

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

19 ES	11 21	NUMERO 469.566	10 A1
	22	FECHA DE PRESENTACION 8.5.78	

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO 19433/77	32 FECHA 9.5.77	33 PAIS G. Bretaña
47 FECHA DE PUBLICIDAD	31 CLASIFICACION INTERNACIONAL G01N	32 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
64 TITULO DE LA INVENCION "UN DISPOSITIVO ANALIZADOR DE TAMAÑOS DE PARTICULAS"		
71 SOLICITANTE (S) ALCAN RESEARCH AND DEVELOPMENT LIMITED		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE 1 Place Ville Marie, Montreal, Quebec, Canadá H3C 3H2		
72 INVENTOR (ES) James Douglas Zwicker y Ghyslain Dube		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE D. ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ (P.- 69.015)		

Este invento se refiere a un analizador de tamaños de partículas, a un método para efectuar el análisis de tamaños de partículas, y a una celda de sedimentación para utilizarse en dicho análisis.

5 Está resultando cada vez más evidente que las propiedades físicas de los polvos afectan importantemente a la calidad de muchos productos. En particular, la información concerniente al tamaño medio de partículas, a la distribución de tamaños de partículas, y a la superficie
10 específica de los polvos, es necesaria para una plena comprensión de la compleja naturaleza de muchos procesos químicos y del comportamiento de sus equipos asociados.

Se han adoptado diversas técnicas para obtener la necesaria información y una de éstas, la técnica de velocidad de sedimentación, constituye la base del presente
15 invento. La técnica de velocidad de sedimentación utiliza el hecho de que la velocidad de una partícula que cae a través de un medio viscoso bajo la fuerza de la gravedad se relaciona matemáticamente con el diámetro de la partícula por la fórmula:
20

$$D = K v^{1/2}$$

en que

D es el diámetro de la partícula,
v es la velocidad de caída de la partícula y
25 K es una constante.

En la fórmula antedicha, conocida como ley de Stokes, la constante K está dada por:

$$30 \quad K = \left(\frac{18 \mu}{(\rho - \rho_0) \cdot g} \right)^{1/2}$$

en que

g es la aceleración debida a la fuerza de la gravedad;

ρ es la densidad de la partícula;

5 ρ_0 es la densidad del medio viscoso y

η es la viscosidad del medio viscoso.

La ley de Stokes está limitada a la región de flujo laminar pero su aplicación puede extenderse algo mediante la utilización de manipulaciones matemáticas de los datos.

10

El análisis se lleva a cabo dejando que el material a ensayar se sedimente en un recipiente, conocido como celda de sedimentación, midiéndose el tiempo que transcurre desde el comienzo del período de sedimentación. Se vigila la manera en que se sedimentan las partículas y, a partir de la información así obtenida, se pueden averiguar el tamaño medio de partículas, la distribución de tamaños de partículas y la superficie específica del polvo.

15

De acuerdo con un primer aspecto del invento, se crea un analizador de tamaños de partículas que comprende un aparato secuencial recogedor de muestras para recoger periódicamente una muestra de un material que ha de ser analizado que circula a lo largo de una conducción, un depósito mezclador para recibir por separado y sucesivamente dichas muestras, teniendo dicho depósito mezclador unos medios para diluir automáticamente cada muestra hasta una concentración previamente determinada, una celda de sedimentación en que se realiza el análisis de cada muestra individual por sedimentación, una bomba para trans-

20

25

30

ferir por separado y sucesivamente cada muestra diluida desde el depósito mezclador a la celda de sedimentación, y medios para evacuar cada muestra desde la celda de sedimentación cuando el análisis de esta muestra está completo.

De acuerdo con un segundo aspecto del invento se crea un método para efectuar automáticamente análisis de tamaños de partículas en un material que circula a lo largo de una conducción, comprendiendo dicho método las operaciones de recoger periódicamente una muestra del material a analizar, diluir por separado y sucesivamente cada una de dichas muestras hasta una concentración previamente determinada, hacer pasar cada muestra diluida a una celda de sedimentación en la que se realiza un análisis de sedimentación de la muestra, y evacuar cada muestra cuando esté completo su análisis, y en que el período entre la recogida de cada muestra sucesiva jamás es más corto que el tiempo de análisis de sedimentación para la muestra.

El material a analizar puede adoptar la forma de partículas sólidas en un soporte o vehículo líquido, o partículas sólidas en forma de polvo seco. En ambos casos la muestra, una vez que ha sido introducida en el depósito mezclador, es diluida automáticamente hasta una concentración previamente determinada por la adición de un líquido apropiado, por ejemplo agua. Preferiblemente se disponen medios para mantener en suspensión mediante agitación mecánica al lodo resultante. Esto puede lograrse por medios mecánicos, tales como un agitador, o medios ultrasónicos, o una combinación de medios mecánicos y medios ultrasónicos, efectuándose la elección tomando en consideración la

-fragilidad de las partículas en el lodo.

Dado que la parte más larga del análisis es el proceso de sedimentación propiamente dicho, que tiene lugar en la celda de sedimentación, se prefiere disponer más de una celda de sedimentación, unidas todas con un depósito mezclador único, siendo abastecida cada celda por medio de su propia bomba. En un sistema, por ejemplo, la utilización de dos celdas de sedimentación ha permitido llevar a cabo al menos doce análisis por hora.

Preferiblemente se disponen también medios para barrer automáticamente la celda de sedimentación entre cada análisis de sedimentación para eliminar por limpieza cualesquiera partículas que queden procedentes del análisis precedente.

Preferiblemente la celda de sedimentación comprende un recipiente impermeable a la luz, obturado, en que el análisis por sedimentación se lleva a cabo, medios para introducir un lodo a analizar dentro del recipiente, una pluralidad de emisores de luz distanciados dispuestos a lo largo del lado del recipiente y susceptibles de funcionar para dirigir luz a través del interior del recipiente, y para cada emisor de luz, un correspondiente detector de luz dispuesto para recibir luz de su emisor de luz a través del interior del recipiente.

El emisor de luz puede ser cualquier manantial óptico, tal como una lámpara de wolframio, que está equipada con filtros apropiados para emitir una señal de salida dentro del margen de los infrarrojos a los ultravioletas, o un manantial láser. La elección del emisor de luz depende de la naturaleza del lodo que está siendo analiza-

do. No hace falta decir que los detectores de luz deberán ser tales que respondan a la frecuencia del manantial luminoso, y preferiblemente son ajustados a sólo esa frecuencia.

5 El número de emisores de luz, y de sus detectores asociados, que se requieren depende de la precisión requerida, aunque se ha encontrado que son suficientes dos emisores, uno cerca de la parte superior del recipiente y uno cerca de la parte inferior del mismo, para la mayor parte de las finalidades. Preferiblemente, se utiliza un manantial de luz común para todos los emisores de luz, siendo recogida la luz a un lado del recipiente mediante guías de luz apropiadas, por ejemplo fibras ópticas. Se puede disponer una guía adicional de dichas guías de luz, la cual guía de luz adicional hace pasar luz directamente a un detector de luz adicional con el fin de permitir una compensación de fluctuaciones en la intensidad luminosa.

10
15
20
25
30 Por una elección apropiada del medio de sedimentación y del número y la posición de los emisores/detectores de luz en la celda de sedimentación, puede obtenerse una completa curva de distribución de tamaños y un área de superficie específica en el espacio, por ejemplo, de tres a cinco minutos, con tal que se disponga de una ordenadora intercalada en el circuito para registrar y calcular datos. Muchos analizadores anteriores intercalados en el circuito son capaces de proporcionar sólo un punto o, en el mejor de los casos, unos pocos puntos en la curva de distribución de tamaños, mientras que el instrumento de este invento es capaz de proporcionar una completa curva de distribución de tamaños.

Los medios para introducir el lodo dentro del recipiente pueden comprender una tubería de entrada/salida común, siendo bombeada la suspensión dentro y fuera del recipiente a través de esta tubería. No obstante, en una forma de realización del invento, se utilizan tuberías de entrada y salida separadas, utilizándose un sistema de "circulación pasante" para introducir lodo dentro del recipiente para su análisis. En el sistema de circulación pasante, lodo con la concentración correcta es bombeado en un ciclo cerrado desde el depósito mezclador hasta el recipiente, y de retorno nuevamente dentro del depósito mezclador. Se continúa la circulación durante un tiempo suficiente para asegurar que se hayan alcanzado condiciones de régimen permanente, después de lo cual se detiene la circulación y se comienza el análisis de sedimentación. La finalidad de este sistema es asegurar que una porción representativa de la muestra diluida se encuentre en el recipiente para su análisis, y es importante asegurar que la circulación se realice con un caudal suficiente para asegurar que no ocurra una sedimentación prematura de las partículas.

El recipiente de sedimentación propiamente dicho es normalmente alto y bastante estrecho. Su sección transversal horizontal puede ser circular, o de cualquier otra forma apropiada, pero en una forma de realización del invento la sección transversal del recipiente es rectangular, ya que se ha encontrado que esto mejora las propiedades ópticas de la celda.

Con el fin de que el invento pueda ser comprendido mejor se describirán ahora varias formas de realiza-

ción del mismo a título de ejemplo solamente y con referencia a los dibujos anejos, en los cuales:

La figura 1 es un diagrama esquemático del analizador de tamaños de partículas del presente invento;

La figura 2 muestra un método alternativo de obtener muestras de material de la conducción;

La figura 3 es una vista lateral esquemática de una celda de sedimentación para utilizarse con el analizador de tamaños de partículas de este invento;

La figura 4 es una sección a lo largo de las líneas IV-IV de la figura 3;

La figura 5 es un diagrama que ilustra la disposición óptica de la celda de sedimentación de la figura 3; y

La figura 6 es un gráfico que muestra un ejemplo de las señales de salida recibidas de detectores de luz en la celda de sedimentación de la figura 3.

Refiriéndose a la figura 1, el analizador comprende un recogedor de muestras 1 del tipo de émbolo buzo, que es susceptible de funcionar para retirar periódicamente una muestra de material a analizar cuando éste circula a lo largo de una tubería 2 en la dirección de la flecha A. La muestra es barrida fuera del recogedor de muestras 1 mediante una corriente de un líquido apropiado, por ejemplo agua, controlada por una válvula 3, la cual válvula es controlada a su vez mediante un controlador automático 4 de muestras. De este modo la muestra pasa a una conducción 5 que transporta dicha muestra a un depósito mezclador en la forma de un turbidímetro automático 6.

El turbidímetro 6 comprende un recipiente 7

con parte superior abierta 7 en que se introduce la muestra. El recipiente está equipado con desviadores radiales 8 y 9 y con un agitador mecánico que comprende una o más paletas agitadoras 10 montadas sobre un árbol 11 el cual es hecho girar por un motor 12. La parte inferior del recipiente 7 está estrechada y equipada con un par de ventanas 13. Luz procedente de un conjunto 14 de manantiales de luz es dirigida al lado derecho de una de estas ventanas y se hace pasar a través de la suspensión dentro del turbidímetro antes de salir a través de la ventana izquierda y dentro de un detector de luz 15. El manantial de luz incluye una lámpara 14a y un filtro óptico apropiado 14b que define la frecuencia de la luz.

El detector de luz 15 genera una señal eléctrica indicativa de la transmisión óptica, y por lo tanto de la concentración, del lodo en el turbidímetro. Esta señal es hecha pasar a un controlador electrónico 16 que hace funcionar una válvula 17 con el fin de controlar la circulación de agua para dilución que circula a lo largo de una conducción 18 hasta el recipiente 7. En la práctica, la concentración del lodo depende en una cierta extensión de factores distintos de la transmisión óptica del lodo, por ejemplo el área de superficie específica de la muestra. No obstante, para una muestra dada, la concentración del lodo en el recipiente 7 puede ser controlada automática y exactamente, y puede ser ajustada previamente al nivel necesario para llevar a cabo el subsiguiente ensayo de sedimentación.

Con el fin de que pueda ser vaciado el contenido del recipiente 7, está dispuesta una válvula de eva-

cuación 19 con lo cual el contenido del recipiente 7 puede ser bombeado fuera de él por una bomba eléctrica 20. Después de haber vaciado, el recipiente 7 puede ser barrido con agua limpia que entra a través de una conducción 21 y de manera controlada automáticamente por una válvula 22. El agua de barrido circula dentro de un dispositivo de entrega rotatorio 23 para barrer eficazmente todas las superficies interiores del recipiente 7. La sucesión plena de estas operaciones se explicará posteriormente.

Se incluye también una disposición para la inserción manual de muestras dentro del recipiente por medio de una tolva 24 y una conducción 25.

En el analizador de tamaños de partículas mostrado en la figura 1, se disponen dos celdas de sedimentación, mostradas esquemáticamente bajo el número de referencia 26. Cada celda tiene un interior hueco 27 dentro de cuyo fondo es introducido el lodo a analizar procedente del turbidímetro a través de una respectiva conducción 28. Las conducciones de salida 29 para lodo vuelven al turbidímetro con el fin de formar un bucle cerrado. Cuando se ha de ensayar un lodo y éste ha alcanzado la concentración apropiada en el recipiente 7, se conecta una bomba de un par de bombas peristálticas 30 de flujo reversible de manera que bombee lodo alrededor del ciclo cerrado a través de la celda correspondiente de dichas celdas de sedimentación 26. Cuando no está utilizándose, cada bomba 30 actúa como una válvula de cierre, eliminando de este modo la necesidad de una combinación independiente de bombas y válvulas.

Tal como se ha explicado anteriormente, el lo-

do es bombeado alrededor del ciclo cerrado durante un breve tiempo, hasta que se hayan alcanzado condiciones de régimen permanente. La velocidad de bombeo deberá ser suficiente para asegurar que no pueda producirse una sedimentación prematura de las partículas. Luego se detiene la circulación y comienza el ensayo de sedimentación propiamente dicho.

Tan pronto como es detenida la circulación, las partículas situadas dentro de las celdas de sedimentación comienzan a caer bajo fuerza de la gravedad hacia el fondo de la celda. Su avance es vigilado de un modo continuo, desde el momento en que es detenida la circulación, por medio de un par de emisores de luz y de detectores de luz asociados. Los emisores de luz comprenden respectivas fibras ópticas 31, 32 (cuatro en total -- dos para cada celda de sedimentación) a través de las cuales se transmite luz desde un manantial de luz común 33. El manantial de luz 33 incluye una lámpara de wolframio 33a de buena calidad, abastecida de un manantial de energía estabilizado (no mostrado) y un filtro óptico 33b que define la frecuencia de la salida de luz que es escogida para la sustancia particular en análisis. La luz abandona el manantial de luz 33 a través de una única fibra óptica (para cada celda) que se ramifica para formar las respectivas fibras ópticas 31, 32. La luz que sale desde cada una de las fibras ópticas 31, 32 se desplaza a través del lodo en sedimentación en el interior hueco 27 de la celda de sedimentación, y entra en un correspondiente detector de luz 34, 35 (cuatro en total -- dos para cada celda de sedimentación).

Cada uno de los detectores de luz proporciona una señal de salida eléctrica indicativa de la cantidad de luz transmitida a través de la suspensión que está siendo ensayada en uno de dos niveles diferentes. Estas señales de salida son hechas pasar a un colector de datos 5 36 que proporciona una señal de salida a un registrador 37 X-Y de canal doble, si se quiere, que es capaz de representar gráficamente la variación de transmisión de luz como una función del tiempo para cada detector. Un sistema 10 adicional de circuitos electrónicos 38 es capaz de elaborar la señal de salida procedente del colector de datos 36 para proporcionar la distribución de tamaños de partículas en porcentaje en peso y el área de superficie específica de la muestra. Estos resultados están disponibles 15 en el espacio de unos minutos después de que la muestra haya sido recogida, de modo que los resultados están disponibles con rapidez para utilizarse para fines de ajuste o control del procedimiento que está siendo vigilado. Es 20 posible utilizar el analizador como parte de un sistema de control de bucle cerrado para regular un proceso en el cual, por ejemplo, el área de superficie de un sólido finamente dividido es un importante parámetro de control. El analizador puede ser instalado dentro de la instalación, realizar análisis en tiempo real, y si está rami- 25 ficado a través de una ordenadora, el resultado puede ser utilizado para controlar automáticamente los caudales críticos en el procedimiento. Los principios de cálculo utilizados para calcular los resultados antedichos están basados en una combinación de ley de Stokes y factores 30 de corrección, mencionados anteriormente, y la ley de

Beer-Lambert que relaciona la densidad óptica del lodo con la concentración de partículas. El fundamento teórico es bien conocido, y no se explicará adicionalmente.

5 Ha de entenderse que los otros detectores de luz 34, 35 en la otra celda de sedimentación (la celda izquierda de la figura 1) están conectados similarmente con el sistema de circuitos 36, 37, 38, pero esto no se muestra con el fin de clarificar los dibujos.

10 Cuando está completado el ensayo de sedimentación la bomba apropiada 30 es conectada en la dirección inversa para bombear el lodo fuera de la celda de sedimentación 26 desde el fondo, y de retorno al turbidímetro 6. Al mismo tiempo, la válvula de evacuación 19 del turbidímetro es abierta para evacuar el recipiente 7, tal como se ha explicado anteriormente, y una válvula apropiada de un par de válvulas 39 es abierta para permitir que entre 15 agua de barrido por una conducción 40 correspondiente para barrer y despejar el interior 27 de la celda de sedimentación 26. Este agua de barrido entra por la parte superior 20 de la celda 26 a través de dos ramales separados dirigidos hacia las paredes de la celda con el fin de asegurar un lavado muy eficaz, y es retirada por bombeo mediante la apropiada bomba 30 a lo largo de la correspondiente conducción 28 hasta el turbidímetro 6. El nivel de fluido 25 dentro del recipiente 7 es tal que siempre se encuentra por debajo de los extremos abiertos de las conducciones 29, de manera que no se produce "succión de retorno" a través de estas conducciones.

30 Se entenderá que la secuencia de funcionamiento del analizador de la figura 1 es controlada por un pro-

gramador mecánico central o una ordenadora electrónica (no mostrada). Una secuencia típica de operaciones es como sigue:

5 Supóngase que se llevan a cabo ensayos de sedimentación alternadamente en las dos celdas y que ahora se está llevando a cabo un ensayo en la celda de sedimentación derecha 26. Durante este tiempo la bomba 30 de la celda de sedimentación izquierda 26 es conectada para evacuar el lodo del ensayo anterior (en la celda izquierda) dentro del turbidímetro 6 en donde se mezcla en el recipiente 7 con el lodo que permanece en él procedente del ensayo en la celda derecha que ahora se está llevando a cabo. La celda izquierda es barrida entonces tal como arriba se explica. Luego el recipiente 7 es evacuado respecto de su contenido, y después de ello es barrido. Seguidamente una muestra para el siguiente ensayo (que ha de realizarse en la celda izquierda) es recogida y hecha pasar al recipiente 7 para su dilución automática. Finalmente la bomba izquierda 30 es una vez más conectada para impulsar la muestra diluida dentro de la celda izquierda para el siguiente ensayo. Una vez se han establecido condiciones de régimen permanente la bomba 30 es desconectada y se comienza el siguiente ensayo de sedimentación en la celda izquierda. Simultáneamente con esto, se detiene el ensayo de sedimentación en la celda derecha, y se vacía la celda, tal como se describe anteriormente con referencia a la celda izquierda. Se repite este ciclo de operaciones de una celda a otra, siendo una escala de tiempos apropiada y típica de 5 minutos para cada ensayo de sedimentación

10

15

20

25

30

- es decir 12 ensayos por hora para un sistema de celdas

gemelas.

Refiriéndose ahora a la figura 2 se muestra un recogedor alternativo de muestras para retirar la muestra de la conducción 2. En esta figura, el turbidímetro automático 6 y una celda de sedimentación 26 se muestran en forma de contorno básico. Ha de entenderse que este recogedor de muestras podría utilizarse con el analizador mostrado en la figura 1.

El recogedor de muestras de la figura 2 está destinado para retirar muestras en el caso en que el material que circula a lo largo de la tubería 1 comprenda partículas sólidas en forma de polvo seco. El recogedor de muestras comprende un sistema de alimentación por tornillo de Arquímedes 46 que tiene una tubería de salida 47 que conduce directamente al turbidímetro 6. El sistema de alimentación por tornillo 46 se extiende a través de la pared de la tubería 2 dentro de su interior de manera tal que, después de rotación del sistema de alimentación por tornillo, una muestra de polvo puede ser transferida a través de la tubería 47 al turbidímetro 6. En el momento de recoger la muestra, el tornillo es hecho girar hacia delante para despejar los tornillos, luego es invertido para arrastrar una nueva muestra fuera de la corriente. Una opción adicional puede ser la completa retirada del recogedor de muestras desde la corriente entre períodos de recogida de muestras.

Para muestras de lodo un tipo preferido de recogedor de muestras es el recogedor automático de muestras líquidas Isolok modelo M-4KT-8 fabricado por Bristol Engineering Company, 210 Beaver Street, Yorkville, Illinois

60560, Estados Unidos de América. Este recogedor de muestras está adaptado para permitir el barrido automático de la muestra dentro del turbidímetro. El tipo de anillos de obturación se escoge tomando en consideración la abrasividad del sólido y el tipo de líquido portador.

Refiriéndose ahora a las figuras 3 y 4, se muestra una celda de sedimentación 26 para utilizarse con el analizador de tamaños de partículas de las figuras 1 y 2. La celda de sedimentación 26 comprende una celda rectangular cerrada construida a base de paneles de poliacrilato (Plexiglass) transparentes. Los lados más estrechos 48, 49 de la celda están equipados con los emisores de luz 31, 32 y con los detectores de luz 34, 35 respectivamente. El panel de fondo 50 de la celda es provisto con una lumbrera 51 para entrada de lodo que conduce a una respectiva bomba 30 y a una conducción 28 (ambas de las cuales no se muestran), mientras que el panel superior 52 de la celda está provisto con seis lumbreras 53 para salida de lodo distribuidas uniformemente 53 que están constituidas en común para formar una respectiva conducción 29. Esta disposición impide el atrapamiento de burbujas de aire en la parte superior de la celda. La conducción 40 para barrer agua se disocia en dos ramales en ángulo 54, 55 que terminan junto a los lados de las celdas. Esta última disposición asegura que el agua de barrido sea dirigida hacia abajo por las paredes de la celda y proporcione un barrido muy eficaz. La superficie interior del panel de fondo 50 es de forma esférica ya que se ha encontrado que esto mejora el mezclado del lodo e impide una sedimentación prematura de partículas.

5 Dos paneles de vidrio laminar 56 y 57 están empotrados en los dos lados estrechos 48, 49 para situarse alineados con la superficie interior del respectivo lado, tal como se muestra. La finalidad de estos paneles es la de proporcionar buenas superficies ópticas. Las fibras ópticas 31, 32 terminan sobre la superficie exterior del panel 56 mientras que los detectores de luz 34, 35 son montados sobre el panel 57. Se ha encontrado que esta disposición reduce importantemente los problemas de superficie de contacto que se producen en los extremos de las fibras ópticas y en los detectores de luz. Además, el hecho de que el vidrio sea plano hace mínimos los problemas de deformación asociados con las celdas de sección circular más convencionales. También, un vidrio con la calidad óptica más fina posible puede ser utilizado sin importante aumento de costo.

10

15

Se verá que el diseño de la celda es tal que no puede ser atrapado aire en la parte superior de la celda durante la circulación pasante, o durante el subsiguiente análisis. La presencia de aire da como resultado una superficie de contacto de líquido/aire en la parte superior de la celda que puede provocar múltiples reflexiones. También, esta característica hace posible que la fibra óptica superior 31 termine junto al nivel más alto posible en la celda. La ventaja de esto consiste en que permite una medición de las partículas más finas (y por lo tanto con sedimentación más lenta) dentro de un tiempo razonablemente corto después del comienzo del análisis. En el diseño particular mostrado, la distancia entre la terminación de la fibra óptica 31 y la parte superior de la celda

20

25

30

es de 1,1 cm, y esto ha permitido la determinación del punto de seis micrometros en la curva de distribución de tamaños en un espacio de cinco minutos. Otras dimensiones de esta misma celda, dadas a título de ejemplo son: distancia entre la terminación de las fibras ópticas superior e inferior: 22 cm; distancia entre superficies internas de lados estrechos 48, 49: 4 cm; volumen total del interior hueco 27 de la celda: 320 cm^3 .

Toda la celda es encerrada en una caja a prueba de luz (no mostrada) que tiene una puerta a prueba de luz. Es esencial que la celda sea protegida de toda la luz exterior, ya que de otro modo se obtienen señales parásitas. La puerta a prueba de luz puede ser utilizada para vigilar visualmente el funcionamiento de la celda, y para asegurar que el barrido haya sido completado después de análisis. Desde luego, mientras se está registrando, es necesario tener cerrada la puerta para impedir que luz parásita dispersada llegue a los detectores.

La disposición óptica de la celda de sedimentación es mostrada con mayor detalle en la figura 5, a la que se hará ahora referencia. Aunque se describe en relación con la fibra óptica superior 31 y su detector de luz 34, ha de entenderse que la misma situación existe con respecto a la fibra óptica inferior 32 y su detector 35.

Las superficies interiores de los paneles de vidrio 56, 57 se muestran bajo las referencias 60 y 61 respectivamente y el haz de luz incidente procedente del extremo de la fibra óptica 31 es mostrado bajo la referencia 62. La salida de la fibra óptica es protegida por un pequeño disco (no mostrado) en el cual está formada una

pequeña rendija, a través de la cual se emite luz. El tamaño de la rendija es ajustado para dar un haz de luz justamente mayor que la superficie fotosensible del detector 34 en el lugar de incidencia sobre la superficie 61. La luz diverge, desde luego, después de abandonar el colimador junto a la superficie 60 y, con las dimensiones de celda arriba mencionadas, un haz de luz que subtiende un ángulo vertical (α_v) de 3° y un ángulo horizontal (α_h) de 6° se ha encontrado que es apropiado. Estos ángulos pueden ser modificados de acuerdo con la posición de la fibra óptica y del detector con relación a la parte superior de la celda de sedimentación. El ángulo β subtendido del detector 34 es relativamente grande - aproximadamente 90° en un ejemplo - lo que reduce los efectos de dispersión de luz.

El efecto del haz de luz relativamente grande en el presente aparato da como resultado un cierto número de ventajas:

1. Hay compensación de la luz perdida por dispersión procedente de partículas situadas dentro del haz.
2. El ruido eléctrico de salida que resulta de partículas grandes individuales, cuando éstas pasan a través del haz, resulta grandemente reducido. La relación de ruido a señal puede ser reducida a 1/100.
3. El gran área de incidencia sobre la superficie 61 significa que puede ser utilizado el conjunto del área sensible a la luz del detector 34 y resulta una elevada señal de salida eléctrica. Este mayor voltaje permite una transmisión más digna de confianza por largas distancias, tal como sería necesario si el

sistema de circuitos de elaboración electrónica estuviera alejado del analizador propiamente dicho.

4. El grado de alineación crítica del sistema óptico es reducido, dando como resultado una señal de salida de detector mejorada de un modo más compatible. Por la misma razón, se reduce también la sensibilidad a la vibración.

5. Dado que parte de la información es derivada de cada uno de los detectores 34, 35 es deseable que éstos tengan una respuesta de ganancia perfectamente acoplada. Esto puede lograrse llenando la celda con agua pura y ajustando la ganancia para cada detector para dar la misma señal de salida. Para funcionamiento continuo, es necesario mantener este acoplamiento en algo mejor que 2% y, con la presente disposición, se ha encontrado que es posible mantener el acoplamiento de los dos detectores 34, 35 durante períodos relativamente largos, por ejemplo 24 horas, sin ningún ajuste.

La manera en que es manipulada la información procedente de los detectores 34, 35 será descrita ahora con referencia particular a la figura 6 que muestra un ejemplo de las señales de salida procedentes de los detectores, tal como se representan en el registrador X-Y de canal doble.

Los dos canales del registrador son utilizados para registrar las señales separadas procedentes de los dos detectores, siendo la señal de salida del detector superior 34 la curva A y la señal de salida procedente del detector inferior 35 la curva B. Las diminutas fluctuacio-

nes irregulares en las dos curvas son los resultados de ruido, principalmente ruido óptico debido al paso de partículas grandes individuales a través del haz de luz mostrado en la figura 5.

5 El gráfico de la figura 6 ilustra las señales de salida de los dos detectores a partir del momento en que comienza la sedimentación, durante un período de cinco minutos. En la práctica es deseable una espera de 2 a 3 segundos después del final de la circulación de lodo antes de que se comience a efectuar lecturas, con el fin de permitir que desaparezca la turbulencia líquida inherente. Estas curvas pueden ser utilizadas directamente sin el sistema de circuitos 38 para fines de control, comparándolas con las de los materiales precedentemente analizados.

10 Se observará que hay un aumento mucho más rápido de transmisión de luz para el detector superior 34 que para el inferior. Esto es debido al hecho de que la distancia de sedimentación para el detector superior es muy corta (solo 1,1 cm en el ejemplo artes expuesto), de manera que las partículas mayores (que se sedimentan con mayor rapidez) pasan el detector con mucha rapidez, dando lugar a una concentración relativamente baja en este nivel poco después del comienzo de la sedimentación. El margen de tamaños de partículas cubierto por cada detector es 15 una función de su posición por debajo de la superficie y del tiempo permitido para la sedimentación.

20 Con las dimensiones expuestas anteriormente, y con un período máximo de sedimentación de aproximadamente 5 minutos, la aplicación de la ley de Stokes y de 25 30

las correcciones apropiadas a una muestra de trihidrato de
alúmina que se sedimenta en agua, permite la determinación
de partículas que tienen un diámetro Stokes de 7 a 30 mi-
crometros por el detector superior 34 y de 30 a 120 micro-
5 metros por el detector inferior. Una combinación de las
dos curvas A y B permite que sea cubierto el margen de 7
a 120 micrometros en un período de 5 minutos.

El punto de 30 micrometros, común a los dos
detectores, uno al final del período de sedimentación para
10 el detector inferior 35 y el otro al comienzo del período
de sedimentación para el detector superior 34, proporciona
un medio de comprobar el funcionamiento apropiado de la
celda de sedimentación y de su sistema óptico. La ley de
Stokes predice que, debido a la relación mutua entre dis-
15 tancia y tiempo, en lugares establecidos, para un tamaño
de partículas dado, la densidad óptica debe ser la misma
pero en momentos diferentes. Es decir, si, por ejemplo en
el detector inferior 35, se calcula que el punto de 30 mi-
crometros se alcanza en cinco minutos, y en el detector
20 superior 34 el mismo punto se alcanza en 15 segundos, en-
tonces, en estos momentos, la transmisión de luz debe ser
la misma. Si éstos son entonces realmente todos los pará-
metros implicados en el cálculo, probablemente han sido
determinados correctamente.

25 El método y el aparato arriba descritos se pue-
den utilizar para analizar una amplia variedad de materia-
les que tolerarán el mezclado con un líquido, por ejemplo
óxidos metálicos, polvo arrastrado en aire, pigmentos, y
para aplicación específica en el sector de cristalización,
30 catálisis, extracción por flotación o procedimientos de

transformación. El instrumento proporciona una curva completa de distribución de tamaños, en lugar de un pequeño número de puntos individuales sobre la curva. Sin una curva completa de distribución de tamaños que tenga en cuenta las partículas finas, que miden 10 micras o menos, no puede efectuarse una medición exacta del área de superficie específica. Se apreciará que, en muchas circunstancias prácticas, dado que las partículas finas tienen un área de superficie específica mayor que las partículas gruesas, éstas (las partículas finas) constituyen una considerable proporción del área de superficie, y por lo tanto es importante ser capaz de detectar dichas partículas finas.

5
10
15

20

25

30

REIVINDICACIONES

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

1ª.- Un dispositivo analizador de tamaños de partículas que comprende un recogedor secuencial de muestras para recoger periódicamente una muestra de un material que ha de ser analizado que circula a lo largo de una conducción, un depósito mezclador para recibir por separado y sucesivamente dichas muestras, teniendo dicho depósito mezclador medios para diluir automáticamente cada muestra a una concentración previamente determinada, una celda de sedimentación en el que se realiza el análisis de cada muestra individual por sedimentación, una bomba para transferir por separado y sucesivamente cada muestra diluida desde el depósito mezclador a la celda de sedimentación, y medios para evacuar cada muestra desde la celda de sedimentación cuando está completo el análisis de esa muestra.

2ª.- Un dispositivo analizador de tamaños de partículas según la reivindicación 1ª, en que se dispone una pluralidad de dichas celdas de sedimentación, teniendo cada celda de sedimentación una respectiva bomba, y en que el analizador comprende además medios de control que actúan sobre dichas bombas para controlar la secuencia de funcionamiento del analizador.

3ª.- Un dispositivo analizador de tamaños de partículas según una cualquiera de las reivindicaciones 1ª ó 2ª, en que la trayectoria de circulación de fluido de la

o cada celda de sedimentación comprende una primera conducción de circulación de fluido que conduce desde el depósito mezclador a la parte inferior de la celda de sedimentación, y una segunda conducción de circulación de fluido que conduce desde la parte superior de la celda de sedimentación hasta el dispositivo mezclador.

4^a.- Un dispositivo analizador de tamaños de partículas según la reivindicación 3^a, en que la o cada bomba está situada en una primera conducción de circulación respectiva.

5^a.- Un dispositivo analizador de tamaños de partículas según una cualquiera de las reivindicaciones 3^a ó 4^a, en que la bomba es del tipo reversible y es susceptible de funcionar, para llenar la celda de sedimentación, con el fin de bombear la muestra diluida alrededor de un bucle cerrado desde el depósito mezclador, a través de dicha primera conducción de circulación, de retorno al depósito mezclador hasta que se alcancen condiciones de régimen permanente; y, con el fin de vaciar la celda de sedimentación, para bombear la muestra a través de la primera conducción respectiva de retorno al depósito mezclador.

6^a.- Un dispositivo analizador de tamaños de partículas según una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, que comprende además medios para barrer la o cada celda de sedimentación después de que se haya completado cada análisis en cada celda.

7^a.- Un dispositivo analizador de tamaños de partículas según la reivindicación 6^a, en que dichos medios de barrido comprenden una tercera conducción de cir-

culación que conduce desde un suministro de agua de barri-
do hasta la parte superior de la o cada celda de sedimen-
tación; y en que, con el fin de barrer una celda de sedi-
mentación, una bomba apropiada de dichas bombas es accio-
nada para permitir que pase agua a través de la celda de
5 sedimentación procedente desde dicho suministro de agua.

8ª.- Un dispositivo analizador de tamaños de
partículas según una cualquiera de las precedentes reivin-
dicaciones, en que el depósito mezclador incluye medios
10 para medir la concentración de fluido en él, y medios de
válvula, bajo el control de dichos medios de medición,
para controlar la circulación de diluyente al depósito
mezclador.

9ª.- Un dispositivo analizador de tamaños de
15 partículas según la reivindicación 8ª, en que los medios
de medición comprenden un manantial de luz colocado para
dirigir luz a través de la muestra diluida en el depósito
mezclador, un detector de luz colocado para recibir la
luz hecha pasar a través de la muestra diluida y un con-
20 trolador electrónico conectado con el detector de luz, y
susceptible de funcionar con el fin de hacer funcionar a
una válvula para detener el suministro de diluyente al de-
pósito mezclador cuando se ha alcanzado una transmisión
óptica previamente determinada, correspondiente a dicha
25 concentración previamente determinada.

10ª.- Un dispositivo analizador de tamaños de
partículas según una cualquiera de las precedentes reivin-
dicaciones, en que la o cada celda de sedimentación com-
prende un recipiente impermeable a la luz, obturado, en
30 que se lleva a cabo el análisis, una pluralidad de emiso-

res de luz distanciados dispuestos a lo largo del lado del recipiente y susceptibles de funcionar para dirigir luz a través del interior del recipiente, y para cada emisor de luz, un correspondiente detector de luz dispuesto para recibir luz desde su emisor de luz a través del interior del recipiente.

11ª.- Un dispositivo analizador de tamaños de partículas según la reivindicación 10ª, en que los emisores de luz comprenden una pluralidad de guías de luz, todas las cuales reciben luz desde un manantial común.

12ª.- Un dispositivo analizador de tamaños de partículas según la reivindicación 11ª, en que las guías de luz son fibras ópticas.

13ª.- Un dispositivo analizador de tamaños de partículas según una cualquiera de las reivindicaciones 10ª a 12ª, en que la celda de sedimentación es de sección transversal rectangular, y los emisores de luz y detectores de luz están colocados en lados paralelos opuestos respectivos.

14ª.- Un dispositivo analizador de tamaños de partículas según la reivindicación 13ª, en que la superficie interior de cada uno de dichos lados paralelos opuestos está revestida con un respectivo panel de vidrio, y en que las guías de luz terminan sobre la superficie exterior de su respectivo panel de vidrio.

15ª.- Un dispositivo analizador de tamaños de partículas según una cualquiera de las reivindicaciones 10ª a 14ª, en que la parte superior del recipiente es conformada y evacuada para impedir que sea atrapado aire en la parte superior del recipiente durante la operación de

análisis.

5 16ª.- Un dispositivo analizador de tamaños de partículas según la reivindicación 15ª, en que la pared superior del recipiente está formada con una pluralidad de pasajes que se abren dentro de la pared superior del recipiente, los cuales pasajes están en ángulo hacia arriba para alcanzar y formar una conducción de circulación de fluido común para la muestra.

10 17ª.- Un dispositivo analizador de tamaños de partículas según las reivindicaciones 3ª y 16ª, en que dicha conducción de circulación de fluido común es dicha segunda conducción de circulación de fluido.

15 18ª.- Un dispositivo analizador de tamaños de partículas según una cualquiera de las reivindicaciones 10ª a 17ª, en que la superficie interior inferior del recipiente es de forma esférica y tiene un pasaje para circulación de fluido que se abre dentro de él, sustancialmente en su punto central.

20 19ª.- Un dispositivo analizador de tamaños de partículas según las reivindicaciones 3ª y 18ª, en que dicho pasaje de circulación de fluido conduce directamente dentro de dicha primera conducción de circulación de fluido.

25 20ª.- Un dispositivo analizador de tamaños de partículas según una cualquiera de las reivindicaciones 10ª a 19ª, en que al menos una de las paredes del recipiente está hecha de material transparente, y el recipiente está encerrado en una caja a prueba de luz que tiene una puerta a prueba de luz colocada de manera tal que el
30 interior de la celda puede ser vigilado visualmente.

1 21ª.- Un dispositivo analizador de tamaños de
partículas según una cualquiera de las reivindicaciones
10ª a 20ª, en que cada emisor de luz es cubierto por un
5 respectivo disco de material opaco, teniendo cada disco
una rendija formada en él con el fin de permitir el paso
de luz a su través, siendo tal el tamaño de dicha rendija
que hace que la luz que incida sobre el correspondiente
detector de luz cubra un área justamente mayor que la su-
perficie sensible a la luz del detector.

10 22ª.- Un dispositivo analizador de tamaños de
partículas según una cualquiera de las precedentes reivin-
dicaciones, en que el recogedor secuencial de muestras com-
prende un sistema de alimentación de tornillo de Arquíme-
des encerrado en una tubería que se extiende dentro del in-
15 terior de la conducción que es portadora de material que ha
de ser analizado en forma de polvo.

20 23ª.- Un dispositivo analizador de tamaños de
partículas según la reivindicación 22ª, en que el sistema
de alimentación de tornillo puede ser invertido para lim-
piar el tornillo, una vez que haya sido recogida la mues-
tra.

24ª.- "UN DISPOSITIVO ANALIZADOR DE TAMAÑOS DE
PARTICULAS".

25 Tal y como se ha descrito en la Memoria que ante-
cede, representado en los dibujos que se acompañan, y para
los fines que se han especificado.

1

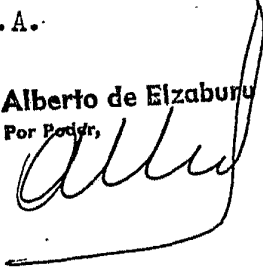
Esta Memoria consta de VEINTINUEVE hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 21 FEB. 1979

P. A.

5

Alberto de Elzaburu
Por Poder,



10

15

20

25

30

15029

VAL

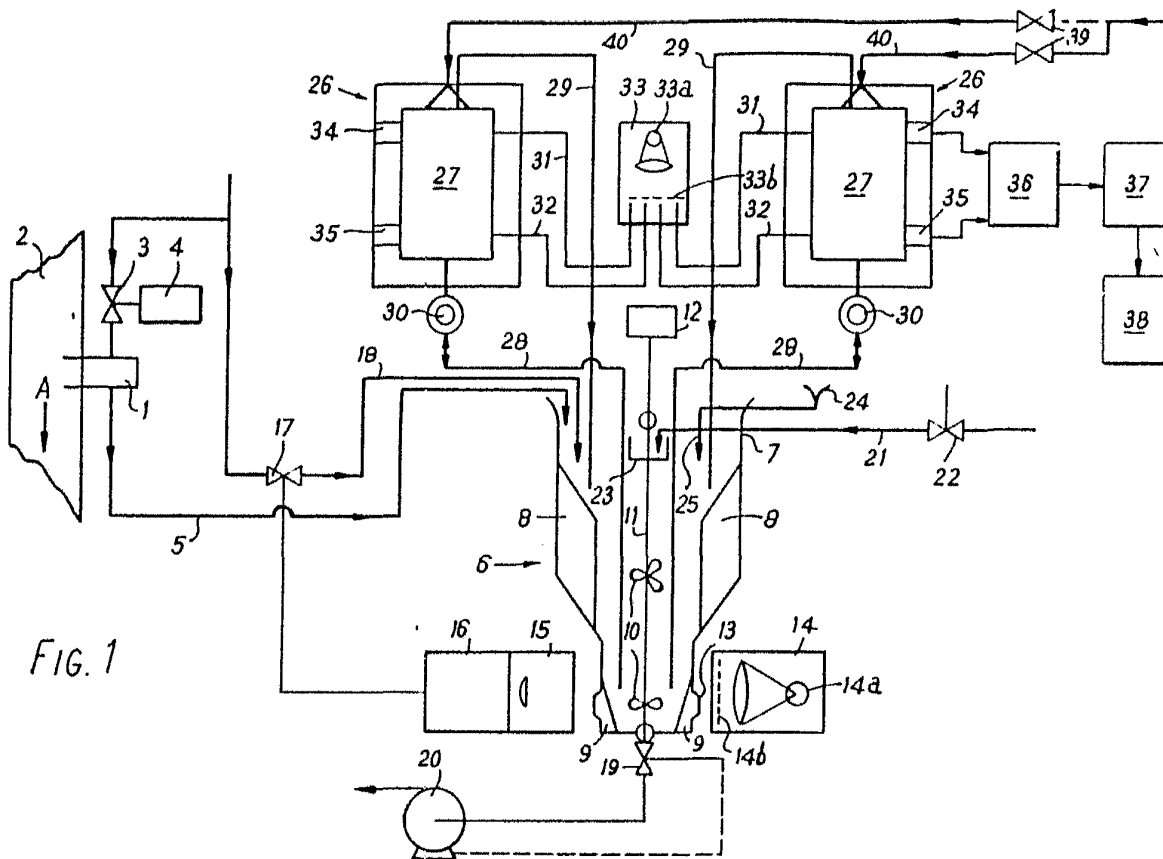
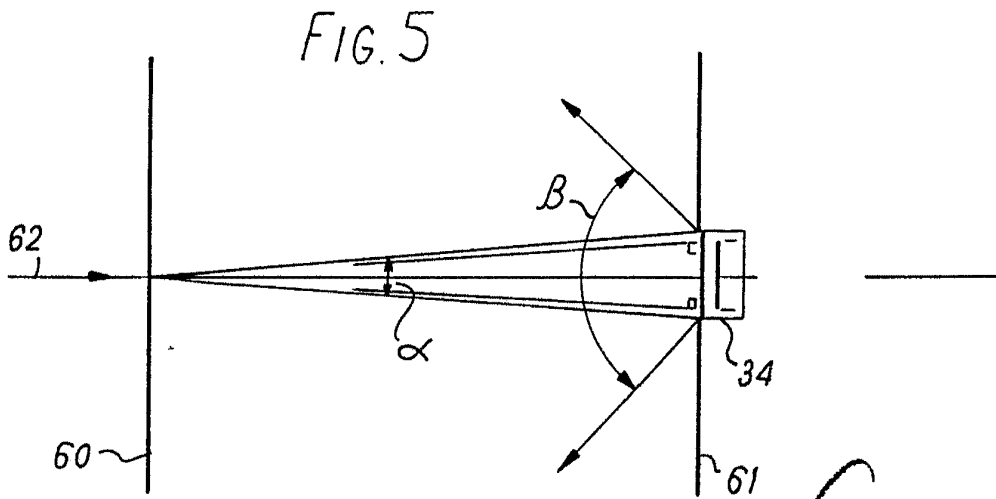
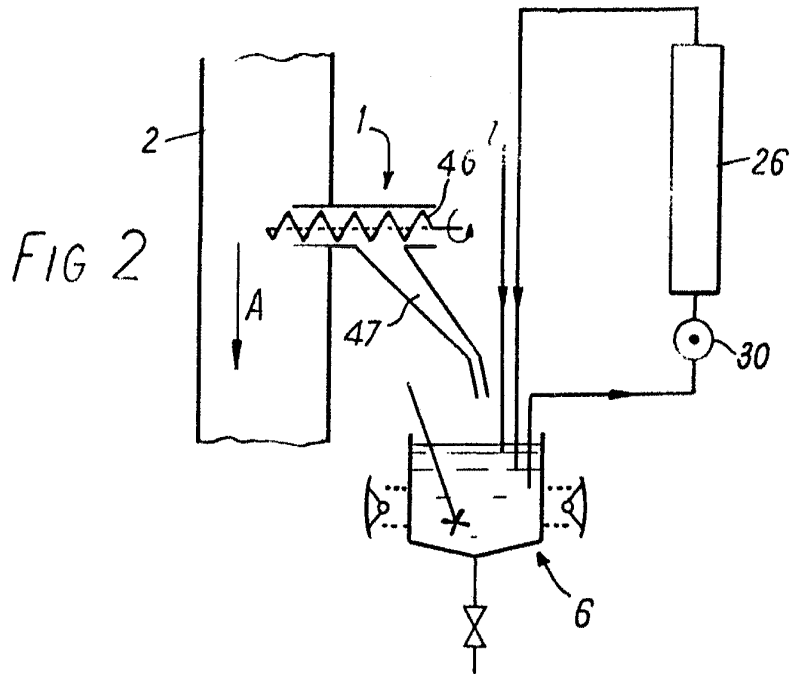


FIG. 1

Alberto de Elzaburo
For Patent



Alberto de E. ...
For Podes



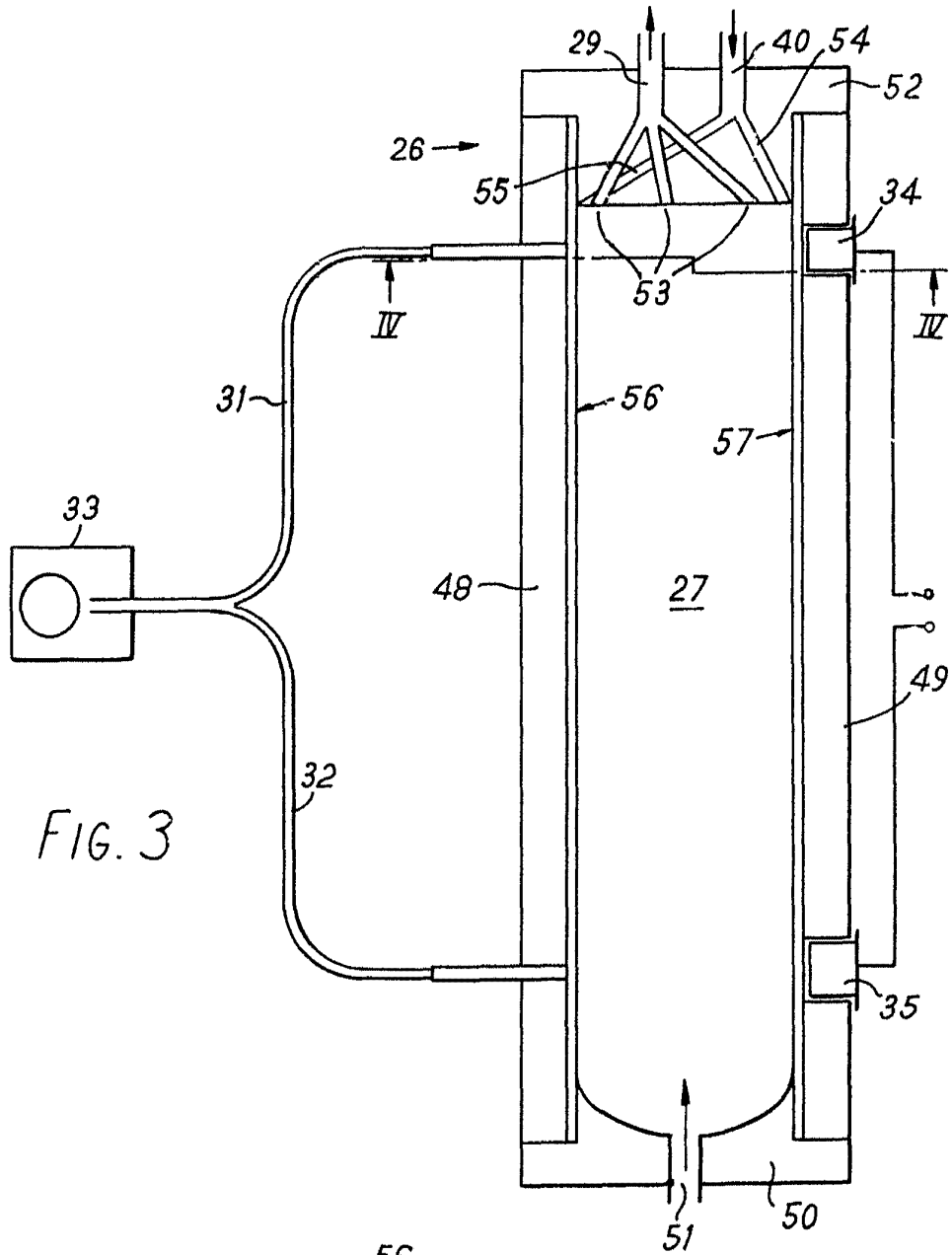


FIG. 3

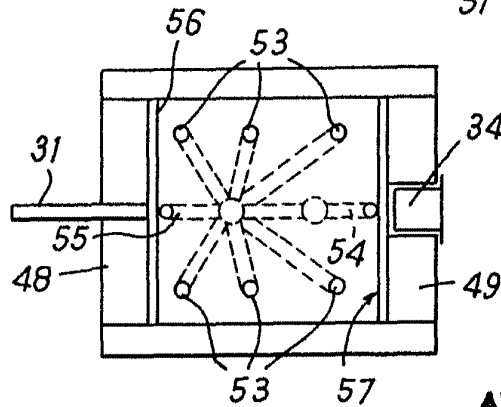
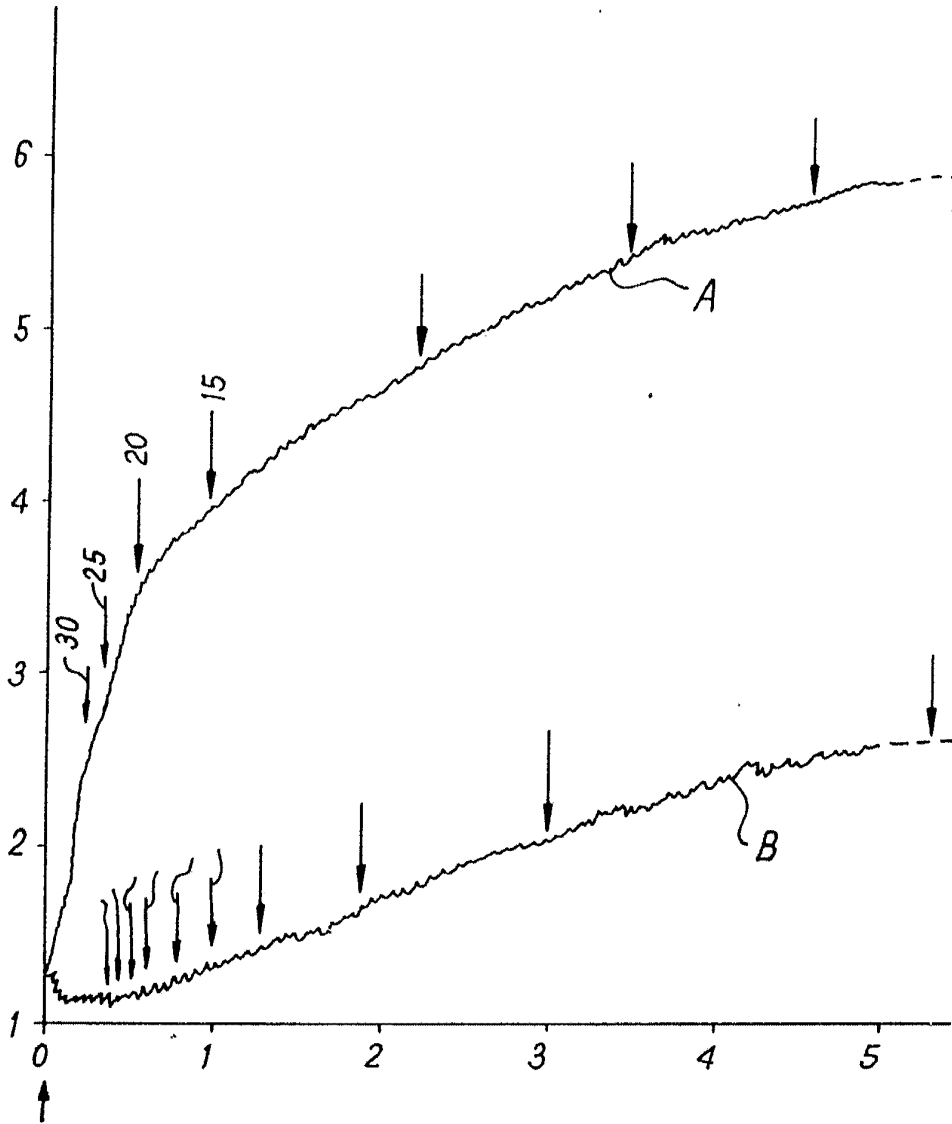


FIG. 4

Alberto de Elizaburu
Pot Podar

FIG. 6



Alberto de Elizuru
For Póder