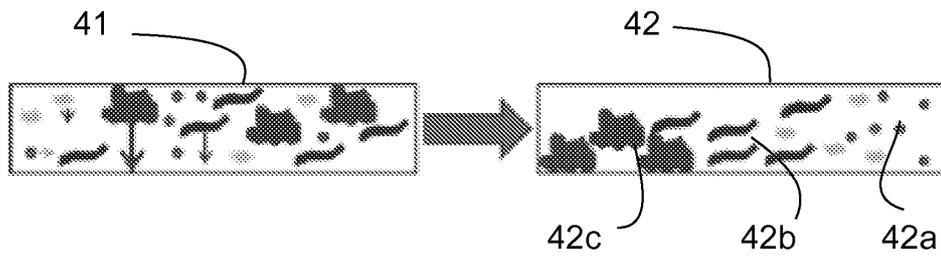


Fig. 4

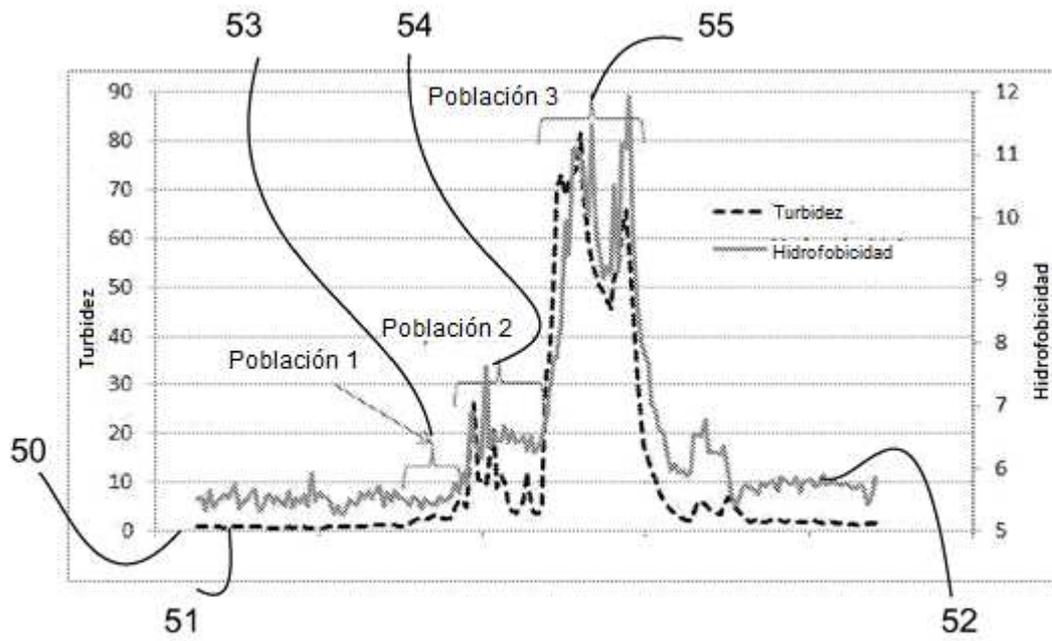


Fig. 5

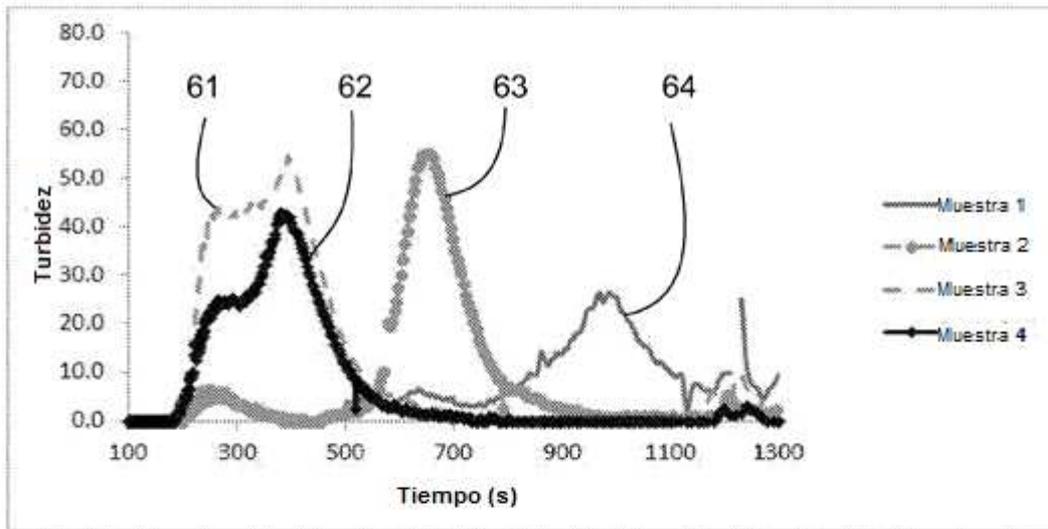


Fig. 6

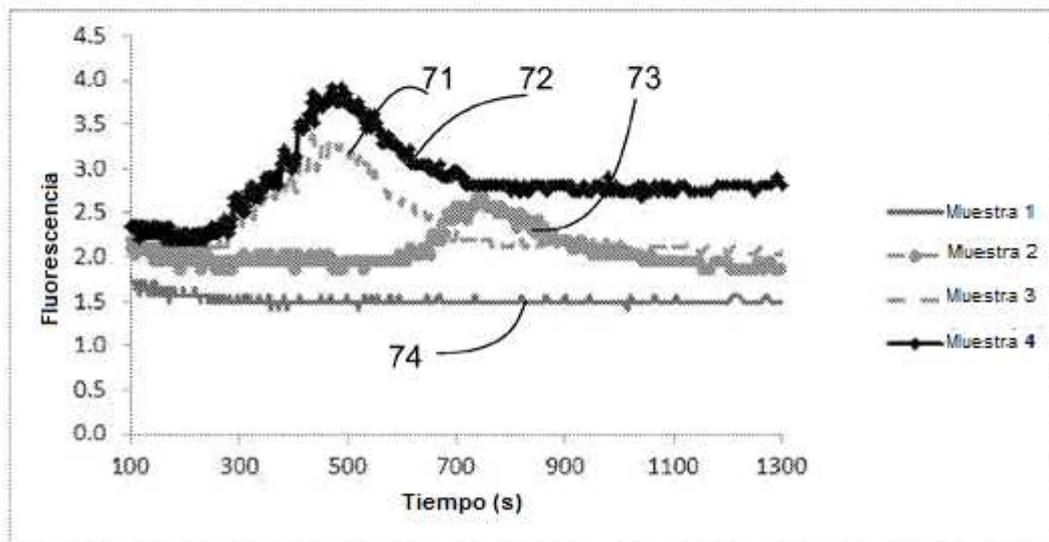


Fig. 7