



(51) Clasificación Internacional de Patentes:
G01N 15/08 (2006.01)

(21) Número de la solicitud internacional:

PCT/CL2013/000022

(22) Fecha de presentación internacional:

12 de abril de 2013 (12.04.2013)

(25) Idioma de presentación:

español

(26) Idioma de publicación:

español

(30) Datos relativos a la prioridad:

922-2012 12 de abril de 2012 (12.04.2012) CL

(71) Solicitante: **UNIVERSIDAD DE SANTIAGO DE CHILE** [CL/CL]; Av. Libertador Bernardo O'Higgins #3363, Santiago (CL).

(72) Inventores: **OSORIO LIRA, Fernando**; Avda. Libertador Bernardo O'Higgins #3363, Estación Central, Santiago (CL). **ENRIONE CACERES, Javier**; Avda. Libertador Bernardo O'Higgins #3363, Estación Central, Santiago (CL). **SKURTYS BONNY, Olivier**; Avda. Libertador Bernardo O'Higgins #3363, Estación Central, Santiago

(CL). **ANDRADE PIZARRO, Ricardo**; Avda. Libertador Bernardo O'Higgins #3363, Estación Central, Santiago (CL).

(74) Mandatario: **MOLINA VILLASECA, Eduardo**; Estudio Federico Villaseca y Cia., Av. Alonso de Cordova 5151, Piso 8, Las Condes, 7560873 Santiago (CL).

(81) Estados designados (a menos que se indique otra cosa, para toda clase de protección nacional admisible): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) Estados designados (a menos que se indique otra cosa, para toda clase de protección regional admisible): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW,

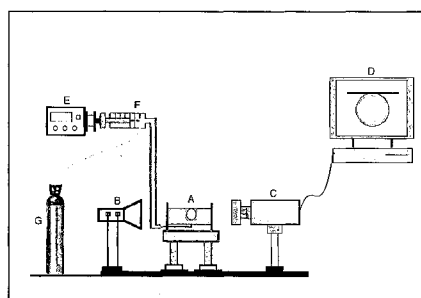
[Continúa en la página siguiente]

(54) Title: SYSTEM AND METHOD FOR DETERMINING GAS PERMEABILITY OF POLYMER FILMS BY MEANS OF IMAGE ACQUISITION

(54) Título : SISTEMA Y MÉTODO PARA LA DETERMINACIÓN DE PERMEABILIDAD A GASES DE PELÍCULAS POLIMÉRICAS MEDIANTE ADQUISICIÓN DE IMÁGENES

Figura 1. Diagrama esquemático del sistema para determinar la permeabilidad de gases en películas

AA poliméricas.



AA Schematic diagram of the system for determining gas permeability of polymer films

(57) Abstract: The invention deals with a system and a method for determining gas permeability (O₂, CO₂, N₂, air) in films, especially edible films. The system comprises a receptacle (A) containing a liquid of low solubility to the gas that is not reactive to it or dissolves the film, gas bubble generating means comprising a cylinder that contains the gas (G), a driver (E) regulating the gas flow and driving a syringe plunger (F), an image acquisition system comprising a high resolution camera (C), lighting (B) and image processing means, preferably a computer program (D). For the method, the variation of the bubble volume at different times, wherein the bubble volume is determined based on the pixels corresponding to the bubble maximum diameter (D_{max}), the diameter of the contact area between bubble and film (A_{bp}) and the bubble height (h), is analysed. The linear relationship of variation in the bubble volume in the course of time is calculated and from the slope of said linear relationship, gas transmission rate, and then, permeability to gas are determined.

(57) Resumen:

[Continúa en la página siguiente]



SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), euroasiática (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), europea (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publicada:

- con informe de búsqueda internacional (Art. 21(3))
- antes de la expiración del plazo para modificar las reivindicaciones y para ser republicada si se reciben modificaciones (Regla 48.2(h))

Sistema para determinar la permeabilidad de un gas (O_2 , CO_2 , N_2 , aire) en películas, especialmente películas comestible, donde el sistema está conformado por un recipiente (A) que contiene un líquido de baja solubilidad al gas y no reactivo a este ni disuelve la película, medios generadores de burbujas de gas, que consta de un cilindro que contiene el gas (G), un impulsor (E) que regula el caudal de gas e impulsa el embolo de la jeringa (F), un sistema de adquisición de imágenes, que consta de una cámara de alta resolución (C), luz (B), para lo cual se utiliza un medio de iluminación, y un medio para procesar las imágenes, preferentemente un computador-programa (D), y método que comprende poner el líquido en un recipiente, y dejar fluir el gas (G), generando burbujas uniformes en el líquido y colocando la película sobre el líquido; tomar fotografías o imágenes por un rango de tiempo y frecuencia determinada y con un medio de iluminación auxiliar; procesar las fotografías o imágenes en un medio para procesar imágenes, y determinar el cambio de volumen de las burbujas a diferentes tiempos, donde el volumen de las burbujas se determina en base a los píxeles correspondientes al diámetro máximo de la burbuja (D_{max}), diámetro del área de contacto entre la burbuja y la película (A_{bp}) y la altura de la burbuja (h), correlacionar el número de píxeles con una unidad de medida de longitud determinada, y calcular el cambio de volumen de las burbujas del gas (ΔV_b), el área de contacto entre la burbuja y la película (A_{bp}), y la presión al interior de la burbuja (ΔP); construir la relación lineal de variación de volumen de la burbuja en el tiempo y a partir de la pendiente de dicha relación lineal, calcular la tasa de transmisión de gases (OTR), y luego, la permeabilidad al gas.

Sistema y Método para la determinación de permeabilidad a gases de películas poliméricas mediante adquisición de imágenes

Campo de Aplicación de la Invención

El principal campo de aplicación de la presente invención es en el área del envasado de alimentos. Particularmente, la presente invención se refiere a un sistema y método para determinar la permeabilidad a gases de películas poliméricas mediante adquisición de imágenes.

Estado del Arte

Un importante requerimiento en la selección del sistema de envasado para alimentos, particularmente frutas o vegetales frescos, es la permeabilidad del material, la cual es la propiedad que tienen las películas plásticas de permitir el paso de gases o vapores a través de su estructura molecular, ya sea hacia adentro o hacia afuera del envase. La determinación de la permeabilidad de una película polimérica por lo general requiere la medida de un cambio en la presión del gas a través de la película. La diferencia de presión es causada por la transferencia de gas a través de la membrana de un lado de alta presión a un lado de baja presión y se necesitan equipos específicos. Aunque el principio es simple, estas mediciones son tediosas y requieren mucho tiempo e instrumentación costosa.

La Sociedad Americana para Pruebas de Materiales (ASTM) indica tres métodos para medir la transmisión de oxígeno a través de películas de plásticas, éstas son: el método manométrico (ASTM D 1434), el método de volumen (ASTM D1434) y el método de sensores coulométricos (ASTM D3985). Los dos primeros métodos utilizan las diferencias de presión absoluta. Estos métodos implican un flujo de una corriente de gas de oxígeno en un lado de la película y una corriente de nitrógeno, para llevar el gas de oxígeno al analizador, en el otro lado. Un sensor coulométrico, un sensor infrarrojo, un cromatógrafo de gases o un analizador de gas (Oxígeno, dióxido de carbono, etc.) suelen ser utilizado para determinar la cantidad de gas que permea la película. Estos métodos requieren para sus

medidas, mucho tiempo e instrumentación costosa; además, presentan inconvenientes cuando se requieren hacer determinaciones sobre películas comestibles, las cuales se pueden volver quebradizas cuando son sometidas a un flujo constante de oxígeno por un tiempo prolongado.

- 5 El sistema para determinar la permeabilidad a gases de películas poliméricas por medio de adquisición de imágenes, presenta las siguientes ventajas: reducción del tiempo de medida, las películas no son sometidas a flujo de oxígeno durante un tiempo prolongado, lo cual se eliminaría el problema de quiebre de las películas, además no se necesitan equipos costosos para analizar la cantidad de gas que atraviesa la película polimérica.
- 10 Esta invención consiste en un sistema para determinar la permeabilidad de gas conformado por un recipiente (A) que contiene el líquido, un generador de burbujas de gas, que consta de un cilindro que contiene el gas (G), un impulsor mecánico digital (E) que regula el caudal de gas e impulsa el embolo de la jeringa (F), un sistema de adquisición de imágenes, que consta de una cámara de alta resolución (C), luz (B) y un computador-programa (D), donde
- 15 se procesan las imágenes.
- Para realizar la determinación de permeabilidad de gas en películas, se pone un líquido en el recipiente A, este líquido debe presentar baja solubilidad con el gas a evaluar y no ser reactivo ni disolver la película. Después, se abre el cilindro de gas (G) para que comience a fluir por las conexiones el gas a utilizar. Seguidamente se enciende el sistema impulsor del
- 20 embolo de la jeringa para generar las burbujas del gas, el flujo del gas debe ser bastante bajo (aproximadamente 0,001 ml/min) para garantizar que se forme una burbuja uniforme. Una vez el sistema esté funcionando, se procede a colocar la película sobre el líquido. Se toman fotografías utilizando la cámara (C) cada determinado tiempo, el cual va a depender de la permeabilidad al gas que tenga las películas a evaluar. Las imágenes (fotografías) se
- 25 procesan utilizando el programa ImageJ, el cual permite determinar el volumen de la burbuja en los diferentes tiempos.

En particular, Ayranci y Tunc (2003, "A method for the measurement of the oxygen permeability and the development of edible films to reduce the rate of oxidative reactions in fresh foods". Food Chemistry, 80: 423-431) desarrollaron un método para determinar la permeabilidad al oxígeno en películas comestibles. El sistema se basa principalmente en el método estándar ASTM. La modificación consiste, en el análisis del O₂, el cual se fundamenta en el método analítico iodométrico. Ullsten y Hedenqvist (2003, "A new test method based on head space analysis to determine permeability to oxygen and carbon dioxide of flexible packaging". Polymer Testing, 22: 291-295), propusieron una técnica para determinar la permeabilidad de oxígeno y dióxido de carbono en envases flexibles. Esta técnica utiliza un analizador de gases de espacio de cabeza para determinar el contenido de O₂ (un sensor de cerámica) y CO₂ (un sensor de infrarrojos) en el interior de los envases. El instrumento fue modificado con un tubo y una aguja suplementaria para reciclar el gas al envase.

Mondal y col. (2007, "Determination of oxygen permeability of polymers using in-situ photo-generated heptacene". Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry, 192: 36-40) determinaron la permeabilidad al oxígeno en polímeros. El método se fundamenta en la relación que existe entre la desaparición del heptaceno debido a la oxidación por presencia de oxígeno. En la patente USNo.7.815.859, Kennedy y Erdori (2010, "Method and apparatus for determining the oxygen permeability of a polymer membrane".

<http://patft.uspto.gov/netacgi/nph->

[Parser?Sect1=PTO2&Sect2=HITOFF&p=1&u=%2Fnetacgi%2FPTO%2Fsearch-adv.htm&r=1&f=](http://patft.uspto.gov/netacgi/nph-Parser?Sect1=PTO2&Sect2=HITOFF&p=1&u=%2Fnetacgi%2FPTO%2Fsearch-adv.htm&r=1&f=)

[G&l=50&d=PALL&S1=20080233006&OS=20080233006&RS=20080233006](http://patft.uspto.gov/netacgi/nph-Parser?Sect1=PTO2&Sect2=HITOFF&p=1&u=%2Fnetacgi%2FPTO%2Fsearch-adv.htm&r=1&f=G&l=50&d=PALL&S1=20080233006&OS=20080233006&RS=20080233006)) de la Universidad de Akron, desarrollaron un equipo para medir la permeabilidad al oxígeno de una membrana polimérica, el equipo comprende: un compartimiento de donación de oxígeno, un compartimiento receptor de oxígeno, acoplado al compartimiento donador, un

sistema de soporte de la membrana polimérica, un medio para medir el transporte de oxígeno a través de la membrana del polímero, generación de los datos y determinación de la permeabilidad al oxígeno de la membrana de polímero.

5 Khoe y col. (2010, "Measurement of oxygen permeability of epoxy polymers". ACI Materials Journal, 138-146) propusieron una técnica que mejora y amplía el rango de medidas (espesores mayores) para la permeabilidad al oxígeno de películas. El nuevo método se basa en la norma ASTM y CSRIO. Los componentes básicos de este sistema se mantuvieron, es decir, la célula de difusión y los sensores, sin embargo, se hicieron modificaciones en el diseño de la célula de difusión para que se puedan realizar pruebas

10 con polímeros con mayores espesores, tales como polímeros reforzados con fibra. Por esta razón, tanto la célula de difusión y la cámara de difusión son ajustables. Se incorporó una técnica analítica para determinar los coeficientes de permeabilidad al oxígeno.

Chowdhury y col. (2010, "Measurement of oxygen diffusivity and permeability in polymers using fluorescence microscopy". Microscopy and Microanalysis, 16: 725-734) evaluaron un

15 método para determinar el coeficiente de difusión y la permeabilidad del oxígeno en diferentes polímeros (teflon, polidimetilsiloxano). Propusieron una técnica de microscopía de fluorescencia invertida, para superar la limitación que tienen algunos sensores de oxígeno en cuanto no siguen una linealidad de la ecuación de Stern-Volmer.

Shimoda y col. (2011, "Oxygen permeability measuring apparatus and method, and defect

20 inspection apparatus and method". United States Patent Application 20110244577. [http://appft1.uspto.gov/netacgi/nph-](http://appft1.uspto.gov/netacgi/nph-Parser?Sect1=PTO1&Sect2=HITOFF&d=PG01&p=1&u=/neta-)

Parser?Sect1=PTO1&Sect2=HITOFF&d=PG01&p=1&u=/neta-
html/PTO/srchnum.html&r=1&f=G&l=50&s1=20110244577), desarrollaron la patente

25 USNo.20110244577, en la cual presentan un equipo para determinar la permeabilidad al oxígeno en películas. Un contenedor es cargado con gas inerte y un compuesto quimioluminiscente, además es sellado con la película. Un sensor detecta los fotones

emitidos por el compuesto quimioluminiscente, con el fin de determinar la cantidad del oxígeno que penetra a través de la película de barrera.

Además, se han desarrollados diferentes métodos para determinar la concentración de oxígeno en envases, como lo reportan las patentes USNo.7.569.395 (Havens y col. 2009.

5 "Method and apparatus for measuring oxygen concentration".
<http://patft.uspto.gov/netacgi/nph->

[Parser?Sect2=PTO1&Sect2=HITOFF&p=1&u=/netahtml/PTO/search-bool.html&r=1&f=G&l=50&d=PALL&RefSrch=yes&Query=PN/7569395](http://patft.uspto.gov/netacgi/nph-Parser?Sect2=PTO1&Sect2=HITOFF&p=1&u=/netahtml/PTO/search-bool.html&r=1&f=G&l=50&d=PALL&RefSrch=yes&Query=PN/7569395)) y USNo.7.749.768 (Havens y Barmore, 2011. "Non-invasive method of determining oxygen concentration in a sealed package".

10 <http://patft.uspto.gov/netacgi/nph->

[Parser?Sect2=PTO1&Sect2=HITOFF&p=1&u=/netahtml/PTO/](http://patft.uspto.gov/netacgi/nph-Parser?Sect2=PTO1&Sect2=HITOFF&p=1&u=/netahtml/PTO/search-bool.html&r=1&f=G&l=50&d=PALL&RefSrch=yes&Query=PN/7749768) search-bool.html&r=1&f=G&l=50&d=PALL&RefSrch=yes&Query=PN/7749768), que se basan en la

exposición de un compuesto luminiscente en el interior del envase, el cual se expone a una luz con una longitud de onda que es absorbida por el compuesto luminiscente de manera
15 que el compuesto luminiscente es excitado. El compuesto luminiscente excitado emite una luz que se detecta por un sensor situado fuera del paquete. La intensidad de la luz emitida es inversamente proporcional a la concentración de oxígeno.

Aunque se han publicado diferentes estudios y patentes relacionadas con la determinación de la permeabilidad de gases en películas poliméricas, estas se han enfocado en buscar
20 alternativas a los sensores de los diferentes gases; sin embargo los equipos utilizados son costosos y no solucionan los otros inconvenientes que tienen estas determinaciones, como son: altos tiempos en las medidas, y en películas comestibles, exposición de estas a gases secos durante un tiempo prolongado, que hace que la película se vuelva quebradiza, se rompa durante el ensayo y ocasione perdidas relacionadas con el tiempo necesario para
25 acondicionar nuevamente el equipo.

Luego, existe la necesidad en el área de un método para determinar la permeabilidad a gases de películas poliméricas que no presente las dificultades o desventajas antes expuestas.

Breve Descripción de las Figuras

- 5 Figura 1. Muestra un diagrama esquemático del sistema para determinar la permeabilidad de gases en películas poliméricas.

Figura 2. Muestra las medidas determinadas a la burbuja de oxígeno, procesada por ImageJ.

Figura 3. Muestra el comportamiento del volumen de la burbuja en el tiempo

Descripción Detallada de la Invención

Esta invención consiste en un sistema y método para determinar la permeabilidad de gas (ver Figura 1) en películas, especialmente películas comestible, donde el sistema está conformado por un recipiente (A) que contiene el líquido, preferentemente agua, medios generadores de burbujas de gas, que consta de un cilindro que contiene el gas (G),
15 preferentemente oxígeno, un impulsor, preferentemente, un impulsor mecánico digital (E) que regula el caudal de gas e impulsa el embolo de la jeringa (F), un sistema de adquisición de imágenes, que consta de una cámara de alta resolución (C), luz (B), para lo cual se utiliza un medio de iluminación, preferentemente una ampolla de 60 W, y un medio para procesar las imágenes, preferentemente un computador-programa (D).

- 20 Para realizar la determinación de permeabilidad de gas (O_2 , CO_2 , N_2 , aire) en películas, se pone un líquido en el recipiente A, este líquido debe presentar baja solubilidad con el gas a evaluar y no ser reactivo ni disolver la película (por ejemplo Diodometano para la determinación de la permeabilidad de oxígeno en películas comestibles a base de almidón). Después, se abre el cilindro de gas (G) para que comience a fluir por las conexiones el gas
25 a utilizar. Seguidamente se enciende el sistema impulsor del embolo de la jeringa para generar las burbujas del gas, el flujo del gas debe ser bastante bajo (0,001 ml/min) para

garantizar que se forme una burbuja uniforme. Una vez que el sistema esté funcionando, se procede a colocar la película sobre el líquido. Se toman fotografías utilizando la cámara (C) cada determinado tiempo, el cual va a depender de la permeabilidad al gas que tenga las películas a evaluar. Las imágenes (fotografías) se procesan utilizando el programa ImageJ, el cual permite determinar el volumen de la burbuja en los diferentes tiempos. Para lo cual se determina los pixeles correspondientes al diámetro máximo de la burbuja, diámetro de contacto entre la burbuja y la película, y la altura de la burbuja. Estas medidas se convierten a mm o cm, de acuerdo a una escala obtenida tomándole una foto a una reglilla milimétrica. El volumen de la burbuja (V_b), el área de contacto entre la burbuja y la película (A_{bp}), la presión al interior de la burbuja (ΔP), la tasa de transmisión de gases (por ejemplo si es oxígeno, OTR) y la permeabilidad de la película (por ejemplo si es oxígeno OP), se obtienen utilizando las siguientes ecuaciones. Además el espesor (e) de las películas se determina por medio de un micrómetro digital.

$$V_b = \pi h^2 \left(R - \frac{h}{3} \right) \quad (1)$$

$$A_{bp} = \pi D_a^2 \quad (2)$$

$$\Delta P = \frac{2\gamma}{R} \quad (3)$$

$$OTR = \frac{\Delta V_b}{A_{bp} \Delta t} \quad (4)$$

$$OP = \frac{e * OTR}{\Delta P} \quad (5)$$

Donde R es el radio de la burbuja ($D_{\max}/2$), h la altura de la burbuja, D_a el diámetro del área de contacto entre la burbuja y la película (A_{bp}), γ es la tensión superficial del líquido, ΔV_b es el cambio de volumen de la burbuja en un intervalo de tiempo (Δt) a una presión, ósea es la

relación $\Delta V_b/\Delta t$ es la pendiente de la curva que resulta de graficar V_b vs t , y e es el espesor de la película.

Ejemplo de aplicación

Se determina la permeabilidad al oxígeno de una película comercial utilizada para almacenar
5 vegetales fresco. El procedimiento es el siguiente:

1. Se tomó una muestra de una película de forma cuadrada de un área aproximada de 4 cm^2 , y se colocó en el recipiente "A", el cual contiene agua, donde A es un compartimento de acrílico.
2. Se abrió el regulador del cilindro de oxígeno y se hizo circular éste gas durante 2
10 minutos para asegurar que se ha expulsado el aire que está contenido en la jeringa y las mangueras.
3. Se puso en funcionamiento el impulsor mecánico, el cual hace que se desplace el embolo de la jeringa, para generar un flujo de $0,001 \text{ ml/min}$, y asegurar una burbuja controlada.
- 15 4. Se enciende la lámpara de luz y se conectó la cámara, para enfocar la imagen de la burbuja de oxígeno generada. Una vez se tenga una buena imagen de la burbuja se tomaron fotografías de la burbuja cada 15 minutos, por un tiempo de 2 horas.
5. Una vez tomada las fotografías de las burbujas en los diferentes tiempos, se procede a tomar una fotografía de una reglilla milimétrica, para correlacionar los pixeles de la
20 fotografías de las burbujas con los pixeles de la reglilla, y así determinar el volumen de la burbuja en mm^3 y el área de contacto entre la burbuja y la película en mm^2 .
6. Los detalles de los cálculos se muestran a continuación.
- 6.1. En la figura 2 se muestra el diámetro máximo de la burbuja (D_{max}), la altura (h) y el diámetro del área (D_a) de contacto entre la burbuja y la película; los cuales son utilizados
25 para los cálculos del volumen de la burbuja en mm^3 y el área de contacto entre la burbuja y la película en mm^2 .

6.2. Los pixeles de las medidas obtenidas en la figura 3 se convierten a mm, mediante el uso de la escala obtenida con la reglilla milimétrica, que para este ejemplo corresponde a 5 mm son equivalentes a 489 pixeles.

6.3. El volumen de la burbuja de oxígeno se calcula de acuerdo con la ecuación 1 y el área de contacto entre la burbuja y la película, por la ecuación 2.

6.4. La presión al interior de la burbuja se determina utilizando la ecuación 3, teniendo en cuenta que la tensión superficial del líquido utilizado es $72,75 \times 10^{-3}$ N/m (agua).

6.5. La permeabilidad al oxígeno de la película para vegetales frescos, se calcula de acuerdo con la ecuación 4. La relación $\Delta V_b / \Delta t$ se determina al graficar V_b vs t , y calcular la pendiente de la curva. El resumen de los datos y cálculos se presentan en las Tablas 1. En la Figura 2 se muestra el ajuste a línea recta ($R^2=0,91$) de los datos de volumen de la burbuja en el tiempo, presentando una pendiente de $-5,0 \times 10^{-5}$ cm³/min, en donde reemplazando este valor (positivo, debido a que es una disminución del volumen en el tiempo) y el del A_{bp} promedio ($1,16527 \times 10^{-5}$ m²), se obtiene una OTR de 6180 cm³/m².día, el cual corresponde a el valor de OTR para este tipo de películas determinado por el método de ASTM que es de 6900 cm³/m².día, para una diferencia del 10%.

La película presenta un espesor de 30 μ m, y con una presión promedio de 71,06 Pa, reemplazando el valor de OTR en la ecuación 5, se obtiene OP= 2609,1 μ m cm³/(m².día. Pa)

Tabla 1. Resumen de la determinación de la permeabilidad al oxígeno en películas para frutas y vegetales frescos.

Tiempo, min	Dmax, pixeles	Dmax, mm	h, mm	Volumen, cm ³	D _{bp} , pixeles	D _{bp} , m	A _{bp} , m ²	Presión, Pa
0	441	4,51	1,574	1,3468 x 10 ⁻²	401	4,10E-3	1,3203 x 10 ⁻⁵	64,67
15	418	4,27	1,564	1,2400 x	390	3,99E-	1,2485 x	68,05

				10^{-2}		3	10^{-5}	
30	388	3,97	1,543	1,1000 x 10^{-2}	370	3,78E- 3	1,1240 x 10^{-5}	73,30
45	387	3,96	1,543	1,0963 x 10^{-2}	362	3,70E- 3	1,0758 x 10^{-5}	73,54
60	376	3,84	1,543	1,0403 x 10^{-2}	359	3,67E- 3	1,0578 x 10^{-5}	75,74

REIVINDICACIONES

1. Sistema para determinar la permeabilidad de una película a gases seleccionados de O₂, CO₂, N₂ o aire, mediante adquisición de imágenes, que comprende un recipiente (A) que contiene un líquido de baja solubilidad para el gas a determinar (O₂, CO₂, N₂ o aire) y no reactivo a dichos gases, medios generadores de burbujas de gas que constan de un cilindro que contiene el gas (G), un impulsor (E) que regula el caudal de gas e impulsa el embolo de la jeringa (F), un sistema de adquisición de imágenes, que consta de una cámara de alta resolución (C), luz (B), para lo cual se utiliza medio de iluminación, y un medio para procesar las imágenes (D).
2. El sistema de la reivindicación 1, en donde el recipiente (A) es un compartimento de acrílico.
3. El sistema de la reivindicación 2, en donde el líquido es agua o diyodometano.
4. El sistema de la reivindicación 1, en donde el gas (G) es oxígeno.
5. El sistema de la reivindicación 1, en donde el impulsor es un impulsor mecánico digital.
6. El sistema de la reivindicación 1, en donde el medio de iluminación es una ampolleta de 60 W.
7. El sistema de la reivindicación 1, en donde el medio para procesar imágenes es un computador programado para procesar imágenes.
8. El sistema de la reivindicación 1, en donde la película es una película polimérica.
9. El sistema de la reivindicación 8, en donde la película es una película polimérica comestible.
10. El sistema de la reivindicación 9, en donde la película es una película polimérica comestible en base a almidón.
11. Método para determinar la permeabilidad de gases seleccionados de O₂, CO₂, N₂ o aire, en una película, mediante adquisición de imágenes, que comprende :

- (a) poner un líquido de baja solubilidad para O_2 , CO_2 , N_2 o aire y no reactivo a dichos gases, en un recipiente, y dejar fluir el gas (G), generando burbujas uniformes en el líquido y colocando la película sobre el líquido;
- (b) tomar fotografías o imágenes por un rango de tiempo y frecuencia determinada y
5 con un medio de iluminación auxiliar;
- (c) procesar las fotografías o imágenes en un medio para procesar imágenes, y determinar el cambio de volumen de las burbujas a diferentes tiempos, donde el volumen de las burbujas se determina en base a los píxeles correspondientes al diámetro máximo de la burbuja (D_{max}), diámetro del área de contacto entre la burbuja y la película (A_{bp}) y la altura de
10 la burbuja (h),
- (d) correlacionar el número de píxeles con una unidad de medida de longitud determinada, y calcular el cambio de volumen de las burbujas del gas (ΔV_b), el área de contacto entre la burbuja y la película (A_{bp}), y la presión al interior de la burbuja (ΔP);
- (e) construir la relación lineal de variación de volumen de la burbuja en el tiempo y a
15 partir de la pendiente de dicha relación lineal, calcular la tasa de transmisión de gases (OTR), y luego, la permeabilidad al gas.
12. El método de la reivindicación 11, que en la etapa (a) el gas G fluye a 0,001 ml/min.
13. El método de la reivindicación 11, que en la etapa (b) el medio de iluminación es una ampolleta de 60 W.
- 20 14. El método de la reivindicación 11, en donde el rango de tiempo determinado de la etapa (b) dependerá de la permeabilidad del gas en la película.
15. El método de la reivindicación 14, en donde la etapa (b) comprende tomar fotografías de la burbuja cada 15 minutos por un tiempo de 2 horas, cuando el gas es oxígeno y la película es para vegetales frescos.
- 25 16. El método de la reivindicación 11, en donde el medio para procesar imágenes es un computador programado para procesar imágenes.

17. El método de la reivindicación 11, que en la etapa (d), las medidas de unidad de longitud son cm o mm.

18. El método de la reivindicación 17, en donde 489 píxeles corresponden a 5 mm.

1/2

Figura 1. D agrama esquem tico del sistema para determinar la permeabilidad de gases en pel culas polim ricas.

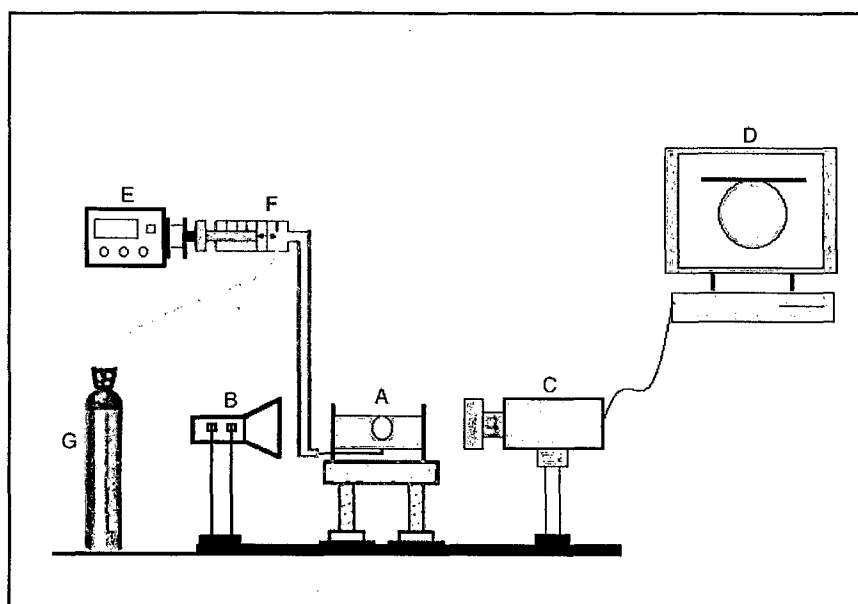
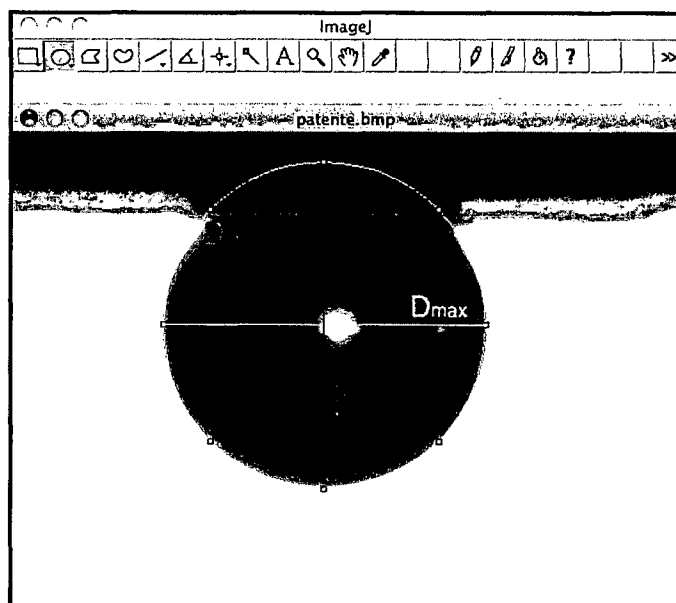


Figura 2. Medidas determinadas a la burbuja de ox geno, procesada por ImageJ.



2/2

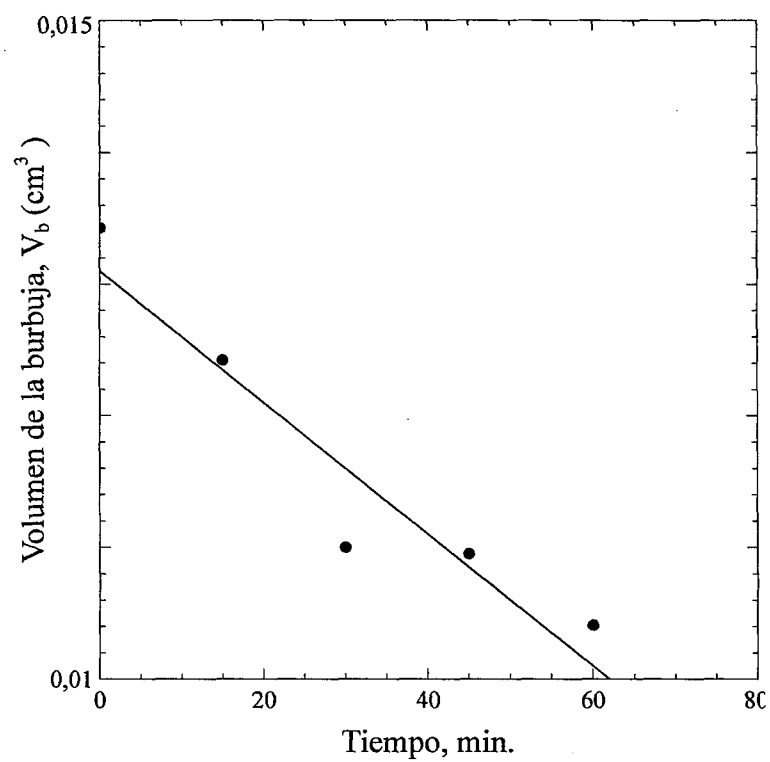


Figura 3. Comportamiento del volumen de la burbuja en el tiempo

INFORME DE BÚSQUEDA INTERNACIONAL

Solicitud internacional N°

PCT/CL2013/000022

A. CLASIFICACIÓN DEL OBJETO DE LA SOLICITUD

INV. G01N15/08

De acuerdo con la Clasificación Internacional de Patentes (CIP) o según la clasificación nacional y CIP.

B. SECTORES COMPRENDIDOS POR LA BÚSQUEDA

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

G01N

Otra documentación consultada, además de la documentación mínima, en la medida en que tales documentos formen parte de los sectores comprendidos por la búsqueda

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda internacional (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados) EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTOS CONSIDERADOS RELEVANTES

Categoría*	Documentos citados, con indicación, si procede, de las partes relevantes	Relevante para las reivindicaciones N°
X	MURUGANATHAN RAMANATHAN ET AL: "Foam Films as Thin Liquid Gas Separation Membranes", APPLIED MATERIALS & INTERFACES, 11 Febrero 2011 (2011-02-11), pages 633-637, XP002711973, DOI: 10.1021/am101126n todo el documento ----- -/--	1-18

☒ En la continuación del Recuadro C se relacionan otros documentos ☐ Los documentos de familias de patentes se indican en el Anexo

* Categorías especiales de documentos citados:	"T" documento ulterior publicado con posterioridad a la fecha de presentación internacional o de prioridad que no pertenece al estado de la técnica pertinente pero que se cita por permitir la comprensión del principio o teoría que constituye la base de la invención.
"A" documento que define el estado general de la técnica no considerado como particularmente relevante.	"X" documento particularmente relevante; la invención reivindicada no puede considerarse nueva o que implique una actividad inventiva por referencia al documento aisladamente considerado.
"E" solicitud de patente o patente anterior pero publicada en la fecha de presentación internacional o en fecha posterior.	"Y" documento particularmente relevante; la invención reivindicada no puede considerarse que implique una actividad inventiva cuando el documento se asocia a otro u otros documentos de la misma naturaleza, cuya combinación resulta evidente para un experto en la materia.
"L" documento que puede plantear dudas sobre una reivindicación de prioridad o que se cita para determinar la fecha de publicación de otra cita o por una razón especial (como la indicada).	"&" documento que forma parte de la misma familia de patentes.
"O" documento que se refiere a una divulgación oral, a una utilización, a una exposición o a cualquier otro medio.	
"P" documento publicado antes de la fecha de presentación internacional pero con posterioridad a la fecha de prioridad reivindicada.	

Fecha en que se ha concluido efectivamente la búsqueda internacional **29 Agosto de 2013** Fecha de expedición del informe de búsqueda internacional **11/09/2013**

Nombre y dirección postal de la Administración encargada de la búsqueda internacional European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016
N° de fax
Funcionario autorizado
Ruchaud, Nicolas
N° de teléfono

INFORME DE BÚSQUEDA INTERNACIONAL

Solicitud internacional N°

PCT/CL2013/000022

C (continuación). DOCUMENTOS CONSIDERADOS RELEVANTES		
Categoría*	Documentos citados, con indicación, si procede, de las partes relevantes	Relevante para las reivindicaciones N°
A	FARAJZADEH R ET AL: "Effect of gas type on foam film permeability and its implications for foam flow in porous media", ADVANCES IN COLLOID AND INTERFACE SCIENCE, vol. 168, no. 1, 24 Marzo 2011 (2011-03-24), paginas 71-78, XP028303186, ISSN: 0001-8686, DOI: 10.1016/J.CIS.2011.03.005 (Retirado en 24-03-211) resumo figura 3 paginas 73-74, parrafo "2, seccion Expeirimental pagina 76, tabla 2	1-18
A	----- D PLATIKANOV ET AL: "Phospholipid black foam films: dynamic contact angles and gas permeability of DMPC bilayer films", ADVANCES IN COLLOID AND INTERFACE SCIENCE, vol. 100-102, 1 Febrero 2003 (2003-02-01) paginas 185-203, XP055076891, ISSN: 0001-8686, DOI: 10.1016/S0001-8686(02)00057-X resumo figura 1 paginas 188-190, parrafo "3. Metodo experimental -----	1-18
A	GAËLLE ANDREATTA ET AL: "Gas Permeability in Polymer- and Surfactant-Stabilized Bubble Films", THE JOURNAL OF PHYSICAL CHEMISTRY B, vol. 110, no. 39, 1 Octubre 2006 (2006-10-01), paginas 19537-19542, XP055076854, ISSN: 1520-6106, DOI: 10.1021/jp063604j todo el documento	1-18
A	----- MARK A. BORDEN ET AL: "Oxygen Permeability of Fully Condensed Lipid Monolayers", THE JOURNAL OF PHYSICAL CHEMISTRY B, vol. 108, no. 19, 1 Mayo 2004 (2004-05-01), paginas 6009-6016, XP055076797, ISSN: 1520-6106, DOI: 10.1021/jp037815p resumo -----	1-18

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/CL2013/000022

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

INV. G01N15/08

ADD.

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

G01N

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	MURUGANATHAN RAMANATHAN ET AL: "Foam Films as Thin Liquid Gas Separation Membranes", APPLIED MATERIALS & INTERFACES, 11 February 2011 (2011-02-11), pages 633-637, XP002711973, DOI: 10.1021/am101126n the whole document ----- -/--	1-18



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

29 August 2013

Date of mailing of the international search report

11/09/2013

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Ruchaud, Nicolas

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/CL2013/000022

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	FARAJZADEH R ET AL: "Effect of gas type on foam film permeability and its implications for foam flow in porous media", ADVANCES IN COLLOID AND INTERFACE SCIENCE, vol. 168, no. 1, 24 March 2011 (2011-03-24), pages 71-78, XP028303186, ISSN: 0001-8686, DOI: 10.1016/J.CIS.2011.03.005 [retrieved on 2011-03-24] abstract figure 3 pages 73 - 74, paragraph "2. Experimental section" page 76, table 2	1-18
A	----- D PLATIKANOV ET AL: "Phospholipid black foam films: dynamic contact angles and gas permeability of DMPC bilayer films", ADVANCES IN COLLOID AND INTERFACE SCIENCE, vol. 100-102, 1 February 2003 (2003-02-01) , pages 185-203, XP055076891, ISSN: 0001-8686, DOI: 10.1016/S0001-8686(02)00057-X abstract figure 1 pages 188 - 190, paragraph "3. Experimental method"	1-18
A	----- GAËLLE ANDREATTA ET AL: "Gas Permeability in Polymer- and Surfactant-Stabilized Bubble Films", THE JOURNAL OF PHYSICAL CHEMISTRY B, vol. 110, no. 39, 1 October 2006 (2006-10-01), pages 19537-19542, XP055076854, ISSN: 1520-6106, DOI: 10.1021/jp063604j the whole document	1-18
A	----- MARK A. BORDEN ET AL: "Oxygen Permeability of Fully Condensed Lipid Monolayers", THE JOURNAL OF PHYSICAL CHEMISTRY B, vol. 108, no. 19, 1 May 2004 (2004-05-01), pages 6009-6016, XP055076797, ISSN: 1520-6106, DOI: 10.1021/jp037815p abstract -----	1-18