

APARATO AUTOMATIZADO PARA LA CARACTERIZACIÓN DE SISTEMAS DE FLUIDO-SÓLIDO

ANTECEDENTES

Campo

[0001] Las formas de realización de la presente divulgación se refieren generalmente a aparatos, sistemas y métodos para estudiar interacciones entre fluidos y sólidos y para caracterizar sistemas de fluido-sólido.

Descripción de la técnica relacionada

[0002] Las interacciones entre fluidos y sólidos pueden estudiarse mediante el registro de la masa y/o la composición de un determinado fluido en función del tiempo (datos de series temporales). Para los fenómenos de adsorción/desorción y condensación capilar, se utiliza el término gravimétrico, en donde la masa del fluido indica su comportamiento de fase. La patente US N.º 10.302.540 describe un aparato para estudiar un sistema de fluido-sólido. Una forma de realización del aparato de la patente US N.º 10.302.540 se muestra en la FIG. 1. El aparato mostrado en la FIG. 1 es generalmente operado manualmente, ya que cada punto de cambio de presión debe ser decidido y ejecutado manualmente por interacción humana. Esta naturaleza manual del aparato hace que esté inactivo durante largos períodos de tiempo y, por lo tanto, no se aprovecha todo su potencial.

[0003] Existe la necesidad de aparatos, sistemas y métodos nuevos y mejorados para estudiar las interacciones entre fluidos y sólidos y para caracterizar sistemas de fluido-sólido.

SÍNTESIS

[0004] Las formas de realización de la presente divulgación se refieren generalmente a aparatos, sistemas y métodos para estudiar interacciones entre fluidos y sólidos y para caracterizar sistemas de fluido-sólido.

[0005] En una forma de realización, se proporciona un aparato para caracterizar un sistema de fluido-sólido. El aparato incluye un soporte de núcleo y un sensor de presión acoplado al soporte de núcleo, estando configurado el sensor de presión para detectar una presión dentro del soporte de núcleo y producir una señal de presión. El aparato incluye además un comparador de masas conectado operativamente al interior del soporte de núcleos. El aparato incluye además un sistema de control de presión y flujo que comprende:

una fuente de presión en comunicación fluida selectiva con el soporte de núcleo; una válvula de presión automatizada configurada para controlar la presión dentro del soporte de núcleo; y un procesador configurado para: controlar la válvula de presión automatizada basándose al menos en parte en la señal de presión; y registrar datos del sensor de presión y del comparador de masas.

[0006] En otra forma de realización, se proporciona un método para caracterizar un sistema de fluido-sólido. El método comprende (a) poner en contacto una muestra de roca porosa, dispuesta dentro de un soporte de núcleo, con un fluido para formar un sistema de fluido-sólido dentro del soporte de núcleo; y (b) ajustar automáticamente una temperatura del sistema de fluido-sólido, una presión del sistema de fluido-sólido, o ambas, a un valor preseleccionado mediante un procesador y al menos una válvula automatizada. El método incluye además (c) monitorear el equilibrio del sistema de fluido-sólido. El método incluye además (d) registrar un valor de temperatura, un valor de presión, un valor de masa, o una combinación de los mismos, del sistema de fluido-sólido, para proporcionar datos registrados. El método incluye además (e) realizar una acción basada en los datos registrados. El método incluye además (f) repetir las operaciones (b) a (e) para producir un dato termodinámico característico del sistema de fluido-sólido.

[0007] En otra forma de realización, un método para caracterizar un sistema fluido-sólido incluye (a) introducir un fluido con una muestra de roca porosa dispuesta dentro de un soporte de núcleo para formar un sistema fluido-sólido dentro del soporte de núcleo. El método incluye además (b) ajustar automáticamente una presión del sistema fluido-sólido a un valor preseleccionado a través de un procesador y al menos una válvula automatizada, en donde el ajuste automático comprende: realizar una serie de aperturas cortas de válvula para generar una serie de datos; y analizar la serie de datos para calcular el período de tiempo calculado. El método incluye además (c) monitorear el equilibrio del sistema fluido-sólido mediante un sensor de presión; y (d) registrar un valor de presión, un valor de masa, o una combinación de los mismos, del sistema fluido-sólido, para proporcionar datos registrados; analizando una señal de presión para determinar su estacionariedad realizando una prueba de Dickey-Fuller aumentada (ADF), una prueba de Kwiatkowski-Phillips-Schmidt-Shin (KPSS), o ambas, la señal de presión correspondiente a la presión dentro del soporte de núcleo. El método incluye además (e) realizar una acción basada en los datos registrados. El método incluye además (f) repetir una o más de las operaciones (b) a (e) para producir datos termodinámicos característicos del sistema de fluido-sólido.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

[0008] Para que se pueda entender en detalle la manera en la que se pueden entender en detalle las características mencionadas anteriormente de la presente divulgación, se puede obtener una descripción más particular de la divulgación, brevemente resumida anteriormente, haciendo referencia a formas de realización, algunas de las cuales se ilustran en los dibujos adjuntos. Cabe señalar, sin embargo, que los dibujos adjuntos ilustran solo formas de realización a modo de ejemplo y, por lo tanto, no deben considerarse limitativos de su alcance, pudiendo admitir otras formas de realización igualmente efectivas.

[0009] La FIG. 1 muestra un diagrama esquemático de una forma de realización de un aparato para caracterizar un sistema de fluido-sólido según al menos una forma de realización de la presente divulgación.

[0010] La FIG. 2 muestra un ejemplo de un aparato automatizado para caracterizar un sistema de fluido-sólido según al menos una forma de realización de la presente divulgación.

[0011] La FIG. 3 muestra un esquema en alzado de un ejemplo de aparato automatizado para caracterizar un sistema de fluido-sólido según al menos una forma de realización de la presente divulgación.

[0012] La FIG. 4 muestra una vista esquemática superior del ejemplo de aparato automatizado mostrado en la FIG. 2 de acuerdo con al menos una forma de realización de la presente divulgación.

[0013] La FIG. 5 muestra una vista esquemática en alzado de un ejemplo de aparato automatizado para caracterizar un sistema de fluido-sólido según al menos una forma de realización de la presente divulgación.

[0014] La FIG. 6 muestra una vista esquemática superior del aparato de ejemplo mostrado en la FIG. 5, incluyendo la independencia de cada soporte de núcleo y la integración con el cromatógrafo de gases, de acuerdo con al menos una forma de realización de la presente divulgación.

[0015] La FIG. 7 es un ejemplo de un diagrama de actividad para un algoritmo de automatización según al menos una forma de realización de la presente divulgación.

[0016] La FIG. 8 es un gráfico que muestra el aumento de la resolución de los datos y la eficiencia temporal conseguida mediante un ejemplo de aparato automatizado (panel derecho) frente a un gráfico que utiliza un aparato no automatizado (panel izquierdo).

[0017] La FIG. 9 muestra una comparación de una isoterma de adsorción de n-butano previamente publicada a 5,4 °C superpuesta con una isoterma de adsorción de n-butano en las mismas condiciones producida mediante un ejemplo de aparato automatizado según al menos una forma de realización de la presente divulgación.

[0018] La FIG. 10 muestra una comparación de la pendiente previamente publicada de la isoterma de adsorción frente a la presión de n-butano a 5,4 °C superpuesta con un conjunto de datos similar producido a través de un ejemplo de aparato automatizado de acuerdo con al menos una forma de realización de la presente divulgación.

[0019] La FIG. 11A muestra datos de isoterma para n-butano en MCM-41 (tamaño de poro de 6 nm) a diferentes temperaturas producidos mediante un ejemplo de aparato automatizado según al menos una forma de realización de la presente divulgación.

[0020] La FIG. 11B muestra datos de isoterma para n-butano en MCM-41 (tamaño de poro de 8 nm) a diferentes temperaturas producidos mediante un ejemplo de aparato automatizado según al menos una forma de realización de la presente divulgación.

[0021] La FIG. 12 muestra datos de isoterma para iso-butano en MCM-41 a dos temperaturas diferentes producidos mediante un ejemplo de aparato automatizado según al menos una forma de realización de la presente divulgación.

[0022] En la siguiente descripción, se exponen numerosos detalles específicos de los aparatos, sistemas y métodos de la presente divulgación con el fin de proporcionar una explicación exhaustiva de la naturaleza precisa de la divulgación. Será evidente, sin embargo, para los expertos en la técnica que la divulgación se puede practicar sin estos detalles específicos.

DESCRIPCIÓN DETALLADA

[0023] Las formas de realización de la presente divulgación se refieren generalmente a aparatos, sistemas y métodos para estudiar interacciones entre fluidos y sólidos y para caracterizar sistemas de fluido-sólido. Los aparatos, sistemas y métodos para caracterizar un sistema de fluido-sólido pueden utilizarse para estudiar interacciones de fase dentro de una muestra. La muestra puede ser estática o dinámica y estar compuesta por fluidos (por ejemplo, gas y/o líquido) y estados agregados sólidos. Las interacciones de fase pueden incluir adsorción, desorción y condensación capilar, y pueden analizarse gravimétricamente mediante registros de masa y/o composición del fluido en función del tiempo. Los efectos de parámetros ambientales como la temperatura y la presión en las interacciones mencionadas

también pueden estudiarse y caracterizarse mediante el uso de los aparatos, sistemas y métodos descritos en el presente documento.

[0024] En general, los términos y frases utilizados en el presente documento tienen su significado reconocido en la técnica, que se puede encontrar por referencia a textos estándar, referencias de revistas y contextos conocidos por los expertos en la técnica. Las siguientes definiciones se proporcionan para aclarar su uso específico en el contexto de la presente divulgación.

[0025] Tal como se usa en la presente, el término “cámara ambiental” se refiere a un recinto en donde pueden controlarse parámetros ambientales como la temperatura, la presión y la humedad. Una cámara ambiental puede utilizarse para probar condiciones específicas en muestras o experimentos o para almacenar materiales sensibles. Como tales, las cámaras ambientales pueden diferir mucho en tamaño y equipamiento. En una forma de realización, la “cámara ambiental” está equipada con portamuestras equipados con transductores de presión y balanzas de masas diferenciales (o comparadores de masas) que introducen los datos de medición en una caja de adquisición de datos. En algunas formas de realización, la cámara ambiental funciona como un termostato, capaz de controlar la temperatura en $\pm 0,1$ K.

[0026] Tal como se usa en la presente, el término “soporte de núcleo” se refiere a un aparato para sostener una muestra porosa. El soporte puede utilizarse para experimentos de permeabilidad de fluidos. Las condiciones dentro del soporte pueden ser medidas y aplicadas a la muestra. En algunas formas de realización, la presión dentro del soporte puede medirse utilizando un sensor de presión. En al menos una forma de realización, los cambios de masa dentro del soporte pueden medirse mediante un comparador de masas.

[0027] Tal como se usa en la presente, el término “comunicación selectiva de fluidos” se refiere a la disposición de dos o más elementos de un aparato de tal manera que un fluido puede ser transportado hacia, a través o desde un objeto a otro de forma selectiva. Por ejemplo, dos elementos están en comunicación selectiva de fluidos entre sí si se proporciona una ruta de flujo de fluido que incluye una o más válvulas entre los dos elementos. En consecuencia, la ruta de flujo puede ser selectivamente abierto o cerrado a través de, por ejemplo, la operación de la una o más válvulas.

[0028] Tal como se usa en la presente, el término “estacionariedad” se refiere al grado en que una serie temporal es estacionaria. Una serie temporal puede ser estacionaria si la media y la varianza de una distribución de la serie temporal permanecen invariables durante

un período de tiempo. Una serie temporal no es estacionaria si existe una tendencia en la media. La estacionariedad puede evaluarse realizando una o más pruebas de hipótesis, que incluyen, entre otras, una prueba Dickey-Fuller aumentada (ADF), una prueba Zivot-Andrews y una prueba Kwiatkowski-Philips-Schmidt-Shin (KPSS). Tal como se usa en la presente, la estacionariedad de la señal de presión que indica la presión dentro del soporte de núcleo se analiza utilizando un algoritmo automatizado. En dicho algoritmo, una prueba ADF aumentada comprueba la hipótesis nula de la presencia de una raíz unitaria en los datos de presión, mientras que una prueba KPSS examina si una serie temporal permanece estable en torno a una media o si existe una raíz unitaria. El nivel de estacionariedad se correlaciona negativamente con el valor asignado a la prueba ADF. Cuanto más negativo sea el número, más fuerte será el rechazo de la hipótesis de la existencia de una raíz unitaria y más estacionarios serán los datos de medición.

[0029] Tal como se usa en la presente, el término “mecanismo de purga atmosférica” se refiere a un mecanismo que sustituye el aire atmosférico contenido en un sistema cerrado por un gas de purga. En algunas formas de realización, el gas de purga puede comprender un gas no reactivo. Así, en algunas formas de realización, un mecanismo de purga atmosférica puede crear un entorno deficiente en oxígeno y no combustible. Los gases no reactivos pueden ser gases inertes y, por lo tanto, pueden utilizarse para evitar que se produzcan reacciones químicas no deseadas. Puede utilizarse cualquier gas no reactivo adecuado. Ejemplos ilustrativos, pero no limitativos, de gases no reactivos utilizados para el gas de purga incluyen nitrógeno, argón helio, neón, criptón, xenón, argón, dióxido de carbono y combinaciones de los mismos. Un mecanismo de purga atmosférica puede incluir el lavado del sistema respectivo con un gas de purga no reactivo. Tal como se usa en la presente, el gas no reactivo se introduce en la cámara ambiental a través de una válvula de purga automatizada.

[0030] Tal como se usa en la presente, el término “muestra de roca porosa” se refiere a un espécimen que representa material rocoso que contiene cavidades diminutas. Las diminutas cavidades de una muestra de roca porosa pueden contener líquidos y/o gases. El tamaño, la estructura y la distribución de estas cavidades determinan la porosidad de una muestra dada. En algunas formas de realización, la muestra de roca porosa puede ser un material nanoporoso. Los materiales nanoporosos pueden incluir un armazón o matriz con una estructura de poros, cada uno de ellos de aproximadamente 100 nm o menos, y pueden subdividirse en tres categorías: microporosos (tamaños de poro entre aproximadamente 0,2 nm y aproximadamente 2 nm), mesoporosos (tamaños de poro entre aproximadamente 2 nm y aproximadamente 50 nm) y macroporosos (tamaños de poro entre aproximadamente

50 nm y aproximadamente 1000 nm). En algunas formas de realización, las muestras de roca porosa pueden incluir muestras de sílice MCM-41 modificada en superficie. Las diminutas cavidades de las muestras de MCM-41 de sílice modificada en superficie pueden contener n-butano e iso-butano funcionando como fluido modelo.

[0031] Tal como se usa en la presente, el término “sistema de fluido-sólido” se refiere a un sistema que incluye al menos una fase fluida y al menos una fase sólida. Las interacciones de fase de un sistema de fluido-sólido pueden ser dinámicas o estáticas. Las interacciones de fase del sistema de fluido-sólido pueden caracterizarse mediante mecánica estructural, dinámica de fluidos y/o termodinámica. En algunos ejemplos, un sistema de fluido-sólido incluye una muestra de roca porosa y un fluido contenido dentro de un soporte de núcleo.

[0032] Tal como se usa en la presente, el término “acoplado”, incluidas sus diversas formas, como “acoplable operacionalmente”, “acoplamiento” o “acoplable”, se refiere a la unión de dos componentes o partes directa o indirectamente, y comprende el acoplamiento estructural o eléctrico directo o indirecto, la conexión o el acoplamiento, o la adaptación o capacidad para tal acoplamiento estructural, eléctrico u operacional directo o indirecto, conexión o acoplamiento, incluidos los componentes formados integralmente y los componentes que se acoplan mediante o a través de otro componente. El acoplamiento indirecto puede implicar el acoplamiento a través de un componente o pieza intermedia. Acoplado también puede incluir componentes acoplados a distancia y acoplados mediante transmisores y receptores.

[0033] Tal como se usa en la presente, el término “condensación capilar” se refiere al proceso por el cual un fluido en fase vapor se adsorbe en un medio poroso, forma múltiples capas de la fase vapor adsorbida y, a una determinada temperatura y presión, nuclea en una fase condensada que llena los poros del medio poroso. Los términos “condensación capilar” y “nanocondensación” se utilizan indistintamente a menos que el contexto indique lo contrario.

[0034] La FIG. 1 muestra un aparato divulgado en la patente US N.º 10.302.540, que se incorpora por referencia en su totalidad en la medida en que no sea inconsistente con la divulgación en esta solicitud. El aparato mostrado en la FIG. 1 es operado manualmente, ya que cada punto de cambio de presión debe ser decidido y ejecutado manualmente por interacción humana. Esta naturaleza manual del aparato hace que esté inactivo durante largos períodos de tiempo y, por lo tanto, no se aprovecha todo su potencial. Además, la cantidad de datos (y la resolución final de salida) generada con el funcionamiento manual es

muy inferior a la que se podría conseguir con el sistema automatizado. La Tabla 1 muestra una lista de ciertas partes del aparato mostrado en la FIG. 1.

Tabla 1

Ref.	Pieza	Ref.	Pieza
(a)	Balanza o comparador de masas	(k)	Vacuómetro
(b)	Mesa antivibraciones	(l)	Cilindros de gas
(c)	Soporte para núcleos	(m)	Cromatógrafo de gases
(d)	Protector contra corrientes de aire	(n)	Ordenadores
(e)	Cámara ambiental	(o)	Caja de adquisición de datos
(f)	Marco	(p)	Cable aislado
(g)	Fuente de alimentación termopar y registrador de datos	(q)	Cable termopar
(h)	Bomba de doble cilindro	(r)	Gases cromatográficos
(i)	Bomba turbomolecular	(s)	Monitores
(j)	Transductor de presión		

[0035] Por el contrario, los aparatos aquí descritos pueden incluir varios elementos adicionales que pueden permitir la automatización, entre otras ventajas. Por ejemplo, y además de una o más de las partes (a)-(s), el aparato aquí descrito puede incluir una o más de una válvula eléctrica, una unidad de control remoto, y un algoritmo informático avanzado. Para mayor claridad, y en el aparato mostrado en las FIG. 2-6, una o más de las partes (a)-(s) pueden ser utilizadas aunque una o más de dichas partes no se muestren. El aparato aquí descrito puede ser un aparato gravimétrico.

[0036] Más allá de la automatización, los aparatos de la presente divulgación pueden mantener una variedad de fluidos a temperaturas específicas (por ejemplo, temperaturas en un rango de aproximadamente -100 °C a aproximadamente 232 °C) y presiones (por ejemplo, presiones en un rango de vacío a aproximadamente 10.000 psi). Además, los aparatos descritos en el presente documento pueden tener la capacidad de simular la presión de sobrecarga. En consecuencia, los aparatos de la presente divulgación pueden utilizarse para estudiar las interacciones entre fluidos y sólidos, incluidas la adsorción, la desorción y la nanocondensación (también conocida como “condensación capilar”). En particular, los aparatos aquí descritos pueden utilizarse para reconstruir las condiciones del yacimiento durante las mediciones de condensación capilar. Además, los aparatos de la presente divulgación pueden utilizarse para alcanzar las temperaturas y presiones necesarias para estudiar fluidos de un solo componente en una variedad de tipos de poros adsorbentes. La FIG. 2 muestra un ejemplo de configuración de un aparato descrito en el presente documento.

[0037] La FIG. 2 muestra un ejemplo de un aparato 20 para caracterizar un sistema de fluido-sólido de acuerdo con al menos una forma de realización de la presente divulgación. Como se ha indicado con anterioridad, una o más partes del aparato mostrado en la FIG. 1 pueden ser utilizadas con el aparato de la presente divulgación. A continuación se proporciona una breve descripción de dichas partes mostradas en la FIG. 1.

[0038] Las balanzas se utilizan para medir la cantidad de fluido adsorbido o desorbido. Para permitir una alta resolución y una gran carga máxima para estudiar la condensación capilar en condiciones de yacimiento, se puede utilizar un comparador de masas (a) en lugar de una balanza tradicional según algunas formas de realización. En este caso, las balanzas tradicionales tienen una capacidad y una resolución insuficientes. A diferencia de las balanzas tradicionales, los comparadores de masas pesan por diferencia, lo que permite una alta resolución con grandes cargas máximas. Por ejemplo, un comparador de masas Mettler Toledo XPE505C tiene una resolución de 0,01 miligramos incluso con su carga máxima de 520 gramos. Se contemplan otros comparadores de masas y balanzas adecuados. El comparador de masas (a) puede colocarse encima de una mesa antivibraciones (b).

[0039] Los aparatos de la presente divulgación pueden alojar un núcleo y un soporte de núcleo (c) completos con una masa de hasta la carga máxima del comparador de masas (a) utilizado en el aparato. Por ejemplo, cuando el aparato utiliza un comparador de masas XPE505C de Mettler Toledo, el aparato puede alojar un núcleo y un soporte de núcleo completos con una masa de hasta aproximadamente 520 g. Otros comparadores de masas

adecuados pueden alojar otras masas adecuadas. Las líneas de fluido, que pueden ser flexibles, pueden utilizarse para introducir fluido en el soporte de núcleo (c) y pueden permitir el flujo forzado de fluidos a través del soporte de núcleo (c). En consecuencia, y en algunas formas de realización, los aparatos descritos en el presente documento pueden permitir la investigación de fluidos de un solo componente y multicomponente en mediciones estáticas y de flujo continuo.

[0040] Se pueden utilizar varios tipos de soporte de núcleo (c) con el aparato descrito en el presente documento. Los soportes de núcleo adecuados incluyen aquellos utilizados en la investigación de ingeniería petrolera, incluyendo aquellos que pueden sostener experimentos de condiciones de yacimiento de alta presión y alta temperatura. Los soporte de núcleo adecuados también pueden modificarse para la aplicación de tensión de sobrecarga.

[0041] Ejemplos ilustrativos, pero no limitantes, de soportes de núcleos incluyen aquellos utilizados para estudios de fluidos simples en adsorbentes ideales como se describe en, al menos, las FIG. 2-8 de la patente US N.º 10.302.540. Un primer tipo de soporte de núcleo comprende un cuerpo, tapas de extremo, una placa colgante, filtros, accesorios de compresión y un resorte de compresión modificado. El cuerpo del soporte puede estar hecho de titanio, acero inoxidable, fibra de carbono u otros materiales adecuados. El cuerpo del soporte de núcleo puede tener: un diámetro interno en el rango de aproximadamente 0,1 pulgadas (pulg.) a aproximadamente 2 pulg., tal como de aproximadamente 0,5 pulgadas (pulg.) a aproximadamente 1,5 pulgadas (pulg.), tal como aproximadamente 0,75 pulgadas (pulg.); un diámetro externo en el rango de aproximadamente 0,1 pulgadas (pulg.) a aproximadamente 2 pulgadas (pulg.), por ejemplo, de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 1,5 pulgadas, por ejemplo, aproximadamente 1,0 pulgadas; y una longitud de aproximadamente 4 a aproximadamente 10 pulgadas, por ejemplo, de aproximadamente 4 a aproximadamente 7 pulgadas, por ejemplo, aproximadamente 4 pulgadas. Se contemplan otras dimensiones.

[0042] Las tapas del soporte de núcleo pueden estar hechas de titanio, acero inoxidable u otros materiales adecuados. Las dimensiones de los diversos elementos de las tapas -por ejemplo, una curvatura del diámetro interno, un diámetro externo, un diámetro del puerto para un accesorio de compresión, un diámetro interno y una longitud de la rosca- pueden incluir las típicamente utilizadas. Por ejemplo, la curvatura del diámetro interno del endcap puede estar en el rango de aproximadamente 0 pulgadas a aproximadamente 0,05 pulgadas, tal como en el rango de aproximadamente 0 pulgadas a aproximadamente 0,03 pulgadas, tal como aproximadamente 0,03 pulgadas. El diámetro exterior de la tapa puede

estar comprendido entre 0,1 y 0,2 pulgadas, por ejemplo entre 0,5 y 1,5 pulgadas, por ejemplo entre 0,746 pulgadas. El diámetro del puerto para el accesorio de compresión de la tapa puede estar comprendido entre 0,015 y 0,5 pulgadas, por ejemplo entre 0,05 y 0,25 pulgadas, por ejemplo entre 0,242 pulgadas. El diámetro interno de la tapa puede estar comprendido entre 0,1 y 2 pulgadas, por ejemplo entre 0,5 y 1,5 pulgadas, por ejemplo entre 0,600 pulgadas. La longitud de la rosca de la tapa puede estar comprendida entre 0,5 y 3 pulgadas, por ejemplo entre 0,5 y 1,5 pulgadas, por ejemplo entre 0,625 y 2 pulgadas. Se contemplan otras dimensiones. Un ejemplo ilustrativo, pero no limitativo, del primer tipo de soporte de núcleo que puede utilizarse con las formas de realización descritas en el presente documento se muestra en la FIG. 2 de la Patente US N.º 10.302.540.

[0043] Un segundo tipo de soporte de núcleo incluye un cuerpo, tapas, una placa colgante, filtros, accesorios de compresión y un muelle de compresión modificado. El segundo tipo de soporte de núcleo incluye además un cilindro flexible encapsulado dentro del cuerpo del soporte de núcleo. El segundo tipo de soporte de núcleo puede tolerar altas presiones (hasta aproximadamente 10.000 psi), altas temperaturas (hasta 232 °C), y la aplicación de tensión de sobrecarga y puede ser utilizado para experimentos avanzados, incluyendo experimentos en fluidos de yacimiento y rocas de yacimiento (por ejemplo, tapones de núcleo de 1 pulgada, tapones de núcleo de 1,5 pulgadas, y roca triturada). Por ejemplo, el segundo tipo de soporte de núcleo puede utilizarse en estudios avanzados de condensación capilar en presencia de presión de sobrecarga. El fluido de sobrecarga (por ejemplo, aceite mineral) puede bombearse en el vacío entre el cilindro flexible y el cuerpo del soporte de testigos para suministrar una presión de confinamiento, simulando la sobrecarga. Como otro ejemplo, en experimentos de flujo continuo, un cilindro de una bomba de doble cilindro (como una bomba Quizix) puede controlar la presión de los fluidos que fluyen hacia el segundo tipo de soporte de testigos, mientras que el otro cilindro de la bomba de doble cilindro puede utilizarse para proporcionar contrapresión. Un ejemplo ilustrativo, pero no limitativo, del segundo tipo de soporte de núcleo que puede utilizarse con las formas de realización aquí descritas se muestra en la FIG. 6 de la patente US N.º 10.302.540.

[0044] Un tercer tipo de soporte de núcleo puede utilizarse para aplicar presión de sobrecarga por medios mecánicos. El tercer tipo de soporte de núcleo incluye un cuerpo, tapas, una placa colgante, filtros, accesorios de compresión y un resorte de compresión modificado. El tercer tipo incluye: tapones (con una longitud de, por ejemplo, aproximadamente 0,5 pulgadas a aproximadamente 1,5 pulgadas) que se alargan acoplado un espaciador con una longitud de, por ejemplo, aproximadamente 0,5 pulgadas

a aproximadamente 1,5 pulgadas) al tapón, de manera que la longitud total de la combinación tapón+espaciador es, por ejemplo, aproximadamente 1 pulgada a aproximadamente 3 pulgadas; o tapones largos (con una longitud de, por ejemplo, aproximadamente 1 pulgada a aproximadamente 3 pulgadas). Al apretar la combinación tapón+espaciador o al apretar el tapón largo, se puede aplicar presión mecánica al núcleo. Un ejemplo ilustrativo, pero no limitativo, del segundo tipo de soporte de núcleo que se puede utilizar con las formas de realización descritas en el presente documento se muestra en las FIG. 7A y 7B de la patente US N.º 10.302.540.

[0045] Se puede utilizar un cuarto tipo de soporte de núcleo para aplicar presión de sobrecarga por medios mecánicos. El cuarto tipo de soporte de núcleo incluye un cuerpo, tapas, una placa colgante, filtros, accesorios de compresión y un muelle de compresión modificado. El cuarto tipo de soporte de núcleo incluye además un manguito en el exterior del cuerpo del núcleo con una manivela en la superficie del manguito. Al girar la manivela en un sentido, el manguito -y por lo tanto el cuerpo del núcleo- se contrae, provocando una presión que aprieta el núcleo. Un ejemplo ilustrativo, pero no limitativo, del segundo tipo de soporte de núcleo que se puede utilizar con las formas de realización descritas en el presente documento se muestra en las FIG. 7A y 7B de la patente US N.º 10.302.540.

[0046] El comparador de masas (a) se coloca en la parte superior de una cámara ambiental (e) mientras cuelga un adsorbente dentro de la cámara ambiental (e) de un gancho o cable aislado (p) en la parte inferior del comparador de masas (a). Dicha configuración puede servir para proteger los componentes electrónicos sensibles del comparador de masas en experimentos realizados en condiciones extremas (por ejemplo, temperaturas y presiones del depósito). Otras medidas de protección incluyen la contención de las presiones experimentales dentro de los tubos de alta presión y alta temperatura y el soporte de núcleo, que aloja el adsorbente.

[0047] Se utiliza una cámara ambiental (e) para garantizar, por ejemplo, un control preciso de la temperatura del aparato. La cámara ambiental (e) puede personalizarse para incluir una temperatura de funcionamiento inferior ampliada de -100 °C, una temperatura de funcionamiento superior ampliada de 232 °C, la capacidad de interactuar con cuatro o más detectores de temperatura de resistencia (RTD) y dos o más termopares, y puertos tanto en los laterales como en la parte superior de la cámara. La inclusión de puertos a ambos lados y en la parte superior de la cámara ambiental (e) puede ser útil para pasar líneas y cables dentro y fuera de la cámara ambiental (e), incluido el cable que suspende el soporte de núcleo (c) del comparador de masas (a). Por ejemplo, los cables del termopar y/o RTD (q) pueden estar dentro de la cámara ambiental (e) y la caja del termopar y/o RTD (por ejemplo,

la fuente de alimentación del termopar y el registrador de datos (g)) pueden estar colocados fuera de la cámara ambiental (e). Los puertos también pueden ser útiles para anclar un protector contra corrientes de aire casero (d), que puede fijarse alrededor del soporte de núcleo para evitar que las corrientes de aire en la cámara ambiental (e) perjudiquen la resolución del comparador de masas (a). Un ejemplo ilustrativo, pero no limitativo, de cámara ambiental (e) es el Thermotron XSE-600-3-3-MS. Se contemplan otras cámaras ambientales o aparatos adecuados para controlar la temperatura.

[0048] Además, la cámara ambiental (e) puede purgarse con un gas no reactivo (por ejemplo, nitrógeno gaseoso). Purgar la cámara ambiental con un gas no reactivo puede aumentar la seguridad de los experimentos de condiciones de yacimiento de alta presión y alta temperatura. Además, purgar la cámara ambiental con un gas no reactivo puede ayudar a mitigar o prevenir la formación de hielo durante experimentos a baja temperatura. El gas no reactivo puede almacenarse en uno o más de los cilindros de gas (l) fuera de la cámara ambiental (e) y filtrarse a través de un secador de gas (no mostrado) antes de entrar en la cámara ambiental (e). Puede colocarse un marco (f), o estructura de soporte, sobre la cámara ambiental (e).

[0049] Una bomba (h) sirve para presurizar los fluidos en estudio. Un ejemplo ilustrativo, pero no limitativo, de una bomba (h) es una bomba Quizix de doble cilindro Q6000. Se contemplan otras bombas o aparatos adecuados para presurizar fluidos. Si la bomba (h) tiene una temperatura máxima de funcionamiento elevada, puede alojarse fuera de la cámara ambiental (e). Por ejemplo, una bomba Quizix Q6000 de doble cilindro tiene una temperatura máxima de funcionamiento de 160 °C y puede alojarse fuera de la cámara ambiental (e). Otras bombas pueden tener temperaturas máximas de funcionamiento más bajas o más altas y pueden alojarse fuera o dentro de la cámara ambiental (e). En algunas formas de realización, ambos cilindros de la bomba (h) pueden utilizarse para presurizar fluidos. En experimentos que utilizan la inyección de fluidos precalentados, se puede utilizar cinta calefactora para calentar los cilindros de la bomba (h). El uso de cinta calefactora puede servir como alternativa al alojamiento de los cilindros de la bomba (h) dentro de la cámara ambiental (e).

[0050] Puede utilizarse una bomba turbo-molecular (i) en el aparato para aspirar el sistema y desgasificar el adsorbente. La bomba turbomolecular (i) puede ser una bomba turbomolecular sin hidrocarburos. Una bomba turbomolecular sin hidrocarburos tiene cojinetes magnéticos en lugar de cojinetes lubricados con aceite. Por consiguiente, los vapores de lubricante no se adsorben a los tubos durante la aspiración. Las bombas

turbomoleculares sin hidrocarburos pueden alcanzar niveles de vacío de al menos 10^{-6} mbar.

[0051] Se coloca una caja de adquisición de datos (o) fuera de la cámara ambiental. La caja de adquisición de datos (o) se utiliza para adquirir datos de varias partes del aparato, como el comparador de masas (a) y la fuente de alimentación de termopar y el registrador de datos (g). La caja de adquisición de datos (o) está acoplada al comparador de masas (a) y a la fuente de alimentación del termopar y al registrador de datos (g) mediante cables eléctricos (indicados como líneas discontinuas). Las lecturas de masa se toman del comparador de masa (a). La caja de adquisición de datos (o) también está acoplada a un transductor de presión (j) y a un vacuómetro (k), que se colocan fuera de la cámara y se utilizan para tomar lecturas de presión. Puede utilizarse cualquier transductor de presión y vacuómetro adecuados.

[0052] Se puede utilizar un cromatógrafo de gases (m) en el aparato para monitorear las concentraciones de fluidos adsorbidos y desorbidos para el estudio avanzado de fluidos multicomponentes. Los gases cromatográficos (r) se acoplan al cromatógrafo de gases (m). Se utilizan una computadora (n) y monitores (s) para, por ejemplo, controlar el cromatógrafo de gases (m) y ver los resultados experimentales. Un ejemplo ilustrativo, pero no limitativo, de un cromatógrafo de gases (m) que puede utilizarse es un Agilent 7890B. Se contemplan otros cromatógrafos de gases adecuados.

[0053] El cromatógrafo de gases (m) puede personalizarse para analizar todos los fluidos encontrados en experimentos de condensación capilar. Por ejemplo, el cromatógrafo de gases (m) puede personalizarse para que sea capaz de realizar un Análisis Detallado de Hidrocarburos para estudiar fluidos de hidrocarburos. Además, el cromatógrafo de gases (m) puede personalizarse para que sea capaz de realizar Destilación Simulada para petróleo crudo. Además, el cromatógrafo de gases (m) puede personalizarse para que sea capaz de analizar gases fijos (por ejemplo, nitrógeno y dióxido de carbono). Las tuberías del cromatógrafo de gases (m) pueden estar hechas de materiales adecuados, como Hastelloy, y pueden estar equipadas con una válvula de entrada de gas de alta presión (por ejemplo, 3000 psi) y/o calentada para garantizar el análisis adecuado de los fluidos del yacimiento.

[0054] El cromatógrafo de gases (m) también puede utilizarse para medir la composición de un fluido a granel y/o la composición de un fluido confinado. Para medir la composición de un fluido confinado, por ejemplo, se puede utilizar una trampa de nitrógeno líquido para extraer el fluido confinado de un adsorbente en el soporte de núcleo (c). El

fluido confinado se recoge de la trampa de nitrógeno líquido y luego se transfiere al cromatógrafo de gases (m) para su análisis.

[0055] Varias partes o componentes del aparato mostrado en la FIG. 1 pueden ser usadas con otros aparatos descritos en la presente, tales como los aparatos ilustrados en las FIG. 2-6. De manera similar, varias partes o componentes del aparato en cada una de las FIG. 1-6 pueden ser usadas con uno o más de los aparatos descritos en la presente. Similarmente, varias partes o componentes del aparato en cada una de las FIG. 1-6 pueden ser convenientemente usadas con uno o más aparatos descritos en la presente.

[0056] Volviendo a la FIG. 2, el aparato 20 incluye un soporte de núcleo 202 dispuesto dentro de la cámara ambiental 207. La cámara ambiental 207 y el soporte de núcleo 202 pueden ser los mismos o diferentes a los descritos en la FIG. 1. La cámara ambiental 207 y el soporte de núcleo 202 pueden ser iguales o diferentes de la cámara ambiental y el soporte de núcleo descritos en relación con la FIG. 1. Una unidad de control de cámara ambiental 215 puede ser utilizada para controlar la operación de la cámara ambiental 207. La cámara ambiental 207 puede incluir un elemento de calentamiento, un elemento de enfriamiento y un sensor de temperatura. La cámara ambiental 207 viene equipada con el elemento de calentamiento, un elemento de enfriamiento, y un sensor de temperatura. La cámara ambiental 207 puede incluir además un mecanismo de purga atmosférica configurado para purgar el interior de la cámara ambiental 207 de, por ejemplo, oxígeno. La cámara ambiental 207 viene equipada con el mecanismo de purga automatizado. Una fuente de gas no reactivo puede estar en comunicación fluida selectiva con el interior de la cámara ambiental. Una válvula de purga automatizada puede situarse entre la fuente de gas no reactivo y la cámara ambiental 207, y puede configurarse para controlar un flujo del gas no reactivo hacia la cámara ambiental 207. Una válvula de tres vías 206 (que puede ser, por ejemplo, una válvula de tres vías accionada a distancia) está acoplada al soporte de núcleo 202, a un depósito de gas 210 (o cilindro de gas), y a una bomba de vacío 213 (o fuente de vacío) mediante líneas, tuberías o conductos. La válvula de tres vías 206 está configurada para controlar el flujo de, por ejemplo, gas y vacío a través de varias partes del aparato 20. La válvula de tres vías 206 puede liberar el flujo de gas y vacío a través de varias partes del aparato 20. La válvula de tres vías 206 puede liberar al aparato 20 del accionamiento manual, permitiendo la inyección y/o succión remota y automática de fluidos. La válvula de tres vías 206 también puede permitir la comunicación selectiva de fluidos de vacío, gas y/o presión con el soporte de núcleo 202. En la FIG. 2, el cable o conexión eléctrica se indica mediante las líneas discontinuas, mientras que las líneas de gas y vacío se indican

mediante las líneas continuas. En lugar de cable eléctrico y conexión, pueden utilizarse transmisores y receptores para enviar señales a diversos componentes del aparato 20.

[0057] El aparato 20 puede incluir además un sensor de presión o transductor de presión (no mostrado) configurado para detectar la presión dentro del soporte de núcleo 202 y producir una señal de presión. El sensor de presión o transductor de presión puede ser similar al transductor de presión (j) y está conectado operativamente al interior del soporte de núcleo. El aparato 20 puede incluir además un comparador de masa (no mostrado) configurado para detectar cambios de masa en el interior del soporte de núcleo 202. El comparador de masa, que puede ser similar al comparador de masa (a), está conectado operativamente al interior del soporte de núcleo 202. El aparato 20 puede incluir además un sistema de control de presión y flujo que generalmente incluye una fuente de presión en comunicación selectiva de fluido con el soporte de núcleo, una válvula de presión automatizada (por ejemplo, válvula de tres vías 206) configurada para controlar la presión dentro del soporte de núcleo, y un procesador. El procesador, descrito más adelante, ejecuta instrucciones de algoritmos descritos en el presente documento. El aparato 20 puede incluir además una válvula de vacío automatizada (por ejemplo, válvula de tres vías 206) configurada para controlar la presión dentro del soporte de núcleo. La válvula de vacío automatizada (por ejemplo, válvula de tres vías 206) puede estar acoplada a la bomba de vacío 213 y al soporte de núcleo 202.

[0058] Como se ha descrito, la válvula de tres vías 206 tiene múltiples funciones, como por ejemplo, controlar la presión dentro del soporte de núcleo. La válvula de tres vías 206 está en comunicación selectiva con la fuente de presión. La válvula de tres vías 206 está en comunicación selectiva con la fuente de vacío. La válvula de tres vías 206 también se denomina válvula automatizada.

[0059] En la forma de realización ilustrada, la válvula de tres vías 206 es una válvula de tres vías de volumen constante, accionada remotamente; sin embargo, se contemplan otras válvulas. La válvula de tres vías 206 puede ser una válvula de apertura/cierre rápido en la que la apertura o el cierre se completan en, por ejemplo, aproximadamente 0,1 segundos, aunque se contemplan otros valores. En algunas formas de realización, la válvula de tres vías 206 se acciona utilizando aire comprimido suministrado a, por ejemplo, 70-100 psi, a través de una válvula piloto solenoide (12V o 24V) instalada en la unidad de adquisición de datos y control remoto 216.

[0060] El aparato 20 incluye además una unidad de adquisición de datos y control remoto 216 acoplada operativamente a la válvula de tres vías 206 y a la computadora 217.

La unidad de adquisición de datos y control remoto 216 también puede acoplarse operablemente a comparador(es) de masas, sensor(es) de presión, transductor(es) de presión, termopar(es), vacuómetro(s), entre otros componentes.

[0061] La computadora 217 puede ser utilizado para enviar información, por ejemplo, comandos, a la unidad de adquisición de datos y control remoto 216. La unidad de adquisición de datos y control remoto 216 puede ser utilizada para controlar varios componentes del aparato y para ver los resultados experimentales. La unidad de adquisición de datos y control remoto 216 puede ser cualquier unidad adecuada. Las unidades de adquisición de datos y control remoto pueden incluir sensores para convertir parámetros físicos en señales eléctricas; circuitos de acondicionamiento de señales, para convertir las señales de los sensores en una forma que pueda convertirse en valores digitales; convertidores analógico-digitales, para convertir las señales acondicionadas de los sensores en valores digitales. Los programas informáticos asociados a la unidad 216 de adquisición de datos y control remoto procesan los datos brutos procedentes de diversos componentes del aparato, como un comparador de masas, termopares, transductores de presión y vacuómetros, entre otros. Se utiliza un algoritmo informático para, por ejemplo, procesar los datos de la unidad de adquisición de datos y control remoto 216 y tomar decisiones sobre la apertura/cierre remoto de válvulas, entre otras operaciones. En la FIG. 7 se presenta un diagrama de actividad simplificado.

[0062] La unidad de adquisición de datos y control remoto 216 es operable para controlar una o más operaciones de los aparatos, sistemas y/o métodos descritos en el presente documento a través de la unidad de adquisición de datos y control remoto 216. La unidad de adquisición de datos y control remoto 216 incluye uno o más procesadores, memoria y circuitos de soporte. La unidad de adquisición de datos y control remoto 216 incluye uno o más procesadores, memoria y circuitos de soporte. El procesador puede ser uno de cualquier forma de microprocesador de propósito general, o una unidad central de procesamiento (CPU) de propósito general, cada uno de los cuales puede ser utilizado en un entorno industrial, tal como un controlador lógico programable (PLC), sistemas de control de supervisión y adquisición de datos (SCADA), u otro controlador industrial adecuado.

[0063] El uno o más procesadores de la unidad de adquisición de datos y control remoto 216 pueden ejecutar instrucciones de algoritmos descritos en el presente documento. El procesador puede estar configurado para realizar una o más de las siguientes operaciones: (a) controlar una válvula de presión automatizada (por ejemplo, la válvula de tres vías 206) basándose al menos en parte en señales de presión de un sensor de presión; (b) escalonar la presión dentro del soporte de núcleo 202 a través de una serie

de puntos de ajuste de presión predeterminados; (c) controlar la presión dentro del soporte de núcleo 202 a un punto de ajuste de presión predeterminado; (d) analizar señales de presión para estacionariedad; (e) abrir y/o cerrar la válvula de presión automatizada (por ejemplo, (e) abrir y/o cerrar la válvula de presión automatizada (por ejemplo, la válvula de tres vías 206) durante un período de tiempo calculado para controlar la presión dentro del soporte de núcleo 202 hasta un punto de ajuste de presión predeterminado; (f) controlar una válvula de vacío automatizada (por ejemplo la válvula de tres vías 206); (g) controlar la temperatura dentro de la cámara ambiental 207; (h) controlar la atmósfera dentro de la cámara ambiental 207 a través de una válvula de purga automatizada; (i) dirigir automáticamente el contenido del soporte de núcleo 202 al cromatógrafo de gases (discutido más adelante, por ejemplo, el cromatógrafo de gases 614); (j) registrar automáticamente los datos del sensor de presión, el comparador de masas y otros componentes; (k) controlar la atmósfera dentro de la cámara ambiental 207 a través de la válvula de purga automatizada acoplada a la cámara ambiental 207.

[0064] Aunque el uno o más procesadores son discutidos con referencia a la FIG. 2, el uno o más procesadores pueden ser usados con otros aparatos descritos en la presente, tales como el aparato de las FIG. 1-6.

[0065] El uno o más procesadores pueden configurarse adicionalmente para analizar la estacionariedad de la señal de presión mediante una prueba Dickey-Fuller Aumentada (ADF) y/o una prueba Kwiatkowski-Phillips-Schmidt-Shin (KPSS) como se describe más adelante. El uno o más procesadores pueden configurarse para calcular el período de tiempo calculado realizando una serie de aperturas cortas de la válvula para generar una serie de datos; y analizando la serie de datos para calcular el período de tiempo calculado.

[0066] La memoria es no transitoria y puede ser una o más de las memorias fácilmente disponibles, tales como memoria de acceso aleatorio (RAM), memoria de sólo lectura (ROM), o cualquier otra forma de almacenamiento digital, local o remota. La memoria contiene instrucciones que, cuando son ejecutadas por el procesador, facilitan el funcionamiento de los aparatos y métodos descritos en la presente. Las instrucciones en la memoria están en la forma de un producto de programa tal como un programa que implementa el método de la presente divulgación. El código de programa del producto de programa puede ajustarse a cualquiera de un número de diferentes lenguajes de programación. Los medios de almacenamiento legibles por computadora ilustrativos incluyen, pero no se limitan a: (i) medios de almacenamiento no escribibles (por ejemplo, dispositivos de memoria de sólo lectura dentro de un ordenador, tales como discos CD-ROM legibles por una unidad de CD-ROM, memoria flash, chips ROM o cualquier tipo de

memoria semiconductora no volátil de estado sólido) en los que se almacena información de forma permanente; y (ii) medios de almacenamiento escribibles (por ejemplo, disquetes dentro de una unidad de disquetes o unidad de disco duro o cualquier tipo de memoria semiconductora de acceso aleatorio de estado sólido) en los que se almacena información alterable. Tales medios de almacenamiento legibles por computadora, cuando llevan instrucciones legibles por computadora que dirigen las funciones de los métodos descritos en la presente, son ejemplos de la presente divulgación. En un ejemplo, la divulgación puede implementarse como el producto de programa almacenado en un medio de almacenamiento legible por computadora (por ejemplo, memoria) para su uso con la unidad de adquisición de datos y control remoto 216 y el ordenador 217. El (los) programa(s) del producto de programa definen funciones de la divulgación, descritas en el presente documento.

[0067] En la forma de realización ilustrada de la FIG. 2, un sistema de fluido-sólido puede ser probado a través de una serie de rangos o puntos de presión, temperatura y/o densidad para caracterizar un sistema de fluido-sólido particular. Por ejemplo, una muestra de roca porosa puede ser colocada en el soporte de núcleo 202 y un fluido gaseoso puede ser introducido a la muestra porosa en el soporte de núcleo a través del tanque de gas 210, creando así un sistema de fluido-sólido. Al menos una porción del fluido gaseoso puede condensarse en y/o sobre la muestra de roca porosa, según lo detectado por el comparador de masas.

[0068] La unidad de adquisición de datos y control remoto 216 puede configurarse para ajustar automáticamente la temperatura y/o la presión del sistema de fluido-sólido a un valor preseleccionado. Por ejemplo, la presión del sistema de fluido-sólido puede controlarse accionando la válvula de tres vías 206 para aumentar la presión a través del depósito de gas 210 o disminuir la presión a través de la bomba de vacío 213. La unidad de adquisición de datos y control remoto 216 puede estar configurada para monitorear automáticamente el equilibrio del sistema de fluido-sólido a través de, por ejemplo, el sensor de presión. La unidad de adquisición de datos y control remoto 216 puede estar configurada para registrar automáticamente un valor de temperatura, presión y/o masa del sistema de fluido-sólido. La unidad de adquisición de datos y control remoto 216 puede entonces dirigir el aparato para ajustar la presión y/o temperatura dentro del soporte de núcleo 202.

[0069] Una segunda forma de forma de realización de un aparato para caracterizar un sistema de fluido-sólido se muestra en las FIG. 3 y 4 como aparatos 30 y 40. La forma de realización ilustrada de las FIG. 3 y 4 es similar a la de la FIG. 2, con la adición de varios soportes de núcleo más (soporte de núcleo 303, soporte de núcleo 304, y soporte de núcleo

305) y varias válvulas de tres vías más (válvula de tres vías 307 y válvula de tres vías 308). Los soportes de machos y las válvulas de tres vías adicionales pueden permitir aumentar la capacidad y la eficacia del aparato. Las válvulas de tres vías pueden automatizarse.

[0070] El número de soportes de núcleo y válvulas de tres vías puede ser cualquier número adecuado. Por ejemplo, el aparato puede incluir de 2 a 20 soporte de núcleo, de 2 a 10 soporte de núcleo, de 3 a 8 soporte de núcleo, de 4 a 6 soporte de núcleo, o cualquier número de soporte de núcleo dentro de esos rangos. Se contemplan otros valores. Como otro ejemplo, el número de válvulas de tres vías puede ser cualquier número adecuado, en donde el número de válvulas de tres vías en el aparato es menor, igual o mayor que el número de soportes de núcleos. Se contemplan otros valores. En algunos ejemplos, el aparato incluye más de un comparador de masas. El número de comparadores de masas puede ser el mismo que el número de soportes de núcleos. Como se ha descrito con anterioridad, cada adsorbente o soporte de núcleo está conectado a cada comparador de masas mediante, por ejemplo, un gancho o cable aislado. De este modo, puede medirse simultáneamente más de un sistema de fluido-sólido. Por ejemplo, el número de mediciones realizadas simultáneamente puede ser de 1 a 20 mediciones, tal como de 2 a 20 mediciones, tal como de 2 a 10 mediciones, tal como de 3 a 8 mediciones, tal como de 4 a 6 mediciones, o cualquier número de mediciones dentro de esos rangos. Se contemplan números mayores y menores de mediciones.

[0071] El aparato incluye además una válvula de retención 411 para evitar el reflujo hacia el depósito de gas 210 y un manómetro 412 instalado para controlar la presión aguas abajo de la válvula de retención 411. La válvula de retención 411 puede ser una válvula unidireccional o un regulador electrónico de gas, aunque se contemplan otras válvulas de retención adecuadas. El depósito de gas 210 y la bomba de vacío 213 están acoplados de forma independiente, directa o indirectamente, a la válvula de tres vías 206, la válvula de tres vías 307 y la válvula de tres vías 308, que están acopladas a los diversos soportes de núcleo del aparato. También se muestran la unidad de control de la cámara ambiental 215, la unidad de adquisición de datos y control remoto 216 y el ordenador 217. Otros componentes se han eliminado para mayor claridad. Otros componentes se han eliminado para mayor claridad. En la FIG. 3, los cables o conexiones eléctricas se indican con líneas discontinuas, mientras que las líneas de gas y vacío se indican con líneas continuas. En la FIG. 4, las líneas de gas están indicadas por las líneas continuas, mientras que el recuadro discontinuo indica la cámara ambiental 207.

[0072] Una tercera forma de realización de un aparato para caracterizar un sistema de fluido-sólido se muestra en las FIG. 5 y 6 como aparatos 30 y 40. La forma de realización

ilustrada en las FIG. 5 y 6 incluye soportes de núcleo 202, 503, 504 y 505 posicionados dentro de una cámara ambiental 607. La forma de realización ilustrada de las FIG. 5 y 6 incluye soportes de núcleos 202, 503, 504, y 505 posicionados dentro de una cámara ambiental 607, válvulas de tres vías 506, 507, 508, y 509, y un cromatógrafo de gases 614. Las válvulas de tres vías pueden ser automatizadas o no. Las válvulas de tres vías pueden automatizarse. Los soportes de núcleo adicionales y las válvulas de tres vías pueden permitir una mayor capacidad y eficiencia del aparato. Las válvulas de retención individuales 611a-611d también están situadas entre las válvulas de tres vías individuales 506, 507, 508, y 509 y los soportes de núcleos individuales 202, 503, 504, y 505. La cámara ambiental 607 puede ser una cámara de temperatura. Un colector 615 está acoplado a varias líneas del sistema. Una entrada de líquido 612 y una entrada de gas 613 pueden acoplarse al cromatógrafo de gases 614 y al colector 615. La entrada de líquido 612 y la entrada de gas 613 pueden acoplarse al cromatógrafo de gases 614 y al colector 615. La entrada de líquido 612 y la entrada de gas 613 pueden utilizarse para inyectar líquido o gas, respectivamente, en el cromatógrafo de gases 614. Como se muestra, las líneas de vacío pueden acoplarse a un colector de vacío 603 y las líneas de gas pueden acoplarse a un colector de gas 605. El colector de vacío 603 y el colector de gas 605 se colocan para proporcionar vacío o gas a los diversos componentes del aparato. Como se muestra, el cromatógrafo de gases 614 está acoplado o conectado operablemente a los soportes de núcleo individuales 202, 503, 504 y 505.

[0073] El aparato ilustrado de las FIG. 5 y 6 puede ser usado para caracterizar sistemas de fluido-sólido que incluyen mezclas de gases. Esta capacidad se debe, al menos en parte, a que cada soporte de núcleo 202, 503, 504, 505 tiene su propia conexión independiente al depósito de gas 210, la bomba de vacío 213 y el cromatógrafo de gases 614. En la FIG. 5, los cables o conexiones eléctricas se indican con líneas discontinuas, mientras que las líneas de gas y vacío se indican con líneas continuas. En la FIG. 6, las líneas de vacío se indican con líneas sólidas y las líneas de gas con líneas discontinuas. Las líneas discontinuas representan el flujo de gas, vacío o líquido entre uno o más de los colectores de vacío 603, colector de gas 605, entrada de líquido 612, entrada de gas 613, cromatógrafo de gas 614, o colector 615.

[0074] Como se describe en el presente documento, las formas de realización de aparatos para estudiar o caracterizar un sistema de fluido-sólido están automatizadas. El aparato automatizado (o sistema automatizado) incluye hardware y software. El software puede ser parte de la unidad 216 de adquisición de datos y control remoto. La unidad de adquisición de datos y control remoto 216, como parte del sistema automatizado, puede

realizar una o más de las siguientes operaciones. La unidad de adquisición de datos y control remoto 216, como parte del sistema automatizado, puede realizar una o más de las siguientes operaciones:

[0075] (a) El sistema automatizado acepta la alimentación de datos en directo de los manómetros y comparadores de masa acoplados a los soportes de núcleos individuales y analiza los datos en tiempo real.

[0076] (b) El sistema automatizado determina si se ha alcanzado la estabilización de la presión y debe registrarse un nuevo punto de datos.

[0077] (c) El sistema automatizado registra nuevos puntos de datos tomando la media de los valores de presión y masa durante una duración predeterminada. Los puntos de datos también pueden ser personalizados por el usuario.

[0078] (d) El sistema automatizado introduce o retrae uno o más fluidos para preparar la medición de un nuevo punto de datos.

[0079] (e) El sistema automatizado permite la intervención del usuario en cualquier punto adecuado sin interrumpir el experimento en curso.

[0080] (f) El sistema automatizado permite cambiar entre el modo manual y el modo automatizado sin interrumpir el experimento en curso.

[0081] Para el algoritmo que utiliza el sistema automatizado, se presenta un diagrama de actividad simplificado 70 en la FIG. 7, con operaciones ilustradas con más detalle a continuación. La conexión de hardware inicial se realiza en la operación 720.

[0082] (1)-(6): Las operaciones 721, 722, 723, 726, 729, y 730 reflejan el sistema de adquisición de datos, la capacidad de observar los datos en tiempo real en un monitor de PC, y la capacidad de terminar el software completamente. Las operaciones incluyen la lectura del estado del dispositivo (operación 721), la lectura del flujo de datos (operación 722), el trazado de datos en la interfaz gráfica de usuario (GUI) (operación 723), el inicio del registro de datos (operación 726), la creación de un documento de registro de datos (operación 729) y la finalización del programa (operación 730). El número 731 representa un punto final después de terminar el programa (operación 730).

[0083] (7)-(9): Las operaciones 727, 733 y 728 pueden permitir una transición sin interrupciones entre el Modo Manual (la capacidad de ejecutar el sistema automatizado manualmente) y el Modo Automático (utilizando el algoritmo recién implementado). Estas

operaciones incluyen cambiar a Modo Manual (operación 727), dar control al usuario (operación 733), y cambiar a Modo Automático (operación 728).

[0084] (10): En la operación 736, se cargan las funciones de datos. Una vez cargadas, las funciones de datos pueden asumir el control del sistema y el flujo del experimento como se ilustra en las operaciones siguientes.

[0085] (11): La operación 738 representa al sistema automatizado esperando a registrar una cantidad suficiente de datos para seguir adelante con el experimento. El sistema automatizado puede no estar listo para seguir adelante con el experimento debido, por ejemplo, a que no se han registrado suficientes datos y/o cuando la presión no es estable. Aquí se determina (737), por ejemplo, si se han registrado suficientes datos y/o si la presión es estable. Si se han registrado suficientes datos y/o la presión es estable, el experimento puede continuar. Si no se han registrado suficientes datos y/o la presión no es estable, el sistema automático espera a registrar una cantidad suficiente de datos y/o estabilizar la presión en la operación 738. La espera de la estabilización puede durar un par de minutos. La espera para la estabilización puede durar aproximadamente 10 minutos, aunque se contemplan duraciones más cortas o más largas.

[0086] (12): La operación 739 representa el núcleo del proceso de toma de decisiones del algoritmo. Aquí, el sistema automatizado toma los datos registrados y los procesa para decidir estadísticamente si, por ejemplo, la presión, se ha estabilizado y el experimento puede avanzar al siguiente punto de presión. Durante o después de la operación 739, se determina (740), por ejemplo, si la presión se ha estabilizado y/o si se han registrado suficientes datos. La determinación 740 puede ser similar a la determinación (737).

[0087] (13): La operación 741 refleja la automatización del mecanismo de apertura/cierre de la válvula para cambiar la presión. La duración de la apertura de la válvula (el tiempo durante el cual se abren las válvulas) puede ser calculada dinámicamente por el algoritmo o establecida/cambiada manualmente por el usuario en cualquier momento. En algunas formas de realización, la presión sólo se cambia cuando el sistema automatizado es estable. Las operaciones 736, 738, 739 y 741 se repiten para cada punto de presión hasta el final del experimento.

[0088] (14): La operación 742 se activa cuando el usuario detiene el Modo Automático y/o cambia al Modo Manual, en donde el sistema automatizado se opera manualmente, terminando así el algoritmo informático. El programa termina al finalizar el experimento.

[0089] Como se muestra en el diagrama de actividad simplificado 70 de la FIG. 7, se pueden realizar varias determinaciones. Por ejemplo, y en algunas formas de realización, cuando una acción realizada por el usuario 724 está presente, el usuario tiene un árbol de acciones 725 donde varias opciones pueden ser elegidas incluyendo cambiar a modo manual en la operación 727 y cambiar a Modo Automático en la operación 728, entre otras acciones tales como terminar el programa en la operación 730. Si la acción realizada por el usuario no está presente, y en al menos una forma de realización, las operaciones 721-723 pueden ser realizadas. Si la acción realizada por el usuario no está presente, y en al menos una forma de realización, las operaciones 721-723 pueden continuar. Como otro ejemplo, y en algunas formas de realización, después del cambio a Modo Manual en la operación 727, un cambio a Modo Automático 732 puede estar presente. Si está presente, se puede dar el control al usuario en la operación 733. Si el cambio a Modo Automático 732 no está presente, la determinación de la acción 724 realizada por el usuario continúa hasta que se cumpla una condición. Como otro ejemplo, después del cambio a Modo Automático en la operación 728, el usuario puede detener el Modo Automático en la operación 742, por ejemplo, cambiando a Modo Manual. En caso contrario, la determinación de la acción realizada por el usuario 724 continúa hasta que se cumpla una condición.

[0090] Además, y en algunas formas de realización, y después de un cambio a Modo Automático en la operación 728, se determina si el registro de datos está activado (734). En caso afirmativo, y en al menos una forma de realización, puede iniciarse el Modo Automático (735). En caso negativo, la determinación de la acción 724 realizada por el usuario continúa hasta que se cumpla una condición. Se pueden realizar otras determinaciones, como la determinación (737) y la determinación (740) descritas con anterioridad.

[0091] En una forma de realización, el algoritmo de operación (739) incluye un algoritmo configurado para resolver dos o más problemas relacionados con el control del aparato. El primer problema de los dos o más problemas es determinar la estacionariedad del sistema en un punto de datos dado antes de registrar ese punto de datos y pasar al siguiente punto de datos. El segundo problema de los dos o más problemas es determinar la duración óptima de tiempo para abrir una válvula, en la que la válvula separa el soporte de núcleo de una línea de vacío o una fuente de presión, con el fin de aumentar o disminuir la presión hasta el punto de ajuste de presión predeterminado apropiado.

[0092] Antes de poder registrar un punto de datos, se verifica la estacionariedad de una serie temporal de los datos de presión. Una vez verificado, el punto de datos puede ser registrado y el sistema automatizado puede proceder a modular la presión en el soporte de

núcleo al siguiente punto de ajuste de presión predeterminado. En algunas formas de realización, se pueden emplear dos pruebas paralelas para verificar la estacionariedad de la serie temporal de datos de presión correspondientes a la presión en el interior del soporte del testigo. Las dos pruebas paralelas pueden ser una prueba Dickey-Fuller Aumentada (ADF) y una prueba Kwiatkowski-Phillips-Schmidt-Shin (KPSS), aunque se contemplan otras pruebas. Se puede realizar una sola prueba, dos pruebas o más pruebas.

[0093] En algunas formas de realización, la prueba ADF puede utilizarse para probar la hipótesis nula de que existe una raíz unitaria en la serie temporal de datos de presión. La hipótesis alternativa de la prueba es que la estacionariedad está presente en los datos. La prueba ADF es una versión aumentada de la prueba Dickey-Fuller para cubrir un conjunto más complicado de modelos de series temporales.

[0094] La prueba KPSS puede utilizarse para complementar la prueba ADF. En algunas formas de realización, la prueba KPSS determina si una serie temporal es estacionaria en torno a una media o tendencia lineal, o es no estacionaria debido a la existencia de una raíz unitaria. La prueba KPSS puede utilizarse para probar la hipótesis nula de que los datos son estacionarios. La hipótesis alternativa de la prueba es que los datos no son estacionarios.

[0095] En algunas formas de realización, el resultado de la prueba ADF es un número negativo. Cuanto más negativo es, más fuerte es el rechazo de la hipótesis de que hay una raíz unitaria en algún nivel de confianza y por lo tanto los datos son estacionarios.

[0096] Como se ha indicado con anterioridad, el algoritmo resuelve un segundo problema. El segundo problema es determinar la duración (por ejemplo, período o intervalo) para abrir la válvula para alcanzar el siguiente punto de presión deseado. En este caso, la válvula puede ser una válvula de tres vías (que puede ser neumática), como una o más de las válvulas de tres vías (por ejemplo, la válvula de tres vías 206) descritas en el presente documento. La duración (por ejemplo, período o intervalo) puede ser del orden de milisegundos. Para el segundo problema, generalmente, se pueden realizar múltiples pulsos cortos de apertura de la válvula automatizada, y los datos se recogen y analizan con técnicas de Análisis de Curvas para estimar o determinar el siguiente punto de presión que se alcanza. Comparando el punto de presión objetivo real y el punto de presión actual que se está alcanzando (debido a los pulsos cortos), se puede ajustar el siguiente pulso para que esté, por ejemplo, en o cerca de un punto de presión diana.

[0097] En consecuencia, y en algunas formas de realización, una vez que la estacionariedad ha sido verificada (primer problema), el sistema automatizado puede ajustar

la presión dentro del soporte de núcleo para moverse al siguiente punto de ajuste de presión predeterminado abriendo una válvula automatizada (por ejemplo, una o más de las válvulas de tres vías descritas en este documento, como la válvula de tres vías 206). En algunas formas de realización, la apertura de la válvula automatizada permite que el gas comprimido se precipite en el soporte de núcleo. En al menos una forma de realización, la apertura de la válvula automatizada puede permitir que una bomba de vacío reduzca la presión dentro del soporte de núcleo. Para alcanzar el siguiente punto de ajuste de presión sin sobrepasarlo, se puede implementar un esquema de control predictivo. En algunas formas de realización, para generar datos en los que basar una predicción, el sistema automatizado ejecuta múltiples pulsos muy cortos (intervalos cortos de apertura de la válvula automatizada) y recoge un flujo corto de datos correspondientes a los múltiples pulsos cortos. El flujo de datos puede analizarse mediante técnicas de análisis de curvas para estimar el período que la válvula automática debe permanecer abierta para alcanzar el siguiente punto de consigna sin sobrepasarlo demasiado.

[0098] El método puede realizarse con cualquier aparato descrito en el presente documento. Los métodos descritos en la presente permiten una recogida de datos más rápida y precisa. Por ejemplo, la adquisición de datos convencional es al menos cuatro veces más lenta y con una precisión/resolución mucho menor.

[0099] La automatización descrita del sistema permite realizar experimentos que requieren menos tiempo, mejorando al mismo tiempo la resolución (por ejemplo, el número de puntos de datos recogidos). La FIG. 8 muestra la diferencia antes (panel izquierdo) y después (panel derecho) de la implementación del sistema de automatización descrito. Como se muestra, sólo aproximadamente 15 o 16 puntos de datos se recogen durante 36 horas utilizando el aparato convencional (panel izquierdo de la FIG. 8). Por el contrario, y en algunas formas de realización, se pueden recoger más de 80 puntos de datos utilizando el sistema de automatización descrito en el presente documento. Además, los más de 80 puntos de datos se recogen en mucho menos tiempo (24 horas) que con el aparato convencional. En general, la FIG. 8 ilustra el aumento de la resolución de los datos y la eficiencia en el tiempo lograda utilizando las formas de realización del aparato automatizado descrito en el presente documento.

[0100] Aunque la automatización descrita puede utilizarse para la generación de isotermas termodinámicas, como puede apreciarse, el algoritmo y la configuración del sistema pueden utilizarse para estudiar una amplia gama de otros sistemas que utilicen datos dependientes de la presión y realicen acciones basadas en la estabilización de la presión.

[0101] Las formas de realización descritas en la presente también se refieren a métodos para caracterizar o estudiar un sistema de fluido-sólido. Los métodos pueden realizarse con aparatos descritos en el presente documento. Aunque una o más operaciones de un método se describen con respecto al aparato de la FIG. 2, una o más operaciones de un método se pueden utilizar con otros aparatos descritos en el presente documento, tales como los aparatos de las FIG. 1-6. Además, y como se ha descrito con anterioridad, las partes o componentes del aparato de cada una de las FIG. 1-6 pueden utilizarse adecuadamente con uno o más de los otros aparatos descritos en el presente documento.

[0102] En funcionamiento, el aparato puede utilizarse para estudiar o caracterizar sistemas de fluido-sólido. Generalmente, y en algunas formas de realización, un método de estudiar o de caracterizar un sistema de fluido-sólido incluye disponer un adsorbente en un sostenedor de base, fijando una temperatura y/o una presión, y midiendo cambios en la masa del líquido. En este caso, después de colocar el adsorbente en el soporte de núcleo, los cambios en la masa de un fluido presente en el adsorbente pueden medirse con el comparador de masas a diversas temperaturas y presiones. La automatización, de varias operaciones de los métodos, se puede realizar según lo descrito adjunto.

[0103] Como se describe en el presente documento, uno o más sistemas de fluido-sólido pueden medirse simultáneamente si se desea, utilizando diversos fluidos, adsorbentes y/o parámetros de funcionamiento. Aquí, un sistema de fluido-sólido individual puede medirse en un soporte de núcleo individual. El número de comparadores de masas puede ser igual al número de soportes de núcleos.

[0104] En algunas formas de realización, se proporciona un método para caracterizar o estudiar un sistema de fluido-sólido. Para comenzar, una muestra de roca porosa se dispone o se coloca en un soporte de núcleo (por ejemplo, soporte de núcleo 202). El método incluye además (a) contactar o introducir la muestra de roca porosa con un fluido para crear el sistema de fluido-sólido dentro del soporte de núcleo. El método puede incluir además (b) ajustar automáticamente una temperatura y/o presión del sistema de fluido-sólido a un valor preseleccionado a través de un procesador y al menos una válvula automatizada (por ejemplo, válvula de tres vías 206). El método puede incluir además: (c) monitorear el sistema de fluido-sólido para el equilibrio; (d) registrar un valor de temperatura, presión, y/o masa del sistema de fluido-sólido, para proporcionar datos registrados. El método puede incluir además (e) realizar una acción basada en los datos registrados. El método puede incluir además (f) repetir una o más de estas operaciones, según se desee. Por ejemplo, el ajuste automático de una temperatura y/o presión del sistema de fluido-sólido, la monitorización del equilibrio del sistema de fluido-sólido, la forma

de realización de una acción basada en los datos registrados, y/o la operación de registro pueden repetirse. En algunos ejemplos, los datos pueden ser adquiridos y las operaciones del método pueden ser controladas por, por ejemplo, la unidad 216 de adquisición de datos y control remoto. La unidad de adquisición de datos y control remoto 216 puede realizar una o más operaciones del método. Como se ha descrito con anterioridad, la unidad de adquisición de datos y control remoto 216 incluye uno o más procesadores configurados para realizar varias operaciones del método.

[0105] La operación de (e) realizar una acción puede incluir analizar una señal de presión para estacionariedad. La señal de presión analizada para estacionariedad puede corresponder a la presión dentro del soporte de núcleo. Una prueba ADF y/o una prueba KPSS pueden ser realizadas durante el análisis de una señal de presión para estacionariedad. La señal de presión corresponde a la presión dentro del soporte de núcleo 202. En al menos una forma de realización, el equilibrio del sistema de fluido-sólido se controla mediante un sensor de presión o un transductor de presión, por ejemplo, el transductor de presión (j).

[0106] En algunas formas de realización del método, la al menos una válvula automatizada (por ejemplo, la válvula de tres vías 206) puede ser una válvula de control de presión. En estas y otras formas de realización, la operación de (e) realizar una acción puede incluir abrir la válvula de control de presión (por ejemplo, la válvula de tres vías 206) durante un período de tiempo calculado. En al menos una forma de realización, la operación de (e) realizar una acción puede incluir abrir la válvula de control de presión (por ejemplo, la válvula de tres vías 206) durante un período de tiempo calculado puede incluir realizar una serie de aperturas cortas de la válvula para generar una serie de datos, y analizar la serie de datos para calcular el período de tiempo calculado. En algunas formas de realización, la operación de (e) realizar una acción puede incluir ajustar la presión del sistema de fluido-sólido.

[0107] La operación de (e) realizar una acción, en algunas formas de realización, puede incluir opcionalmente introducir o inyectar fluido adicional en el soporte de núcleo (por ejemplo, el soporte de núcleo 202). El fluido puede ser el mismo fluido o un fluido diferente. El fluido adicional puede introducirse o inyectarse en el soporte de núcleo 202 abriendo una válvula automatizada (por ejemplo, la válvula de tres vías 206) durante un tiempo predeterminado, a través de uno o más procesadores. Durante la introducción o inyección del fluido adicional, la válvula automatizada (por ejemplo, la válvula de tres vías 206) está en comunicación fluida con una fuente de presión. La fuente de presión puede incluir un recipiente de gas comprimido (por ejemplo, el tanque de gas 210).

[0108] En al menos una forma de realización, la operación de (e) realizar una acción puede incluir opcionalmente retirar al menos algún fluido del soporte de núcleo 202. La eliminación de al menos parte del fluido del soporte de núcleo 202 puede incluir la apertura de una válvula automatizada (por ejemplo, la válvula de tres vías 206) durante una duración predeterminada de tiempo, a través de uno o más procesadores. Durante la eliminación de al menos parte del fluido, la válvula automatizada (por ejemplo, la válvula de tres vías 206) está en comunicación fluida con una fuente de vacío (por ejemplo, la bomba de vacío 213).

[0109] En algunos ejemplos, la operación de (e) realizar una acción incluye calcular una media, una mediana o un promedio de valores de presión y/o una media, una mediana o un promedio de valores de masa sobre una duración de tiempo predeterminada. Uno o más procesadores pueden realizar otros cálculos. Los datos brutos para los valores de presión y/o valores de masa pueden ser recogidos usando la unidad de adquisición de datos y control remoto 216, un sensor de presión o transductor de presión, por ejemplo, transductor de presión (j), y un comparador de masa, por ejemplo, comparador de masa (a). El sensor de presión o transductor de presión (j) está acoplado a, o conectado operativamente a, un interior del soporte de núcleo 202. El sensor de presión o transductor de presión (j) está configurado para detectar una presión dentro del soporte de núcleo y producir una señal de presión. El comparador de masas (a) está acoplado a, o conectado operativamente a, un interior del soporte de núcleo 202. El sensor de presión o transductor de presión (b) está configurado para detectar una presión dentro del soporte de núcleo y producir una señal de presión. El sensor de presión o transductor de presión (j) y el comparador de masa están acoplados individualmente, o conectados operacionalmente, a la unidad de adquisición de datos y control remoto 216. La unidad de adquisición de datos y control remoto 216 está configurada para detectar la presión dentro del soporte de núcleo y producir una señal de presión.

[0110] El método de caracterización o estudio de un sistema de fluido-sólido puede incluir opcionalmente controlar la atmósfera dentro de la cámara ambiental (por ejemplo, la cámara ambiental 207) a través de una válvula de purga automatizada. Como se ha descrito con anterioridad, un mecanismo de purga atmosférica está configurado para purgar el interior de la cámara ambiental 207 de materiales, por ejemplo, oxígeno. El mecanismo de purga automatizado incluye una válvula de purga automatizada. La válvula de purga automatizada puede colocarse entre la fuente de gas no reactivo y la cámara ambiental 207, y puede configurarse para controlar un flujo de gas no reactivo en la cámara ambiental 207. En estas y otras formas de realización, un mecanismo de purga atmosférica está configurado para purgar el interior de la cámara ambiental 207 de materiales, por ejemplo,

oxígeno. En estas y otras formas de realización, la válvula de purga automática está en comunicación de fluido selectiva con una fuente de gas no reactivo. El control de la atmósfera dentro de la cámara ambiental (por ejemplo, la cámara ambiental 207) a través de una válvula de purga automatizada puede ser parte de la operación de (e) realizar una acción, o una operación diferente.

[0111] En algunas formas de realización, los métodos descritos en el presente documento incluyen además interpretar, transformar y/o registrar automáticamente señales no procesadas de un sensor de presión, un sensor de temperatura y un comparador de masas (entre otros sensores) en una característica de datos termodinámicos, por ejemplo, una isoterma, del sistema de fluido-sólido.

[0112] Los adsorbentes que pueden estudiarse y caracterizarse utilizando los aparatos, sistemas y métodos descritos en el presente documento incluyen, entre otros, uno o más adsorbentes ideales, uno o más núcleos de depósito o combinaciones de los mismos. En el presente documento, el término “adsorbente ideal” se refiere a un material nanoporoso ordenado. En el presente documento, el término “núcleo de yacimiento” se refiere a una muestra de roca de yacimiento. La roca del yacimiento es un tipo de roca nanoporosa que contiene, por ejemplo, petróleo, gas, salmuera y/o CO₂. Los adsorbentes ideales y los núcleos de yacimiento pueden ser muestras de roca porosa.

[0113] Los fluidos (que incluyen un líquido, un gas o una combinación de los mismos) que pueden utilizarse para los estudios y caracterizaciones descritos en el presente documento pueden incluir uno o más fluidos simples, uno o más fluidos de yacimiento, o ambos. Tal y como se usa en la presente, el término “fluido simple” se refiere a un líquido o gas de un solo componente. Ejemplos de fluidos simples incluyen, pero no se limitan a, alcanos C1 a C20 (por ejemplo, metano, etano, propano, butano, isobutano, pentano, neopentano, hexano, heptano, octano, nonano y decano), alquenos C2 a C20 (por ejemplo, eteno, propeno, buteno, penteno, hexeno, hepteno, octeno, noneno y deceno), alquinos de C2 a C20, alcanos de C1 a C20 (por ejemplo metanol, etanol, isopropanol), alquenoles C2-C20, hidrocarburos aromáticos (por ejemplo, benceno, tolueno), cicloalcanos C3-C20 (por ejemplo, ciclopentano, ciclohexano, metilciclohexano), cicloalcanos C3-C20, agua, nitrógeno, dióxido de carbono y oxígeno. También se contemplan los isómeros de estos fluidos mencionados. Por ejemplo, la referencia al butano revela expresamente n-butano, iso-butano, etc. Tal como se usa en la presente, el término “fluido de yacimiento” se refiere a una mezcla de fluidos que se encuentra en una roca de yacimiento.

[0114] Los métodos de estudio o caracterización de un sistema de fluido-sólido pueden incluir la forma de realización de operaciones en diversas condiciones de temperatura y presión, tales como condiciones de temperatura y presión ambiente, condiciones de temperatura y presión de yacimiento, o combinaciones de las mismas, entre otras condiciones de temperatura y presión. Tal como se usa en la presente, el término “condiciones de temperatura y presión del yacimiento” se refiere a condiciones en las que la temperatura y la presión reflejan la temperatura y la presión de la roca del yacimiento. La temperatura y la presión de la roca del yacimiento varían en función de la proximidad de la roca del yacimiento al manto terrestre y de la composición del medio poroso de la roca del yacimiento. Las temperaturas y presiones del yacimiento pueden determinarse por métodos conocidos en la técnica. En el presente documento, el término “condiciones de temperatura y presión ambiente” se refiere a condiciones en las que la temperatura es aproximadamente la temperatura ambiente y la presión es aproximadamente la presión atmosférica. La temperatura ambiente oscila entre aproximadamente 15 °C y aproximadamente 30 °C, por ejemplo, entre aproximadamente 18 °C y aproximadamente 27 °C, por ejemplo, entre aproximadamente 20 °C y aproximadamente 25 °C. La presión atmosférica oscila entre 750 mbar (~0,74 atm) y 1050 mbar (~1,03 atm), por ejemplo 1013 mbar (~1 atm). Tal como se usa en la presente, el término “vacío” se refiere a presiones reducidas en el intervalo de aproximadamente 10-12 mbar a aproximadamente 750 mbar.

[0115] Los métodos de estudio o caracterización de un sistema de fluido-sólido pueden incluir la inyección de uno o más fluidos de forma continua y/o escalonada en el adsorbente. El uno o más fluidos pueden ser inyectados con una bomba y/o a mano. Los métodos de estudio o caracterización de un sistema de fluido-sólido pueden incluir el ajuste y/o medición de la temperatura, presión o ambas del aparato. La temperatura puede medirse utilizando, por ejemplo, un termopar. La presión puede medirse utilizando, por ejemplo, un sensor de presión o un transductor de presión.

[0116] Los métodos de estudio o caracterización de un sistema de fluido-sólido pueden incluir la medición de una masa del fluido y/o una presión del fluido. La masa y/o la presión del fluido pueden medirse durante un tiempo de equilibrio, de forma continua o a intervalos de tiempo seleccionados. El tiempo de equilibrio puede oscilar entre aproximadamente 0,1 segundos (s) y aproximadamente 20.000 s, por ejemplo, entre aproximadamente 0,5 s y aproximadamente 10.000 s, por ejemplo, entre aproximadamente 1 s y aproximadamente 5.000 s, aunque se contemplan tiempos más cortos o más largos. Los intervalos de tiempo seleccionados, en algunas formas de realización, pueden promediarse en un intervalo de aproximadamente 0,1 s a aproximadamente 100 s, tal como de aproximadamente 0,5 s a

aproximadamente 50 s, tal como de aproximadamente 1 s a aproximadamente 10 s. En algunas formas de realización, las presiones y/o masas del fluido medidas en los intervalos de tiempo seleccionados pueden promediarse en el tiempo de equilibrio.

[0117] Las formas de realización de la presente divulgación pueden comprenderse mejor mediante los siguientes ejemplos no limitativos. Los siguientes ejemplos se presentan con el fin de proporcionar a los expertos en la técnica una divulgación y descripción completa de cómo realizar y utilizar aspectos de la presente divulgación, y no pretenden limitar el alcance de los aspectos de la presente divulgación.

Ejemplos

[0118] Uso del aparato. Los sistemas se someten a pruebas de fugas para garantizar, por ejemplo, que ninguno de los tubos metálicos permanentes presenta fugas bajo presión o vacío. El tubo se probó primero bajo presión y luego bajo vacío. La instalación del soporte de núcleo incluyó: (1) conexión del soporte de núcleo al resto del aparato de nanocondensación, (2) prueba de fugas del soporte de núcleo y (3) desgasificación del sistema. Se contemplan otros esquemas de instalación.

[0119] A continuación, en el Ejemplo 1, se presenta un ejemplo de experimento de condensación capilar isotérmica. Ciertas operaciones del Ejemplo 1 pueden automatizarse como se describe en el presente documento.

[0120] Ejemplo 1. Experimento de condensación capilar isotérmica. Se inicia el software para el modo automático. Primero se llena el soporte de núcleos con una muestra adsorbente y se cuelga dentro de la cámara ambiental de un gancho o cable aislado en la parte inferior del comparador de masas mediante un cable aislado. A continuación, el soporte de núcleos y los tubos del aparato se someten a un alto vacío y a una temperatura de aproximadamente 100 °C para desgasificar los vapores que pueda haber en el sistema. Una vez finalizada la desgasificación, se ajusta la temperatura de la cámara ambiental a la temperatura experimental deseada ("Texp"). Para estudiar la adsorción de fluidos, se inyecta un fluido en el soporte de núcleo a una presión experimental deseada ("P1") mediante una bomba como, por ejemplo, una bomba Quizix. Se mantienen constantes la temperatura y la presión hasta que se completa la adsorción del fluido (por ejemplo, hasta que no se observan cambios en la masa o la presión del fluido). Pueden realizarse varias mediciones de adsorción en secuencia. Alternativamente, se puede tomar una medida de adsorción y, una vez completada la adsorción, se puede tomar una medida de desorción. Para estudiar la desorción del fluido, se miden la masa y la presión del fluido adsorbido. Se

mantienen constantes la temperatura y la presión hasta que se completa la desorción del fluido (por ejemplo, hasta que no se observan cambios en la masa o la presión del fluido). Una vez finalizada la desorción, se ajusta de nuevo la temperatura de la cámara ambiental a Texp, se aumenta la presión a una nueva presión deseada ("P2") y se vuelve a inyectar el fluido hasta que finalice la adsorción. Se pueden realizar varias mediciones de desorción en secuencia. Alternativamente, se puede realizar una medición de desorción y, una vez completada la desorción, se puede realizar una medición de adsorción. Estas etapas de adsorción y desorción se repiten, a temperatura constante y diferentes presiones, tantas veces como se desee. En particular, los pasos de adsorción y desorción se repiten hasta que se crea una isoterma de adsorción completa (por ejemplo, un gráfico de la cantidad de fluido adsorbido frente a la presión). La finalización de la adsorción puede evidenciarse por lecturas constantes de masa y presión durante un período de tiempo prolongado. De manera similar, la finalización de la desorción puede evidenciarse por lecturas constantes de masa y presión durante un período de tiempo prolongado. Las lecturas de masa se toman del comparador de masa, y las lecturas de presión se toman de transductores de presión o vacuómetros que se encuentran fuera de la cámara ambiental.

[0121] En los siguientes ejemplos, se generaron isotermas registrando las lecturas de presión y masa en tiempo real del aparato de adsorción gravimétrica. Se midieron las isotermas para n-butano e iso-butano. En algunos ejemplos se utilizó MCM-41 como adsorbente.

[0122] Ejemplo 2. Se validó un aparato automatizado descrito en el presente documento reproduciendo una isoterma publicada conocida en las mismas condiciones, a saber, n-butano a aproximadamente 5,4 °C. El aparato automatizado fue validado contra datos publicados del Instituto Nacional de Estándares y Tecnología (NIST) usando la presión de saturación de aproximadamente 18.284 psia. Los resultados se muestran en la FIG. 9. Como puede verse, la isoterma recién generada (etiquetada como Ej. 901) y la isoterma establecida previamente (etiquetada como Barsotti et al., 2018b) coinciden en todas las características generales, incluida la presión de condensación y la presión aparente. La diferencia a lo largo del eje y se atribuye a una diferencia en las cantidades de adsorbente (MCM-41) y no afecta al cálculo de la presión de condensación a partir de la isoterma.

[0123] La FIG. 10 muestra una comparación de un conjunto de datos de pendiente de isoterma de adsorción frente a presión de n-butano a 5,4C previamente publicado superpuesto con un conjunto de datos similar producido mediante un ejemplo de aparato automatizado de la presente divulgación. Los datos publicados con anterioridad se etiquetan como Barsotti et al., 2018b, y los datos generados recientemente utilizando un

aparato automatizado de ejemplo se etiquetan como Ej. 1001. Como puede observarse, la isoterma generada mediante el aparato automatizado (Ex. 1001) tiene una isoterma de resolución significativamente mayor, por ejemplo, más puntos de datos. Este aumento en la resolución/puntos de datos se traduce directamente en, por ejemplo, un cálculo más preciso de las presiones de condensación/evaporación derivadas de las isotermas de adsorción/desorción, respectivamente. Además, la mayor resolución al final de la isoterma puede permitir un mejor ajuste con los datos del NIST y, por lo tanto, una mejor corrección de cualquier error experimental, si lo hubiera.

[0124] Además de la mayor resolución y precisión proporcionada por el aparato automatizado aquí descrito, el tiempo total para realizar el experimento y generar isotermas puede reducirse o hacerse más eficiente. Por ejemplo, debido a que el aparato está automatizado, el aparato puede trabajar las 24 horas del día, y puede generar isotermas de alta resolución en menos de 48 horas.

[0125] Ejemplo 3. La capacidad del aparato automatizado aquí descrito para regenerar conjuntos de datos existentes se demostró en el Ejemplo 2 (arriba). En el Ejemplo 3, se demuestra la capacidad del aparato automatizado para generar nuevas isotermas para nuevos tamaños de poro y temperaturas. Las FIG. 11A y 11B muestran las isotermas nuevas/no reportadas de n-butano a diferentes temperaturas (0 °C, -3 °C, y -7 °C) usando MCM-41 como adsorbente. El MCM-41 probado tenía diferentes tamaños de poro de 6 nm (FIG. 11A) y 8 nm (FIG. 11B). Los datos indican que el aparato automatizado descrito en este documento proporciona, por ejemplo, isotermas de mayor resolución y un tiempo de experimento total más corto en relación con los aparatos convencionales. Los datos también indican que el aparato automatizado puede generar conjuntos de datos para nuevas condiciones.

[0126] Ejemplo 4. La FIG. 12 muestra datos de isoterma para iso-butano en MCM-41 (tamaño de poro de 4 nm) a dos temperaturas diferentes -5 °C y 8 °C- producidos mediante un ejemplo de aparato automatizado de la presente divulgación. Se determinaron los datos de adsorción y desorción. Las cuatro isotermas ilustran la capacidad del nuevo aparato automatizado aquí descrito para generar nuevos conjuntos de datos para nuevos componentes no publicados con anterioridad.

[0127] Las formas de realización descritas en la presente se refieren en general a aparatos, sistemas y métodos para estudiar las interacciones entre fluidos y sólidos y para caracterizar sistemas de fluido-sólido. En general, los resultados ilustran que las formas de realización descritas en el presente documento pueden permitir reducir el tiempo de

experimentación al tiempo que mejoran la resolución de los datos. Además, pueden realizarse numerosos experimentos simultáneamente, por ejemplo, en condiciones ambientales, condiciones de yacimiento u otras condiciones.

Listado de formas de realización

[0128] La presente divulgación proporciona, entre otras, las siguientes formas de realización, cada una de las cuales puede considerarse que incluye opcionalmente cualquier forma de realización alternativa:

[0129] Cláusula 1. Un aparato para caracterizar un sistema de fluido-sólido, el aparato comprende:

un soporte de núcleo;

un sensor de presión acoplado al soporte de núcleo, el sensor de presión configurado para detectar una presión dentro del soporte de núcleo y producir una señal de presión;

un comparador de masas conectado operacionalmente a un interior del soporte de núcleo; y

un sistema de control de presión y caudal que comprende

una fuente de presión en comunicación fluida selectiva con el soporte de núcleo;

una válvula de presión automatizada configurada para controlar la presión en el interior del soporte de núcleo; y

un procesador configurado para:

controlar la válvula de presión automatizada basándose, al menos en parte, en la señal de presión; y

registrar los datos del sensor de presión y del comparador de masas.

[0130] Cláusula 2. El aparato de la cláusula 1, en donde el procesador está configurado además para escalonar la presión dentro del soporte de núcleo a través de una serie de puntos de ajuste de presión predeterminados.

[0131] Cláusula 3. El aparato de la cláusula 2, en donde el procesador está configurado además para:

controlar la presión dentro del soporte de núcleo a un primer punto de ajuste de presión predeterminado;

analizar la estacionariedad de la señal de presión; y

abrir la válvula de presión automatizada durante un período de tiempo calculado para controlar la presión dentro del soporte de núcleo hasta un segundo punto de ajuste de presión predeterminado.

[0132] Cláusula 4. El aparato de la cláusula 3, en donde el procesador está configurado además para analizar la estacionariedad de la señal de presión mediante una prueba Dickey-Fuller aumentada (ADF) y/o una prueba Kwiatkowski-Phillips-Schmidt-Shin (KPSS).

[0133] Cláusula 5. El aparato de la cláusula 3 o la cláusula 4, en donde el procesador está configurado además para calcular el período de tiempo calculado:

realizando una serie de aperturas cortas de la válvula para generar una serie de datos; y

analizando la serie de datos para calcular el período de tiempo calculado.

[0134] Cláusula 6. El aparato de cualquiera de las cláusulas 1-5, que comprende además:

una fuente de vacío en comunicación fluida selectiva con el soporte de núcleo; y

una válvula de vacío automatizada configurada para controlar la presión dentro del soporte de núcleo, en la que el procesador está configurado además para controlar la válvula de vacío automatizada.

[0135] Cláusula 7. El aparato de cualquiera de las cláusulas 1-6, en donde:

el soporte de núcleo está dispuesto dentro de una cámara ambiental, la cámara ambiental comprende:

un elemento calefactor, un elemento refrigerador, o ambos; y

un sensor de temperatura; y

el procesador está configurado además para controlar una temperatura dentro de la cámara ambiental.

[0136] Cláusula 8. El aparato de cualquiera de las cláusulas 1-7, que comprende además un cromatógrafo de gases operablemente conectado al soporte de núcleo, en donde el procesador está configurado además para dirigir automáticamente el contenido del soporte de núcleo al cromatógrafo de gases.

[0137] Cláusula 9. El aparato de cualquiera de las cláusulas 1-8, en donde el procesador está configurado además para registrar automáticamente datos del sensor de presión y del comparador de masas.

[0138] Cláusula 10. El aparato de cualquiera de las cláusulas 1-9, en donde el soporte de núcleo es un primer soporte de núcleo, el aparato comprende además al menos un segundo soporte de núcleo.

[0139] Cláusula 11. Un método para caracterizar un sistema de fluido-sólido, en donde el método comprende:

(a) poner en contacto una muestra de roca porosa, dispuesta dentro de un soporte de testigos, con un fluido para formar un sistema de fluido-sólido dentro del soporte de testigos;

(b) ajustar automáticamente una temperatura del sistema de fluido-sólido, una presión del sistema de fluido-sólido, o ambas, a un valor preseleccionado mediante un procesador y al menos una válvula automatizada

(c) controlar el equilibrio del sistema de fluido-sólido

(d) registrar un valor de temperatura, un valor de presión, un valor de masa, o una combinación de los mismos, del sistema de fluido-sólido, para proporcionar los datos registrados;

(e) realizar una acción basada en los datos registrados, y

(f) repetir una o más de las operaciones (b) a (e) para producir un dato termodinámico característico del sistema de fluido-sólido.

[0140] Cláusula 12. El método de la cláusula 11, en donde:

se controla el equilibrio del sistema de fluido-sólido mediante un sensor de presión; y

la forma de realización de una operación de acción (e) comprende el análisis de una señal de presión para la estacionariedad, la señal de presión correspondiente a la presión dentro del soporte de núcleo, el análisis de la señal de presión para la estacionariedad que

comprende la forma de realización de una prueba de Dickey-Fuller Aumentado (ADF), una prueba de Kwiatkowski-Phillips-Schmidt-Shin (KPSS), o ambas.

[0141] Cláusula 13. El método de la cláusula 11 o la cláusula 12, en donde:

la al menos una válvula automatizada es una válvula de control de presión; y

la forma de realización de una operación de acción (e) comprende la apertura de la válvula de control de presión durante un período de tiempo calculado.

[0142] Cláusula 14. El método de la cláusula 13, en donde la forma de realización de una operación de acción (e) comprende:

realizar una serie de aperturas cortas de la válvula para generar una serie de datos; y

analizar la serie de datos para calcular el período de tiempo calculado.

[0143] Cláusula 15. El método de cualquiera de las cláusulas 11-14, en donde la forma de realización de una operación de acción (e) comprende calcular una media de los valores de presión, una media de los valores de masa, o ambos, a lo largo de una duración de tiempo predeterminada.

[0144] Cláusula 16. El método de cualquiera de las cláusulas 11 a 15, en donde la forma de realización de una operación de acción (e) comprende ajustar la presión del sistema de fluido-sólido, comprendiendo el ajuste de la presión del sistema de fluido-sólido:

introducir fluido adicional en el soporte de núcleo

retirar al menos parte del fluido del soporte de núcleo; o

una combinación de los mismos.

[0145] Cláusula 17. El método de la cláusula 16, en donde:

cuando la forma de realización de una operación de acción (e) comprenda la introducción de fluido adicional en el soporte de núcleo, la introducción de fluido adicional en el soporte de núcleo comprenda la apertura de una válvula automatizada durante un período de tiempo predeterminado, a través del procesador, estando la válvula automatizada en comunicación fluida con una fuente de presión; o bien

cuando la forma de realización de una operación de acción (e) comprenda retirar al menos parte del fluido del soporte de núcleos, retirar al menos parte del fluido del soporte de

núcleos comprenda abrir una válvula automatizada durante un tiempo predeterminado, a través del procesador, estando la válvula automatizada en comunicación fluida con una fuente de vacío.

[0146] Cláusula 18. El método de cualquiera de las cláusulas 11-17, en donde el soporte de núcleo está dispuesto dentro de una cámara ambiental, y en donde el método comprende además controlar la atmósfera dentro de la cámara ambiental mediante una válvula de purga automatizada, estando la válvula de purga automatizada en comunicación fluida selectiva con una fuente de gas no reactivo.

[0147] Cláusula 19. El método de cualquiera de las cláusulas 11-18, que comprende además interpretar, transformar y registrar automáticamente señales no procesadas de un sensor de presión, un sensor de temperatura y un comparador de masas en un dato termodinámico característico del sistema de fluido-sólido.

[0148] Cláusula 20. Un método de caracterización de un sistema de fluido-sólido, que comprende:

(a) introducir un fluido con una muestra de roca porosa dispuesta dentro de un soporte de núcleo para formar un sistema de fluido-sólido dentro del soporte de núcleo;

(b) ajustar automáticamente una presión del sistema de fluido-sólido a un valor preseleccionado mediante un procesador y al menos una válvula automatizada, donde el ajuste automático comprende:

realizar una serie de aperturas cortas de la válvula para generar una serie de datos; y

analizar la serie de datos para calcular el período de tiempo calculado;

(c) controlar el equilibrio del sistema de fluido-sólido mediante un sensor de presión;

(d) registrar un valor de presión, un valor de masa, o una combinación de los mismos, del sistema de fluido-sólido, para proporcionar los datos registrados; y

(e) ejecutar una acción basada en los datos registrados, comprendiendo la ejecución de la acción:

analizar la estacionariedad de una señal de presión realizando una prueba Dickey-Fuller aumentada (ADF), una prueba Kwiatkowski-Phillips-Schmidt-Shin (KPSS), o ambas, correspondiendo la señal de presión a la presión dentro del soporte de núcleo;

(f) repetir una o más de las operaciones (b) a (e) para producir un dato termodinámico característico del sistema de fluido-sólido.

[0149] Cláusula 21. Un aparato para caracterizar un sistema de fluido-sólido, el aparato comprende:

una cámara ambiental;

un soporte de núcleo dispuesto dentro de la cámara ambiental;

un sensor de presión configurado para detectar la presión dentro del soporte de núcleo y producir una señal de presión;

un comparador de masas conectado operacionalmente a un interior del soporte de núcleo; y

un sistema de control de presión y caudal que comprende

una fuente de presión en comunicación fluida selectiva con el soporte de núcleo;

una válvula de presión automática configurada para controlar la presión en el interior del soporte de núcleo; y

un procesador configurado para controlar la válvula de presión automática basándose, al menos en parte, en la señal de presión.

[0150] Cláusula 22. El aparato de la cláusula 21, en donde el procesador está configurado además para escalonar la presión dentro del soporte de núcleo a través de una serie de puntos de ajuste de presión predeterminados.

[0151] Cláusula 23. El aparato de la cláusula 21 o de la cláusula 22, en donde el procesador está configurado además para:

controlar la presión dentro del soporte de núcleo a un primer punto de ajuste de presión predeterminado;

analizar la estacionariedad de la señal de presión; y

abrir la válvula de presión automatizada durante un período de tiempo calculado para controlar la presión dentro del soporte de núcleo hasta un segundo punto de ajuste de presión predeterminado.

[0152] Cláusula 24. El aparato de la cláusula 23, en donde el procesador está configurado además para analizar la estacionariedad de la señal de presión mediante una prueba Dickey-Fuller aumentada (ADF) y/o una prueba Kwiatkowski-Phillips-Schmidt-Shin (KPSS).

[0153] Cláusula 25. El aparato de la cláusula 23 o de la cláusula 24, en donde el procesador está configurado además para calcular el período de tiempo calculado:

realizando una serie de aperturas cortas de la válvula para generar una serie de datos; y

analizando la serie de datos para calcular el período de tiempo calculado.

[0154] Cláusula 26. El aparato de cualquiera de las cláusulas 21-26, que comprende además una fuente de vacío en comunicación fluida selectiva con el soporte de núcleo.

[0155] Cláusula 27. El aparato de la cláusula 26, que comprende además una válvula de vacío automatizada configurada para controlar la presión dentro del soporte de núcleo, en donde el procesador está configurado además para controlar la válvula de vacío automatizada.

[0156] Cláusula 28. El aparato de cualquiera de las cláusulas 21-27, en donde la cámara ambiental comprende un elemento calefactor y un sensor de temperatura, y en donde el procesador está configurado además para controlar la temperatura dentro de la cámara ambiental.

[0157] Cláusula 29. El aparato de cualquiera de las cláusulas 21-28, en donde la cámara ambiental comprende un elemento de refrigeración.

[0158] Cláusula 30. El aparato de cualquiera de las cláusulas 21-29, en donde la cámara ambiental comprende un mecanismo de purga atmosférica configurado para purgar de oxígeno un interior de la cámara ambiental.

Cláusula 31. El aparato de la cláusula 30, que comprende además: una fuente de gas no reactivo en comunicación fluida selectiva con el interior de la cámara ambiental; y

una válvula de purga automática configurada para controlar un flujo de gas no reactivo en la cámara ambiental, en la que el procesador está configurado además para controlar la atmósfera dentro de la cámara ambiental a través de la válvula de purga automática.

[0159] Cláusula 32. El aparato de cualquiera de las cláusulas 21-31, que comprende además un cromatógrafo de gases operablemente conectado al soporte de núcleo, en donde el procesador está configurado además para dirigir automáticamente el contenido del soporte de núcleo al cromatógrafo de gases.

[0160] Cláusula 33. El aparato de cualquiera de las cláusulas 21-32, en donde el procesador está configurado además para registrar automáticamente los datos del sensor de presión y del comparador de masas.

[0161] Cláusula 34. El aparato de cualquiera de las cláusulas 21-33, en donde el soporte de núcleo es un primer soporte de núcleo, comprendiendo el aparato al menos un segundo soporte de núcleo dispuesto dentro de la cámara ambiental.

[0162] Cláusula 35. Un método para caracterizar un sistema de fluido-sólido, el método comprende:

- (a) colocación de una muestra de roca porosa en un soporte de núcleo;
- (b) poner en contacto la muestra de roca porosa con un fluido para crear el sistema de fluido-sólido dentro del soporte de testigos;
- (c) ajustar automáticamente una temperatura y/o presión del sistema de fluido-sólido a un valor preseleccionado mediante un procesador y al menos una válvula automatizada;
- (d) controlar el equilibrio del sistema sólido-fluido;
- (e) registrar un valor de temperatura, presión y/o masa del sistema de fluido-sólido;
- (f) ejecución de una acción basada en los datos registrados, y
- (g) repetir las operaciones (c) a (f) para producir un dato termodinámico característico del sistema de fluido-sólido.

[0163] Cláusula 36. El método de la cláusula 35, en donde se controla el equilibrio del sistema de fluido-sólido mediante un sensor de presión.

[0164] Cláusula 37. El método de la cláusula 35 o la cláusula 36, en donde la forma de realización de una operación de acción (f) comprende analizar una señal de presión para estacionariedad, en donde la señal de presión corresponde a la presión dentro del soporte de núcleo.

[0165] Cláusula 38. El método de la cláusula 37, en donde el análisis de la estacionariedad de la señal de presión comprende la forma de realización de una prueba Dickey-Fuller aumentada (ADF) y/o una prueba Kwiatkowski-Phillips-Schmidt-Shin (KPSS).

[0166] Cláusula 39. El método de cualquiera de las cláusulas 35-38, en donde la al menos una válvula automatizada es una válvula de control de presión, y en donde la forma de realización de una operación de acción (f) comprende abrir la válvula de control de presión durante un período de tiempo calculado.

[0167] Cláusula 40. El método de cualquiera de las cláusulas 35-39, en donde la forma de realización de una operación de acción (f) comprende:

realizar una serie de aperturas cortas de la válvula para generar una serie de datos;

analizar la serie de datos para calcular el período de tiempo calculado; o

una combinación de los mismos.

[0168] Cláusula 41. El método de cualquiera de las cláusulas 35-40, en donde la forma de realización de una operación de acción (f) comprende calcular una media de los valores de presión y/o masa a lo largo de una duración de tiempo predeterminada.

[0169] Cláusula 42. El método de cualquiera de las cláusulas 35-41, en donde la forma de realización de una operación de acción (f) comprende ajustar la presión del sistema de fluido-sólido.

[0170] Cláusula 43. El método de la cláusula 42, en donde el ajuste de la presión del sistema de fluido-sólido comprende la introducción de fluido adicional en el soporte de núcleo.

[0171] Cláusula 44. El método de la cláusula 43, en donde la introducción de fluido adicional en el soporte de núcleo comprende la apertura de una válvula automatizada durante un tiempo predeterminado, a través del procesador, en donde la válvula automatizada está en comunicación fluida con una fuente de presión.

[0172] Cláusula 45. El método de la cláusula 44, en donde la fuente de presión comprende un recipiente de gas comprimido.

[0173] Cláusula 46. El método de la cláusula 43, en donde el ajuste de la presión del sistema de fluido-sólido comprende retirar al menos parte del fluido del soporte de núcleo.

[0174] Cláusula 47. El método de la cláusula 46, en donde la extracción de al menos parte del fluido del soporte de núcleo comprende la apertura de una válvula automatizada durante un tiempo predeterminado, a través del procesador, en donde la válvula automatizada está en comunicación fluida con una fuente de vacío.

[0175] Cláusula 48. El método de cualquiera de las cláusulas 35-47, que comprende además controlar la atmósfera dentro de la cámara ambiental mediante una válvula de purga automatizada, estando la válvula de purga automatizada en comunicación selectiva de fluidos con una fuente de gas no reactivo.

[0176] Cláusula 49. El método de cualquiera de las cláusulas 35-48, que comprende interpretar, transformar y registrar automáticamente señales no procesadas de un sensor de presión, un sensor de temperatura y un comparador de masas en un dato termodinámico característico del sistema de fluido-sólido.

[0177] Como se desprende de la descripción general anterior y de las formas de realización específicas, aunque se han ilustrado y descrito formas de forma de realización, pueden realizarse diversas modificaciones sin apartarse del espíritu y alcance de la presente divulgación. En consecuencia, no se pretende que la presente divulgación quede limitada por ello. Asimismo, el término “que comprende” se considera sinónimo del término “que incluye”. Asimismo, siempre que una composición, un elemento o un grupo de elementos vaya precedido de la frase transitoria “que comprende”, se entiende que también contemplamos la misma composición o grupo de elementos con frases transitorias “que consiste esencialmente en”, “que consiste en”, “seleccionado del grupo de que consiste en” o “Es” precediendo a la mención de la composición, elemento o elementos y viceversa, por ejemplo, los términos “que comprende”, “que consiste esencialmente en”, “que consiste en” también incluyen el producto de las combinaciones de elementos enumeradas después del término.

[0178] Tal como se usa en la presente, una “composición” puede incluir componente(s) de la composición y/o producto(s) de reacción de dos o más componentes de la composición. Las composiciones de la presente divulgación pueden prepararse mediante cualquier proceso de mezcla adecuado. Tal como se usa en la presente, una “formulación” puede incluir componente(s) de la formulación y/o producto(s) de reacción de dos o más

componentes de la formulación. La formulación puede prepararse mediante cualquier proceso de mezcla adecuado.

[0179] Las referencias citadas en el presente documento se incorporan por referencia en su totalidad para indicar el estado de la técnica en la fecha de su publicación o presentación y se pretende que esta información pueda emplearse en el presente documento, si es necesario, para excluir formas de realización específicas que se encuentran en el estado de la técnica.

[0180] A efectos de la presente divulgación, y a menos que se especifique lo contrario, todos los valores numéricos de la descripción detallada y de las reivindicaciones se modifican por “aproximadamente” el valor indicado, y tienen en cuenta el error experimental y las variaciones que cabría esperar de una persona con conocimientos ordinarios en la técnica. En aras de la brevedad, en el presente documento sólo se indican explícitamente determinados intervalos. Sin embargo, los rangos de cualquier límite inferior pueden combinarse con cualquier límite superior para recitar un rango no recitado explícitamente, así como, los rangos de cualquier límite inferior pueden combinarse con cualquier otro límite inferior para recitar un rango no recitado explícitamente, del mismo modo, los rangos de cualquier límite superior pueden combinarse con cualquier otro límite superior para recitar un rango no recitado explícitamente. Además, dentro de un intervalo se incluyen todos los puntos o valores individuales entre sus puntos finales, aunque no se reciten explícitamente. Así, cada punto o valor individual puede servir como su propio límite inferior o superior combinado con cualquier otro punto o valor individual o cualquier otro límite inferior o superior, para recitar una gama no explícitamente recitada.

[0181] Tal como se usa en la presente, el artículo indefinido “un” o “una” significará “al menos uno” a menos que se especifique lo contrario o el contexto indique claramente lo contrario. Por ejemplo, las formas de realización que comprenden “un soporte de núcleo” incluyen formas de realización que comprenden uno, dos o más soportes de núcleo, a menos que se especifique lo contrario o el contexto indique claramente que solo se incluye un soporte de núcleo.

[0182] Si bien lo anterior se refiere a las formas de realización de la presente divulgación, pueden concebirse otros aspectos de la divulgación sin apartarse del alcance básico de la misma, y el alcance de la misma viene determinado por las reivindicaciones que siguen.