

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 534 850**

21 Número de solicitud: 201401035

51 Int. Cl.:

G01N 17/00 (2006.01)

12

PATENTE DE INVENCION CON EXAMEN PREVIO

B2

22 Fecha de presentación:

22.12.2014

43 Fecha de publicación de la solicitud:

29.04.2015

Fecha de la concesión:

01.09.2015

45 Fecha de publicación de la concesión:

08.09.2015

73 Titular/es:

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

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

72 Inventor/es:

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

74 Agente/Representante:

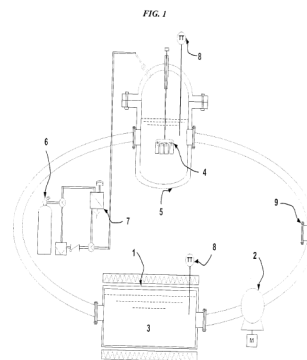
TIRADO FERNÁNDEZ, José Francisco

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

57 Resumen:

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

La invención se refiere a un equipo para realizar ensayos de degradación de materiales expuestos a medios fundidos que garantiza el mantenimiento de condiciones de ensayo estables a lo largo de la duración del mismo, de forma particular, en lo referente a la influencia del medio gaseoso en la reactividad del medio fundido. Para ello, dispone de un sistema auxiliar de circulación de gases capaz de captar los efluentes gaseosos generados, condensar y purgar las fracciones no deseables y recircularlos a la cámara de ensayo. El equipo permite operar con distintos medios fundidos en circuito cerrado y es posible insertar sensores de monitorización en línea de la corrosión.



ES 2 534 850 B2

DESCRIPCIÓN

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

5

Sector de la Técnica

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

Estado de la técnica

En el ensayo de degradación dinámico en medios fundidos son conocidas 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, procediendo a la precarga inicial desde depósitos externos y no procediendo en ningún caso como un
20 circuito cerrado continuo, sino en discontinuo. 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
25 descomposición de la propia fase fundida. Este último aspecto resulta crucial de cara a ensayos de larga duración.

Existe la necesidad de instalaciones que permitan realizar ensayos de degradación de materiales expuestos a medios fundidos de interés tales que
30 garanticen 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.

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

5

Descripción detallada de la invención

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

El objeto de la presente invención es una instalación que permita realizar ensayos de degradación de materiales expuestos a medios fundidos de interés tal que se garantice mantener unas condiciones de ensayo estables a
15 lo largo de la duración del mismo, particularmente en lo referente a la influencia del medio gaseoso en la reactividad del medio fundido. Para ello, la instalación permite operar con distintos medios fundidos, disponiendo en las superficies internas del conjunto de líneas, equipos y auxiliares, bien de recubrimientos protectores o bien de materiales especialmente resistentes
20 que permitan prevenir cualquier modificación de la composición del medio fundido derivada la corrosión de éstos elementos complementarios de la instalación.

La presente invención se refiere a una instalación y al procedimiento asociado
25 al ensayo dinámico de probetas en medios tales como metales, aleaciones, sales o vidrios, todos ellos en estado fundido. Dicho ensayo dinámico se acota a un circuito cerrado establecido entre un tanque de almacenamiento, auxiliares y la propia cámara de ensayo. Así mismo, se cuenta con la posibilidad de disponer, en una unión bridada apropiada, un sistema de
30 monitorización *in situ*, en tiempo real, del proceso de degradación a elevada temperatura.

El equipo asegura una circulación continua del medio fundido sobre las probetas de materiales de interés, recirculando el flujo de salida de la cámara de ensayos a un depósito. En éste se mantiene la temperatura óptima de ensayo mediante un sistema de control de temperatura entre la cámara de ensayos y el depósito, actuando en un sistema de resistencias eléctricas dispuestas en las paredes del depósito. El conjunto de líneas o conducciones por las que circula el fluido fundido, así como auxiliares clave como el sistema de bombeo, han de estar debidamente calefactados y aislados térmicamente a fin de minimizar la pérdida de temperatura en el fluido, además de prevenir cualquier cambio de fase que pueda acarrear problemas mecánicos en sistemas auxiliares como los equipos de impulsión.

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 en la cámara de ensayos introduciendo un gas o mezcla de gases apropiados a tal fin. El conjunto de la masa o fase corrosiva se ha de introducir inicialmente en el depósito de almacenamiento calefactado, donde el lazo de control de temperatura permite su fusión y su calentamiento hasta una cota térmica óptima tal que en la cámara de ensayos se mantenga la temperatura experimental de interés.

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.

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

La disposición de la entrada y salida del medio fundido en la cámara de
10 ensayos ha de minimizar en lo posible cualquier asimetría en la distribución del flujo respecto al sistema de sujeción de las probetas y de la orientación de las mismas en la cámara.

Los ensayos en medios fundidos pueden desarrollarse durante periodos de
15 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.

20 Tras cubrir el tiempo de ensayo estipulado para el ensayo de las muestras de interés se puede proceder a reducir el nivel del fundido en relación a las probetas, dejándolas fuera de la fase fundida, a la par que se modifica la composición de la fase gas a fin de reducir la degradación de las probetas
25 derivada de la 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.

Una vez reducida la temperatura de las probetas y retirado el fundido de la
30 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.

El conjunto del proceso de degradación puede ser monitorizado en tiempo real introduciendo, mediante una unión bridada dispuesta en línea (9), un sensor de degradación (10) basado en materiales análogos a los de las probetas ensayadas. De esta forma se puede establecer un marco experimental completo y exhaustivo, con datos in situ del proceso de degradación y con muestras ensayadas que faciliten la correlación de las distintas etapas de los procesos de corrosión y el estado de degradación final y/o intermedio de las probetas ensayadas.

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

El planteamiento experimental descrito para la Figura 1 puede ampliarse para monitorizar el proceso de degradación en el transcurso de la experimentación. Al caso se incluye la Figura 2 en la que, complementariamente a la Figura 1, se incluye un sistema monitorización gracias a la instalación de un sensor de corrosión (10).

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 degradación de un sistema muestral dado en un circuito cerrado de medio fundido.

25

Figura 2. Muestra una vista esquemática de la instalación en la que se lleva a cabo el ensayo de degradación de un sistema muestral dado en un circuito cerrado de medio fundido incorporando un sistema de monitorización en línea de la corrosión.

30

Modo de realización de la invención

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

Ejemplo 1.

- 5 Este ejemplo se refiere a un equipo para para ensayo de degradación de muestras frente a un medio fundido en circuito cerrado.

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

10

- Un depósito (1) de fundido (3), calefactado mediante un lazo de control regulado (8) actuando sobre un sistema de resistencias eléctricas u otro medio de transmisión de calor. Este lazo de control ha de garantizar las condiciones de ensayo diseñadas, modulando este parámetro tanto por defecto como por exceso, evitando posibles cambios de fase parciales derivas, por ejemplo, de la descomposición de una o algunas de las especies presentes en el medio fundido.
- 15 - Un sistema de impulsión (2) regulable dispuesto en la conexión de salida entre el depósito y la cámara de ensayos (5). Este equipo ha de contar con salvaguardias propias a fin de evitar cualquier cambio de fase en el sistema fundido que pueda socavar la integridad estructural del propio equipo, así como, en última instancia, la funcionalidad del conjunto de la instalación experimental.
- 20 - Una cámara de ensayos (5) modular, incluyendo una tapa que incluya un sistema de sujeción (4) de las muestras a ensayar. Esta cámara ha de recibir el flujo de fundido permitiendo la exposición parcial o completa de las muestras de interés de forma equivalente entre sí.
- 25 - Un circuito auxiliar (7) para gases, incluyendo una reserva (6) de uno o varios gases; disponible para garantizar el mantenimiento de la reactividad del fundido (3). Estos auxiliares pueden incluir un separadores liquido/vapor, purgas de la fracción condensada, sistemas de venteo de gases, además de válvulas de tres vías y antirretorno.
- 30

- Un puerto bridado en línea (9) dispuesto para la inserción de sistemas experimentales auxiliares complementarios.

Este sistema asegura una circulación continua del medio fundido sobre las
5 probetas de materiales de interés, recirculando el flujo de salida de la cámara
de ensayos a un depósito. En éste se mantiene la temperatura óptima del
ensayo mediante un sistema de control de temperatura entre la cámara de
ensayos y el depósito, actuando en un sistema de resistencias eléctricas
10 dispuestas en las paredes del depósito. El conjunto de líneas o conducciones
por las que circula el fluido fundido, así como auxiliares clave como el sistema
de bombeo han de estar debidamente calefactados y aislados térmicamente a
fin de minimizar la pérdida de temperatura en el flujo, además de prevenir
cualquier cambio de fase que pueda acarrear problemas mecánicos en
sistemas auxiliares como los equipos de impulsión.

15

Ejemplo 2

Este ejemplo se refiere a un equipo para para ensayo de degradación de
muestras frente a un medio fundido en circuito cerrado donde se incorpora un
sistema de monitorización en línea de la corrosión.

20

Tal y como se aprecia en la Figura 2 la instalación comprende los siguientes
elementos:

- Un depósito (1) de fundido (3), calefactado mediante un lazo de
25 control regulado (8) actuando sobre un sistema de resistencias
eléctricas u otro medio de transmisión de calor. Este lazo de control
ha de garantizar las condiciones de ensayo diseñadas, modulando
este parámetro tanto por defecto como por exceso, evitando
posibles cambios de fase parciales derivas, por ejemplo de la
30 descomposición de una o algunas de las especies presentes en el
medio fundido.

- 5 - Un sistema de impulsión (2) regulable dispuesto en la conexión de salida entre el depósito y la cámara de ensayos (5). Éste equipo ha de contar con salvaguardias propias a fin de evitar cualquier cambio de fase en el sistema fundido que pueda socavar la integridad estructural del propio equipo, así como, en última instancia, la funcionalidad del conjunto de la instalación experimental.
- 10 - Una cámara de ensayos (5) modular, incluyendo una tapa que incluya un sistema de sujeción (4) de las muestras a ensayar. Esta cámara ha de recibir el flujo de fundido permitiendo la exposición parcial o completa de las muestras de interés de forma equivalente entre sí.
- 15 - Un circuito auxiliar (7) para gases, incluyendo una reserva (6) de uno o varios gases; disponible para garantizar el mantenimiento de la reactividad del fundido (3). Estos auxiliares pueden incluir un separadores liquido/vapor, purgas de la fracción condensada, sistemas de venteo de gases, además de válvulas de tres vías y antirretorno.
- 20 - Un puerto bridado en línea (9) dispuesto para la inserción de sensores (10) de corrosión en línea asociados a un sistema de monitorización, registro y evaluación del proceso de degradación.

Ejemplo 3

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

25

El procedimiento de ensayo, utilizando las instalaciones descritas en los ejemplos 1 y 2, transcurre de acuerdo a las siguientes fases experimentales:

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

- Pre calentamiento y fusión del sistema sólido generador de la fase fundida.
- Introducción continua o discontinua (según sea en circuito cerrado o tanque agitado) de la carga de fase fundida, modulando durante el transcurso del ensayo la composición de la fase gas a través del circuito auxiliar asociado a la cámara de ensayos.
- Retirada de las muestras de interés del medio fundido y nuevo cambio y control de la atmósfera gaseosa durante el proceso de enfriamiento de las muestras.

5

10

REIVINDICACIONES

1. Instalación para ensayo de degradación de muestras frente a un medio fundido que comprende caracterizada por:
 - 5 - Una cámara de ensayos (5) modular con una sujeción (4) para el sistema muestral de interés.
 - Circuito auxiliar (7) para gases efluentes y reservorio (6) de reposición y modulación de la atmósfera gaseosa.
 - Depósito (1) calefactado para sales (3), térmicamente regulado (8),
10 conectado a la cámara de ensayos (5) conformando un circuito cerrado que incluye un sistema de impulsión (2) apropiado para el fundido.
 - Un puerto bridado (9) habilitado para la inserción de sistemas experimentales auxiliares y complementarios.
- 15 2. Instalación para ensayo de degradación de muestras frente a un medio fundido, según reivindicación 1, donde el sistema insertado en el puerto bridado (9) son sensores (10) de monitorización en línea de la corrosión.
- 20 3. Procedimiento para el ensayo de degradación de muestras frente a medios fundidos, empleando el equipo reivindicado, caracterizado por:
 - Regulación de la atmósfera de la cámara de ensayos en la etapa previa al ensayo, durante el precalentamiento y la fusión del sistema sólido generador de la fase fundida.
 - 25 - Ensayo de degradación del sistema muestral con una duración prefijada, introduciendo de forma continua la carga de fundido, y manteniendo un control efectivo de la composición química de la atmósfera gaseosa en interacción con el sistema muestral considerando igualmente el medio fundido corrosivo.
 - 30 - 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.

Fig.1

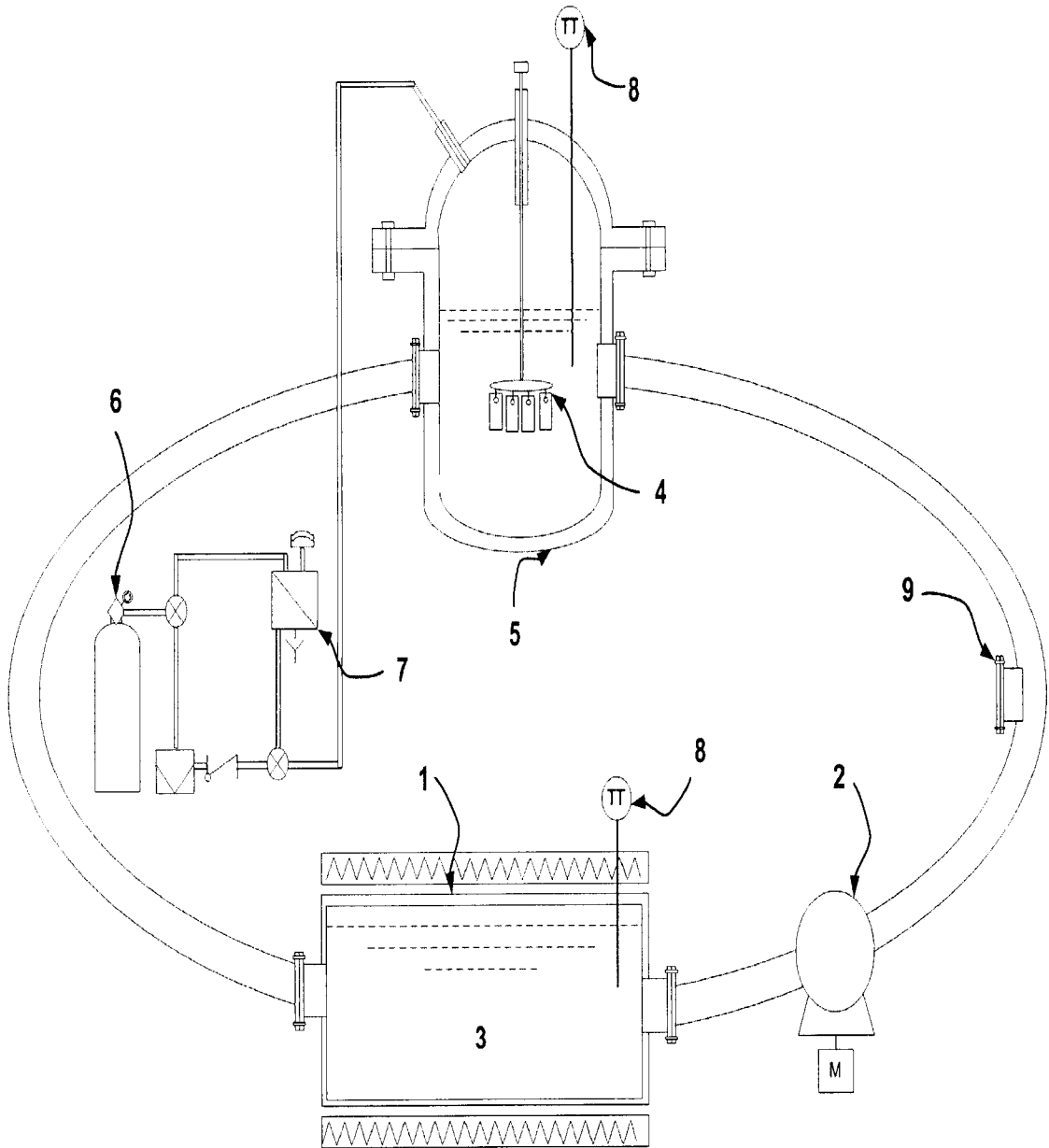
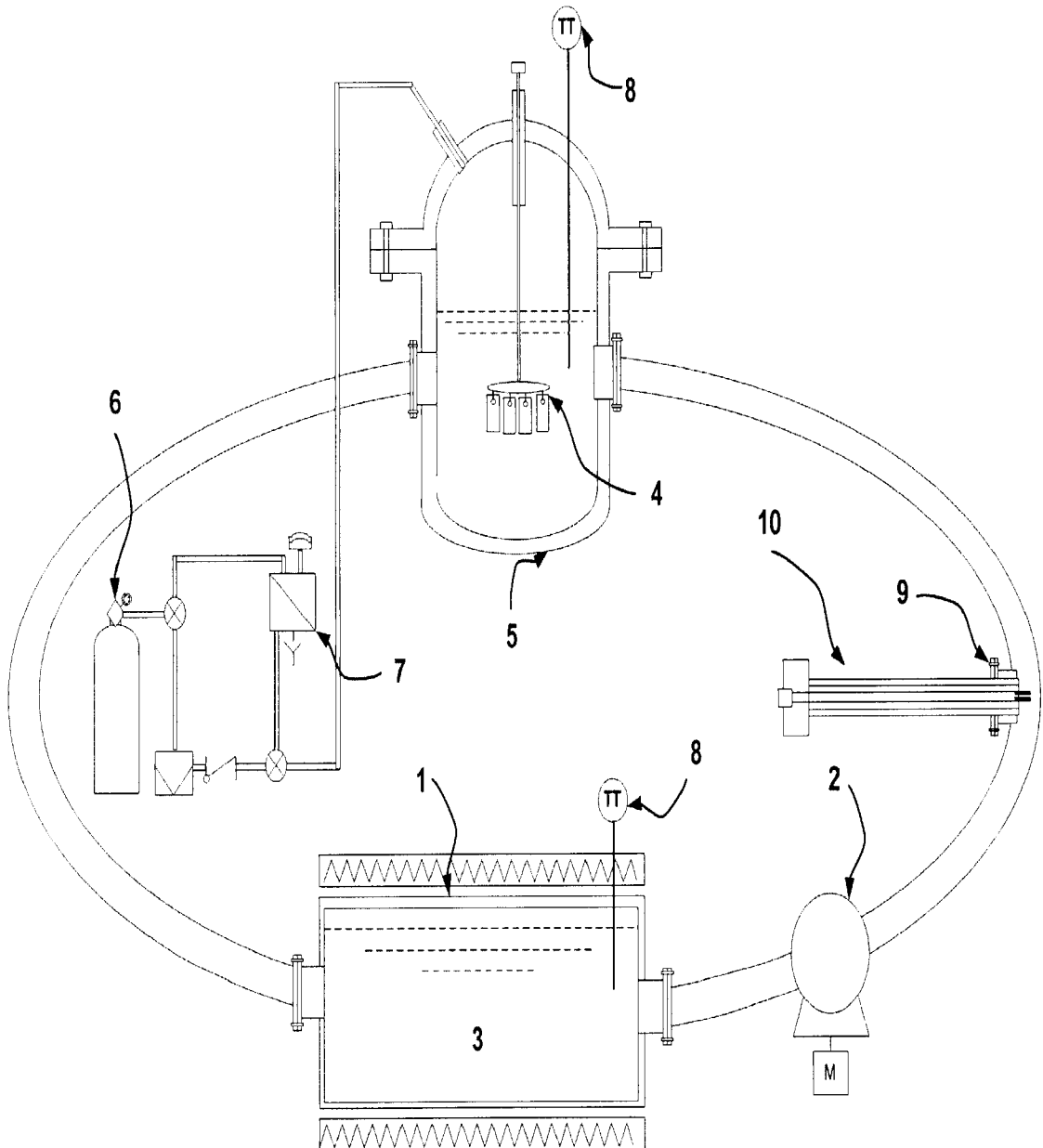


Fig. 2





- ②¹ N.º solicitud: 201401035
 ②² Fecha de presentación de la solicitud: 22.12.2014
 ③² Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤¹ Int. Cl.: **G01N17/00** (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤ ⁶ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
A	CN 102928332 A (HUAINAN ZHONGKE STORED ENERGY TECHNOLOGY CO LTD) 13.02.2013, Resumen de la base de datos WPI. Recuperado de EPOQUE, número de acceso: 2013-J29521.	1-3
A	US 2006037386 A1 (ROPITAL FRANCOIS et al.) 23.02.2006, todo el documento.	1-3
A	JP 2004354243 A (MITSUBISHI ELECTRIC CORP) 16.12.2004, Resumen de la base de datos WPI. Recuperado de EPOQUE, número de acceso: 2005-007233.	1-3

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:

<p>Fecha de realización del informe 21.04.2015</p>	<p>Examinador I. Abad Gurumeta</p>	<p>Página 1/4</p>
---	---	------------------------------

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

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 21.04.2015

Declaración

Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones 1-3	SI
	Reivindicaciones	NO
Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)	Reivindicaciones 1-3	SI
	Reivindicaciones	NO

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

Base de la Opinión.-

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

Consideraciones:

El objeto de la invención es una instalación para realizar ensayos de degradación de muestras en un medio fundido en el que hay una cámara de ensayos con sujeción para el sistema muestral, circuito auxiliar para gases efluentes y modular la atmósfera gaseosa, depósito calefactado para sales, térmicamente regulado, conectado a la cámara de ensayos y conformando un circuito cerrado, además de un puesto bridado para la inserción de sensores de monitorización (reivindicación 1 y 2). Y el procedimiento de ensayo en el que se regula la atmósfera durante todo el proceso, se realiza el ensayo de la muestra introduciendo de forma continua la carga de fundido y manteniendo el control de la atmósfera gaseosa, retirando las muestras finalmente (reivindicación 3).

1. Documentos considerados.-

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

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

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

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

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

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

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

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

Por lo tanto, el objeto de las reivindicaciones 1-3 cumplen los requisitos de novedad y de actividad inventiva de acuerdo con los Artículos 6.1 y el 8.1 de la Ley 11/1986.