

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 948 247**

51 Int. Cl.:

G01N 24/08 (2006.01)
D21D 1/00 (2006.01)
D21F 1/00 (2006.01)
D21G 9/00 (2006.01)
G01R 33/44 (2006.01)
G01N 1/20 (2006.01)
G01R 33/30 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **19.06.2017** **PCT/FI2017/050457**
87 Fecha y número de publicación internacional: **28.12.2017** **WO17220859**
96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.06.2017** **E 17814819 (3)**
97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.06.2023** **EP 3472384**

54 Título: **Método, dispositivo y sistema para determinar la velocidad de batido de una suspensión de fibras**

30 Prioridad:

20.06.2016 FI 20165509

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
06.09.2023

73 Titular/es:

**KAAKKOIS-SUOMEN AMMATTIKORKEAKOULU
OY (100.0%)
Patteristonkatu 3 D
50100 Mikkeli, FI**

72 Inventor/es:

**HILTUNEN, YRJÖ;
KÄYHKÖ, JARI y
TIRRI, TAPIO**

74 Agente/Representante:

IZQUIERDO BLANCO, María Alicia

ES 2 948 247 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).

DESCRIPCIÓN

Método, dispositivo y sistema para determinar la velocidad de batido de una suspensión de fibras

La invención se refiere a un método para determinar la velocidad de batido de una suspensión de fibras, en donde

- parte de un flujo de suspensión de fibras se conduce a un canal de flujo separado como muestra,
- la velocidad de batido se determina sobre la base de la muestra.

La invención también se refiere a un dispositivo y sistema correspondiente.

En la fabricación de productos de papel y cartón, un parámetro de estado esencial del material de fibra es su velocidad de batido, que se controla principalmente durante el batido. La velocidad de batido de la pulpa tiene un fuerte efecto sobre las propiedades del producto final; por ejemplo, es posible aumentar la resistencia a la tracción de un producto aumentando el batido. Por otro lado, el batido de la pulpa consume energía y perjudica la deshidratación, reduciendo por tanto la mayor velocidad de producción posible de la máquina de papel y disminuyendo la producción.

En el estado de la técnica, la velocidad de batido se ha determinado tradicionalmente con mediciones de laboratorio; es decir, se ha tomado una muestra del flujo de suspensión de fibras que llega del batidor para suministrarla al laboratorio. En el laboratorio, se determinan la capacidad de drenaje de la muestra y un índice que representa la velocidad de batido, como el número de Schopper-Riegler (en lo sucesivo, número SR) o el estándar canadiense Freeness (en lo sucesivo, número CSF). Sin embargo, la determinación de la velocidad de batido en el laboratorio es una operación lenta y laboriosa, que proporciona información sobre la velocidad de batido de una suspensión de fibras posteriormente, relacionada exclusivamente con una condición momentánea en el momento de la medición. En otras palabras, el resultado de la medición solo se obtiene notablemente más tarde, después de que la suspensión de fibras, de la que se tomó la muestra, pueda haber pasado por la máquina de red de fibras muchas horas antes.

El equipo del estado de la técnica comercializado con el nombre comercial Valmet Pulp Expert realiza mediciones de laboratorio, que antes se llevaban a cabo manualmente, automáticamente mediante la automatización de pruebas manuales. Sin embargo, el equipo es muy caro y no elimina el problema relacionado con que la medición todavía se lleva a cabo lentamente en la suspensión de fibras, que puede haber pasado ya por la máquina de red de fibras. La determinación de la velocidad de batido puede llevar incluso horas con este equipo.

La publicación US 5.302.896 A divulga un sistema de NMR pulsado para mediciones industriales que comprende muestras en todo el sistema y controles del sistema del usuario para establecer curvas de decaimiento de inducción libre digitalizadas, a partir de las cuales se determinan los componentes de Abragam, gaussianos y exponenciales usando una técnica de iteración de Marquardt-Levenberg, y usando técnicas de regresión para correlacionar los componentes de la curva con los núcleos objetivo.

La publicación JP 2005 077135 A divulga un método para determinar la velocidad de batido de una suspensión de fibras mediante una medición ultrasónica en línea de una parte del flujo de suspensión de fibras dirigida a un canal de flujo separado, mediante un oscilador ultrasónico y un receptor.

HELENA LENNHOLM ET AL: "The effects of laboratory beating on cellulose structure", NORDIC PULP AND PAPER RESEARCH JOURNAL, vol. 10, Nº 2, 1 de mayo de 1995 (1995-05-01), páginas 104-109, SE ISSN:0283-2631, DOI: 10.3183/npprj-1995-10-02-p104-109 divulga un estudio experimental de los efectos del batido de laboratorio sobre la estructura de la celulosa como se estudia con un espectroscopio ¹³C-CP/MAS-NMR.

TIE QIANG LI ET AL: "Water-cellulose interaction in wood pulp fiber suspensions studied by oxygen-17 and deuterium NMR relaxation. The effect of beating", LANGMUIR, vol. 8, Nº 2, 1 de febrero de 1992 (1992-02-01), páginas 680-686, US ISSN: 0743-7463, DOI: 10.1021/la00038a063 divulga un estudio experimental de las tasas de relajación de NMR de ¹⁷O y ²H medidas para el agua en suspensiones de dos tipos de fibras de celulosa de pulpa de madera en función de la concentración de la fibra, la temperatura y la frecuencia de resonancia, en donde las fibras se han sometido a varios grados de tratamiento mecánico (batido).

MATS HAGGKVIST ET AL: "Effects of drying and pressing on the pore structure in the cellulose fibre wall studied by ¹H and ²H NMR relaxation", CELLULOSE, vol. 5, Nº 1, 1 de enero de 1998 (1998-01-01), páginas 33-49, Países Bajos ISSN: 0969-0239, DOI:10.1023/A:100921 2628778 divulga un método de relajación de NMR ¹H y ²H usado para investigar la influencia del secado y el prensado sobre el tamaño de poro; y la distribución del tamaño de poro en la pared de fibra de celulosa.

El objeto de la invención es proporcionar un método que sea más simple y rápido que los métodos del estado de la técnica para determinar la velocidad de batido de una suspensión de fibras, con el cual la velocidad de batido

puede determinarse casi en tiempo real como una medición en línea. Los rasgos característicos de esta invención se exponen en la reivindicación 1 adjunta. Otro objeto de la invención es proporcionar un dispositivo que sea más simple y más rápido que los dispositivos del estado de la técnica para determinar la velocidad de batido de una suspensión de fibras, con el cual la velocidad de batido puede determinarse casi en tiempo real como una medición en línea. Los rasgos característicos de esta invención se exponen en la reivindicación 5 adjunta.

Este objeto se logra con un método para determinar la velocidad de batido de una suspensión de fibras de acuerdo con las reivindicaciones adjuntas, en donde la velocidad de batido se determina como una medición en línea basada en una muestra usando un espectroscopio NMR en el dominio del tiempo y una función de correlación definida empíricamente en los siguientes pasos, en el que parte de un flujo de suspensión de fibras se lleva a un canal de flujo separado como una muestra y se genera un campo magnético en el canal de flujo, los protones contenidos en el agua en la suspensión de fibras se excitan por medio de un pulso de frecuencia proporcionado por una bobina, y se mide la señal de respuesta del pulso de frecuencia que vuelve a la bobina desde los protones. En el método, la velocidad de batido de una suspensión de fibras se determina sobre la base de una señal de respuesta. Por su naturaleza, el uso de una espectroscopia NMR en el dominio del tiempo es rápido y fiable y, por lo tanto, puede realizarse como una medición en línea en conexión con un batidor. A su vez, esto permite ajustes inmediatos en el uso del batidor sobre la base de la determinación de la velocidad de batido. Con el uso del espectroscopio NMR en el dominio del tiempo, es posible determinar rápidamente la señal de respuesta que vuelve de los protones, que se correlaciona con la proporción entre el agua unida y el agua libre en la suspensión de fibras. Un espectroscopio NMR en el dominio del tiempo tiene un diseño notablemente más simple en comparación con, por ejemplo, los otros espectroscopios NMR, ya que el espectroscopio NMR en el dominio del tiempo puede implementarse sin las herramientas necesarias para la homogeneización del campo magnético.

En el método de acuerdo con la invención, es sorprendente que la velocidad de batido pueda determinarse con un espectroscopio NMR en el dominio del tiempo en una muestra con un alto contenido de agua, ya que la velocidad de batido se determina sobre la base de la proporción de agua unida a agua libre en la suspensión de fibras, que se determina sobre la base de la atenuación de la señal de respuesta. Generalmente, las técnicas espectroscópicas de NMR del estado de la técnica se han basado en la determinación de un elemento, como el carbono u otro contenido similar, donde el agua contenida en la suspensión de fibras ha sido un factor que altera la medición.

Ventajosamente, en el método se usa un campo magnético relativamente no homogéneo en comparación con el campo magnético homogéneo usado en la espectroscopia de NMR del estado de la técnica, sin determinación de datos de posición. En otras palabras, el espectroscopio NMR en el dominio del tiempo se ha implementado sin herramientas para generar un campo magnético variable, lo que también permite realizar la medición, por ejemplo, sin una transformada de Fourier que requiere una alta potencia computacional, usando solo la determinación del tiempo de relajación T2.

De esta manera, el cálculo puede ser muy simple y rápido permitiendo una determinación casi en tiempo real de la velocidad de batido.

De acuerdo con una realización, la muestra se devuelve al flujo de suspensión de fibras. En este caso, la velocidad de batido puede determinarse sin pérdidas de suspensión de fibras.

Ventajosamente, el método de acuerdo con la invención usa un imán permanente para generar un campo magnético. Con el uso de un imán permanente, se genera automáticamente un campo magnético sin control o ajuste separados, que son necesarios en campos magnéticos variables.

Ventajosamente, la señal de respuesta se mide como una amplitud de voltaje generada por la bobina. Medir la amplitud es simple y fiable.

Ventajosamente, el método mide una amplitud media. Una amplitud media es fácil de determinar en una señal con respecto a todo el espectro, y no se necesitan datos de posición para determinar la velocidad de batido, como es el caso en las técnicas espectroscópicas de NMR generales.

De acuerdo con una realización, los protones contenidos en el agua en la suspensión de fibras son excitados por varios pulsos de frecuencia y la velocidad de batido se determina sobre la base del tiempo de relajación medido en la señal de respuesta. El tiempo de relajación puede determinarse a partir de una función que disminuye exponencialmente usando señales de respuesta de atenuación generadas por los varios pulsos de frecuencia. La función devuelve el factor de atenuación de la señal de respuesta, lo que da el tiempo de relajación.

De acuerdo con otra realización, la velocidad de batido se determina midiendo la señal de respuesta para la denominada señal FID (deterioro por inducción libre), que permite determinar la velocidad de batido de una suspensión de fibras sobre la base de una señal de respuesta individual.

Ventajosamente, la función de correlación se define antes de la determinación de la velocidad de batido real en pasos, en donde se determina una señal de respuesta para varias suspensiones de fibras con velocidades de batido y se forma una función de correlación entre las señales de retorno y las velocidades de batido. Comparando las señales de respuesta medidas con las señales de respuesta de las suspensiones de fibras con velocidades de batido conocidas, puede determinarse fiablemente la velocidad de batido de la muestra.

De acuerdo con una realización, la función de correlación tiene la forma $Sr = A * T2 (NMR) + B$, donde Sr es el número de Schopper-Riegler, A y B son constantes definidas empíricamente y T2 es el tiempo de relajación. Por tanto, es posible saltarse el paso de comparación entre las proporciones definidas empíricamente y la proporción obtenida de la medición, lo que acelera la determinación de la velocidad de batido. La misma forma de la función de correlación es adecuada para usarla cuando se usan otros índices que representan la velocidad de batido, como el número de CSF.

Con la función de correlación, es posible determinar la velocidad de batido de una suspensión de fibras contenida en una muestra. La función de correlación corresponde a la comparación del número que representa la proporción de agua unida y agua libre con una base de datos creada empíricamente, que contiene proporciones de agua unida y agua libre con diferentes velocidades de batido.

En este contexto, también puede usarse un término simplificado 'dispositivo de NMR' para un espectroscopio NMR. Más específicamente, un espectroscopio en el dominio del tiempo es un espectroscopio que mide la intensidad de la radiación electromagnética en función del tiempo, no en función de la frecuencia o la longitud de onda.

Ventajosamente, en el método se calcula el tiempo de relajación T2. El tiempo de relajación T2 es más rápido de calcular que el tiempo de relajación T1 y, por lo tanto, es más adecuado para una medición en línea.

Para determinar el tiempo de relajación T2, es posible usar la secuencia de pulsos CPMG (Carr-Parcell-Meiboom-Gill). La secuencia de pulsos CPMG es una secuencia de pulsos generalmente usada, probada y aprobada.

De acuerdo con una realización, se toma una muestra de un flujo de suspensión de fibras que llega de un batidor. Por tanto, puede determinarse la velocidad de batido de la suspensión de fibras que sale del batidor y esta información puede usarse para ajustar el batidor.

De acuerdo con otra realización, se toma una muestra de los flujos de suspensión de fibras tanto de entrada como de salida de un batidor. Por tanto, es posible determinar el efecto del batidor sobre la velocidad de batido incluso con más precisión y, por lo tanto, también ajustar el funcionamiento del batidor.

En el método, puede tomarse una muestra continuamente a intervalos de 0,5 - 2,5 minutos. Por tanto, la variación de la velocidad de batido producida por el batidor puede monitorizarse y ajustarse continuamente y casi en tiempo real.

Ventajosamente, la muestra se detiene en el dispositivo durante la generación del pulso de frecuencia y la medición de la señal. De esta manera, puede garantizarse que una misma muestra esté expuesta a todos los pulsos de frecuencia de la secuencia de pulsos y el equipo de medición pueda medir el voltaje inducido a la bobina exactamente por la energía suministrada por estos. Para detener la muestra, es posible usar las válvulas localizadas en ambos lados del dispositivo.

El objeto del dispositivo de acuerdo con la invención se logra con un dispositivo para determinar la velocidad de batido de una suspensión de fibras, el dispositivo incluyendo un equipo para determinar la velocidad de batido basándose en una muestra, que comprende un canal de flujo, un ordenador y medios de software y medios de conexión para conectar el equipo a un canal de flujo lateral dispuesto en las proximidades del batidor, el canal de flujo lateral estando dispuesto para conducir parte del flujo de suspensión de fibras que llega del batidor para formar una muestra separada. El dispositivo está dispuesto para conectarse en las proximidades del batidor para determinar la velocidad de batido como una medición en línea y el equipo para determinar la velocidad de batido es un espectroscopio NMR en el dominio del tiempo, que incluye por lo menos una bobina dispuesta alrededor del canal de flujo para excitar los protones contenidos en el agua en la suspensión de fibras de la muestra por medio de pulsos de frecuencia, un imán dispuesto alrededor del canal de flujo para generar un campo magnético en el canal de flujo y una fuente de alimentación con controladores conectados a la bobina para generar pulsos de frecuencia. Además, el espectroscopio NMR incluye un equipo de medición para medir la intensidad del voltaje generado por el pulso de frecuencia que vuelve a la bobina desde los protones para generar una señal de respuesta, y dicho ordenador equipado con dichos medios de software para determinar la velocidad de batido de las muestras basándose en la señal de respuesta.

Con el dispositivo de acuerdo con la invención, es posible determinar rápidamente el tiempo de relajación espín-espín T2(NMR) de los protones como una medición en línea utilizando espectroscopía de NMR en el dominio del tiempo y usar el T2 medido (NMR) para determinar la velocidad de batido de la suspensión de fibras en la muestra.

Un espectroscopio NMR en el dominio del tiempo tiene un diseño relativamente simple, ya que puede implementarse sin herramientas para generar un campo magnético variable, lo que también permite un cálculo más simple de los tiempos de relajación sin transformadas de Fourier.

5 El imán usado es ventajosamente un imán permanente. Un imán permanente puede implementarse sin suministro de energía eléctrica, lo que lo hace más asequible en términos de inversión y uso.

10 Ventajosamente, dicho imán y bobina se superponen en dirección radial con respecto al canal de flujo de tal manera que el canal de flujo está rodeado por la bobina y la bobina está rodeada por el imán. De esta manera, el campo magnético generado por el imán también se extiende al área de influencia de la bobina.

15 Ventajosamente, el dispositivo incluye una construcción de caja para encerrar el imán y la bobina para generar un campo magnético cerrado. Con la carcasa, es posible evitar la expansión del campo magnético al entorno, de tal manera que cualquier metal presente en el entorno no altere la medición ni el dispositivo altere el equipo circundante.

20 Ventajosamente, el ordenador está dispuesto para controlar la fuente de alimentación para que genere pulsos de frecuencia por medio de la bobina. Con el ordenador, el funcionamiento de la bobina puede controlarse emitiendo pulsos de frecuencia exclusivamente cuando esté presente una muestra en el campo magnético. De esta manera, es posible lograr un ahorro en el consumo de energía del dispositivo.

25 De acuerdo con la invención, los medios de software están dispuestos para determinar la velocidad de batido de una suspensión de fibras usando tiempos de relajación y una función de correlación empírica basada en la proporción de agua unida a agua libre en la suspensión de fibras. Por tanto, el dispositivo puede ser relativamente simple y de funcionamiento rápido y, por lo tanto, adecuado para mediciones en línea.

En este contexto, los controladores de la fuente de alimentación son ventajosamente un ordenador y la electrónica de control relacionada para pulsar la fuente de alimentación para generar pulsos de frecuencia.

30 Ventajosamente, el dispositivo también incluye una unidad de muestra, que incluye dicha bobina y dos condensadores dispuestos dentro de un imán. La unidad de muestra es un circuito de resonancia, cuya frecuencia de resonancia puede ajustarse con un condensador. La frecuencia de resonancia debe ser la misma frecuencia que es suministrada por los protones de la muestra.

35 El objeto del sistema de acuerdo con la invención puede lograrse con un sistema para determinar la velocidad de batido de una suspensión de fibras, el sistema incluyendo un canal de flujo lateral dispuesto para ser fijado en las cercanías de un batidor, dispuesto para conducir parte del flujo de suspensión de fibras que llega desde el batidor para formar una muestra separada, y un dispositivo de acuerdo con una de las realizaciones de la invención propuestas anteriormente combinada con dicho canal de flujo lateral para determinar la velocidad de batido de una suspensión de fibras a partir del flujo de suspensión de fibras en el canal de flujo lateral. El sistema de acuerdo con la invención puede implementarse en contexto con nuevos batidores o también puede localizarse en contexto con batidores existentes formando una línea de muestreo separada en las proximidades del batidor.

45 Ventajosamente, el sistema incluye una primera válvula dispuesta en el canal de flujo anterior al equipo y una segunda válvula dispuesta en el canal de flujo después del equipo para parar la muestra durante la duración de la medición realizada por el equipo. Con las válvulas, el flujo puede detenerse en el canal durante la duración de la medición.

50 Ventajosamente, la primera válvula y la segunda válvula son válvulas de solenoide. El funcionamiento de las válvulas de solenoide es fácil de controlar eléctricamente y son muy resistentes a perturbaciones externas.

55 Ventajosamente, el sistema incluye una bomba dispuesta en el canal de flujo para aspirar la muestra al equipo. Con la bomba, es posible garantizar que la muestra sea transportada hasta el equipo, incluso si el contenido de sólidos de la suspensión de fibras fuera alto.

La bomba puede ser una bomba de manguera. Una bomba de este tipo es muy fiable para bombear una suspensión de fibras con un alto contenido de sólidos.

60 Ventajosamente, el sistema incluye un relé para controlar el suministro de alimentación tanto a la primera como a la segunda válvula y a la bomba, para controlar su funcionamiento. De esta manera, el muestreo puede gestionarse fácilmente controlando un único relé.

De acuerdo con una realización, el canal de flujo lateral forma el canal de flujo del espectroscopio NMR.

65 A continuación se describe con detalle la invención haciendo referencia a los dibujos adjuntos que ilustran

algunas de las realizaciones de la invención, en los que:

- Figura 1a representa la posición del proceso de acuerdo con una primera realización del sistema de acuerdo con la invención.
- Figura 1b representa la posición del proceso de acuerdo con una segunda realización del sistema de acuerdo con la invención.
- Figura 2 es una vista básica de un sistema de acuerdo con la invención.
- Figura 3 es una vista en sección transversal de un dispositivo de acuerdo con la invención.
- Figura 4 es un diagrama de bloques de los pasos de un método de acuerdo con la invención.

Como se muestra en las Figuras 1a y 1b, un dispositivo 10 de acuerdo con la invención está dispuesto para ser usado en contexto con un batidor 100 en un sistema 11 de acuerdo con la invención. Como se muestra en la Figura 1a, el dispositivo 10 puede localizarse de tal manera que un pequeño flujo lateral se desvíe del flujo de suspensión de fibras 101 dirigido al batidor 100 hacia un canal de flujo lateral 102, que se coloca, como se muestra en la Figura 1a, después del batidor 100 y que conduce parte del flujo de suspensión de fibras al dispositivo 10 de acuerdo con la invención. El dispositivo 10 está conectado ventajosamente al canal de flujo lateral 102, que puede ser un canal de flujo existente asociado con el batidor o una parte de un sistema de acuerdo con la invención instalado con este propósito.

El canal de flujo lateral 102 tiene ventajosamente una primera válvula 16 para el muestreo, con la que es posible ajustar el volumen y el caudal de la suspensión de fibras conducida al dispositivo 10, y una segunda válvula 17, con la que puede detenerse la muestra en el dispositivo 10 durante la duración de la medición. De acuerdo con la Figura 1b, un flujo de suspensión de fibras también puede conducirse al dispositivo 10 a través de dos canales de flujo laterales 102. Un canal de flujo lateral 102 es ventajosamente un canal de flujo, que se usa para conducir el flujo de suspensión de fibras antes del batidor 100 a través de la primera válvula 16 al dispositivo 10. El canal de flujo del otro lado es ventajosamente un canal de flujo, que se usa para conducir el flujo de suspensión de fibras después del batidor 100 a través de la otra primera válvula 16 al dispositivo 10. De esta manera, es posible realizar mediciones comparativas tanto para la suspensión de fibras de entrada como para la suspensión de fibras de salida, ya batida. El tamaño de la muestra conducida desde la suspensión de fibras hasta el dispositivo puede ser tan pequeña como 1-10 cm³, en cuyo caso el equipo también es de escala relativamente pequeña. Sin embargo, tal muestra es suficiente para determinar la velocidad de batido.

Como se muestra en las Figuras 1a-3, el sistema 11 de acuerdo con la invención para determinar la velocidad de batido de una suspensión de fibras incluye un canal de flujo lateral 102 y un dispositivo 10 de acuerdo con la invención. En otras palabras, en el sistema de acuerdo con la invención, parte del flujo de suspensión de fibras se conduce a una ruta lateral para una medición en línea, en donde la medición se realiza usando el dispositivo 10 de acuerdo con la invención. La primera válvula 16 se usa para controlar la toma de una muestra del flujo de suspensión de fibras 14. Dispuesta en las proximidades del canal de flujo lateral 102, hay un dispositivo 10 de acuerdo con la invención que comprende unidades de conexión 13 y un equipo 18 para determinar la velocidad de batido sobre la base de la muestra, el equipo 18 siendo un espectroscopio NMR en el dominio del tiempo 20. Las unidades de conexión 13 son conexiones, con las cuales el canal de flujo 12 del espectroscopio NMR 20 está conectado al canal de flujo lateral 102 de tal manera que el canal de flujo 12 y el canal de flujo lateral 102 formen una ruta continua para la suspensión de fibras a través del espectroscopio NMR 20.

Más específicamente, el espectroscopio NMR 20 del dispositivo 10 de acuerdo con la invención incluye un canal de flujo 12, por lo menos una bobina 22 para excitar los protones p contenidos en el agua libre y unida de las fibras en el flujo de suspensión de fibras, dispuestas alrededor del canal de flujo 12 como se muestra en la Figura 3. El espectroscopio NMR 20 también incluye un imán 24 dispuesto alrededor del canal de flujo 12 para generar un campo magnético E en el canal de flujo 12. Ventajosamente, el imán 24 también está dispuesto alrededor de la bobina 22 en la dirección radial con respecto al canal de flujo 12 en la parte superior de la bobina 22. El campo magnético E generado por el imán 24 es ventajosamente un campo magnético lo más homogéneo y estático posible, a través del cual pasa el flujo de suspensión de fibras 14 dentro del canal de flujo 12. El campo magnético E se representa en la figura con líneas en la dirección transversal con respecto al canal de flujo. La dirección del campo magnético es ventajosamente transversal con respecto a la dirección longitudinal del canal de flujo. Ventajosamente, el imán es un imán permanente, que puede implementarse sin una potencia de accionamiento separada para el funcionamiento. Un imán permanente genera un campo magnético permanente estático en sí mismo. Alternativamente, el imán también puede ser un electroimán, cuyo campo magnético es proporcionado por corriente eléctrica.

Además, el espectroscopio NMR 20 incluye, como se muestra en la Figura 3, una fuente de alimentación 26 conectada a una bobina 22 para generar pulsos de frecuencia, un equipo de medición 28 para medir la intensidad del voltaje generado por el pulso de frecuencia que vuelve a la bobina 22 desde los protones p para generar una señal de respuesta, y medios de software 30 para determinar la velocidad de batido de las muestras basándose en la señal de respuesta y para controlar una válvula 16 para tomar muestras. Con la fuente de alimentación 26, se suministra un pulso de frecuencia a la bobina 22 para excitar los protones p contenidos en el agua libre y unida que se desplazan dentro de la bobina 22 a un estado de mayor energía (espín), con los protones absorbiendo el pulso de frecuencia.

Este estado de energía se descarga rápidamente (en milisegundos), mientras que el protón p suministra o emite energía a su entorno, lo que de nuevo genera un voltaje, es decir, una señal de respuesta, en la bobina 22, pudiendo medirse la amplitud de la señal con el equipo de medición 28. Sobre la base de la señal de respuesta medida, los medios de software 30 pueden definir ventajosamente, usando la función de correlación aplicada, la señal de respuesta de exactamente la velocidad de batido correcta de una suspensión de fibras a la que corresponde esta señal de respuesta y determinar de este modo la velocidad de batido de la suspensión de fibras tomada como muestra.

Ventajosamente, el imán 24, la bobina 22 y el canal de flujo 12 están encerrados usando una construcción de caja 32 de acuerdo con la Figura 3. Ventajosamente, la construcción de caja está hecha de metal, evitando por tanto la expansión del campo magnético al medio ambiente y, por otro lado, el acceso de perturbaciones externas al dispositivo al campo magnético. De esta manera, el dispositivo de acuerdo con la invención puede proporcionar fácilmente un campo magnético cerrado y, por tanto, es fácilmente aplicable en condiciones de molino. Básicamente, los componentes mencionados anteriormente del espectroscopio NMR 20 pueden colocarse dentro de la misma construcción de caja; sin embargo, hay preferiblemente dos construcciones de caja. Una construcción de caja incluye un equipo de medición 28, un ordenador 25 y una fuente de alimentación 26, mientras que la otra construcción de caja encierra un imán 24 y una bobina 22. De esta manera, se evita el daño a los componentes electrónicos sensibles en caso de fugas de una suspensión de fibras que contiene agua.

El tiempo de relajación se correlaciona con la proporción de agua libre y agua unida contenida en las fibras en la suspensión de fibras, tal proporción que cambiará durante el batido a medida que los finos se desprendan en la superficie de las fibras y las fibras fibrilen. El batido cambia el tiempo de relajación de tal manera que el tiempo de relajación T2 se acorta a medida que aumenta la velocidad de batido. La denominada secuencia de pulsos CPMG (Carr-Parcell-Meiboom-Gill), que contiene un pulso de 90° y varios pulsos de 180°, puede usarse para determinar el tiempo de relajación espín-espín T2. Las amplitudes de los ecos de la secuencia de pulsos se atenúan de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$a(t) = a_0 \exp(-t/T_2),$$

donde a_0 es la amplitud en el momento $t = 0s$ y T_2 = tiempo de relajación espín-espín. Los parámetros a_0 y T_2 pueden definirse colocando la ecuación en una señal experimental.

El diámetro del canal de flujo puede ser de por lo menos 10 mm, preferiblemente de 10-20 mm, para permitir que la suspensión de fibras fluya en el canal de flujo sin problemas. El contenido de sólidos secos de la suspensión de fibras puede variar generalmente entre el 0,5% y el 4,0% en peso, en el que permanece bombeable. Las suspensiones de fibras con un contenido seco más alto pueden requerir una presión más alta para moverse en el canal de flujo, pero cuando se colocan después del batidor, la muestra se toma del flujo de suspensión de fibras donde la presión es generalmente suficiente. Ventajosamente, también se usa una bomba separada en el canal de flujo lateral para mover hacia adelante la suspensión de fibras. El pequeño diámetro del canal de flujo propuesto anteriormente también permite el uso de una bobina más pequeña. En este caso, el orificio central del imán colocado en la bobina, ventajosamente en la parte superior del canal de flujo, puede tener un diámetro más pequeño, aproximadamente tan pequeño como de 30-40 mm. Los costos de fabricación del imán son generalmente más bajos cuanto más pequeño es el orificio que es necesario producir en el imán.

El dispositivo de acuerdo con la invención puede realizarse usando una bobina o, en un ejemplo fuera del alcance de la invención, con dos bobinas. Cuando se usa una bobina, la misma bobina suministra y recibe el pulso de frecuencia. Cuando se usan dos bobinas, una bobina puede suministrar el pulso de frecuencia y la otra lo recibe. El uso de una bobina es posible si la muestra fluye tan lentamente que los mismos protones que están expuestos al pulso de frecuencia también tendrán tiempo de suministrar la señal de respuesta en el área de la bobina. Alternativamente, el dispositivo puede incluir dos válvulas, que se usan para detener la muestra por un momento en la bobina y el imán. Sucesivamente, el uso de dos bobinas permite la determinación de la velocidad de batido de un flujo en movimiento cuando se ajusta correctamente. La bobina, también denominada serpentín, usada en el dispositivo está dimensionada eléctricamente de tal manera que, con la fuente de alimentación seleccionada, puede producir el pulso de frecuencia deseado, o pulso de excitación, en el campo magnético seleccionado. Por ejemplo, cuando la potencia del campo magnético E es de 0,5 T, el pulso de frecuencia aplicado está en el intervalo de frecuencia de 25 - 26 MHz. Generalmente, el pulso de frecuencia usado está en el intervalo de 50 kHz - 150 MHz. Cuando se usa una bobina para la medición, la longitud de la bobina usada puede ser de aproximadamente 10 - 20 cm, por lo que los protones en el flujo de suspensión de fibras tendrán tiempo para excitarse y suministrar energía a través de la bobina. La bobina puede tener 100 - 200 vueltas.

La energía suministrada por el protón p excitado de acuerdo con la Figura 3 proporciona una frecuencia de respuesta en la bobina 22, que puede medirse como una señal de respuesta. La señal de respuesta a medir puede medirse con un equipo de medición 28 extremadamente sensible, por ejemplo, con un receptor con una precisión de medición del orden de 1 μV . La señal de respuesta a medir es sólo una señal media, es decir, se miden valores momentáneos, sobre la base de los cuales se calcula una media para un período determinado, para la señal de respuesta durante este período. En otras palabras, no se mide el espectro completo, como suele ser el caso en la

espectroscopia. Por ejemplo, la duración del período puede ser de 0,5 - 2,0 s. Sobre la base de la potencia de la señal de respuesta, puede calcularse el tiempos de relajación T2 de los protones. El tiempo de relajación puede calcularse con la siguiente fórmula:

$$T2 = -t / \{ \ln [a(t) / a_0] \}$$

Ventajosamente, pueden haberse implementado medios de software 30 en un ordenador 25, que pueden usarse para presentar resultados así como para controlar el dispositivo. El ordenador puede ser un PC normal o equivalente. El material del canal de flujo es ventajosamente vidrio, teflón u otro material no magnético equivalente, que no altere la generación del campo magnético dentro del canal de flujo. A su vez, la fuente de alimentación es una fuente de alimentación de CA, en cuyo contexto puede usarse un convertidor de frecuencia para lograr la frecuencia correcta.

El control de las operaciones del dispositivo puede tener lugar con el mismo ordenador, provisto de medios de software para determinar la velocidad de batido usando una fórmula empírica basada en tiempos de relajación medidos. Para controlar el dispositivo, es posible usar un software de control separado que proporciona controles eléctricos a través de un bus de campo, por ejemplo, para accionadores de válvulas, que abren la válvula del canal de flujo para tomar la muestra de manera periódica o continua.

La Figura 4 muestra los pasos 42 - 54 de una realización del método de acuerdo con la invención en un diagrama de bloques. El método de acuerdo con la invención comienza con la toma de una muestra, bien después del batidor 100 de acuerdo con la Figura 1a, o tanto antes como después del batidor 100 de acuerdo con la Figura 1b. Ventajosamente, la muestra se toma, de acuerdo con la Figura 1b, tanto antes del batidor 100 como después del batidor 100 llevando la suspensión de fibras a un canal de flujo lateral separado 102 como un muestra, de acuerdo con el paso 40, donde puede determinarse la variación de la velocidad de batido. Conectado al canal de flujo 101 que conduce al batidor 100 o que sale del batidor 100, hay un canal de flujo lateral 102 que tiene una primera válvula 16 y una segunda válvula 17. Al abrir la primera válvula 16, parte de la suspensión de fibras se conduce al canal de flujo lateral 102 como muestra, ya sea periódicamente o continuamente. Ventajosamente, el flujo es conducido al canal de flujo lateral 102 periódicamente, ya que entonces el flujo de muestra puede detenerse dentro del imán del dispositivo 10 durante la duración de la medición por medio de la primera válvula 16 y la segunda válvula 17. Repetido periódicamente, el muestreo puede repetirse a intervalos de 1-2 minutos, por ejemplo.

La primera válvula 16 y la segunda válvula 17 se controlan preferiblemente con un ordenador 25 y medios de software operados por ordenador 30, en donde se define el intervalo de muestreo o el caudal volumétrico necesario por período. Basándose en el software de control, el ordenador 25 envía un comando de control a través de un bus de campo, por ejemplo, ventajosamente a un relé 58 de la Figura 2, a través del cual se conecta la fuente de alimentación a los accionadores de la primera válvula 16 y la segunda válvula 17. Ventajosamente, la primera válvula 16 y la segunda válvula 17 son válvulas de solenoide, ya que las válvulas de solenoide no son tan sensibles a las alteraciones ambientales como otros tipos de válvulas. Cuando se desconecta la fuente de alimentación de los accionadores de las válvulas 16 y 17 con el relé 58, las válvulas 16 y 17 se cerrarán, mientras que bajo voltaje, las válvulas 16 y 17 están en sus posiciones abiertas permitiendo que la suspensión de fibras fluya en el canal de flujo lateral 102.

Ventajosamente, el canal de flujo lateral 102 también incluye una bomba 56, con la cual una suspensión de fibras que es difícil de mover puede transferirse de manera fiable a lo largo el canal lateral 102 al equipo 18 para determinar la velocidad de batido. Por ejemplo, la bomba puede ser una bomba de manguera. Ventajosamente, se suministra energía a la bomba 56 a través del mismo relé 58 para que todo el proceso de muestreo pueda gestionarse controlando un relé 58. La muestra se aspira al canal de flujo lateral 102, hasta que la muestra se transporta dentro del imán 24, por lo que el suministro de energía a la primera válvula 16 y a la segunda válvula 17 se desconecta con el relé 58, por lo que estas se cerrarán. Al mismo tiempo, se desconecta la fuente de alimentación a la bomba 56. El control del relé 58 puede implementarse por control de tiempo, por ejemplo.

Al mismo tiempo, se ha generado un campo magnético en el dispositivo usando ventajosamente un imán permanente aplicado como el imán 24 en el dispositivo, de acuerdo con el paso 42 de la Figura 4. El propósito del campo magnético es permitir la excitación de protones con pulsos de frecuencia generados por la bobina 22. Cuando es generado por un imán permanente, el campo magnético es permanente y no requiere ningún control específico. El ordenador también puede estar asociado con una unidad de control electrónico controlada por los medios de control, mientras que la unidad de control, a su vez, controla la fuente de alimentación del dispositivo para generar pulsos de frecuencia para la bobina, de acuerdo con el paso 44 de la Figura 4. Los pulsos de frecuencia se generan ventajosamente a la frecuencia indicada anteriormente mientras la muestra está en el campo magnético. Ventajosamente, el pulso de frecuencia aplicado es el denominado pulso de frecuencia CPMG, que incluye un pulso de 90° y varios pulsos de 180°. Los pulsos se suministran uno tras otro y excitan los protones en el campo magnético, de acuerdo con el paso 46 de la Figura 4. La excitación se descarga muy rápidamente y la energía suministrada por el protón llega a la bobina proporcionando un voltaje bajo en la bobina, que se mide con el equipo de medición de

acuerdo con el paso 48. Desde el equipo de medición, los datos de voltaje pueden transferirse de forma analógica a un conversor A/D o como una señal digital directamente al ordenador 25, donde se almacenará en una memoria 35 con los medios de software 30 para su procesamiento adicional.

5 Ventajosamente, la amplitud del voltaje se mide continuamente y los resultados momentáneos de las mediciones del voltaje se almacenan en la memoria. Ventajosamente, la muestra en el campo magnético se expone a cuatro pulsos de frecuencia diferente generados con la bobina, con lo que se generan cuatro señales de atenuación diferentes cuyas amplitudes se miden con el equipo de medición. Basándose en las amplitudes medidas, puede calcularse una media con los medio de software 30. Además, puede calcularse una media sobre muestras sucesivas, ya que las variaciones entre muestras individuales son notablemente mayores que las variaciones entre las señales sucesivas de una misma muestra.

15 El tiempo de relajación T2 del protón medido sobre la base de la amplitud medida de la señal de respuesta se usa junto con la función de correlación definida empíricamente para determinar la velocidad de batido con medios de software 30 en el paso 50. Ventajosamente, la función de correlación se ha definido antes las mediciones reales cuando se pone en uso el dispositivo midiendo tiempos de relajación conocidos de suspensiones de fibras con diferentes velocidades de batido y formando, en base a esto, una función lineal entre los tiempos de relajación y la velocidad de batido. Basándose en una determinación se obtuvo la fórmula $Sr = -277,8 * T2(NMR) + 334,9$ para la función de correlación. De manera más general, la función de correlación tiene la forma $Sr = A * T2(NMR) + B$, donde 20 Sr es el número de Schopper-Riegler, T2(NMR) es el tiempo de relajación espín-espín, A es una constante y B es una constante. En la medición real, la velocidad de batido de la muestra se determina colocando el tiempo de relajación definido en la función de correlación de acuerdo con el paso 52 de la Figura 4. El número de SR puede presentarse como una secuencia de tiempo y en esta puede realizarse un proceso de promedio (promediando el movimiento), por ejemplo, con el cual es posible eliminar diferencias entre las muestras bombeadas. Finalmente, el resultado de la 25 velocidad de batido determinada puede transferirse al sistema de información del molino, por ejemplo. Finalmente, la muestra puede devolverse al flujo de suspensión de fibras de acuerdo con el paso 54 de la Figura 4.

30 En este contexto, los expertos en la técnica entenderán que el número SR es solo un ejemplo de índices usados para representar la velocidad de batido. También pueden usarse otros índices, como el número de CSF, para representar la velocidad de batido de una suspensión de fibras, después de definir primero empíricamente la correlación entre el tiempo de relajación y el número de CSF experimentalmente.

35 Un dispositivo de acuerdo con la invención puede ser, excluyendo el muestreo, el control del muestreo y el cálculo de la velocidad de batido, un espectroscopio NMR en el dominio del tiempo comercialmente disponible del estado de la técnica. Uno de tales espectroscopios útiles es el dispositivo conocido con el nombre comercial "TD-NMR Analyzer Spin Track" fabricado por Resonance Systems Ltd.

40 El dispositivo y el método de acuerdo con la invención pueden usarse para medir la velocidad de batido de varias suspensiones de fibras, como suspensiones de pulpa y papel, como una medición de proceso en línea o, en un ejemplo fuera del alcance de la invención, también como una medición de laboratorio.

REIVINDICACIONES

1. Un método para determinar la velocidad de batido de una suspensión de fibras, en donde parte del flujo de suspensión de fibras (14) se conduce a un canal de flujo separado (12) como una muestra y la velocidad de batido se determina sobre la base de la muestra, **caracterizado porque** la velocidad de batido se determina como una medición en línea usando un espectroscopio NMR en el dominio del tiempo (20) y una función de correlación definida empíricamente que tiene una forma $Sr = A * T2(NMR) + B$, donde Sr es el número de Schopper-Riegler, T2 (NMR) es un tiempo de relajación espín-espín y A y B son constantes determinadas empíricamente, dicho método comprendiendo los siguientes pasos:

- generar un campo magnético (E) en dicho canal de flujo (12),
- excitar protones (p) contenidos en agua en la suspensión de fibras de la muestra con varios pulsos de frecuencia proporcionados por una bobina (22),
- medir las señales de respuesta de los pulsos de frecuencia que vuelven de los protones (p) a la bobina (22),
- calcular el tiempo de relajación de espín-espín T2(NMR) de los protones sobre la base de las amplitudes de las señales de respuesta medidas,
- determinar el número de Schopper-Riegler, Sr, como una representación de la velocidad de batido de la suspensión de fibras usando dicha función de correlación basándose en el tiempo de relajación de espín-espín T2(NMR) calculado de las señales de respuesta.

2. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** la función de correlación se define durante la introducción en uso del espectroscopio NMR (20) en pasos, en donde se miden señales de respuesta de NMR para varias suspensiones de fibras con números de Schopper-Riegler, Sr, conocidos y se forma una función de correlación entre los tiempos de relajación de espín-espín T2(NMR) calculados a partir de las señales de respuesta y los números de Schopper-Riegler, Sr.

3. Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizado porque** la muestra se toma de un flujo de suspensión de fibras (14) que llega desde un batidor (100).

4. Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** la muestra se detiene en el canal de flujo (12) durante la duración de la generación de los pulsos de frecuencia y la medición de la señal.

5. Un dispositivo (10) para determinar la velocidad de batido de una suspensión de fibras como una medición en línea, el dispositivo (10) estando dispuesto para conectarse a un canal de flujo lateral (102) dispuesto para conducir parte de un flujo de suspensión de fibras (14) que llega desde el batidor (100) para formar una muestra separada, el dispositivo (10) incluyendo

- equipo (18) para determinar una velocidad de batido sobre la base de una muestra, que comprende un canal de flujo (12),
- medios de conexión (13) configurados para conectar dicho canal de flujo (12) al canal de flujo lateral (102) para conducir parte del flujo de suspensión de fibras (14) que llega desde el batidor (100) al canal de flujo (12), **caracterizado porque** dicho equipo (18) para determinar la velocidad de batido comprende además un espectroscopio NMR en el dominio del tiempo (20), dicho espectroscopio NMR (20) incluyendo:

- una bobina (22) dispuesta alrededor del canal de flujo (12) para excitar los protones (p) contenidos en el agua en la suspensión de fibras de la muestra mediante pulsos de frecuencia,
- un imán (24) dispuesto alrededor de dicho canal de flujo (12) configurado para generar un campo magnético (E) en el canal de flujo (12),
- una fuente de alimentación (26) con controladores conectados a la bobina (22) configurados para generar los pulsos de frecuencia,
- equipo de medición (28) configurado para medir la intensidad del voltaje generado por los pulsos de frecuencia que vuelven a la bobina (22) desde los protones (p), para generar señales de respuesta, en donde dicho equipo (18) comprende además un ordenador (25) equipado con un medio de software (30) configurado para calcular el tiempo de relajación de espín-espín T2(NMR) de los protones sobre la base de las amplitudes de las señales de respuesta medidas y dispuesto para determinar el número de Schopper-Riegler, Sr, como una representación de la velocidad de batido de la suspensión de fibras basándose en el tiempo de relajación de espín-espín T2(NMR) usando una función de correlación empírica que tiene la forma $Sr = A * T2(NMR) + B$, donde A y B son constantes determinadas empíricamente.

6. Un dispositivo de acuerdo con la reivindicación 5, **caracterizado porque** dicho imán (24) es un imán permanente.

7. Un dispositivo de acuerdo la reivindicación 5 o 6, **caracterizado porque** dicho imán (24) y la bobina (22) se superponen en dirección radial con respecto al canal de flujo (12) de tal manera que el canal de flujo (12) está rodeado por la bobina (22) y la bobina (22) está rodeada por el imán (24).

8. Un dispositivo de acuerdo cualquiera de las reivindicaciones 5 a 7, **caracterizado porque** el dispositivo (10) incluye una construcción de caja (32) hecha de metal para encerrar el imán (24) y la bobina (22) para evitar la expansión del campo magnético (E) al entorno y el acceso de alteraciones externas al dispositivo (10) al campo magnético (E).
- 5 9. Un sistema para determinar la velocidad de batido de una suspensión de fibras, que incluye
- un canal de flujo lateral (102) dispuesto para ser fijado en las proximidades de un batidor (100) dispuesto para conducir parte de un flujo de suspensión de fibras (14) que llega desde el batidor (100) para formar una muestra separada,
- 10 - un dispositivo (10) combinado con dicho canal de flujo lateral (102) que está configurado para determinar la velocidad de batido de la suspensión de fibras a partir del flujo de suspensión de fibras en el canal de flujo lateral (102), en donde dicho dispositivo (10) es un dispositivo (10) de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 5 a 8.
- 15 10. Un sistema de acuerdo la reivindicación 9, **caracterizado porque** el sistema incluye una primera válvula (16) dispuesta en dicho canal de flujo (12) antes de dicho equipo (18) y una segunda válvula (17) dispuesta en el canal de flujo (12) después del equipo (18) para detener la muestra durante la duración de la medición realizada por el equipo (18).
- 20 11. Un sistema de acuerdo la reivindicación 10, **caracterizado porque** dichas primera válvula (16) y segunda válvula (17) son válvulas de solenoide.
- 25 12. Un sistema de acuerdo cualquiera de las reivindicaciones 9 a 11, **caracterizado porque** el sistema incluye una bomba (56) dispuesta en dicho canal de flujo (12) para aspirar la muestra a dicho equipo (18).
- 30 13. Un sistema de acuerdo cualquiera de las reivindicaciones 9 a 12, **caracterizado porque** dicha bomba (56) es una bomba de manguera.

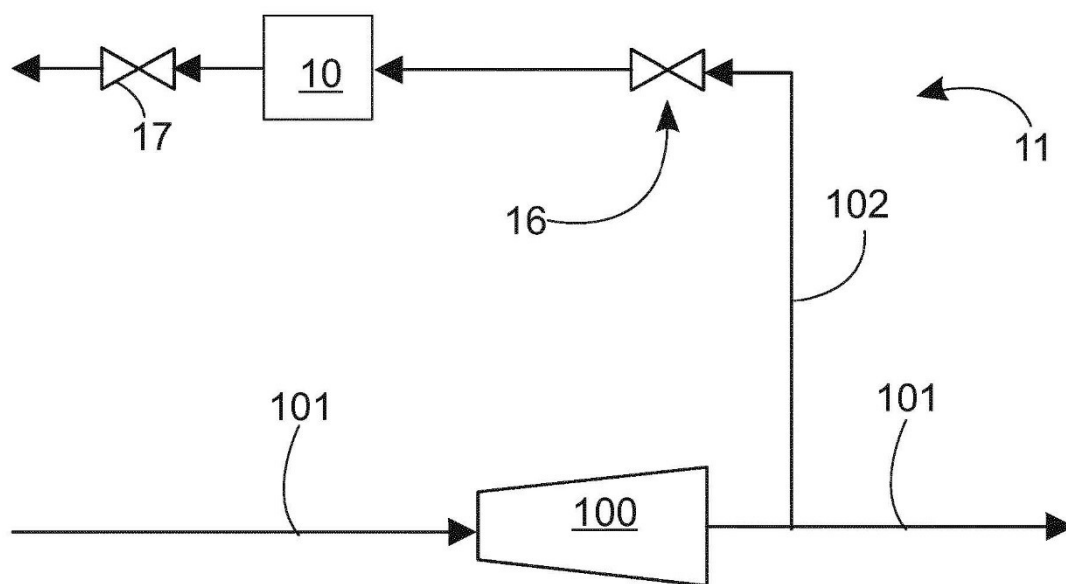


Fig. 1a

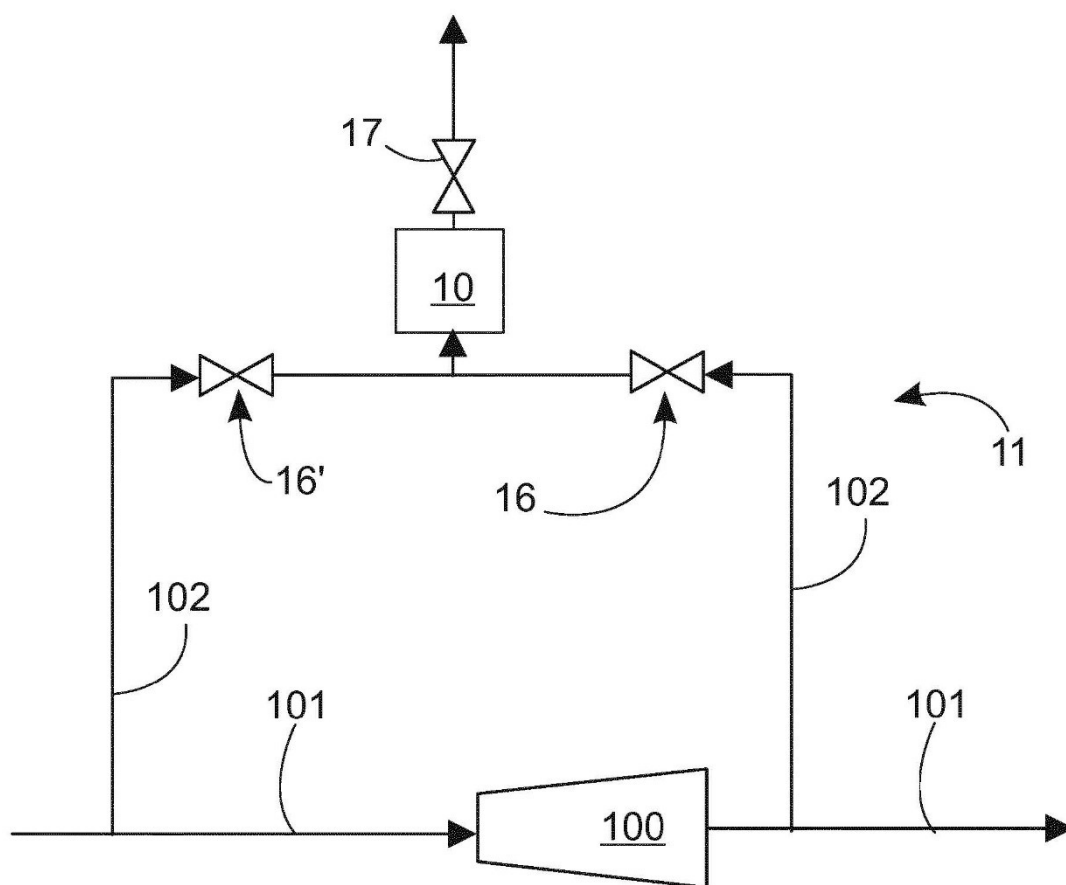


Fig. 1b

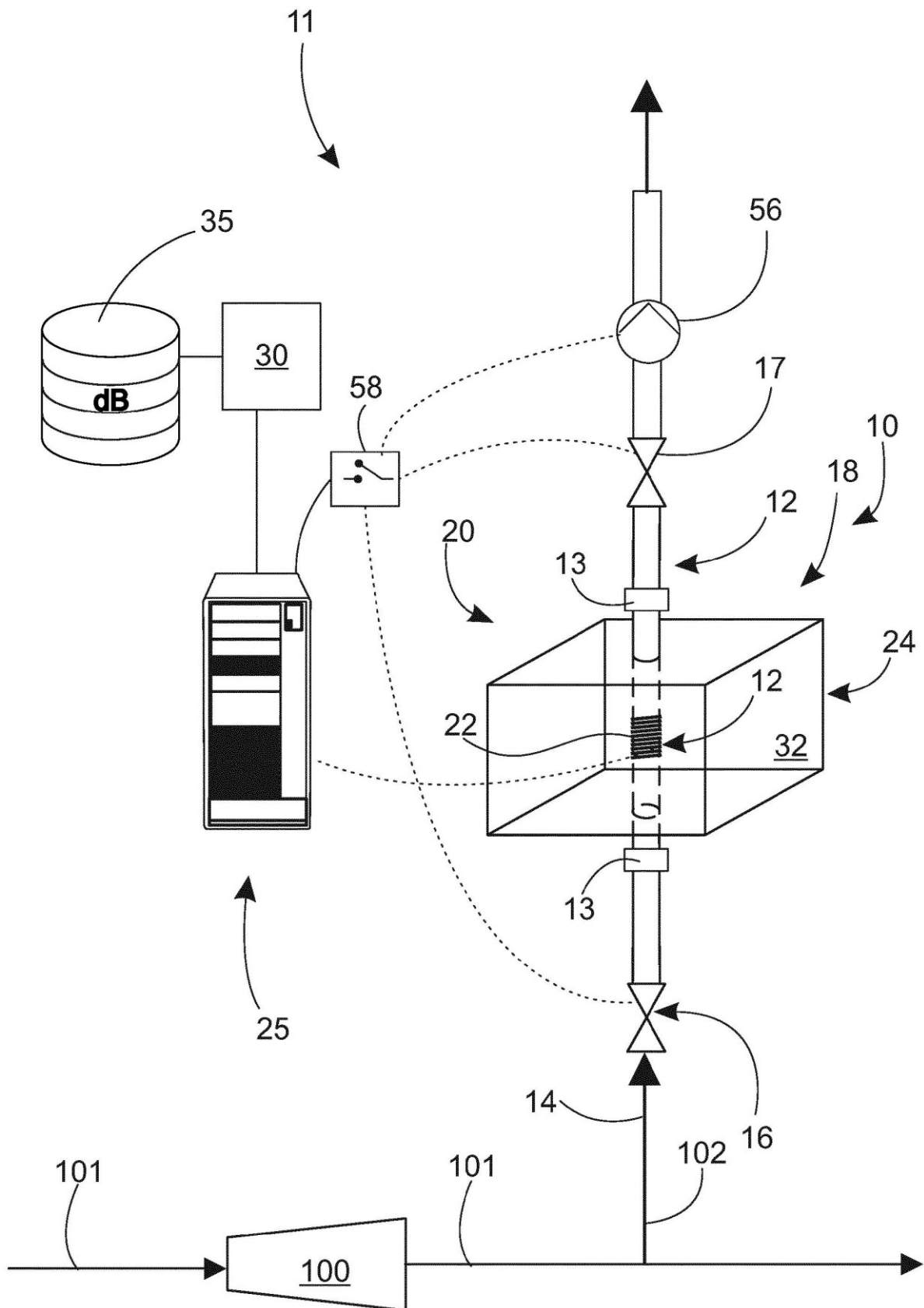


Fig. 2

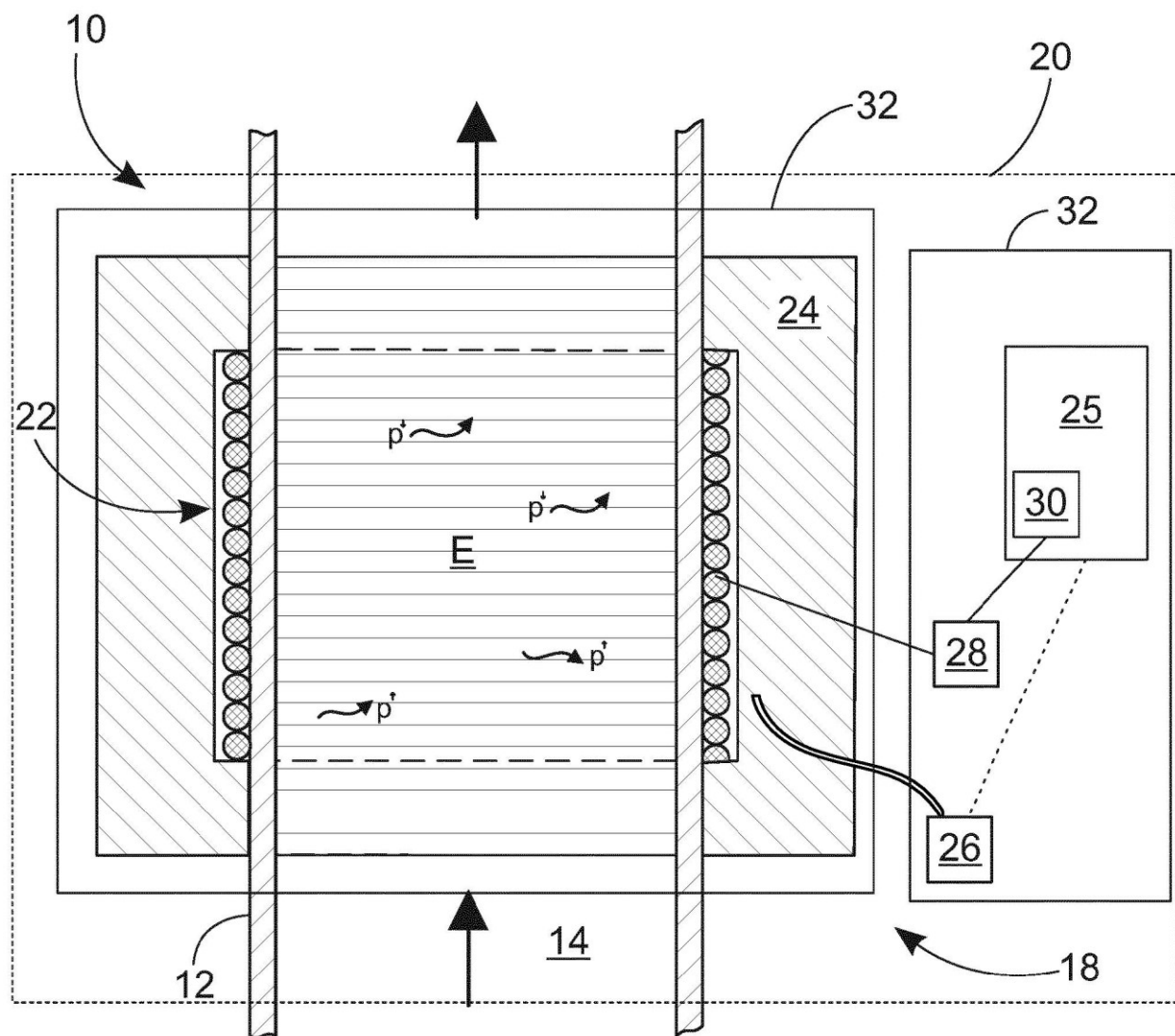


Fig. 3

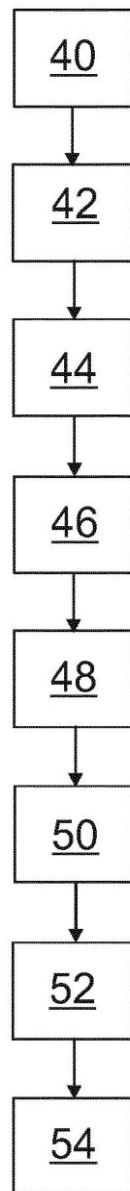


Fig. 4