



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 295 749**

51 Int. Cl.:

G01N 21/94 (2006.01)

G01N 21/55 (2006.01)

A47L 15/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **04021958 .6**

86 Fecha de presentación : **10.09.2004**

87 Número de publicación de la solicitud: **1635167**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **15.03.2006**

54

Título: **Procedimiento para la medida cuantitativa de los depósitos sobre superficies sólidas.**

45

Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.04.2008

45

Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.04.2008

73

Titular/es: **Cognis IP Management GmbH**
Henkelstrasse 67
40589 Düsseldorf, DE

72

Inventor/es: **Weuthen, Manfred;**
Böhme, Corinna y
Frischemeier, Robert

74

Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

ES 2 295 749 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

Procedimiento para la medida cuantitativa de los depósitos sobre superficies sólidas.

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la medida cuantitativa de los depósitos sobre superficies sólidas así como a un dispositivo adecuado para la medición.

10 Un parámetro esencial para el desarrollo de los agentes para el fregado de la vajilla consiste en la medida del rendimiento del aclarado por enjuagado. En este caso debe determinarse la magnitud de la proporción de los depósitos sobre las piezas de la vajilla una vez que éstas han sido fregadas. Los depósitos están constituidos, de manera esencial, por compuestos minerales, especialmente por sales de Ca y/o por sales de Mg, así como también por residuos de los productos tensioactivos. Fundamentalmente sin embargo la cal conduce a la formación de depósitos que no son deseados por los usuarios. Con el fin de reducir la proporción de estos depósitos, los agentes para el fregado de la vajilla actuales, especialmente aquellos destinados al fregado automático de la vajilla, contienen, por regla general, los denominados agentes para el aclarado por enjuagado. Los agentes usuales en el comercio para el aclarado por enjuagado representan mezclas usuales constituidas por tensioactivos no iónicos, que forman poca espuma, de manera típica los éteres de polietileno/polipropilenglicol de los alcoholes grasos, solubilizantes (por ejemplo sulfonato de cumol), ácidos orgánicos (por ejemplo el ácido cítrico) y disolventes (por ejemplo el etanol). La tarea de estos agentes consiste en influenciar la tensión superficial del agua de tal manera que pueda escurrirse del objeto fregado en forma de una película coherente, tan delgada como sea posible de tal manera, que en el proceso subsiguiente para el secado no queden remanentes gotas de agua, tiras o películas. Se distingue entre dos tipos de depósitos. Por un lado se ensaya el denominado "spotting" (aparición de manchas), que se forma debido a las gotas de agua en proceso de secado, por otro lado se evalúa el "filming" (formación de películas), que son capas que se forman mediante el proceso de secado de películas delgadas de agua. Para la evaluación se utilizan en la actualidad voluntarios que califican a simple vista en los objetos fregados, por ejemplo platos, vasos, cuchillos, etc. los parámetros "spotting" y "filming". Por un lado, este procedimiento requiere mucho tiempo y, puesto que únicamente es posible una evaluación por comparación, no se da una relación con respecto a otras series de medidas.

30 Se conocen, por el estado de la técnica, diversos procedimientos para la medida de los depósitos/suciedades sobre superficies. La publicación DE 100 16 832 A1 divulga un procedimiento para la medida cuantitativa de los depósitos sobre superficies sólidas, iluminándose la superficie con luz visible procedente de una fuente luminosa y captándose por una cámara la luz reflejada o dispersada por la probeta. La luz, obtenida de este modo, se evalúa ulteriormente con ayuda de un ordenador. La publicación JP 63234141 A1 describe un procedimiento para la medida de los depósitos sobre superficies sólidas de una probeta en forma de disco. Para ello se dirige luz visible procedente de una fuente luminosa sobre la probeta y se capta la luz reflejada por una cámara y se evalúa la imagen obtenida. El procedimiento prevé que la probeta sea tratada con vapor de agua como paso previo a la medición para que los depósitos puedan verse mejor. Se conoce por la publicación DE 199 61 782 A1 un procedimiento para la medida de la suciedades sobre piezas de la vajilla en máquinas para el fregado de la vajilla, según el cual se irradia con luz el objeto a ser limpiado dentro de la máquina lavavajillas y se mide la variación de la intensidad durante el proceso de enjuagado por medio de un captador y se evalúa por medio de un ordenador. La publicación DE 100 48 081 A1 describe un procedimiento para el reconocimiento de la carga de los objetos a ser fregados en una máquina lavavajillas. Para ello se compara la imagen del objeto a ser fregado antes y después del fregado, por medio de un ordenador y a partir de esta imagen se deduce el éxito de fregado. La publicación DE 100 208 214 A1 describe un dispositivo para la verificación de la formación de recubrimientos en dispositivos conductores de agua. En este caso se conduce luz sobre la superficie que debe ser medida y a continuación se evalúa la pérdida de intensidad para poder deducir a partir de la misma el grado de depósitos. La publicación US 2002/0066873 A1 describe, finalmente, un procedimiento para la medida de los residuos sobre superficies, preferentemente en máquinas lavadoras. Para ello se conduce luz sobre la superficie que debe ser ensayada y a partir de la disminución de la intensidad pueden hacerse deducciones sobre el grado de suciedad. La publicación WO 00/39566 A1 describe un procedimiento óptico para la medida de la cantidad de polvo o de suciedad sobre una superficie. Para ello se conduce luz procedente de una fuente luminosa puntual sobre la superficie y se evalúa la luz reflejada. En tanto en cuanto la suciedad esté presente en forma de microgotículas sobre la superficie, esto conduce a un efecto de lente, que modifica la intensidad luminosa en función del recubrimiento de la superficie con polvo o con suciedades. La publicación WO 01/24932 A1 describe un dispositivo para el control cualitativo de microgotículas aplicadas sobre el sustrato. Para ello se conduce luz sobre las microgotículas, modificándose la intensidad de la luz reflejada debido al efecto de lente. Esta modificación de la intensidad se mide y se evalúa.

Así pues existe una necesidad de automatizar tanto como sea posible estas medidas y, especialmente, de poderlas llevar a cabo por medio de parámetros objetivos.

60 Se ha encontrado que puede resolverse la tarea anteriormente citada por medio de un procedimiento óptico, que mide la reflexión o bien la difracción de la luz sobre las superficies correspondientes a las superficies que han sido limpiadas.

65 El objeto de la presente invención consiste, en una primera forma de realización, en un procedimiento para la medida cuantitativa de los depósitos producidos por la aparición de manchas (spotting), que están constituidos por compuestos minerales o por residuos de los productos tensioactivos, sobre superficies sólidas, lisas, estando constituida la superficie a ser medida como probeta plana, de manera preferente en forma de una placa rectangular o redonda, y se eligen aquellos materiales para las probetas cuya capacidad de reflexión sea de 0,5 como mínimo, y la probeta

ES 2 295 749 T3

se ilumina con luz visible procedente de una fuente luminosa plana, estando dispuesta la fuente luminosa plana con un ángulo comprendido entre 2° y 20°, con relación a la vertical sobre la superficie de la probeta y, de igual modo, se ha dispuesto una cámara para la captación de la luz reflejada por encima de la superficie que debe ser medida, presentando el ángulo de la cámara el mismo ángulo con respecto a la vertical que la fuente luminosa plana pero de sentido contrario y se evalúa por medio de un ordenador la imagen captada por la cámara, digitalizándose la luz reflejada y transfiriéndose hasta un ordenador personal y la imagen digitalizada se evalúa en el mismo por medio de un programa de ordenador, determinándose la distribución de las regiones que presentan la aparición de manchas (spotting) por medio del análisis digital de la imagen, buscando el tratamiento digital de la imagen cantos nítidos de las superficies con aparición de manchas (spotting), y calculándose por medio de estos cantos las superficies encerradas por los mismos y a continuación se clasifican por tamaños y se calcula una carga porcentual debida a la aparición de las manchas (spotting).

En la figura 1 se han representado los elementos de un dispositivo para la realización del procedimiento. Un dispositivo de este tipo, de conformidad con la reivindicación 2, constituye igualmente el objeto de la presente invención. El procedimiento se lleva a cabo en una caja de medida (1) hermética a la luz, en cuyo centro se ha colocado una probeta (2), y se ha instalado una cámara (4) por encima de la probeta pero dentro de la caja de medida, cuyo objetivo está dirigido hacia la probeta y el objeto de la cámara está dirigido hacia la probeta y está presente una fuente de luz plana con un ángulo comprendido entre 2° y 20°, con relación a la vertical, por encima de la probeta, y el ángulo de la cámara presenta el mismo ángulo con respecto a la vertical que la fuente luminosa plana, pero de sentido contrario. Por encima de la probeta se encuentra la fuente luminosa plana (3b), cuya luz está dirigida hacia la probeta. La imagen recogida por la cámara (4) se digitaliza y se transfiere a un ordenador usual (5), de manera preferente a un ordenador personal usual, en el que es tratada adicionalmente por medio de un programa de ordenador usual en el comercio para la evaluación de imágenes. El ordenador se encuentra en este caso de manera preferente fuera de la caja de medida (1) y está conectado, a modo de ejemplo, a través de un cable de datos con la cámara (4) situada en el interior de la caja de medida (1). Como cámaras son adecuadas, especialmente, las cámaras denominadas CCD, que generan directamente una imagen digital. La caja de medida (1) ha sido tratada, para evitar la luz dispersada, de manera preferente con una pintura absorbente de la luz, negra.

El aspecto esencial del presente procedimiento, de conformidad con la invención, consiste en que no se utiliza ningún objeto fregado, tales como tazas, cubertería, etc., que tenga una forma irregular, sino que únicamente se utiliza una probeta estructurada de manera plana, que está constituida por el material que debe ser ensayado o cuya superficie contiene el material que debe ser ensayado. La probeta se dispone, de manera preferente, en un soporte. Éste puede estar fabricado, por ejemplo, con metal o con material sintético. El soporte está unido con la caja de medida, estando configurado el soporte de tal manera que la probeta sea fácilmente accesible y, de igual modo, pueda ser recambiada. De manera preferente se configurará un soporte en forma de un cajón para posibilitar una fácil manipulación.

El material, que debe ser ensayado, se asienta en el soporte, preferentemente, de manera reversible (por ejemplo por medio de una unión con tornillo o con pinza). En este caso el soporte se ha configurado de tal manera que la luz de la fuente luminosa pueda llegar sin impedimento tanto desde la parte inferior así como también desde la parte superior hasta el material que se encuentra en el soporte de la probeta. Por lo tanto son preferentes aquellos soportes que formen un bastidor, disponiéndose el material a ser ensayado en la escotadura del soporte y fijándose de forma adecuada. El soporte está fabricado, de manera preferente, con metal o con una aleación.

La probeta tiene, de manera preferente, una superficie comprendida entre 20 cm² y 250 cm² inclusive. En este caso la probeta puede estar configurada de forma rectangular, cuadrada, redonda o elíptica. Sin embargo, es preferente que la probeta esté configurada en forma rectangular. La probeta está configurada de manera plana, es decir que forma una superficie plana. La probeta propiamente dicha está constituida por una superficie lisa, tal como la que se presenta de manera típica también en el caso de los lavavajillas, es decir de cerámica, de porcelana, de vidrio, de material sintético o de metal. Sin embargo pueden medirse también otras superficies planas, por ejemplo de hormigón o superficies minerales. El material de la probeta debe ser tan resistente en este caso que no se arquee durante la medida. Por lo tanto quedan excluidos especialmente los líquidos o los geles y aquellos productos sólidos que no formen superficies lisas, es decir por ejemplo los polvos finos, los polvos o los granulados. Las superficies, empleadas en el procedimiento de conformidad con la invención, deben disponer de una capacidad de reflexión suficiente. Una superficie con una reflexión ideal, en la cual se refleje toda la luz incidente, presenta una capacidad de reflexión de 1. Los materiales reales tienen índices de reflexión menores que 1. Para que puedan ser empleados en el procedimiento de conformidad con la invención es necesario elegir para las probetas aquellos materiales cuyas capacidades de reflexión sean de 0,5 como mínimo, de manera preferente de 0,6 como mínimo. Un intervalo preferente se encuentra comprendido entre 0,6 y 0,95.

La fuente luminosa se dispone por encima de la probeta, de manera preferente dentro de la caja de medida. En este caso puede disponerse la fuente luminosa de forma rígida o móvil (pivotante) para poder realizar su ajuste. Sin embargo, la fuente luminosa tiene que estar montada de manera fija para la medida propiamente dicha. Para el procedimiento, de conformidad con la invención, se emplea de manera preferente, luz visible en el intervalo de las longitudes de onda comprendido entre 380 y 800 nm. La luz no debe presentarse en estado monocromático. Por lo tanto puede emplearse también luz de banda estrecha o de banda ancha con diversas longitudes de onda. Sin embargo es posible también, en principio, llevar a cabo el procedimiento de conformidad con la invención con otras longitudes de onda (por ejemplo luz IR o luz UV). Sin embargo, es preferente la luz visible en el sentido de la presente invención, puesto que se desea obtener una impresión de la sensación visual, que tendría un ser humano a la vista de dicha

ES 2 295 749 T3

superficie. Las lámparas, que pueden ser empleadas en el procedimiento de conformidad con la invención presentan, de manera preferente, una luminosidad de 1.000 cd/m^2 , siendo preferentes las lámparas con una mayor luminosidad, por ejemplo comprendida entre 1.200 y 1.600 cd/m^2 . El tipo y la forma en que se genere la luz, no son críticas en el ámbito de las presentes enseñanzas técnicas. En el procedimiento deberá orientarse la cámara, de manera preferente de tal manera, que pueda captar directamente la irradiación luminosa dispersada o reflejada por la superficie de la probeta.

El procedimiento, de conformidad con la invención, consiste en la medida para la determinación de la denominada aparición de manchas (spotting). La aparición de manchas (spotting) se forma debido a las gotas individuales de agua en proceso de secado. Los minerales, que está contenidos en las gotas de agua, se depositan sobre el objeto fregado después del secado y dejan superficies mates con límites claros. Las enseñanzas técnicas presentes parten ahora del descubrimiento de que la luz se dispersa de una manera difusa sobre los depósitos con una iluminación plana, es decir que únicamente se refleja una fracción de la luz sobre una superficie exenta de aparición de manchas (spotting) y llega hasta el objetivo de la cámara. En este caso se forma la imagen de un objeto claro con manchas oscuras (véase a este respecto la figura 2).

Mediante un análisis digital de la imagen puede medirse y analizarse la intensidad y, en caso dado, la distribución de las zonas con apariciones de manchas (spotting) y por lo tanto, sirve como base para la evaluación de diversos agentes para el aclarado por enjuagado. En este caso, el procedimiento para la medida de la aparición de manchas (spotting) parte, esencialmente, de que se dispone, en una instalación de medida, de conformidad con la figura 1, una iluminación plana por encima de la probeta de medida, debiéndose encontrar el ángulo comprendido entre la vertical y la irradiación luminosa incidente en el intervalo comprendido entre 2 y 20° y, de manera especial, en el intervalo comprendido entre 10 y 20° . La luz reflejada por la superficie de la probeta es captada como imagen por una cámara y se envía a un ordenador para un análisis digital de la imagen. En este caso, la cámara está dirigida directamente hacia la luz reflejada por la superficie, presentando la cámara, de manera preferente, el mismo ángulo con respecto a la vertical que la lámpara, pero de sentido inverso. Esto se pone claramente de manifiesto por medio de la figura 3.

La superficie de la probeta es fotografiada totalmente por el objetivo de la cámara en estado exento de aparición de manchas (spotting). En tanto en cuanto estén presentes sobre la superficie de la probeta zonas con aparición de manchas (spotting) se dispersará de manera difusa sobre estos depósitos la imagen de la iluminación plana, es decir que únicamente llega hasta el objetivo de la cámara una fracción de la luz reflejada en el caso de la ausencia de aparición de manchas (spotting) (véase la figura 3). La evaluación digital de la imagen busca ahora cantos nítidos de la superficie con aparición de manchas (spotting) (por medio de las funciones del filtro Sobel, relleno de los cantos, generándose a continuación una imagen binaria) y se calcula, de este modo, por medio de los cantos encontrados, la superficie encerrada. A continuación se clasifican estas superficies en tres clases de tamaños. Como resultado de la medida se obtiene la carga en porcentaje de aparición de manchas (spotting) con relación a la superficie medida, subdividida en varias clases de tamaños.

Con el fin de poder fotografiar toda la probeta debe emplearse, de manera preferente, una iluminación plana. Ésta puede presentar, de manera preferente, una superficie comprendida entre 40.000 y 100.000 mm^2 . Un iluminador de este tipo (Phlox® Backlight) tiene, por ejemplo, una superficie emisora de luz de $300 \times 220 \text{ mm}^2$. Los iluminadores planos, que son empleados de manera preferente de conformidad con la invención, deben irradiar la luz, de manera preferente, uniformemente sobre toda la superficie. Puede ser ventajoso regular escalonadamente la luminosidad de la lámpara. También en este caso se cumple que la luminosidad de la lámpara debe ser, de manera preferente, de 1.000 cd/m^2 o mayor que este valor. Son especialmente preferentes aquellas lámparas que tengan una luminosidad comprendida entre 1.200 y 1.600 cd/m^2 . Puede ser ventajoso emplear lámparas de este tipo, cuya luminosidad puede ser ajustada libremente.

El procedimiento, de conformidad con la invención, puede emplearse para ensayar o bien para evaluar las propiedades de aparición de manchas (spotting) de los agentes de limpieza (o de otros agentes acuosos que contengan tensioactivos). Para ello se somete a las probetas a una limpieza, empleándose por ejemplo diversos agentes de limpieza y/o diversas dosificaciones de los mismos. Para ello se ponen en contacto las probetas con soluciones acuosas de los agentes limpiadores adecuados, siendo preferente la limpieza de las probetas en una máquina lavavajillas. A continuación se miden las probetas sucesivamente por medio del procedimiento de conformidad con la invención. Las enseñanzas técnicas presentes abarcan también la amplia automatización de la medida por medio de dispositivos adecuados, midiéndose, por ejemplo, varias probetas de manera sucesiva.

Ejemplos

60 *Medida de la aparición de manchas (spotting)*

Una placa de vidrio fregada (probeta) con unas dimensiones de $15 \times 20 \text{ cm}$ se ilumina por medio de una fuente luminosa plana homogénea (en este caso un Phlox® Backlight) con unas dimensiones de $22 \times 30 \text{ cm}$. La fuente luminosa se encuentra a una distancia de 33 cm y bajo un ángulo de 18° con respecto a la vertical de la placa de vidrio. Bajo un ángulo de -18° (ángulo de incidencia = ángulo de salida) se encuentra, a una distancia de 66 cm , una cámara CCD con $1/3''$ CCD y con un objetivo de 16 mm . La luz de la fuente luminosa plana se refleja sobre la superficie de la placa de vidrio y llega hasta el objetivo de 16 mm de la cámara CCD. La aparición de manchas (spotting) sobre la superficie de

ES 2 295 749 T3

vidrio provoca una difracción difusa de la luz y provoca una variación de contraste en la imagen en el chip CCD de la cámara y de este modo se hace visible. Con una evaluación digital arbitraria de la imagen se forma ahora una imagen binaria mediante el empleo del filtro normalizado para encontrar los cantos de valor de gris (filtro de Sobel) y el valor de umbral. Los objetos individuales en la imagen binaria se clasifican según diversas clases por tamaños y se indican como tamaños de medida de la aparición de manchas (spotting).

TABLA 1

	Aparición de manchas (spotting), pequeño fallo [%]	Aparición de manchas (spotting), fallo medio [%]	Aparición de manchas (spotting), fallo grande [%]	Aparición de manchas (spotting), suma [%]
Producto A	0,64	1,12	1,80	3,56
Producto B	2,19	3,36	3,38	8,93

REIVINDICACIONES

5 1. Procedimiento para la medida cuantitativa de los depósitos con aparición de manchas (spotting), constituidos por
compuestos minerales o por residuos de los productos tensioactivos sobre superficies sólidas, lisas estando configurada
la superficie en forma de probeta plana (2) para la medición, preferentemente en forma de una placa rectangular o
redonda, y se eligen para la probeta (2) aquellos materiales cuya capacidad de reflexión sea de 0,5 como mínimo, y
la probeta (2) se ilumina con luz visible procedente de una fuente luminosa plana (3b), estando dispuesta la fuente
luminosa plana (3b) con un ángulo comprendido entre 2° y 20° , referido a la vertical sobre la superficie de la probeta (2)
10 y, del mismo modo se ha dispuesto por encima de la superficie que debe ser medida una cámara (4) para la captación
de la luz reflejada, presentando el ángulo de la cámara (4) el mismo ángulo con relación a la vertical que el de la fuente
luminosa plana (3b), pero de signo contrario y se evalúa por medio de un ordenador la imagen captada por la cámara
(4), digitalizándose la luz reflejada y transfiriéndose a un ordenador personal (5) y la imagen digitalizada se evalúa
en el mismo por medio de un programa de ordenador, determinándose la distribución de las zonas con aparición de
15 manchas (spotting) por medio del análisis digital de la imagen, buscando el tratamiento digital de la imagen cantos
nítidos de las superficies con aparición de manchas (spotting), y se calcula la superficie encerrada por medio de
estos cantos y, a continuación, se clasifican por tamaño y se calcula una carga porcentual de aparición de manchas
(spotting).

20 2. Dispositivo para la realización de un procedimiento según la reivindicación 1 con una caja de medida (1) her-
mética a la luz, con una probeta plana (2), con una fuente luminosa plana (3b), con una cámara (4) y con un ordenador
(5), **caracterizado** porque la probeta plana (2) está prevista en el centro de la caja de medida (1) y la cámara (4) está
dispuesta por encima de la probeta (2) pero dentro de la caja de medida (1) y el objetivo de la cámara (4) está dirigido
hacia la probeta (2) y la fuente luminosa plana (3b) está dispuesta con un ángulo comprendido entre 2° y 20° , con
25 relación a la vertical, por encima de la probeta (2), y el ángulo de la cámara (4) presenta el mismo ángulo con respecto
a la vertical que la fuente de luz plana (3b), pero de sentido contrario y se dirige su luz sobre la probeta (2), y porque
la imagen, captada en la cámara (4) se transmite a ordenador (5) en forma digital y se evalúa en el mismo.

30

35

40

45

50

55

60

65

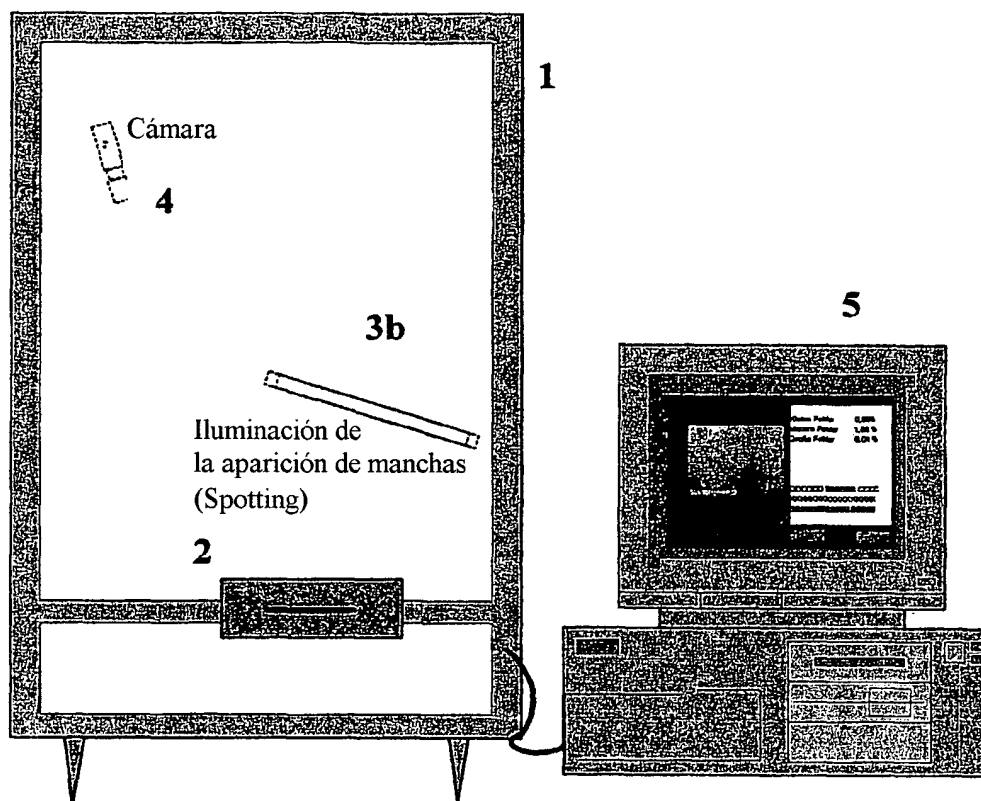


Figura 1

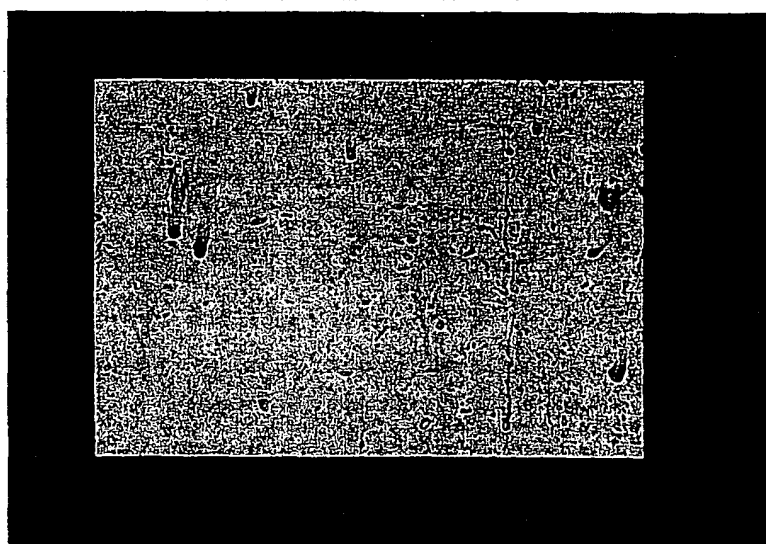


Figura 2

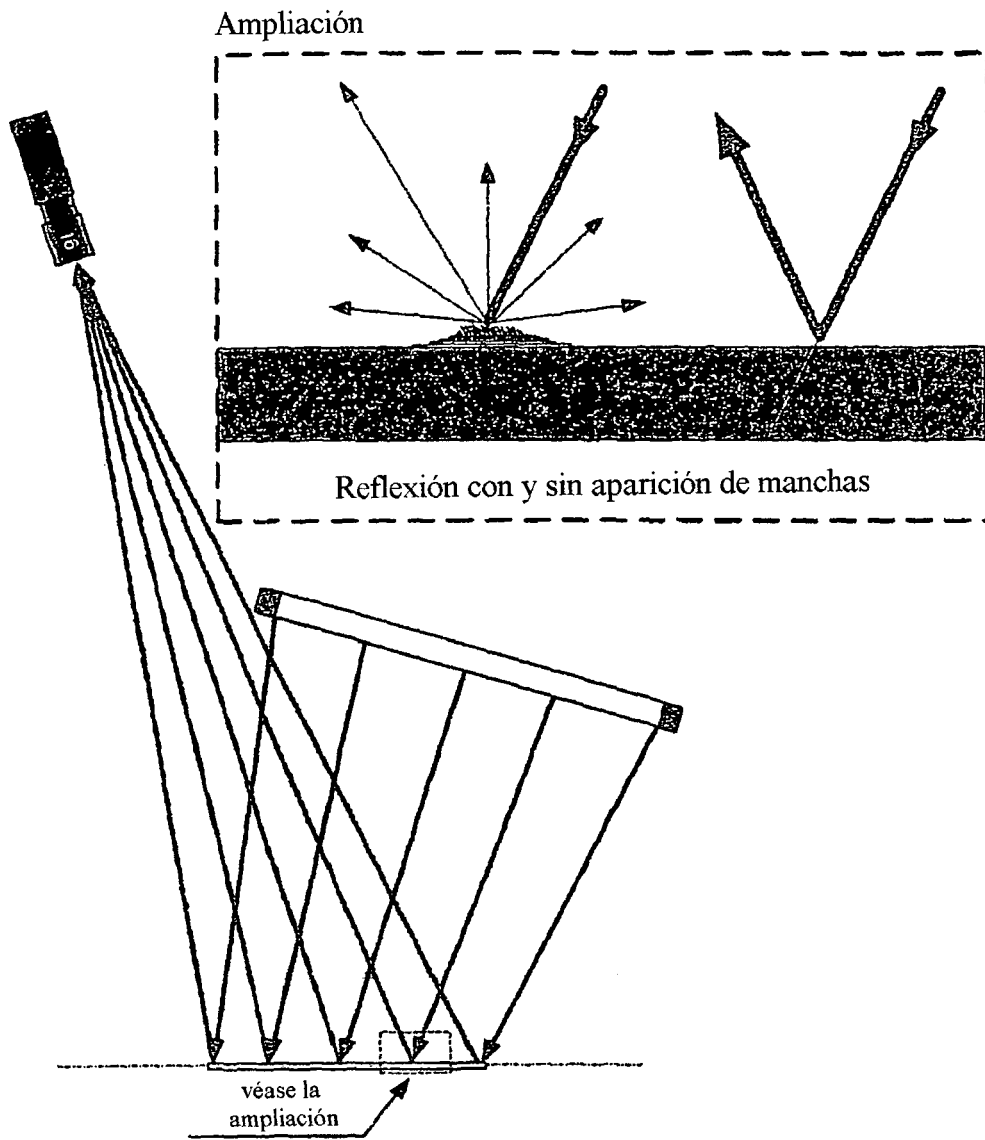


Figura 3