



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 270 090**

51 Int. Cl.:
G01N 33/28 (2006.01)
G01N 27/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **03757419 .1**
86 Fecha de presentación : **06.06.2003**
87 Número de publicación de la solicitud: **1530719**
87 Fecha de publicación de la solicitud: **18.05.2005**

54 Título: **Método para analizar un fluido de trabajo usando espectroscopia de impedancia.**

30 Prioridad: **07.06.2002 US 387056 P**
15.05.2003 US 439156

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.04.2007

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.04.2007

73 Titular/es:
ExxonMobil Research and Engineering Company
1545 Route 22 East, P.O. Box 900
Annandale, New Jersey 08801-0900, US

72 Inventor/es: **Schilowitz, Alan, M.;**
Lira-Cantu, Monica M.;
Song, Limin y
Vann, Walter, D.

74 Agente: **Lehmann Novo, María Isabel**

ES 2 270 090 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

ES 2 270 090 T3

DESCRIPCIÓN

Método para analizar un fluido de trabajo usando espectroscopia de impedancia.

5 **Campo de la invención**

La presente invención concierne ampliamente a las mejoras en el análisis de las propiedades eléctricas de un fluido de trabajo, tal como un aceite lubricante. Más particularmente la invención concierne a la medición eléctrica en tiempo real, en línea, de la degradación del aceite lubricante.

10 **Antecedentes de la invención**

Los fluidos de trabajo, tal como los aceites lubricantes y los fluidos hidráulicos, son componentes importantes de una amplia variedad de sistemas mecánicos en los cuales ellos proporcionan una o más funciones tal como lubricar partes móviles, transferir fuerza o energía en el sistema mecánico, proteger partes contra el desgaste o incluso una combinación de éstas.

Estos fluidos típicamente consisten en un aceite base, hidrocarburo formulado con numerosos aditivos seleccionados para mejorar una o más características de funcionamiento del fluido.

Con el uso en el tiempo estos fluidos pueden contaminarse con las sustancias con las que entran en contacto, mediante el ingreso de sustancias extrañas en el sistema mecánico, por oxidación del aceite base y la descomposición química de los aditivos usados en los fluidos formulados. El resultado neto es un decrecimiento de las características de funcionamiento del fluido con el impacto negativo concomitante en el sistema mecánico que usa el fluido.

Por lo tanto, en muchos medios industriales el análisis de fluido regular por métodos comunes de laboratorio es un *modus operandus* estándar. Esto necesita correr una muestra del fluido y transportarlo, típicamente fuera del lugar, para el análisis. Este procedimiento normalmente toma al menos tres días enteros antes que el análisis requerido sea completado y un reporte pueda ser obtenido. Tal demora de tiempo es altamente indeseable.

El arte está repleto de métodos propuestos para la evaluación en línea de la calidad de los lubricantes, muchos de los cuales están basados en mediciones eléctricas, tal como la constante dieléctrica o impedancia del fluido, siendo tomadas las mediciones lo más frecuentemente en una, y algunas veces dos, frecuencias fijadas y discretas. La experiencia ha demostrado, sin embargo, que estos métodos no son completamente satisfactorios. Por ejemplo, en algunas frecuencias y a bajas temperaturas la propiedad eléctrica del fluido que es medida es insuficientemente sensible para dar una indicación confiable de la condición del fluido e incluso si fuera suficientemente sensible, la frecuencia seleccionada puede no necesariamente proporcionar una indicación precisa de la condición del lubricante. También, los alambres y otros componentes usados para hacer las mediciones eléctricas pueden producir efectos parásitos que oscurecen o distorsionan las propiedades eléctricas del fluido. Además, la mejor frecuencia para la sensibilidad óptima es altamente dependiente de las propiedades del fluido de trabajo y las mediciones típicamente tomadas a frecuencias fijadas y discretas no son optimizadas para un fluido de trabajo específico.

Adicionalmente, muchos fluidos de trabajo tienen conductividades extremadamente bajas. Por ejemplo, los aceites industriales típicamente tienen conductividades significativamente más bajas que los lubricantes para la máquina de combustión interna debido indudablemente a una mayor viscosidad y menores concentraciones de aditivo que los lubricantes industriales. Por consiguiente la capacidad para emplear mediciones eléctricas basadas en mediciones de frecuencia fijada para lubricantes de máquinas para determinar la calidad o condición de los aceites que tienen conductividades relativamente bajas tal como los aceites industriales es todavía problemático.

Un método para caracterizar los lubricantes, que usa la espectroscopia de impedancia y el ploteo de Nyquist, es descrito en el documento intermedio WO 02/065086. El documento EP1111383 divulga el uso de electrodos concéntricos para medir la impedancia de los lubricantes.

Un objeto de la presente invención es proporcionar un método para detectar el agotamiento de los aditivos de funcionamiento en un lubricante.

Otro objeto es proporcionar un método de medición eléctrica para determinar la condición de un aceite industrial de baja conductividad.

Aún otro objeto es mejorar la sensibilidad de la medición eléctrica para determinar la condición de los fluidos de trabajo.

Estos y otros objetivos resultarán aparentes a partir de la descripción que sigue.

65 **Breve descripción de los dibujos**

La Figura 1 es una ilustración esquemática de un dispositivo de medición para recoger datos de impedancia de acuerdo a la invención.

ES 2 270 090 T3

La Figura 2 es una ilustración esquemática de un sistema para el monitoreo de la condición de un fluido de trabajo de acuerdo a la invención.

Las Figuras 3 y 4 muestran la capacidad de generar curvas de Nyquist para aceites de baja conductividad a temperaturas por encima de 50°C.

Descripción detallada de la invención

La espectroscopia de electro-impedancia de CA (corriente alterna) es una técnica bien conocida. La misma involucra la imposición de señales de CA en un amplio rango de frecuencias a un material a ser analizado. La respuesta eléctrica a estas señales es determinada y por la aplicación de la teoría del circuito eléctrico es obtenida una descripción de las propiedades del material.

La presente invención emplea la espectroscopia de electro-impedancia de CA para determinar las condiciones de un fluido de trabajo. En efecto la presente invención es particularmente aplicable para determinar las condiciones de los aceites de baja conductividad. Los aceites de baja conductividad para los cuales la presente invención es particularmente aplicable son aquellos aceites no usados que tienen viscosidad cinemática a 100°C mayor que 15 cSt y contienen menos de alrededor de 3% en peso (base activa) de aditivos seleccionados de dispersantes, antioxidantes, detergentes, mejoradores del IV y agentes anti-desgaste. Así, un aspecto importante de la presente invención es la provisión de un método espectroscópico de electro-impedancia de CA para determinar la condición de los aceites industriales, especialmente en línea, es decir, cuando están contenidos en sistemas mecánicos, incluso cuando los sistemas están funcionando.

Un par de electrodos espaciados, tal como los electrodos cilíndricos, concéntricos 1 y 2 mostrados en la Figura 1, son colocados en un cuerpo del fluido de trabajo a ser analizado. El fluido de trabajo está dentro de un sistema mecánico, por ejemplo en un reservorio o depósito para aceite de un sistema mecánico (no mostrado), en un colector de entrega de aceite, o colector de derivación de un sistema mecánico (no mostrado tampoco) que requiere lubricación o uso de un fluido de trabajo.

Las dimensiones del electrodo, por supuesto, dependerán de su posicionamiento en el sistema mecánico y de la naturaleza del fluido de trabajo que es analizado. Para los lubricantes industriales, tal como aceites de máquina de papel, la longitud de los electrodos mostrados en la Figura 1 típicamente estará en el rango de entre alrededor de 0.5 cm a alrededor de 20 cm, el diámetro del electrodo exterior entre alrededor de 0.5 cm a alrededor de 4 cm y el intervalo entre el electrodo interior y exterior entre alrededor de 0.1 a 10 mm. Otras geometrías para los electrodos pueden ser empleadas, tal como platos paralelos planos, electrodos interdigitados planos grabados sobre un sustrato inerte y similar.

Colocar los electrodos en un fluido de trabajo contenido en un sistema mecánico permite el análisis en tiempo real, en línea, del fluido, es decir, la condición del fluido puede ser medida continuamente mientras es empleado en el sistema mecánico sin la necesidad de tomar una muestra del fluido del sistema para el análisis.

Una señal de CA es aplicada a un electrodo en una pluralidad de frecuencias, típicamente en más de tres frecuencias, por ejemplo desde 4 a 1000 frecuencias y preferiblemente desde 4 a 20 en un rango de desde 1 Hz a 3 MHz. La señal aplicada produce una salida eléctrica en el otro electrodo la cual es medida. Un dispositivo para aplicar la señal y medir la salida, es decir, un analizador de respuesta de frecuencia (FRA) es mostrado en forma de diagrama en la Figura 1 con el número de referencia 3. Tales analizadores de respuesta de frecuencia son dispositivos comercialmente disponibles y son usados para adquirir datos de impedancia dependientes de la frecuencia. Otro monitor de la impedancia del fluido es mostrado de manera esquemática en la Figura 2 donde 1 y 2 representan electrodos concéntricos sumergidos en un aceite 4. Un generador de función digital 5 genera una secuencia discreta predeterminada de señales y un convertidor digital a analógico 6 convierte la secuencia a un voltaje sinusoidal análogo de pequeña amplitud, V_n , y frecuencia, ω , y aplica el voltaje al electrodo externo 2. La señal aplicada produce una carga eléctrica en el electrodo interno 1. Un amplificador de carga 7 convierte la carga en un voltaje sinusoidal, V_{out} , en la misma frecuencia, ω . Las formas de ondas basadas en el tiempo de los voltajes de entrada y de salida son convertidos por un convertidor analógico a digital 8 y el dato resultante es adquirido y procesado por un procesador de datos 9.

En el procesador de datos 9, un analizador de respuesta de frecuencia digital es usado para obtener la función de transferencia compleja del voltaje de salida con respecto al voltaje de entrada, es decir, la razón de la amplitud compleja del voltaje de salida sinusoidal a aquel del voltaje de entrada sinusoidal. Esta función de transferencia compleja es igual a la razón de la impedancia de retroalimentación del amplificador de carga 7 a la impedancia del fluido de trabajo a ser analizado. Dividiendo la función de transferencia por una impedancia de retroalimentación del amplificador conocido, la admitancia del fluido de trabajo es obtenida. El recíproco de la admitancia es igual a la impedancia del fluido de trabajo. Este proceso de adquisición de datos y procesamiento es repetido en todas las frecuencias de operación hasta que la impedancia deseada o el dato del espectro de admitancia sea obtenido.

De acuerdo a la invención el dato de admitancia o impedancia dependiente de la frecuencia obtenido como es descrito aquí es usado para determinar una o más de la resistencia, la capacitancia, la frecuencia a la cual el ángulo de fase entre el voltaje y la corriente es 45° (Ω máx), la constante de tiempo del fluido de trabajo. Esto es logrado trazando el dato de impedancia dependiente de la frecuencia en la forma de un ploteo de Nyquist donde, en

ES 2 270 090 T3

coordenadas rectangulares, la impedancia imaginaria ($Z'' = \text{im}(Z) = [Z]\text{Sen}(\theta)$) es ploteada contra la impedancia real ($Z' = \text{re}(Z) = [Z]\text{Cos}(\theta)$) o, en coordenadas polares, $|Z| = [(Z')^2 + (Z'')^2]^{1/2}$ es ploteado contra θ , la diferencia de fase entre voltaje y corriente. Ejemplos de ploteos de Nyquist son mostrados en la Figura 3 para un lubricante de máquina para fabricar papel.

En la Figura 3, el eje Y es el negativo de la parte imaginaria de la impedancia, Z'' y el eje x es la parte real de la impedancia, Z' .

Preferiblemente el dato de impedancia del plot de Nyquist es además analizado ajustando el dato a la mejor curva de ajuste de mínimos cuadrados. Tal curva puede ser ajustada usando muchos paquetes de análisis de datos estándares. La resistencia del sistema aceite/electrodo puede ser calculada entonces determinando el diámetro de la curva a lo largo del eje x. La frecuencia a la cual θ alcanza 45 grados es conocida como Omega máx. El recíproco de Omega máx es la constante de tiempo, RC. La capacitancia puede entonces ser determinada usando relaciones, Omega máx = $1/RC$.

En una realización de la invención los datos de impedancia dependiente de la frecuencia son medidos para más de 4 valores de θ recorriendo un rango de al menos 45 grados y a partir de ese dato es construida una curva de Nyquist parcial. Esta porción de la curva puede ser analizada con un programa de ajuste de mínimos cuadrados estándar asumiendo que el ploteo de Nyquist sigue una curva elíptica. La curva entera de Nyquist puede entonces ser construida extrapolar los valores θ de cero a 180 grados. Al mismo tiempo los valores de capacitancia, resistencia y Omega máx pueden también ser determinados.

Al menos uno de los valores de resistencia, capacitancia, Omega máx, constante de tiempo e impedancia obtenido para el fluido de trabajo es entonces comparado con un valor predeterminado para determinar la condición del fluido que es analizado o monitoreado.

Las mediciones de electro-impedancia de CA hechas en aceites de baja conductividad industrial son hechas a una temperatura de 50°C o superiores, preferiblemente por encima de alrededor de 65°C y hasta alrededor de 150°C.

En una realización las mediciones de impedancia en tiempo real, en línea, tomadas y usadas para calcular al menos uno de los valores de resistencia, capacitancia, Omega máx, constante de tiempo e impedancia discreta de un fluido de trabajo y comparadas con un valor o valores similares predeterminados como puede ser el caso, es usada para proporcionar una visualización visual tal como una indicación de la vida útil remanente del fluido. Alternativamente, una señal visual o de otro tipo tal como un timbre o alarma puede ser proporcionada cuando la condición del fluido alcanza un estado predeterminado que requiera cambiar el fluido antes de continuar operando el sistema mecánico. Esto es mostrado en la Figura 2 como visualización del resultado o módulo de señal 10.

Ejemplos

Ejemplo 1

Una muestra usada de un aceite de máquina para fabricar papel comercial fue sometida a medición de electro impedancia de CA a 70°C, 90°C y 120°C usando un analizador de respuesta de frecuencia Solartron 1260 (FRA), una amplitud de CA de 1 volt y desfase de CD de 5 volts. La frecuencia fue explorada de 10 Hz a 3.2 MHz. La Figura 3 muestra las curvas de Nyquist generadas a partir del dato.

Ejemplo 2

Siguiendo el procedimiento del Ejemplo 1 una muestra fresca del mismo aceite de máquina para fabricar papel comercial del Ejemplo 1 fue medida a temperatura ambiente (alrededor de 25°C) y a 120°C. La Figura 4 muestra que una curva de Nyquist no podía ser generada cuando la medición fue hecha a temperatura ambiente.

Ejemplo 3

Diez muestras de aceite de máquina para fabricar papel fueron obtenidas de las máquinas para fabricar en funcionamiento y su impedancia fue medida a 130 frecuencias a 120°C en un rango de 10 hertz a 3.2 megahertz usando un analizador de fase impedancia/ganancia Modelo Solartron 1260A y un par de electrodos de impedancia cilíndricos Kavlico con el oscilador y el circuito de salida desconectado. La curva resultante de Nyquist fue ajustada usando el software Zplot/Zview de Scribner Associates. La resistencia fue entonces calculada. En adición, las muestras fueron analizadas por espectroscopia en plasma acoplado inductivamente (ICP) para fósforo, zinc y calcio, elementos importantes encontrados en los paquetes de aditivos del aceite de máquina para fabricar papel.

El agotamiento de estos elementos provoca un pobre funcionamiento del lubricante y es indicativo de pérdida o degradación de los aditivos. Los datos son resumidos en la Tabla 1.

ES 2 270 090 T3

TABLA 1

	<u>No. muestra</u>	<u>Resistencia</u>	<u>P(ppm)</u>	<u>Zn(ppm)</u>	<u>Ca(ppm)</u>
5	1	11.48	482	752	110
	2	8.0	477	717	143
	3	13.55	515	744	270
10	4	11.98	482	733	263
	5	9.39	519	804	154
	6	11.70	521	819	178
	7	14.29	514	802	186
	8	10.11	524	836	193
15	9	35.55	444	614	101
	10	28.48	256	192	24

Los datos demuestran que la resistencia, medida de acuerdo con la presente invención, es indicativa del nivel de aditivo. Note especialmente la muy alta resistencia y bajos niveles de aditivo de las muestras 9 y 10.

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

ES 2 270 090 T3

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un método para obtener una indicación en línea del nivel y la condición de los aditivos de un aceite industrial que contiene menos de 3% en peso de aditivos de funcionamiento, sobre la base de ingredientes activos, donde el aceite está contenido en un sistema mecánico que comprende:
- 10 medir el dato de impedancia del aceite a una pluralidad y por encima del rango de frecuencias mientras que el aceite está contenido en el sistema mecánico y está a 50°C o más;
- 15 usar el dato de impedancia medido para construir la curva de Nyquist;
- 20 obtener un valor para al menos uno, de resistencia, capacitancia, Omega máx, impedancia y constante de tiempo a partir de la curva;
- 25 comparar el valor o valores obtenidos con un valor o valores predeterminados donde una indicación de la condición del aceite es obtenida.
- 30 2. El método de la reivindicación 1 donde la curva de Nyquist es extrapolada al eje x.
- 35 3. El método de la reivindicación 2 donde el dato de impedancia es medido disponiendo un par de electrodos espaciados en el aceite, imponiendo una señal de CA por encima de un rango de frecuencias y detectar la respuesta para aquellas señales.
- 40 4. El método de la reivindicación 3 donde el dato de impedancia es medido a 4 o más frecuencias en el rango de entre 1 y 10,000 Hz.
- 45 5. El método de la reivindicación 4 incluyendo medios para generar una señal eléctrica cuando el valor calculado excede un valor predeterminado.
- 50 6. El método de las reivindicaciones 1 a 5 donde el valor o valores obtenidos es comparado al valor o valores para un nivel de aditivo conocido en el aceite.
- 55
- 60
- 65

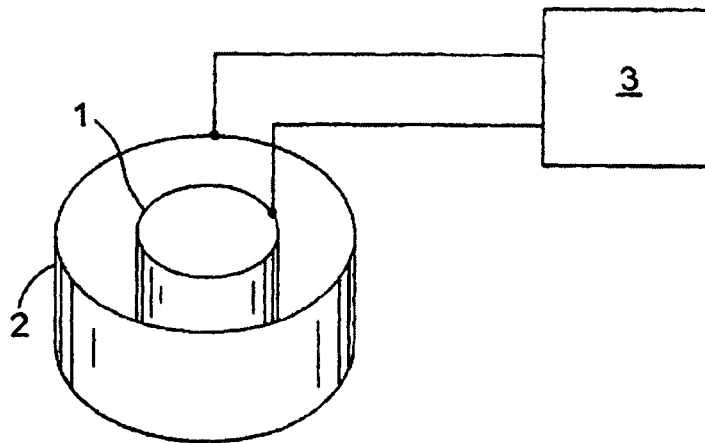


FIG. 1

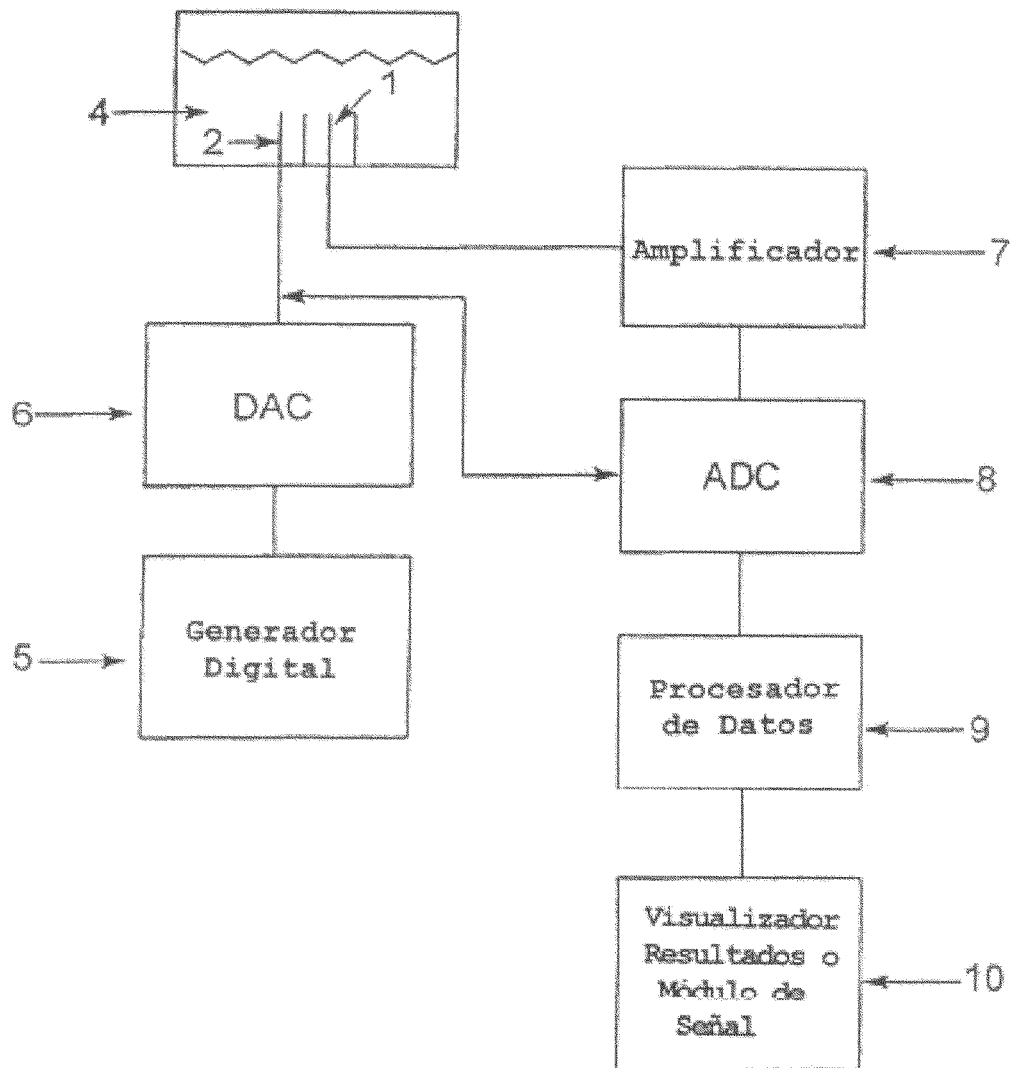


FIG. 2

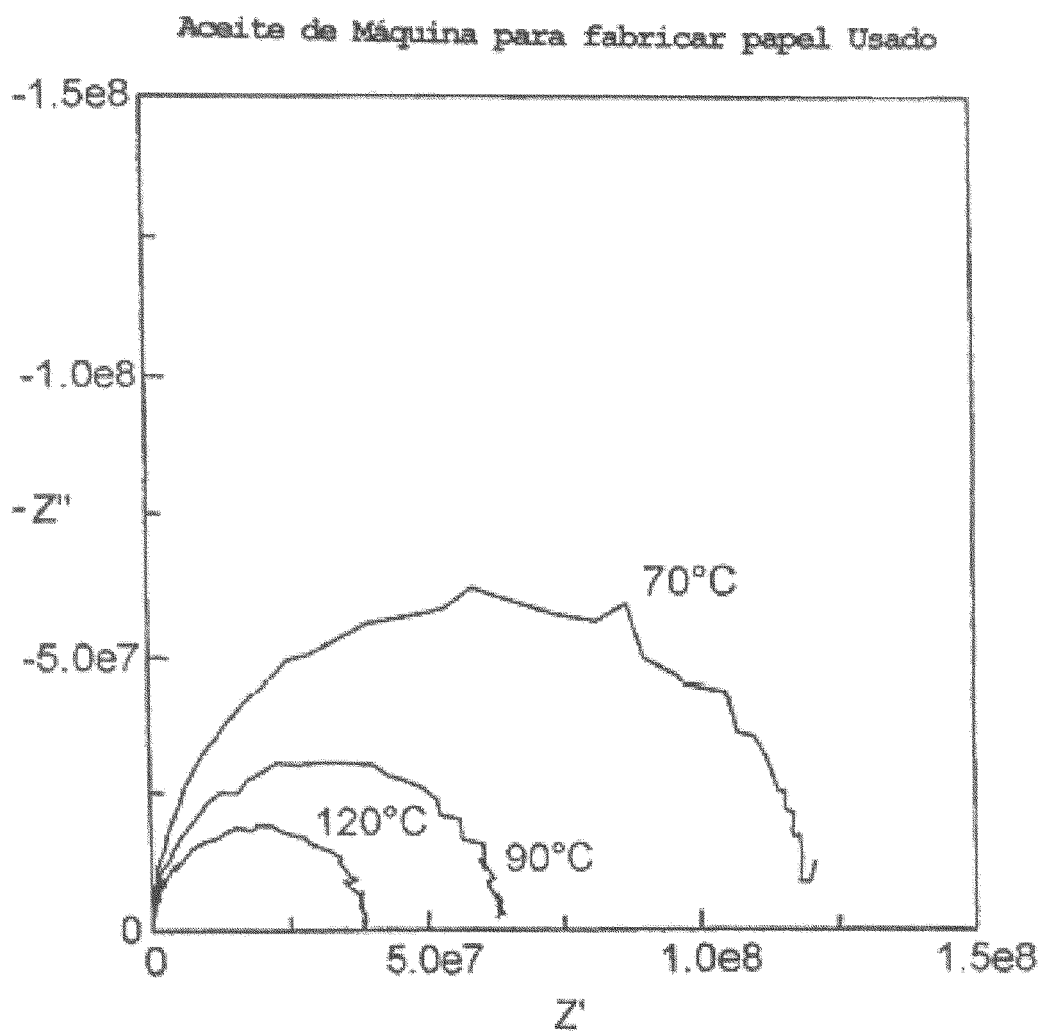


FIG. 3

Aceite de Máquina para fabricar papel Nuevo

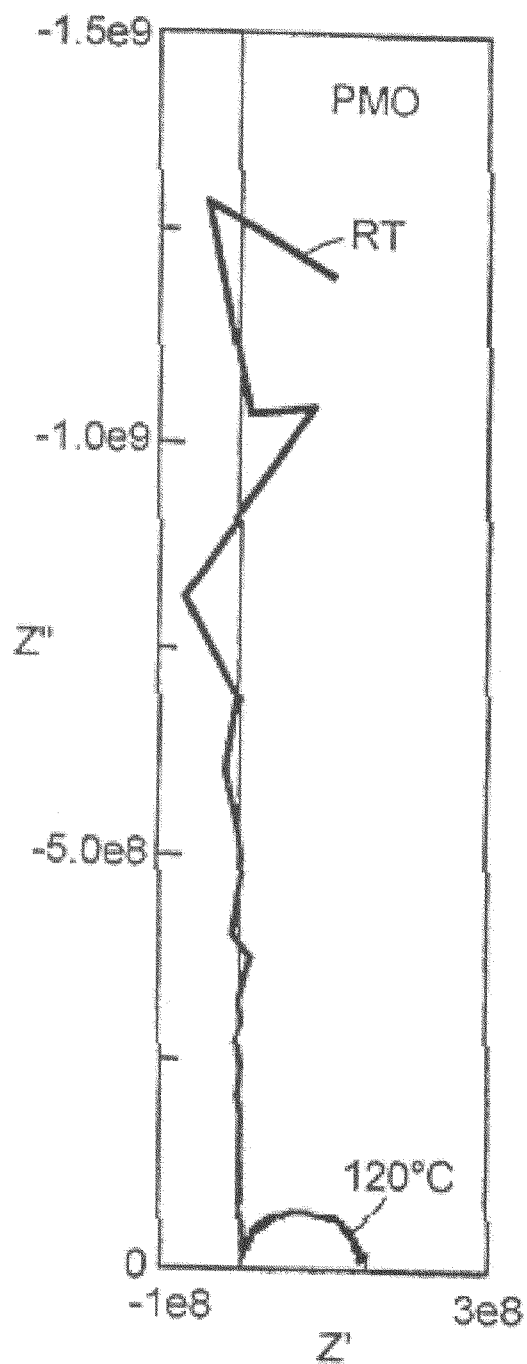


FIG. 4