

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 745 003**

51 Int. Cl.:

G06K 19/077 (2006.01)

G06K 7/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.12.2012** **E 12382492 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.06.2019** **EP 2743865**

54 Título: **Etiqueta de RFID, sistema y método para la identificación de muestras a temperaturas criogénicas**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
27.02.2020

73 Titular/es:

INCIDE, S.A. (100.0%)
C/ Zuatzu 3
20018 Donostia (Gipuzkoa), ES

72 Inventor/es:

HERNÁNDEZ DE MIGUEL, JAVIER;
MARTÍNEZ ANTÓN, CÉSAR;
ZATORRE NAVARRO, GUILLERMO;
EGURROLA LÓPEZ, DANIEL;
ORTIZ DE LANDALUCE, MARÍA y
FERNÁNDEZ GASCÓN, SERGIO

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 745 003 T3

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

DESCRIPCIÓN

Etiqueta de RFID, sistema y método para la identificación de muestras a temperaturas criogénicas

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a la identificación electrónica de muestras biológicas a temperaturas criogénicas y, en particular, a la identificación segura de muestras guardadas en recipientes delgados a tales temperaturas.

10 Estado de la técnica

15 Las muestras biológicas, que incluyen muestras para la fecundación in vitro, se guardan frecuentemente para conservación a largo plazo en recipientes a temperaturas que detienen todos los procesos vitales, concretamente por debajo de -130 °C. Un tipo popular de recipiente biológico delgado se llama pajuela. Las pajuelas se usan desde hace varios años y se describen, por ejemplo, en la solicitud de patente US5545562.

20 Para realizar tal conservación a largo plazo y a tales temperaturas, las pajuelas pueden sumergirse en nitrógeno líquido en contenedores especiales, que produce una temperatura de almacenamiento de tan sólo -196 °C. Estas pajuelas están normalmente soldadas en ambos extremos con el fin de aislar su contenido y prevenir cualquier contaminación. Las pajuelas se guardan normalmente dentro de contenedores llamados "copas"; cada copa puede contener más de 200 pajuelas en su interior.

25 En esas circunstancias, la mayoría de las actuales pajuelas se identifican por medio de una funda dispuesta alrededor de la pajuela como se describe, por ejemplo, en el documento US5545562 ya citado. La funda contiene un código legible por ser humano y/o un código de barras. La lectura de los códigos de barras puede automatizarse usando un lector de código de barras automatizado.

30 La identificación electrónica de códigos de barras tiene varias ventajas, tales como facilitar la tarea de identificación de una muestra entre varias otras muestras mantenidas en condiciones criogénicas y evitar errores debido a errores humanos cuando se lee el código legible por un ser humano. Sin embargo, la identificación electrónica de códigos de barras tiene varias desventajas. Con el fin de leer el código de barras o la etiqueta para identificar cada muestra dentro de un recipiente, la retirada, al menos parcialmente, del recipiente del entorno de nitrógeno líquido es obligatoria. Cuando se retiran del líquido de refrigeración, aunque todavía están rodeadas por vapor de nitrógeno, las pajuelas están normalmente afectadas por fuertes variaciones de temperatura. Teniendo en cuenta las pequeñas dimensiones de las pajuelas y las reducidas cantidades de muestras biológicas que contienen, estos grandes gradientes de temperatura pueden producir un calentamiento brutal del recipiente. Esto conduce frecuentemente a una calidad reducida del material biológico. Este problema empeora debido a la generación de hielo alrededor de la pajuela, que hace que la lectura de tales códigos por medios visuales o automáticos requiera mucho tiempo.

40 La identificación electrónica también puede hacerse por medio de la tecnología llamada Identificación por radiofrecuencia (RFID). La RFID tiene varias ventajas, tales como permitir la identificación de las muestras, aunque estén sumergidas dentro del nitrógeno líquido, permitir la identificación más rápida de las muestras a extraer, debido al método más rápido y debido a que es posible leer a pesar de la presencia de hielo, y permitir la posibilidad de escribir información dentro de la etiqueta (dispositivos de lectura/escritura).

45 Las etiquetas de RFID que tienen como objetivo proporcionar una solución a esta aplicación necesitan estar operativas en el intervalo de temperatura completo, de temperatura ambiente a hasta -200 °C. La operación a -196 °C es necesaria para identificar y auditar pajuelas sumergidas en nitrógeno líquido, aunque la operación a temperatura ambiente es obligatoria para validar que la muestra retirada sea la adecuada, antes de su uso.

50 La congelación de las muestras biológicas es un proceso termodinámico complejo. Por tanto, la etiqueta de RFID añadida debe influir tan poco como sea posible en el proceso criogénico de la muestra biológica. Hay 2 tipos de pajuelas, cada una de las mismas con diferentes requisitos en términos de identificación.

55 Las pajuelas convencionales se usan desde hace varios años. Tales pajuelas y su identificación se describen, por ejemplo, en la solicitud de patente US5545562. Esta identificación se basa en un código legible por un ser humano y un código de barras impreso sobre una funda que se ajusta alrededor de la pajuela. Las pajuelas se llenan usando técnicas de vacío como se describen, por ejemplo, en la solicitud de patente US5283170. Para identificar estas pajuelas es posible disponer las etiquetas de RFID dentro de la pajuela o alrededor de la pajuela. Cuando se usan las etiquetas de RFID dentro de pajuelas convencionales para identificarlas, se desea que la sección de la etiqueta de RFID sea más pequeña que la sección de la parte interna de la pajuela, para permitir que el vacío se cree apropiadamente. Una ventaja de la identificación interna es que no altera el número de pajuelas que pueden disponerse dentro de una copa.

65 Recientemente, en el mercado se usa ampliamente un nuevo tipo de pajuelas llamadas "pajuelas estiradas abiertas". Estas pajuelas están diseñadas para ser usadas bajo un proceso criogénico diferente, llamado "vitrificación". El

aspecto clave es que tales pajuelas se congelan muy rápidamente. Es indispensable no modificar el método térmico de la muestra. Para permitir este proceso de congelación muy rápido es necesario maximizar la transferencia de calor entre el nitrógeno líquido, y esto se logra manteniendo el espesor de los elementos entre la muestra y el nitrógeno líquido al mínimo. A este respecto se recomienda no usar un sistema de identificación basado en funda que agrande el espesor del material con el fin de no interferir con el proceso criogénico. Las etiquetas de RFID alrededor de la pajuela son en el mejor caso tan gruesas como las fundas convencionales (sin RFID), e influyen en la transferencia de calor. Por tanto, se recomienda disponer la etiqueta de RFID dentro de la pajuela. Las pajuelas estiradas abiertas no se envasan usando técnicas de vacío. Por lo tanto, se permite que la etiqueta de RFID ocupe el espacio interno completo de la pajuela.

Para proporcionar una visión de conjunto del sistema de almacenamiento para criopreservación, las pajuelas se disponen dentro de copas, que se disponen dentro de botes. Varios botes se disponen dentro de un Dewar, que es un contenedor metálico específico para contener nitrógeno líquido.

Otro tipo popular de recipientes biológicos se llama vial. Los viales se fabrican en varios tamaños diferentes dependiendo del volumen de material biológico que vaya a almacenarse en su interior. Hay viales comerciales para volúmenes tan pequeños como 0,1 ml, que tienen un diámetro interno de 3,6 mm. Los viales están normalmente dispuestos en cajas de aproximadamente 100 unidades. Varias cajas se disponen en una rejilla. Varias rejillas pueden disponerse en una vitrina (para la preservación a -80 °C) o contenedor Dewar (para la preservación en nitrógeno líquido). Debido a la existencia de diferentes viales dentro de la caja es obligatorio un protocolo anticolidión. Las etiquetas de RFID también pueden usarse para identificar cajas y rejillas, usando el mismo protocolo anticolidión.

Los sistemas de identificación por radiofrecuencia (RFID) se usan en diferentes campos, tales como automatización de procesos (por ejemplo, en la industria del automóvil), control de accesos, control y auditoría de existencias, identificación de animales, transporte público y muchos otros. El sistema de identificación por RFID normalmente comprende una unidad interrogadora (también llamada unidad lectora), que puede intercambiar inalámbricamente información con las etiquetas de RFID individuales. Las etiquetas de RFID individuales contienen medios para comunicarse con el lector y una memoria no volátil que contiene el único identificador de la etiqueta. Uniendo la etiqueta de RFID al elemento a identificar, se permite su identificación. En comparación con otras tecnologías competitivas tales como códigos de barras, los sistemas RFID proporcionan varias ventajas. Por ejemplo, no se necesita línea de visión para identificar satisfactoriamente las etiquetas; además, varias etiquetas de RFID pueden ser leídas simultáneamente por el mismo lector siempre que estén dentro del campo del lector. Este procedimiento para identificar simultáneamente etiquetas se llama protocolo anticolidión. La capacidad para soportar los protocolos anticolidión está normalmente construida en la etiqueta de RFID y el lector RFID.

Las etiquetas de RFID convencionales operan a diferentes frecuencias estándar, principalmente 125 kHz, 13,56 MHz, 868/902 MHz y 2,4 GHz. Las etiquetas que operan a cada una de estas frecuencias tienen ventajas y desventajas respectivas.

Las etiquetas a 125 kHz son ampliamente usadas en aplicaciones en las que participan líquidos y en las que metales están próximos a las etiquetas. Sin embargo, esta banda de frecuencia implica importantes inconvenientes para la identificación de pajuelas. Primero, se ha informado de que las etiquetas que operan a 125 kHz interfieren con equipo médico en diferentes estudios, como consecuencia de lo cual su uso no se recomienda en hospitales. Segundo, los protocolos anticolidión implementados en etiquetas de 125 kHz son normalmente lentos; por lo tanto, la identificación de todas las etiquetas dentro del campo de interrogación podría durar demasiado. Finalmente, estas etiquetas necesitan valores de inductancia para las antenas en el intervalo de mH; como la inductancia es proporcional al número de vueltas, el tamaño y masa de tales etiquetas son mayores que el tamaño y masa de las etiquetas a otras frecuencias.

Las señales que operan a 2,4 GHz están fuertemente amortiguadas en entornos líquidos. No operan correctamente en la proximidad a entornos metálicos.

Las señales que operan a 13,56 MHz también están adversamente afectadas en la proximidad de partes metálicas como se admite, por ejemplo, en la solicitud de patente europea EP2315163A1, en la que se disuade del uso de chips RFID a 13,56 MHz. Adicionalmente, una mayor frecuencia de operación significa una mayor atenuación de la señal en un entorno absorbente tal como líquido; por lo tanto, se espera mayor atenuación en líquido que para 125 kHz.

Las señales de 868 MHz también son fuertemente amortiguadas en entornos líquidos. Además, también se ha informado que interfieren con equipos médicos. Además, en la proximidad de metal, la operación de las etiquetas a 868 MHz es defectuosa.

A continuación, se resumen propuestas convencionales para identificar muestras biológicas con sistemas RFID. La solicitud de patente US2007/0075141 se refiere a contenedores de muestra con etiquetas de RFID. En particular, describe pocillos, portaobjetos de microscopio, retenedores con tapas de sellado y tubos. No se hace referencia a

cómo tratar el problema de la operación de RFID a temperaturas criogénicas.

El documento EP2315163A1 se refiere a recipientes criogénicos tales como pajuelas. Describe la operación de etiquetas de RFID a temperaturas criogénicas, y en particular en nitrógeno líquido. Se propone un chip que opera a 125 kHz. El chip está encapsulado en material de plástico con el fin de proporcionar protección contra la operación criogénica y para proporcionar protección mecánica para la etiqueta. Se disuade de etiquetas que operan a 13,56 MHz debido a condiciones de operación más difíciles en la proximidad de metal.

La solicitud de patente de Estados Unidos US2005/247781 A1 divulga etiquetas de RFID en miniatura para la identificación de viales que son capaces de trabajar en condiciones criogénicas.

La solicitud de patente internacional WO2008/065127 A2 describe un transpondedor en miniatura que tiene una barra de ferrita con una bobina alrededor del mismo.

Descripción de la invención

Es un objeto de la presente invención proporcionar una etiqueta de identificación por radiofrecuencia (RFID) diseñada para ajustarse dentro de un recipiente delgado, pudiendo operar la etiqueta de RFID a temperaturas criogénicas.

Según un aspecto de la presente invención se proporciona una etiqueta de identificación por radiofrecuencia para la identificación de muestras criopreservadas hasta temperaturas criogénicas, que comprende una antena y un chip de circuito integrado diseñado para estar operativo a temperaturas criogénicas. La antena está formada por una bobina de arrollamientos alrededor de un núcleo de ferrita. La etiqueta de identificación por radiofrecuencia está configurada para ajustarse dentro de un recipiente que tiene un diámetro de hasta 1,4 mm.

La etiqueta de RFID comprende un soporte para contener la antena y el chip de circuito integrado. En una realización particular, el soporte es un material polimérico moldeado alrededor de la antena y el chip de circuito integrado. Alternativamente, el soporte está hecho de un material de vidrio configurado para encapsular la antena y el chip de circuito integrado.

En una realización particular, el soporte tiene la forma de un prisma.

Preferentemente, la etiqueta de RFID está configurada para operar en la banda de frecuencia de 13,56 MHz.

En una realización preferida, el núcleo de ferrita está basado en un material de MnZn.

En una realización particular, el chip de circuito integrado está en formato de dado.

En una realización particular, el chip de circuito integrado comprende una pluralidad de almohadillas abultadas, teniendo cada una de las mismas un tamaño que permite soldar directamente la antena con las almohadillas abultadas.

En una realización particular, la etiqueta de RFID comprende medios para implementar un protocolo anticollisión configurado para permitir que un medio receptor discrimine entre una pluralidad de etiquetas de identificación por radiofrecuencia discretas.

En una realización particular, la etiqueta de RFID puede operar a temperaturas de hasta -200 °C.

De acuerdo con un aspecto de la presente invención, la frecuencia de operación de la etiqueta de RFID es sintonizable desplazando dicha bobina de arrollamientos a lo largo del eje longitudinal del núcleo de ferrita, hasta que o su frecuencia resonante se empareje sustancialmente con una frecuencia resonante diana o se maximice la energía recibida en un medio receptor sintonizado con una frecuencia diana. Según otro aspecto de la presente invención se proporciona un sistema para la identificación de muestras criopreservadas a temperaturas criogénicas.

El sistema comprende una pluralidad de recipientes para contener muestras, teniendo cada recipiente en su interior una etiqueta de RFID del tipo ya descrito; medios para activar aquellas etiquetas de RFID guardadas dentro de los recipientes; medios receptores para identificar señales de aquellas etiquetas de RFID, comprendiendo un protocolo anticollisión para permitir que los medios receptores discriminen entre recipientes discretos.

En una realización particular, cada uno de los recipientes tiene un diámetro de hasta 1,4 mm.

En una realización particular, los recipientes son pajuelas.

Finalmente, otro aspecto de la invención se refiere a un método de sintonizar una etiqueta de identificación por radiofrecuencia para la identificación de una muestra criopreservada guardada en un recipiente a temperaturas criogénicas, en el que dicha etiqueta de identificación por radiofrecuencia comprende a su vez una antena formada

por una bobina de arrollamientos alrededor de un núcleo de ferrita. El método comprende desplazar los arrollamientos de la bobina de arrollamientos a lo largo del eje del núcleo de ferrita, hasta que o su frecuencia resonante se empareje sustancialmente con una frecuencia resonante diana o se maximice la energía recibida en los medios receptores sintonizada a una frecuencia diana. Ventajas y características adicionales de la invención serán evidentes de la descripción detallada que sigue y serán particularmente señaladas en las reivindicaciones adjuntas. Según la presente invención, se proporciona una etiqueta de identificación por radiofrecuencia, un sistema de identificación por radiofrecuencia y un método de sintonización por radiofrecuencia de acuerdo con las reivindicaciones 1, 11 y 14. Realizaciones preferidas se definen en las reivindicaciones dependientes 2-10, 12 y 13.

10 **Breve descripción de los dibujos**

Para completar la descripción y con el fin de proporcionar un mejor entendimiento de la invención se proporciona un conjunto de dibujos. Dichos dibujos forman una parte integral de la descripción e ilustran una realización de la invención, que no deben interpretarse como limitantes del alcance de la invención, sino sólo como un ejemplo de cómo puede llevarse a cabo la invención. Los dibujos comprenden las siguientes figuras:

La figura 1 muestra una vista en sección y una desde arriba de una pajueta que contiene una etiqueta de RFID según una realización de la presente invención.

La figura 2 muestra la permeabilidad compleja (parte real indicada como μ'_s y parte imaginaria indicada como μ''_s) frente a la frecuencia de los materiales del núcleo de ferrita basados en MnZn (izquierda) y NiZn (derecha).

La figura 3 muestra la dependencia típica de la temperatura de antenas construidas con un material basado en MnZn y con un material basado en NiZn.

La figura 4 muestra la dependencia de μ_{barra} en la relación longitud con respecto a diámetro para un material basado en MnZn.

La figura 5 muestra la dependencia de la temperatura de inductancias que tienen diferente relación longitud con respecto a diámetro, dada una misma calidad de material. La variación de inductancia en el eje Y se muestra como desviación en porcentaje del valor de inductancia a una cierta temperatura en comparación con el valor de inductancia a 25 °C. La calidad del material en este ejemplo es material 52 de Fair-Rite; este es un material basado en NiZn. La selección del fabricante es solo para fines de ilustración, están disponibles calidades de materiales similares con propiedades similares de otros fabricantes distintos de Fair-Rite.

La figura 6 muestra el desplazamiento de una bobina anular a lo largo de un núcleo de ferrita con el fin de cambiar el valor de inductancia.

La figura 7 muestra un chip en formato de dado que tiene almohadillas abultadas según una posible realización de la invención.

La figura 8 muestra un sistema completo para la criopreservación que incluye copas, botes y contenedor Dewar según una posible realización de la presente invención.

La figura 9 muestra una etiqueta de RFID ajustada dentro de una pajueta y sellada, según una posible realización de la presente invención.

Descripción de una manera de realizar la invención

En este texto, el término "comprende" y sus derivaciones (tal como "que comprende", etc.) no deben entenderse en un sentido excluyente, es decir, estos términos no deben interpretarse como excluyentes de la posibilidad de que lo que se describe y se define pueda incluir otros elementos, etapas, etc.

En el contexto de la presente invención, el término "aproximadamente" y términos de su familia (tales como "aproximado", etc.) debe entenderse que indican valores muy próximos a aquellos que acompañan al término anteriormente mencionado. Es decir, debe aceptarse una desviación dentro de límites razonables de un valor exacto debido a que un experto habitual en la materia entenderá que una desviación tal de los valores indicados es inevitable debido a imprecisiones de medición, etc. Lo mismo aplica a los términos "aproximadamente" y "sustancialmente".

En el contexto de la presente invención, los términos chip y etiqueta no son intercambiables. En este texto, el chip se refiere al chip de circuito integrado, que está comprendido en la etiqueta. La etiqueta comprende elementos adicionales tales como una antena y un soporte para contener tanto la antena como el chip.

La siguiente descripción no debe considerarse en un sentido limitativo, sino que solo se facilita con el fin de describir los amplios principios de la invención. Las siguientes realizaciones de la invención se describirán a modo de

ejemplo, con referencia a los dibujos anteriormente mencionados que muestran aparatos y resultados según la invención.

5 La presente invención sirve para identificar electrónicamente recipientes biológicos delgados (tales como pajuelas, viales pequeños y otros) mantenidos en condiciones criogénicas y que tienen un pequeño diámetro (o dimensión equivalente cuando el recipiente no es cilíndrico), incluso de hasta aproximadamente 1,4 mm. La etiqueta de RFID está diseñada para ajustarse dentro de uno de tales recipientes. El diámetro interno de las pajuelas convencionales es aproximadamente 2,4 mm, el diámetro para "pajuelas estiradas abiertas" es 1,4 mm, mientras que el diámetro mínimo de viales convencionales es aproximadamente 3,6 mm. Por tanto, la dimensión máxima de la sección de una
10 etiqueta prevista para ajustarse dentro de un recipiente delgado, tal como una pajuela, es aproximadamente 1,4 mm. Estos recipientes están normalmente dispuestos en contenedores de varias unidades (por ejemplo, las pajuelas están normalmente dispuestas en copas que contienen aproximadamente 200 pajuelas, y los viales están normalmente dispuestos en cajas de aproximadamente 100 unidades). La etiqueta de RFID permite identificar todas las etiquetas dentro del contenedor específico (copa o caja) en el que se colocan. Es necesario un protocolo anticolidión debido a la existencia de múltiples etiquetas de RFID dentro del mismo contenedor.
15

La solución propuesta elimina la necesidad de retirar los recipientes del medio de almacenamiento con el fin de verificar su identidad. Las comprobaciones de existencias en una multitud de muestras pueden realizarse en un intervalo de tiempo muy corto. También permite determinar más rápido y más fidedignamente el recipiente a extraer, minimizando el riesgo de calentar y echar a perder la muestra.
20

La etiqueta de RFID está diseñada para estar operativa en el intervalo de temperatura completo desde temperaturas ambiente hasta temperaturas criogénicas, tales como en nitrógeno líquido. En particular, la etiqueta de RFID está diseñada para estar operativa en el intervalo de temperatura completo desde temperaturas ambiente hasta -200 °C. Para que la etiqueta de RFID esté operativa a tales temperaturas se requiere un chip que esté completamente operativo a tal temperatura. La mayoría de los chips comerciales están diseñados para operar a temperaturas mínimas de aproximadamente -40 °C. Esto significa que no está garantizado que chips convencionales operen correctamente a temperaturas inferiores a -40 °C. Los inventores han probado un amplio número de chips y han observado que muy pocos de ellos operan correctamente a temperaturas inferiores a -40 °C. Por lo tanto, o bien se selecciona uno de los pocos chips comerciales que son funcionales a temperaturas de hasta -200 °C o bien se desarrolla un chip que satisfaga esta condición.
25
30

Con referencia a la figura 1, se muestra una pajuela 1 que contiene una etiqueta de RFID. La etiqueta de RFID comprende una antena, un chip de circuito integrado (o simplemente chip) acoplado a dicha antena y un soporte para contener tanto la antena como el chip. El dibujo esquemático de la figura 1 muestra una etiqueta de RFID dispuesta dentro de una pajuela 1. En uso, la pajuela 1 guarda una muestra biológica a temperaturas criogénicas. La etiqueta de RFID mostrada necesita medios para comunicarse con un lector (no mostrado). La etiqueta de RFID comprende un chip 4, una antena 2, 3 y un soporte 5 que contiene el chip 4 y la antena. También comprende una memoria no volátil, que contiene el único identificador de la etiqueta. El chip también puede comprender otra memoria no volátil que puede guardar información sobre la muestra biológica.
35
40

En una realización particular, el soporte 5 es un material polimérico moldeado alrededor de la antena 2, 3 y el chip 4. Materiales poliméricos pueden ser, por ejemplo, materiales termoplásticos, resinas epoxídicas o poliuretano. La elección del material polimérico específico se determina por las propiedades mecánicas del material, que debe poder resistir a los gradientes térmicos generados por la operación en nitrógeno líquido. Por ejemplo, las resinas epoxídicas se han validado satisfactoriamente. En una realización alternativa, está hecho de un material de vidrio que contiene o que encapsula la antena 2, 3 y el chip 4.
45

En una realización preferida, la etiqueta de RFID opera en la banda de frecuencia de 13,56 MHz. Las etiquetas que operan a 13,56 MHz se basan en acoplamiento magnético. Por tanto, la antena es un inductor construido como una bobina. Tales bobinas se construyen cuando un conductor se enrolla alrededor de un núcleo. En la figura 1, la antena está formada por una bobina anular 3 que rodea un núcleo 2. El núcleo 2 puede ser aire o ferrita. Las propiedades de la antena 2, 3 varían dependiendo de si el núcleo 2 es aire o ferrita.
50

En una realización preferida, el núcleo 2 es un núcleo de ferrita, a diferencia de la presente práctica: las antenas más convencionales que operan a 13,56 MHz se construyen usando bobinas de núcleo de aire, por ejemplo, impresas sobre un material de plástico. Las graves restricciones en las dimensiones de la etiqueta de RFID (su diámetro o dimensión equivalente si no es circular no puede ser superior a alrededor de 1,4 mm con el fin de que la etiqueta se ajuste dentro de recipientes delgados, tales como pajuelas) hacen que el núcleo de ferrita sea una elección muy preferida. Las ferritas son compuestos químicos formados por materiales cerámicos con óxido de hierro (III) (Fe_2O_3) como componente principal.
55
60

Por tanto, volviendo a la figura 1, cada etiqueta de RFID representa un chip 4 conectado a una antena. La antena está construida por una bobina 3 anular enrollada alrededor de un núcleo 2 de ferrita. El soporte 5 contiene tanto la antena 2, 3 como el chip 4.
65

Las bobinas del núcleo de ferrita usan preferentemente ferritas blandas. Un experto en la materia sabe que las ferritas que se usan en núcleos electromagnéticos contienen compuestos de níquel, zinc y/o manganeso. Tienen una baja coercividad y se llaman ferritas blandas. Las ferritas blandas más comunes son ferrita de manganeso-zinc (MnZn) y ferrita de níquel-zinc (NiZn), en diferentes grados dependiendo de la composición química o las técnicas de fabricación. Diferentes grados en el mismo material producen propiedades diferentes.

Los materiales para núcleos de ferrita están frecuentemente principalmente seleccionados por la frecuencia de la aplicación diana. Generalmente, y a pesar de las diferentes propiedades de calidades de materiales diferentes, los núcleos de ferrita hechos de MnZn se usan para aplicaciones de baja frecuencia (< 200 kHz), mientras que los núcleos de ferrita hechos de NiZn se usan para aplicaciones de mayor frecuencia (> 200 kHz). Como se muestra en la figura 2, la operación de núcleos de ferrita de MnZn a frecuencias por encima de 200 kHz produce un aumento en la permeabilidad compleja del material del núcleo de ferrita, que a su vez produce un bajo factor de calidad para la antena. Por tanto, los núcleos de ferrita hechos de NiZn se prefieren en principio para la operación a 13,56 MHz.

Sin embargo, la inductancia de antenas construidas usando núcleos de ferrita de NiZn varía significativamente con la temperatura, como se muestra en la figura 3 (cambio típico en la inductancia frente a la temperatura), produciendo la desintonización de la frecuencia y la no operación de la etiqueta a temperaturas criogénicas.

Los núcleos de ferrita que tienen una forma recta delgada se conocen como barras de ferrita. El nombre barra de ferrita se usa frecuentemente en la bibliografía para esta forma específica del núcleo de ferrita.

Es posible calcular la inductancia de una bobina de núcleo de ferrita usando la siguiente ecuación (suponiendo que la longitud del núcleo cubierta por arrollamientos)

$$L = \mu_0 \mu_{\text{barra}} \frac{N^2 A}{l} 10^4 (\mu H)$$

en la que μ_0 es la permeabilidad del vacío, μ_{barra} es un factor que depende de la calidad del material y la geometría del núcleo (véase, por ejemplo, la figura 4, en la que se muestra la permeabilidad de la barra de ferrita frente a la longitud de la barra de ferrita dividido entre el diámetro de la barra de ferrita, para diferentes calidades de materiales), N es el número de vueltas, A es el área de la sección transversal del núcleo e l es la longitud del núcleo.

Es posible reducir dicha dependencia de la temperatura cambiando la geometría del núcleo de ferrita, en particular reduciendo la relación longitud con respecto a diámetro, como se muestra en la figura 5 (por ejemplo, esta figura se corresponde con el material 58 de Fair-Rite, un material basado en NiZn).

La reducción de la relación longitud con respecto a diámetro de un material de NiZn permite reducir la dependencia de la temperatura. Sin embargo, dado que el diámetro máximo está limitado debido a la condición de ajustarse dentro de recipientes delgados, la longitud que permite reducir variaciones de temperatura es demasiado corta para fabricar una bobina del valor deseado, que para aplicaciones que operan en la banda de 13,56 MHz se encuentra en el intervalo de pocos μH .

Como se muestra en la figura 3, para la misma relación longitud con respecto a diámetro, los inductores construidos con núcleos de ferrita de MnZn muestran comportamiento de temperatura significativamente mejor que los inductores construidos con núcleos de ferrita de NiZn. Por tanto, es posible encontrar relaciones longitud con respecto a diámetro que permitan fabricar la barra de ferrita y lograr buena estabilidad a la temperatura. Por ejemplo, considerando los conceptos geométricos impuestos por la necesidad de ajustarse dentro de recipientes y la restricción en el diámetro máximo, 10 es una relación longitud con respecto a diámetro adecuada para una antena de RFID que se ajusta dentro de recipientes delgados. Esta geometría permite construir un inductor usando núcleo de ferrita de MnZn y que tiene una inductancia en el intervalo de μH . En particular, se ha probado que un núcleo de ferrita construido con calidad de material 78 (un material basado en MnZn) de Fair-Rite y una relación longitud con respecto a diámetro de 10 proporciona inductancia sustancialmente estable para el intervalo de temperatura completo. También pueden usarse calidades de materiales similares de otros fabricantes de núcleos de ferrita. Sin embargo, inductores construidos con núcleos de ferrita de MnZn muestran menor valor del factor de calidad que los inductores basados en otros núcleos, debido a la alta permeabilidad compleja a 13,56 MHz. El factor de calidad resultante de una antena construida con núcleos de ferrita de MnZn a 13,56 MHz es bajo, resultando distancia de lectura más corta a temperatura ambiente en comparación con la que se obtiene usando núcleos de ferrita de NiZn. Sin embargo, esta desventaja es compensada por el hecho de tener un intervalo de lectura estable en el intervalo de temperatura completo, permitiendo la lectura hasta -200 °C. Como consecuencia, se ha demostrado que los núcleos de ferrita de MnZn responden mejor que el NiZn para obtener una etiqueta que se ajuste dentro de recipientes delgados y esté operativa en el intervalo de temperatura completo hasta -200 °C.

Como se ha explicado anteriormente, la capacidad para leer a temperaturas de hasta -200 °C se obtiene a costa de reducir la distancia de lectura a temperatura ambiente en comparación con otros núcleos de ferrita. Si esta reducción

en la distancia fuera demasiado grande, el producto podría no ser compatible con muchos lectores de RFID existentes en el mercado. Con el fin de maximizar la distancia de lectura a temperatura ambiente para permitir la compatibilidad con lectores de RFID existentes es importante centrar la frecuencia a 13,56 MHz a temperatura ambiente. Debido a diferentes fenómenos relacionados con el método de fabricación de los materiales de construcción (tales como dispersión en la permeabilidad del material del núcleo de ferrita, dispersión en las dimensiones de la bobina de ferrita, ...), y relacionados con el método de ensamblaje (diferencia en los arrollamientos, ...), entre otros, la inductancia y, por tanto, la frecuencia resonante de la etiqueta de RFID se desvía del valor esperado a temperatura ambiente. Adicional a esta desviación y a pesar de la pequeña variación relativa de la inductancia con la temperatura, se espera la desintonización adicional de la frecuencia resonante con la temperatura. La adición de ambos efectos procedentes del método y procedentes de la temperatura podrían producir una excesiva desintonización y no lecturas en alguna parte del intervalo de temperatura completo (por ejemplo, podría leerse a temperatura ambiente, pero no leerse a temperaturas próximas a -200 °C o viceversa). Aunque el factor de calidad bajo produce buena tolerancia a desviaciones de la frecuencia central, es importante minimizar la desviación de frecuencia debido a un método, de manera que las desviaciones de frecuencia debidas a la temperatura no producen acontecimiento de no lectura.

Las bobinas 3 anulares dispuestas en diferentes localizaciones medidas desde el borde del núcleo 2 de ferrita producen un valor de inductancia diferente. En otras palabras, la misma longitud de arrollamiento produce una inductancia diferente dependiendo de la posición de la bobina anular. La Figura 6 muestra un ejemplo que ilustra dos utilizaciones diferentes de la bobina 3 anular en dos núcleos 2 de ferrita similares. Ambas utilizaciones tienen la misma longitud de arrollamiento, pero el valor de inductancia resultante es diferente en cada caso. A la izquierda, la bobina 3 anular está dispuesta a una distancia d_1 del borde del núcleo 2 de ferrita, mientras que a la derecha la bobina 3 anular está dispuesta a una distancia d_2 desde el borde del núcleo 2 de ferrita. La sintonización de la frecuencia puede hacerse desplazando la localización de la bobina 3 anular a lo largo del eje del núcleo 2 de ferrita como parte del método de producción, después del ensamblaje del chip 4 y la antena 2, 3 y antes de la encapsulación en el soporte 5. Una vez la bobina 3 anular está en la posición derecha, se une al núcleo 2 de ferrita, por ejemplo, pegándola. El fin de esta unión es evitar desplazar durante la última etapa de fabricación (encapsulación en el soporte 5). Una vez se fija el soporte 5, la bobina 3 ya no puede moverse más. La posición óptima de la bobina 3 puede identificarse midiendo la frecuencia resonante de la etiqueta, o identificando el valor máximo de un voltaje recibido por un tanque receptor sintonizado a la frecuencia diana, por ejemplo, 13,56 MHz.

Con el fin de minimizar el tamaño de la etiqueta de RFID, el chip de RFID está preferentemente en el formato de dado, es decir, el chip se toma directamente de una oblea (por ejemplo, una oblea de sílice) sin encapsularse más. Si el chip de RFID está en el formato de dado, preferentemente tiene almohadillas abultadas de un tamaño que permite soldar directamente la antena a las almohadillas. La figura 7 ilustra un chip en la forma de dado con almohadillas 7 abultadas crecidas. Si se usan en la realización mostrada en la figura 1, los terminales de las almohadillas 7 abultadas del chip 6 (chip 4 en la figura 1) se usan para soldar la antena 2, 3. La selección de un chip en formato de dado permite mantener el espacio dentro del recipiente (por ejemplo, pajueta) a un mínimo, haciendo que el envasado usando técnicas de vacío sea más fácil. Algunos chips comerciales para aplicaciones de RFID ya se han suministrado con almohadillas abultadas. De otro modo, también es posible construir las bolas como procesamiento posterior para chips comerciales. También es posible construir las almohadillas abultadas en chips diseñados a medida.

La forma preferida para el soporte 5 es un prisma (por ejemplo, rectangular o triangular) en vez de cilíndrica. Los inventores han observado que el uso de un soporte 5 en forma de un prisma permite que la etiqueta de RFID se ajuste correctamente dentro del recipiente, sin prevenir que el recipiente se llene usando técnicas de vacío, ya que el aire puede fluir a lo largo del espacio interior del recipiente hacia los extremos superior e inferior del recipiente. Por ejemplo, si el recipiente es una pajueta (por tanto, que tiene forma cilíndrica) y la RFID también es cilíndrica, el área ocupada por la etiqueta de RFID es un porcentaje mayor del área interna de la pajueta. Considerando la forma del chip (forma del prisma, normalmente cuadrada o rectangular) y considerando que el espesor del chip (tanto en formato de dado como encapsulado) es mucho más pequeño que el diámetro de la bobina, la forma rectangular o triangular produce una sección más pequeña en comparación con la forma circular, permitiendo que el llenado a vacío sea posible.

La etiqueta de RFID descrita en la presente invención puede disponerse dentro de una de las pajuelas, viales o cualquier otro recipiente que forme una pluralidad de pajuelas respectivas, viales o recipientes guardados en contenedores (cops o cajas), identificándose así la muestra biológica a que la RFID está unida. Por lo tanto, es necesario el protocolo anticólisión.

El sistema de identificación de RFID comprende una unidad interrogadora (también llamada unidad lectora) que puede intercambiar inalámbricamente información con las etiquetas de RFID individuales. Esta unidad lectora o medio de lectura comprende una antena.

Los motivos para elegir una etiqueta que opera a 13,56 MHz se enumeran a continuación. Los inventores han observado que usando las etiquetas que operan a 13,56 MHz la presencia de nitrógeno líquido no afecta significativamente la distancia a la que la etiqueta de RFID puede ser leída. Los contenedores Dewar y vitrinas son

- metálicos y, en consecuencia, la proximidad del metal puede dañar la identificación. Los inventores han vencido este problema (la proximidad al metal) disponiendo la antena de la unidad lectora algunos centímetros alejada de cualquier parte metálica, o diseñando la antena del lector a propósito de operar próxima a las partes metálicas. Por ejemplo, una realización particular de la invención se muestra en la Figura 8. Un Dewar 8 contiene un cierto número de botes 9, conteniendo cada uno de ellos una pluralidad de copas 11 (por ejemplo, dos). Cada copa contiene una pluralidad de pajuelas, conteniendo cada una de ellas una etiqueta de RFID. Una antena 12 del lector está dispuesta en el centro del Dewar separado de las paredes metálicas. Los botes son elevados usando un tirador 10, y las etiquetas son leídas a medida que el bote (y copa) es desplazado a lo largo de la antena del lector.
- 5
- 10 Finalmente, se ha demostrado que las aplicaciones médicas, por ejemplo, para identificación de bolsas de sangre, se han ejecutado correctamente en esta frecuencia. Las marcas que operan según la norma ISO15693 modo 1 ofrecen un protocolo anticolisión que puede identificar cientos de etiquetas en pocos segundos, según sea requerido por la aplicación.
- 15 Además, la invención permite la identificación única de la muestra biológica dentro de la pajuela, ya que la etiqueta se mantiene dentro de la pajuela una vez es sellada. En una posible realización mostrada en la figura 9, una pajuela 13 es termosellada en las posiciones 14, creando dos cavidades. La primera cavidad 15 contiene el material biológico, mientras que la segunda cavidad 16 contiene la etiqueta de RFID. De esta forma, la etiqueta de identificación no puede separarse del material biológico, a menos que se rompa la pajuela.
- 20 La presente invención permite contener la etiqueta de RFID dentro de un recipiente, no aumentando de esta forma el espesor de material entre la muestra biológica y el nitrógeno líquido y sin modificar la transferencia de calor, no interfiriendo así en el proceso criogénico (aunque sea tan rápido como, por ejemplo, la vitrificación).
- 25 En resumen, la solución propuesta es una etiqueta de RFID que puede operar en el intervalo de temperatura completo de temperatura ambiente hasta -200 °C. Si el recipiente es una pajuela, la etiqueta se coloca y sella dentro de la pajuela, de manera que la etiqueta está unida a la muestra a identificar. Por tanto, es imposible separar el identificador de la muestra sin romper el recipiente.
- 30 A continuación, se describe el procedimiento de leer las etiquetas. Se describe para una situación particular en la que una pluralidad de pajuelas se localiza dentro de una copa. Un experto habitual entenderá que este ejemplo se aplica, cambiando lo que se deba cambiar, a una configuración diferente de recipientes. La lectura de las etiquetas puede hacerse usando un lector convencional (también llamado unidad de interrogación). El lector puede intercambiar inalámbricamente información con las etiquetas de RFID individuales. Las etiquetas de RFID individuales comprenden medios para comunicarse con el lector y una memoria no volátil que contiene el único identificador de la etiqueta. Un lector convencional está conectado a una antena personalizada, que en una realización particular tiene una forma de forma que rodee la copa en la que se localizan las pajuelas.
- 35 La antena es bajada en el recipiente con nitrógeno líquido, y la copa que contiene la pajuela a identificar se coloca dentro de la antena. Por medio de la generación de un campo magnético, la antena activa los chips de RFID y recibe la información de identificación. El lector necesita usar algún protocolo anticolisión. Los patrones de comunicación de RFID, tales como ISO15693 modo 1, proporcionan un protocolo anticolisión adecuado. Este protocolo permite tanto realizar un inventario como garantizar que una cierta etiqueta está presente dentro del recipiente.
- 40 Como entenderá un experto en la materia, puede usarse una antena y configuración diferente de la misma, obteniendo una funcionalidad similar. Por ejemplo, una antena larga dispuesta en paralelo con la copa, sin que la contenga.
- 45 Por otra parte, la invención no se limita obviamente a la(s) realización(es) específica(s) descrita(s) en el presente documento, sino que también engloba cualquier variación que pueda ser considerada por cualquier experto habitual en la materia (por ejemplo, en relación con la elección de materiales, dimensiones, componentes, configuración, etc.), dentro del alcance general de la invención como se define en las reivindicaciones.
- 50

REIVINDICACIONES

1. Una etiqueta de identificación por radiofrecuencia para la identificación de muestras criopreservadas hasta temperaturas criogénicas, que comprende una antena (2, 3) y un chip de circuito integrado (4) diseñado para estar operativo a temperaturas criogénicas, en donde dicha antena (2, 3) está formada por una bobina (3) enrollada alrededor de un núcleo de ferrita (2), estando **caracterizada** la etiqueta de identificación por radiofrecuencia **por que** está configurada para ajustarse dentro de un recipiente que tiene una dimensión de hasta 1,4 mm, comprendiendo además la etiqueta de identificación por radiofrecuencia un soporte (5) para soportar dicha antena (2, 3) y dicho chip de circuito integrado (4),
 en donde la frecuencia de operación de la etiqueta de identificación por radiofrecuencia es sintonizable desplazando la ubicación de la bobina (3) a lo largo del eje de dicho núcleo de ferrita (2), después del montaje del chip (4) y la antena (2, 3) y antes de la encapsulación en el soporte (5), hasta que o su frecuencia resonante se empareje sustancialmente con una frecuencia resonante diana o se maximice la energía recibida en los medios receptores sintonizada a una frecuencia diana, seguido por la unión de la bobina (3) al núcleo de ferrita (2).
2. La etiqueta de identificación por radiofrecuencia de la reivindicación 1, en la que dicho soporte (5) es un material polimérico moldeado alrededor de la antena (2, 3) y el chip de circuito integrado (4).
3. La etiqueta de identificación por radiofrecuencia de la reivindicación 1, en la que dicho soporte (5) está hecho de un material de vidrio configurado para encapsular la antena (2, 3) y el chip de circuito integrado (4).
4. La etiqueta de identificación por radiofrecuencia de cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en la que dicho soporte (5) tiene la forma de un prisma.
5. La etiqueta de identificación por radiofrecuencia de cualquier reivindicación anterior, en la que dicha etiqueta está configurada para operar en la banda de frecuencia de 13,56 MHz.
6. La etiqueta de identificación por radiofrecuencia de cualquier reivindicación anterior, en la que dicho núcleo de ferrita (2) se basa en un material de MnZn.
7. La etiqueta de identificación por radiofrecuencia de cualquier reivindicación anterior, en la que dicho chip de circuito integrado (4) está en formato de dado (6).
8. La etiqueta de identificación por radiofrecuencia de cualquier reivindicación anterior, en la que dicho chip de circuito integrado (4) comprende una pluralidad de almohadillas abultadas (7), teniendo cada una de dichas almohadillas abultadas (7) un tamaño que permite soldar directamente la antena (2, 3) a las almohadillas.
9. La etiqueta de identificación por radiofrecuencia de cualquier reivindicación anterior, que comprende además medios para implementar un protocolo anticolidión configurado para permitir que un medio receptor discrimine entre una pluralidad de etiquetas de identificación por radiofrecuencia discretas.
10. La etiqueta de identificación por radiofrecuencia de cualquier reivindicación anterior, que está configurada para operar a temperaturas hasta -200 °C.
11. Un sistema para la identificación de muestras criopreservadas a temperaturas criogénicas, **caracterizado por:**
- una pluralidad de recipientes para contener muestras, teniendo cada recipiente en su interior una etiqueta de identificación por radiofrecuencia según cualquier reivindicación anterior;
 - medios para activar dichas etiquetas de identificación por radiofrecuencia guardadas dentro de dichos recipientes;
 - medios receptores para identificar señales desde dichas etiquetas de identificación por radiofrecuencia, que comprenden un protocolo anticolidión para permitir que dichos medios receptores discriminen entre recipientes discretos.
12. El sistema de la reivindicación 11, en el que cada uno de dichos recipientes tiene un diámetro de hasta 1,4 mm.
13. El sistema de la reivindicación 11, en el que dichos recipientes son pajuelas.
14. Un método de sintonizar una etiqueta de identificación por radiofrecuencia para la identificación de una muestra criopreservada guardada en un recipiente a temperaturas criogénicas, en donde dicha etiqueta de identificación por radiofrecuencia comprende a su vez un chip de circuito integrado (4) diseñado para ser operativo a temperaturas criogénicas y una antena formada por una bobina (3) enrollada alrededor de un núcleo de ferrita (2), comprendiendo también la etiqueta de identificación por radiofrecuencia un soporte (5) para soportar dicha antena (2, 3) y dicho chip de circuito integrado (4), estando el método **caracterizado por** desplazar la ubicación de la bobina (3) a lo largo del eje de dicho núcleo de ferrita (2), después del montaje del chip (4) y la antena (2, 3) y antes de la encapsulación en el soporte (5) hasta que o su frecuencia resonante se empareje sustancialmente con una frecuencia resonante diana

o se maximice la energía recibida en los medios receptores sintonizados a una frecuencia diana, seguido por la unión de la bobina (3) al núcleo de ferrita (2).

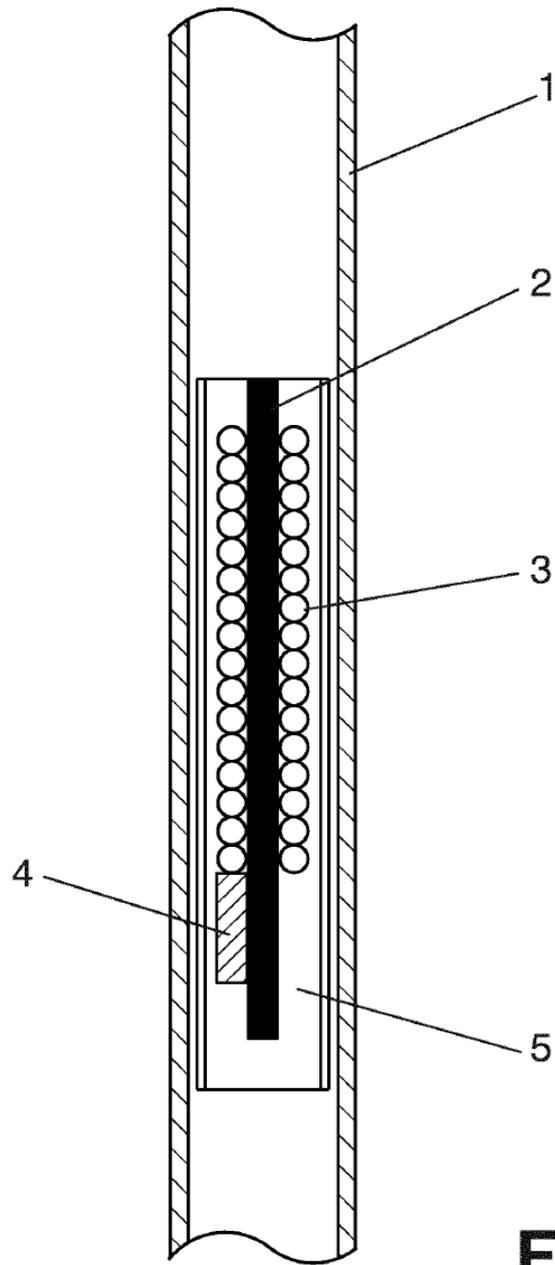
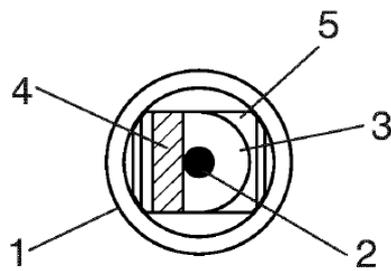


FIG. 1



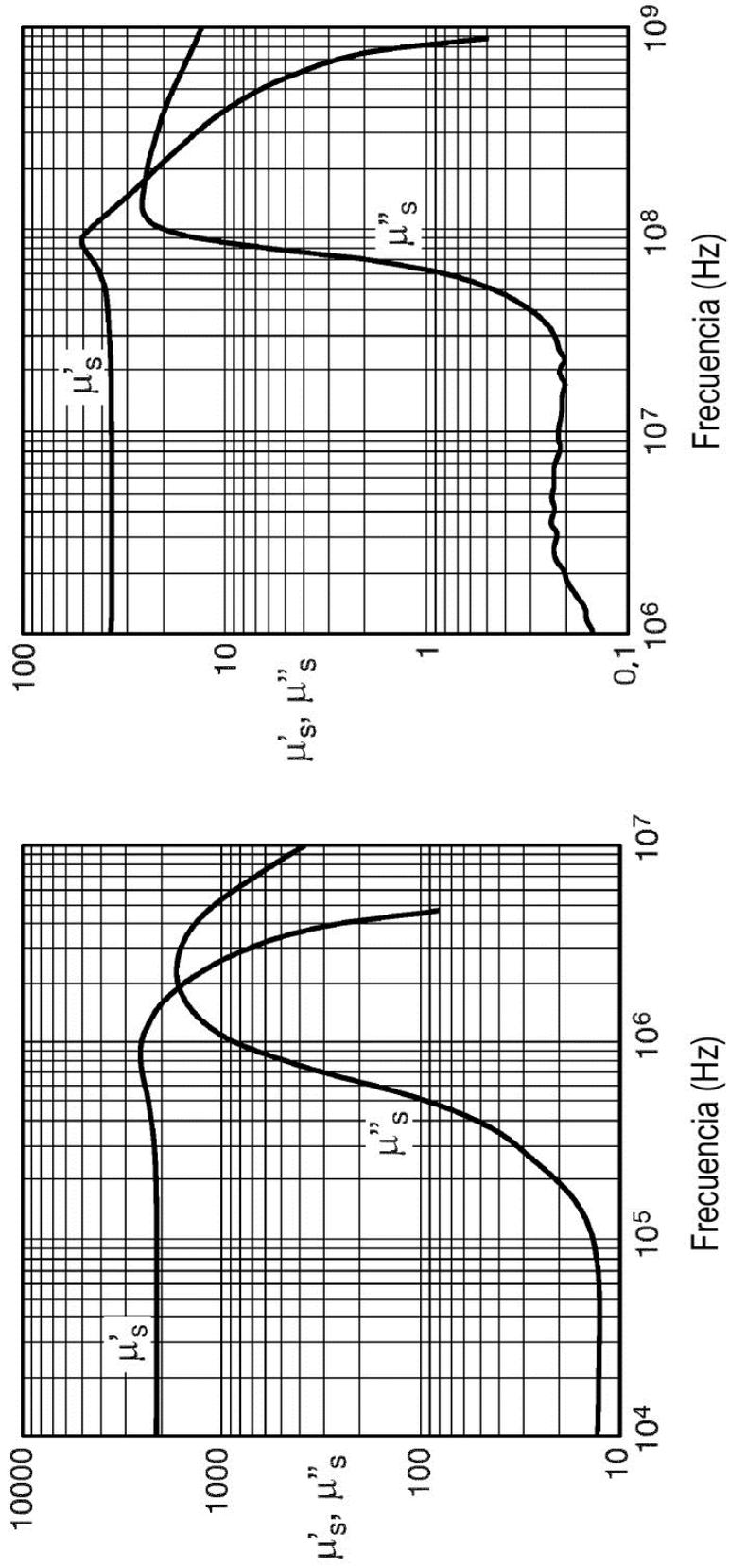


FIG. 2

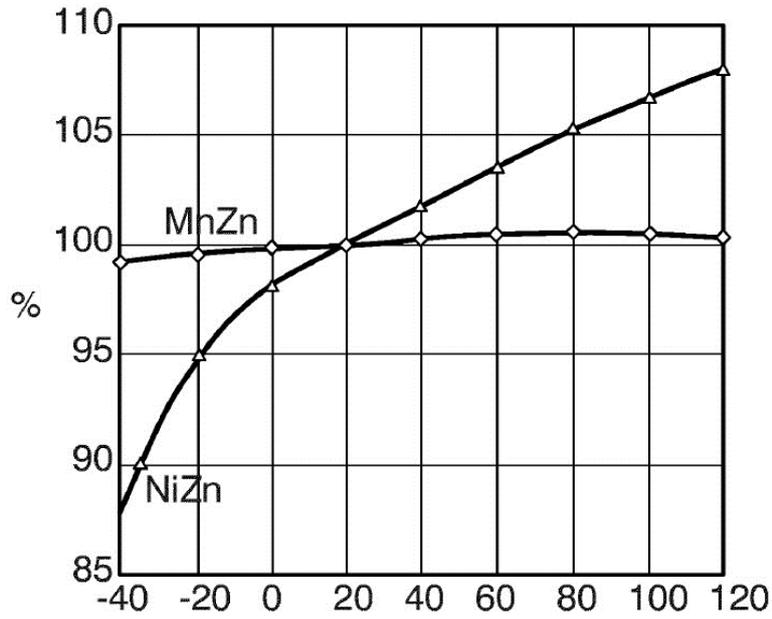


FIG. 3

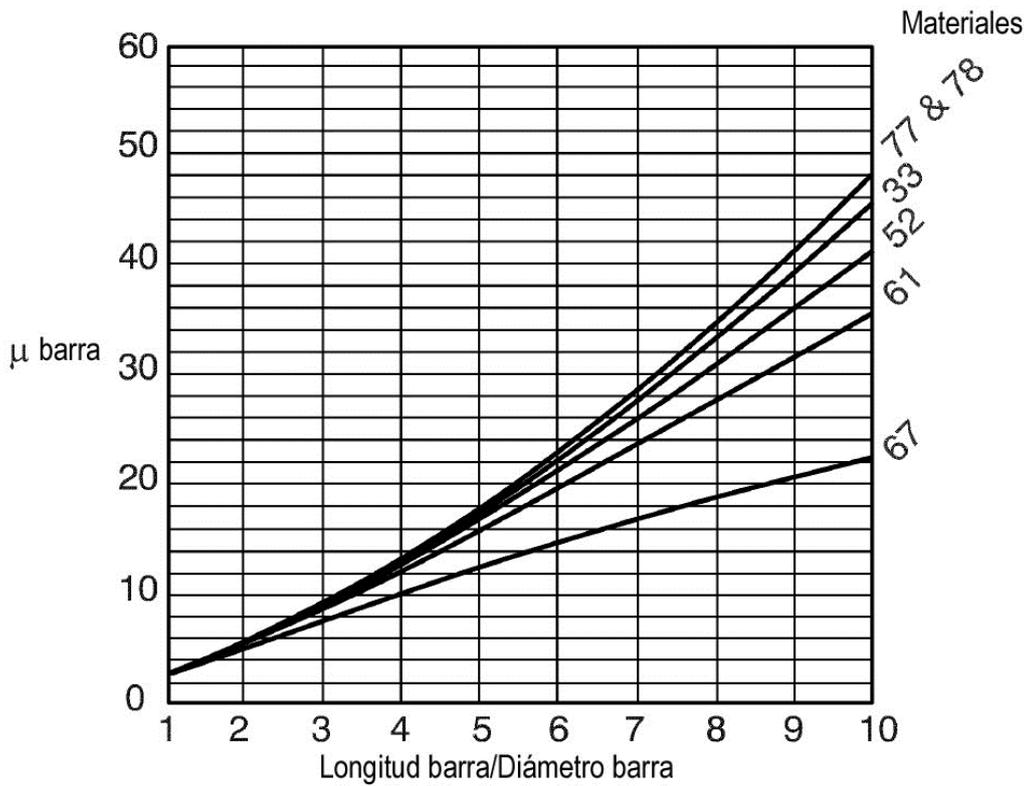


FIG. 4

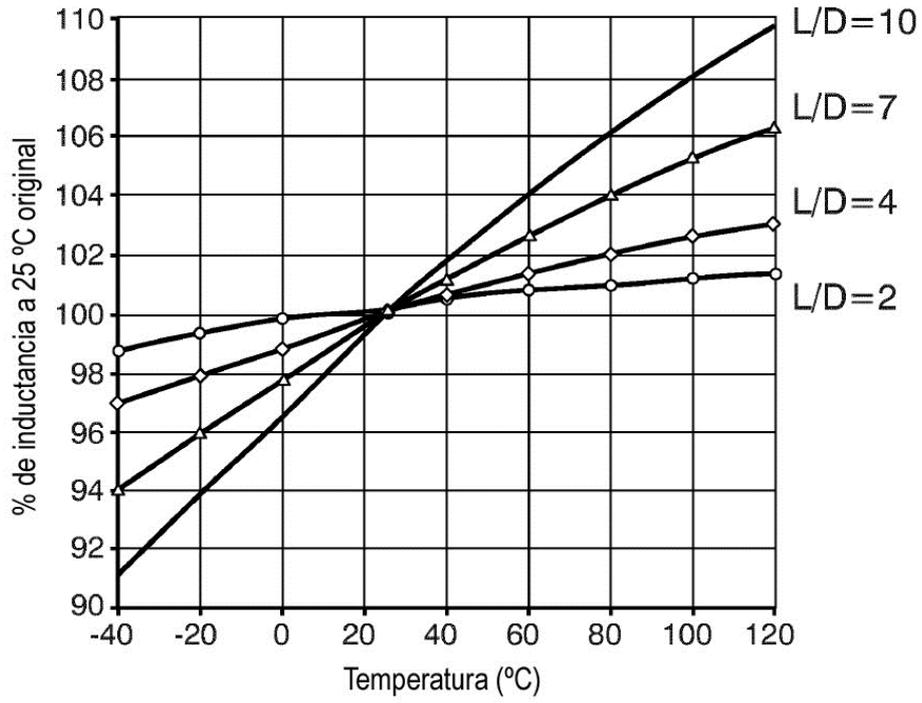


FIG. 5

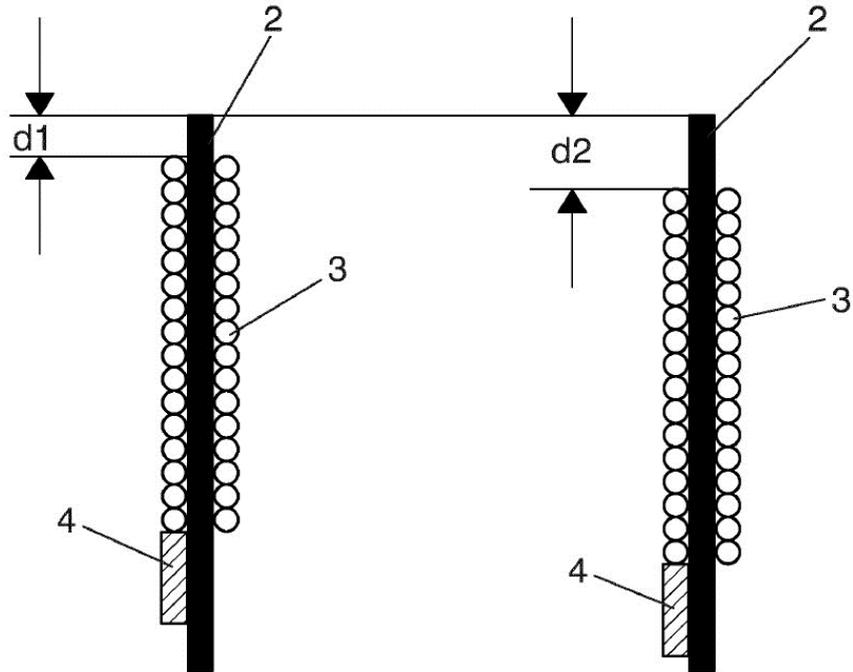


FIG. 6

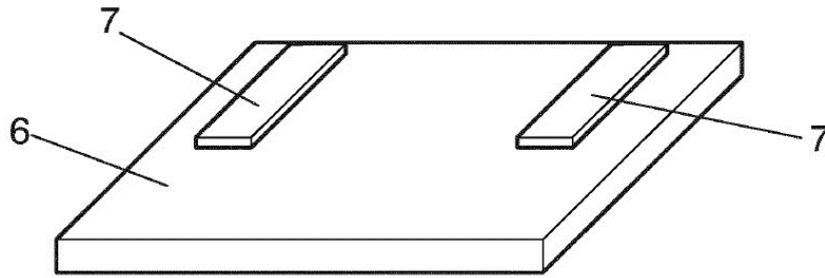


FIG. 7

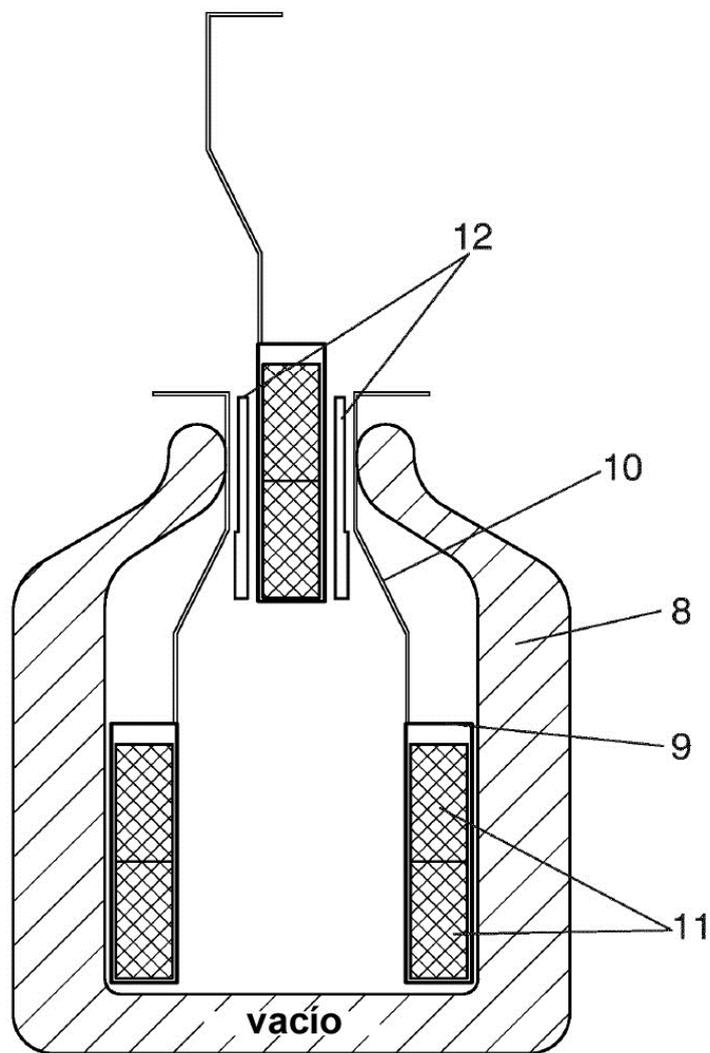


FIG. 8

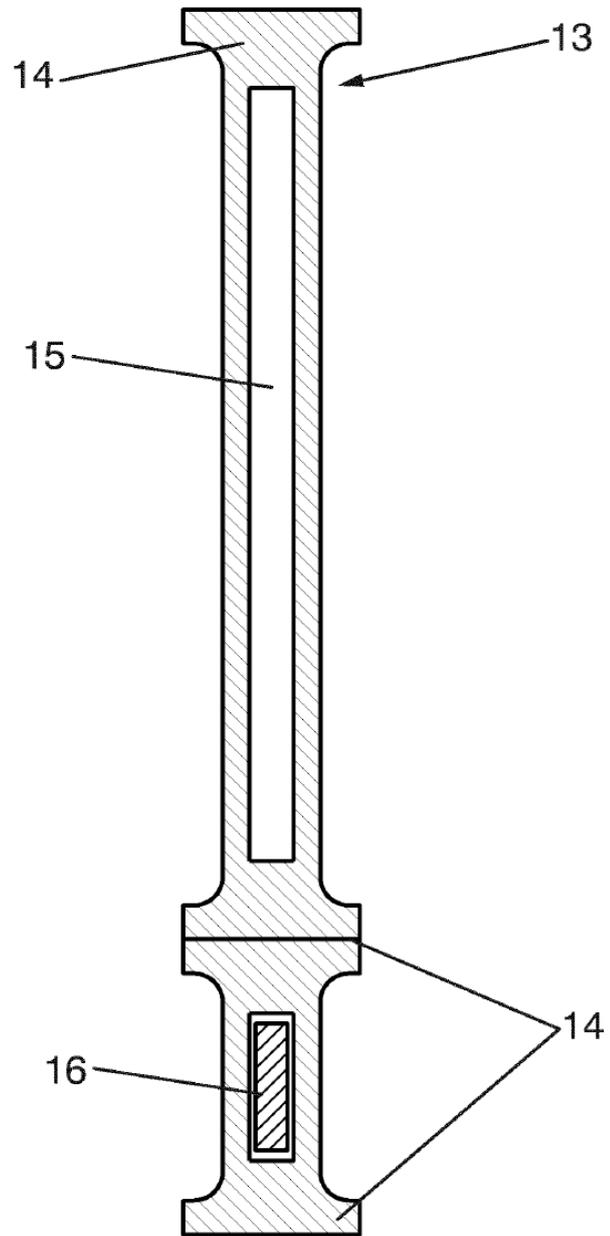


FIG. 9