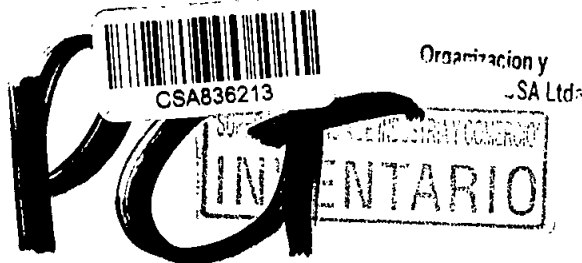


REPUBLICA DE COLOMBIA



PATENTE DE INVENCION

10-74358

EXPEDIENTE No. 10-74358

Contiene los documentos relativos a la solicitud de registro de:

Título: UN METODO PARA MONITOREAR LA ACTIVIDAD MICROBIOLOGICA EN VOLUMEN (TOTAL) EN CORRIENTES DE PROCESO.

Solicitante : NALCO COMPANY.

De ILLINOIS, USA.

Apoderado: MAURICIO JARAMILLO

Bogotá, D.C., Junio de 2010

76

1-06-2010

PETITO

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 10-074358-00000-0000

Fecha: 2010-06-21 16:13:02 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 145

FORMULARIO UNICO DE S
PC1

ENTRADA EN FASE NACIONAL

SOLICITUD DE :

☒ Patente de Invención.

☐ Patente de Modelo de Utilidad

☒ X

Capitulo I

☐ Capitulo II

OLICITANTE
(71)

Nombre: NALCO COMPANY
Dirección: 1601 W. Diehl Road
Naperville, IL 60563-1198
USA
Teléfono: _____ Fax: _____
E-Mail: _____
Domicilio: Estados Unidos de América

IDENTIFICACION

C.C. ☐ NIT ☐
C.E. ☐ Otro ☐
Número _____

REPRESENTANTE
APODERADO

Nombre: MAURICIO JARAMILLO CAMPUZANO
Dirección: Calle 67 No. 7 - 35 Oficina 1204 Bogotá D.C.,
Colombia
Teléfono: 3192900 Fax: 3210295
E-Mail: mjaramillo@gpzlegal.com

IDENTIFICACIÓN

C.C. ☒ NIT ☐
C.E. ☐ Otro ☐
Número 80.421.942 TP 74.555
C.S.J.

INVENTOR (ES)
(72)

Nombre: LAURA E. RICE
Dirección: 201 Chestnut Street
St. Charles, Illinois 60174
USA
Domicilio: Estados Unidos de América

C.C. ☐ NIT. ☐

PCT (86)

Solicitud internacional No.: PCT/US2008/084020 Fecha: 19/11/2008

Publicación Internacional No.: WO/2009/067504 Fecha: 28/05/2009

TITULO (54)

UN MÉTODO PARA MONITOREAR LA ACTIVIDAD MICROBIOLÓGICA EN VOLUMEN (TOTAL) EN CORRIENTES DE PROCESO

Clasificación Internacional (51) G01N 33/18 (2006.01)

Prioridad

SI

☒ X

NO

☐

(33) País de Origen

Estados Unidos de América

(32) Fecha

20/11/2007

(31) Número de Solicitud

11/943,162

Comprobante de pago No. _____

Fecha: _____

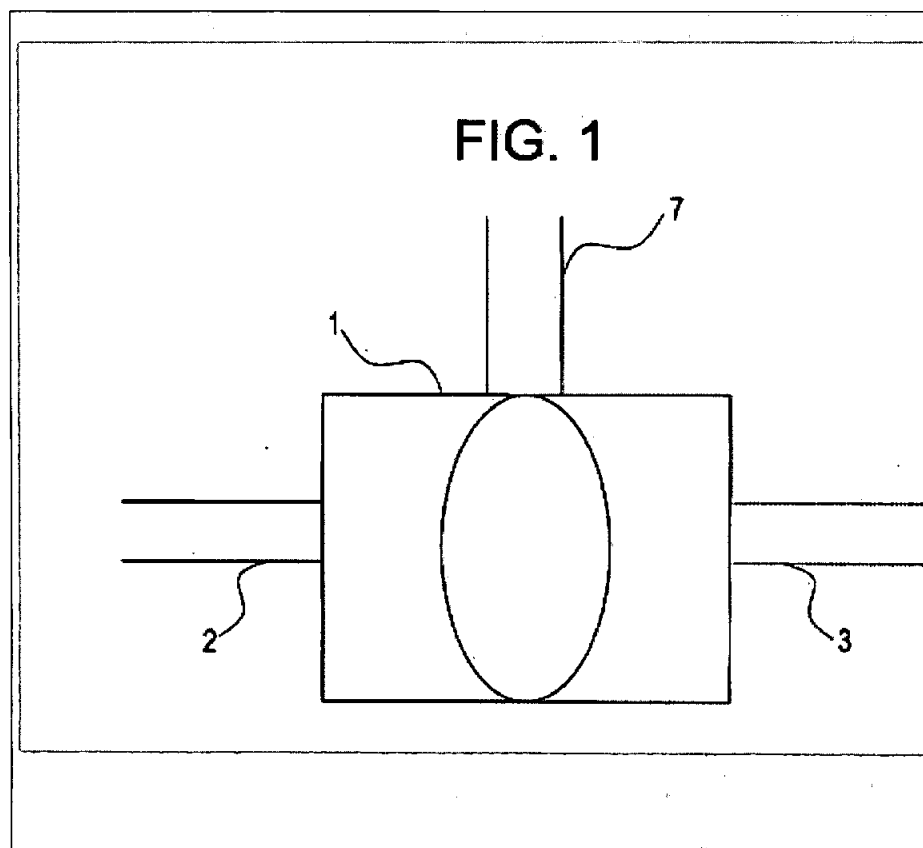
Instrucciones para el diligenciamiento del presente formulario, ver reverso de esta página.

⑩

Anexos

- ☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud
- ☒ Documento que acredita la existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona jurídica
- ☒ Poderes, si fuere el caso. Expediente No. 09-17594. Copia simple en adjunto.
- ☒ Documento de cesión del inventor al solicitante o a su causante
- ☐ Declaraciones
- ☒ Copia de la solicitud internacional (resumen, descripción, reivindicaciones, dibujos)
- ☒ Traducción simple de la primera solicitud, si se reivindica prioridad
- ☐ Copia del examen preliminar internacional efectuado por la Autoridad Internacional de Examen Preliminar (IPEA)
- ☐ Traducción del examen preliminar internacional efectuado por la IPEA
- ☐ De ser el caso, copia del contrato de acceso
- ☐ De ser el caso, documento que acredite la licencia o autorización de uso de conocimientos tradicionales de las comunidades indígenas
- ☐ De ser el caso, certificado de depósito del material biológico
- ☒ Arte final 12 x 12
- ☐ De ser el caso, información sobre otras solicitudes de patente o títulos en el extranjero por el mismo titular o su causante, relacionadas parcial o totalmente con la invención de esta solicitud
- ☐ De ser el caso, modificaciones efectuadas a la solicitud internacional

⑪

FIGURA CARACTERISTICA:

⑫

Solicito la concesión de la patente

NOMBRE: MAURICIO JARAMILLO CAMPUZANO

FIRMA:

C.C. 80.421.942 de Usaquén T.P. 74.555 C.S.J.

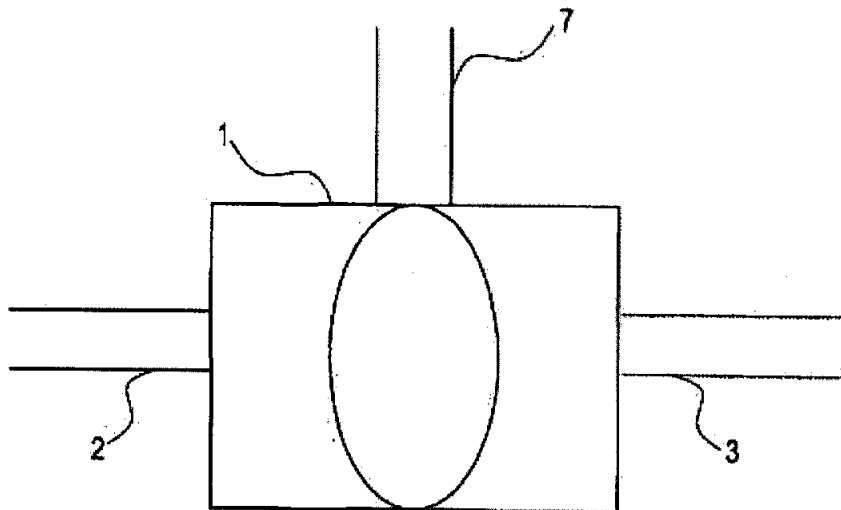
Instrucciones para el diligenciamiento del presente formulario, ver reverso de esta página.

 Industria y Comercio SUPERINTENDENCIA SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO DIVISION DE NUEVAS CREACIONES EXTRACTO PARA PUBLICACION SOLICITUD DE PATENTE DE INVENCION PCT	
(21) N. De solicitud :	(51) Int. Cl: G01N 33/18 (2006.01)
(22) Fecha de solicitud :	(71) Solicitante (s) Nalco Company
(30) Prioridad (31) No. Prioridad (32) Fecha 11/943,162 20.11.2007 US	(72) Inventor (es) Rice, Laura E.
(33) País Estados Unidos de América	(74) Apoderado: Mauricio Jaramillo Campuzano
(85) Fecha limite inicio fase nacional: 20/06/2010 (86) Datos relativos a la presentación de la solicitud PCT	(87) Publicación internacional
Fecha de presentación de la solicitud: 19/11/2008 No. De solicitud: PCT/US2008/084020	Fecha (dd/mm/aa): 28/05/2009 N. publicación: WO/2009/067504
(54) Título: UN MÉTODO PARA MONITOREAR LA ACTIVIDAD MICROBIOLÓGICA EN VOLUMEN (TOTAL) EN CORRIENTES DE PROCESO	

RESUMEN

Se describe un aparato y método para monitorear y controlar la actividad microbiológica en una corriente de proceso al medir el oxígeno disuelto.

FIG. 1



gómez-pinzón

PODER: POWER OF ATTORNEY	
Yo(nosotros), abajo firmado(s)/I (we), the undersigned <u>Nalco Company</u> Domiciliado(s) en / of <u>Naperville, Illinois USA</u>	
Por el presente nombro a: Mauricio Jaramillo Campuzano T.P. 74.555 and/or Paula Samper Salazar T.P. 56.190 and / or Patricia Arrazola Bustillo and/or José Luis Suarez Parra domiciliados en Bogotá, Colombia para que en obediencia a lo dispuesto por el parágrafo 1° del Artículo 543 del Código de Comercio, el primero como principal y los demás como suplentes, actúen en su orden, como mis (nuestros) representantes en todos los asuntos de propiedad industrial con facultad para recibir notificaciones y nombrar apoderados judiciales y extrajudiciales. El primer representante suplente reemplazará al principal en caso de ausencia o impedimento temporal o definitivo de aquél. Además, confiero (conferimos) poder a los abogados para obtener la protección de mi (nuestra) propiedad industrial y contra la competencia desleal, a cuyo efecto autorizo(amos) a los dichos apoderados para que me (os) representen ante cualesquiera entidades o personas ejerzan o no jurisdicción, especialmente ante las del orden administrativo, contencioso-administrativo y judicial, en todo lo concerniente a los siguientes asuntos: a) Obtención de patentes de invención, modelos de utilidad y diseños industriales; el registro de marcas de fábrica, colectivas, defensivas, de servicio, lemas comerciales, nombres comerciales, enseññas, denominaciones de origen, nombres de dominio, registros sanitarios, variedades vegetales y registros de todo tipo ante el ICA (Instituto Colombiano Agropecuario); su renovación, traspaso, cambio de nombre o domicilio, cancelación voluntaria, y el registro de licencias de uso de esos derechos; b) Las acciones de competencia desleal, acciones de infracciones, protección del consumidor, oposiciones, cancelación administrativa o judicial, nulidad, medidas cautelares, concesión de licencias, la tutela, la protección de secretos industriales, y en general los juicios civiles, penales, acciones administrativas o contencioso-administrativos relacionados con estos derechos; acciones y procesos que promovamos o se nos promuevan. Y para que en todos los asuntos arriba determinados, puedan sustituir este mandato, transigir, conciliar, admitir los hechos del proceso, desistir, cancelar, recibir, renunciar y ratificar los actos de agentes oficiosos.	In due compliance with the terms of paragraph 1st of article 543 of the Commercial Code, do hereby appoint Mauricio Jaramillo Campuzano T.P. 74.555 and/or Paula Samper Salazar T.P. 56.190 and / or Patricia Arrazola Bustillo and/or José Luis Suarez Parra domiciled at Bogotá, Colombia, the first as principal and the others as alternates, in the order of their appointment, as our representatives for all industrial property matters with faculty to receive notifications and to appoint attorneys in and out of the court. The first alternate shall replace the principal in case of his absence or temporal or definitive impediment. In addition, we grant a Power of Attorney to obtain protection of my (our) industrial property and against the unfair competition, for which purpose I (we) authorize the said attorneys to represent me (us) before any authorities or persons, with or without jurisdiction, especially those administrative, administrative contentious and judicial, in all matters concerning the following: a) Obtainment of patents, utility models and industrial designs; the registration of trademarks, collective, defensive and service marks, slogans, commercial names, trade emblems, denominations of origin, domain names, public health registrations, vegetal varieties and all kind of registrations before the ICA (Instituto Colombiano Agropecuario); its renewal, assignment, change of name or domicile, voluntary cancellation, and the registration of licenses of use of the above rights; b) Actions of unfair competition protection, to the consumer, oppositions, administrative or Court cancellation, nullity, infringement, custom procedures, granting of licenses, the action for writ mandamus, the protection of trade secrets, and in general the civil, penal and administrative suits relating to those rights; actions and suits instituted by me (us) or against me (us). And that in all the above matters they may substitute this Power of Attorney, compromise, ratify acts done by representatives without a power of attorney.
Dado y firmado hoy / Given and signed this <u>October 29, 2008</u> En/in <u>Naperville, Illinois USA</u> Por/by <u>Michael B. Martin</u> <i>bc</i> Firma /Signature Michael B. Martin, Chief IP Counsel	



SPRINGFIELD, ILLINOIS

APOSTILLE

(Convention de La Haye du 5 Octobre 1961)

1. Country: United States of America
This public document
2. has been signed by LIANA PODMAN
3. acting in the capacity of NOTARY PUBLIC, WILL COUNTY
4. bears the seal/stamp of STATE OF ILLINOIS

Certified

5. Springfield, Illinois
6. NOVEMBER 7, 2008
7. by the Secretary of State, State of Illinois
8. No. S08KL17115
9. Seal/Stamp:
10. Signature:



Jesse White

JESSE WHITE
SECRETARY OF STATE
STATE OF ILLINOIS

gómez-pinzón

NOTARIAL CERTIFICATION (CORPORATION)	CERTIFICACION NOTARIAL (PERSONAS JURIDICAS)
On this day appeared before me <u>Michael B. Martin</u>, who I know personally and who signed this document as representative of the corporation or company named <u>Nalco Company</u>, and certify that I have seen the documents that legally prove the following: 1. That the corporation or company was constituted and exist in accordance with the laws of <u>Delaware, USA</u> 2. That the domicile of said corporation or company is <u>Naperville, Illinois USA</u> 3. That the corporation is developing its corporate or company activities. 4. That <u>Mr. Michael B. Martin</u> (Mrs.) is authorized to grant the present power of attorney <u>[Signature]</u> Signed/firmado Dated : day/día <u>29</u> moth/mes <u>October</u> year/año <u>2008</u> . City/ciudad: <u>Naperville, Illinois</u> Country/ País <u>USA</u>	En el día de hoy se presentó ante mi el Señor (a) _____ a quien conozco personalmente y que firma éste documento en representación de la compañía denominada _____, y certifico que he revisado los documentos que legalmente prueban lo siguiente: 1. Que la compañía fue constituida y existe de acuerdo con las leyes de: _____ 2. Que el domicilio de esta compañía es: _____ 3. Que la compañía desarrolla actualmente su objeto social. 4. Que el Señor(a) _____ está autorizado para otorgar este poder



TRADUCCIÓN OFICIAL DE UN DOCUMENTO ESCRITO EN INGLÉS. PARA SU IDENTIFICACIÓN SE SELLA CON EL SELLO DE MARIANA LONDOÑO MEJÍA, TRADUCTORA E INTÉRPRETE OFICIAL SEGÚN CERTIFICADO DE IDONEIDAD PROFESIONAL No. 0264 DE AGOSTO 18 DE 2008.

ESTADO DE ILLINOIS
SECRETARIO DE ESTADO

SPRINGFIELD, ILLINOIS

APOSTILLA

(Convención de La Haya del 5 de Octubre de 1961)

1. País: Estados Unidos de América

Este documento publico

2. ha sido firmado por LIANA PODMAN

3. actuando en su condición de NOTARIO PÚBLICO, CONDADO DE W

4. porta el sello/estampilla del ESTADO DE ILLINOIS

Certificado

5. en Springfield, Illinois

6. el 7 DE NOVIEMBRE DE 2008

7. por el Secretario de Estado, Estado de Illinois

8. No. S08KL17115

9. Sello/Estampilla:
Sello del Estado de Illinois

10. Firma:
(firmado)
JESSE WHITE
SECRETARIO DE ESTADO
ESTADO DE ILLINOIS

MINISTERIO DE
RELACIONES EXTERIORES
2008 NOV 25 8:24
JEFE DE LEGALIZACIONES
BOGOTÁ D.C.
NO SE ASUME
RESPONSABILIDAD
DEL TEXTO
846088
CURA FIEL A LA FOTOCOPIA
DOCUMENTO DESDEPEÑA
AS FIRMAS INDICADAS

HASTA AQUÍ LA TRADUCCIÓN

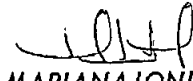
ESTA ES UNA TRADUCCIÓN FIEL Y COMPLETA DE UN DOCUMENTO DENOMINADO "APOSTILLA", ORIGINALMENTE EN INGLÉS, REALIZADA EN BOGOTÁ EL 24 DE NOVIEMBRE DE 2008 POR MARIANA LONDOÑO MEJÍA, TRADUCTORA E INTÉRPRETE OFICIAL SEGÚN CERTIFICADO DE IDONEIDAD PROFESIONAL No. 0264 DEL 18 DE AGOSTO DE 2008.

MARIANA LONDOÑO MEJIA
TRADUCTORA E INTERPRETE OFICIAL
CERT. DE IDONEIDAD PROFESIONAL
No. 0264 DE AGOSTO 18 DE 2008

TRADUCCIÓN OFICIAL DE UN DOCUMENTO ESCRITO EN INGLÉS. PARA SU IDENTIFICACIÓN SE SELLA CON EL SELLO DE MARIANA LONDOÑO MEJÍA, TRADUCTORA E INTÉRPRETE OFICIAL SEGÚN CERTIFICADO DE IDONEIDAD PROFESIONAL NO. 0264 DE AGOSTO 18 DE 2008.

GÓMEZ – PINZÓN
ASEMARCAS

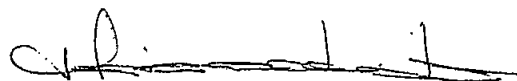
NOTARIAL CERTIFICATION (CORPORATION)	CERTIFICACIÓN NOTARIAL (PERSONAS JURÍDICAS)
On this day appeared before me <u>Michael B. Martin</u>, who I know personally and who signed this document as representative of the corporation or company named <u>Nalco Company</u>, and certify that I have seen the documents that legally prove the following: 1. That the corporation or company was constituted and exists in accordance with the laws of <u>Delaware, USA</u>. 2. That the domicile of said corporation or company is <u>Naperville, Illinois USA</u>. 3. That the corporation is developing its corporate or company activities. 4. That Mr. (Mrs.) <u>Michael B. Martin</u> is authorized to grant the present power of attorney.	En el día de hoy se presentó ante mi el Señor(a) <u>Michael B. Martin</u> a quien conozco personalmente y que firma éste documento en representación de la compañía denominada <u>Nalco Company</u>, y certifico que he revisado los documentos que legalmente prueban lo siguiente: 1. Que la compañía fue consituida y existe de acuerdo con las leyes de <u>Delaware, EEUU</u>. 2. Que el domicilio de esta compañía es <u>Naperville, Illinois EEUU</u>. 3. Que la compañía desarrolla actualmente su objeto social. 4. Que el Señor(a) <u>Michael B. Martin</u> está autorizado para otorgar este poder.
(Firma: Liana Podman) Signed/firmado Dated/Fecha: day/día <u>29</u> month/mes <u>October/Octubre</u> year/año <u>2008</u>. City/ciudad: <u>Napperville, Illinois</u>. Country/País: <u>USA / EEUU</u>	


MARIANA LONDOÑO MEJIA
TRADUCTORA E INTERPRETE OFICIAL
CERT. DE IDONEIDAD PROFESIONAL
No. 0264 DE AGOSTO 18 DE 2008

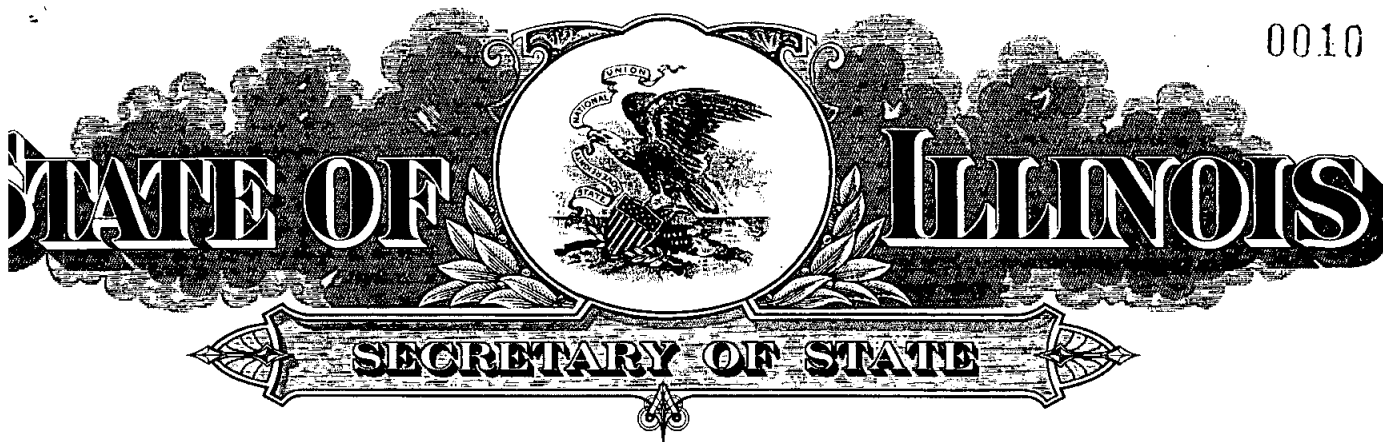
Sellado: Liana Podman
Mi Comisión Expira
Septiembre 19 de 2009
Notario Público
Sello Oficial
Estado de Illinois

HASTA AQUÍ LA TRADUCCIÓN

ESTA ES UNA TRADUCCIÓN FIEL Y COMPLETA DE UN DOCUMENTO DENOMINADO "CERTIFICACIÓN NOTARIAL", ORIGINALMENTE EN INGLÉS, REALIZADA EN BOGOTÁ, EL 24 DE NOVIEMBRE DE 2008 POR MARIANA LONDOÑO MEJÍA, TRADUCTORA E INTÉRPRETE OFICIAL SEGÚN CERTIFICADO DE IDONEIDAD PROFESIONAL No. 0264 DEL 18 DE AGOSTO DE 2008.



MARIANA LONDOÑO MEJÍA
TRADUCTORA E INTERPRETE OFICIAL
CERT. DE IDONEIDAD PROFESIONAL
No. 0264 DE AGOSTO 18 DE 2008



SPRINGFIELD, ILLINOIS

APOSTILLE
APOSTILLE

(Convention de La Haye du 5 Octobre 1961)

1. Country: United States of America

This public document

2. has been signed by LILANA PODMAN

3. acting in the capacity of NOTARY PUBLIC, WILL COUNTY

4. bears the seal/stamp of STATE OF ILLINOIS

Certified

5. Chicago, Illinois

6. MAY 4, 2010

7. by the Secretary of State, State of Illinois

8. No. C10SPR16833

9. Seal/Stamp:

10. Signature:



Jesse White

JESSE WHITE
SECRETARY OF STATE
STATE OF ILLINOIS



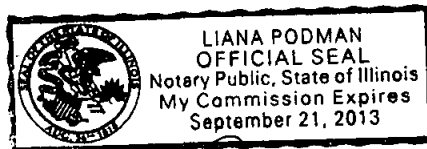
GÓMEZ-PINZÓN ZULETA

0011

ASEMARCAS

DOCUMENTO DE TRASPASO	ASSIGNMENT DOCUMENT
Yo, (nosotros), abajo firmado (s)	I (we), the undersigned:
Domiciliado (s) en	Laura E. RICE
Aquí llamado(s) CEDENTE, propietario (s) de los siguientes derechos de propiedad intelectual:	Domiciled at: 201 Chestnut Street, St. Charles, Illinois 60174, USA
A METHOD OF MONITORING BULK (TOTAL) MICROBIOLOGICAL ACTIVITY IN PROCESS STREAMS/UN MÉTODO PARA MONITOREAR LA ACTIVIDAD MICROBIOLÓGICA EN VOLUMEN (TOTAL) EN CORRIENTES DE PROCESO	
declara(n) por el presente instrumento que cede(n) dicha invención a: NALCO COMPANY	Declares by this document that assigns the mentioned invention to: NALCO COMPANY
sociedad organizada y existente bajo las leyes de: US	A corporation organized and existent under the laws of US
domiciliada en 1601 W. Diehl Road, Naperville, Illinois 60563-1198, USA	and domiciled in 1601 W. Diehl Road, Naperville, Illinois 60563-1198, USA
(aquí llamada la CESIONARIA). Por el presente acto, la CESIONARIA acepta dicho traspaso.	Which in this document will be called the ASSIGNEE. The ASSIGNEE accepts the said assignment.
Dado y firmado hoy	Given and signed this (date)
_____	<u>April 19, 2010</u>
en	In (location)
_____	<u>Naperville, Illinois USA</u>

Cedente / Assignor



Liana Podman
April, 19, 2010

Cesionario / Assignee

[Signature]

Stephen N. Landsman, Vice President

**UN MÉTODO PARA MONITOREAR LA ACTIVIDAD MICROBIOLÓGICA EN
VOLUMEN (TOTAL) EN CORRIENTES DE PROCESO**

REFERENCIA CRUZADA A LA SOLICITUD RELACIONADA

5 Esta solicitud es una continuación en parte de la solicitud pendiente de E.U. serie No. 11/675,726 presentada en Febrero 16 de 2007, que se incorpora en la presente mediante la referencia.

CAMPO DE LA INVENCION

10 Esta invención se refiere a un aparato para monitorear la actividad microbiológica en corrientes de proceso y a un método para monitorear la actividad microbiológica en corrientes de proceso.

ANTECEDENTES

15 El crecimiento microbiano en sistemas comerciales de aguas puede conducir al deterioro y a la bioincrustación en la superficie. Si el crecimiento no se controla adecuadamente, el deterioro puede conducir a olores desagradables y a la función reducida de los aditivos (e.g.,
20 los microorganismos pueden producir catalasa que el peróxido de hidrógeno utiliza para mejorar la brillantez y puede producir celulasas que pueden impactar la resistencia de la fibra). Si no se controla adecuadamente la bioincrustación en la superficie, las biopelículas resultantes pueden
25 interferir con el intercambio térmico y, en el caso de

sistemas para fabricar papel, las biopelículas pueden crear la necesidad de retardar el proceso de fabricación, de interrumpir el proceso para limpiar estos depósitos de las superficies o pueden desprenderse de las superficies ocasionando orificios o manchas en el producto de papel o cartón terminado. En consecuencia, tales aguas se tratan con biocidas para controlar el crecimiento microbiano y evitar los problemas relacionados.

Debido a que el deterioro y la formación de biopelículas contribuyen a diferentes problemas en sistemas industriales de aguas y a que las bacterias de plancton y sésiles responden de manera diferente a las medidas de biocontrol, existe la necesidad de monitorear el impacto de los programas de biocontrol en estos diferentes modos de crecimiento microbiano.

Las técnicas estándar típicamente utilizadas para monitorear tales sistemas de agua incluyen técnicas estándar de recuento en placa. Estas técnicas requieren largos períodos de incubación y no proporcionan una información adecuada para el control pro-activo y la prevención de problemas relacionados al crecimiento microbiano. Más recientemente, se han utilizado mediciones de trifosfato de adenosina (ATP) como un medio de control pro-activo. Sin embargo, los reactivos son costosos y se muestrean pequeños volúmenes de grandes sistemas de agua. La recolección de

datos es también infrecuente, lo que conduce a vacíos significativos en los datos. En consecuencia, este procedimiento proporciona una información limitada acerca del estado de los microorganismos en el sistema de interés.

5 Además, estos procedimientos se utilizan típicamente para monitorear bacterias de plancton. Aunque en algunos casos, las superficies pueden limpiarse y analizarse a fin de cuantificar las bacterias de la biopelícula. Estos procedimientos son muy tediosos y tardados.

10 Se han utilizado sondas de oxígeno disuelto (OD) para medir la actividad microbiana en fluidos, dado que se sabe bien que la actividad microbiana y el metabolismo aeróbico conducen a una disminución en las concentraciones de oxígeno disuelto. Las Patentes de E.U. Nos. 5,190,728 y
15 5,282,537 expedidas para Robertson et al., describen un método y aparato para monitorear la bioincrustación en aguas comerciales utilizando mediciones de DO. Sin embargo, el procedimiento requiere el uso de adiciones de nutrientes para diferenciar la incrustación biológica de la no biológica y no
20 se menciona cómo se reemplaza la sonda para mediciones posteriores después de que se ha ensuciado la superficie de la sonda. Además, el procedimiento descrito requiere un medio para suministrar oxígeno de manera continua.

La sonda electroquímica estándar de OD tipo Clark
25 tiene muchas limitaciones tales como: interferencias químicas

(H₂D, pH, CO₂, NH₃, SO₄, Cl⁻, Cl₂, ClO₂, MeOH, EtOH y varias especies iónicas), frecuente calibración y reemplazo de membranas, respuestas lentas y lecturas desplazadas, choque térmico, y requerimientos de alto flujo a través de las
5 membranas. Un nuevo tipo de sonda de oxígeno disuelto, que recientemente se ha vuelto comercialmente disponible por varias compañías, (e.g., HACH, Loveland, CO), casi supera todas estas limitaciones de manera que el OD puede medirse en línea en aguas de proceso. Esta nueva sonda OD (LOD) se basa
10 en la disminución de la fluorescencia durante el tiempo de vida, en donde la presencia del oxígeno acorta el tiempo de vida de la fluorescencia de un fluoróforo excitado. El fluoróforo se inmoviliza en una película en la superficie del detector y se proporciona la excitación con un LED azul.

15 Las Patentes de E.U. Nos, 5,698,412 y 5,856,119, ambas expedidas para Lee et al., describen un método para monitorear y controlar la actividad biológica en fluidos en los cuales se mide el OD en combinación con el pH para medir las transiciones en el comportamiento metabólico
20 específicamente relacionado con el agotamiento del nutriente/sustrato.

Permanece la necesidad de métodos confiables y convenientes para monitorear bacterias de plancton y biopelícula en aguas comerciales que aseguren que los
25 programas de biocontrol controlen adecuadamente el deterioro

y las biopelículas problemáticas. Estos métodos deben ser sin reactivos para permitir la medición de la actividad microbiana en condiciones representativas de las existentes en el medio ambiente (mínima modificación). Estos métodos
5 deben ser automatizados y deben permitir el control remoto del monitor, el acceso remoto a los datos y el control remoto o automatizado de la retroalimentación de los programas de biocontrol. Idealmente, estos métodos diferenciarían la actividad microbiana sobre la superficie de la actividad de
10 aguas en volumen a fin de asegurar que los programas de biocontrol se dirijan adecuadamente a los retos incrementados que se enfrentan típicamente cuando se trata de controlar microorganismos en biopelículas. Además, estos métodos proporcionarían información acerca de la naturaleza de los
15 depósitos (biológica o no biológica) para asegurar que se apliquen las medidas de control apropiadas.

SUMARIO DE LA INVENCION

La presente invención proporciona un aparato para medir la actividad microbiológica en una corriente de
20 proceso, que comprende: (a) una célula de flujo que contiene una pluralidad de aberturas, en donde al menos una abertura es una entrada de la célula de flujo para el fluido extraído de dicha corriente de proceso y al menos una abertura es una salida de la célula de flujo para el fluido que sale de dicha
25 célula de flujo; (b) una sonda OD acoplada a una de dichas

aberturas; (c) opcionalmente, una sonda ORP (Potencial de Oxidación-Reducción) acoplada a una de dichas aberturas; (d) un dispositivo de limpieza acoplado a una de dichas aberturas; (e) opcionalmente, un primer conducto acoplado a la entrada de la célula de flujo; (f) opcionalmente, un segundo conducto acoplado a la salida de la célula de flujo; y (g) opcionalmente, una válvula asociada a dicha célula de flujo.

La presente invención proporciona también un método para monitorear la actividad de aguas microbiológicas en volumen (total) en una corriente de proceso, que comprende: (a) conectar un aparato a una corriente de proceso, en donde dicho aparato comprende una célula de flujo que contiene una pluralidad de aberturas, en donde al menos una abertura es una entrada de la célula de flujo para el fluido extraído de dicha corriente de proceso y al menos una abertura es una salida de la célula de flujo para el fluido que sale de dicha célula de flujo, una sonda OD acoplada a una de dichas aberturas, opcionalmente, una sonda ORP acoplada a una de dichas aberturas, opcionalmente, un dispositivo de limpieza acoplado a una de dichas aberturas, opcionalmente, un primer conducto acoplado a la entrada de la célula de flujo, opcionalmente, un segundo conducto acoplado a la salida de la célula de flujo, y una válvula asociada a dicha célula de flujo; (b) extraer el fluido de dicha corriente de proceso

hacia dicha célula de flujo; (c) abrir la válvula de dicho aparato para permitir la extracción del fluido hacia dicha célula de flujo; (d) medir, al menos una vez, la concentración de OD de dicha corriente de proceso con dicha sonda OD, y en donde, antes de cada medición, se limpia la superficie de dicha sonda OD; (e) cerrar la válvula del aparato para evitar que el fluido se extraiga hacia dicha célula de flujo; (f) medir, al menos una vez, la concentración de OD del fluido dentro del aparato con dicha sonda OD y en donde, antes de cada medición, se limpia la superficie de la sonda OD; (g) calcular una lectura de OD Δ entre la etapa (d) y la etapa (f); y (h) correlacionar al menos dicho valor de OD Δ en la etapa (g) con la actividad microbiológica en volumen (total) en dicha corriente de proceso.

La presente invención proporciona también un método para medir la actividad microbiológica asociada a la superficie en una corriente de proceso, que comprende: (a) conectar un aparato a una corriente de proceso, en donde dicho aparato comprende una célula de flujo que contiene una pluralidad de aberturas, en donde al menos una abertura es una entrada de la célula de flujo para el fluido extraído de dicha corriente de proceso y al menos una abertura es una salida de la célula de flujo para el fluido que sale de dicha célula de flujo, una sonda OD acoplada a una de dichas

aberturas, opcionalmente, una sonda ORP acoplada a una de
dichas aberturas, opcionalmente, un dispositivo de limpieza
acoplado a una de dichas aberturas, opcionalmente, un primer
conducto acoplado a la entrada de la célula de flujo,
5 opcionalmente, un segundo conducto acoplado a la salida de la
célula de flujo, y, opcionalmente, una válvula asociada a
dicha célula de flujo; (b) extraer el fluido de dicha
corriente de proceso hacia dicha célula de flujo; (c) abrir
la válvula de dicho aparato para permitir la extracción del
10 fluido hacia dicha célula de flujo; (d) medir, al menos una
vez, la concentración de OD de dicha corriente de proceso con
dicha sonda OD, y en donde dicha sonda OD no se limpia antes
de cada medición; (e) limpiar a superficie de dicha sonda OD;
(f) medir, al menos una vez, la concentración de OD del
15 fluido dentro de dicho aparato con dicha sonda OD y,
opcionalmente, en donde antes de cada medición, se limpia la
superficie de dicha sonda OD; (g) calcular una lectura de OD
 Δ entre la etapa (d) y la etapa (f); y (h) correlacionar al
menos dicho valor de OD Δ en la etapa (g) con la actividad
20 microbiológica asociada a la superficie.

La presente invención proporciona además un método
para monitorear tanto la actividad microbiológica en volumen
(total) como la actividad microbiológica asociada a la
superficie.

25

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

La Figura 1 muestra una esquemática de un aparato que contiene una célula de flujo, una sonda OD, un dispositivo de limpieza y, opcionalmente una sonda ORP.

La Figura 2 muestra una esquemática de un aparato
5 instalado en una placa posterior dentro de un alojamiento, en donde el aparato contiene una célula de flujo, una sonda OD, una sonda ORP, un dispositivo de limpieza con un solenoide de escobilla, un primer conducto, un segundo conducto y una válvula.

10 La Figura 3 muestra una esquemática de un aparato que contiene una sonda OD, una sonda ORP y un dispositivo de limpieza.

La Figura 4 muestra una esquemática de un aparato que contiene una célula de flujo, una sonda ORP, una sonda OD
15 y un dispositivo de limpieza que contiene una pala de escobilla.

La Figura 5 muestra una esquemática de una célula de flujo y un miembro utilizado para incrementar el área de superficie.

20 La Figura 6 muestra los datos recolectados en una fábrica de papel que conciernen a la actividad microbiológica en volumen (total) y a la bioincrustación en la superficie.

La Figura 7 muestra los datos recolectados en una fábrica de papel que conciernen a la actividad microbiológica
25 en volumen (total) y a la bioincrustación en la superficie.

La Figura 8 muestra un diagrama de flujo para monitorear la actividad microbiológica en volumen y/o la actividad microbiológica asociada a la superficie.

La Figura 9 ilustra una modalidad de la invención reivindicada, en donde existe una célula de flujo asociada con una sonda OD, una sonda ORP y un dispositivo de limpieza.

La Figura 10 ilustra una modalidad de la invención reivindicada, en donde existe un OFM y una célula de flujo asociada con una sonda OD, una sonda ORP y un dispositivo de limpieza.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

Definiciones de Términos:

"DO" significa oxígeno disuelto.

"Sonda de DO" incluye cualquier tipo de sonda que pueda medir el oxígeno disuelto. Preferentemente, la sonda OD es una sonda de oxígeno disuelto luminiscente.

"LDO" significa oxígeno disuelto luminiscente. Las sondas de LDO miden el oxígeno disuelto en base a la disminución de la fluorescencia durante el tiempo de vida cuando la presencia de oxígeno acorta el tiempo de vida de la fluorescencia de un fluoróforo excitado. El fluoróforo se inmoviliza en una película en la superficie del detector y la excitación se proporciona con un LED azul (diodo emisor de luz). Las sondas de LDO se encuentran disponibles de Hach Company, Loveland, CO. Las sondas tienen comúnmente una

cabeza de detector que toma la medición.

"ORP" significa potencial de reducción de oxidación. Una sonda ORP se encuentra disponible de Walchem Corporation, Holliston, MA.

5 "REDOX" se refiere al estado de oxidación-reducción.

"OFM" significa un monitor de bioincrustación óptica. Puede utilizarse cualquier bioincrustación óptica adecuada para el proceso particular que va a monitorearse.
10 Esto incluye cualquier monitor de deposición general tal como un microbalance de cristal de cuarzo.

"Válvula" se refiere a cualquier dispositivo que regula el flujo de un fluido.

"Dispositivo de limpieza" es cualquier dispositivo
15 capaz de limpiar una superficie, e.g., la superficie de una sonda OD y/o la superficie de una sonda ORP.

"Flujo de proceso" incluye cualquier fluido en un proceso industrial, e.g., un fluido tomado de un conducto en un proceso de fabricación de papel y el fluido de una caja de
20 alimentación en un proceso de fabricación de papel.

Modalidades Preferidas:

La actividad microbiana en corrientes de proceso puede medirse indirectamente monitoreando el consumo del oxígeno disuelto debido a que el consumo de oxígeno disuelto
25 se encuentra directamente relacionado con la cantidad de ATP

que produce una célula bajo condiciones de respiración aeróbica y la cantidad de ATP que produce una célula puede correlacionarse con el nivel de actividad microbiana en dichos corrientes de proceso. Los métodos descritos en esta
5 invención no son adecuados para corrientes de proceso con bajos niveles de OD en donde la respiración aeróbica no es la trayectoria principal de generación de energía en células microbianas.

Las mediciones de OD recolectadas de una corriente
10 de proceso deben convertirse en saturación porcentual utilizando los valores de presión, temperatura y salinidad de la corriente de proceso. Esto ayuda a normalizar los datos en base a las fluctuaciones del proceso en estos parámetros. La corrección de la temperatura es especialmente importante,
15 dado que la temperatura de la corriente de proceso que se analiza caerá de 1 a 10 grados Celsius durante las condiciones de paro del flujo, lo cual ocurre cuando el fluido ya no se extrae hacia una célula de flujo.

Para mejorar la integridad de la correlación entre
20 el consumo de oxígeno disuelto y la actividad microbiológica, el estado REDOX del fluido de proceso tiene que ser oxidante de tal manera que el consumo de oxígeno no sea el resultado de procesos químicos de oxidación. Factores tales como el pH influirán en el estado REDOX de las aguas del proceso. Bajo
25 condiciones de alto pH, por ejemplo las aguas del proceso que

tienen un pH mayor que 9.5, puede ocasionarse la oxidación de los materiales orgánicos en los fluidos del proceso incluso a elevadas condiciones REDOX.

En consecuencia, preferentemente el ORP de la corriente de proceso debe medirse en conjunción con la concentración de OD para asegurar que el consumo de oxígeno disuelto se encuentra relacionado principalmente a la actividad microbiológica y no a la química de la corriente de proceso.

10

A. APARATO

Se ha desarrollado un aparato para medir de manera práctica el oxígeno disuelto en corrientes de proceso. Otros dispositivos analíticos pueden encontrarse asociados con este aparato, e.g., una sonda ORP.

15

Como se muestra en la Figura 1, el aparato contiene una célula de flujo (1); una sonda OD (2); opcionalmente, una sonda ORP (3); y un dispositivo de limpieza (7).

La célula de flujo (1) tiene una pluralidad de aberturas. Estas aberturas sirven para permitir que fluya el fluido a través de la célula de flujo (1). El tamaño y la forma de las aberturas pueden variar; en particular, debe tomarse en cuenta el tipo de flujo de proceso.

La Figura 3 muestra que la célula de flujo (1) contiene una entrada (13) y una salida (14). El diámetro de las aberturas debe ser de un tamaño suficiente para permitir

que el fluido de una corriente de proceso fluya fácilmente a través de la célula de flujo (1) y para evitar el taponamiento de la célula de flujo (1) y la bioincrustación no biológica de las superficies tanto de la sonda OD (2) como de la sonda ORP (3). En consecuencia, el diámetro de la célula de flujo (1) dependerá de muchos factores, e.g., el tipo de flujo de proceso.

Las aberturas de la célula de flujo sirven también para permitir que se acoplen a la célula de flujo varios dispositivos tales como una sonda OD (2), una sonda ORP (3) y/o un dispositivo de limpieza (7), de manera que puedan tomarse una o más mediciones de una corriente de proceso. Otros aparatos, tales como un medidor de pH, pueden asociarse con la célula de flujo.

En particular, la sonda OD (2) y/o la sonda ORP (3) se encuentran en comunicación con la célula de flujo (1).

En una modalidad, la sonda OD (2) y la sonda ORP (3) se acoplan a la célula de flujo. Las sondas pueden acoplarse a una de las aberturas de la célula de flujo (1) de varias maneras conocidas por el de experiencia ordinaria en la técnica. La conexión puede presentarse mediante cualquier tipo de medio de sujeción y/o de instalación o lo similar. Por ejemplo, puede instalarse una unidad a la célula de flujo (1) y puede insertarse una sonda/un dispositivo a través de la unidad y fijarse en su sitio.

Como se muestra en la Figura 3, las sondas se descargan hacia la pared de la célula de flujo (1).

En una modalidad, al menos una porción de dicha sonda OD (2) y, opcionalmente, la sonda ORP (3) sobresale
5 hacia dicha célula de flujo.

En otra modalidad, la sonda OD (2) contiene una cabeza de detector de DO, en donde al menos una porción de dicha cabeza de detector de OD sobresale hacia dicha célula de flujo y, opcionalmente, en donde dicha sonda ORP (3)
10 contiene una cabeza de detector de ORP y en donde al menos una porción de dicha cabeza de detector de ORP sobresale hacia dicha célula de flujo.

En otra modalidad, las sondas deben encontrarse orientadas de tal manera que no obstruyan significativamente
15 el flujo del fluido a través de la célula de flujo (1).

En otra modalidad, la sonda OD (2) y la sonda ORP (3) se encuentran colocadas una a través de la otra.

La Figura 2 muestra características adicionales del aparato. Más específicamente, la Figura 2 muestra un primer
20 conducto (4), una válvula (6) asociada con un primer conducto (4), un drenaje (15) asociado con un primer conducto (4), una célula de flujo (1), una sonda OD (2), una sonda ORP (3), un dispositivo de limpieza (7), un solenoide (9) en comunicación con dicho dispositivo de limpieza (7) y un segundo conducto
25 (5).

El primer conducto (4) y el segundo conducto (5) se acoplan a una o más de las aberturas en dicha célula de flujo (1), así como al alojamiento de la corriente de proceso. El acoplamiento puede ocurrir mediante varios medios conocidos por los de experiencia ordinaria en la técnica. Por ejemplo, el primer conducto (4) puede entubarse en la corriente de proceso.

El primer conducto (4) sirve para transportar el fluido y/o para desviar el fluido de la corriente de proceso hacia la célula de flujo (1) y/u otros aparatos como un OFM. El primer conducto (4) puede encontrarse colocado de cualquier forma que facilite el movimiento del fluido desde la corriente de proceso hacia la célula de flujo (1). Por ejemplo, la gravedad o un mecanismo a base de energía tal como una bomba, puede extraer el fluido de la corriente de proceso hacia la célula de flujo (1) que contiene el aparato.

En otra modalidad, un drenaje (15) puede encontrarse asociado con el primer conducto (4) para evitar el retroceso/restricción del flujo hacia la corriente de proceso.

El segundo conducto (5) sirve como trayectoria de salida para que el fluido fluya a través de la célula de flujo (1) y sirve también como un depósito para contener el fluido desde la corriente de proceso. En particular, el segundo conducto (5) puede orientarse espacialmente de tal

manera que la célula de flujo (1) mantiene el fluido dentro de la célula de flujo (1) para su análisis cuando el monitoreo se encuentra bajo condiciones de paro de flujo. Por ejemplo, el segundo conducto (5) se encuentra orientado
5 de manera que la gravedad puede contener el fluido dentro de la célula de flujo (1).

En otra modalidad el segundo conducto (5) también puede actuar como un drenaje.

La válvula (6) se asocia con la célula de flujo
10 (1). En particular, la válvula (6) se encuentra en comunicación con la célula de flujo (1) de manera que se logra su función deseada. La(s) válvula(s) (6) controla(n)/regula(n) el flujo de fluido desde la corriente de proceso hasta la célula de flujo (1).

15 En una modalidad, la válvula (6) se asocia con la célula de flujo mediante el primer conducto (4). En particular, la válvula (6) se integra/conecta con el primer conducto (4) de tal manera que es capaz de restringir el flujo en la posición cerrada y permite el flujo cuando la
20 válvula (6) se encuentra bajo condiciones abiertas.

En otra modalidad, la(s) válvula(s) (6) puede(n) regular el flujo de fluido hacia un OFM y/o hacia la célula de flujo (1).

En otra modalidad, el diámetro de la válvula (6)
25 debe ser suficientemente grande para no impedir el flujo de

las aguas de proceso que tienen un alto contenido de sólidos.

En otra modalidad, la válvula (6) también puede evitar que el fluido salga de la célula de flujo (1) o del segundo conducto (5) de manera que puedan presentarse las
5 lecturas bajo condiciones de flujo cerradas.

En otra modalidad, el diámetro de la válvula (6) es de al menos 1 pulgada.

En otra modalidad, la válvula (6) es una válvula esférica.

10 En otra modalidad, la válvula (6) se acciona manualmente, eléctricamente o de manera neumática.

En otra modalidad, la válvula (6) de esfera se acciona manualmente, eléctricamente o de manera neumática.

Las Figuras 2 y 4 muestran que el dispositivo de
15 limpieza (7) puede encontrarse acoplado a una de las aberturas de la célula de flujo (1). El dispositivo de limpieza sirve para limpiar las superficies tanto de la sonda OD (2) como de la sonda ORP (3) y la orientación del dispositivo debe ser tal que logre esta función. El
20 dispositivo de limpieza (7) puede limpiar otros dispositivos asociados con la célula de flujo (1).

En una modalidad, el dispositivo de limpieza (7) atraviesa el área de la célula de flujo (1).

En otra modalidad, el dispositivo de limpieza (7)
25 es capaz de atravesar el área de la célula de flujo (1) para

limpiar uno o más dispositivos/sondas, tales como una sonda OD (2), una sonda ORP (3), u otros tipos de instrumentos analíticos que puedan encontrarse asociados con la célula de flujo (1).

5 En otra modalidad, el dispositivo de limpieza (7) contiene una pala de escobilla (8) o un cepillo.

 En otra modalidad, el dispositivo de limpieza (7) se acciona mediante un solenoide de escobilla (9). El solenoide (9) recibe instrucciones desde un controlador que
10 se encuentra programado con lógicos que instruyen cuándo limpiar y cuándo no limpiar.

 Como se muestra en la Figura 4, una pala de escobilla (8) se encuentra colocada para atravesar la célula de flujo (1) en una dirección perpendicular relativa tanto a
15 la sonda OD (2) como a la sonda ORP (3).

 La adición de uno o más difusores (11) a la célula de flujo (1) puede incrementar el área de la célula de flujo (1). La Figura 5 muestra una célula de flujo modificada. Específicamente, el miembro se acopla a la célula de flujo y
20 el miembro contiene más de un difusor. El miembro puede acoplarse a la célula de flujo en una variedad de formas. De manera similar, pueden utilizarse otros objetos que puedan incrementar el área de superficie.

 En una modalidad, el miembro (10) se asegura sobre
25 la célula de flujo (1) con la ayuda de un adaptador (12). El

miembro tiene una entrada de miembro (15) que recibe el flujo de dicha corriente de proceso y una salida que se acopla a la célula de flujo.

En una modalidad, el primer conducto (4) se acopla al miembro (10) en lugar de directamente a la célula de flujo (1).

En otra modalidad, el miembro (10) tiene uno o más difusores (11).

El aparato puede configurarse para monitorear la actividad microbiológica en volumen de aguas, la actividad microbiológica asociada a la superficie, o una combinación de las mismas.

B. MONITOREO DE LA ACTIVIDAD MICROBIOLÓGICA EN VOLUMEN EN una corriente de proceso

Se describe un método para monitorear la actividad microbiológica en volumen (total) en una corriente de proceso. La actividad microbiológica en volumen (total) se refiere a la actividad microbiana en la corriente de proceso en volumen, tal como de microorganismos de plancton y de microorganismos sésiles en la corriente de proceso.

La actividad microbiológica en volumen de una corriente de proceso se determina midiendo la concentración de OD de la corriente de proceso. Pueden utilizarse otros parámetros en conjunción con este análisis. Más específicamente, la metodología contiene las siguientes

etapas: (a) conectar un aparato a una corriente de proceso, en donde dicho aparato comprende una célula de flujo que contiene una pluralidad de aberturas, en donde al menos una abertura es una entrada de la célula de flujo para el fluido
5 extraído de dicha corriente de proceso y al menos una abertura es una salida de la célula de flujo para el fluido que sale de dicha célula de flujo, una sonda OD acoplada a una de dichas aberturas, opcionalmente, una sonda ORP acoplada a una de dichas aberturas, opcionalmente, un
10 dispositivo de limpieza acoplado a una de dichas aberturas, opcionalmente, un primer conducto acoplado a la entrada de la célula de flujo, opcionalmente, un segundo conducto acoplado a la salida de la célula de flujo, y, opcionalmente, una válvula asociada a dicha célula de flujo; (b) extraer el
15 fluido de dicha corriente de proceso hacia dicha célula de flujo; (c) abrir la válvula de dicho aparato para permitir la extracción del fluido hacia dicha célula de flujo; (d) medir, al menos una vez, la concentración de OD de dicha corriente de proceso con dicha sonda OD, y en donde, antes de cada
20 medición, se limpia la superficie de dicha sonda OD; (e) cerrar la válvula de dicho aparato para evitar que el fluido se extraiga hacia dicha célula de flujo; (f) medir, al menos una vez, la concentración de OD del fluido dentro del aparato con dicha sonda OD y en donde, antes de cada medición, se
25 limpia la superficie de dicha sonda OD; (g) calcular una

lectura de OD Δ entre la etapa (d) y la etapa (f); y (h) correlacionar al menos dicho valor de OD Δ en la etapa (g) con la actividad microbiológica en volumen (total) en dicha corriente de proceso.

5 Esta metodología puede aplicarse a varios tipos diferentes de corrientes de proceso.

 En una modalidad, la corriente de proceso es de un proceso seleccionado del grupo que consiste de: un proceso de fabricación de papel; un proceso de enfriamiento de agua; un
10 proceso de alimentos o bebidas; y un proceso de base recreativa.

 La actividad microbiológica de aguas en volumen se mide observando el cambio en la concentración del OD (DO Δ) entre las condiciones de flujo abierto y flujo de paro.
15 Pueden utilizarse otros parámetros en conjunción con este análisis. Más específicamente, observando el OD Δ , puede determinarse la tasa de consumo del DO. La tasa de consumo del OD puede entonces correlacionarse con la actividad microbiológica en dicha corriente de proceso, pero la
20 integridad de la correlación es mejor cuando se mide el ORP en conjunción con la medición del OD debido a que la medición del OD puede afectarse cuando el estado de REDOX del fluido de la corriente de proceso no es oxidante.

 Las condiciones de flujo abierto se presentan
25 cuando el fluido de la corriente de proceso puede pasar a

través de la célula de flujo y medirse mediante la instrumentación analítica que se encuentra en comunicación con la célula de flujo, particularmente una sonda OD para medir la concentración de OD del fluido.

5 Las condiciones de paro de flujo se refieren a cuando el fluido de la corriente de proceso ya no puede entrar a la célula de flujo. Bajo condiciones de flujo de paro, el fluido se mantiene en la célula de flujo y la célula de flujo monitorea la concentración de OD de ese fluido.

10 Bajo condiciones de flujo abierto, tal como en la etapa (d), la concentración de OD del fluido de la corriente de proceso debe medirse durante una cantidad de tiempo suficiente de manera que pueda obtenerse una lectura precisa de la concentración de OD de la corriente de proceso. Esto
15 puede tomar una lectura o más. El de experiencia ordinaria en la técnica sería capaz de determinar, sin experimentación indebida, el número de lecturas que tomaría para obtener una lectura precisa de la corriente de proceso, así como el intervalo de lectura(s) que tomará para obtener una lectura
20 precisa de la corriente de proceso.

Bajo condiciones de flujo de paro, tal como en la etapa (f), debe transcurrir una cantidad de tiempo suficiente antes de la primera medición de OD del fluido en la célula de flujo para asegurar que una o más de las especies
25 microbiológicas en dicho fluido tendrán tiempo suficiente

para consumir el oxígeno disuelto en dicho fluido. Este período de tiempo puede variar y depende de uno o más factores que pueden incluir el tipo de proceso que se monitorea y la efectividad del programa microbiológico que se
5 utiliza antes de la implementación de las metodologías de la presente invención. Por ejemplo, en la industria del papel, si el agua del proceso se encuentra altamente contaminada con microorganismos, puede tomar menos tiempo para que los microorganismos consuman el DO. Los tipos de microorganismos
10 (e.g., hongos o bacterias filamentosas) también pueden tener un impacto en la tasa y el grado de consumo de DO.

En una modalidad, las mediciones tomadas bajo condiciones de flujo abierto y condiciones de flujo de paro, se toman en los mismos intervalos de tiempo. En una
15 modalidad adicional, las mediciones tomadas bajo condiciones de flujo abierto y condiciones de paro de flujo se toman durante el mismo período de tiempo y en los mismos intervalos de tiempo.

El flujo de proceso puede monitorearse
20 continuamente, intermitentemente o una vez. El monitoreo continuo proporciona condiciones en tiempo real de manera que pueden detectarse fácilmente los cambios del sistema en la corriente de proceso.

El OD Δ puede calcularse de diversas formas.

25 En una modalidad, la actividad microbiológica en

volumen se mide tomando el cambio máximo en la concentración de OD durante un período de flujo continuo de agua (condiciones de flujo abierto) contra las condiciones de paro de flujo cuando el agua de proceso se detiene cerrando la
5 válvula. En otras palabras, el cambio máximo en la concentración de DO, en base a las lecturas en la etapa (d) y la etapa (f), se utiliza para calcular el OD Δ .

En otra modalidad, el valor OD Δ se determina tomando la medición promedio de OD de la etapa (d) y el nivel
10 mínimo de OD de la etapa (f).

En otra modalidad, el valor OD Δ se determina tomando la medición más alta de la etapa (d) y el nivel mínimo de OD de la etapa (f).

En otra modalidad, el valor OD Δ se determina
15 tomando la última medición de la etapa (d) y el nivel mínimo de OD de la etapa (f).

En otra modalidad, la duración de la medición y el intervalo de medición para la etapa (d) y la etapa (f), son los mismos.

20 En una modalidad adicional, la duración de la medición en la etapa (d) y en la etapa (f) puede encontrarse en cualquier lapso de 5 a 240 minutos.

Aún en una modalidad adicional, la duración es de 30 minutos y las mediciones se registran 5 veces durante la
25 etapa (d) y la etapa (f) en intervalos iguales.

Aún en una modalidad adicional, la superficie se limpia mediante cepillado por un retraso de 30 segundos antes de registrar las mediciones en la etapa (d) y la etapa (f).

El ORP de la corriente de proceso puede medirse en
5 conjunción con la concentración de OD de la corriente de proceso.

En una modalidad, el método comprende además la medición de ORP en la etapa (d) y la etapa (f) al menos una vez y previa a cada medición, la limpieza de la superficie de
10 la sonda ORP.

En otra modalidad pueden agregarse uno o más oxidantes a la corriente de proceso si el valor de ORP cae por debajo de un nivel predeterminado.

En otra modalidad, si la(s) medición(es) del ORP
15 caen por debajo de un nivel predeterminado, entonces las mediciones de DO, que se miden en conjunción con las mediciones de ORP, no se incluyen en el cálculo de OD Δ . Más específicamente, al excluir estas mediciones, el operador del proceso puede obtener una mejor impresión acerca de si el
20 consumo de OD se relaciona con la actividad microbiológica o con la química de la corriente de proceso.

En otra modalidad, si el nivel predeterminado es menor que aproximadamente 100 mV, entonces las mediciones de OD se excluyen debido a que, cuando el ORP se encuentra en
25 este rango, las condiciones, típicamente, no son oxidantes y

el consumo del oxígeno disuelto podría relacionarse con las condiciones químicas en la corriente de proceso.

En respuesta a los niveles microbiológicos totales (en volumen) en un proceso, el flujo puede tomar muchas rutas
5 diferentes.

En una modalidad, si los niveles microbiológicos totales (en volumen) son altos o por arriba de un nivel predeterminado que se cree que funciona bien para el proceso, el protocolo implica agregar una cantidad efectiva de biocida
10 para regresar los niveles microbiológicos a un nivel deseado.

Los biocidas pueden ser oxidantes y/o no oxidantes.

Con respecto a un proceso de fabricación de papel, los biocidas se seleccionan del grupo que consiste de isotiazolina; glutaraldehído; dibromonitrilopropionamida;
15 carbamato; compuestos de amonio cuaternario; hipoclorito de sodio; dióxido de cloro; ácido peracético; ozono; cloraminas; Stabrex™ (bromo-sulfamato); bromo-cloro-dimetil hidantoína; dicloro-dimetil hidantoína; monoclaramina; hipoclorito de sodio utilizado en combinación con sales de amonio y
20 estabilizadores incluyendo dimetil hidantoína, aminoácidos, ácido cianúrico, succinimida y urea; y una combinación de los mismos.

Pueden utilizarse uno o más controladores para implementar una respuesta al nivel de actividad
25 microbiológica en la corriente de proceso. Más

específicamente, los controladores pueden programarse para recibir datos de la corriente de proceso, e.g., la sonda OD, calcular un OD Δ en base al lógico introducido en el controlador (e.g., un controlador lógico de programa), e
5 implementar una respuesta de acuerdo con el OD Δ , que podría incluir varias acciones tales como accionar una bomba que suministra el biocida o polímeros de control de depósito en una corriente de proceso.

En una modalidad el controlador se basa en una red.

10 En otra modalidad, el controlador puede encontrarse en comunicación con al menos uno de los siguientes: la sonda ORP, la sonda OD, el dispositivo de limpieza, una válvula o una combinación de los mismos.

En otra modalidad, el controlador recibe señales de
15 entrada de dicha sonda OD, e implementa un protocolo deseado que se encuentra programado en dicho controlador.

En otra modalidad, el controlador es un sistema controlador. "Sistema controlador" y términos similares, se refieren a un operador manual o a un dispositivo electrónico
20 que tiene componentes tales como un procesador, un dispositivo de memoria, un tubo de rayos catódicos, una pantalla de cristal líquido, una pantalla de plasma, una pantalla digital, u otro monitor y/u otros componentes. En ciertos ejemplos, el controlador puede ser operable para su
25 integración con uno o más circuitos integrados, programas o

algoritmos específicos para la aplicación, uno o más dispositivos de conexión alámbrica y/o uno o más dispositivos mecánicos. Algunas o todas las funciones del sistema controlador pueden encontrarse en una ubicación central, tal como un servidor de red para comunicaciones sobre una red de área local, una red de área ancha, una red inalámbrica, una conexión a Internet, un enlace de microondas, un enlace infrarrojo, y lo similar. Además, pueden incluirse otros componentes tales como un acondicionador de señal o un monitor de sistemas para facilitar los algoritmos de procesamiento de señal.

En otra modalidad, el protocolo deseado alertará al operador o persona a cargo del monitoreo de la corriente de proceso y del tratamiento de la corriente de proceso.

En otra modalidad, el protocolo deseado implica la adición de una cantidad efectiva de biocida a la corriente de proceso, si dicho OD Δ alcanza un nivel predeterminado. El biocida puede ser oxidante o no oxidante.

Puede utilizarse un monitor de bioincrustación óptica (OFM) en conjunción con dicha célula de flujo para determinar la naturaleza/origen de la acumulación del depósito que se presenta en la corriente de proceso.

En una modalidad, la metodología de la presente invención comprende además proporcionar un monitor de bioincrustación óptica que se encuentra en comunicación con

dicha corriente de proceso; extraer el fluido de dicha corriente de proceso hacia el monitor de bioincrustación óptica; medir la formación del depósito con el monitor de bioincrustación óptica; determinar el tipo de depósitos
5 correlacionando la formación del depósito en el monitor de bioincrustación óptica con dicha actividad microbiológica determinada a partir del OD Δ en dicha corriente de proceso; programar opcionalmente un controlador que se encuentra en comunicación con dicho OFM y al menos la sonda OD para
10 agregar una o más especies químicas a dicha corriente de proceso en respuesta a la correlación entre dicha formación del depósito y la actividad microbiológica.

En una modalidad adicional, la especie química contiene un biocida si dicha correlación indica que los
15 depósitos formados sobre la bioincrustación óptica son de naturaleza microbiológica. Por ejemplo, si existe deposición en el OFM y el OD Δ es alto, entonces el curso de acción es agregar biocida a dicha corriente de proceso para combatir la formación del depósito y disminuir la actividad
20 microbiológica de la corriente de proceso. Los biocidas pueden ser oxidantes y/o no oxidantes.

Aún en una modalidad adicional, la especie química es una química de control del depósito si dicha correlación indica que dicha formación de deposición no es de naturaleza
25 microbiológica. Por ejemplo, si existe una deposición en el

OFM y el OD Δ es bajo, entonces un curso de acción es agregar química de control del depósito a la corriente de proceso para combatir la formación del depósito. Existen varios tipos de químicas de control del depósito conocidas por el de
5 experiencia ordinaria en la técnica, por ejemplo, existen agentes anti-brea que ayudan a evitar la formación del depósito durante un proceso de fabricación de papel, y polímeros de control del depósito.

C. MONITOREO DE LA ACTIVIDAD MICROBIOLÓGICA ASOCIADA A LA
10 SUPERFICIE EN una corriente de proceso

La actividad microbiológica asociada a la superficie se refiere a la actividad microbiana de microorganismos de superficie, por ejemplo, biopelículas.

La actividad microbiológica asociada a la
15 superficie de una corriente de proceso se determina midiendo la concentración de OD de la corriente de proceso. Pueden utilizarse otros parámetros en conjunción con este análisis. Más específicamente, la metodología contiene las siguientes etapas: (a) conectar un aparato a una corriente de proceso,
20 en donde dicho aparato comprende una célula de flujo que contiene una pluralidad de aberturas, en donde al menos una abertura es una entrada de la célula de flujo para el fluido extraído de dicha corriente de proceso y al menos una abertura es una salida de la célula de flujo para el fluido
25 que sale de dicha célula de flujo, una sonda OD acoplada a

una de dichas aberturas, opcionalmente, una sonda ORP
acoplada a una de dichas aberturas, opcionalmente, un
dispositivo de limpieza acoplado a una de dichas aberturas,
opcionalmente, un primer conducto acoplado a la entrada de la
5 célula de flujo, opcionalmente, un segundo conducto acoplado
a la salida de la célula de flujo, y, opcionalmente, una
válvula asociada a dicha célula de flujo; (b) extraer el
fluido de dicha corriente de proceso hacia dicha célula de
flujo; (c) abrir la válvula de dicho aparato para permitir la
10 extracción del fluido hacia dicha célula de flujo; (d) medir,
al menos una vez, la concentración de OD de dicha corriente
de proceso con dicha sonda OD, y en donde dicha sonda OD no
se limpia antes de cada medición; (e) limpiar la superficie
de dicha sonda OD; (f) medir, al menos una vez, la
15 concentración de OD del fluido dentro de dicho aparato con
dicha sonda OD y en donde, antes de cada medición, se limpia
dicha superficie de la sonda OD; (g) calcular una lectura de
OD Δ entre la etapa (d) y la etapa (f); y (h) correlacionar
al menos dicho valor de OD Δ en la etapa (g) con la actividad
20 biológica asociada a la superficie.

Esta metodología puede aplicarse a varios tipos
diferentes de corrientes de proceso.

En una modalidad, la corriente de proceso es de un
proceso seleccionado del grupo que consiste de: un proceso de
25 fabricación de papel; un proceso de enfriamiento de agua; un

proceso de alimentos o bebidas; y un proceso de base recreativa.

La actividad de la biopelícula se calcula por medio de la diferencia en las mediciones de OD tomadas antes del
5 cepillado contra las tomadas inmediatamente después del cepillado durante las condiciones de flujo abierto. Pueden utilizarse otros parámetros en conjunción con este análisis. La integridad de la correlación del OD Δ , con la actividad de la biopelícula es mejor cuando el ORP se mide en conjunción
10 con la medición del OD debido a que la medición del OD puede afectarse cuando el estado de REDOX del fluido de la corriente de proceso no es oxidante.

Las condiciones de flujo abierto se presentan cuando el fluido de la corriente de proceso puede pasar a
15 través de la célula de flujo y medirse mediante la instrumentación analítica que se encuentra en comunicación con la célula de flujo, particularmente una sonda OD para medir la concentración de OD del fluido.

Bajo condiciones de flujo abierto, tal como en la
20 etapa (d), y la etapa (f), debe transcurrir una cantidad de tiempo suficiente antes de la medición de OD de manera que, si existe una acumulación de biopelícula, exista una cantidad de tiempo suficiente para que se presenta la acumulación de la biopelícula. Este período de tiempo puede variar por
25 varios factores que incluyen el tipo de proceso que se

monitorea y la efectividad del programa microbiológico actual que se utiliza actualmente antes de la implementación de esta metodología. Por ejemplo, en la industria del papel, si el agua del proceso se encuentra altamente contaminada con microorganismos, puede tomar menos tiempo para que los microorganismos consuman el DO. Los tipos de microorganismos (e.g., hongos o bacterias filamentosas) también pueden tener un impacto en la tasa y el grado de consumo de DO.

En una modalidad, las mediciones tomadas bajo condiciones de flujo abierto y condiciones de flujo de paro, se toman en los mismos intervalos de tiempo. En una modalidad adicional, las mediciones tomadas bajo condiciones de flujo abierto y condiciones de paro de flujo se toman durante el mismo período de tiempo y en los mismos intervalos de tiempo.

El flujo de proceso puede monitorearse continuamente, intermitentemente o una vez. El monitoreo continuo proporciona condiciones en tiempo real de manera que pueden detectarse fácilmente los cambios del sistema en la corriente de proceso.

El $OD \Delta$ puede calcularse de diversas formas.

En una modalidad, el valor $OD \Delta$ se determina tomando la medición más baja de OD en la etapa (d) y la medición promedio de OD de la etapa (f).

En otra modalidad, el valor $OD \Delta$ se determina

tomando la medición más baja de la etapa (d) y el nivel más alto de OD de la etapa (f).

En otra modalidad, el valor OD Δ se determina tomando la última medición de la etapa (d) y el nivel más
5 alto de OD de la etapa (f).

En otra modalidad, las mediciones de OD se realizan y se registran 5 veces durante un intervalo de tiempo seleccionado con el flujo continuo, pero no existe una limpieza con sonda con una pala de escobilla antes de
10 cualquiera de estas mediciones.

En otra modalidad, un minuto antes de que expire el intervalo de tiempo seleccionado, las sondas se limpian y se realizan y se registran dos mediciones consecutivas.

El ORP de la corriente de proceso puede medirse en
15 conjunción con la concentración de OD de la corriente de proceso.

En una modalidad, el método comprende además la medición de ORP en la etapa (d) y la etapa (f) al menos una vez y previa a cada medición, la limpieza de la superficie de
20 la sonda ORP, en donde la sonda ORP no se limpia con cepillado en la etapa (d) y, opcionalmente, en donde dicha sonda ORP se limpia con cepillado en la etapa (f). Opcionalmente, pueden agregarse uno o más oxidantes a la corriente de proceso si el valor de ORP cae por debajo de un
25 nivel predeterminado.

En otra modalidad, si dichas mediciones del ORP caen por debajo de un nivel predeterminado, entonces las mediciones de DO, que se miden en conjunción con las mediciones de ORP, pueden no incluirse en el cálculo de OD Δ que se utiliza para determinar la actividad microbiológica de la corriente de proceso. Más específicamente, al excluir estas mediciones, el operador del proceso puede obtener una mejor impresión acerca de si el consumo de OD se relaciona con la actividad microbiológica o con la química de la corriente de proceso.

En otra modalidad, si el nivel predeterminado es menor que aproximadamente 100 mV, entonces las mediciones de OD se excluyen debido a que, cuando el ORP se encuentra en este rango, las condiciones no son oxidantes y el consumo del oxígeno disuelto podría relacionarse con las condiciones químicas en la corriente de proceso.

En otra modalidad, la sonda OD, la sonda ORP o una combinación de las mismas, se limpia mediante el dispositivo de limpieza que contiene una pala de escobilla.

En otra modalidad, la pala de escobilla cepilla la superficie de la(s) sonda(s) dos veces.

En respuesta a los niveles microbiológicos asociados a la superficie en un proceso, el flujo puede tomar muchas rutas diferentes.

En una modalidad, si los niveles microbiológicos

asociados a la superficie son altos o por arriba de un nivel predeterminado que se cree que funciona bien para el proceso, el protocolo implica agregar una cantidad efectiva de biocida para regresar los niveles microbiológicos a un nivel deseado.

5 Los biocidas pueden ser oxidantes y/o no oxidantes.

Con respecto a un proceso de fabricación de papel, los biocidas se seleccionan del grupo que consiste de isotiazolina; glutaraldehído; dibromonitrilopropionamida; carbamato; compuestos de amonio cuaternario; hipoclorito de sodio; dióxido de cloro; ácido peracético; ozono; cloraminas; 10 StabrexTM (bromo-sulfamato); bromo-cloro-dimetil hidantoína; dicloro-dimetil hidantoína; monocloramina; hipoclorito de sodio utilizado en combinación con sales de amonio y estabilizadores incluyendo dimetil hidantoína, aminoácidos, 15 ácido cianúrico, succinimida y urea; y una combinación de los mismos.

Pueden utilizarse uno o más controladores para implementar una respuesta al nivel de actividad microbiológica en la corriente de proceso. Más 20 específicamente, los controladores pueden programarse para recibir datos de la corriente de proceso, e.g., la sonda OD, calcular un OD Δ en base al lógico introducido en el controlador (e.g., un controlador lógico de programa), e implementar una respuesta de acuerdo con el OD Δ , que podría 25 incluir varias acciones tales como accionar una bomba que

suministra el biocida hacia una corriente de proceso.

En una modalidad el controlador se basa en una red.

En otra modalidad, el controlador puede encontrarse en comunicación con al menos uno de los siguientes: la sonda
5 ORP, la sonda OD, el dispositivo de limpieza, una válvula o una combinación de los mismos.

En otra modalidad, el controlador recibe señales de entrada de dicha sonda OD, e implementa un protocolo deseado que se encuentra programado en dicho controlador.

10 En otra modalidad, el controlador es un sistema controlador. "Sistema controlador" y términos similares, se refieren a un operador manual o a un dispositivo electrónico que tiene componentes tales como un procesador, un dispositivo de memoria, un tubo de rayos catódicos, una
15 pantalla de cristal líquido, una pantalla de plasma, una pantalla digital, u otro monitor y/u otros componentes. En ciertos ejemplos, el controlador puede ser operable para su integración con uno o más circuitos integrados, programas o algoritmos específicos para la aplicación, uno o más
20 dispositivos de conexión alámbrica y/o uno o más dispositivos mecánicos. Algunas o todas las funciones del sistema controlador pueden encontrarse en una ubicación central, tal como un servidor de red para comunicaciones sobre una red de área local, una red de área ancha, una red inalámbrica, una
25 conexión a Internet, un enlace de microondas, un enlace

infrarrojo, y lo similar. Además, pueden incluirse otros componentes tales como un acondicionador de señal o un monitor de sistemas para facilitar los algoritmos de procesamiento de señal.

5 En otra modalidad, el protocolo deseado alertará al operador o persona a cargo del monitoreo de la corriente de proceso y del tratamiento de la corriente de proceso.

 En otra modalidad, el protocolo deseado implica la adición de una cantidad efectiva de biocida a la corriente de
10 proceso, si dicho OD Δ alcanza un nivel predeterminado. El biocida puede ser oxidante o no oxidante.

 Puede utilizarse un monitor de bioincrustación óptica (OFM) en conjunción con dicha célula de flujo para determinar la naturaleza/origen de la acumulación del
15 depósito que se presenta en la corriente de proceso.

 En una modalidad, la metodología de la presente invención comprende además proporcionar un monitor de bioincrustación óptica que se encuentra en comunicación con dicha corriente de proceso; extraer el fluido de dicha
20 corriente de proceso hacia el monitor de bioincrustación óptica; medir la formación del depósito con el monitor de bioincrustación óptica; determinar el tipo de depósitos correlacionando la formación del depósito en el monitor de bioincrustación óptica con dicha actividad microbiológica
25 determinada a partir del OD Δ en dicha corriente de proceso;

programar opcionalmente un controlador que se encuentra en comunicación con dicho OFM y al menos la sonda OD para agregar una o más especies químicas a dicha corriente de proceso en respuesta a la correlación entre dicha formación del depósito y la actividad microbiológica.

En una modalidad adicional, la especie química contiene un biocida si dicha correlación indica que los depósitos formados sobre la bioincrustación óptica son de naturaleza microbiológica. Por ejemplo, si existe deposición en el OFM y el OD Δ es alto, entonces el curso de acción es agregar biocida a dicha corriente de proceso para combatir la formación del depósito y disminuir la actividad microbiológica de la corriente de proceso. El biocida puede ser oxidante y/o no oxidante.

Aún en una modalidad adicional, la especie química es una química de control del depósito si dicha correlación indica que dicha formación de deposición no es de naturaleza microbiológica. Por ejemplo, si existe una deposición en el OFM y el OD Δ es bajo, entonces un curso de acción es agregar química de control del depósito a la corriente de proceso para combatir la formación del depósito. Existen varios tipos de químicas de control del depósito conocidas por el de experiencia ordinaria en la técnica, por ejemplo, existen agentes anti-brea que ayudan a evitar la formación del depósito durante un proceso de fabricación de papel, y

polímeros de control del depósito.

D. MONITOREO DE LA ACTIVIDAD MICROBIOLÓGICA EN VOLUMEN Y
ASOCIADA A LA SUPERFICIE EN una corriente de proceso

La actividad microbiológica en volumen puede
5 monitorearse en conjunción con la actividad microbiológica
asociada a la superficie. Un método para medir la actividad
microbiológica en volumen y la actividad microbiológica
asociada a la superficie en una corriente de proceso, que
comprende: (a) conectar un aparato a dicha corriente de
10 proceso, en donde dicho aparato comprende una célula de flujo
que contiene una pluralidad de aberturas, en donde al menos
una abertura es una entrada de la célula de flujo para el
fluido extraído de dicha corriente de proceso y al menos una
abertura es una salida de la célula de flujo para el fluido
15 que sale de dicha célula de flujo, una sonda OD acoplada a
una de dichas aberturas, opcionalmente, una sonda ORP
acoplada a una de dichas aberturas, opcionalmente, un
dispositivo de limpieza acoplado a una de dichas aberturas,
opcionalmente, un primer conducto acoplado a la entrada de la
20 célula de flujo, opcionalmente, un segundo conducto acoplado
a la salida de la célula de flujo, y, opcionalmente, una
válvula asociada a dicha célula de flujo; (b) extraer el
fluido de dicha corriente de proceso hacia dicha célula de
flujo; (c) abrir la válvula de dicho aparato para permitir la
25 extracción del fluido hacia dicha célula de flujo; (d) medir,

al menos una vez, la concentración de OD de dicha corriente de proceso con dicha sonda OD, y en donde dicha sonda OD no se limpia antes de cada medición; (e) limpiar la superficie de dicha sonda OD; (f) medir, al menos una vez, la
5 concentración de OD del fluido dentro del aparato con dicha sonda OD opcionalmente en donde, antes de cada medición, se limpia dicha superficie de la sonda OD; (g) cerrar la válvula de dicho aparato para evitar que el fluido se extraiga hacia dicha célula de flujo; (h) medir, al menos una vez, la
10 concentración de OD del fluido dentro de dicho aparato con dicha sonda OD, en donde, antes de cada medición, se limpia dicha superficie de la sonda OD; (i) calcular una lectura de OD Δ entre la etapa (f) y la etapa (h) y correlacionar al menos dicho OD Δ con dicha actividad microbiológica en
15 volumen en dicha corriente de proceso; y (j) calcular una lectura de OD delta entre la etapa (d) y la etapa (f) y correlacionar al menos dicho OD Δ con dicha actividad microbiológica asociada a la superficie en dicha corriente de proceso.

20 En otra modalidad, el monitoreo se ajusta de manera que un operador pueda activar/conmutar entre la actividad microbiológica en volumen (Modo Normal) y/o la actividad asociada a la superficie (Modo Biopelícula). La Figura 8 ilustra una modalidad de este mecanismo mediante un diagrama
25 de flujo.

En otra modalidad, el método comprende además la medición de ORP en la etapa (d), la etapa (f) y la etapa (h) al menos una vez, en donde la sonda ORP no se limpia con cepillado en la etapa (d), opcionalmente, en donde dicha sonda ORP se limpia con cepillado en la etapa (f), y en donde la sonda ORP se limpia por cepillado en la etapa (h); agregando opcionalmente uno o más oxidantes a dicha corriente de proceso si el valor de ORP cae por debajo de un nivel predeterminado; y, opcionalmente, sin utilizar dichas mediciones de OD en el cálculo de dicho OD Δ si dicho valor de ORP cae por debajo de un nivel predeterminado.

En otra modalidad, la formación del depósito a partir de la corriente de proceso también puede monitorearse en conjunción con esta metodología. Más específicamente, la metodología de la presente invención comprende además proporcionar un monitor de bioincrustación óptica que se encuentra en comunicación con dicha corriente de proceso; extraer el fluido de dicha corriente de proceso hacia dicho monitor de bioincrustación óptica; medir la formación del depósito con dicho monitor de bioincrustación óptica; determinar el tipo de depósitos correlacionando la formación del depósito en dicho monitor de bioincrustación óptica con dicha actividad microbiológica determinada a partir del OD Δ en dicha corriente de proceso; programar opcionalmente un controlador para agregar una o más especies químicas a dicha

corriente de proceso en respuesta a dicha correlación entre dicha formación de deposición y la actividad microbiológica.

E. MODALIDADES ADICIONALES

Adicionalmente, la presente descripción proporciona
5 un método para monitorear y controlar la actividad microbiológica en el agua en volumen (total) en una corriente de proceso, que comprende: (a) conectar un aparato a la corriente de proceso, en donde dicho aparato comprende una célula de flujo que contiene una pluralidad de aberturas, en
10 donde al menos una abertura es una entrada de la célula de flujo para el fluido extraído de dicha corriente de proceso y al menos una abertura es una salida de la célula de flujo para el fluido que sale de dicha célula de flujo, una sonda OD acoplada a una de dichas aberturas, opcionalmente, una
15 sonda ORP acoplada a una de dichas aberturas, opcionalmente, un dispositivo de limpieza acoplado a una de dichas aberturas, opcionalmente, un primer conducto acoplado a la entrada de la célula de flujo, opcionalmente, un segundo conducto acoplado a la salida de la célula de flujo, y,
20 opcionalmente, una válvula asociada a dicha célula de flujo; (b) extraer el fluido de dicha corriente de proceso hacia dicha célula de flujo; (c) abrir la válvula de dicho aparato para permitir la extracción del fluido hacia dicha célula de flujo; (d) medir, al menos una vez, la concentración de OD de
25 dicha corriente de proceso con dicha sonda OD, y en donde

antes de cada medición se limpia la superficie de dicha sonda OD; (e) cerrar la válvula de dicho aparato para evitar que el fluido se extraiga hacia dicha célula de flujo (f) medir, al menos una vez, la concentración de OD del fluido dentro de
5 dicho aparato con dicha sonda OD y en donde, antes de cada medición, se limpia la superficie de dicha sonda OD; (g) calcular una lectura de OD Δ entre la etapa (d) y la etapa (f); (h) correlacionar al menos dicho valor OD Δ en la etapa (g) con la actividad microbiológica en volumen (total); e (i)
10 controlar la cantidad de dicha actividad microbiológica agregando una cantidad efectiva de un tratamiento que contiene uno o más biocidas oxidantes a la corriente de proceso y/o una cantidad efectiva de un tratamiento que contiene uno o más biocidas no oxidantes y, opcionalmente,
15 una mezcla que contiene un compuesto de n-hidrógeno, un biocida oxidante y, opcionalmente, un amortiguador, a la corriente de proceso.

En otra modalidad, el biocida no oxidante se agrega subsecuente a la mezcla.

20 En otra modalidad, la corriente de proceso es una corriente de proceso para la fabricación de papel o una corriente de proceso de hidro-enmarañamiento no tejido.

En otra modalidad, la corriente de proceso de hidro-enmarañamiento no tejido es parte de un proceso para
25 fabricar una estera de fibra de vidrio.

de los depósitos problemáticos. Por ejemplo, si la deposición y la actividad son altas es probable que los depósitos sean de naturaleza biológica. En contraste, si la deposición es alta y la actividad microbiana es baja, es
5 improbable que los microorganismos contribuyan a los depósitos y los esfuerzos para resolver el problema deben enfocarse en otra parte. El ejemplo proporcionado en la Figura 6 demuestra el impacto de la desconexión de la máquina en el ORP, la actividad microbiana y la deposición (OFM) en
10 aguas de proceso estancadas. La actividad microbiana se reporta como OD Δ . La máquina se desconectó en Agosto 4. Poco después de este evento, hubo un agudo incremento en el Do Δ , que coincidió con una disminución en el ORP y un incremento en la bioincrustación en la superficie medidos por
15 el OFM. Estos datos sugieren que el programa a base de oxidantes no fue persistente y no controló adecuadamente el crecimiento microbiano y la formación de depósitos durante este incidente. El examen microscópico de los depósitos de la superficie confirmó altas densidades de microorganismos,
20 incluyendo bacterias filamentosas.

Ejemplo 3

Un flujo lateral de las aguas de proceso de papel de una fábrica de papel ubicada en los E.U. se dejó fluir a través del dispositivo de monitoreo (0.25 litros por
25 segundo). Esta fábrica cambia frecuentemente el contenido de

fibras del producto de papel, lo cual puede tener un dramático impacto en el desempeño de un programa de biocontrol. Específicamente, esta fábrica utiliza un equipo Azoto que incrementa la demanda de halógeno en el sistema de
5 aguas de proceso. La válvula del dispositivo de monitoreo se abrió y se cerró en intervalos de 30 minutos para iniciar y detener el flujo hacia la cámara de monitoreo de la célula de flujo. Se midieron los valores de ORP y LDO en intervalos de 6 minutos. Se recolectaron los datos de los dispositivos de
10 monitoreo de ORP y LDO mediante un registrador de datos o se descargaron a una computadora utilizando el software proporcionado con el dispositivo de monitoreo.

Poco después de instalar el dispositivo de monitoreo, se observó inmediatamente que los cambios en el
15 proceso tienen impacto en el desempeño del programa de biocontrol en base a las mediciones de ORP, los niveles de actividad microbiana y la bioincrustación en la superficie medidos por el OFM. El ejemplo proporcionado en la Figura 7 demuestra el impacto de un cambio en el contenido de fibras
20 en el ORP. La actividad microbiana y la deposición (OFM). La actividad microbiana se reporta como LDO (saturación %) y una diferencia mayor entre el LDO anterior durante las condiciones de flujo abierto y el LDO medido durante las condiciones de paro de flujo indica una actividad microbiana
25 más alta. Estos datos sugieren que el programa a base de

oxidantes no controló adecuadamente el crecimiento microbiano y la formación de depósitos cuando se utilizó un equipo de alta demanda de oxidante, de grado Azoto. En consecuencia, el programa debe modificarse para un control mejorado de los depósitos durante la fabricación de este grado particular.

Ejemplo 4

El monitor de oxígeno disuelto mide el oxígeno disuelto en el agua de muestra de manera continua. El programa de monitoreo se controla mediante un PLC (Controlador Lógico Programable), el cual leerá y mantendrá un valor de LDO medido hasta completar el ciclo del programa. El PLC controla también una unidad de escobilla, la cual cepillará para limpiar la superficie del sensor, y una válvula esférica motorizada, que puede detener el flujo de agua a través de la célula muestra.

Se encuentran disponibles dos modos de monitoreo básicos: Modo de Actividad Microbiológica en Volumen (BMA) y Modo de actividad Microbiológica asociada a la superficie (SAMA). Ambos modos utilizan tres variables para ajustar el programa a las necesidades de la aplicación particular: X, Xt y Xti. Más específicamente, X es el tiempo abierto y el tiempo cerrado de la válvula esférica en minutos, Xt es el número de lecturas de LDO almacenadas durante el tiempo X, y Xti es el intervalo entre las lecturas de LDO. Aunque la válvula esférica se encuentre abierta y la muestra se

REIVINDICACIONES

1. Un método para monitorear y controlar la actividad microbiológica en agua en volumen (total) en una corriente de proceso, que comprende:

5 a. conectar un aparato a una corriente de proceso, en donde dicho aparato comprende una célula de flujo que contiene una pluralidad de aberturas, en donde al menos una abertura es una entrada de la célula de flujo para el fluido extraído de dicha corriente de proceso y al menos una
10 abertura es una salida de la célula de flujo para el fluido que sale de dicha célula de flujo, una sonda OD acoplada a una de dichas aberturas, opcionalmente, una sonda ORP acoplada a una de dichas aberturas, opcionalmente, un dispositivo de limpieza acoplado a una de dichas aberturas,
15 opcionalmente, un primer conducto acoplado a la entrada de la célula de flujo, opcionalmente, un segundo conducto acoplado a la salida de la célula de flujo, y, opcionalmente, una válvula asociada a dicha célula de flujo;

 b. extraer el fluido de dicha corriente de
20 proceso hacia dicha célula de flujo;

 c. abrir la válvula de dicho aparato para permitir la extracción del fluido hacia dicha célula de flujo;

 d. medir, al menos una vez, la concentración de
25 OD de dicha corriente de proceso con dicha sonda OD, y en

donde antes de cada medición se limpia la superficie de dicha sonda OD;

e. cerrar la válvula de dicho aparato para evitar que el fluido se extraiga hacia dicha célula de flujo;

5 f. medir, al menos una vez, la concentración de OD del fluido dentro de dicho aparato con dicha sonda OD, y en donde antes de cada medición se limpia la superficie de dicha sonda OD;

10 g. calcular una lectura de OD Δ entre la etapa (d) y la etapa (f);

h. correlacionar al menos dicho valor OD Δ en la etapa (g) con la actividad microbiológica en volumen (total) en dicha corriente de proceso; e

15 i. controlar la cantidad de dicha actividad microbiológica agregando una cantidad efectiva de un tratamiento que contiene uno o más biocidas oxidantes a la corriente de proceso y/o una cantidad efectiva de un tratamiento que contiene uno o más biocidas no oxidantes y, opcionalmente, una mezcla que contiene un compuesto de n-
20 hidrógeno, un biocida oxidante y opcionalmente, un amortiguador, a la corriente de proceso.

2. El método de la reivindicación 1, en donde dicha corriente de proceso es una corriente de proceso para fabricación de papel o una corriente de proceso para hidro-
25 enmarañamiento no tejido.

3. El método de la reivindicación 2, en donde dicha corriente de proceso de hidro-enmarañamiento no tejido es parte del proceso para fabricar una estera de fibra de vidrio.

5 4. El método de la reivindicación 1, en donde el compuesto de n-hidrógeno contiene al menos uno de los siguientes: una sal de amonio, sulfato de amonio, acetato de amonio, bicarbonato de amonio, bromuro de amonio, carbonato de amonio, cloruro de amonio, citrato de amonio, nitrato de
10 amonio, oxalato de amonio, persulfato de amonio, fosfato de amonio, sulfato de amonio, sulfato de amonio férrico, y sulfato de amonio ferroso.

5. El método de la reivindicación 1, en donde el compuesto de n-hidrógeno contiene al menos uno de los
15 siguientes: succinimida, cianamida, dicianamida, melamina, etanolamina, etilendiamina, dietanolamina, trietanolamina, trietilentetramina, dibutilamina, tributilamina, glutamina, difenilamina, hidrazina, urea, tiourea, N-metilurea, acetilurea, etilcarbamato, 1,3-dimetilbiuret, metil
20 fenilbiuret, ácido isocianúrico, ácido barbitúrico, 6-metiluracilo, 2-imidazolina, 5,5-dimetilhidantoína, 2-pirimidinona, benzamida, ftalimida, N-etilacetamida, azetidin-2-ona, 2-pirrolidona, caprolactamo, ácido sulfámico, sulfamida, p-toluenosulfonamida, fenil sulfonamida, dimetil
25 sulfinimina, 1,1-dióxido de isotiazoleno, ortofosforil

triamida, pirofosforil triamida, fenil fosforil-bis
dimetilamida, amida de ácido bórico, metanosulfonamida,
melamina, pirrolidona, hidantoína, acetanilida, acetimida,
biuret, alofanato, pirrol, indol, guanidina, biguanidina y
5 polímeros primarios y secundarios que contienen nitrógeno.

6. El método de la reivindicación 1, en donde el
biocida no oxidante contiene al menos uno de los siguientes:
2,2-dibromo-3-nitrilopropionamida (DBNPA), glutaraldehído,
metilen bistiocianato (MBTC), derivados de tiazol, derivados
10 de isotiazolinona, 5-cloro-2-metil-4-isotiazolin-3-ona
(CMIT), 2-metil-4-isotiazolin-3-ona (MIT), 1,2-
benzisotiazolin-3-ona (BIT), 2-bromo-2-nitro-propano-1,3-diol
(Bronopol), un compuesto de amonio cuaternario de cadena
larga, una diamina alifática, una guanidina, biguanidina,
15 hidrocioruro de n-dodecilguanidina (DGH), cloruro de n-alquil
dimetil bencil amonio, cloruro de didecil dimetil amonio,
1,2-dibromo-2,4-dicianobutano, 2,2-dibromo-3-
nitrilopropionamida (DBNPA), bis(triclorometil)sulfona, 4,5-
dicloro-1,2-ditiol-3-ona, 2-bromo-2-nitroestireno, 5-cloro-2-
20 metil-4-isotiazolin-3-ona (CMIT) y 2-metil-4-isotiazolin-3-
ona (MIT).

7. El método de la reivindicación 1, en donde el
biocida no oxidante se agrega subsecuente a la mezcla.

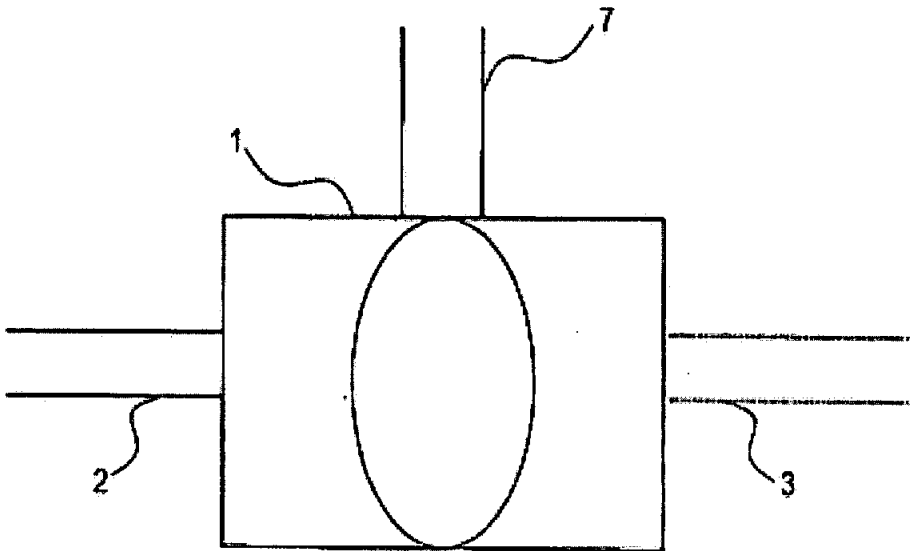


FIG. 1

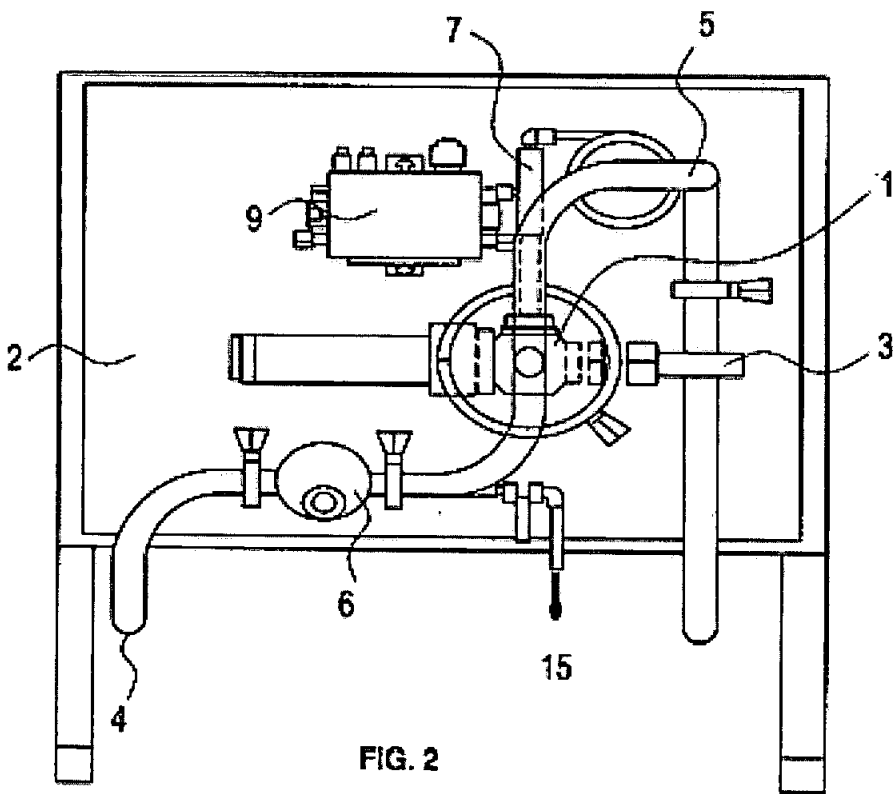


FIG. 2

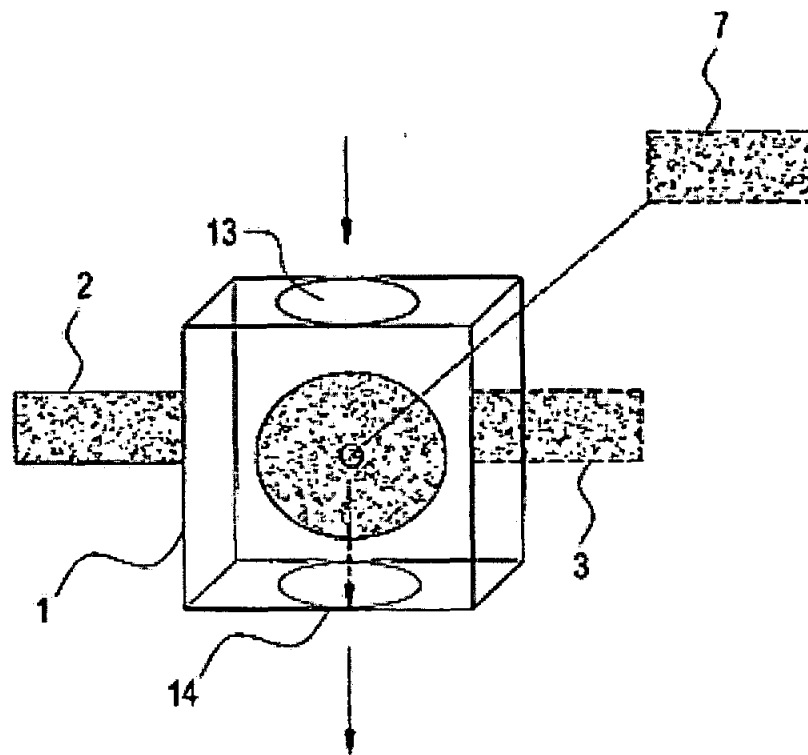


FIG. 3

3/8

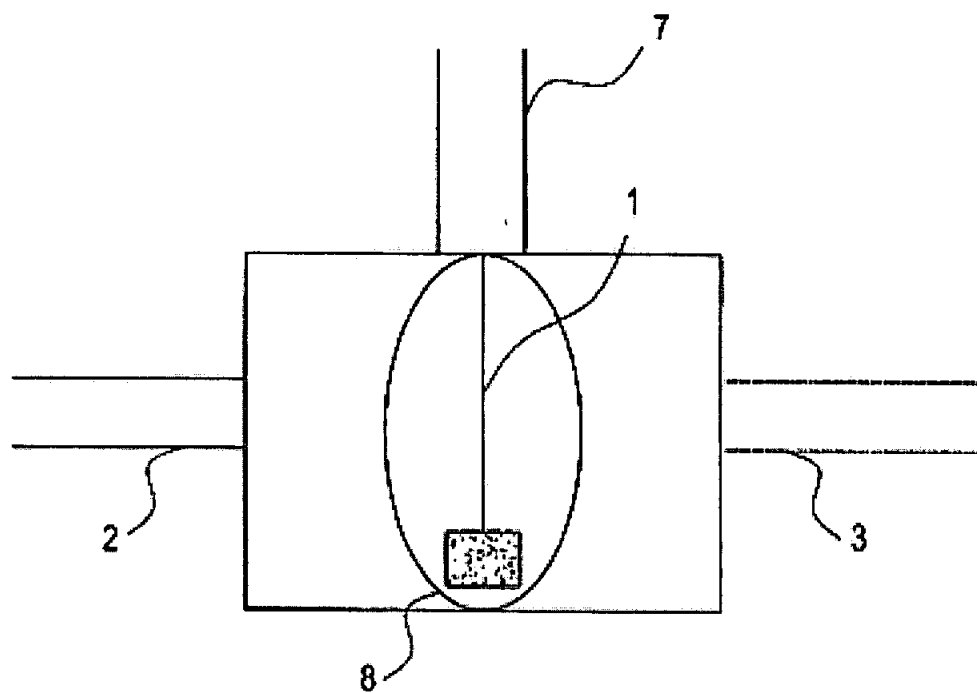


FIG. 4

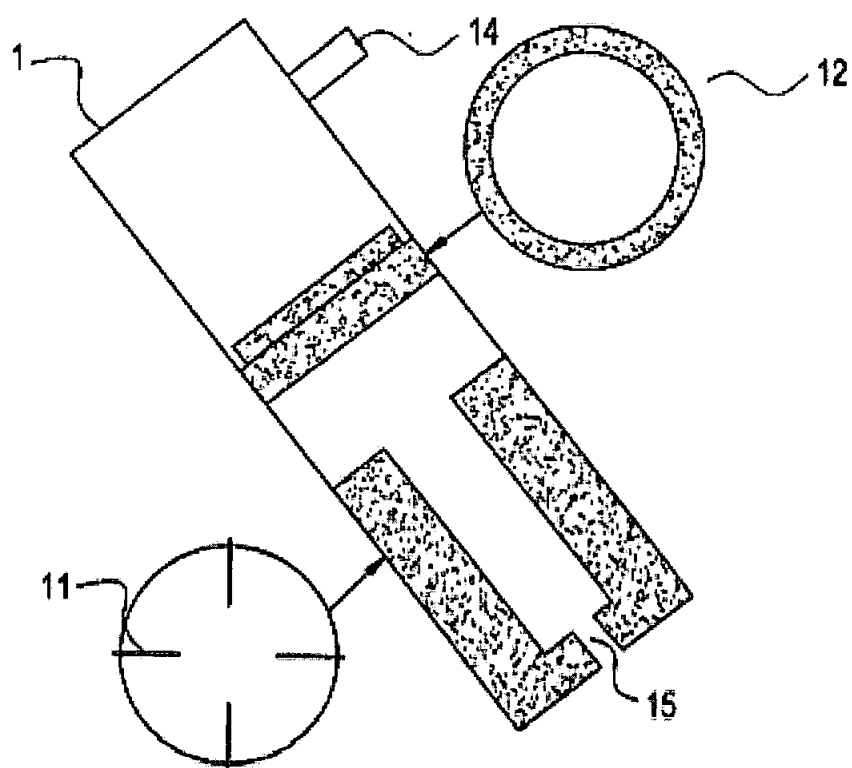


FIG. 5

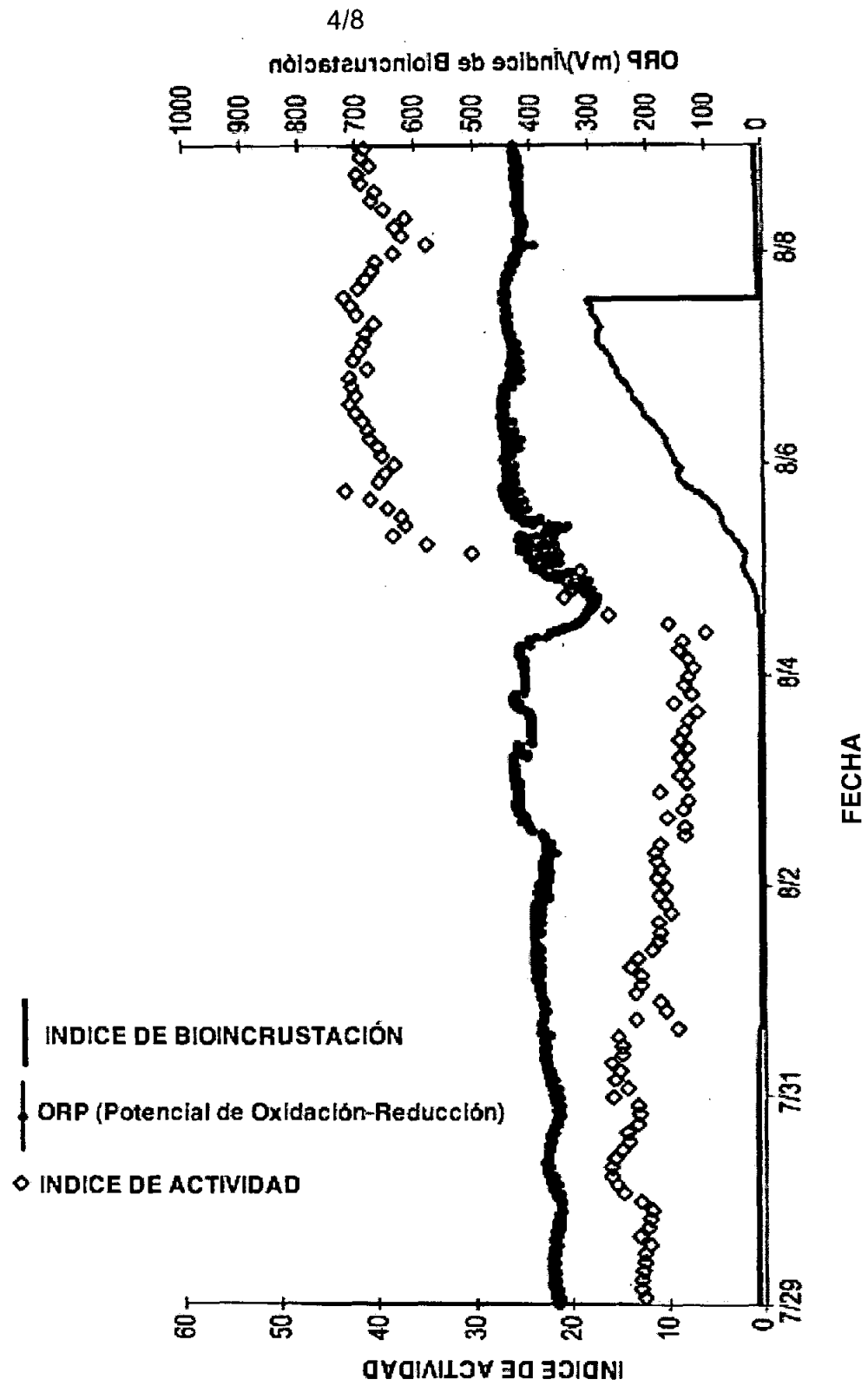


FIG 6

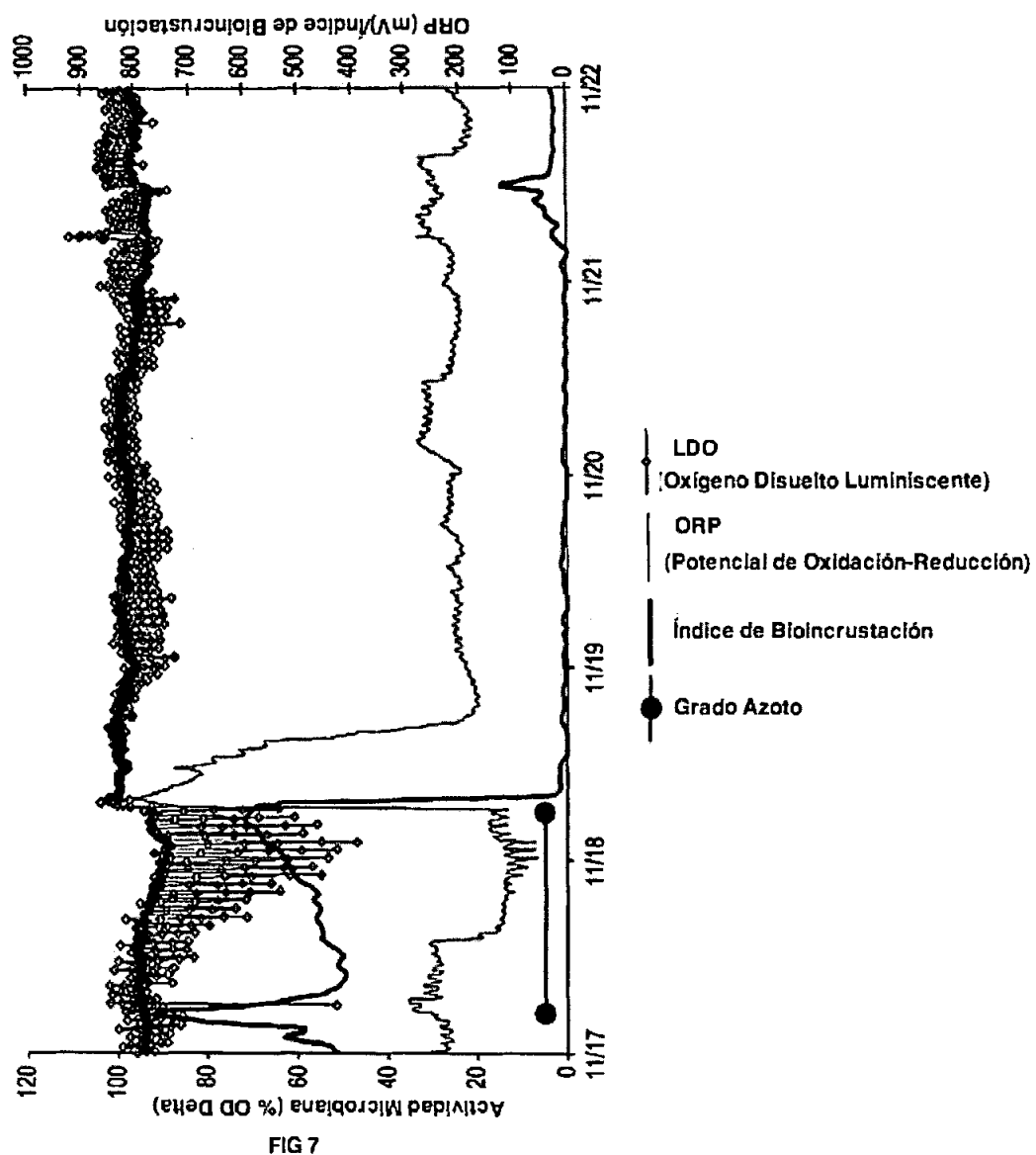
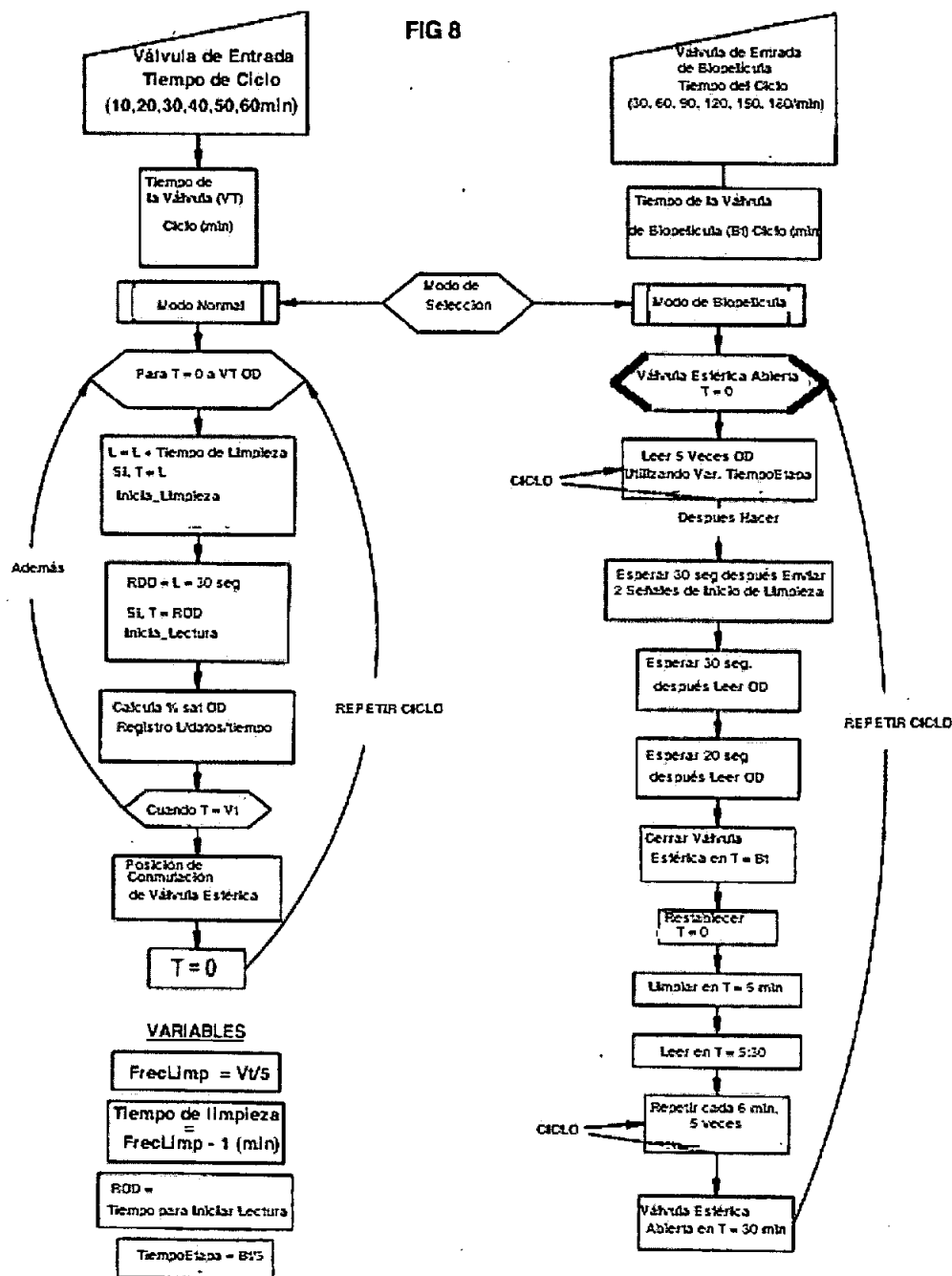


FIG 8



* = Comunicación hacia, o desde el Sistema de Control

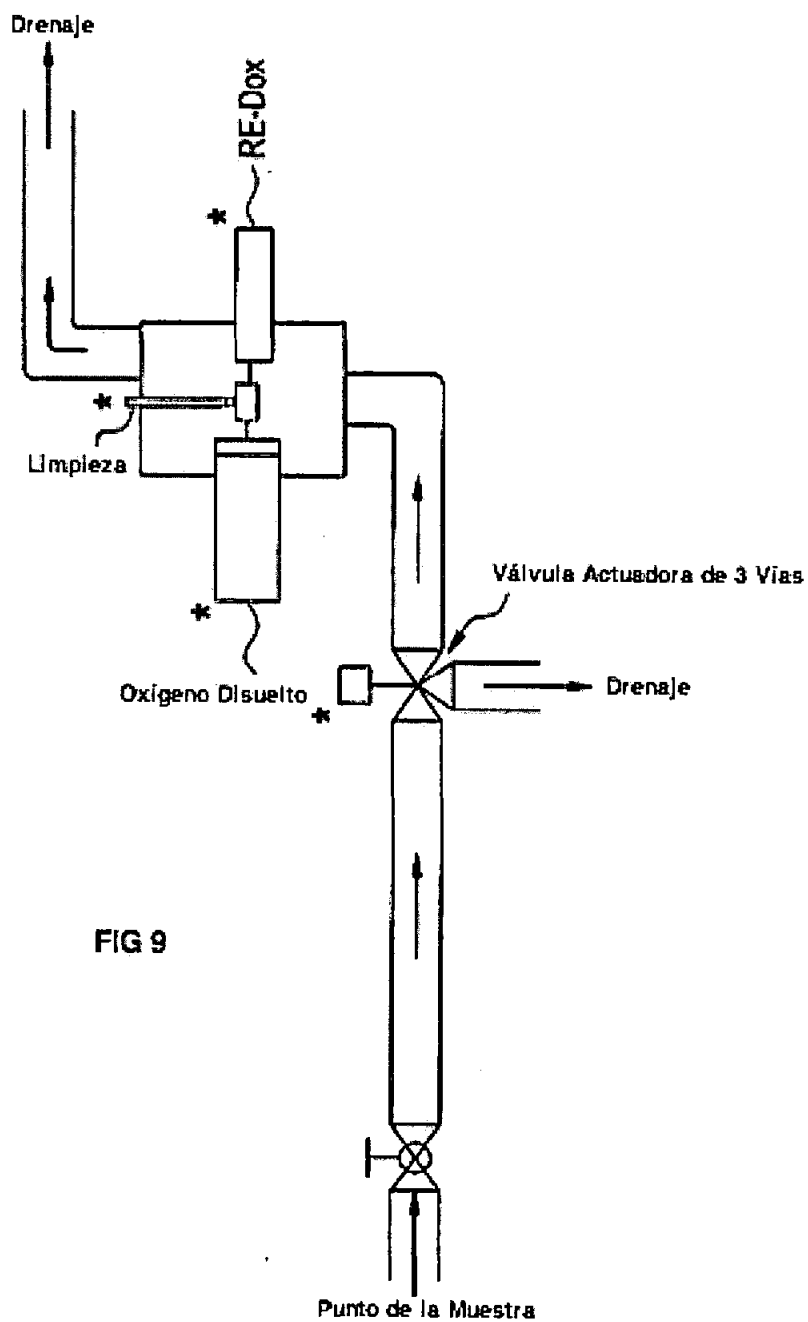
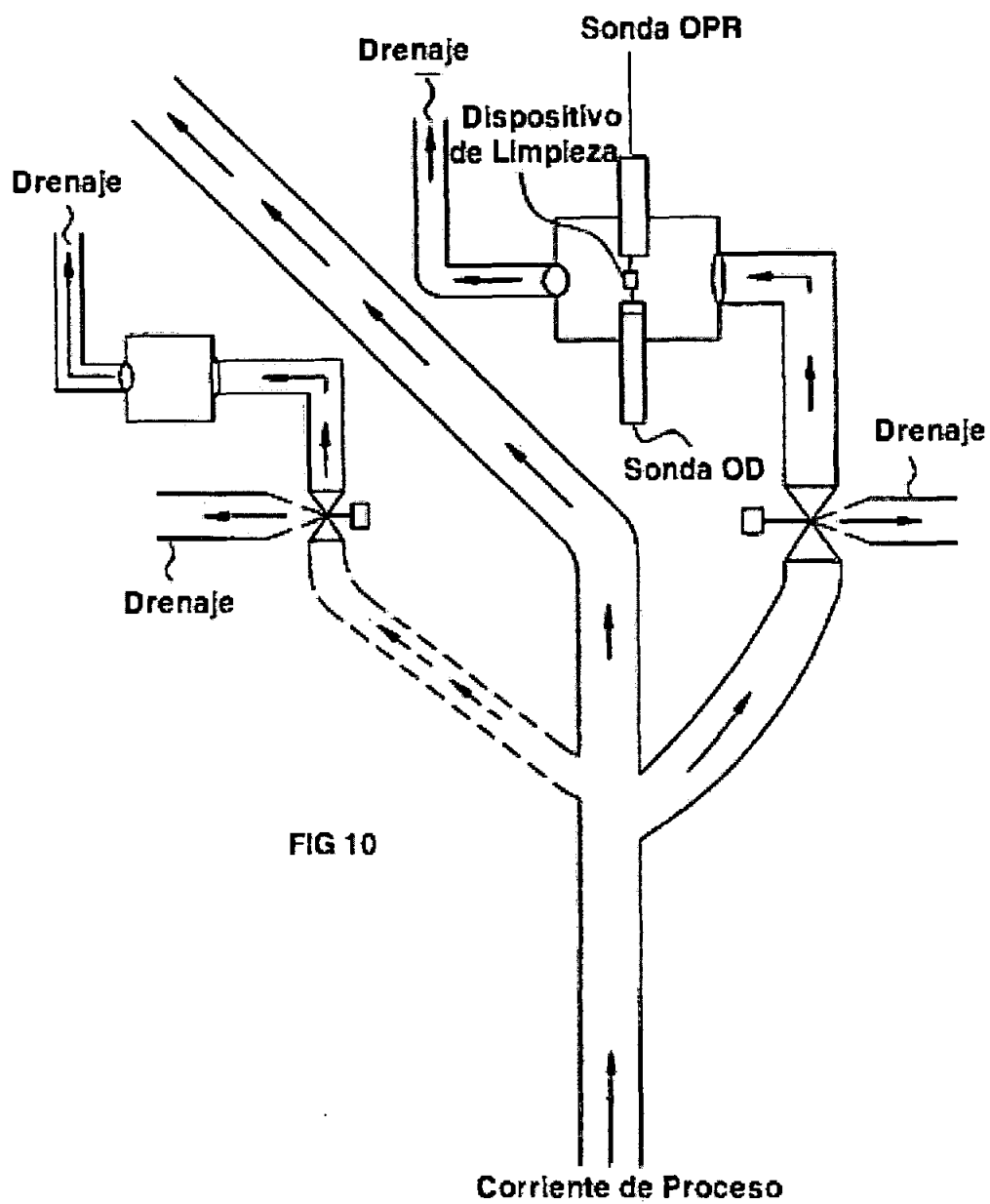


FIG 9



(12) INTERNATIONAL APPLICATION PUBLISHED UNDER THE PATENT COOPERATION TREATY (PCT)

(19) World Intellectual Property Organization
International Bureau(43) International Publication Date
28 May 2009 (28.05.2009)

PCT

(10) International Publication Number
WO 2009/067504 A2(51) International Patent Classification: **Not classified**(21) International Application Number:
PCT/US2008/084020(22) International Filing Date:
19 November 2008 (19.11.2008)

(25) Filing Language: English

(26) Publication Language: English

(30) Priority Data:
11/943,162 20 November 2007 (20.11.2007) US(71) Applicant (for all designated States except US): **NALCO COMPANY** [US/US]; 1601 W. Diehl Road, Naperville, Illinois 60563-1198 (US).

(72) Inventor; and

(75) Inventor/Applicant (for US only): **RICE, Laura, E.** [US/US]; 201 Chestnut Street, St. Charles, Illinois 60174 (US).(74) Agents: **DIMATTIA, Peter, A.** et al.; Nalco Company, 1601 W. Diehl Road, Naperville, Illinois 60563-1198 (US).

(81) Designated States (unless otherwise indicated, for every kind of national protection available): AE, AG, AL, AM,

AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, 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, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) Designated States (unless otherwise indicated, for every kind of regional protection available): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), Eurasian (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), European (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

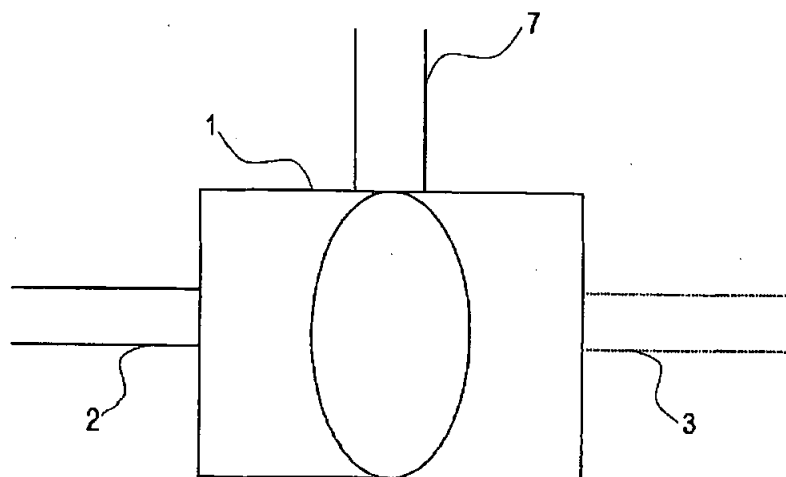
Declarations under Rule 4.17:

- as to applicant's entitlement to apply for and be granted a patent (Rule 4.17(ii))
- as to the applicant's entitlement to claim the priority of the earlier application (Rule 4.17(iii))
- of inventorship (Rule 4.17(iv))

Published:

- without international search report and to be republished upon receipt of that report

(54) Title: A METHOD OF MONITORING BULK (TOTAL) MICROBIOLOGICAL ACTIVITY IN PROCESS STREAMS

FIG. 1

(57) Abstract: An apparatus and method for monitoring and controlling microbiological activity in a process stream by measuring dissolved oxygen is disclosed.

A METHOD OF MONITORING BULK (TOTAL) MICROBIOLOGICAL ACTIVITY
IN PROCESS STREAMS

CROSS-REFERENCE TO RELATED APPLICATION

5

This application is a continuation-in-part of pending application, U.S. Serial No. 11/675,726, filed February 16, 2007, which is herein incorporated by reference.

FIELD OF THE INVENTION

10

This invention pertains to an apparatus for monitoring microbiological activity in process streams and a method of monitoring microbiological activity in process streams.

BACKGROUND

15

Microbial growth in commercial water systems can lead to spoilage and surface-fouling. If growth is not adequately controlled, spoilage can lead to offensive odors and reduced function of additives (e.g. microorganisms can produce catalase that hydrogen peroxide uses to enhance brightness and can produce cellulases that can impact fiber strength). If surface-fouling is not adequately controlled, resulting biofilms can interfere with heat-exchange, and in the case of papermaking systems biofilms can create a need to slow down the manufacturing process, shut-down the process to clean these deposits from surfaces, or might slough from surfaces causing holes or spots in the finished paper or board product. Therefore, such waters are treated with biocides to control microbial growth and prevent related problems.

20

Because spoilage and biofilm-formation contribute to different problems in industrial water systems and planktonic and sessile bacteria respond differently to biocontrol measures, there is a need to monitor the impact of biocontrol programs on these different modes of microbial growth.

25

Standard techniques typically used to monitor such water systems include standard plate count techniques. These techniques require lengthy incubation periods and do not provide adequate information for pro-active control and prevention of problems related to microbial growth. More recently, adenosine triphosphate (ATP) measurements have been used as a means of pro-active control. However, the reagents are costly and small volumes are sampled from large water systems. Data collection is also infrequent, leading to significant gaps in data. Therefore, this approach provides limited information on the status of microorganisms in the

30

system of interest. In addition, these approaches are typically used to monitor planktonic bacteria. Although in some cases, surfaces might be swabbed and analyzed in order to quantify biofilm bacteria. These approaches are very tedious and time-consuming.

5 Dissolved oxygen (DO) probes have been used to measure microbial activity in fluids, as it is well known that microbial activity and aerobic metabolism leads to a decrease in dissolved oxygen concentrations. U.S. Patent Nos. 5,190,728 and 5,282,537, issued to Robertson et al., disclose a method and apparatus for monitoring fouling in commercial waters utilizing DO measurements. However, the approach requires the use of nutrient additions to differentiate biological from non-biological fouling and there is no mention of how the probe is refreshed for
10 further measurements after the probe surface has fouled. In addition, the approach disclosed requires a means of continuously supplying oxygen.

The standard Clark style electrochemical DO probe has many limitations such as: chemical interferences (H_2S , pH, CO_2 , NH_3 , SO_4 , Cl^- , Cl_2 , ClO_2 , MeOH, EtOH and various ionic species), frequent calibration and membrane replacement, slow response and drifting readings,
15 thermal shock, and high flow requirements across membranes. A new type of dissolved oxygen probe, which has recently been made commercially available by a number of companies (e.g., HACH, Loveland, CO), overcomes nearly all of these limitations so that DO can be measured on-line in process waters. This new DO probe (LDO) is based on lifetime fluorescence decay where the presence of oxygen shortens the fluorescence lifetime of an excited fluorophore. The
20 fluorophore is immobilized in a film at the sensor surface and the excitation is provided with a blue LED.

U.S. Patent Nos. 5,698,412 and 5,856,119, both issued to Lee et al., disclose a method for monitoring and controlling biological activity in fluids in which DO is measured in combination with pH to measure transitions in metabolic behavior, specifically related to nutrient/substrate
25 depletion.

There remains a need for reliable and convenient methods to monitor planktonic and biofilm bacteria in commercial waters, which ensure that biocontrol programs adequately control spoilage and problematic biofilms. These methods should be reagentless to allow measurement of microbial activity in conditions representative of those in the ambient environment (minimal
30 modification). These methods should be automated and should allow for remote control of the monitor, remote access to the data, and remote or automated feed-back control of the biocontrol programs. Ideally, these methods would differentiate microbial activity on surfaces from bulk water activity in order to ensure that biocontrol programs adequately address the increased challenges typically faced when trying to control microorganisms in biofilms. Furthermore,

these methods would provide information on the nature of the deposits (biological or non-biological) to ensure that appropriate control measures are applied.

SUMMARY OF THE INVENTION

5 The present invention provides an apparatus for measuring microbiological activity in a process stream comprising: (a) a flow cell containing a plurality of openings, wherein at least one opening is a flow cell inlet for fluid drawn from said process stream and at least one opening is a flow cell outlet for fluid exiting said flow cell; (b) a DO probe attached to one of said openings; (c) optionally an ORP probe attached to one of said openings; (d) a cleaning device
10 attached to one of said openings; (e) optionally a first conduit attached to the flow cell inlet; (f) optionally a second conduit attached to the flow cell outlet; and (g) optionally a valve associated with said flow cell.

 The present invention also provides for a method for monitoring bulk (total) microbiological water activity in a process stream comprising: (a) connecting an apparatus to a
15 process stream, wherein said apparatus comprises a flow cell containing a plurality of openings, wherein at least one opening is a flow cell inlet for fluid drawn from said process stream and at least one opening is a flow cell outlet for fluid exiting said flow cell, a DO probe attached to one of said openings, optionally an ORP probe attached to one of said openings, optionally a cleaning device attached to one of said openings, optionally a first conduit attached to the flow cell inlet,
20 optionally a second conduit attached to the flow cell outlet, and optionally a valve associated with said flow cell; (b) drawing fluid from said process stream into said flow cell; (c) opening the valve of said apparatus to allow fluid to be drawn into said flow cell; (d) measuring at least once the DO concentration of said process stream with said DO probe, and wherein prior to each measurement the surface of said DO probe is cleaned; (e) closing the valve of the apparatus to
25 prevent fluid from being drawn into said flow cell; (f) measuring at least once the DO concentration of the fluid inside the apparatus with said DO probe and wherein prior to each measurement the surface of the DO probe is cleaned; (g) calculating a Δ DO reading between step (d) and step (f); and (h) correlating at least said Δ DO value in step (g) with microbiological bulk (total) activity in said process stream.

30 The present invention also provides for a method for measuring surface associated microbiological activity in a process stream comprising: (a) connecting an apparatus to a process stream, wherein said apparatus comprises a flow cell containing a plurality of openings, wherein at least one opening is a flow cell inlet for fluid drawn from said process stream and at least one opening is a flow cell outlet for fluid exiting said flow cell, a DO probe attached to one of said

openings, optionally an ORP probe attached to one of said openings, optionally a cleaning device attached to one of said openings, optionally a first conduit attached to the flow cell inlet, optionally a second conduit attached to the flow cell outlet, and optionally a valve associated with said flow cell; (b) drawing fluid from said process stream into said flow cell; (c) opening the valve of said apparatus to allow fluid to be drawn into said flow cell; (d) measuring at least once the DO concentration of said process stream with said DO probe, and wherein said DO probe is not cleaned prior to each measurement; (e) cleaning the surface of said DO probe; (f) measuring at least once both the DO concentration of the fluid inside said apparatus with said DO probe and optionally wherein prior to each measurement said DO probe surface is cleaned; (g) calculating a Δ DO reading between step (d) and step (f); and (h) correlating at least said Δ DO in step (g) with surface associated microbiological activity.

The present invention further provides for a method of monitoring both bulk (total) microbiological activity and surface associated microbiological activity.

BRIEF DESCRIPTION OF THE DRAWINGS

Figure 1 shows a schematic of an apparatus containing a flow cell, a DO probe, a cleaning device, and optionally an ORP probe.

Figure 2 shows schematic of an apparatus mounted to a back plate within an enclosure, wherein the apparatus contains a flow cell, a DO probe, an ORP probe, a cleaning device with a wiper solenoid, a first conduit, a second conduit, and a valve.

Figure 3 shows a schematic of an apparatus containing a DO probe, an ORP probe, and a cleaning device.

Figure 4 shows a schematic of an apparatus containing a flow cell, an ORP probe, a DO probe, and a cleaning device containing a wiper blade.

Figure 5 shows a schematic of a flow cell and a member, used to increase surface area

Figure 6 shows data collected at a paper mill, which pertains to bulk (total) microbiological activity and surface-fouling.

Figure 7 shows data collected at a paper mill, which pertains to bulk (total) microbiological activity and surface-fouling.

Figure 8 shows a flow chart for monitoring bulk microbiological activity and/or surface associated microbiological activity.

Figure 9 illustrates one embodiment of the claimed invention, wherein there is a flow cell associated with a DO probe, an ORP probe, and a cleaning device.

Figure 10 illustrates one embodiment of the claimed invention, wherein there is an OFM and a flow cell associated with a DO probe, an ORP probe, and a cleaning device.

DETAILED DESCRIPTION OF THE INVENTION

5 Definitions of Terms:

“DO” means dissolved oxygen.

“DO probe” includes any kind of probe that can measure dissolved oxygen. Preferably, the DO probe is a luminescent dissolved oxygen probe.

10 “LDO” means luminescent dissolved oxygen. LDO probes measure dissolved oxygen based on lifetime fluorescence decay where the presence of oxygen shortens the fluorescence lifetime of an excited fluorophore. The fluorophore is immobilized in a film at the sensor surface and the excitation is provided with a blue LED (light emitting diode). LDO probes are available from Hach Company, Loveland, CO. The probes usually have a sensor head that takes the measurement.

15 “ORP” means oxidation-reduction potential. An ORP probe is available from Walchem Corporation, Holliston, MA.

“REDOX” refers to oxidation-reduction state.

20 “OFM” means optical fouling monitor. Any suitable optical fouling for the particular process to be monitored may be utilized. This includes any general deposition monitor, such as a quartz crystal microbalance.

“Valve” refers to any device that regulates the flow of a fluid.

“Cleaning device” is any device(s) that are capable of cleaning a surface, e.g. a DO probe surface, and/or ORP probe surface.

25 “Process stream” includes any fluid in an industrial process, e.g. fluid taken from a conduit in a papermaking process, and fluid from a headbox in a papermaking process.

Preferred Embodiments:

30 Microbial activity in process streams can be indirectly measured by monitoring the consumption of dissolved oxygen because dissolved oxygen consumption is directly related to the amount of ATP that a cell is producing under aerobic respiration conditions and the amount of ATP that a cell produces can be correlated with the level of microbial activity in said process streams. The methods described in this invention are not suitable for process streams with low levels of DO where aerobic respiration is not the primary pathway of energy generation in microbial cells.

DO measurements collected from a process stream should be converted to percent saturation using pressure, temperature, and salinity values of the process stream. This helps normalize the data based on process fluctuations in these parameters. Temperature correction is especially important, as the temperature of the process stream being analyzed will drop 1-10 degrees Celsius during stop-flow conditions, which occurs when fluid is no longer being drawn into a flow cell.

To enhance the integrity of the correlation between dissolved oxygen consumption and microbiological activity the REDOX state of the process fluid has to be oxidizing such that oxygen consumption is not a result of chemical oxidation processes. Factors such as pH will influence the REDOX state of the process waters. Under high pH conditions, for example process waters having a pH greater than 9.5, can cause the oxidation of organic materials in process fluids even at elevated REDOX conditions.

Therefore, preferably the ORP of the process stream should be measured in conjunction with the DO concentration to make sure that dissolved oxygen consumption is primarily related to microbiological activity and not to process stream chemistry.

A. APPARATUS

An apparatus has been developed to practically measure dissolved oxygen in process streams. Other analytical devices may be associated with this apparatus, e.g. an ORP probe.

As shown in Figure 1, the apparatus contains (1) a flow cell; (2) a DO probe; optionally an (3) ORP probe; and (7) a cleaning device.

The (1) flow cell has a plurality of openings. These openings serve to allow fluid to flow through the (1) flow cell. The size and shape of the openings may vary; in particular, the type of process stream should be taking into account.

Figure 3 shows that (1) the flow cell contains (13) an inlet and (14) an outlet. The diameter of openings should be of a sufficient size to allow fluid from a process stream to flow easily through the (1) flow cell and prevent plugging of the (1) flow cell, and non-biological fouling of both the (2) DO probe and (3) ORP probe surfaces. Therefore, the diameter of the (1) flow cell will depend upon many factors, e.g. the type of process stream.

The flow cell openings also serve to allow various devices, such as (2) a DO probe, (3) an ORP probe, and/or (7) a cleaning device to attach to the flow cell so that one or more measurements of a process stream can be taken. Other apparatuses, such as pH meter, may associate with the flow cell.

In particular, the (2) DO probe and/or the (3) ORP probe are in communication with the (1) flow cell.

In one embodiment, the (2) DO probe and (3) ORP attach to the flow cell. The probes can attach to one of the (1) flow cell openings in various ways known to one of ordinary skill in the art. Connection can occur via any type of fastening and/or mounting means or the like. For example, a unit can be mounted to the (1) flow cell and a probe/device can be inserted through the unit and locked into place.

As shown in Figure 3, the probes are flush to the wall of the (1) flow cell.

In one embodiment, at least a portion of said (2) DO probe and optionally an (3) ORP probe protrudes into said flow cell.

In another embodiment, (2) DO probe contains a DO sensor head, wherein at least a portion of said DO sensor head protrudes into said flow cell and optionally wherein said (3) ORP probe contains an ORP sensor head and wherein at least a portion of said ORP sensor head protrudes into said flow cell.

In another embodiment, the probes should be orientated in such a manner as not to significantly obstruct the flow of fluid through the (1) flow cell.

In another embodiment, the (2) DO probe and (3) ORP probe are positioned across from one another.

Figure 2 shows additional features of the apparatus. More specifically, Figure 2 shows (4) a first conduit, (6) a valve associated with (4) a first conduit, (15) a drain associated with (4) a first conduit, (1) a flow cell, (2) a DO probe, (3) an ORP probe, (7) a cleaning device, (9) a solenoid in communication with said (7) cleaning device, and (5) a second conduit.

The (4) first conduit and a (5) second conduit attach to one or more openings in said (1) flow cell, as well as to the housing of the process stream. Attachment can occur via various means known to those of ordinary skill in the art. For example, the (4) first conduit can be piped into the process stream.

The (4) first conduit serves to carry fluid and/or divert fluid from the process stream into the (1) flow cell and/or other apparatuses such as an OFM. The (4) first conduit may be situated in any way that facilitates the movement of fluid from the process stream to the (1) flow cell. For example, gravity or an energy-based mechanism such as a pump can draw fluid from the process stream into the (1) flow cell containing apparatus.

In another embodiment, a drain (15) may be associated with the (4) first conduit to prevent backup/restrict flow into the process stream.

The (5) second conduit serves as exit path for fluid flowing through (1) a flow cell and also as a reservoir for holding fluid from a process stream. In particular, the second conduit (5) may be spatially orientated so that the (1) flow cell maintains fluid inside the (1) flow cell for analysis when monitoring is under stop flow conditions. For example, the (5) second conduit is orientated so that gravity can hold fluid inside the (1) flow cell.

In another embodiment, the (5) second conduit may also act as a drain.

The (6) valve associates with the (1) flow cell. In particular, the (6) valve is in communication with the (1) flow cell in a manner to achieve its desired function. The (6) valve(s) control/regulate the flow of fluid from the process stream into the (1) flow cell.

In one embodiment, the (6) valve associates with the flow cell via the (4) first conduit. In particular, the (6) valve integrates/connects with the (4) first conduit in such a manner as to be able to restrict flow in the closed position and allow flow when the (6) valve is under open conditions.

In another embodiment, (6) a valve(s) may regulate the flow of fluid into an OFM and/or the (1) flow cell.

In another embodiment, the diameter of the (6) valve must be large enough so as not to impede the flow of process water that contains high solids.

In another embodiment, (6) a valve may also prevent fluid from exiting the (1) flow cell or (5) second conduit so that readings under closed flow conditions can occur.

In another embodiment, the diameter of the (6) valve is at least 1 inch.

In another embodiment, the (6) valve is a ball valve.

In another embodiment, the (6) valve is actuated manually, electrically or pneumatically.

In another embodiment, the ball (6) valve is actuated manually, electrically or pneumatically.

Figures 2 and 4 show that a (7) cleaning device may be attached to one of the (1) flow cell openings. The cleaning device serves to clean the surface of both the (2) DO probe and/or (3) ORP probe surfaces and the orientation of the device should be such to achieve this function. The (7) cleaning device may clean other devices associated with the (1) flow cell.

In one embodiment, the (7) cleaning device traverses the area of the (1) flow cell.

In another embodiment, the (7) cleaning device is capable of traversing the area of the (1) flow cell to clean one or more devices/probes, such (2) a DO probe, (3) an ORP probe, or other types of analytical instrumentation that may be associated with the (1) flow cell.

In another embodiment, the (7) cleaning device contains (8) a wiper blade or a brush.

In another embodiment, the (7) cleaning device is actuated by a (9) wiper solenoid. The (9) solenoid receives instructions from a controller that is programmed with logic that instructs when to clean and when not to clean.

As shown in Figure 4, a (8) wiper blade is positioned to traverse the (1) flow cell in a perpendicular direction relative to both the (2) DO probe and (3) ORP probe.

Adding one or more (11) baffles to the (1) flow cell can increase the area of the (1) flow cell. Figure 5 shows a modified flow cell. Specifically, the member attaches to the flow cell and the member contains more than one baffle. The member can attach to the flow cell in a variety of ways. Other objects that can increase the surface area may be utilized in a similar fashion.

In one embodiment, the (10) member secures onto the (1) flow cell with the assistance of an (12) adaptor. The member has a (15) member inlet that receives flow from said process stream and an outlet that attaches to the flow cell.

In one embodiment, the (4) first conduit attaches to the (10) member instead of directly to the (1) flow cell.

In another embodiment, the (10) member has one or more (11) baffles.

The apparatus may be configured to monitor bulk microbiological water activity, surface-associated microbiological activity, or a combination thereof.

B. MONITORING BULK MICROBIOLOGICAL ACTIVITY IN A PROCESS STREAM

A method of monitoring bulk (total) microbiological activity in a process stream is disclosed. Bulk (total) microbiological activity refers to microbial activity in the bulk process stream, such as planktonic microorganisms and sessile microorganisms in the process stream.

The bulk microbiological activity of a process stream is determined by measuring the DO concentration of the process stream. Other parameters may be utilized in conjunction with this analysis. More specifically, the methodology contains the following steps: (a) connecting an apparatus to a process stream, wherein said apparatus comprises a flow cell containing a plurality of openings, wherein at least one opening is a flow cell inlet for fluid drawn from said process stream and at least one opening is a flow cell outlet for fluid exiting said flow cell, a DO probe attached to one of said openings, optionally an ORP probe attached to one of said openings, optionally a cleaning device attached to one of said openings, optionally a first conduit attached to the flow cell inlet, optionally a second conduit attached to the flow cell outlet, and optionally a valve associated with said flow cell; (b) drawing fluid from said process stream into said flow

cell; (c) opening the valve of said apparatus to allow fluid to be drawn into said flow cell; (d) measuring at least once the DO concentration of said process stream with said DO probe, and wherein prior to each measurement the surface of said DO probe is cleaned; (e) closing the valve of said apparatus to prevent fluid from being drawn into said flow cell; (f) measuring at least
5 once the DO concentration of the fluid inside said apparatus with said DO probe and wherein prior to each measurement the surface of said DO probe is cleaned; (g) calculating a Δ DO reading between step (d) and step (f); and (h) correlating at least said Δ DO value in step (g) with bulk (total) microbiological activity in said process stream.

This methodology may be applied to various different types of process streams.

10 In one embodiment, the process stream is from a process selected from the group consisting of: a paper making process; a cooling water process; a food or beverage process; and recreational based process.

Bulk water microbiological activity is measured by looking at the change in DO concentration (Δ DO) between open-flow and stop-flow conditions. Other parameters may be
15 utilized in conjunction with this analysis. More specifically, by looking at the Δ DO, the consumption rate of the DO can be determined. The consumption rate of DO can then be correlated with microbiological activity in said process stream, but the integrity of the correlation is better when ORP is measured in conjunction with the DO measurement because the DO measurement may be affected when the REDOX state of the process stream fluid is not
20 oxidizing.

Open-flow conditions occur when the process stream fluid can pass through flow cell and be measured by analytical instrumentation that is in communication with the flow cell, particularly a DO probe for measuring the DO concentration of the fluid.

Stop-flow conditions refer to when a process stream fluid can no longer enter the flow
25 cell. Under stop-flow conditions, fluid is maintained in the flow cell and the flow cell monitors the DO concentration of that fluid.

Under open flow conditions, such as in step (d), the DO concentration of the process stream fluid should be measured for a sufficient amount of time so that an accurate reading of the DO concentration of the process stream can be obtained. This may take one reading or more.
30 One of ordinary skill in the art would be able to determine without undue experimentation the number of readings it would take to get an accurate process stream reading, as well as the interval of reading(s) it would take to get an accurate process stream reading.

Under stop-flow conditions, such as in step (f), a sufficient amount of time should lapse prior to the first DO measurement of the fluid in the flow cell to ensure that one or more

microbiological species in said fluid will have enough time to consume dissolved oxygen in said fluid. This time period may vary and depends upon one or more factors, which may include the type of process that is being monitored and the effectiveness of the microbiological program, which is being used prior to implementing the methodologies of the present invention. For
5 example, in the paper industry, if the process water is heavily contaminated with microorganisms it may take less time for microorganisms to consume the DO. The types of microorganisms (e.g. fungi or filamentous bacteria) might also impact the rate and extent of DO consumption.

In one embodiment, measurements taken under open flow conditions and stop flow conditions are taken at the same intervals of time. In a further embodiment, measurements taken
10 under open flow conditions and stop flow conditions are taken for the same time period and at the same intervals of time.

The process stream may be monitored continuously, intermittently, or one time. Continuous monitoring provides real-time conditions so that system upsets can be readily detected in the process stream.

15 The Δ DO may be calculated in various ways.

In one embodiment, bulk microbiological activity is measured by taking the maximum change in DO concentration during a period of continuous water flow (open-flow conditions) versus stop flow conditions when the process water is stopped by closing the valve. In other words, the maximum change in DO concentration based upon readings in step (d) and step (f) are
20 used to calculate the Δ DO.

In another embodiment, the Δ DO value is determined by taking the average DO measurement from step (d) and the minimum DO level from step (f).

In another embodiment, the Δ DO value is determined by taking the highest measurement from step (d) and the minimum DO level from step (f).

25 In another embodiment, the Δ DO value is determined by taking the last measurement from step (d) and the minimum DO level from step (f).

In another embodiment, the duration of measurement and the interval of measurement for step (d) and step (f) are the same.

In a further embodiment, the duration of measurement in step (d) and step (f) can be
30 anywhere from 5 to 240 minutes.

In yet a further embodiment, the duration is 30 minutes and measurements are recorded 5 times during step (d) and step (f) at equal intervals.

In yet a further embodiment, the surface is wiped clean followed by a 30 second delay before measurements are recorded in step (d) and step (f).

The ORP of the process stream may be measured in conjunction with DO concentration of the process stream.

In one embodiment, the method further comprises measuring ORP in step (d) and step (f) at least one time and prior to each measurement cleaning the ORP probe surface.

5 In another embodiment, one or more oxidants may be added to the process stream if the ORP value drops below a predetermined level.

In another embodiment, if the ORP measurement(s) drops below a predetermined level, then the DO measurements that are measured in conjunction with the ORP measurements are not included in calculating Δ DO. More specifically, by excluding these measurements, a process
10 operator can get a better feel as to whether the DO consumption is related to microbiological activity or process stream chemistry.

In another embodiment, if the predetermined level is less than about 100 mV, then DO measurements are excluded because when ORP is in this range, the conditions are typically not oxidizing and consumption of dissolved oxygen could be related to chemical conditions in the
15 process stream.

Responding to total (bulk) microbiological levels in a process stream can take many different routes.

In one embodiment, if the total (bulk) microbiological levels are high or above a predetermined level thought to work well for the process, the protocol involves adding an
20 effective amount of biocide to bring microbiological levels back to a desired level.

The biocides can be oxidizing and/or non-oxidizing.

With respect to a papermaking process, the biocides are selected from the group consisting of: isothiazolin; glutaraldehyde; dibromonitripropionamide; carbamate; quaternary ammonium compounds; sodium hypochlorite; chlorine dioxide; peracetic acid; ozone;
25 chloramines; Stabrex™ (bromo-sulfamate); bromo-chloro-dimethyl hydantoin; dichloro-dimethyl hydantoin; monochloramine; sodium hypochlorite used in combination with ammonium salts and stabilizers including dimethyl hydantoin, amino acids, cyanuric acid, succinimide, and urea; and a combination thereof.

One or more controllers may be used to implement a response to the level of
30 microbiological activity in the process stream. More specifically, the controllers can be programmed to receive data from the process stream, e.g. the DO probe, calculate a Δ DO based upon logic inputted into the controller (e.g. a program logic controller), and implement a response in accord with the Δ DO, which could include various actions such as actuating a pump that feeds biocide or deposit control polymers into a process stream.

In one embodiment, the controller is web-based.

In another embodiment, the controller may be in communication with at least one of the following: the ORP probe, the DO probe, the cleaning device, a valve, or a combination thereof.

In another embodiment, the controller receives input signals from said DO probe, and
5 implements a desired protocol that is programmed in said controller.

In another embodiment, the controller is a controller system. "Controller system" and similar terms refer to a manual operator or an electronic device having components such as a processor, memory device, cathode ray tube, liquid crystal display, plasma display, touch screen, or other monitor, and/or other components. In certain instances, the controller may be operable
10 for integration with one or more application-specific integrated circuits, programs, or algorithms, one or more hard-wired devices, and/or one or more mechanical devices. Some or all of the controller system functions may be at a central location, such as a network server, for communication over a local area network, wide area network, wireless network, internet connection, microwave link, infrared link, and the like. In addition, other components such as a
15 signal conditioner or system monitor may be included to facilitate signal-processing algorithms.

In another embodiment, the desired protocol will be alerting an operator or person in charge of monitoring the process stream and treating the process stream.

In another embodiment, the desired protocol involves the addition of an effective amount of biocide to the process stream if said Δ DO reaches a predetermined level. The biocide can be
20 oxidizing and/or non-oxidizing.

An optical fouling monitor (OFM) may be used in conjunction with said flow cell to determine the nature/origin of the deposit buildup that is occurring in the process stream.

In one embodiment, the methodology of the present invention further comprises providing an optical fouling monitor that is in communication with said process stream; drawing
25 fluid from said process stream into said optical fouling monitor; measuring deposit formation with the optical fouling monitor; determining the type of deposits by correlating deposit formation in the optical fouling monitor with said microbiological activity determined from the Δ DO in said process stream; optionally programming a controller that is in communication with said OFM and at least the DO probe to add one or more chemical species to said process stream
30 in response to the correlation between said deposit formation and microbiological activity.

In a further embodiment, the chemical species contains a biocide if said correlation indicates that deposits formed on the optical fouling are microbiological in nature. For example, if there is deposition on the OFM and the Δ DO is high, then adding biocide to said process

stream to combat deposit formation and lower the microbiological activity of the process stream is one course of action. The biocides can be oxidizing and/or non-oxidizing.

In yet a further embodiment, the chemical species is a deposit control chemistry if said correlation indicates that said deposition formation is not microbiological in nature. For example, if there is deposition on the OFM and the Δ DO is low, then adding deposit control chemistry to the process stream to combat deposit formation is one course of action. There are various types of deposit control chemistries that are known to one of ordinary skill in the art; for example, there are anti-pitch agents that assist in preventing deposit formation during a papermaking process, and deposit control polymers.

C. MONITORING SURFACE-ASSOCIATED MICROBIOLOGICAL ACTIVITY IN A PROCESS STREAM

Surface-associated microbiological activity refers to microbial activity of surface microorganisms, for example, biofilms.

The surface-associated microbiological activity of a process stream is determined by measuring the DO concentration of the process stream. Other parameters may be utilized in conjunction with this analysis. More specifically, the methodology contains the following steps: (a) connecting an apparatus to a process stream, wherein said apparatus comprises a flow cell containing a plurality of openings, wherein at least one opening is a flow cell inlet for fluid drawn from said process stream and at least one opening is a flow cell outlet for fluid exiting said flow cell, a DO probe attached to one of said openings, optionally an ORP probe attached to one of said openings, optionally a cleaning device attached to one of said openings, optionally a first conduit attached to the flow cell inlet, optionally a second conduit attached to the flow cell outlet, and optionally a valve associated with said flow cell; (b) drawing fluid from said process stream into said flow cell; (c) opening the valve of said apparatus to allow fluid to be drawn into said flow cell; (d) measuring at least once the DO concentration of said process stream with said DO probe, and wherein said DO probe is not cleaned prior to each measurement; (e) cleaning the surface of said DO probe; (f) measuring at least once the DO concentration of the fluid inside said apparatus with said DO probe and optionally wherein prior to each measurement said DO probe surface is cleaned; (g) calculating a Δ DO reading between step (d) and step (f); and (h) correlating at least said Δ DO in step (g) with surface associated biological activity.

This methodology may be applied to various different types of process streams.

In one embodiment, the process stream is from a process selected from the group consisting of: a paper making process; a cooling water process; a food or beverage process; and recreational based process.

5 Biofilm activity is calculated by the difference in DO measurements taken before wiping versus immediately after wiping during open-flow conditions. Other parameters may be utilized in conjunction with this analysis. The integrity of the correlation of the Δ DO with biofilm activity is better when ORP is measured in conjunction with the DO measurement because the DO measurement may be affected when the REDOX state of the process stream fluid is not oxidizing.

10 Open-flow conditions occur when the process stream fluid can pass through the flow cell and be measured by analytical instrumentation that is communication with the flow cell, particularly a DO probe for measuring the DO concentration of the fluid.

Under open-flow conditions, such as in step (d) and step (f), a sufficient amount of time prior to measuring DO should lapse so that if there is biofilm accumulation, then there will be a
15 sufficient amount of time for biofilm accumulation to occur. This time period may vary on various factors including the type of process being monitored and the effectiveness of the current microbiological program, which is currently being used prior to implementation of this methodology. For example, in the paper industry, if the process water is heavily contaminated with microorganisms it may take less time for microorganisms to consume the DO. The types of
20 microorganisms (e.g. fungi or filamentous bacteria) might also impact the rate and extent of DO consumption.

In one embodiment, measurements taken under open flow conditions and stop flow conditions are taken at the same intervals of time. In a further embodiment, measurements taken under open flow conditions and stop flow conditions are taken for the same time period and at
25 the same intervals of time.

The process stream may be monitored continuously, intermittently, or one time. Continuous monitoring provides real-time conditions so that system upsets can be readily detected in the process stream.

The Δ DO may be calculated in various ways.

30 In one embodiment, the Δ DO value is determined by taking the lowest DO measurement in step (d) and average DO measurement from step (f).

In another embodiment, the Δ DO value is determined by taking the lowest measurement from step (d) and the highest DO level from step (f).

In another embodiment, the Δ DO value is determined by taking the last measurement from step (d) and the highest DO level from step (f).

In another embodiment, the DO measurements are made and recorded 5 times during a selected time interval with the flow continuous but there is no probe cleaning with wiper blade prior to any of these measurements.

In another embodiment, one minute before the selected time interval expires, the probes are cleaned and two consecutive measurements made and recorded.

The ORP of the process stream may be measured in conjunction with DO concentration of the process stream.

10 In one embodiment, the method further comprises measuring ORP in step (d) and step (f) at least one time and prior to each measurement cleaning the ORP probe surface, wherein the ORP probe is not wiped clean in step (d) and optionally wherein said ORP probe is wiped clean in step (f). Optionally, one or more oxidants may be added to the process stream if the ORP value drops below a predetermined level.

15 In another embodiment, if said ORP measurements drop below a predetermined level, then the DO measurements that are measured in conjunction with the ORP measurements, may not be included in calculating Δ DO which is used in determining microbiological activity of the process stream. More specifically, by excluding these measurements, a process operator can get a better feel as to whether the DO consumption is related to microbiological activity or process stream chemistry.

20 In another embodiment, if the predetermined level is less than about 100 mV, then DO measurements are excluded because when ORP is in this range, the conditions are not oxidizing and consumption of dissolved oxygen could be related to chemical conditions in the process stream.

25 In another embodiment, the DO probe, the ORP probe, or a combination thereof are cleaned by a cleaning device that contains a wiper blade.

In another embodiment, the wiper blade wipes the probe(s) surface twice.

Responding to surface-associated microbiological levels in a process stream can take many different routes.

30 In one embodiment, if the surface associated microbiological levels are high or above a predetermined level thought to work well for the process, the protocol involves adding an effective amount of biocide to bring microbiological levels back to a desired level.

The biocides can be oxidizing and/or non-oxidizing.

With respect to a papermaking process, the biocides are selected from the group consisting of: isothiazolin; glutaraldehyde; dibromonitripropionamide; carbamate; quaternary ammonium compounds; sodium hypochlorite; chlorine dioxide; peracetic acid; ozone; chloramines; Stabrex™ (bromo-sulfamate); bromo-chloro-dimethyl hydantoin; dichloro-dimethyl hydantoin; monochloramine; sodium hypochlorite used in combination with ammonium salts and stabilizers including dimethyl hydantoin, amino acids, cyanuric acid, succinimide, and urea; and a combination thereof.

One or more controllers may be used to implement a response to the level of microbiological activity in the process stream. More specifically, the controllers can be programmed to receive data from the process stream, e.g. the DO probe, calculate a Δ DO based upon logic inputted into the controller (e.g. a program logic controller), and implement a response in accord with the Δ DO, which could include various actions such as actuating a pump that feeds biocide into a process stream.

In one embodiment, the controller is web-based.

In another embodiment, the controller may be in communication with at least one of the following: the ORP probe, the DO probe, the cleaning device, a valve, or a combination thereof.

In another embodiment, the controller receives input signals from said DO probe, and implements a desired protocol that is programmed in said controller.

In another embodiment, the controller is a controller system. "Controller system" and similar terms refer to a manual operator or an electronic device having components such as a processor, memory device, cathode ray tube, liquid crystal display, plasma display, touch screen, or other monitor, and/or other components. In certain instances, the controller may be operable for integration with one or more application-specific integrated circuits, programs, or algorithms, one or more hard-wired devices, and/or one or more mechanical devices. Some or all of the controller system functions may be at a central location, such as a network server, for communication over a local area network, wide area network, wireless network, internet connection, microwave link, infrared link, and the like. In addition, other components such as a signal conditioner or system monitor may be included to facilitate signal-processing algorithms.

In another embodiment, the desired protocol will be alerting an operator or person in charge of monitoring the process stream and treating the process stream.

In another embodiment, the desired protocol involves the addition of an effective amount of biocide to the process stream if said Δ DO reaches a predetermined level. The biocide can be oxidizing and/or non-oxidizing.

An optical fouling monitor (OFM) may be used in conjunction with said flow cell to determine the nature/origin of the deposit buildup that is occurring in the process stream.

In one embodiment, the methodology of the present invention further comprises providing an optical fouling monitor that is in communication with said process stream; drawing
5 fluid from said process stream into said optical fouling monitor; measuring deposit formation with the optical fouling monitor; determining the type of deposits by correlating deposit formation in the optical fouling monitor with said microbiological activity determined from the Δ DO in said process stream; optionally programming a controller that is in communication with said OFM and at least the DO probe to add one or more chemical species to said process stream
10 in response to the correlation between said deposit formation and microbiological activity.

In a further embodiment, the chemical species contains a biocide if said correlation indicates that deposits formed on the optical fouling are microbiological in nature. For example, if there is deposition on the OFM and the Δ DO is high, then adding biocide to said process stream to combat deposit formation and lower the microbiological activity of the process stream
15 is one course of action. The biocide can be oxidizing and/or non-oxidizing.

In yet a further embodiment, the chemical species is a deposit control chemistry if said correlation indicates that said deposition formation is not microbiological in nature. For example, if there is deposition on the OFM and the Δ DO is low, then adding deposit control chemistry to the process stream to combat deposit formation is one course of action. There are
20 various types of deposit control chemistries that are known to one of ordinary skill in the art; for example, there are anti-pitch agents that assist in preventing deposit formation during a papermaking process, and deposit control polymers.

D. MONITORING BULK AND SURFACE ASSOCIATED 25 MICROBIOLOGICAL ACTIVITY IN A PROCESS STREAM

Bulk microbiological activity may be monitored in conjunction with surface associated microbiological activity. A method of measuring bulk microbiological activity and surface associated microbiological activity in a process stream comprising: (a) connecting an apparatus
30 to said process stream, wherein said apparatus comprises a flow cell containing a plurality of openings, wherein at least one opening is a flow cell inlet for fluid drawn from said process stream and at least one opening is a flow cell outlet for fluid exiting said flow cell, a DO probe attached to one of said openings, optionally an ORP probe attached to one of said openings, optionally a cleaning device attached to one of said openings, optionally a first conduit attached
35 to the flow cell inlet, optionally a second conduit attached to the flow cell outlet, and optionally a

valve associated with said flow cell; (b) drawing fluid from said process stream into said flow cell; (c) opening the valve of said apparatus to allow fluid to be drawn into said flow cell; (d) measuring at least once both the DO concentration of said process stream with said DO probe, wherein said DO probe is not cleaned prior to each measurement; (e) cleaning the surface of said DO probe; (f) measuring at least once the DO concentration of the fluid inside said apparatus with said DO probe optionally wherein prior to each measurement said DO probe surface is cleaned; (g) closing the valve of said apparatus to prevent fluid from being drawn into said flow cell; (h) measuring at least once the DO concentration of the fluid inside said apparatus with said DO probe, wherein prior to each measurement said DO probe surface is cleaned; (i) calculating a Δ DO reading between step (f) and step (h) and correlating at least said Δ DO with said bulk microbiological activity in said process stream; and (j) calculating a Δ DO reading between step (d) and step (f) and correlating at least said Δ DO with said surface associated microbiological activity in said process stream.

In another embodiment, the monitoring is set up so that an operator can toggle/switch between bulk microbiological activity (Normal Mode) and/or surface associated activity (Biofilm Mode). Figure 8 illustrates one embodiment of this mechanism via a flow chart.

In another embodiment, the method further comprises measuring ORP in step (d), step (f), and step (h) at least one time, wherein the ORP probe is not wiped clean in step (d), optionally wherein said ORP probe is wiped clean in step (f), and wherein the ORP probe is wiped clean in step (h); optionally adding one or more oxidants to said process stream if the ORP value drops below a predetermined level; and optionally not using said DO measurements in calculating said Δ DO if said ORP value drops below a predetermined level.

In another embodiment, deposit formation from the process stream may be also monitored in conjunction with this methodology. More specifically, the methodology of the present invention further comprises providing an optical fouling monitor that is in communication with said process stream; drawing fluid from said process stream into said optical fouling monitor; measuring deposit formation with said optical fouling monitor; determining the type of deposits by correlating deposit formation in said optical fouling monitor with said microbiological activity determined from the Δ DO in said process stream; optionally programming a controller to add one or more chemical species to said process stream in response to said correlation between said deposition formation and microbiological activity.

E. ADDITIONAL EMBODIMENTS

Additionally, the present disclosure provides for a method for monitoring and controlling bulk (total) microbiological water activity in a process stream comprising: (a) connecting an apparatus to a process stream, wherein said apparatus comprises a flow cell containing a plurality of openings, wherein at least one opening is a flow cell inlet for fluid drawn from said process stream and at least one opening is a flow cell outlet for fluid exiting said flow cell, a DO probe attached to one of said openings, optionally an ORP probe attached to one of said openings, optionally a cleaning device attached to one of said openings, optionally a first conduit attached to the flow cell inlet, optionally a second conduit attached to the flow cell outlet, and optionally a valve associated with said flow cell; (b) drawing fluid from said process stream into said flow cell; (c) opening the valve of said apparatus to allow fluid to be drawn into said flow cell; (d) measuring at least once the DO concentration of said process stream with said DO probe, and wherein prior to each measurement the surface of said DO probe is cleaned; (e) closing the valve of said apparatus to prevent fluid from being drawn into said flow cell; (f) measuring at least once the DO concentration of the fluid inside said apparatus with said DO probe, and wherein prior to each measurement the surface of said DO probe is cleaned; (g) calculating a Δ DO reading between step (d) and step (f); (h) correlating at least said Δ DO value in step (g) with bulk (total) microbiological activity in said process stream; and (i) controlling the amount of said microbiological activity by adding an effective amount of a treatment containing one or more oxidizing biocides to the process stream and/or an effective amount of a treatment containing one or more non-oxidizing biocides and optionally a mixture containing an n-hydrogen compound, an oxidizing biocide, and optionally a buffer to the process stream.

In another embodiment, the non-oxidizing biocide is added subsequent to the mixture.

In another embodiment, the process stream is a papermaking process stream or a hydroentangling non-woven process stream.

In another embodiment, the hydroentangling non-woven process stream is part of process for making a fiberglass mat.

In another embodiment, the n-hydrogen compound contains at least one of the following: an ammonium salt, ammonium sulfate, ammonium acetate, ammonium bicarbonate, ammonium bromide, ammonium carbonate, ammonium chloride, ammonium citrate, ammonium nitrate, ammonium oxalate, ammonium persulfate, ammonium phosphate, ammonium sulfate, ferric ammonium sulfate, and ferrous ammonium sulfate.

In another embodiment, the n-hydrogen compound contains at least one of the following: succinimide, cyanamide, dicyanamide, melamine, ethanolamine, ethylenediamine,

diethanolamine, triethanolamine, triethylenetetramine, dibutylamine, tributylamine, glutamine, diphenylamine, hydrazine, urea, thiourea, N-methylurea, acetylurea, ethylcarbamate, 1,3-dimethylbiuret, methyl phenylbiuret, isocyanuric acid, barbituric acid, 6-methyluracil, 2-imidazoline, 5,5-dimethylhydantoin, 2-pyrimidinone, benzamide, phthalimide, N-ethylacetamide, 5 azetidin-2-one, 2-pyrrolidone, caprolactam, sulfamic acid, sulfamide, p-toluenesulfonamide, phenyl sulfonamide, dimethyl sulfinimine, isothiazolene-1,1-dioxide, orthophosphoryl triamide, pyrophosphoryl triamide, phenyl phosphoryl-bis dimethylamide, boric acid amide, methanesulfonamide, melamine, pyrrolidone, hydantoin, acetanilide, acetamide, biuret, allophanate, pyrrole, indole, guanidine, biguanidine, and primary and secondary nitrogen 10 containing polymers.

In another embodiment, the non-oxidizing biocide contains at least one of the following: 2,2-dibromo-3-nitropropionamide (DBNPA), glutaraldehyde, methylene bithiocyanate (MBTC), thiazole derivatives, isothiazolinone derivatives, 5-chloro-2-methyl-4-isothiazolin-3-one (CMIT), 2-methyl-4-isothiazolin-3-one (MIT), 1,2-benzisothiazolin-3-one (BIT), 2-bromo-2- 15 nitro-propane-1,3-diol (Bronopol), a long chain quaternary ammonium compound, an aliphatic diamine, a guanidine, biguanidine, n-dodecylguanidine hydrochloride (DGH), n-alkyl dimethyl benzyl ammonium chloride, didecyl dimethyl ammonium chloride, 1,2-dibromo-2,4-dicyanobutane, 2,2-dibromo-3-nitropropionamide (DBNPA), bis(trichloromethyl)sulfone, 4,5-dichloro-1,2-dithiol-3-one, 2-bromo-2-nitrostyrene, 5-chloro-2-methyl-4-isothiazolin-3-one 20 (CMIT), and 2-methyl-4-isothiazolin-3-one (MIT).

The following examples are at not meant to be limiting.

EXAMPLES

Example 1

25 A process stream is drawn into a flow cell via a first conduit. One or more valves regulate flow into a flow cell. A drain associated with the first conduit and one or more valves prevents backup into the process stream or aids in controlling plugging from solids present in the process stream. Under open flow conditions the valve is positioned to allow fluid to pass into the flow cell. Attached to the flow cell are a DO probe, an ORP probe, and a cleaning device (e.g. 30 wiper blade). Fluid passes through the flow cell for analysis.

Depending on the monitoring (bulk/surface-associated/a combination), the valve is turned in an open position/or closed position to allow fluid into the flow cell and the DO concentration and/or ORP is recorded in accord with one of the above-mentioned process protocols. The fluid that passes through the flow cell exits through a drain. The fluid that flows into the drain can be

drained back into the process stream, e.g. into the machine chest of a papermaking process.

Figure 9 provides a schematic of the flow cell setup and the flow of a process stream through the flow cell setup.

5 An OFM monitor can also be associated with the process stream. One or more valves regulate flow into an OFM. Figure 10 provides a schematic of the flow cell setup in conjunction with an OFM monitor, as well as the flow of the process stream through the flow cell setup and OFM.

Depending upon the level of microbiological activity and/or deposits in the process stream, the appropriate chemistry that corrects the problem can be feed into the process stream.

10 For example, a controller may transmit a signal a pump that actuates a solenoid associated with a feed mechanism.

Example 2

A side-stream of paper process water from a paper mill located in Germany was allowed
15 to flow through the monitoring device (2 liters per second). This mill produces coated and uncoated freesheet and uses a stabilized-oxidant for biocontrol. The valve on the monitoring device was opened and closed at 60-minute intervals to start and stop flow into the flow-cell monitoring chamber. ORP and LDO values were measured at 10-minute intervals. Data from the ORP and LDO monitoring devices were collected by a data logger and sent to a web-server
20 for display on a website. Data were downloaded from the website and analyzed to determine the impact of the biocontrol program and process conditions on microbial activity.

In this application, the invention was used in combination with an OFM to determine the nature/origin of problematic deposits. For example, if deposition and activity are high it is likely that deposits are biological in nature. In contrast, if deposition is high and microbial activity is
25 low it is unlikely that microorganisms are contributing to deposits and problem-solving efforts should be focused elsewhere. The example provided in Figure 6 demonstrates the impact of a machine shut-down on ORP, microbial activity, and deposition (OFM) in stagnant process water. Microbial activity is reported as Δ DO. The machine was shut-down on August 4. Shortly following this event there was a sharp increase in the Δ DO, which coincided with a decrease in
30 ORP and increase in surface fouling as measured by the OFM. These data suggest that the oxidant-based program was not persistent and did not adequately control microbial growth and deposit formation during this incident. Microscopic examination of surface deposits confirmed high densities of microorganisms, including filamentous bacteria.

Example 3

A side-stream of paper process water from a paper mill located in the U.S. was allowed to flow through the monitoring device (0.25 liters per second). This mill frequently changes the fiber content of the paper product, which can have a dramatic impact on the performance of a biocontrol program. Specifically, this mill uses an Azoto furnish that increases the halogen-demand in the process water system. The valve of the monitoring device was opened and closed at 30-minute intervals to start and stop flow into the flow-cell monitoring chamber. ORP and LDO values were measured at 6-minute intervals. The data from the ORP and LDO monitoring devices were collected by a data logger or downloaded to a computer using the software provided with the monitoring device.

Shortly after installing the monitoring device, process changes were immediately observed to impact the performance of the biocontrol program based on ORP measurements, microbial activity levels, and surface fouling measured with the OFM. The example provided in Figure 7 demonstrates the impact of a change in fiber content on ORP, microbial activity, and deposition (OFM). Microbial activity is reported as LDO (% saturation) and a greater difference between the background LDO during open-flow conditions and LDO measured during stop-flow conditions indicates higher microbial activity. These data suggest that the oxidant-based program did not adequately control microbial growth and deposit formation when Azoto grade, high oxidant-demand furnish was used. Therefore, the program should be modified for improved deposit control during manufacture of this particular grade.

Example 4

The dissolved oxygen monitor measures the dissolved oxygen in the sample water continuously. The monitoring program is controlled by a PLC (Programmable Logic Controller), which will read and hold a measured LDO value until the program cycle is complete. The PLC also controls a wiper unit, which will wipe the face of the sensor clean, and a motorised ball valve, which can stop the flow of water through the sample cell.

Two basic monitoring modes are available: Bulk Microbiological Activity (BMA) Mode and/Surface-Associated Microbiological activity (SAMA) Mode. Both modes use three variables to set the program to the needs of the particular application: X, Xt and Xti. More specifically, X is the open time and closed time of the ball valve in minutes, Xt is the number of LDO readings stored during time X, and Xti is the interval between the LDO readings. While the ball valve is open and the sample is flowing the LDO readings should be stable reflecting the current state at

the sample source. When the ball valve closes and the sample flow stops the dissolved oxygen in the closed off flow cell will tend to be depleted by reaction with organic material.

In BMA Mode, all the readings are taken immediately after the probe has been wiped clean. The Delta DO value provides a measure of the microbial activity in the body of the
5 sample by reflecting the consumption of dissolved oxygen during metabolism.

In SAMA Mode the electrode is not wiped for the first part of the valve open cycle. During this time there may be a build up of biofilm on the surface of the electrode. The electrode is then wiped clean and the difference shows the level of biofilm accumulated during the first part of the cycle. When the ball valve closes readings are taken as in BMA Mode.

Table I – BMA Mode

 $X = 10; X_t = 5$

Time (minutes.)	Progression	Event	Reading	Sample Flow
00:00	Start	BALL VALVE OPEN		FLOWING
01:00	$X_{ti} - 01:00$	Wipe		
01:30	$X_{ti} - 00:30$	Read LDO	1	
03:00	$2X_{ti} - 01:00$	Wipe		
03:30	$2X_{ti} - 00:30$	Read LDO	2	
05:00	$3X_{ti} - 01:00$	Wipe		
05:30	$3X_{ti} - 00:30$	Read LDO	3	
07:00	$4X_{ti} - 01:00$	Wipe		
07:30	$4X_{ti} - 00:30$	Read LDO	4	
09:00	$5X_{ti} - 01:00$	Wipe		
09:30	$5X_{ti} - 00:30$	Read LDO	5	STOPPED
10:00	$5X_{ti}$	CLOSE BALL VALVE		
11:00	$6X_{ti} - 01:00$	Wipe		
11:30	$6X_{ti} - 00:30$	Read LDO	6	
13:00	$7X_{ti} - 01:00$	Wipe		
13:30	$7X_{ti} - 00:30$	Read LDO	7	
15:00	$8X_{ti} - 01:00$	Wipe		
15:30	$8X_{ti} - 00:30$	Read LDO	8	
17:00	$9X_{ti} - 01:00$	Wipe		
17:30	$9X_{ti} - 00:30$	Read LDO	9	
19:00	$10X_{ti} - 01:00$	Wipe		
19:30	$10X_{ti} - 00:30$	Read LDO	10	
20:00	$10X_{ti}$	CYCLE COMPLETE		

5

MAX = Average of readings 1 > 5
 MIN = Minimum reading out of 6 > 10

Activity:

BMA = MAX – MIN

10

Table I – BMA Mode

 $X = 10; X_t = 5$

Time (minutes.)	Progression	Event	Reading	Sample Flow
00:00	Start	BALL VALVE OPEN		FLOWING
01:00	Xti – 01:00	Wipe		
01:30	Xti – 00:30	Read LDO	1	
03:00	2Xti – 01:00	Wipe		
03:30	2Xti – 00:30	Read LDO	2	
05:00	3Xti – 01:00	Wipe		
05:30	3Xti – 00:30	Read LDO	3	
07:00	4Xti – 01:00	Wipe		
07:30	4Xti – 00:30	Read LDO	4	
09:00	5Xti – 01:00	Wipe		
09:30	5Xti – 00:30	Read LDO	5	STOPPED
10:00	5Xti	CLOSE BALL VALVE		
11:00	6Xti – 01:00	Wipe		
11:30	6Xti – 00:30	Read LDO	6	
13:00	7Xti – 01:00	Wipe		
13:30	7Xti – 00:30	Read LDO	7	
15:00	8Xti – 01:00	Wipe		
15:30	8Xti – 00:30	Read LDO	8	
17:00	9Xti – 01:00	Wipe		
17:30	9Xti – 00:30	Read LDO	9	
19:00	10Xti – 01:00	Wipe		
19:30	10Xti – 00:30	Read LDO	10	
20:00	10Xti	CYCLE COMPLETE		

5

MAX = Average of readings 1 > 5
 MIN = Minimum reading out of 6 > 10
 Activity:
 BMA = MAX – MIN

10

Table II – SAMA Mode (Readings 1-7) and BMA Mode

Time (minutes.)	Progression	Event	Reading	Sample Flow
00:00	Start	BALL VALVE OPEN		FLOWING
04:30	Xti – 01:30	Read LDO	1	
12:030	2Xti	Read LDO	2	
18:00	3Xti	Read LDO	3	
24:00	4Xti	Read LDO	4	
30:00	5Xti	Read LDO	5	
30:30	5Xti + 0:30	Wipe twice		
31:00	5Xti + 1:00	Read LDO	6	
31:20	5Xti – 01:20	Read LDO	7	
		CLOSE BALL VALVE		STOPPED
35:00	X + (Xti – 01:00)	Wipe		
35:30	X + (Xti – 00:30)	Read LDO	8	
41:00	X + (2Xti – 01:00)	Wipe		
41:30	X + (2Xti – 00:30)	Read LDO	9	
47:00	X + (3Xti – 01:00)	Wipe		
47:30	X + (3Xti – 00:30)	Read LDO	10	
53:00	X + (4Xti – 01:00)	Wipe		
53:30	X + (4Xti – 00:30)	Read LDO	11	
59:00	X + (5Xti – 01:00)	Wipe		
59:30	X + (5Xti – 00:30)	Read LDO	12	
60:00	2X	CYCLE COMPLETE		

- B MIN = Reading 5
 5 B MAX = Average of readings 6 & 7
 MIN = Minimum reading out of 8 > 12
 Activity:
 BMA = B MAX – MIN
 SAMA = B MAX – B MIN

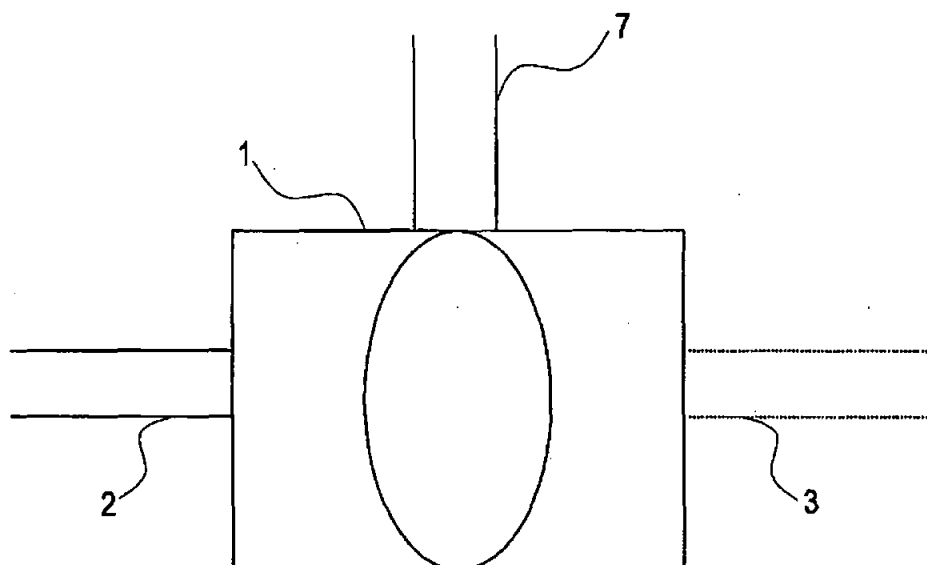
10

CLAIMS

We claim:

1. A method for monitoring and controlling bulk (total) microbiological water activity in a process stream comprising:
 - 5 a. connecting an apparatus to a process stream, wherein said apparatus comprises a flow cell containing a plurality of openings, wherein at least one opening is a flow cell inlet for fluid drawn from said process stream and at least one opening is a flow cell outlet for fluid exiting said flow cell, a DO probe attached to one of said openings, optionally an ORP probe attached to one of said openings, optionally a cleaning device attached to one
10 of said openings, optionally a first conduit attached to the flow cell inlet, optionally a second conduit attached to the flow cell outlet, and optionally a valve associated with said flow cell;
 - b. drawing fluid from said process stream into said flow cell;
 - c. opening the valve of said apparatus to allow fluid to be drawn into said flow cell;
 - 15 d. measuring at least once the DO concentration of said process stream with said DO probe, and wherein prior to each measurement the surface of said DO probe is cleaned;
 - e. closing the valve of said apparatus to prevent fluid from being drawn into said flow cell;
 - f. measuring at least once the DO concentration of the fluid inside said apparatus with said DO probe, and wherein prior to each measurement the surface of said DO probe is
20 cleaned;
 - g. calculating a Δ DO reading between step (d) and step (f);
 - h. correlating at least said Δ DO value in step (g) with bulk (total) microbiological activity in said process stream; and
 - i. controlling the amount of said microbiological activity by adding an effective amount of a
25 treatment containing one or more oxidizing biocides to the process stream and/or an effective amount of a treatment containing one or more non-oxidizing biocides and optionally a mixture containing an n-hydrogen compound, an oxidizing biocide, and optionally a buffer to the process stream.
2. The method of claim 1 wherein said process stream is a papermaking process stream or a
30 hydroentangling non-woven process stream.
3. The method of claim 2 wherein said hydroentangling non-woven process stream is part of process for making a fiberglass mat.
4. The method of claim 1, wherein the n-hydrogen compound contains at least one of the following: an ammonium salt, ammonium sulfate, ammonium acetate, ammonium bicarbonate,

FIG. 1



2/10

FIG. 2

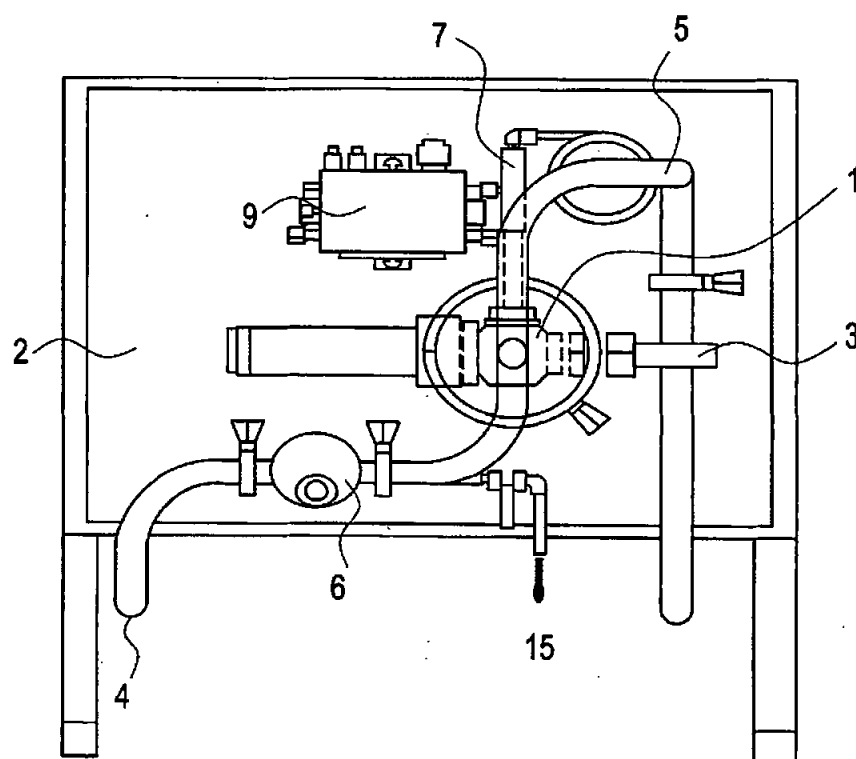
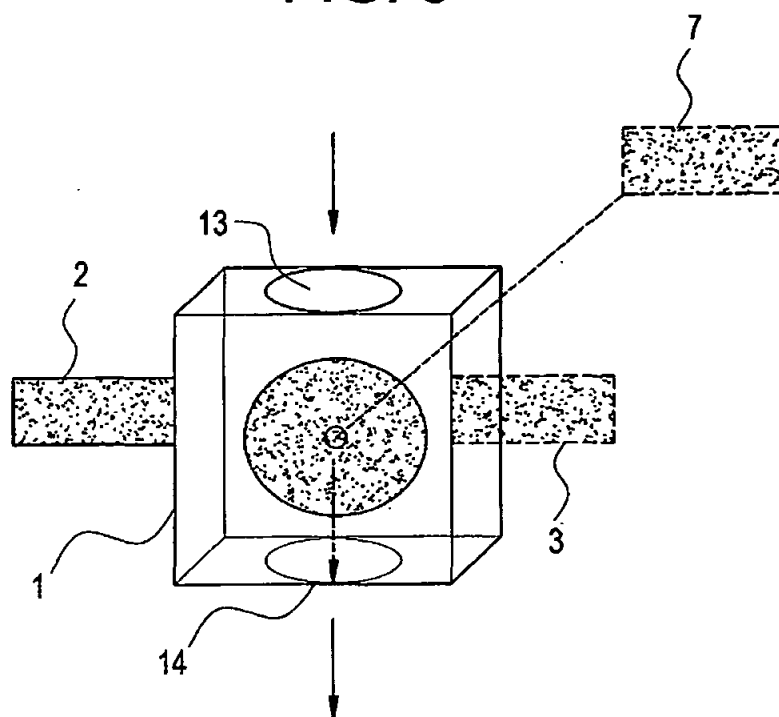


FIG. 3



4/10

FIG. 4

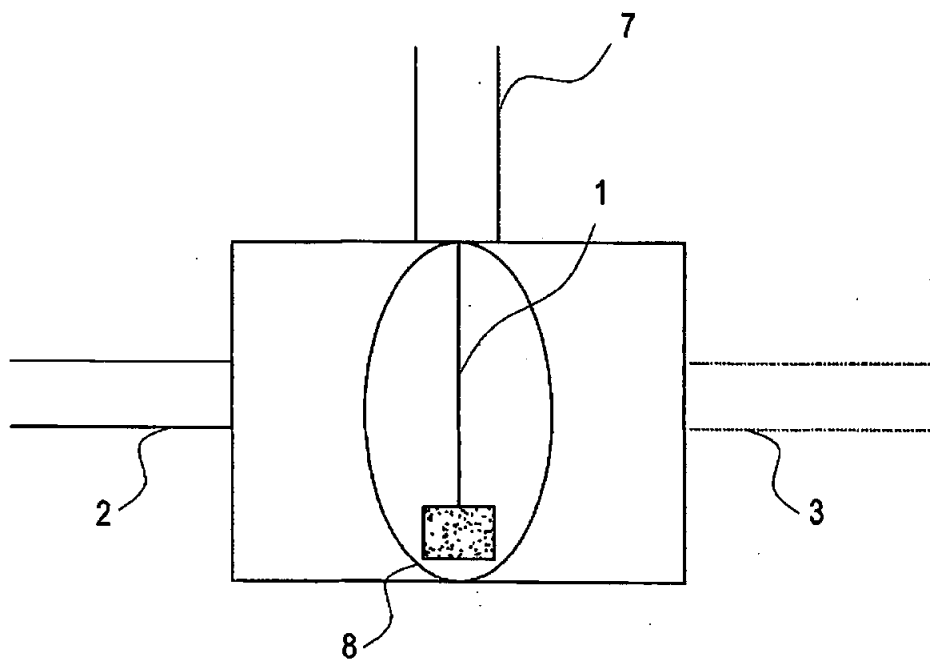


FIG. 5

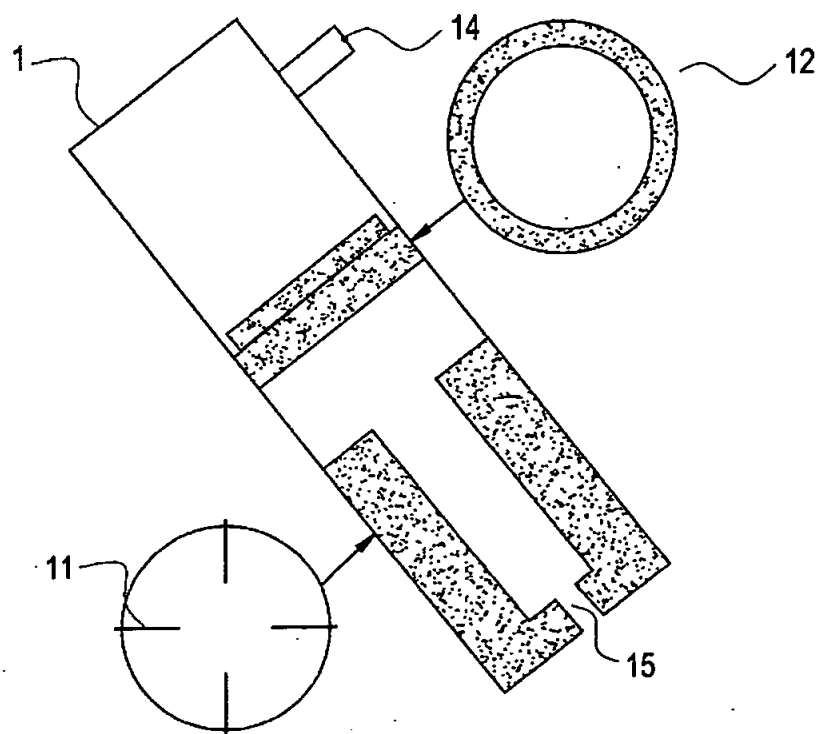


FIG. 6

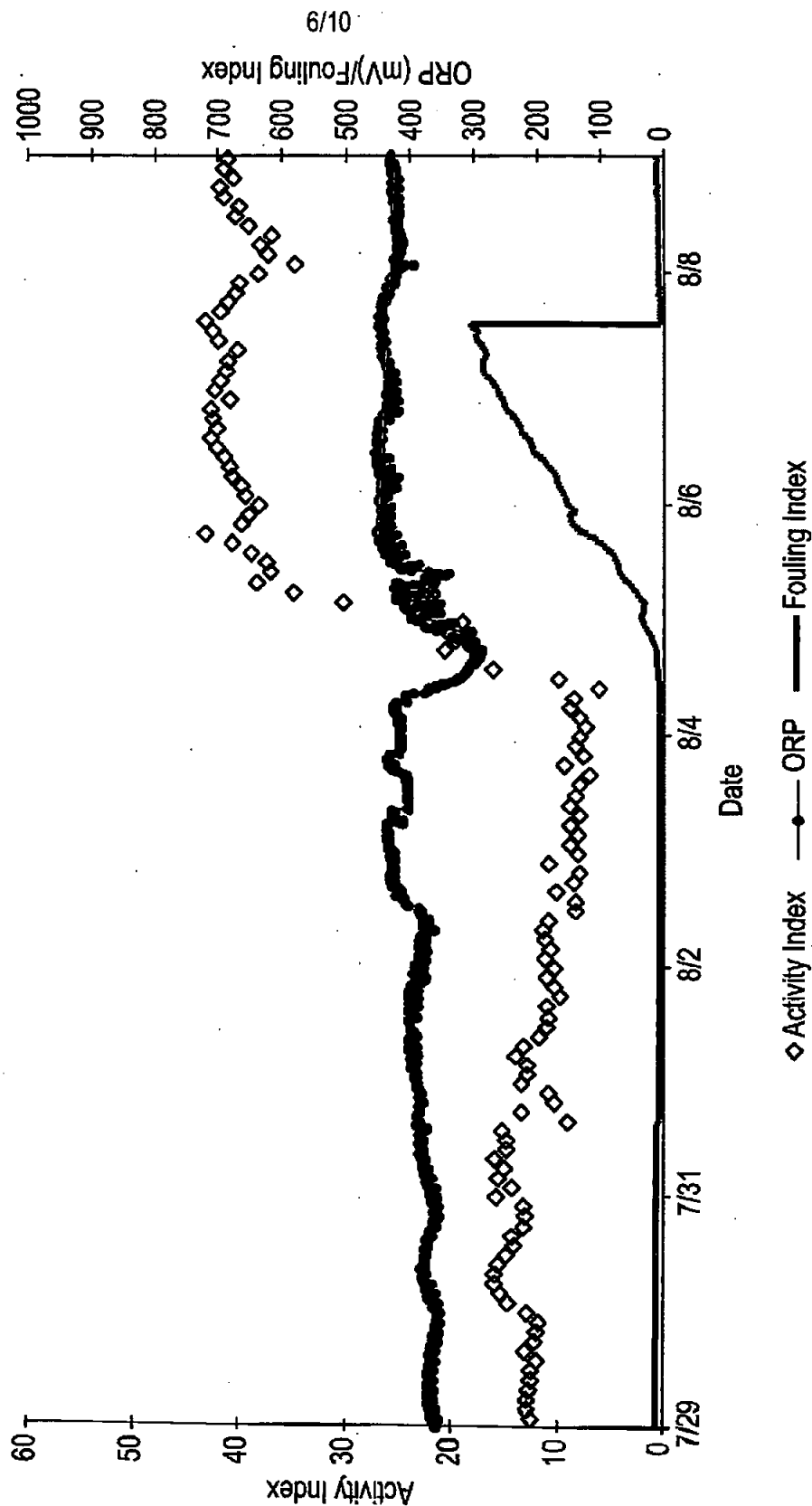


FIG. 7

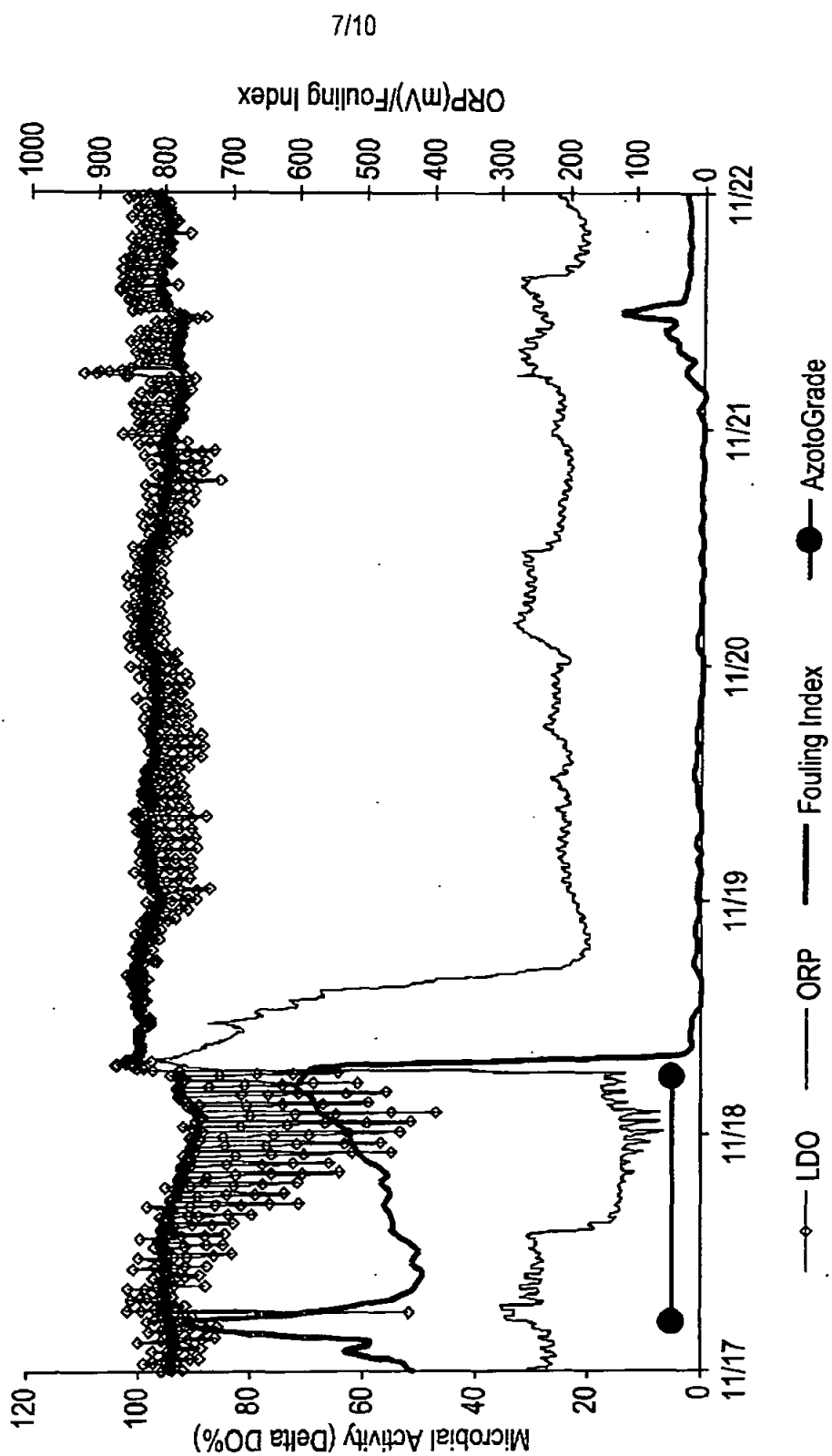


FIG. 8

8/10

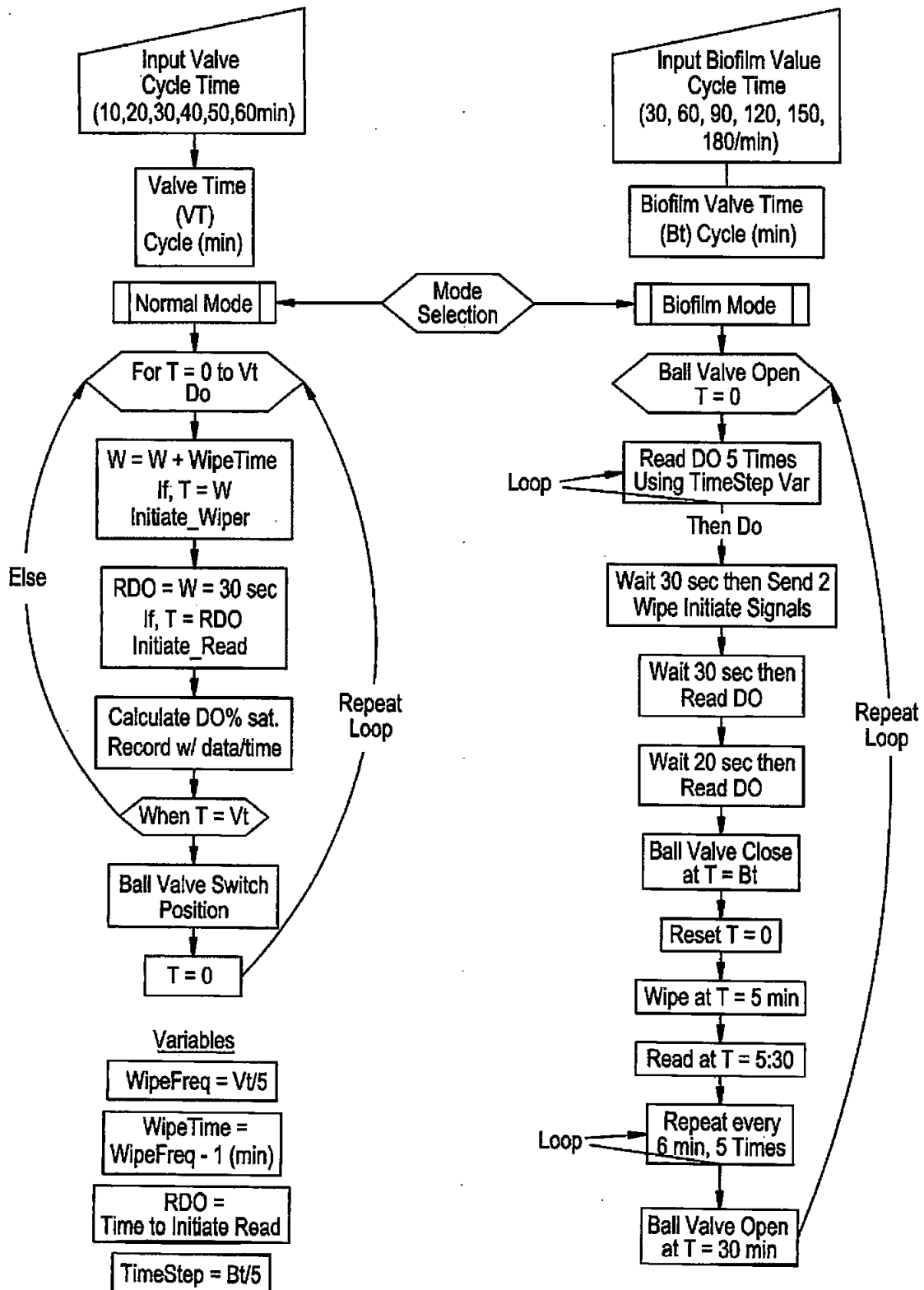


FIG. 9

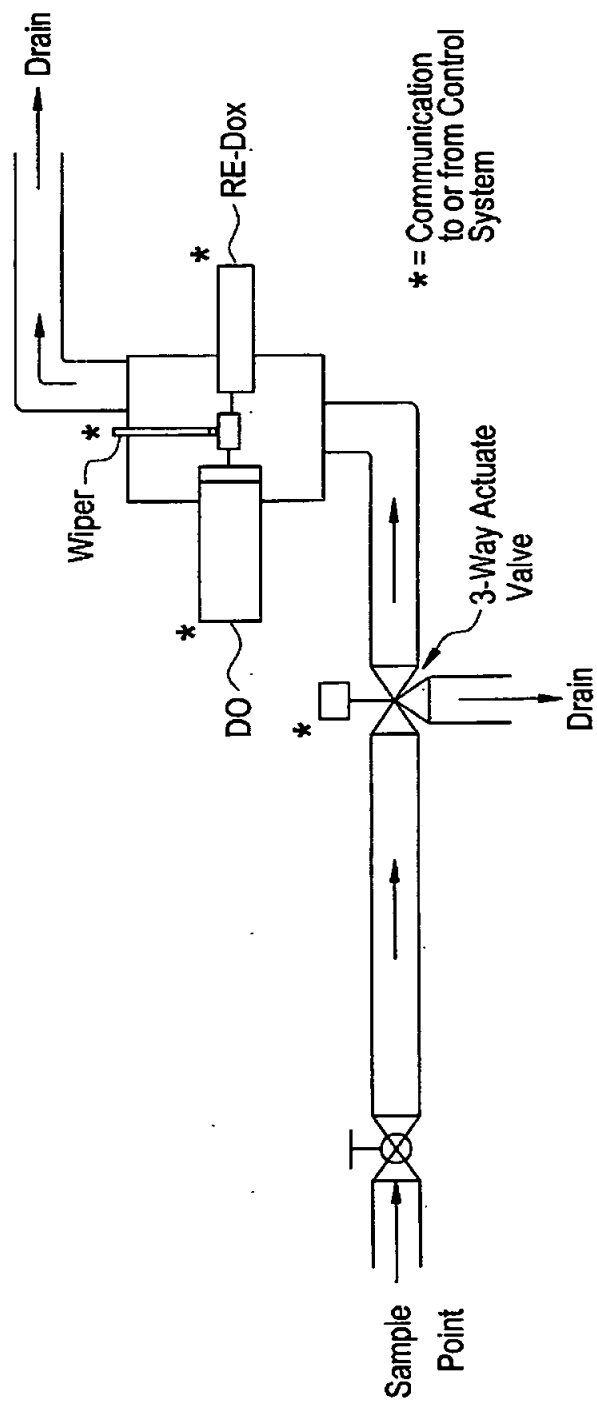
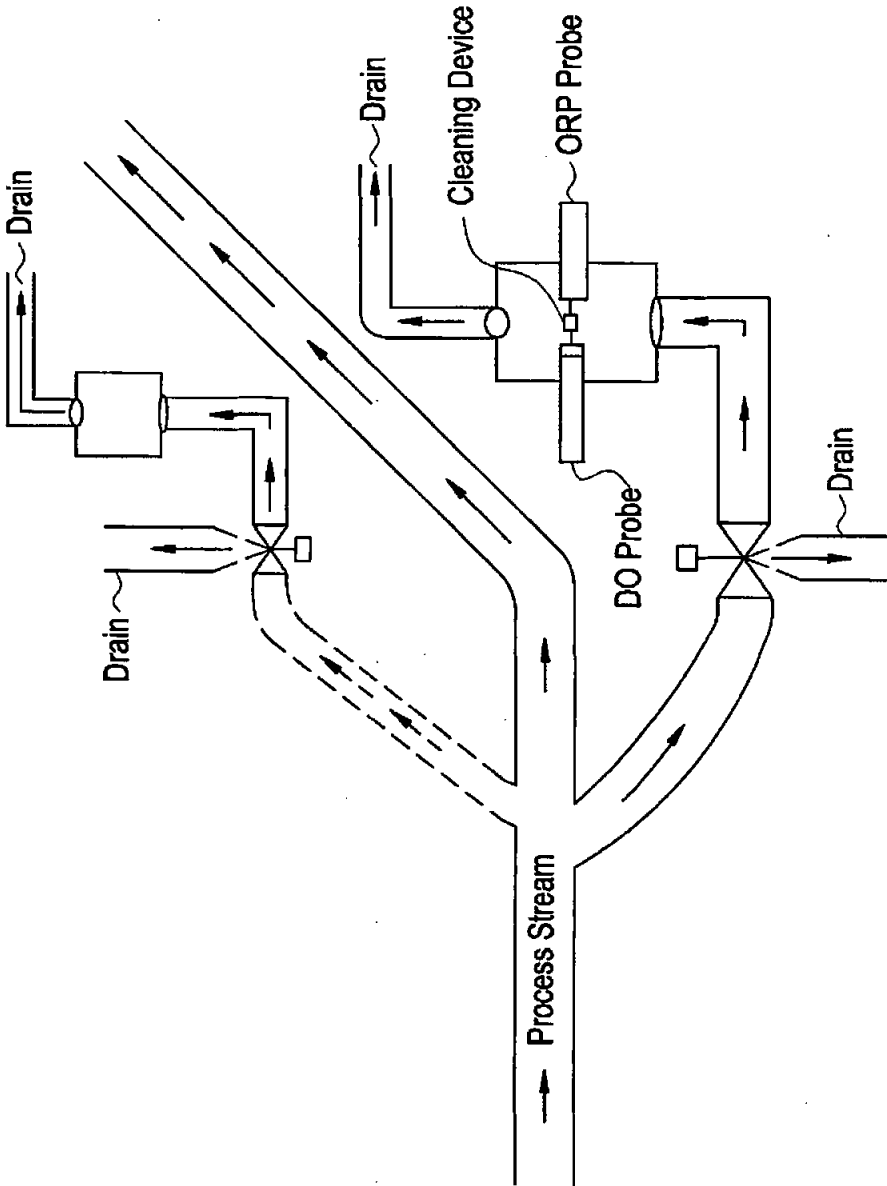


FIG. 10



(19) World Intellectual Property Organization
International Bureau



(43) International Publication Date
28 May 2009 (28.05.2009)

PCT

(10) International Publication Number
WO 2009/067504 A3

(51) International Patent Classification:
G01N 33/18 (2006.01)

(21) International Application Number:
PCT/US2008/084020

(22) International Filing Date:
19 November 2008 (19.11.2008)

(25) Filing Language: English

(26) Publication Language: English

(30) Priority Data:
11/943,162 20 November 2007 (20.11.2007) US

(71) Applicant (for all designated States except US): **NALCO COMPANY** [US/US]; 1601 W. Diehl Road, Naperville, Illinois 60563-1198 (US).

(72) Inventor; and

(75) Inventor/Applicant (for US only): **RICE, Laura, E.** [US/US]; 201 Chestnut Street, St. Charles, Illinois 60174 (US).

(74) Agents: **DIMATTIA, Peter, A.** et al.; Nalco Company, 1601 W. Diehl Road, Naperville, Illinois 60563-1198 (US).

(81) Designated States (unless otherwise indicated, for every kind of national protection available): AE, AG, AL, AM,

AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, 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, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) Designated States (unless otherwise indicated, for every kind of regional protection available): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), Eurasian (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), European (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Declarations under Rule 4.17:

- as to applicant's entitlement to apply for and be granted a patent (Rule 4.17(ii))
- as to the applicant's entitlement to claim the priority of the earlier application (Rule 4.17(iii))
- of inventorship (Rule 4.17(iv))

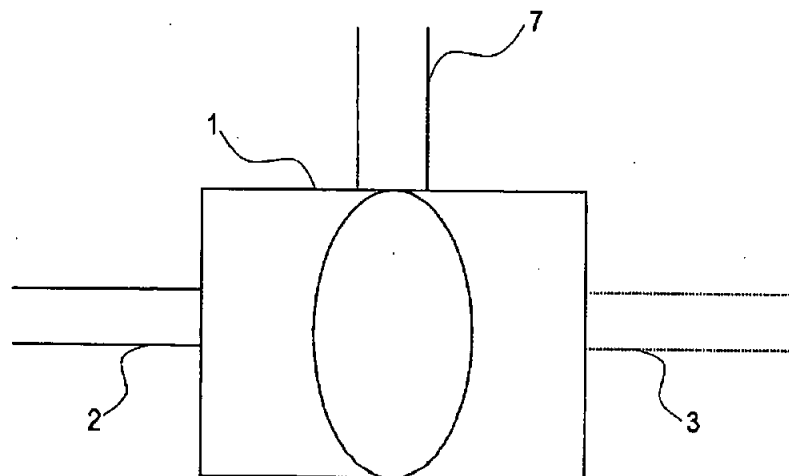
Published:

- with international search report

[Continued on next page]

(54) Title: A METHOD OF MONITORING BULK (TOTAL) MICROBIOLOGICAL ACTIVITY IN PROCESS STREAMS

FIG. 1



(57) Abstract: An apparatus and method for monitoring and controlling microbial activity in process streams.



WO 2009/067504 A3



— *before the expiration of the time limit for amending the claims and to be republished in the event of receipt of amendments*

(88) Date of publication of the international search report:
16 July 2009

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/US2008/084020

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. G01N33/18

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 practical, search terms used)

EP0-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
P, X	WO 2008/101089 A (NALCO CO [US]; ENZIEN MICHAEL V [US]; RICE LAURA E [US]; ASHTON STEPHE) 21 August 2008 (2008-08-21) the whole document	1-7
A	GB 2 312 278 A (MANOOK BOGHOS AWANES [GB]) 22 October 1997 (1997-10-22) page 5, lines 22-29 page 6, line 30 - page 7, line 9 page 8, line 30 - page 9, line 16; figure 1a	1-7
A	US 5 281 537 A (ROBERTSON LINDA R [US] ET AL) 25 January 1994 (1994-01-25) cited in the application column 2, lines 3-9 column 4, lines 22-57; figure 1	1-7
	----- -/-	

☒ 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 document 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.

A document member of the same patent family

Date of the actual completion of the International search

14 May 2009

Date of mailing of the International search report

25/05/2009

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5616 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Wulveryck, J

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/US2008/084020

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 95/03997 A (HERC PROD INC [US]) 9 February 1995 (1995-02-09) page 6, lines 1-5 page 11, line 4 - page 12, line 11; figure 1	1-7
A	US 2002/108911 A1 (XIONG KUN [US] ET AL) 15 August 2002 (2002-08-15) paragraphs [0022] - [0036]; figure 1:	1-7

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/US2008/084020

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 2008101089	A	21-08-2008	CL 4882008 A1	29-08-2008
			CN 101245312 A	20-08-2008
			KR 20080076706 A	20-08-2008
			US 2008199901 A1	21-08-2008
GB 2312278	A	22-10-1997	NONE	
US 5281537	A	25-01-1994	NONE	
WO 9503997	A	09-02-1995	AU 7477994 A	28-02-1995
US 2002108911	A1	15-08-2002	NONE	

LA CERTIFICACION DE EXCEDENTE DE PAGO SOLO PODRA SER UTILIZADA
 ID PARTE DE LA CANCELACION DE UNA TARIFA VIGENTE Y NO PODRA SER
 SUSTITUIDA POR NINGUN RECIBO.

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 10-074358- -00000-0000

Fecha: 2010-06-21 16:13:02 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
 Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
 Act. 411 PRESENTACION Folios: 145

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

MIT : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 10 - 49,609
 CHA : JUNIO 21 DE 2010

***** CONSIGNACION *****

POSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PGO	Vr. PAGO
MEZ PINZON ASEMARCA	CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	329211562	21/06/2010	1,105,000.00

***** C O N C E P T O *****

INT. RENTISTADO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1 50005-01-01 SOLICITUDES	1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE IN	554,000.00
	TOTAL :	\$ 554,000.00

N: QUINIENTOS CINCUENTA Y CUATRO MIL PESOS

RESPONSABLE : _____

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____



SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

No. 10-074358- -00000-0000

Fecha: 2010-06-21 16:13:02 Dep. 2020 DIR NUEVASCR
 Tra. 11 PATENTE IYI Eve: 378 FASE NACIONAL I
 Act. 411 PRESENTACION Folios: 145

PATENTE DE INVENCION ☐ MODELO DE UTILIDAD ☐ Art 33 Decisión 486/00

☐	Indicación que se solicita una patente.
☐	Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
☐	Descripción de la invención
☐	Dibujos de ser estos pertinentes
☐	Comprobante de pago de las tasas establecidas (De ser el caso formato de descuento)
Completa ☐	Incompleta ☐

PATENTE DE INVENCION PCT ☒ MODELO DE UTILIDAD PCT ☐ Art.33 Decisión 486/00, Circular Única

☒	Indicación que se solicita una PCT
☒	Copia de la solicitud en español, tal como fue presentada inicialmente (capítulo descriptivo, reivindicatorio, resumen)
☐	Dibujos de ser estos pertinentes
☒	Comprobante de pago de las tasas establecidas (de ser el caso formato de descuento)
Completa ☐	Incompleta ☐

DISEÑO INDUSTRIAL ☐ (Art. 119 Decisión 486/00)

☐	Indicación que se solicita Diseño industrial
☐	Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
☐	Representación gráfica y fotográfica del Diseño industrial o muestra del material que incorpora el diseño
☐	Comprobante de pago de las tasas establecidas
Completa ☐	Incompleta ☐

ESQUEMA DE TRAZADO ☐ (Art. 92 Decisión 486/00)

☐	Indicación que se solicita un esquema de trazado
☐	Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
☐	Representación gráfica de un esquema de trazado
☐	Comprobante de pago de las tasas establecidas
Completa ☐	Incompleta ☐



0
otá D.C.,

tor(a)
AMILLO CAMPUZANO MAURICIO
derado(a) y/o Representante de
CO COMPANY

ERENCIA	Radicación No.	10 74358
	Solicitud internacional	PCT/US2008/084020
	Fecha inicio fase nacional	20/06/2010
	Trámite	11
	Evento	378
	Actuación	416
	Oficio No.	10830
	Folios	1

iendo en cuenta que la solicitud de privilegio de patente que se tramita bajo el
ediente indicado en la referencia, reúne los requisitos de forma establecidos en
Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, el Tratado de Cooperación en
eria de Patentes (PCT), el Reglamento y la Circular Única de la Superintendencia
Industria y Comercio, se envía el extracto de la solicitud a la Oficina de
unicaciones para efecto de su publicación en la Gaceta de Propiedad Industrial.

plase
lo en Bogotá DC,

13 JUL. 2010

X CARMENZA CESPEDES DE VERGEL
ectora de Nuevas Creaciones (c)

all