



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 333 495**

21 Número de solicitud: 200700674

51 Int. Cl.:

G01F 17/00 (2006.01)

12

PATENTE DE INVENCION

B1

22 Fecha de presentación: **06.03.2007**

43 Fecha de publicación de la solicitud: **22.02.2010**

Fecha de la concesión: **04.01.2011**

45 Fecha de anuncio de la concesión: **17.01.2011**

45 Fecha de publicación del folleto de la patente:
17.01.2011

73 Titular/es: **Universidad de Granada
Hospital Real - Cuesta del Hospicio, s/n
18071 Granada, ES**

72 Inventor/es: **Cabrerizo Vílchez, Miguel Ángel;
Aguilar Mendoza, José Arturo y
Tejera García, Roberto**

74 Agente: **No consta**

54 Título: **Dispositivo para medida de cambios volumétricos.**

57 Resumen:

Dispositivo para medida de cambios volumétricos que experimenten materiales sólidos de variada composición química. Incluye componentes para colocar la muestra y asegurar la hermeticidad del dispositivo y un sistema de vasos comunicantes que incluye un capilar donde se reflejan los cambios volumétricos que se producen en el material. El dispositivo propuesto permite la medida de este parámetro y, gracias a la utilización de un sistema informatizado, se asegura la objetividad y reproducibilidad de la medida.

ES 2 333 495 B1

Aviso: Se puede realizar consulta prevista por el art. 37.3.8 LP.

DESCRIPCIÓN

Dispositivo para medida de cambios volumétricos.

5 **Estado de la técnica**

Se han utilizado numerosos métodos para cuantificar las variaciones volumétricas que sufren los materiales. Entre ellos destacan los dilatómetros de los que hay descritos dispositivos de variado diseño (nº patente SU641335; SU1695169; SU972231; US5172977; US3478575). Algunos de los dispositivos mencionados miden la variación de volumen que experimenta la muestra de forma indirecta. Ésta se deposita en un recipiente que está conectado a un capilar estando el sistema relleno con un fluido. Las variaciones volumétricas de la muestra se miden mediante la determinación de los cambios de altura del fluido que se producen en la columna capilar. Generalmente se han utilizado mercurio y/o agua para rellenar el sistema (Oberholzer *et al* 2002; Meas Sci Technol, 13:78-83).

En la mayoría de los dilatómetros de agua y/o mercurio que utilizan una columna capilar las variaciones en la altura del fluido se realizan de forma manual a través de la escala milimetrada que contiene el capilar. Esto conlleva indudables errores en la lectura restando precisión al dispositivo.

Descripción de la invención20 **Breve descripción de las figuras**

Figura 1.- Elemento para visualizar las muestras. (a) representa un portamuestras de vidrio, (b) representa un tapón roscado y (c) representa una arandela de silicona (c).

Figura 2.- Representación de la disposición del sistema de vasos comunicantes y la ubicación del elemento que contendrá la muestra. a) representa un portamuestras de vidrio, (b) representa un tapón roscado y (c) representa una arandela de silicona (c), (d) es un elemento tubular y (e) representa un recipiente contenedor.

Figura 3.- Representación del sistema completo. a) representa un portamuestras de vidrio, (b) representa un tapón roscado y (c) representa una arandela de silicona (c), (d) es un elemento tubular, (e) representa un recipiente contenedor (f) representa un microinyector conectado a un sistema informatizado, (g) representa una cámara CCD (g) conectada a un microscopio y (i) un elemento que permite medir la temperatura en el interior del recipiente (e).

35 **Descripción detallada de la invención**

El dispositivo consta de los siguientes elementos que se representan en las figuras anexas:

A. *Célula Termostatizada constituida a su vez por*

A.1.- *Aditamentos para la hermeticidad del sistema.* Junta roscada, tapón con una perforación central, juntas de silicona y portamuestras de vidrio desechables, compuestas por un disco de vidrio y un cilindro del mismo material adherido en el centro del disco. En la figura 1 se muestra el ensamblado de los aditamentos descritos.

A.2.- *Sistema de Vasos comunicantes.* En forma de U. Un extremo es un capilar, mientras que el otro tiene su extremo terminado en rosca para recibir la junta roscada citada en el apartado anterior; así mismo, presenta un pie que termina en una base que a su vez sostiene a la rama de vidrio en el centro del recipiente de metacrilato (fig. 2).

A.3.- *Aislante.* Recipiente que contiene una cantidad determinada de agua como medio aislante.

B. *Tratamiento de imágenes*

B.1.- *Software construido ad hoc.* Es una utilidad para la captura y análisis de imágenes. Ofrece la posibilidad de captura secuencial de imágenes a intervalos predefinidos de tiempo. A la vez de capturar las imágenes estas son analizadas a través de un algoritmo que automatiza el proceso de la medición a tiempos largos de cada experimento.

Modo de realización

En un sistema de vasos comunicantes de distintos diámetros, la variación volumétrica que se produce en el vaso de diámetro mayor da lugar a una mayor variación en la altura del fluido en el vaso de diámetro menor, debido a su menor área. Por este motivo en este dispositivo, los cambios volumétricos que experimenta la muestra se reflejan como variaciones de altura del fluido en el capilar. Dichas variaciones son registradas en imágenes digitalizadas a través de un CCD, a diferentes intervalos tiempos y analizadas automáticamente.

El material a evaluar (ej. polímero fotoactivado) se deposita en el portamuestra de vidrio (a), compuesto por un disco de vidrio de 1 mm de espesor y 20 mm de diámetro y un cilindro del mismo material, de 4 mm de altura y 9 mm de diámetro interno, adherido en el centro del disco. El portamuestras se acopla al extremo terminado en rosca del vaso comunicante (junta roscada de plástico SQ-24), fijándola con el tapón roscado (b) (de 22 mm de diámetro con una

ES 2 333 495 B1

perforación de 12,5 de diámetro) entre dos arandelas de silicona (c). Estas arandelas de silicona tienen 20 mm y 11 mm de diámetro externo e interno, respectivamente. De esta forma, el portamuestras queda ensamblado herméticamente en el sistema de vasos comunicantes.

5 El sistema de vasos comunicantes tiene forma de U y se fabrica en vidrio (d). Un extremo es un capilar de 0,5 mm y 6 mm de diámetro interno y externo respectivamente con 20 cm de altura, mientras que el otro, tiene 20 mm y 17 mm de diámetro externo e interno con una altura de 35 mm y su extremo termina en rosca; así mismo, presenta un pie de 55 mm de alto con en una base de 90 mm de diámetro que sostiene a la rama de vidrio en el centro del recipiente de metacrilato (e). El sistema de vasos comunicantes se introduce en un recipiente de metacrilato de 17 cm de altura y
10 14 cm de diámetro que contiene 3,5 l de agua (medio aislante), como queda representado en la figura 2.

El sistema descrito se encuentra conectado a microinyector (f) que permiten introducir un volumen determinado de fluido, proceso controlado automáticamente mediante un sistema informatizado. De esta forma, se inyectan 8 cm³ de agua en el sistema, lo que permite que el fluido contacte con la muestra depositada en el portamuestras de vidrio y se establezca la altura adecuada del menisco de la interfase agua-aire en el extremo capilar del vaso comunicante.
15 Si bien este menisco se ve a simple vista las variaciones de altura que experimenta el fluido son registradas por una cámara CCD (g) conectada a un microscopio (fig 3). Este sistema de captación de imágenes permite su seguimiento en la pantalla del monitor del sistema informático.

20 Todo el sistema vaso comunicante se encuentra sumergido dentro del recipiente aislante que, en este caso concreto, contiene 3,5 l de agua deionizada a temperatura de 20°C. Se debe esperar 30 segundos hasta que el menisco se estabilice, y luego se cierran las válvulas del microinyector. En este momento, el sistema se encuentra estabilizado y preparado para realizar la medida.

25 Al iniciar la fotoactivación del material, comienzan las variaciones de altura del agua dentro del capilar en forma amplificada y estas variaciones son capturadas en fotos con el programa Arquímedes 1.0. Este programa permite capturar una imagen por segundo durante el tiempo que se haya establecido, por ejemplo, 5 minutos. De esta manera, se obtiene un registro visual del comportamiento del mecanismo en todo el intervalo de medida.

30 El archivo de imágenes se analiza con una utilidad *ad hoc* y desarrollada en C++ para la captura y análisis de imágenes para obtener medidas automatizadas de cada imagen capturada e información de tiempo. Este software ofrece la posibilidad de captura secuencial de imágenes a intervalos predefinidos de tiempo. A la vez que captura las imágenes, éstas son analizadas a través de un algoritmo que automatiza el proceso de la medición a tiempos largos de cada experimento. Los datos obtenidos se procesan con un programa que permita representar gráficamente la cinética
35 del fenómeno en función del tiempo y en porcentaje de contracción de polimerización.

40

45

50

55

60

65

ES 2 333 495 B1

REIVINDICACIONES

1. Dispositivo de medida de cambios volumétricos de especímenes sólidos que comprende:

- 5
- a. Un elemento para contener la muestra cuyos cambios van a ser medidos y mantenerla en contacto con un fluido contenido en un sistema de vasos comunicantes en el que uno de sus extremos es un capilar.
 - b. Un sistema CCD que permite registrar la variación del fluido a lo largo del capilar.
 - 10 c. un sistema de registro de imágenes computerizado que permite capturar de forma secuencial imágenes a intervalos predefinidos de tiempo hasta la finalización de la medición.
- 15
- 20
- 25
- 30
- 35
- 40
- 45
- 50
- 55
- 60
- 65

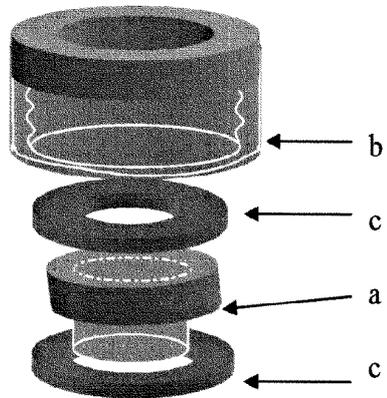


Fig. 1

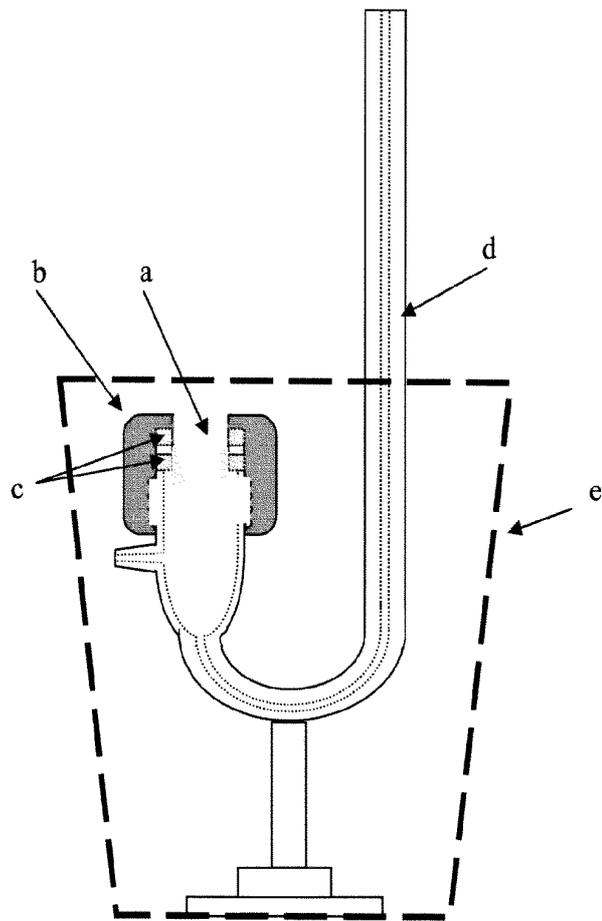


Fig. 2

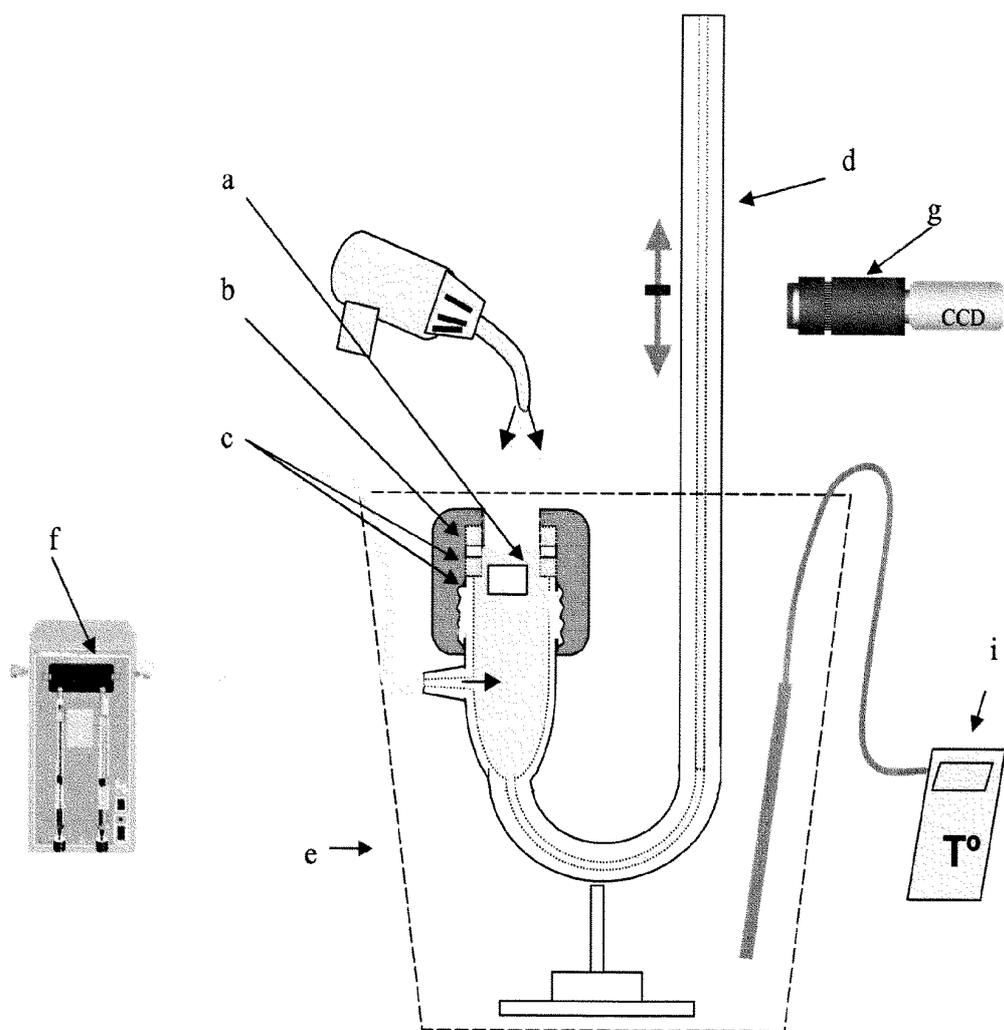


Fig. 3



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

① ES 2 333 495

② Nº de solicitud: 200700674

③ Fecha de presentación de la solicitud: 06.03.2007

④ Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑤ Int. Cl.: G01F 17/00 (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑥ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	MIYAZAKI M; HINOURA K; ONOSE H; MOORE B K. "Effect of filler content of light-cured composites on bond strength to bovine dentine". Journal of Dentistry, 1991; 19: 301-303. ISSN 0300-5712. XP 026308143 01.10.1991.	1

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

04.02.2010

Examinador

B. Tejedor Miralles

Página

1/4

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

G01F17/00, G01N25, G01N9, G01N21

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

INVENES, EPODOC, NPL

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 04.02.2010

Declaración

Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones	SÍ
	Reivindicaciones 1	NO
Actividad inventiva (Art. 8.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones	SÍ
	Reivindicaciones 1	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 ha sido publicada.

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	XP 026308143 A	01-10-1991

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

Reivindicación 1:

El documento considerado como el estado de la técnica más cercano al objeto de la invención es el documento D01. Dicho documento describe un dilatómetro que consta de un elemento para contener la muestra y mantenerla en contacto con el fluido en un sistema de vasos comunicantes en forma de U, en el que uno de los extremos es un capilar. A su vez, incorpora una cámara CCD y una pantalla, que permite registrar los cambios volumétricos que se producen en el capilar desde el comienzo de la radiación de la muestra hasta 120 s (figura 1 y apartado "materials and methods" páginas 301-302; D01). Por lo tanto, dicha reivindicación no es nueva a la vista del estado de la técnica conocido, según el artículo 6 de la ley de patentes 11/1986.