

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 492 240**

21 Número de solicitud: 201330311

51 Int. Cl.:

G01N 11/14 (2006.01)

12

PATENTE DE INVENCION

B1

22 Fecha de presentación:

05.03.2013

43 Fecha de publicación de la solicitud:

08.09.2014

Fecha de la concesión:

15.06.2015

45 Fecha de publicación de la concesión:

22.06.2015

73 Titular/es:

**CONSEJO SUPERIOR DE INVESTIGACIONES
CIENTÍFICAS (CSIC) (65.0%)**

Serrano, 117

28006 Madrid (Madrid) ES y

UNIVERSIDAD DE GRANADA (35.0%)

72 Inventor/es:

ELVIRA SEGURA, Luis;

MONTERO DE ESPINOSA FREIJO, Francisco;

RODRÍGUEZ LÓPEZ, Jaime y

DE VICENTE ÁLVAREZ-MANZANEDA, Juan

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

54 Título: **Método para la estimación del desalineamiento de placas en reómetros utilizando ultrasonidos**

57 Resumen:

El objeto de esta invención es una nueva técnica que permite medir el desalineamiento entre placas de un reómetro torsional por medio de ultrasonidos. El desalineamiento entre placas es detectado y cuantificado midiendo las variaciones del tiempo de vuelo de una onda acústica que atraviesa el espacio entre placas viajando por la muestra. La variación del tiempo de vuelo es proporcional a la variación del espesor de la muestra, y por lo tanto, a la variación de la distancia entre placas. La técnica también permite obtener la velocidad de propagación acústica de cualquier muestra, sin más que medir el tiempo de vuelo que invierte la onda ultrasónica en recorrer la distancia establecida entre placas para dos posiciones conocidas.

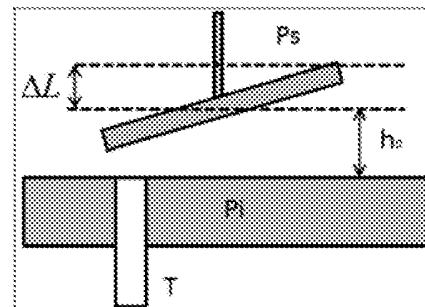


Fig. 1

ES 2 492 240 B1

DESCRIPCIÓN

Método para la estimación del desalineamiento de placas en reómetros utilizando ultrasonidos.

5

SECTOR DE LA TÉCNICA Y OBJETO DE LA INVENCION

El objeto de esta invención es una nueva técnica que permite medir el desalineamiento entre placas de un reómetro torsional por medio de ultrasonidos. El desalineamiento entre placas es detectado y cuantificado midiendo las variaciones del tiempo de vuelo de una onda acústica que atraviesa el espacio entre placas viajando por la muestra. La variación del tiempo de vuelo es proporcional a la variación del espesor de la muestra, y por lo tanto, a la variación de la distancia entre placas. La técnica también permite obtener la velocidad de propagación acústica de cualquier muestra, sin más que medir el tiempo de vuelo que invierte la onda ultrasónica en recorrer la distancia establecida entre placas para dos posiciones conocidas.

Esta técnica contribuye a la mejora de la medida en los sistemas actuales de caracterización reológica que son utilizados en el análisis de muestras utilizadas en un amplio rango de industrias tales como la automovilística, la farmacéutica, la química o la alimenticia. En particular, la mejora adquiere una especial relevancia al evaluar materiales a velocidades de deformación altas (del orden de 10^5 - 10^6 s⁻¹), pues este tipo de ensayo reométrico implica una distancia ente placas muy pequeña.

ESTADO DE LA TÉCNICA

La reometría en modo plato-plato es una técnica que, habitualmente, se emplea para la evaluación de las propiedades mecánicas de muchos materiales, y en especial, de aquellos que presentan altas viscosidades como son las emulsiones, suspensiones concentradas, vidrios o geles coloidales. Consiste en colocar la muestra entre dos discos -supuestamente- paralelos y separados una cierta distancia que determina el espesor final de la muestra. A continuación, se infieren las propiedades mecánicas a partir de la respuesta del material a sollicitaciones mecánicas preestablecidas.

Si bien, con este tipo de configuración, la respuesta mecánica del material no debe depender del espaciado entre las placas (supuestas paralelas), en la práctica, es bien conocido que la viscosidad, así medida, en las muestras, es menor cuanto menor es la distancia entre placas (Walters K 1975 Rheometry (London: Chapman and Hall Ltd.)). Esta dependencia con la distancia es más evidente al trabajar con distancias de separación del orden de la decena de micras. El error en la determinación de la viscosidad está asociado a la falta de concentricidad, a la presencia de rugosidades en las placas, a los efectos de bordes, al deslizamiento de las paredes y, en mayor medida, a la falta de paralelismo (Connelly R W and Greener J 1985 High shear viscometry with a rotantional parallel-disk device Journal of Rheology 29 209-26; Davies G A and Stokes J R 2005 On the gap error in parallel plate rheometry that arises from the presence of air when zeroing the gap Journal of Rheology 49 919-22; Andablo-Reyes E, Hidalgo-Alvarez R and de Vicente J 2010 A method for the estimation of the film thickness and plate tilt angle in thin film misaligned plate-plate rheometry Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics 165 1419-21; Andablo-Reyes E, Vicente J D and Hidalgo-Alvarez R 2011b On the nonparallelism effect in thin film plate-plate rheometry Journal of Rheology 55 981-6). Las placas de los reómetros comerciales habitualmente presentan un desajuste de paralelismo que generalmente oscila entre 1 y 100 micras referido al borde de la placa giratoria (Davies G A and Stokes J R 2008 Thin film and high shear rheology of multiphase complex fluids Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics 148 73-87).

5 Visto todo lo anterior, para medir de manera precisa la viscosidad cuando se usan distancias
pequeñas entre placas y/o velocidades de deformación altas, como es el caso de alimentos,
bebidas o productos de higiene bucal (de Vicente J, Stokes J R and Spikes H A 2005 The
frictional properties of Newtonian fluids in rolling - Sliding soft-EHL contact Tribology Letters
20 273-86) es importante para su aplicación que exista un alineamiento preciso de las
10 placas o, en su caso, un conocimiento preciso del error de paralelismo durante las medidas.
En los reómetros modernos existe la función de “auto cero”, que determina cuándo un punto
de la placa superior está en contacto con la placa inferior por conductividad eléctrica entre
las placas o por detección de fricción o fuerza normal. Esta puesta a cero mecánica de
autoajuste permite reducir el error de gap de forma notable (Davies G A and Stokes J R
2005 On the gap error in parallel plate rheometry that arises from the presence of air when
zeroing the gap Journal of Rheology 49 919-22) pero sin embargo, no aporta información
15 alguna del desalineamiento real entre placas.

En la actualidad existen diversas técnicas para detectar, y cuantificar la falta de paralelismo:
Un ejemplo es el referido en el trabajo de Pipe et al (Pipe C J, Majmudar T S and McKinley
G H 2008 High shear rate viscometry Rheologica Acta 47 621-42). En este caso se utilizan
20 cuñas de plástico estandarizadas de espesor conocido (13-25 micras), de modo que una vez
hecho el “auto cero” con el reómetro, se rellena el hueco libre entre placas con estas cuñas.
Este procedimiento es muy rudimentario de tal forma que la determinación del espacio entre
placas depende de la habilidad en la colocación de las cuñas y de la precisión en el espesor
de las mismas.

25 Andablo-Reyes et al (Andablo-Reyes E, Vicente J D and Hidalgo-Alvarez R 2011b On the
nonparallelism effect in thin film plate-plate rheometry Journal of Rheology 55 981-6)
propusieron un procedimiento para determinar la distancia real entre placas, así como el
ángulo de inclinación de la placa superior en el caso de un reómetro de configuración placa-
placa midiendo el par de fuerzas y la fuerza normal que actúa sobre las placas cuando se
30 aplica una rampa de esfuerzo de cizalla a un fluido Newtoniano de viscosidad conocida.
Resolviendo la ecuación de Reynolds, se obtiene una expresión en la que el
desalineamiento depende de la viscosidad del fluido, el par de fuerzas, la fuerza normal y la
velocidad angular de rotación. En la práctica, para poder aplicar este método es necesario
disponer de un fluido -perfectamente- Newtoniano (y de viscosidad conocida) y de un
35 reómetro capaz de medir fuerzas normales al tiempo que se lleva a cabo el ensayo de
cizalla por lo que la aplicabilidad del mismo se ve reducida.

En la práctica, los técnicos de reómetros comerciales modernos emplean técnicas rutinarias
y de fácil implementación para determinar la falta de alineamiento en sus geometrías. La
40 más comúnmente empleada involucra el uso de diales de posición que se colocan sobre el
filo del plato dinámico durante varias oscilaciones. También destaca el uso de técnicas de
deflexión de haz láser sobre la superficie de los platos.

Los sistemas de medida de espesores y distancias mediante técnicas ultrasónicas son muy
45 habituales en la industria. Estos sistemas se basan normalmente en la medida del tiempo
que invierten determinados pulsos ultrasónicos emitidos por un transductor en recorrer la
distancia entre el mismo y una superficie reflectora. Las aplicaciones de esta técnica están
bien descritas en la documentación científica y técnica (Lynnworth L C 1975 Industrial
50 applications of ultrasound. A review. II. Measurements, tests, and process control using low
intensity ultrasound IEEE Transactions on Sonics and Ultrasonics 54-22 71-101). En
general, son sistemas robustos que pueden trabajar en todo tipo de ambientes, no son
invasivos y se pueden adaptar de forma sencilla a otros dispositivos. Además, con ellos se
puede medir en tiempo real.

DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

Constituye un objeto de la presente invención un procedimiento ultrasónico para la determinación del desalineamiento entre placas en un reómetro torsional, que comprende las siguientes etapas:

- 5
- a) acoplamiento de un transductor ultrasónico a la placa inferior de un reómetro torsional con geometría de placas paralelas o cono-placa paralelas,
- 10 b) introducción de una muestra de material cuya velocidad de propagación del sonido sea conocida entre las placas del reómetro ajustadas en la etapa anterior, manteniendo la temperatura constante,
- 15 c) ajuste de las placas del reómetro a una distancia, definida en función de la muestra, comprendida entre 0.2 y 1 mm,
- 20 d) comienzo de la emisión por el transductor de ondas ultrasónicas longitudinales en un intervalo de frecuencias comprendido entre 0.1 y 20 MHz, produciéndose la propagación de la onda ultrasónica a lo largo de la muestra hasta reflejarse en la placa superior del reómetro y recibiendo la onda mecánica reflejada de nuevo en el transductor que la transforma en una onda eléctrica, la cual es capturada por medio de un sistema de adquisición de señales eléctricas,
- 25 e) rotación de la placa superior del reómetro a una velocidad comprendida entre 0.5 rpm y 6 rpm en modo simultáneo con la adquisición de señales ultrasónicas recibidas por el transductor durante un periodo de tiempo comprendido entre 2 minutos y 10 minutos,
- 30 f) procesamiento de las señales recibidas por el transductor para obtener los valores de tiempo de vuelo (TOF) a medida que la placa superior gira y determinación del desalineamiento, ΔL , mediante la fórmula: $\Delta L = c\Delta(TOF)$, donde c es la velocidad de propagación y $\Delta(TOF)$ las variaciones del tiempo de vuelo.

35 El transductor puede encontrarse en diferentes configuraciones respecto al reómetro, puede encontrarse acoplado a la parte inferior de la placa inferior del reómetro -actuando la placa del reómetro como una línea de retardo entre la superficie del transductor y la muestra de estudio- o insertado en la propia placa quedando exactamente al nivel de la superficie de dicha placa inferior de tal modo que esté en contacto directo con la muestra de estudio.

40 El material con velocidad de propagación conocida, puede ser una muestra estándar como por ejemplo aceites de silicona cuyas propiedades hayan sido medidas con anterioridad: velocidad de propagación 1001 m/s a 25°C y con una viscosidad de 487 mPa.s a 25°C. En este caso el procedimiento se puede ejecutar a temperatura controlada, preferentemente a 25°C y la placa superior del reómetro se hace girar a una velocidad de 1 rpm durante 10 min.

45 El procedimiento ultrasónico para la determinación del desalineamiento entre placas de un reómetro torsional adicionalmente puede utilizarse para determinar la velocidad de propagación de la muestra introducida en la etapa b) in situ mediante un paso intermedio

50 c') posterior a b) en el que se mide la variación en el tiempo de vuelo (ΔTOF) que invierte la onda ultrasónica en recorrer la distancia establecida entre placas para dos posiciones conocidas (L1 y L2) elegidas de tal manera que una posición (L2) sea ligeramente superior a

la posición que se va a elegir en c), y la segunda posición (L1) corresponda justamente con la distancia ajustada en c), procediéndose, una vez conocidas las dos distancias entre placas y el TOF a obtener la velocidad de propagación de cualquier muestra a través de la fórmula: $c = (L2 - L1) / \Delta(TOF)$.

5

d') Conocida la velocidad de propagación de la muestra y teniendo en cuenta que la distancia entre placas ha sido ajustada en c' se procede a la emisión por el transductor de ondas ultrasónicas longitudinales en un intervalo de frecuencias comprendido entre 0.1 y 20 MHz, produciéndose la propagación de la onda ultrasónica a lo largo de la muestra hasta reflejarse en la placa superior del reómetro y recibiendo la onda mecánica reflejada de nuevo en el transductor que la transforma en una onda eléctrica, la cual es capturada por medio de un sistema de adquisición de señales eléctricas,

10

e') rotación de la placa superior del reómetro a una velocidad comprendida entre 0.5 rpm y 6 rpm en modo simultáneo con la adquisición de señales ultrasónicas recibidas por el transductor durante un periodo de tiempo comprendido entre 2 minutos y 10 minutos,

15

f') procesamiento de las señales recibidas por el transductor para obtener los valores de tiempo de vuelo (TOF) a medida que la placa superior gira.

20

El procedimiento ultrasónico para la determinación del desalineamiento entre placas en un reómetro torsional puede utilizarse con un sistema automático de cálculo, para corregir el efecto del desalineamiento en las magnitudes reológicas que se midan.

25 DESCRIPCION DETALLADA DE LA INVENCION

Un reómetro torsional en geometría placa-placa consta de una placa dinámica, que rota, y que es la encargada de aplicar el esfuerzo o deformación de cizalla necesarios a la muestra, y de una placa estática que actúa como soporte de la muestra y que permite confinarla. La distancia entre las dos placas, que es controlada por el software del reómetro, será la que defina el espesor de la muestra.

30

Es bien conocido que el valor de la viscosidad que se mide con el reómetro en esa geometría es dependiente de la distancia de separación entre platos, en especial cuando se estudia en el régimen de altas velocidades de deformación y/o cuando esa distancia es muy pequeña. Esa dependencia de la viscosidad con el espesor de la muestra se asocia a diferentes errores entre los que destaca la falta de paralelismo entre placas. Si la distancia entre placas es grande, del orden de varios cientos de micras, este error pierde importancia, sin embargo, para espesores pequeños, esa desviación debe ser tenida en cuenta. En la figura 1 se muestra un esquema de la situación.

40

En esta invención se propone detectar y cuantificar el posible desalineamiento entre las placas durante el proceso de medida mediante la utilización de un sistema ultrasónico acoplado a un reómetro torsional en geometría de placas paralelas, siendo igualmente válido para una configuración cono-placa paralela. El esquema general de la electrónica usada en la técnica consiste en una etapa de generación de señales eléctricas de excitación del transductor, una etapa de recepción de los ecos recibidos por el transductor, y una etapa de adquisición y procesamiento de las señales para obtener, en tiempo real, el tiempo de vuelo (TOF). Dicho TOF –tiempo que tarda la onda ultrasónica en recorrer el espesor de una muestra– es proporcional al espesor de la muestra, y por lo tanto, a variaciones de la distancia entre placas. Si se programa el reómetro de tal manera que la placa dinámica rote a una velocidad constante y ésta presenta una falta de paralelismo, se producirá una

50

variación del espesor de la muestra que podrá ser detectado por variaciones cíclicas del TOF.

5 El método se aplica a reómetros torsionales en geometría de placas paralelas o cono-placa paralela. La placa superior es móvil y aplica el esfuerzo de cizalla a la muestra en cuestión. Por otro lado, la placa inferior es fija y permite mantener al material en la posición deseada. El sensor ultrasónico se acopla a la placa inferior del reómetro bien pegado a la base de la placa inferior, bien atravesándola. En este caso se puede realizar un orificio en dicha placa inferior del mismo tamaño que el diámetro del transductor. La posición del eje del transductor tiene que ser tal que la parte más externa del mismo coincida con el radio máximo de la placa superior del reómetro como se muestra en la figura 2.

10 Para el ensayo se debe de utilizar una muestra cuya velocidad de propagación del sonido sea conocida a la temperatura deseada. El espesor de la muestra queda determinado por la posición de la placa superior.

15 Es muy importante no introducir burbujas al cargar la muestra pues tiene una repercusión negativa en el TOF pudiendo alterar significativamente los resultados. Igualmente, es importante mantener la temperatura constante pues la velocidad de propagación es muy sensible a variaciones de temperatura.

20 Una vez que la muestra está cargada se programa la rotación de la placa superior a una velocidad de rotación baja, en torno a 1 rpm. De manera sincronizada se comienza la adquisición de las señales acústicas recibidas por el transductor. Dicho transductor está excitado por un pulso eléctrico cuya energía dependerá del material de estudio, siendo mayor cuanto más atenuante sea el medio. El transductor está conectado mediante un cable coaxial a la etapa electrónica de emisión-recepción.

25 La señal recibida por el transductor es procesada para obtener los valores de TOF a medida que la placa superior gira (Rodríguez-Lopez J, Elvira Segura L and Montero de Espinosa Freijo F 2012 Ultrasonic velocity and amplitude characterization of magnetorheological fluids under magnetic fields Journal of Magnetism and Magnetic Materials 324 222-30). A partir de dichos valores se puede obtener el desalineamiento a través de la sencilla fórmula que relaciona los cambios de TOF con los cambios en la distancia recorrida por la onda:

30 $\Delta L = c\Delta(TOF)$ donde ΔL es el desalineamiento, c es la velocidad de propagación y $\Delta(TOF)$ las variaciones del tiempo de vuelo.

35 También se puede utilizar cualquier muestra que se quiera caracterizar, pero realizando un paso previo en el que se mida el TOF que invierte la onda ultrasónica en recorrer la distancia establecida entre placas para dos posiciones conocidas. Conociendo las dos distancias entre placas y el TOF, se obtiene la velocidad de propagación de cualquier muestra.

40 La placa superior puede ser una placa plana o poseer otro tipo de configuración como puede ser la cónica.

45 Una vez conocido el desalineamiento, mediante un sistema automático de cálculo, se puede corregir el efecto del desalineamiento en las magnitudes reológicas que se midan.

DESCRIPCIÓN FIGURAS

Figura 1. Esquema de las placas del reómetro con desalineamiento. Ps, es la placa superior del reómetro que rota, mientras que Pi es la placa inferior estática. h_0 es la distancia que debería haber ente placas si no hubiese desalineamiento, ΔL .

Figura 2. Vista esquemática de planta de la posición de las placas del reómetro y el transductor. Ps es la placa superior del reómetro, Pi la placa inferior y T el transductor.

Figura 3: Esquema del montaje experimental utilizado para la determinación del desalineamiento de las placas de un reómetro con configuración de placas paralelas donde el transductor se acopla en un orificio a través del reómetro. M es la muestra de estudio, Ps es la placa superior del reómetro, Pi es la placa inferior del reómetro, T es el transductor que se ha acoplado a la placa inferior como emisor y receptor de ondas ultrasónicas. El transductor está conectado a un equipo electrónico (emisión-recepción, P), el cual emite pulsos eléctricos para generar el pulso ultrasónico y al mismo tiempo adquiere, filtra y amplifica la señal recibida por éste tras propagarse por la muestra. Dicha señal se envía y visualiza en el osciloscopio, O, y conectado a él se encuentra un ordenador, PC, para capturar, tratar y analizar las señales y guardar los resultados de dichos análisis.

Figura 4. Resultados en TOF y distancia en función del tiempo. Durante los primeros 10 minutos se hace rotar la placa superior a una velocidad de 1 rpm, mientras que durante los siguientes 270 segundos la rotación se detiene. Aparecen 10 oscilaciones, una cada minuto, claramente relacionadas con la rotación de la placa superior poniendo de manifiesto la falta de paralelismo de las placas. Al parar la rotación, se observa como las oscilaciones desaparecen manteniéndose constante la distancia a la que se encuentran las placas. Por tanto, se aprecia como el reómetro presenta un máximo desalineamiento de 5 micras. A es la distancia que oscila la muestra expresada en metros, B el TOF expresado en segundos, y C el tiempo que transcurre desde que comienza el ensayo. Para la representación de los puntos adquiridos se ha usado el comando (-.-).

MODO DE REALIZACIÓN DE LA INVENCION

Se ha utilizado un reómetro Anton Paar MCR 501 en una configuración de placas paralelas. La placa superior es de vidrio y tiene un diámetro de 43 mm. Se ha colocado, a 11.5 mm del centro de la placa inferior del reómetro, un transductor ultrasónico Doppler DL15P6T – Panametrics, USA- cuya frecuencia central de resonancia es de 15 MHz y con un ancho de banda del 70%. El espacio entre placas, y por lo tanto el espesor de la muestra, es de 300 micrómetros. Este montaje experimental se puede observar en la figura 3.

La muestra es un aceite de silicona de alta viscosidad, 487 mPa.s, cuya velocidad de propagación del sonido es conocida, 1001 ± 9 m/s a 25°C de temperatura.

Se hace rotar la placa superior del reómetro a una velocidad de 1 rpm durante 10 minutos, transcurrido ese tiempo se detiene la rotación durante 270 segundos. De manera simultánea, se adquieren las señales acústicas recibidas por el transductor cada 3 segundos. Durante todo el ensayo se mantiene la temperatura constante a 25 °C gracias a una célula Peltier.

En la figura 4 se muestran los resultados obtenidos. A es la distancia que oscila la muestra expresada en metros, B el TOF expresado en segundos, y C el tiempo que transcurre desde que comienza el ensayo. Desde el comienzo de las rotaciones hasta su finalización se observan 10 oscilaciones del TOF, una cada minuto, que están claramente correlacionadas con cada una de las vueltas de la placa superior del reómetro. Además, una vez finalizada

- las rotaciones programadas, se observa como el TOF deja de oscilar. Este comportamiento demuestra que cuando la placa no rota, el TOF, como era de esperar, se mantiene constante. Si durante el periodo de rotación el TOF se hubiese mantenido constante, significaría que las placas son perfectamente paralelas, sin embargo, se aprecia que
- 5 aparece un ciclo de variaciones de unos 5 ns cada minuto poniendo de relieve que aparece un desalineamiento de unas 5 micras –el TOF es proporcional a la variaciones del espesor de la muestra, siendo la constante de proporcionalidad la velocidad de propagación del sonido de la muestra– entre las placas.
 - 10 Esta técnica presenta la ventaja de que al ser un ensayo relativamente rápido se pueden realizar varias medidas y, por lo tanto, se puede disminuir el error al determinar el desalineamiento ya que se puede hacer estadística. En este caso se han realizado 10 medidas obteniéndose una falta de paralelismo máximo de $5 \pm 1 \mu\text{m}$.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento ultrasónico para la determinación del desalineamiento entre placas en un reómetro torsional, que comprende las siguientes etapas:

- 5 a) acoplamiento de un transductor ultrasónico a la placa inferior de un reómetro torsional con geometría de placas paralelas o cono-placa paralelas,
- b) introducción de una muestra de material cuya velocidad de propagación sea conocida entre las placas del reómetro manteniendo la temperatura constante,
- 10 c) ajuste de las placas del reómetro a una distancia, definida en función de la muestra, comprendida entre 0.2 y 1 mm,
- d) comienzo de la emisión por el transductor de ondas ultrasónicas longitudinales en un intervalo de frecuencias comprendido entre 0.1 y 20 MHz, produciéndose la propagación de la onda ultrasónica a través de la muestra hasta reflejarse en la placa superior del reómetro y recibiendo la onda mecánica reflejada de nuevo en el transductor que la transforma en una onda eléctrica, la cual es capturada por medio de un sistema de adquisición de señales eléctricas,
- 15 e) rotación de la placa superior del reómetro a una velocidad constante comprendida entre 0.5 rpm y 6 rpm en modo simultáneo con la adquisición de señales ultrasónicas recibidas por el transductor durante un periodo de tiempo comprendido entre 2 minutos y 10 minutos,
- 20 f) procesamiento de las señales recibidas por el transductor para obtener los valores de tiempo de vuelo (TOF) a medida que la placa superior gira y determinación del desalineamiento ΔL mediante la fórmula: $\Delta L = c\Delta(TOF)$, donde c es la velocidad de propagación y $\Delta(TOF)$ las variaciones del tiempo de vuelo.

25

2. Procedimiento ultrasónico para la determinación del desalineamiento entre placas en un reómetro torsional según la reivindicación 1 en el cual el acoplamiento se hace de forma que el transductor se encuentra acoplado a la parte inferior de la placa inferior del reómetro - actuando ésta como una línea de retardo entre la superficie del transductor y la muestra de estudio-

30

3. Procedimiento ultrasónico para la determinación del desalineamiento entre placas en un reómetro torsional según la reivindicación 1 en el cual el acoplamiento se hace de forma que el transductor se inserte en la propia placa quedando exactamente al nivel de la superficie de dicha placa inferior y en contacto con la muestra de estudio.

35

4. Procedimiento ultrasónico para la determinación del desalineamiento entre placas en un reómetro torsional según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el material con velocidad de propagación conocida, 1001 m/s a 25°C, es aceite de silicona con una viscosidad de 487 mPa.s a 25°C.

40

5. Procedimiento ultrasónico para la determinación del desalineamiento entre placas en un reómetro torsional según la reivindicación 4, caracterizado porque el procedimiento se ejecuta a temperatura constante de 25°C.

45

6. Procedimiento ultrasónico para la determinación del desalineamiento entre placas en un reómetro torsional según la reivindicación 5, caracterizado porque la placa superior del reómetro se hace girar a una velocidad de 1 r.p.m. durante 10 min.
- 5 7. Procedimiento ultrasónico para la determinación del desalineamiento entre placas en un reómetro torsional según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la velocidad de propagación de la muestra introducida en la etapa b) se determina in situ mediante un paso intermedio
- 10 c') posterior a b) en el que se mide la variación en el tiempo de vuelo (ΔTOF) que invierte la onda ultrasónica en recorrer la distancia establecida entre placas para dos posiciones conocidas (L1 y L2 elegidas de tal manera que una posición (L2) sea ligeramente superior a la posición que se va a elegir en c), y la segunda posición (L1) corresponda justamente con la distancia ajustada en c), procediéndose, una vez conocidas las dos distancias entre placas y el TOF a obtener la velocidad de propagación de cualquier muestra a través de la fórmula: $c = (L2 - L1) / \Delta(TOF)$.
- 15
- d') Conocida la velocidad de propagación de la muestra y teniendo en cuenta que la distancia entre placas ha sido ajustada en c' se procede a la emisión por el transductor de ondas ultrasónicas longitudinales en un intervalo de frecuencias comprendido entre 0.1 y 20 MHz, produciéndose la propagación de la onda ultrasónica a lo largo de la muestra hasta reflejarse en la placa superior del reómetro y recibiendo la onda mecánica reflejada de nuevo en el transductor que la transforma en una onda eléctrica, la cual es capturada por medio de un sistema de adquisición de señales eléctricas,
- 20
- e') rotación de la placa superior del reómetro a una velocidad comprendida entre 0.5 rpm y 6 rpm en modo simultáneo con la adquisición de señales ultrasónicas recibidas por el transductor durante un periodo de tiempo comprendido entre 2 minutos y 10 minutos,
- 25
- f') procesamiento de las señales recibidas por el transductor para obtener los valores de tiempo de vuelo (TOF) a medida que la placa superior gira.
- 30 8. Procedimiento ultrasónico para la determinación del desalineamiento entre placas en un reómetro torsional según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque mediante un sistema automático de cálculo, se corrige el efecto del desalineamiento en las magnitudes reológicas que se midan.

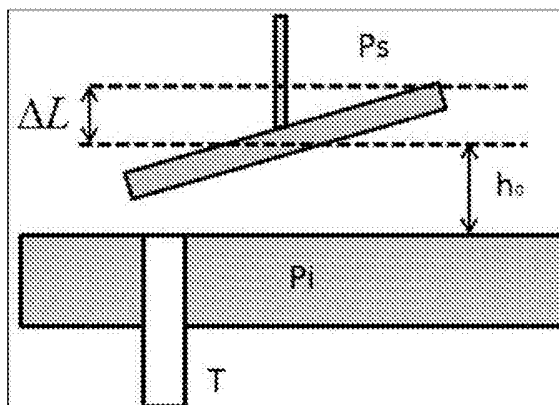


Fig. 1

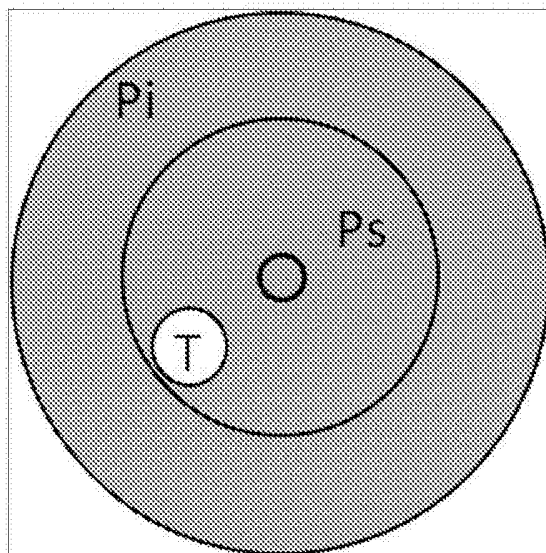


Fig. 2

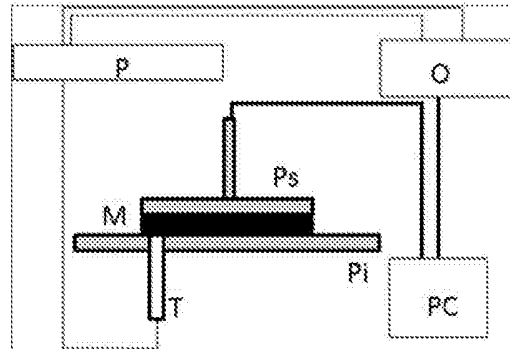


Fig. 3

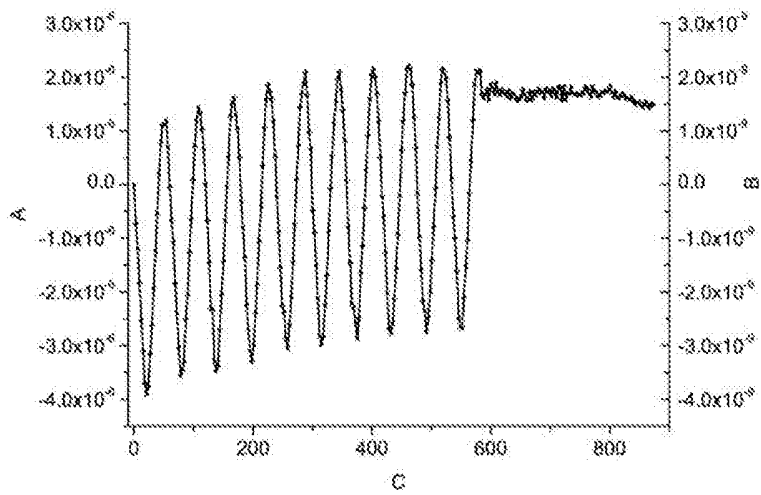


Fig. 4



21 N.º solicitud: 201330311

22 Fecha de presentación de la solicitud: 05.03.2013

32 Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

5 Int. Cl.: **G01N11/14** (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

| Categoría | 56 Documentos citados | Reivindicaciones afectadas |
|-----------|---|----------------------------|
| A | J RODRIGUEZ-LÓPEZ et al. "Measuring the yield stress in magnetorheological fluids using ultrasounds". Applied Physics Letters 102, 081907 (2013). Publicacion on line 01.03.2013. | 1-8 |
| A | E. ANDABLO-REYES et al. "A method for the estimation of the film thickness and plate tilt angle in thin film misaligned plate-plate rheometry". J. Non-Newtonian Fluid Mech. 165 (2010) 1419-1421 Octubre 2010. | 1-8 |
| A | G.A. DAVIES, J.R. STOKES. "Thin film and high shear rheology of multiphase complex fluids". J. Non-Newtonian Fluid Mech. vol.148 Isuess 1-3 (2008) 73-87. 17 Enero 2008. | 1-8 |
| A | US 2008034844 A1 (MANNEVILLE SEBASTIEN) 14.02.2008, párrafos [0002]-[0086]. | 1-8 |

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 nº:

Fecha de realización del informe
14.07.2014

Examinador
B. Tejedor Miralles

Página
1/4

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, bases de texto completo, NPL, internet

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 14.07.2014

Declaración

| | | |
|---|----------------------|-----------|
| Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986) | Reivindicaciones 1-8 | SI |
| | Reivindicaciones | NO |
| Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986) | Reivindicaciones 1-8 | 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.

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 | J RODRIGUEZ-LÓPEZ et al | 01.03.2013 |
| D02 | E. ANDABLO-REYES et al. | 01.10.2010 |
| D03 | G.A. DAVIES, J.R. STOKES. | 17.01.2008 |
| D04 | US 2008034844 A1 (MANNEVILLE SEBASTIEN) | 14.02.2008 |

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

Reivindicación 1:

Se considera como estado de la técnica más próximo al objeto de la invención el documento D01 (entre paréntesis las referencias al documento citado).

Este documento divulga un método para la caracterización reológica mediante un reómetro de placas utilizando ultrasonidos que comprende las etapas (D01: páginas 3-7) de:

- acoplamiento de un transductor ultrasónico a la placa inferior de un reómetro torsional con geometría de placas paralelas;
- introducción de una muestra de material cuya velocidad de propagación es conocida entre las placas del reómetro manteniendo la temperatura constante;
- ajuste de las placas del reómetro a una distancia definida en función de la muestra;
- comienzo de la emisión por el transductor de ondas ultrasónicas longitudinales;
- rotación de la placa superior del reómetro a una velocidad constante.

Se diferencia de la primera reivindicación en que no se describe el procesamiento de las señales recibidas por el transductor para obtener el tiempo de vuelo con objeto de determinar el desalineamiento de las placas. El efecto técnico que se consigue con esta etapa es determinar el desalineamiento entre placas en un reómetro torsional. El problema técnico a resolver es cómo cuantificar el error asociado a la falta de paralelismo entre placas en la determinación de la viscosidad.

No se ha encontrado en el estado de la técnica un procedimiento como el descrito que contenga todas las etapas reivindicadas. Por lo tanto, dicha reivindicación presenta novedad y actividad inventiva según los artículos 6.1 y 8.1 de la ley de patentes 11/1986.

Reivindicaciones dependientes:

En ninguno de los documentos citados, que reflejan el estado de la técnica anterior más próximo al objeto de la solicitud, se han encontrado presentes todas las características técnicas que se definen en la reivindicación 1. Asimismo, se considera que las características diferenciales no parecen derivarse de una manera evidente de ninguno de los documentos citados, ni de forma individual ni mediante una combinación evidente entre ellos. Por todo lo anterior, se concluye que las reivindicaciones 1 - 8 satisfarían los requisitos de novedad y actividad inventiva según los artículos 6.1 y 8.1 de la ley de patentes 11/1986.