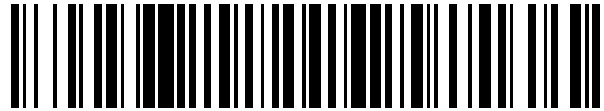


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 413 154**

21 Número de solicitud: 201132029

51 Int. Cl.:

G01N 21/85 (2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A1

22 Fecha de presentación:

15.12.2011

43 Fecha de publicación de la solicitud:

15.07.2013

71 Solicitantes:

**UNIVERSITAT ROVIRA I VIRGILI (100.0%)
C/ Escorxador s/n
43003 Tarragona ES**

72 Inventor/es:

**ERTÜRK DÜZGÜN, Nihal y
VERNET PEÑA, Antonio**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

54 Título: **USO DE ALGINATOS EN VELOCIMETRÍA POR IMÁGENES DE PARTÍCULAS Y PROCEDIMIENTO PARA MEDIR LA VELOCIDAD DE UN FLUIDO**

57 Resumen:

Uso de alginatos en velocimetría por imágenes de partículas y procedimiento para medir la velocidad de un fluido.

Un procedimiento de velocimetría por imágenes de partículas para medir la velocidad de un fluido mediante el sembrado de partículas trazadoras en el fluido y el registro de la luz que reflejan en dos momentos diferentes donde las partículas trazadoras son partículas de alginato. Este método puede usarse en sistemas con partes metálicas en contacto entre ellas ya que no las daña. Las partículas son esféricas y además no son tóxicas ni perjudiciales para el medio ambiente y, al ser porosas, su densidad se puede igualar fácilmente a la del fluido para un seguimiento eficaz del mismo.

ES 2 413 154 A1

**USO DE ALGINATOS EN VELOCIMETRÍA POR IMÁGENES DE PARTÍCULAS Y
PROCEDIMIENTO PARA MEDIR LA VELOCIDAD DE UN FLUIDO**

5

D E S C R I P C I Ó N

CAMPO TÉCNICO DE LA INVENCION

10 La presente invención se refiere a la velocimetría por imágenes de partículas (*particle image velocimetry*, o PIV), y en particular al uso de un nuevo tipo de partículas trazadoras en PIV.

15 **ESTADO DE LA TÉCNICA**

La velocimetría por imágenes de partículas es una técnica ampliamente utilizada que consiste en sembrar un fluido (líquido o gas) con partículas trazadoras para medir
20 directamente el desplazamiento de las partículas y determinar así la velocidad del fluido. Las partículas trazadoras deben tener el menor tamaño posible para asegurar un buen trazado del flujo. Sin embargo, no deben ser demasiado pequeñas, porque en ese caso no reflejarían suficiente luz. Las
25 partículas trazadoras del fluido se iluminan al menos dos veces en un corto intervalo de tiempo con un láser en un plano del flujo. Se asume que las partículas trazadoras se desplazan a la velocidad del fluido entre cada una de las iluminaciones. La luz que reflejan las partículas se registra en una única
30 imagen o en una secuencia de imágenes. Después se determina el desplazamiento de las partículas entre cada una de las iluminaciones mediante el análisis de las imágenes PIV. Se

trata de una técnica indirecta porque mide la velocidad de las partículas en lugar de la velocidad del fluido, por lo que deberán comprobarse las propiedades mecánicas del flujo de las partículas para evitar discrepancias significativas entre el
5 flujo del fluido y el de las partículas.

Las partículas trazadoras más usadas en investigación con PIV son el poliestireno, el aluminio, las microesferas de cristal, diferentes aceites y burbujas de aire. La intensidad de la imagen que se obtiene de las partículas es directamente
10 proporcional a su capacidad para reflejar la luz. Por lo tanto, resulta más efectivo y económico aumentar la intensidad de la imagen mediante una correcta selección de partículas antes que mediante el uso de un láser de mayor potencia.

La solicitud de patente US5124071 describe las partículas
15 trazadoras para uso en PIV. Las partículas microscópicas propuestas se componen de una resina acrílica (metacrilato) y su diámetro oscila entre los 10 y los 30 micrones. Para la generación de estas partículas se requiere una cámara especial, lo que complica su producción. Además, estas
20 partículas no son apropiadas para ciertas aplicaciones, como el análisis experimental de dinámicas de flujo en sistemas que contienen partes metálicas en contacto, puesto que la interacción de las partículas rígidas con el contacto entre metales dañaría el sistema.

25

OBJETO DE LA INVENCION

La invención solventa los problemas expuestos en la sección anterior mediante el uso de partículas de alginato en
30 velocimetría por imágenes de partículas (PIV). En particular, la invención propone un procedimiento para medir la velocidad de un fluido mediante el sembrado de partículas trazadoras en el fluido y el registro de la luz que reflejan en dos momentos

diferentes y donde las partículas trazadoras son partículas de alginato. El diámetro de las partículas de alginato oscila preferiblemente entre 0,2 y 30 micrones y opcionalmente se les puede aplicar un tinte fluorescente embebido como la fluoresceína. El uso de partículas de alginato con tinte fluorescente mejora el contraste con cualquier fluido en las aplicaciones en las que se use láser verde para iluminar las partículas y que estas reflejen la luz.

10 Las partículas de alginato pueden producirse en forma de esfera con diámetros exactos como 0,2 μm , 1 μm , 5 μm , 10 μm o superiores. Gracias a su forma esférica y a un diámetro adecuado, las partículas de alginato presentan una buena fluidez (seguimiento del fluido en el que se encuentran inmersas). En general, es importante que las partículas tengan forma esférica debido a sus conocidas interacciones con fluidos y a la respuesta visual a la iluminación. Las partículas son muy apropiadas para los sistemas con partes metálicas en contacto entre sí o giratorias, ya que no dañan los sistemas porque su estructura es blanda y gelatinosa. Además, los alginatos no son tóxicos ni perjudiciales para el medio ambiente y, al ser porosos, se puede igualar su densidad a la del fluido para que el seguimiento del flujo se realice con mayor eficacia.

25

BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

Las figuras adjuntas tienen por objeto completar la descripción y facilitar la comprensión de la invención. Las mismas ilustran una puesta en práctica preferente de la invención pero no deben interpretarse como una restricción al alcance de la invención, sino simplemente como un ejemplo de

la forma que podría adoptar la misma. Se incluyen las siguientes figuras:

Figura 1: gráfico que muestra la distribución por tamaño de las partículas de alginato y de las burbujas de aire como un porcentaje del número de partículas de cada tamaño comparado con el número total de partículas.

Figura 2: gráfico que muestra el tiempo de respuesta de distintas partículas trazadoras de 5 μm de diámetro en un flujo de agua en aceleración.

Figura 3: fotografía de las partículas esféricas de alginato usadas en la presente invención.

Figura 4: gráfico que muestra los errores de desplazamiento derivados del uso de burbujas de aire y de partículas de alginato en las mediciones de velocidad del análisis de una bomba de engranajes con diferente número de imágenes de promedio de fase.

DESCRIPCION DETALLADA DE LA INVENCION

El alginato es un polisacárido natural y no tóxico presente en todas las especies de algas pardas. Químicamente, el alginato es un copolímero lineal consistente en uniones (1-4) de ácido β -D-manurónico y ácido α -L-gulurónico. Generalmente, las microsferas de alginato se producen mediante uno de los dos métodos conocidos: (i) por goteo de una solución acuosa de alginato en una solución de sales cálcicas, o (ii) por emulsificación, agitando suavemente. Las partículas producidas con el método (i) suelen ser más grandes (más de 1 mm de

diámetro) y la producción de partículas más pequeñas requiere de un dispositivo especial que puede presentar desventajas como su alto coste y potencial de obstrucción. El método (ii) se ha extendido recientemente al campo de la nanotecnología.

5 Las pruebas experimentales indican que se han producido con éxito nanopartículas de alginato gracias a la creación de las condiciones ideales para la formulación. Para el método de la presente invención, se han escogido partículas con un diámetro de entre 0,2 y 30 micrones. La emulsificación/gelificación
10 interna es un procedimiento adecuado y económico para la producción de microesferas de alginato de ese tamaño.

La producción de microesferas de alginato mediante emulsificación/gelificación interna presenta además varias
15 ventajas. La encapsulación en esferas de alginato se considera un sistema seguro, sencillo y económico que presenta una buena estabilidad mecánica. En la gelificación interna, los iones calcio se distribuyen homogéneamente en la solución de alginato, por lo que la difusión de protones hacia las gotas
20 pregelificadas induce la gelificación desde la superficie, y crea gotas homogéneas. Además, el bajo cizallamiento de la gelificación interna protege los encapsulantes frágiles. También se pueden considerar aplicaciones en las industrias biológica y alimentaria, ya que este procedimiento no requiere
25 el uso de reactivos ni solventes tóxicos. Este método permite la producción eficiente de grandes cantidades de micro y nanoesferas de diámetro pequeño y controlado. Las partículas producidas por gelificación interna son más porosas que las producidas por gelificación externa, que no son apropiadas
30 para aplicaciones alimentarias y biomédicas. Esta desventaja puede convertirse en ventaja si se usan estas partículas en un sistema PIV.

Por lo tanto, para producir microesferas de gel de alginato se prefiere el método de la emulsificación/gelificación interna, que es posible gracias a la formación de una emulsión agua/aceite cuyas gotas se estabilizan mediante el uso de surfactantes. Para producir partículas más pequeñas, típicamente con un diámetro inferior a 10 μm , se usa una sonda ultrasónica para agitar y desprender las partículas. Se agitan 50 g de solución acuosa con una concentración del 3% de alginato de sodio durante 6 horas con un agitador magnético a 900 rpm. El tipo de alginato que se usa es la sal sódica del ácido algínico de baja viscosidad, procedente de algas pardas. Según el tipo de láser, como en el caso del láser verde que se usa en PIV, se añaden a la solución 0,2 g de fluoresceína y se sigue agitando a la misma velocidad durante 2 horas. Esta solución acuosa se dispersa en 75 g de isooctano que contiene 1,7 g de SPAN 85 usando un agitador magnético a 1600 rpm y una sonda ultrasónica a una potencia de 60 con una frecuencia de 0,5 durante 10 minutos. Se añade a la emulsión otra solución que contiene 0,9 g de TWEEN 85 en 6 g de isooctano y se agita con el agitador magnético y la sonda ultrasónica a la misma velocidad durante 5 minutos. Entonces se añaden 20 g de solución acuosa con una concentración del 10% de cloruro cálcico y se deja reaccionar durante 20 minutos mientras se agita a 1600 rpm para permitir la gelificación ionotrópica de las partículas. Después, se somete la solución a un baño de ultrasonidos y se agita durante 30 minutos. Antes de recoger las partículas, se diluye la emulsión con 500 ml de agua destilada para reducir la posibilidad de que las esferas se peguen unas a otras si entran en contacto y para ralentizar el proceso de gelificación. Tras la dilución, se deja que la solución se asiente y luego se separan las partículas de la emulsión. Las partículas se someten a un filtrado líquido con ayuda de un filtro de jeringa de 5 μm de tamaño de poro, o

menos, como proceso de separación. Estas partículas se pueden usar como partículas trazadoras en el análisis de flujos de agua. Para otras aplicaciones de PIV, como el análisis de flujos de gas, se secan las partículas utilizando el agitador magnético a una temperatura máxima de 60 °C para obtener micropartículas secas. Por último, se puede aplicar un filtrado sólido con ayuda de un agitador para obtener las partículas que tengan el diámetro adecuado listas para ser usadas como partículas trazadoras en diferentes áreas de aplicación de PIV.

Mediante el uso de un dispositivo ultrasónico durante el proceso de producción se pueden producir partículas de alginato con un diámetro de nanómetros que contengan fluoresceína. La fluoresceína con la que se tiñen las partículas de alginato permite que las partículas trazadoras del sistema PIV reflejen gran cantidad de luz. Las partículas concentran y retienen gran cantidad de fluoresceína gracias a las propiedades de absorción y difusión de las partículas de alginato. La técnica PIV aprovecha estas propiedades de las partículas y las usa eficazmente en los sistemas de flujos para obtener imágenes digitales nítidas. La elasticidad de las partículas de alginato se puede controlar mediante el ajuste de los parámetros durante el proceso de producción. Para obtener partículas de alginato más rígidas, se puede añadir más cloruro de calcio y/o solvente isooctano.

Las partículas producidas de la forma indicada son particularmente adecuadas para analizar bombas de engranajes externos. Hasta ahora, en ese análisis se usaban burbujas de aire como partículas trazadoras, para no dañar los engranajes. Sin embargo, resulta muy difícil controlar el diámetro de las burbujas de aire. El uso de micropartículas de alginato como partículas trazadoras cumple con los requisitos de PIV para

este sistema concreto de bomba de engranajes, ya que siguen el flujo del líquido que se use para el análisis sin dañar los engranajes.

5 Para el caso de un proceso de producción de esferas de alginato de 10 μm , se registraron dos imágenes PIV, en las que se usaron burbujas de aire y partículas de alginato como partículas trazadoras, en las mismas condiciones del campo de flujo de la bomba de engranajes externos. Las imágenes PIV se
10 analizaron para medir y comparar la distribución por tamaño de partículas (PSD, por sus siglas en inglés) de los dos tipos de partículas trazadoras, como se muestra en la Figura 1. Se ha constatado que el tamaño teóricamente óptimo para las partículas de alginato es 10 micrones y para las burbujas de
15 aire es 100 μm . En el análisis se detectaron también partículas de alginato mayores de 10 μm , aunque en un porcentaje muy pequeño del total de objetos medidos. En el caso de las burbujas de aire, el 32% tenía un tamaño de 100 μm , lo que indica que, en condiciones de igualdad, las
20 partículas de alginato son más adecuadas para el sistema de bomba de engranajes debido a una distribución por tamaño de partículas menor, con un pico máximo cercano a 10 μm . El proceso de producción puede optimizarse para aumentar el porcentaje de partículas de alginato de 10 micrones.

25

La influencia de las fuerzas gravitatorias cuando la densidad del fluido de trabajo es diferente de la densidad de las partículas trazadoras es una fuente primordial de error en PIV. Aunque puede pasarse por alto en muchas situaciones
30 prácticas, el comportamiento de las partículas en aceleración se deriva de la Ley de Stokes (Ecuación 1).

$$U_p(t) = U \left[1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau_s}\right) \right] \quad (\text{Ecuación 1})$$

U_p es la velocidad de la partícula, U es la velocidad del fluido y τ_s es el tiempo de relajación dado por:

5

$$\tau_s = d_p^2 \frac{\rho_p}{18\mu} \quad (\text{Ecuación 2})$$

donde d_p es el diámetro de la partícula y μ es la viscosidad dinámica del fluido. τ_s es un indicador de la capacidad de una partícula de cierto tamaño y densidad para responder ante la aceleración del fluido.

La respuesta de una partícula a un escalón resulta útil para medir la tendencia de una partícula para alcanzar la velocidad de equilibrio con el fluido. La Figura 2 muestra el resultado del tiempo de respuesta de diferentes partículas con diámetros constantes de 5 μm ante una aceleración fuerte en un flujo de agua. Las partículas de alginato fueron las más rápidas de los tres tipos de partículas en un momento dado, lo que significa que las partículas de alginato son las que más cooperan con el movimiento del fluido observado.

Como puede verse en la Figura 3, las imágenes de partículas de alginato obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido ambiental (MEBA, o ESEM por su siglas en inglés) muestran formas esféricas tridimensionales con diferente distribución por tamaño de entre 0,2 y 30 micrones. Nótese que el sistema no ha sido objeto del proceso de filtrado, por lo que con el filtrado adecuado se pueden producir fácilmente partículas de tamaño homogéneo. La técnica PIV se beneficia de que las

partículas esféricas de alginato tengan una distribución por tamaño homogénea y las usa eficazmente en los sistemas de flujos para obtener imágenes digitales nítidas.

- 5 La Figura 4 muestra una comparativa del total de errores de las partículas de alginato y las burbujas de aire al sumar el sesgo medio y la raíz cuadrada media de los errores. Estos errores son errores de desplazamiento que pueden observarse en el análisis de datos PIV del modelo de la bomba de engranajes.
- 10 El análisis de datos PIV se realiza mediante el estudio de la correlación entre las ventanas de interrogación de 32x32 píxeles en que se dividen las imágenes. Para poder analizar el flujo en detalle, redujimos las ventanas de interrogación a 32x32 píxeles ya que este tamaño es el más adecuado para el
- 15 análisis de flujos turbulentos a pequeña escala. Los datos se obtienen de la lectura del análisis PIV de la bomba de engranajes externos. El error de desplazamiento se muestra mediante la comparación de una variedad de imágenes de promedio de fase y el error de desplazamiento en píxeles. El
- 20 gráfico indica que, cuando se usan partículas de alginato, el error de desplazamiento es mucho menor en 10 órdenes de magnitud, lo que sugiere que las mediciones con PIV son más exactas cuando se usan partículas de alginato que cuando se usan burbujas de aire. Esto es posible gracias a su menor
- 25 diámetro, que permite incrementar el número de partículas presentes en una misma ventana de la imagen.

REIVINDICACIONES

- 1.- Procedimiento para medir la velocidad de un fluido
5 mediante el sembrado de partículas trazadoras en el fluido y el registro de la luz que reflejan en dos instantes diferentes caracterizado porque las partículas trazadoras son partículas de alginato.
- 10 2.- Procedimiento según reivindicación 1 caracterizado porque las partículas de alginato son esencialmente esféricas, con un diámetro de entre 0,2 y 30 micrones.
- 3.- Procedimiento según la reivindicación 2 caracterizados
15 porque las partículas de alginato se componen de sal sódica del ácido algínico de baja viscosidad, procedente de algas pardas.
- 4.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones
20 anteriores caracterizado porque al menos algunas de las partículas de alginato se tiñen con fluoresceína.
- 5.- Procedimiento según la reivindicación 4 caracterizado
25 porque las partículas de alginato se iluminan mediante un láser verde para que reflejen la luz.
- 6.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones
anteriores caracterizado porque las partículas de alginato se producen mediante un proceso de gelificación interna.
30
- 7.- Uso de partículas de alginato en velocimetría por imágenes de partículas.

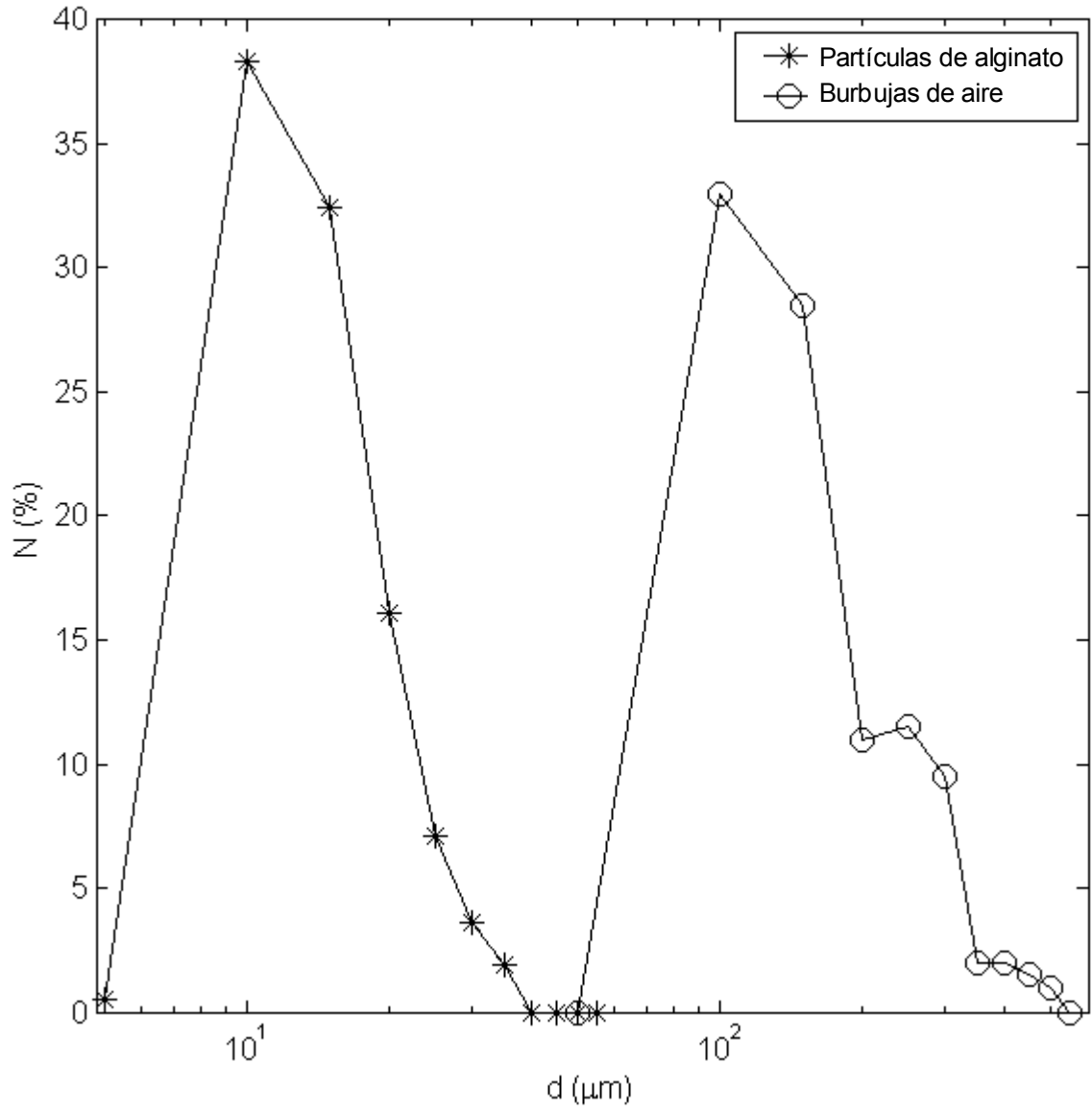


Figura 1

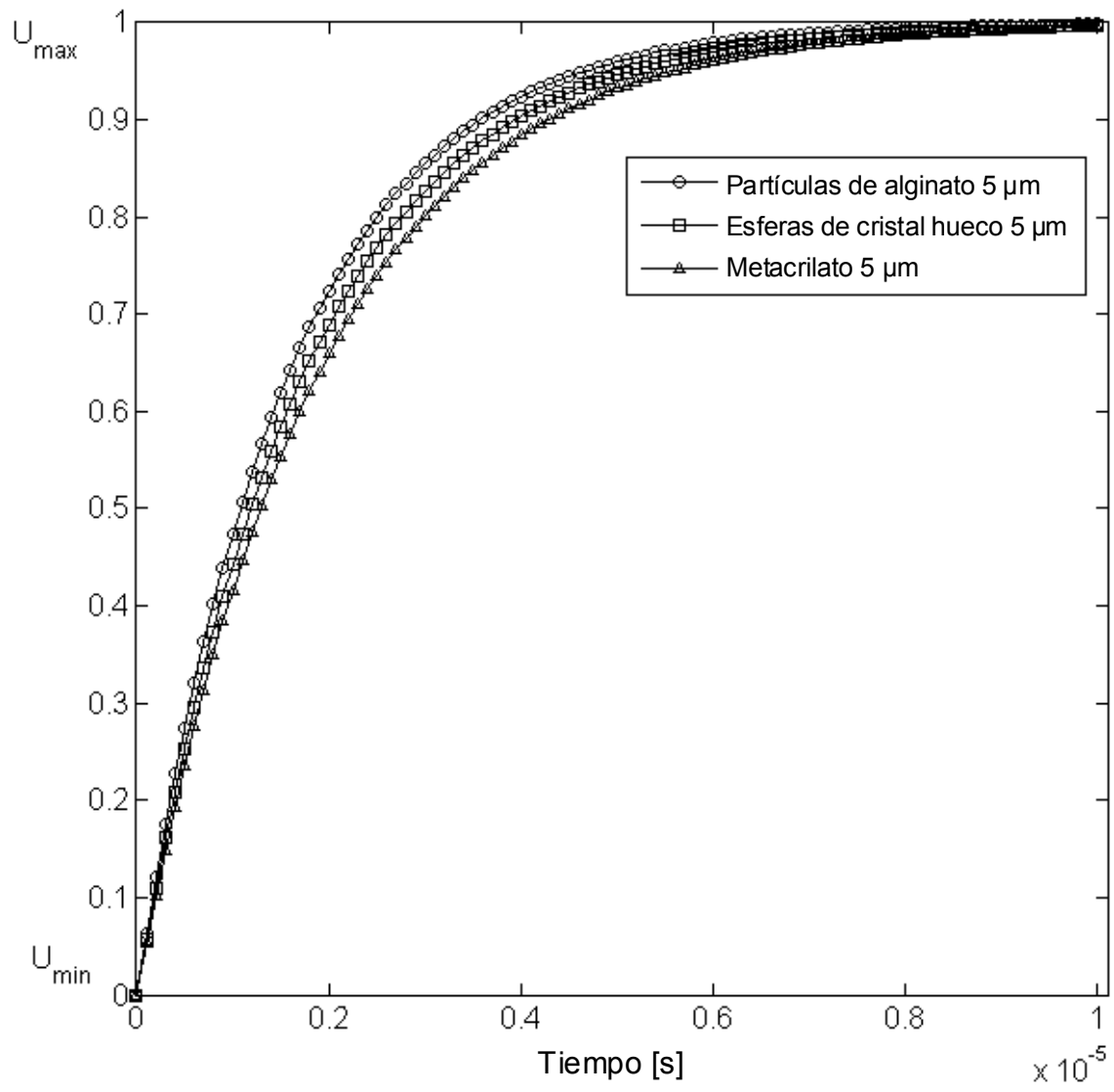


Figura 2

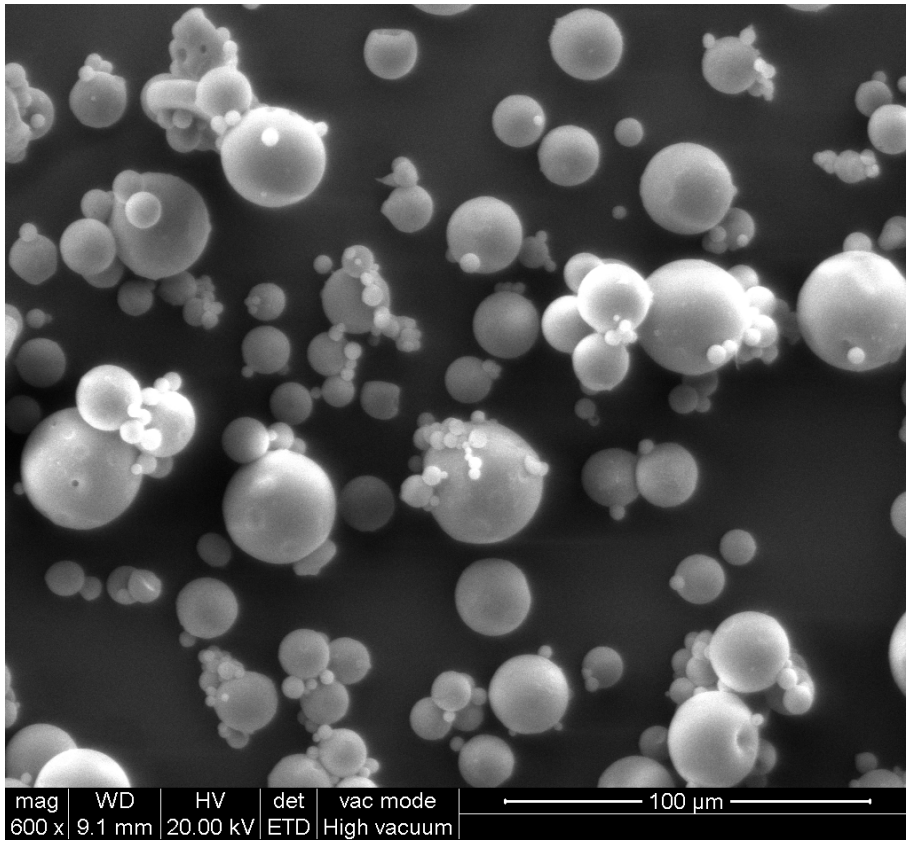


Figura 3

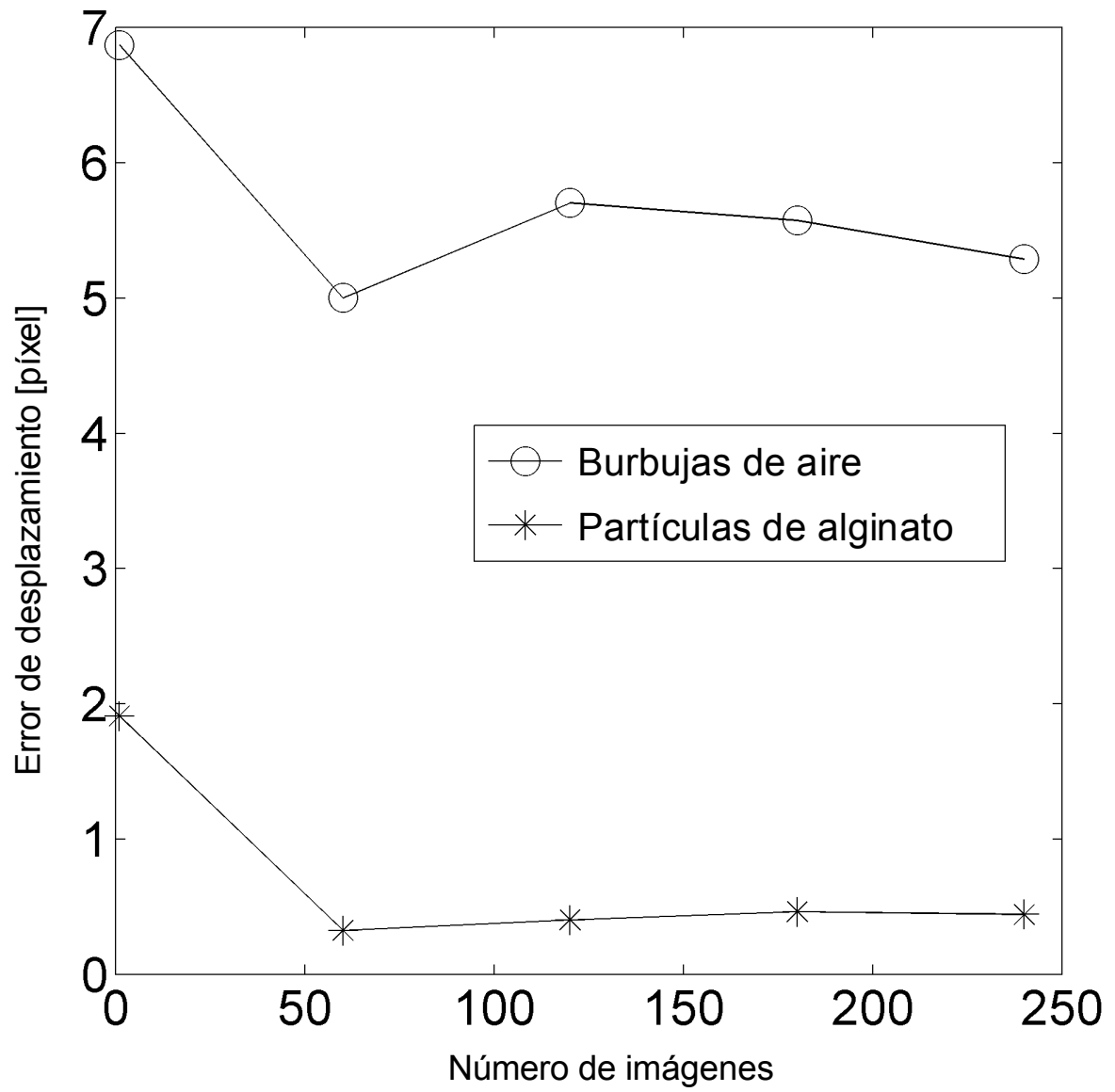


Figura 4



- ②① N.º solicitud: 201132029
②② Fecha de presentación de la solicitud: 15.12.2011
③② Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑤① Int. Cl.: **G01N21/85** (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤⑥ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
A	BIN YANG et al. PIV measurements of two phase velocity fields in aeolian sediment transport using fluorescent tracer particles. MEASUREMENT, 07.01.2011 VOL: 44 No: 4 Pags: 708-716 ISSN 0263-2241 Doi: doi:10.1016/j.measurement.2011.01.007, todo el documento.	1-7
A	US 5124071 A (KATZ JOSEPH) 23.06.1992, reivindicaciones.	1-7

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe
07.02.2013

Examinador
I. Abad Gurumeta

Página
1/4

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

G01N

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI, NPL, INTERNET

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 07.02.2013

Declaración

Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones 1-7	SI
	Reivindicaciones	NO
Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)	Reivindicaciones 1-7	SI
	Reivindicaciones	NO

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

Base de la Opinión.-

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

1. Documentos considerados.-

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	BIN YANG et al. PIV measurements of two phase velocity fields in aeolian sediment transport using fluorescent tracer particles. MEASUREMENT, 07.01.2011 VOL: 44 No: 4 Pags: 708-716 ISSN 0263-2241 Doi: doi:10.1016/j.measurement.2011.01.007, todo el documento.	07.01.2011
D02	US 5124071 A (KATZ JOSEPH)	23.06.1992

2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración

La presente invención se refiere a un procedimiento para medir la velocidad de un fluido mediante el sembrado de partículas trazadoras de alginato y el registro de luz, láser verde (reivindicación 5) que reflejan en dos instantes diferentes (reivindicación 1). Las partículas de alginato son esféricas con diámetro de entre 0,2 y 30 micrones (reivindicación 2) y están compuestas de sal sódica de ácido algínico de baja viscosidad, procedente de algas pardas (reivindicación 3), algunas están teñidas de fluoresceína (reivindicación 4) y se producen mediante un proceso de gelificación interna (reivindicación 6). También reivindica el uso de partículas de alginato en velocimetría por imágenes de partículas (reivindicación 7).

El documento D01 se refiere al uso de trazadores, distintos al de la invención, teñidos de fluoresceína en velocimetría de imágenes de partículas

El documento D02 se refiere al uso de trazadores acrílicos teñidos de fluoresceína en velocimetría de imágenes de partículas (ver reivindicaciones).

1. NOVEDAD (ART. 6.1 Ley 11/1986) Y ACTIVIDAD INVENTIVA (ART. 8.1 Ley 11/1986)

Los documentos D01-D02 reflejan el estado de la técnica más cercano. Todos estos documentos, aunque muestran diversos procedimientos para medir la velocidad de un fluido mediante el sembrado de partículas trazadoras en ninguno de ellos se refiere al uso de trazadoras de alginato, como el que se reivindica en la invención.

Por lo tanto, el objeto de las reivindicaciones 1-7 cumplen los requisitos de novedad y actividad inventiva de acuerdo con el Artículo 6.1 y 8.1 de la Ley 11/1986.