

OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

① Número de publicación: **2 131 031**

② Número de solicitud: 009702518

⑤ Int. Cl.<sup>6</sup>: G01N 11/00  
G01N 7/00

⑫

PATENTE DE INVENCION

B1

⑫ Fecha de presentación: **26.11.1997**

⑬ Fecha de publicación de la solicitud: **01.07.1999**

Fecha de concesión: **20.01.2000**

⑮ Fecha de anuncio de la concesión: **01.03.2000**

⑮ Fecha de publicación del folleto de patente:  
**01.03.2000**

⑰ Titular/es: **UNIVERSIDAD DE SEVILLA**  
c/ Valparaíso, 5, 2ª planta  
41013 Sevilla, ES

⑱ Inventor/es: **Castellanos Mata, Antonio;**  
**Ramos Reyes, Antonio y**  
**Valverde Millán, José Manuel**

⑳ Agente: **No consta**

② Título: **Dispositivo y procedimiento para medir la cohesión de medios granulares finos.**

⑤ Resumen:

Dispositivo y procedimiento para medir la cohesión de medios granulares finos.

El objeto de la presente invención es un dispositivo automatizado para la medida de la cohesión de medios granulares finos (polvos). El aparato se basa en un procedimiento que usa de forma novedosa el asiento fluido, donde el medio granular primero se inicializa a un estado reproducible; el medio granular inicializado se consolida o desconsolida por medio de un flujo controlado de gas; el asiento de polvo consolidado/desconsolidado se somete entonces a un flujo de gas, dirigido de tal forma que el material granular se halle bajo tensión; la sobrepresión que causa la ruptura del asiento de polvo proporciona entonces una medida del esfuerzo tensil del material granular, que a su vez es una función de la consolidación y de la fracción de vacío. La determinación de estas tres propiedades interdependientes constituye una medida de la fluidez del material. La técnica inventada es de gran interés para la industria xerográfica como método de diagnóstico basado en las propiedades físicas fundamentales.

ES 2 131 031 B1

Aviso: Se puede realizar consulta prevista por el artº 37.3.8 LP.

## DESCRIPCION

**Título**

Dispositivo y procedimiento para medir la cohesión de medios granulares finos.

**Objeto de la invención**

El objeto de la presente invención es un dispositivo automatizado para la medida de la cohesión de medios granulares finos (polvos). El aparato se basa en un procedimiento que usa de forma novedosa el asiento fluido, donde el medio granular primero se inicializa a un estado reproducible, el medio granular inicializado se consolida o desconsolida por medio de un flujo controlado de gas, el asiento de polvo consolidado/desconsolidado se somete entonces a un flujo de gas, dirigido de tal forma que el material granular se halle bajo tensión, la sobrepresión que causa la ruptura del asiento de polvo proporciona entonces una medida del esfuerzo tensil del material granular, que a su vez es una función de la consolidación y de la fracción de vacío. La determinación de estas tres propiedades interdependientes constituye una medida de la fluidez del material. La técnica inventada es de gran interés para la industria xerográfica como método de diagnóstico basado en las propiedades físicas fundamentales.

**Informe sobre el estado de la técnica**

Existen varias técnicas estándar para caracterizar la fluidez de los materiales granulares. Dichas técnicas se dividen en dos grupos. Existen una serie de técnicas en las cuales se evalúa la fluidez del polvo por medio de la facilidad de su transporte a través de diversos dispositivos estándar (*grupo I*). En el otro grupo de técnicas se encuentran aquellas en las que se trata de obtener propiedades físicas fundamentales del material en función de las cuales se encuentra el grado de fluidez del polvo (*grupo II*).

**Grupo I:**

Una técnica consiste en medir el tiempo transcurrido en el que una determinada masa de material se descarga de una tolva (Book of ASTM Standards, Part 9, *American Society for Testing and Materials*, Philadelphia, 1978, 45). Esta técnica se usa sobre todo para testear polvos metálicos. Para polvos que fluyen con dificultad, se hace vibrar la tolva con el objeto de facilitar el flujo (D.A. Hall y J.G. Cutress, The effect of fines content, moisture and added oil on the handling of small coal, *J. Inst. Fuel*, **33**, 1960, 63-72). En esta técnica, las vibraciones inducidas pueden provocar la compactación del polvo. Otra técnica consiste en colocar en sentido vertical una serie de discos con un agujero central cuyo diámetro se va reduciendo progresivamente. El procedimiento consiste en hacer descargar el material a través de los discos. El diámetro del menor orificio a través del cual pasa la muestra tres veces consecutivas se toma como el índice de fluidez del material. En el test de Hosokawa (técnica que en la actualidad se usa en la industria xerográfica para clasificar la fluidez de los tóners experimentales), se coloca en sentido vertical una serie de cribas de tamaño de malla variable. Se hace vibrar la serie de cribas y la cantidad relativa de polvo que atraviesa cada criba da una medida de la fluidez del tóner. En general, las técnicas descritas tienen un

grave problema consistente en la inicialización de la muestra del material. La naturaleza granular y cohesiva de los polvos finos hace que en cualquier situación las tensiones internas en el material no posean una distribución uniforme. Esta distribución depende en gran medida de la historia del material, de manera que es difícil conseguir que la muestra se encuentre en un estado inicial reproducible. Por otro lado, se sabe que la fluidez de los polvos finos se encuentra muy afectada por la humedad del gas ambiente. Otro gran inconveniente es que los resultados no sólo dependen de las propiedades físicas propias del material sino también del diseño y las características del dispositivo. De este modo, las medidas sólo proporcionan una medida relativa de la fluidez del polvo. Más aún, el test de Hosokawa, por ejemplo, es conocido por ser muy sensible a la persona que lo maneja que necesita de un entrenamiento específico para poder manejar el aparato con cierta garantía. Existe por tanto necesidad de una técnica más robusta independiente del experimentador. La caracterización de la fluidez del polvo es más apropiada a través de la medida directa de algunas de sus propiedades físicas.

**Grupo II:**

Una propiedad sugerida para caracterizar la fluidez del material granular es su ángulo de reposo (ISO 3435-1977 -E- *Classification and Symbolization of Bulk Materials*). No obstante, esta propiedad no se encuentra bien definida en los materiales granulares cohesivos ya que depende de la masa escogida de material (es bien sabido que bloques muy pequeños de polvos cohesivos pueden formar ángulos de 90°). El tamaño medio de las partículas del material se encuentra correlacionado con su grado de cohesión y por tanto con la facilidad con la que fluyen. Sin embargo, se conoce que el uso de aditivos puede alterar sustancialmente la fluidez del material mediante la modificación de las propiedades mecánicas de las partículas como su dureza o su energía de adhesión (J.M. Valverde, A. Ramos, A. Castellanos y P.K. Watson, Tensile strength and void fraction as functions of consolidation stress for a set of xerographic toners, *Powders and Grains 97*, Balkema, Rotterdam, 1997) que juegan un papel decisivo en la fluidez del medio. La razón de Hausner dada por el cociente entre la densidad del polvo compactado (por medio de vibración) y su densidad en el estado de fluidización es una característica muy útil del material relacionada con su fluidez (L. Svarovsky, *Powder Testing Guide*, Elsevier, New York, 1987). La compresibilidad del material, según Svarovski y Carr (R.L. Carr, Chap. 2, *Gas-Solids Handling in Process Industries*, Marcel Dekker, NY, 1976), se encuentra también directamente relacionada con la fluidez del material.

La celda de Jenike permite estimar el ángulo de fricción del material. Sin embargo no son accesibles los estados de baja consolidación y es un problema el que la muestra se encuentre en un estado inicial reproducible. En la celda de separación puede medirse la adhesión del polvo pero se hace difícil lograr una consolidación homogénea y controlada.

La fluidez del medio granular está asociada a

las fuerzas de cohesión entre partículas, que dependen fuertemente del grado de compactación del material. Nuestro objetivo final es obtener el esfuerzo tensil y la densidad del material en función de su estado de consolidación. De este modo, el logro de un estado de consolidación controlado y reproducible es vital para nuestro propósito. Aunque hasta el momento existen diversas formas de consolidar la muestra, ninguna se ajusta a nuestras necesidades:

a.- Consolidación por pistón es difícil controlar el régimen de baja consolidación.

b.- Consolidación por centrifugación: Se ha usado para un rango limitado de esfuerzos de consolidación pero está restringida a este rango de esfuerzos y no se presta al concepto de automatización que requerimos.

c.- Consolidación por masa variable en el asiento (J.M. Valverde, A. Ramos, A. Castellanos y P.K. Watson, Tensile strength and void fraction as functions of consolidation stress for a set of xerographic toners, *Powders and Grains 97*, Balkema, Rotterdam, 1997). Se ha usado en un rango limitado de esfuerzos de consolidación, pero está restringida a este rango y, además, tampoco se presta a la automatización.

Existe una necesidad urgente de un aparato o una técnica para medir las propiedades cohesivas de los materiales granulares finos tales como los toners xerográficos, cuyas propiedades de fluidez son de importancia tecnológica;

#### Descripción general de la invención

La presente invención se refiere a un dispositivo, y al procedimiento utilizado en éste, para medir la cohesión de medios granulares finos. El dispositivo usa un flujo de gas (directo o inverso), controlado por ordenador, como agente compactador y descompactador del polvo para variar el estado de consolidación por medio de válvulas controladas y coordinadas.

El procedimiento tiene vanas etapas una primera en la que se inicializa el medio granular a un estado reproducible, una segunda en la que el medio granular inicializado se consolida o desconsolida por medio de un flujo controlado de gas, y por último, el asiento de polvo consolidado/desconsolidado se somete a un flujo de gas, dirigido de tal forma que el material granular se halle bajo tensión. La sobrepresión causa la ruptura del asiento de polvo proporcionando una medida de esfuerzo tensil del material granular, lo cual, unido a la medida del esfuerzo de consolidación y a la fracción de vacío, nos permite medir la fluidez del material.

#### Explicación de las figuras

Figura 1: Esquema del dispositivo mediante el que puede obtenerse el diagrama de estado de polvos finos.

- MFC: Controlador del flujo de gas.
- N<sub>2</sub>: Tanque de nitrógeno seco comprimido.
- Δp: Manómetro
- B: Cilindro donde se encuentra el polvo asentado.

- v E1: Válvula que permanece abierta en los procesos de descompresión y ruptura y cerrada en la compresión.

- v E2: Válvula que permanece abierta en el proceso de compresión y cerrada en los procesos de descompresión y ruptura.

- v C1: Válvula que permanece abierta durante la compresión y cerrada en los procesos de descompresión y ruptura.

- v C2: Válvula que permanece abierta en los procesos de descompresión y ruptura y cerrada durante la compresión.

- S: Aparato emisor de ultrasonido.

- A: Agitador mecánico que se coloca en la base del asiento.

- C: Ordenador.

Figura 2: Valores medios de la fracción de vacío ( $\epsilon$ ), esfuerzo de consolidación y esfuerzo tensil (diagrama de estado de cizalla) de una serie de toners experimental diferenciados en el tamaño medio de sus partículas.

#### Descripción detallada de la invención

El dispositivo (figura 1) consta de un controlador del gas fluido (MFC), un tanque de nitrógeno seco comprimido (N<sub>2</sub>), un manómetro que mide la diferencia de presión entre el gas que pasa por el circuito y la presión atmosférica ( $\Delta p$ ), un asiento cilíndrico (B) donde se encuentra el polvo asentado sobre un filtro que puede ser de cerámica o metal, una serie de válvulas que permanecen abiertas en los procesos de descompresión y ruptura y cerradas en el proceso de compresión (v E1 y v C2), otras válvulas que permanecen abiertas en los procesos de compresión y cerradas en los procesos de descompresión y ruptura (v E2 y v C1), un aparato emisor de ultrasonido que se utiliza para medir la altura del asiento de polvo (S), un aparato mecánico que se coloca en la base del asiento para agitarlo con el objetivo de favorecer la fluidización (A), un ordenador (C) que controla automáticamente las válvulas, el controlador de flujo, el medidor de presión, el emisor de ultrasonido y el agitador mecánico. La coordinación de todos estos elementos para llevar a cabo los ciclos de compresión/descompresión se realiza por medio de tarjetas de adquisición de datos y de un programa que ha sido creado al efecto.

La novedad del dispositivo está en la utilización de un asiento fluido en una secuencia novedosa de operaciones como pueden verse a continuación:

##### 1.- Inicialización:

Los materiales granulares finos y cohesivos tienden en general a empaquetarse de una forma muy heterogénea con regiones más empaquetadas y otras regiones con estructuras más abiertas, claramente, tales polvos son difíciles de caracterizar. Así pues, nuestro primer paso es llevar el material granular a un estado reproducible de consolidación, y esto se realiza por medio del asiento fluido del siguiente modo se somete al polvo a un flujo de gas controlado, y alcanzada una velocidad crítica del flujo, el asiento llega a fluidizarse.

En el caso de polvos altamente cohesivos es necesario vibrar el asiento para romper los canales, burbujas, etc. (La incorporación de un vibrador accionado automáticamente permitirá medir la razón de Hausner del material correlacionada con su fluidez).

Cuando se fluidiza, el estado del material granular es homogéneo, de tal forma que pierde toda memoria de su estado heterogéneo inicial. Si el flujo de gas y las vibraciones se cortan, entonces el polvo fluidizado se deposita en un estado reproducible (el polvo no es perfectamente uniforme ya que el fondo del asiento está algo más consolidado que el material en la parte superior, pero esto no es importante pues es el material en el fondo del asiento al que conciernen las medidas).

#### 2.- Consolidación/Desconsolidación:

Las fuerzas cohesivas en los materiales granulares se incrementan con el esfuerzo de consolidación. En el caso de materiales granulares finos, tales como los *toners* xerográficos, medidas de esfuerzos de consolidación de unos pocos Pascales son difíciles de hacer. Sin embargo, tales fuerzas son típicas de aquellas que existen en las capas delgadas de polvos que se encuentran en la práctica xerográfica, y en muchos otros procesos.

Después de estas investigaciones, reconociendo la necesidad de automatización, inventamos el siguiente método de consolidar el polvo siguiendo el paso de inicialización descrito anteriormente. En este proceso novedoso, tomamos el lecho fluido e invertimos el flujo de gas. En este paso de consolidación, el esfuerzo de consolidación en el fondo del asiento se obtiene sumando la caída de presión a través de la capa de polvo y el peso por unidad de área del polvo inicializado. Esta técnica de flujo inverso nos permite cubrir un rango de consolidaciones desde unos cientos Pascales hasta 2500 Pascales. Con una instrumentación mejorada se podrían alcanzar más altas consolidaciones.

Si tras la fluidización mantenemos un flujo de gas directo determinado, manteniendo la masa de material granular fija, podemos obtener valores del esfuerzo de consolidación menores que el peso por unidad de área. Por medio de este paso de desconsolidación somos capaces de cubrir un rango de esfuerzos de cien Pascales bajando hasta diez Pascales. Con instrumentos mejorados esperamos poder alcanzar un valor más bajo límite de un Pascal para el esfuerzo de consolidación.

Por medio de una técnica de pulso acústico podemos medir la altura del asiento fluido correspondiente a un valor dado del esfuerzo de consolidación. Esto nos permite calcular el promedio de la fracción de vacío del polvo consolidado o desconsolidado, lo que es una medida muy útil para caracterizar el polvo: primero, materiales granulares con partículas de gran tamaño y baja cohesión se empaquetan bastante, en realidad pueden alcanzar el límite de apilamiento aleatorio, fracción de vacío del orden de 0.45; por el contrario, materiales granulares con partículas de pequeño tamaño y alta cohesión se empaquetan en estructuras abiertas y pueden acercarse al límite

de agregación balístico, donde la fracción de vacío es de 0.85.

#### 3.- Medidas del Esfuerzo Tensil:

Posteriormente a la etapa de consolidación/desconsolidación se dirige un flujo de gas hacia arriba a través del asiento. El flujo de gas se incrementa cuasiestáticamente de tal modo que la caída de presión a través del asiento aumenta linealmente con la velocidad del gas. En el punto donde la velocidad del gas es tal que la caída de presión, a través del asiento, equilibra el peso de la muestra de polvo por unidad de área, un material granular no cohesivo llegaría a fluidizarse (esto se conoce como el punto de mínima velocidad de fluidización). En la práctica, todos los materiales granulares presentan algún grado de cohesión, y así la caída de presión a través del asiento continúa creciendo para un flujo de gas por encima de  $U_{mf}$ . Nótese que por encima, de este punto el flujo de gas somete al material granular a un estado de tensión, y a medida que la tensión en el polvo crece se alcanza un punto en el cual el polvo se rompe bajo tensión y llega a fluidizarse. Esta velocidad del flujo se conoce como velocidad de comienzo de fluidización, y la tensión máxima a la que el polvo se encuentra a esta velocidad define el esfuerzo tensil del polvo  $\sigma_t$ . Este esfuerzo tensil es una función creciente del esfuerzo de consolidación. Los materiales granulares de baja cohesión muestran valores bajos del esfuerzo tensil mientras que materiales granulares de alta cohesión muestran valores relativamente altos del esfuerzo tensil.

Desde el punto de vista de la comprensión del comportamiento del medio granular, es útil combinar los datos del diagrama de consolidación con los datos del esfuerzo tensil. Juntos forman lo que se conoce como el Diagrama de Estado para Cizalla Cero, como se muestra en la figura 2. Este diagrama proporciona las interrelaciones entre el esfuerzo de consolidación, la fracción de vacío, y el esfuerzo tensil, es probablemente el mejor modo de mostrar cómo estas tres variables están relacionadas y así caracterizar el polvo.

#### 4.- El medidor automático de la fluidez de polvos finos:

En vista de la utilidad de estos tipos de medidas es deseable automatizar el proceso, y hacerlo independiente del experimentador. El punto importante a tener en cuenta es que el proceso por nosotros expuesto está determinado por un flujo de gas, y que por medio de una serie de válvulas y controladores de flujo somos capaces de efectuar todo el proceso por medio de un ordenador. Las medidas, como son la velocidad del flujo de gas, la diferencia de presión, la altura del asiento y el control del flujo de gas, son accesibles para el mismo computador, y de estos conjuntos de medidas, los valores del esfuerzo de compresión, de la fracción de vacío, y del esfuerzo tensil, se calculan automáticamente.

Dos ingredientes son esenciales, el uso del flujo inverso como medio para consolidar el polvo, y el uso del aparato de ultrasonidos para medir la altura del asiento.

## REIVINDICACIONES

1. Dispositivo para medir la cohesión de medios granulares finos, **caracterizado** por el uso de un flujo de gas (directo o inverso), controlado por ordenador, como agente compactador y descompactador del polvo para variar el estado de consolidación por medio de válvulas controladas y coordinadas.

2. Dispositivo para medir la cohesión de medios granulares finos, según reivindicación 1, **caracterizado** por el uso de un emisor de ultrasonidos controlado por ordenador para medir la

fracción de vacío del material.

3. Dispositivo para medir la cohesión de medios granulares finos según reivindicaciones 1 y 2, **caracterizado** por el uso de un vibrador o agitador controlado por ordenador para favorecer la fluidización del polvo.

4. Procedimiento para medir la cohesión de medios granulares finos, utilizado en dispositivo descrito según reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado** por medir la fluidez del material a través de la interdependencia entre la medida del esfuerzo tensil, del esfuerzo de consolidación y la fracción de vacío.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

Figura 1

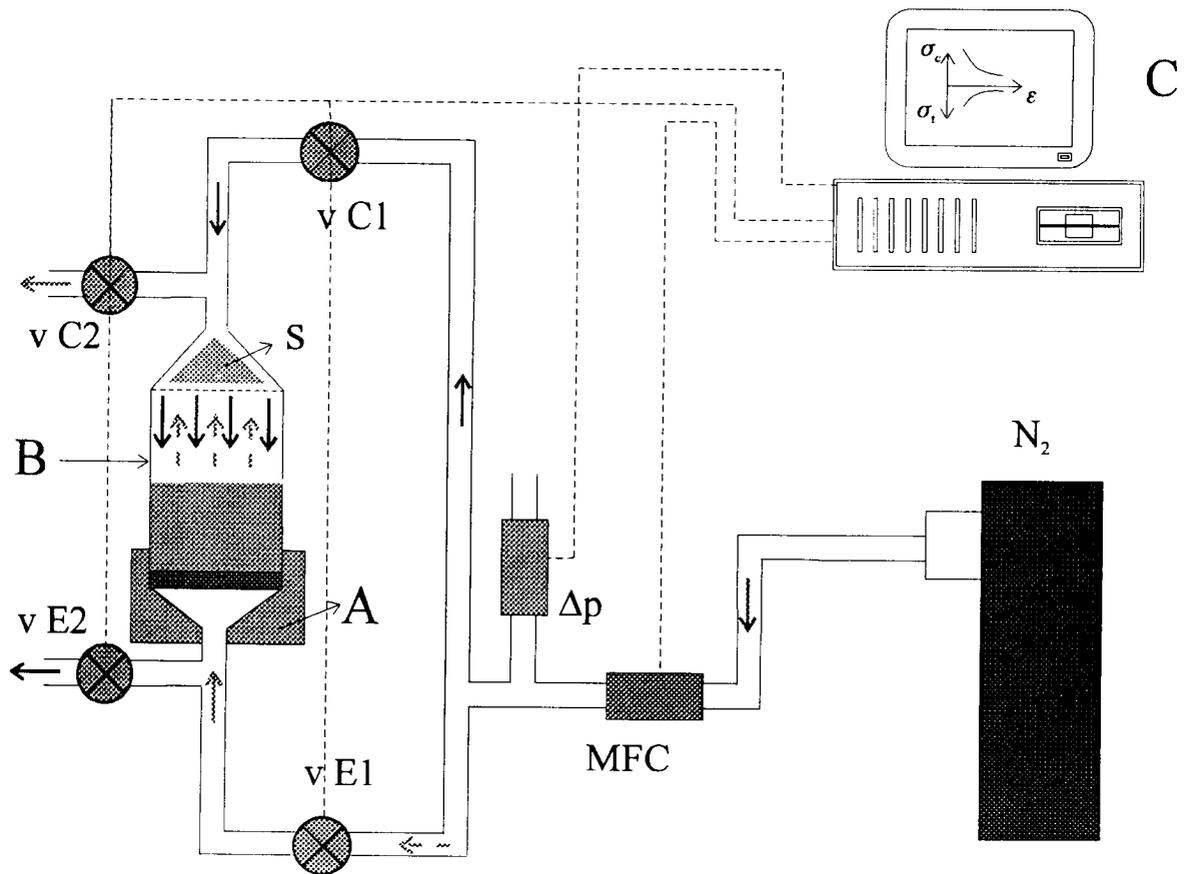
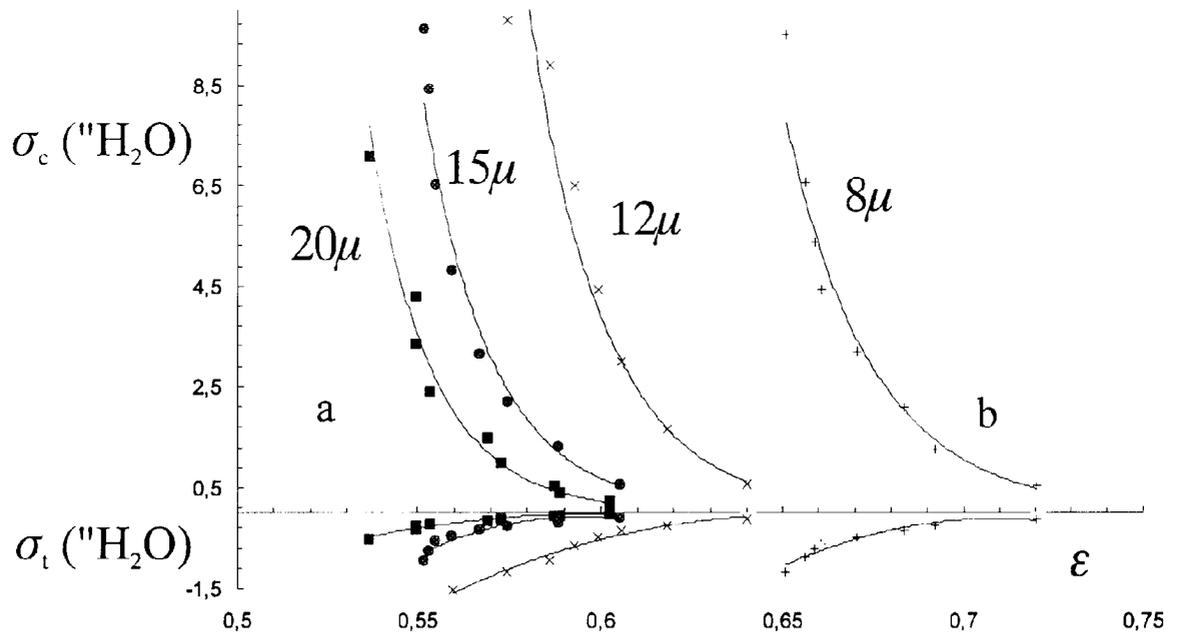


Figura 2





① ES 2 131 031

② N.º solicitud: 9702518

③ Fecha de presentación de la solicitud: 26.11.97

④ Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤ Int. Cl.<sup>6</sup>: G01N 11/00, 7/00

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN, Vol. 16, n° 85 (P-1319). 28 Febrero 1992, JP 03-269340 A (HOSOKAWA MICRON CORP.), resumen; figura.	1,4
A	DE 3701399 A (BRENNSTOFFINST FREIBERG) 27.08.1987, resumen; figura.	1-4
A	WO 9738297 A (AMHERST PROCESS INSTRUMENTS, INC.) 16.10.1997, página 12, línea 27 - página 13, línea 28.	1,4
A	WO 9515213 A (RIJKSUNIVERSITEIT GRONINGEN) 08.06.1995	
A	IGWE, GODWIN-JOSEPH I. Improved apparatus for measurement of specific surface areas of powders. Industrial & Engineering Chemistry Research. (Junio 1987) Vol. 26, n° 6, páginas 1254-1259.	

**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°:

**Fecha de realización del informe**

21.01.99

**Examinador**

F. Díaz Suero

**Página**

1/1