DOCUMENTO ACLARATORIO PARA OBJETAR EL RECURSO DE REPOSICIÓN FRENTE A LA RESOLUCIÓN N

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
No. 13-025761- -00015-0000
Fecha: 2015-08-06 13:38:37 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 2 PATENTES Eve: 1 REGDEPOSITO
Act. 329 CTOINFORMACION Folios: 68

Señores
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIC
Dirección de Nuevas Creaciones
E. S. D.

Referencia: Expediente Nº 13-025761 (08/02/2013)

Solicitud de Aclaración y Oposición al Recurso de Reposición a la Resolución No 208 "Por la cual la SIC deniega la patente de invención" patente de invención denominada "SISTEMA DE GENERACIÓN DE MICROBURBUJAS PARA TRATAMIENTO DE LÍQUIDOS Y/O AGUAS PRODUCIDAS O RESIDUALES" el 6 de enero de 2015 y que fue notificada el 13 de enero de 2015.

Solicitante: Juan Sebastián Rengifo Rubio, en representación JORGE ENRIQUE FORERO SANABRIA

Opositor: SAÚL SOTO TAVERA

Yo Saúl Soto Tavera, identificado como aparece al pie de mi firma y obrando para este caso a modo propio y como Gerente General de ECOTECNOLOGÍAS S.A., me permito manifestar a este despacho, que actúo dentro de los derechos que me otorga la ley y presento aclaración a la solicitud de Oposición al Recurso de Reposición a la Resolución No 208 "Por la cual la SIC deniega la patente de invención" patente de invención denominada "**SISTEMA DE GENERACIÓN DE MICROBURBUJAS PARA TRATAMIENTO DE LÍQUIDOS Y/O AGUAS PRODUCIDAS O RESIDUALES**" el 6 de enero de 2015 y que fue notificada el 13 de enero de 2015 presentada por el Señor Juan Sebastián Rengifo Rubio, en representación JORGE ENRIQUE FORERO SANABRIA **y pido declarar fundamentada esta aclaración y en consecuencia no tener en cuenta el Recurso de Reposición y sostener la Resolución No 208 por la cual deniega el privilegio de patentar lo solicitado.**

1. INTERÉS PARA ACTUAR

De acuerdo al interés, al derecho natural y de ley que me asiste y debido a que la solicitud de patente no cumple con los requisitos exigidos por la ley, como se analiza más adelante y que de ser concedida afectaría mis intereses comerciales y los de mi compañía, tanto en el

mercado colombiano como internacional, manifiesto mi legítimo derecho a presentar muy respetuosamente ante este Despacho la solicitud de que se sirva tener en cuenta, la presente aclaración dentro del trámite administrativo que se cursa en esta Superintendencia.

2. HECHOS

2.1. El 08 de febrero de 2013 se presentó ante la Dirección de Nuevas Creaciones de la Superintendencia de Industria y Comercio (de ahora en adelante **SIC**), la solicitud de patente de invención Rad No 13-025761 y nominada **"SISTEMA DE GENERACIÓN DE MICROBURBUJAS PARA TRATAMIENTO DE LÍQUIDOS Y/O AGUAS PRODUCIDAS O RESIDUALES"**, solicitada por **JORGE ENRIQUE FORERO SANABRIA.**

2.2. El 17 de diciembre 2014, La Superintendencia de Industria y Comercio **mediante Resolución No 76973 otorga a Saúl Soto Tavera la Patente Modelo de Utilidad Rad No 14-089674, Titulada "GENERADOR DE MICROBURBUJAS PARA LA FLOTACIÓN DE SÓLIDOS SUAPENDIDOS EN AGUAS INDUSTRIALES"**

2.3. El 6 de enero de 2015 la SIC mediante Resolución No 208, deniega la Patente de invención Rad No 13-025761 y titulada **"SISTEMA DE GENERACIÓN DE MICROBURBUJAS PARA TRATAMIENTO DELIQUIDOS Y/O AGUAS PRODUCIDAS RESIDUALES";** además en esta resolución, se pone de presente que procede el recurso de reposición ante el Superintendente de Industria y Comercio y que el cual podrá ser interpuesto en el momento de la notificación o dentro de los diez (10) días hábiles siguientes a ella.

2.4. **El 26 de febrero de 2105**, el señor Juan Sebastián Rengifo Rubio, en representación del señor Jorge Enrique Forero Sanabria, presentó Recurso de Reposición a la Resolución No 208 "Por la cual la SIC deniega dicha patente de invención" el 6 de enero de 2015 y que fue notificada el 13 de enero de 2015.

2.5. *Con fecha 12 de septiembre de 2014 presentamos la Oposición a la solicitud de Patente de invención* No 13-025761; en la misma se adjuntaron pruebas que ya estaban en poder de la SIC y que mostraban que la de publicación de la técnica había ocurrido mucho antes que la publicación de la solicitud No 13-025761, bajo la solicitud de patentes No 09-

041517 denominada "GENERADOR DE MICROBURBUJAS PARA LA FLOTACIÓN DEL ACEITE EN EL AGUA" y la 09-041522 denominada "USO DE LA MICROBURBUJA EN LA INDUSTRIA PETROLERA, AGUAS INDUSTRIALES Y AGUAS DE DESECHO EN GENERAL", presentadas ambas el 24 de abril de 2009; o sea 4 años antes de la mencionada y publicada la solicitud de patente de invención.

A lo anterior también se adjuntaron documentos que certificaban **que dicha técnica había sido promovida, comercializada e instalada** por mi compañía ECOTECNOLOGIAS S.A., en varias compañías petroleras de Colombia mucho antes del 08 de febrero de 2013, fecha de presentación ante la SIC, de la solicitud en mención.

Con base en toda la documentación entregada y poniendo de presente la que reposaba en los archivos de la S.I.C y que nunca habían sido consultados para este caso, se ponía de manifiesto en la solicitud de Patente de Invención No 13-025761, *PRESENTABA TOTAL AUSENCIA DE NOVEDAD Y NIVEL INVENTIVO de acuerdo a los artículos 14, 16 y 18 de la decisión 486*

2.6. Como otros hechos que evidencian la comercialización e instalación de Generadores de Microburbujas en plantas de tratamiento de aguas de campos petroleros, relaciono a continuación las siguientes dos plantas diseñadas y vendidas por ECOTECNOLOGIAS S.A ya instaladas o en proceso de instalación en el presente año 2015:

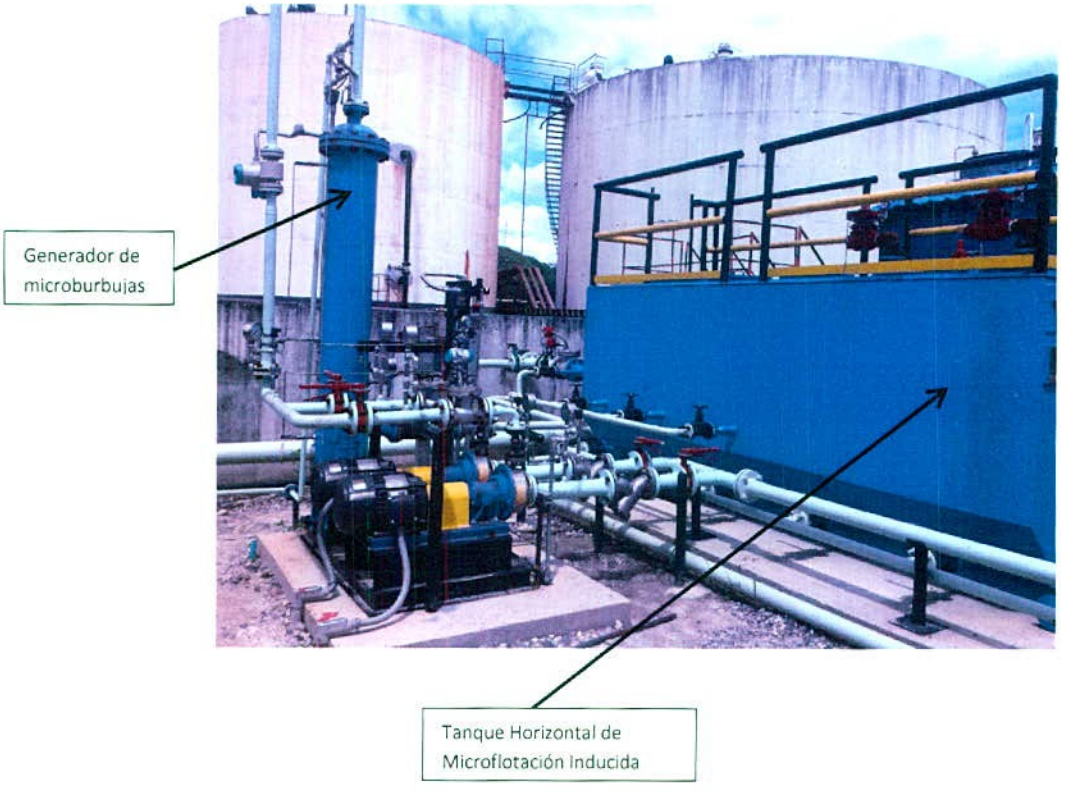
. Planta de microflotación inducida instalada en Casabe Sur de Ecopetrol





GENERADOR DE MICROBURBUJAS INSTALADO EN CASABE SUR

. Planta de microflotación inducida para el tratamiento de las aguas producidas en el Campo Payoa de Petrosantader en la localidad de Sabana de Torres, Santander (ver foto a continuación):



. Sistema de microflotación que entrará en operación en Pacific Rubiales el próximo mes de septiembre



GENERADORES DE MICROBURBUJAS EN PACIFIC RUBIALES

2.7 De acuerdo al resumen presentado, el objeto de la solicitud de patente de invención Rad No 13-025761 y denominada **"SISTEMA DE GENERACIÓN DE MICROBURBUJAS PARA TRATAMIENTO DELIQUIDOS Y/O AGUAS PRODUCIDAS RESIDUALES"**es el siguiente: *"El sistema de la presente invención comprende un dispositivo primario de inyección de agua, que consiste en un sistema de bombeo de recirculación estándar, un sistema de tuberías de succión y descarga de esta agua al tanque contenedor, un sistema de suministro de gas, preferiblemente desde una cámara de gas del sistema de tanque de contacto (ver expediente Nº 12-100762) en donde se usaran las micro burbujas para hacer la micro flotación, una cámara de succión, que puede ser de una o varias etapas de inyección de agua (se anexa figura de cámara de succión de doble etapa), la cual por cambios de velocidad asegura la succión de gas, necesario para la generación de micro burbujas, un sistema de conductos en el cual se asegura el contacto del agua y el gas, un módulo de nucleación en el cual por cambios de velocidad, presión y por efectos de los puntos de nucleación se generen las micro burbujas, y un tanque contenedor en donde se contienen los fluidos requeridos y se realizan los procesos necesarios para la generación de micro burbujas en tamaño y densidad".*

2.8 *El resumen de la* Patente Modelo de Utilidad Rad No 14-089674,Titulada **"GENERADOR DE MICROBURBUJAS PARA LA FLOTACIÓN DE SÓLIDOS SUAPENDIDOS EN AGUAS INDUSTRIALES"** y otorga a Saúl Soto Tavera con Resolución No 76973 es el siguiente:

"Esta invención está relacionada con el uso de la microburbujas de aire o gas, en el mecanismo de separación para la flotación de aceite y solidos suspendidos en el agua producida en la Industria Petrolera y la Industria en general.

El objeto de la misma, es el diseño de un generador de microburbujas, que pueda aprovechar al máximo los mecanismos de generación de etas, condensándolos y maximizando su eficiencia en una sola boquilla instalada en un cuerpo cilíndrico, como componente de dicho equipo.

El generador de microburbujas aquí diseñado, se caracteriza por el uso de una bomba centrífuga para inyectar agua presurizada, que arrastra agua o gas inyectado sobre esta, justo a un tubo que contiene una boquilla para producir en este fluido mixto, los efectos secuenciales de aceleración (aumento de velocidad), impacto corte y expansión, para generar burbujas de un tamaño entre 5 y 50 micras, las cuales con un área de contacto aproximada de 20.000 m2/m3 de agua a tratar, mejora enormemente la eficiencia en la flotación del aceite y los sólidos suspendidos en el aire.

2.9 BREVE DESCRIPCIÓN DE LA INVENCIÓN de Patente Modelo de Utilidad Rad No 14-089674 y otorgada por la S.I.C a Saúl Soto Tavera:

El Generador de microburbujas que la invención propone ha sido concebido y diseñado con el fin de resolver esta problemática, ya que al estar equipado con una simple bomba centrífuga, una carcasa o tubo conteniendo en su interior una boquilla especialmente diseñada para producir los efectos secuenciales de aceleración (aumento de velocidad), impacto y corte en el agua con gas o aire inducido a baja o alta presión, dependiendo del tamaño del Generador, que al expandirse en la zona de expansión también contenida en la carcasa del equipo, generan una gran cantidad de microburbujas de un tamaño entre 5 y 50 mieras, las cuales por su gran área de contacto (20.000 m2/m3 de agua) aumenta grandemente la distribución de la Microburbujas en el agua a tratar en los puntos de inyección de la misma y por ende la eficiencia en la flotación del aceite contenido en esta. Este sistema así diseñado, disminuye el consumo de energía, disminuye el costo por paradas y facilita su mantenimiento, requiere menos consumo de productos químicos, haciendo menos costosa su operación y más pequeños los tanques de microflotación.

2.10 DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCIÓN de Patente Modelo de Utilidad Rad No 14-089674 y otorgada por la S.I.C a Saúl Soto Tavera:

Modelo Generador de Microburbujas para la Flotación de Aceite en el Agua que está compuesto por:
1.- Una carcasa o contenedor cilíndrica vertical, metálica o no (1), conteniendo en su interior una boquilla (16), una zona de expansión (17) y una cámara de microburbujas en el fondo de la misma (18), conectada a una bomba centrífuga (3), a una serie de tuberías que permiten la entrada de agua (4) y de aire/gas (5), unos medidores de presión (manómetros) tanto de gas (6), como de agua (8), válvulas de corte de gas (14) y de agua (7), una red de gas que conduce al aire/gas al interior de la red de agua (9), un flujómetro que mide el volumen de gas/aire en el sistema (15), una entrada de la mezcla agua y gas se realiza por la parte superior del Generador(II), una salida de Microburbujas en la parte inferior de Generador(12) , un medidor de nivel de vidrio (10) para el fluido dentro del Generador de Microburbujas y una base (2) que soporta la estructura del sistema generador de microburbujas.

2.- El agua es bombeada por la bomba centrifuga (3) y el aire o gas es suministrado la red (5) de agua, ya sea a baja o alta presión, dependiendo del tamaño del Generador de microburbujas, saturando la misma; la entrada de la mezcla agua y gas se realiza por la parte superior del Generador (11) y se descarga al interior de un boquilla (16), que mediante una reducción en su diámetro en la primera parte superior del interior de la misma, crea una zona de aceleración (20), que da lugar al aumentando la velocidad del fluido para impactarlo en el fondo de la boquilla (22), fraccionando así el agua en billones de micro gotas, que a su vez al ser expulsadas por los orificios circulares laterales (21), sufren un efecto adicional de corte y por ende un mayor fraccionamiento y mucho menor tamaño.

3.- La cámara de expansión (17), ubicada en el interior del Generador de Microburbujas, está justo debajo de la boquilla (16); aquí en esta zona el fluido sufre una caída de presión y se expande, dando lugar que la mayor parte del aire/gas en solución se libere y junto con el aire/gas en estado libre por saturación de estos en el agua, entren en contacto con las micro microgotas de esta, formando así las Microburbujas.

4.- La cámara de Microburbujas (18) se encuentra en la parte inferior al interior del Generador; de allí salen al exterior (12) para por medio de una red ser distribuidas homogéneamente y a discreción al agua a tratar, en varios puntos al interior del tanque de microflotación, donde por la gran área de contacto que ofrece frente a las gotas de aceite y los sólidos en suspensión, los coalesce, haciéndolos flotar fácilmente a la superficie.
Este modelo de Generador de Microburbujas ha sido diseñado, para ser usado en principalmente en el tratamiento de las aguas industriales aceitosas por el mecanismo de microflotación, especialmente de la Industria Petrolera en general, y ofrecer un mejor resultado desde el punto de vista costo-efectividad, que cualquier otro sistema equivalente usado en el mercado

2.11. REIVINDICACIONES ORIGINALES Y MODIFICADAS PRESENTADAS EN RECURSO DE REPOSICIÓN A LA RESOLUCIÓN No 208(anexo No 1)

En anexo No 1, se presenta el documento original presentado en el Recurso de Reposición a la Resolución No 208 ", con algunos comentarios personales al respecto.

3 CONSIDERACIONES

Con respecto al Recurso de Reposición a la Resolución No 208 "Por la cual la SIC deniega dicha patente de invención" presentado por el 26 de febrero de 2105, por el señor Juan Sebastián Rengifo Rubio, en representación del señor Jorge Enrique Forero Sanabria y los hechos arriba expuestos, me permito presentar las siguientes consideraciones:

3.1 Extemporaneidad: *El recurso de reposición a la Resolución No 208 fue presentado 46 días después de notificado, siendo lo establecido en dicha resolución que "el recurso de reposición debe ser presentado* en el momento de la notificación o dentro de los diez (10) días hábiles siguientes a ella"; por lo tanto al ser extemporánea la presentación de dicho Recurso de Reposición, este no debe ser tenido en cuenta como tal por la SIC.

3.2 *Habiendo la SIC otorgado* El 17 de diciembre 2014, mediante Resolución No 76973 otorga a Saúl Soto Tavera la **Patente Modelo de Utilidad Rad No 14-089674, Titulada "GENERADOR DE MICROBURBUJAS PARA LA FLOTACIÓN DE ACEITES Y SÓLIDOS SUAPENDIDOS EN AGUAS INDUSTRIALES",** es desde todo punto de vista inviable otorgar

"UNA PATENTE DE INVENCIÓN" titulada **"SISTEMA DE GENERACIÓN DE MICROBURBUJAS PARA TRATAMIENTO DE LÍQUIDOS Y/O AGUAS PRODUCIDAS O RESIDUALES",** cuando lo arriba expuesto y todo lo contenido en los respectivos documentos que reposan en poder de la S.I.C, muestran claramente la similitud de la técnica presentada en ambos casos; más aún, cuando dicha tecnología viene siendo comercializada e instalada para uso industrial en los campos petroleros de Colombia; a esto coloquialmente me pregunto: **Podría existir el papá (Patente de invención) después del hijo (Patente Modelo de Utilidad)?**

3.3 Sin entrar en detalles, comparaciones y explicaciones minuciosas sobre la técnica que soporta dicha invención, lo presentado en ambas solicitudes y los documentos que de tiempo atrás reposan en los archivos de la S.I.C., para cualquier persona versada en el tema, al leer detalladamente tanto lo arriba expuesto y lo ya presentado ante la S.I.C. , es fácil

concluir de que la Solicitud de Patente de Invención, tiene mucho más elementos por los cuales la misma se deniega, que los que tuvo en cuenta la S.I.C en este caso, pues además de que ya existe una Patente Modelo de utilidad al respecto, la misma carece de *TOTAL AUSENCIA DE NOVEDAD Y NIVEL INVENTIVO de acuerdo a los artículos 14, 16 y 18 de la decisión 486*, además de que ya viene siendo comercializada y se está usando a nivel industrial en los diferentes Campos Petroleros de Colombia.

3.4 Seguidamente y muy respetuosamente me permito poner de presente, que la patente de invención reclamada según solicitud presentada en la S.I.C bajo el **Nº 13-025761** objeto del no otorgamiento, no cumple con los **Artículos 14, 16 y 18** de la **Decisión 486**, de la Comunidad Andina de Naciones, vigente a la fecha y donde se establece lo siguiente:

Artículo 14: *"Los países miembros otorgan patentes para las invenciones sean de productos o procedimientos en todos los campos de la tecnología, siempre que sean nuevas, tengan nivel inventivo y sean susceptibles de aplicación industrial".*

Artículo 16: *"Una invención se considera nueva cuando está comprendida en el estado de la técnica. El estado de la técnica comprenderá todo lo que haya sido accesible al público por una descripción escrita u oral, utilización, comercialización o cualquier otro medio antes de la fecha de presentación de la solicitud de patente o, en su caso, de la propiedad reconocida. Solo para efectos de la determinación de la novedad, también se considerará dentro del*

estado de la técnica, el contenido de una solicitud de patente en trámite ante la oficina nacional competente, cuya fecha de presentación o de prioridad fuese anterior a la fecha de presentación o de prioridad de la solicitud de patente que se estuviese examinando, siempre que dicho contenido esté incluido en la solicitud de fecha anterior cuando ella se publique o hubiese transcurrido el plazo previsto en el artículo 40."

Artículo 18: *"Se considera que una invención tiene nivel inventivo, si para una persona del oficio normalmente versada en la materia técnica correspondiente, esa invención no hubiese resultado obvia ni se hubiese derivado de una manera evidente del estado de la técnica."*

Por consiguiente, bajo los artículos arriba enunciados, cualquier país perteneciente o miembro de la Comunidad Andina de Naciones (en adelante **CAN**), regidos por la Decisión 486, podrá otorgar el beneficio de patente dentro de su territorio a una invención, en tanto dicha invención llene los requisitos de novedad, nivel inventivo y aplicación industrial.

4. TOTAL AUSENCIA DE NOVEDAD Y NIVEL INVENTIVO DE ACUERDO A LOS ARTÍCULOS 14, 16 Y 18 DE LA DECISIÓN 486

En el caso presente que nos atañe, la invención cuestionada y tramitada en el expediente referido (solicitud de patente Nº 13-025761 del 8 de febrero de 2013) que la S.iC. deniega y **a la que le precede Una Patente Modelo de Utilidad**, no tiene ni la novedad, ni el nivel inventivo requerido para beneficiarse del privilegio de Patente de Invención solicitado ante la SIC en Colombia, ya que tanto las evidencias de arriba, presentadas y las que ya están en poder de la SIC, además de mostrar un estado del arte más cercano, demuestran cómo dicha técnica ya había sido publicada y viene siendo usada en diferentes campos petroleros de Colombia, promovida, comercializada e instalada por mi compañía ECOTECNOLOGÍAS S.A., antes y después de la fecha 08 de febrero de 2013, fecha de presentación de la solicitud cuestionada.

5. RESUMEN Y CONCLUSIONES

Como tal, podemos concluir que resulta muy claro y evidente, afirmar que además de existir Una Patente Modelo de Utilidad técnicamente similar y con lo mostrado en el contenido de todos los documentos suministrados como pruebas en este memorial y en memoriales anteriores en poder de la **S.I.C.**, existe tanto la falta de novedad, como el nivel inventivo en la solicitud objetada, ya que los mismos demuestran no solo la publicación del arte con anticipación a la misma, sino el uso del Generador de Microburbujas para tratamiento de Líquidos y/o Aguas Producidas o Residuales (con la totalidad de los apartes técnicos **que comprende la solicitud ante la SIC de la patente de invención No 13-025761)** en varias Compañías Petroleras establecidas en el territorio colombiano,

Como resumen, con todo respeto ante la SIC, solicito que no sea tenido en cuenta el Recurso de Reposición interpuesto extemporáneamente y que se mantenga el no otorgamiento de **LA SOLICITUD DE PATENTE DE INVENCIÓN RAD. Nº 13-025761**

4. FUNDAMENTOS DE DERECHO:

La aclaración presentada en este memorial, se fundamenta en lo establecido en el Artículo 42 de la Decisión 486 y en las demás normas concordantes y vigentes.

5. NOTIFICACIONES:

El suscrito como dueño de la **Patente Modelo de Utilidad** *otorgada* El 17 de diciembre 2014, mediante Resolución No 76973 y **Rad No 14-089674, Titulada "GENERADOR DE MICROBURBUJAS PARA LA FLOTACIÓN DE ACEITES Y SÓLIDOS SUAPENDIDOS EN AGUAS INDUSTRIALES",** Gerente General y representante legal de la Compañía Ecotecnologías S.A., recibirá notificaciones por el correo saul.soto@ecotecnologiassa.com, o en la sede de la Compañía: Av. Calle 127 Nº 16 A 76, Oficina 405, Edificio Pizano, en la ciudad de Bogotá D.C.

Cordialmente,

SAÚL SOTO TAVERA
C.C. 13.828.815 de Bucaramanga
Gerente General
ECOTECNOLOGÍAS S.A.

ANEXO No 1.

ORIGINAL RECURSO DE REPOSISCIÓN FRENTE A LA RESOLUCIÓN No208 Y COMENTARIOS AL ESPECTO

Juan Sebastián Rengifo Rubio
Abogado

Señor
SUPERINTENDENTE DE INDUSTRIA Y COMEI
E. S.

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
No. 13-025761- -00014-0000
Fecha: 2015-02-26 14:40:21 Dep: 2020 DIR.NUEVASCR
Tra: 2 PATENTES Eve: 1 REGDEPOSITO
Act: 412 REPOSPRESRECU Folios: 48

Expediente.: 13-025761

Ref.: Recurso de reposición frente a la Resolución número 208 "Por la cual se deniega una patente de invención" del 6 de enero de 2015 notificada el 13 de enero de 2015

JUAN SEBASTIAN RENGIFO RUBIO, mayor de edad, vecino de esta ciudad, identificado con la cédula de ciudadanía 93.239.691 de Ibagué, titular de la tarjeta profesional 192.581 del Consejo Superior de la Judicatura obrando en representación del señor **JORGE ENRIQUE FORERO SANABRIA**, titular de la solicitud de patente de invención 13-025761, conforme a poder que anexo al presente documento respetuosamente presento **RECURSO DE REPOSICIÓN** a la Resolución número 208 "Por la cual se deniega una patente de invención" del 6 de enero de 2015 la cual fue notificada el 13 de enero de 2015 para lo cual me baso en los siguientes:

1. HECHOS

1.1. Mediante escrito radicado en la Superintendencia de Industria y Comercio el día 8 de febrero de 2013 con el número 13-025761, el señor Jorge Enrique Forero Sanabria, presentó la solicitud de patente de invención titulada "SISTEMA DE GENERACIÓN DE MICROBURBUJAS PARA TRATAMIENTO DE LIQUIDOS Y/O AGUAS PRODUCIDAS O RESIDUALES".

1.2. El extracto de esta solicitud fue publicado en la Gaceta de la Propiedad Industrial N° 662 del 15 de febrero de 2013.

1.3. Se presentó una oposición por parte de la sociedad Exterran Holdings, Inc., donde se manifestó por el opositor lo siguiente:

1.3.1. Que la solicitud de Patente de Invención denominada "SISTEMA DE GENERACIÓN DE MICROBURBUJAS PARA TRATAMIENTO DE LIQUIDOS Y/O AGUAS PRODUCIDAS O RESIDUALES". por nosotros presentada pretende, en su concepto, reivindicar "un dispositivo primario de inyección de agua" y manifestó que las características del dispositivo en su concepto, son conocidas en el estado de la técnica.

1.3.2. El opositor buscó demostrar la pretendida falta de novedad y de nivel inventivo mediante varios documentos: The Use of Microbubble Flotation Technology in Secondary & Tertiary Produced Water Treatment - A Technical Comparison With Other Séparation Technologies (D1); API Tank Flotation (D2); Proposal for Micro-bubble Flotation 4- Ch. GFT. (D3); Proposal for Revolift HS Induced Gas Flotation Package (D4); Technical

Proposal for Produced Water Treatment Equipment (D5) y la patente WO 2008/147050 (D6).

1.4. La Superintendencia de Industria y Comercio efectuó el examen de fondo de la solicitud de patente de la referencia y mediante Oficio N° 4738, notificado por fijación en lista el 29 de abril de 2014, requirió a mi mandante en los términos del artículo 45 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina para que presentara respuesta a las observaciones de carácter técnico, relacionadas con la patentabilidad o cumplimiento de los requisitos establecidos por esta Decisión para la concesión de la patente.

1.5. Mediante escrito radicado bajo el N° 13-025761-00006-0000 del 07 de julio de 2014, se respondió oportunamente por mi mandante el requerimiento formulado y se presentaron nuevas reivindicaciones 1 a 6 que buscaban reemplazar las originalmente presentadas, atendiendo de esta manera las observaciones efectuadas en el examen de fondo por la Superintendencia de Industria y Comercio.

1.6. El 6 de enero de 2015 la Superintendencia de Industria y Comercio mediante la Resolución número 208 no aceptó las reivindicaciones presentadas en el requerimiento del 7 de julio de 2014 y negó la solicitud de patente de la referencia.

1.7. La Resolución 208 del 6 de enero de 2015 fue notificada al señor Jorge Enrique Forero Sanabria el 13 de enero de 2015 y fijada en lista hasta el 13 de febrero de 2015 conforme a lo establecido por la Circular Única de la Superintendencia de Industria y Comercio.

2. CONSIDERACIONES

Respecto de la Resolución recurrida y a los hechos arriba indicados presento las siguientes consideraciones:

2.1. Respecto de las reivindicaciones presentadas mediante el escrito radicado bajo el N° 13-025761-00006-0000 del 07 de julio de 2014

Mediante escrito radicado bajo el número 13-025761-00006-0000 del 07 de julio de 2014, mi mandante respondió oportunamente el requerimiento formulado por la Superintendencia de Industria y Comercio y presentó nuevas reivindicaciones, las reivindicaciones 1 a 6 con las que buscó reemplazar las originalmente presentadas en 2013, atendiendo las observaciones efectuadas en el examen de fondo por la Superintendencia de Industria y Comercio. Sin embargo, la Superintendencia de Industria y Comercio no aceptó dicho capítulo reivindicatorio en la resolución que aquí se recurre, citando como base legal el artículo 34 de la Decisión 486 de la Comunidad Andina, toda vez que, en su concepto, se presentó ampliación de materia respecto de la solicitud presentada inicialmente en lo siguiente:

"La reivindicación 1 hace referencia a las expresiones 'el sistema de inyección-aceleración de líquido', 'una presión mayor o igual a 1,5 atm', 'contacto primario', 'contacto secundario', 'contacto terciario' y 'elemento de conducción de fluidos en fase líquida en estado metaestable de saturación por el gas usado, hasta el (13) contacto terciario líquido solido que contienen la zona de generación

de microburbujas por efectos de los fenómenos de nucleación heterogénea, nucleación homogénea, aplicación de esfuerzos cortantes y por sobresaturación, que además opera como dispersor de presión del fluido', que no se encuentran explícitas dentro del texto de la descripción original"[1]

Las nuevas reivindicaciones presentadas mediante el escrito radicado bajo el número 13-025761-00006-0000 del 07 de julio de 2014 no constituyen ampliación de materia bajo la interpretación que del concepto de ampliación del objeto de la protección ha dado nuestro Tribunal de Justicia de la Comunidad Andina el cual ha manifestado lo siguiente:

"De un análisis integral de las normas que regulan la solicitud de patente de invención, se desprende que las modificaciones deben contar con los requisitos del objeto modificado. Por ejemplo, si se modifican las reivindicaciones éstas deben cumplir con el principio de unidad de invención y seguir siendo claras y concisas (artículos 25 y 30 de la Decisión 486)." (Subrayas fuera del texto original)

(...)

"Es importante para aceptar modificaciones, analizar cuidadosamente cuándo la variación que se ha hecho es en la terminología ya que esto puede llevar a que la materia protegida se amplíe al pasar de términos específicos a muy generales. Si al pasar de términos específicos a generales se cuenta con el adecuado sustento, eso será admisible." (Subrayas fuera del texto original)

"Ejemplo:"

"Es el caso cuando el objeto inicial es un dispositivo de transmisión y la modificación corresponde a un procesador de señales siendo este último un término muy general pues no comprende sólo dispositivos de transmisión sino de recepción, transformación, selección etc.".[2]

En resumen, el Tribunal de Justicia de la Comunidad Andina indica que no constituye ampliación de materia el modificar una o varias reivindicaciones si: 1) se aclaran o reforman ciertos pasajes que puedan dar lugar a objeciones totales o parciales; 2) las reivindicaciones cumplen con el principio de unidad de invención y mantienen su claridad y consistencia, y; 3) si cuando hay una variación en la terminología y se varía de términos específicos a términos generales y estos tienen el debido sustento en la solicitud.

Asi las cosas, las reivindicaciones presentadas mediante el escrito radicado bajo el número 13-025761-00006-0000 del 07 de julio de 2014 no constituyen ampliación de materia con relación al cuerpo de la solicitud de Patente de Invención y a las reivindicaciones originalmente presentadas en 2013.

2.1.1. En primer lugar puede observarse que no hay cambio alguno en el orden de los elementos que se reivindican en la reivindicación original y la que busca reemplazarla:

Reivindicaciones de la solicitud de Patente del 8 de febrero de 2013	Reivindicaciones del escrito del 07 de julio de 2014

[1] Resolución 208 del 6 de enero de 2015

[2] Tribunal de Justicia de la Comunidad Andina; Proceso 127-IP-2013

Juan Sebastián Rengifo Rubio
Abogado

1. El Sistema de generación de microburbujas para el tratamiento de líquidos y/o aguas residuales para separación de sólidos y demás sustancias contaminantes generadas en un proceso de despojo de gases solubles y de oxigenación **que se caracteriza por** comprender el montaje de (1) una línea de conducción de agua de alimento de baja presión preferiblemente libre de solidos o liquidos suspendidos o previamente tratada (2) una o varias bombas centrifugas estándar para incrementar la presión del agua de carga hasta una presión entre 551kpa-964kpa (3) una línea de conducción de agua presión proveniente de la bomba (2), (4) una línea de conducción de agua a presión que ingresa al generador de microburbujas por el sistema de aceleración y/o nucleación (11), (5) una línea de conducción de agua a presión que ingresa al generador de microburbujas por el sistema de inyección de liquido y succión de gas (8), (6) una línea de conducción de gas a presión atmosférica o baja presión, (7) una válvula de seguridad y/o reguladora de presión, (8) sistema de succión, (9) tanque contenedor en donde se contienen los fluidos requeridos para la generación de las microburbujas, (10) controlador indicador de nivel de interfase liquido gas, (11) bloque de placas de contacto para optimizar contacto de fluidos y asegurar formación de las microburbujas, (12) línea de conducción de agua conteniendo micro burbujas, (13) contactor de placas con puntos de nucleación en línea para optimizar la generación de microburbujas que puede estar en la parte interior o exterior del tanque (9).	1. El Sistema de generación de microburbujas **que se caracteriza** por comprender (1) una línea de conducción de liquido de alimento de baja presion la cual debe ser previamente tratada por sedimentacion y/o flotacion o estar libre de solidos y/o liquidos sedimentables o de facil separación por efecto de la gravedad. (2) (2a) (*Sic*) Una o varias fuentes de presion de liquido que incrementan la presion del liquido de alimento [1] a una presión mayor o igual a 1.5 atm[3]. (3) una línea de conducción de este liquido a presión proveniente de la bomba (2) (2a), (4) una boquilla que conecta la linea de conducción de liquido a presión con (8) el generador de microburbujas por el sistema de inyección-aceleración de liquido y succión de gas y/o contacto primario (11) un contacto gas-liquido, (5) una línea de conducción de liquido a presión que ingresa al generador de microburbujas por el contacto secundario (11), (2a) una fuente de presión alterna que recircula el liquido contenedor (9) en el contacto secundario (11) (6) una linea succión y de conducción de gas que puede ser presión atmosferica o baja presión, (7) una válvula de seguridad y/o reguladora de presión, (8) sistema de inyección-aceleración del liquido y succión de gas, que comprede una o varias etapas (figura 3 y figura 4), (9) elemento contenedor en donde se contienen los fluidos requeridos para la generación de las microburbujas, (10) controlador indicador de nivel de interfase liquido gas, (11) un elemento de contacto que optimizan el contacto de fluidos (liquido y gas) provenientes del sistema de inyección-aceleración de liquido y succión de gas; (12) elemento de conducción de fluidos en fase liquida en estado metaestable de saturación por el gas usado hasta el (13) contacto terciario liquido solido que contienen la zona de generación de microburbujas por efectos de los fenomenos de nucleación heterogenea, nucleación homogenea, aplicación de efectos cortantes y por

[3] Equivalente a 151.987 kpa.

Summary of Comments on Doc. No 1; REPOSICIÓN A DENEGACIÓN.PDF

Page: 4

Number: 1 Author: Saul Soto Subject: Nota adhesiva Date: 01/08/2015 05:27:03 p.m.

Aquí hace la ampliación de la reivindicación, encasillando los sólidos suspendidos a solamente los sedimentables (precipitables) de fácil separación por efectos dela gravedad, excluyendo los livianos o flotables por efectos dela gravedad, contemplados originalmente.

Number: 2 Author: Saul Soto Subject: Nota adhesiva Date: 01/08/2015 05:27:39 p.m.

En esta aclaración, es imposible haber existido un error de tipeo, pues en el primer caso se habla de de un renago especifico de presión enre 551 kpa a 964 kpa y en la corrección de la reivindicación hace referencia a un valor igual o mayor a una presión puntual de 1,5 atm.

Number: 3 Author: Saul Soto Subject: Nota adhesiva Date: 01/08/2015 05:28:16 p.m.

Se amplia la reivindicación desde UN SISTEMA DE SUCCIÓN (posiblemente gas), a a UN SISTEMA DE INYECCIÓN-ACELERACIÓNDEL LÍQUIDO y SUCCIÓN DE GAS, que además puede ser de una o varias etapas(segunda ampliación de materia en este punto) .

	sobresaturación que ademas opera como dispersor de presión del fluido, y que puede estar en la parte inferior o exterior del elemento (9).

2.1.2. Únicamente hay un cambio en la terminología, así las cosas lo segundo que se debe hacer es entrar a precisar cómo y porque los términos que variaron en la reivindicación 1 entre la solicitud de patente del 8 de febrero de 2013 y el escrito del 07 de julio de 2014 se ajustan a los 3 criterios indicados por el Tribunal de Justicia de la Comunidad Andina para excluir la ampliación de materia:

2.1.2.1. Respecto al cambio del término "una presión entre 551kpa-964kpa" al termino una "presión mayor o igual a 1.5 atm es decir a 151,987 kpa" se hace una precisión de una cantidad exacta conforme a que en la descripción de la invención que figura en la solicitud de Patente del 8 de febrero de 2013 se indica lo siguiente:

"El gas requerido para la generación de micro burbujas no requiere de presión mayor a la atmosférica ni compresores de gas para incrementar la presión"[4]

La presión atmosférica al nivel del mar corresponde a 1 atmosfera (atm) que equivale a 101.300 pa (pascales) o 101,300 kpa[5] (kilo pascales) por tanto la cifra de 1.5 atm o 151,987 kpa es consistente con la descripción de la invención y por tanto su modificación se efectuó en virtud de la consistencia entre las reivindicaciones el cuerpo de la Patente de Invención ya que la cifra 551 kpa que estaba en la reivindicación original co[SIS] en un error tipográfico y en ese sentido no implica una ampliación de materia ya que busca aclarar o reformar "ciertos pasajes que puedan dar lugar a objeciones totales o parciales."

2.1.2.2. En el caso de los términos "contactos primario, secundario y terciario" que fueron reemplazados en varios apartes la modificación precisa que la reivindicación se refiere a contactores, por contactor se entiende en estos casos los contactores gas-liquido que son definidos de la siguiente manera:

"Un contactor gas-liquido es un equipo químico particular usado para realizar la transferencia de masa y calor entre una fase de gas y una fase liquida. Contactores gas-liquido pueden ser usados en procesos de separación (e.g. destilación, absorción) o como reactores gas-liquido para lograr ambos propósitos en el mismo aparato (e.g. destilación reactiva)."[6][7]

Por tanto, es correcto referirse a una pieza de maquinaria (una placa o algo más complejo) como contactor cuando dicha pieza de maquinaria cumple con la función de facilitar o realizar la transferencia entre dos fases (liquido-gaseoso en este caso). Este cambio en la terminología puede verse en los siguientes casos:

---

[4] Solicitud de Patente de Invención 13-025761-00000-0000 del 8 de febrero de 2013, folio 12

[5] http://newton.cnice.mec.es/materiales_didacticos/presion/unidades2.htm

[6] En inglés original: "A gas–liquid contactor is a particular chemical equipment used to realize the mass and heat transfer between a gas phase and a liquid phase. Gas–liquid contactors can be used in separation processes (e.g. distillation, absorption) or as gas–liquid reactors or to achieve both purposes within the same device (e.g. reactive distillation)."

[7] http://en.wikipedia.org/wiki/Gas%E2%80%93liquid_contactor

Page: 5

Number: 1 Author: Saul Soto Subject: Nota adhesiva Date: 01/08/2015 05:29:06 p.m.

aqui se estipula un limite superior de 964 kpa; en la segunda, el límite superior de presión no existe, lo cual es una evidente ampliación de materia

Number: 2 Author: Saul Soto Subject: Nota adhesiva Date: 01/08/2015 05:29:49 p.m.

si esto fuera cierto, por que no se estableció un rango de presión como en el primero; al poner un límite a la presión superior, se HACE UNA AMPLIACIÓN DE MATERIA de la reivindicación original

Se modifica el término "(4) una línea de conducción de agua a presión que ingresa al generador de micro burbujas por el sistema de aceleración y/o nucleación (11)" a "(4) una boq[illegible] que conecta la línea de conducción de líquido a presión con (8) el generador de micro burbujas por el sistema de inyección-aceleración de líquido y succión de gas y/o contacto primario (11)

Se cambia el término "(11) bloque de placas de contacto para optimizar contacto de fluidos y asegurar formación de las micro burbujas" a "contacto secundario (11)"

Se modifica el término "(13) contactor de placas con puntos de nucleación en línea para optimizar la generación de micro burbujas que puede estar en la parte interior o exterior del tanque (9)." a "(13) contacto terciario liquido solido que contienen la zona de generación de micro burbujas por efectos de los fenómenos de nucleación heterogénea, nucleación homogénea, aplicación de efectos cortantes y por sobresaturación que además opera como dispersor de presión del fluido, y que puede estar en la parte inferior o exterior del elemento (9)"

Por definición (11) un "bloque de placas de contacto para optimizar contacto de fluidos y asegurar formación de las micro burbujas" y (13) un "contactor de placas con puntos de nucleación en línea para optimizar la generación de micro burbujas" son "equipos usados en aplicaciones de transferencia de gases en líquidos y se utilizan ampliamente para eliminar o saturar tanto O2 como CO2 disueltos en agua", su función es favorecer la generación de micro burbujas es decir la transferencia de gases en líquidos, por tanto su modificación no implica una ampliación de materia ya que busca aclarar o reformar "ciertos pasajes que puedan dar lugar a objeciones totales o parciales."

Más aun, puede verse en la solicitud de Patente de invención del 8 de febrero de 2013 que se hace referencia a los contactores de la siguiente manera:

"En la figura 3 se muestra el Esquema de los elementos que conforman el sistema de inyección de líquido y succión de gas en la modalidad de etapa única. El cual tiene como función principal asegurar la mezcla y contacto entre el fluido usado, generalmente agua ya tratada, y el gas usado para la formación de las micro burbujas. ***(contactor primario)*** *Su operación tiene como principio usar la presión del fluido líquido para acelerar el gas a través de la cámara de dispersión, la cual asegura que haya un óptimo contacto entre los dos fluidos,* ***(contactor secundario)*** *de manera que la mezcla ideal de fluidos líquido y gaseoso sea llevada a los generadores de micro burbujas* ***(contactor terciario)*** *y lograr que estas sean generadas en la calidad y cantidad requerida para optimizar el tratamiento de los fluidos en las cuales se usan principalmente."*[8] (Subrayas y texto en negrilla fuera del texto)

Por tanto los términos contactores primario, terciario y secundario no son ampliación de materia, máxime teniendo en cuenta que si bien "hay una variación en la terminología y se varia de términos específicos a términos generales" estos tienen el debido sustento en la solicitud original.

2.1.2.3. Se precisa la definición del término "La bomba" a un "Sistema de inyección-aceleración de líquido" o "Una o varias fuentes de presion de liquido "

[8] Solicitud de Patente de Invención 13-025761-00000-0000 del 8 de febrero de 2013, folio 10

Page: 6

Number: 1 Author: Saul Soto Subject: Nota adhesiva Date: 01/08/2015 05:30:34 p.m.

en el segundo caso, una boquilla ya es un elemento adicional (ampliación de materia) a la línea de conducción de líquido a presión mencionado en la reivindicación original; igualmente el termino aceleración y/o nucleación, en cualquier proceso es muy diferente en su significado al termino inyección-aceleración de líquido y succión de gas y/o contacto primario.

Number: 2 Author: Saul Soto Subject: Nota adhesiva Date: 01/08/2015 05:38:12 p.m.

RECAPITULANDO: Justificando todo lo anterior como NO AMPLIACIÓN DE MATERIA de las reivindicaciones originales, todo esto que sigue en 2.1.2.3. , sería verdaderamente aclaratorio de las mismas, tal como se pretende justificar; pues en realidad, todo esto no es más que aclaración de la materia ya ampliada.

Tanto las bombas[9] como los compresores[10] son sistemas mediante los cuales se le introduce presión a un fluido[11]

Puede verse en la solicitud de Patente de invención del 8 de febrero de 2013 que se hace referencia a las bombas como parte de un sistema de inyección-aceleración de líquido de la siguiente manera:

"El sistema de la invención, ilustrado en la figura 2, se refiere a la versión de dos etapas de bombeo, comprende a diferencia de la versión de una sola etapa de bombeo, de una bomba adicional (2a) que recircula agua del sistema de generación primaria, esta modalidad presenta como ventaja sobre la versión de una etapa, que la densidad de generación de las micro burbujas es mayor y permite manipular más fácilmente el diámetro de estas, lo cual es favorable en la eficiencia del proceso de micro flotación en las cuales se usan estas micro burbujas" [12]

"En la figura 3 se muestra el Esquema de los elementos que conforman el sistema de inyección de líquido y succión de gas en la modalidad de etapa única. El cual tiene como función principal asegurar la mezcla y contacto entre el fluido usado, generalmente agua ya tratada, y el gas usado para la formación de las micro burbujas. Su operación tiene como principio usar la presión del fluido líquido para acelerar el gas a través de la cámara de dispersión, la cual asegura que haya un óptimo contacto entre los dos fluidos, de manera que la mezcla ideal de fluidos líquido y gaseoso sea llevada a los generadores de micro burbujas y lograr que estas sean generadas en la calidad y cantidad requerida para optimizar el tratamiento de los fluidos en las cuales se usan principalmente." [13] (Subrayas fuera del texto)

Recapitulando un poco el tema de los contactores, que aquí también se menciona, cuando se hace referencia en el cuerpo de la solicitud de Patente de Invención a los generadores de micro burbujas se hace referencia a los contactores secundario y primario. Además, puede observarse que se hace referencia a sistemas de inyección de líquido y succión de gas se hace referencia como hemos demostrado en este acápite a las bombas. En ese sentido el cambio de términos no implica una ampliación de materia ya que busca aclarar o reformar "ciertos pasajes que puedan dar lugar a objeciones totales o parciales." Y además se encuentra debidamente sustentado.

---

[9] "Una bomba hidráulica es una máquina generadora que transforma la energía (generalmente energía mecánica) con la que es accionada en energía del fluido incompresible que mueve." http://es.wikipedia.org/wiki/Bomba_hidr%C3%A1ulica

[10] "Un compresor es una máquina de fluido que está construida para aumentar la presión y desplazar cierto tipo de fluidos llamados compresibles, tal como gases y los vapores." http://es.wikipedia.org/wiki/Compresor_(m%C3%A1quina)

[11] "Inyectar: Introducir a presión un gas, un líquido, o una masa fluida, en el interior de un cuerpo o de una cavidad." http://buscon.rae.es/drae/srv/search?val=inyecta

[12] Solicitud de Patente de Invención 13-025761-00000-0000 del 8 de febrero de 2013, folio 10

[13] Solicitud de Patente de Invención 13-025761-00000-0000 del 8 de febrero de 2013, folio 10

Juan Sebastián Rengifo Rubio
Abogado

2.1.2.4. Con respecto a la modificación de "(13) contactor de placas con puntos de nucleación en línea para optimizar la generación de micro burbujas que puede estar en la parte interior o exterior del tanque (9)." a "(13) contacto terciario liquido solido que contienen la zona de generación de micro burbujas por efectos de los fenómenos de nucleación heterogénea, nucleación homogénea, aplicación de efectos cortantes y por sobresaturación que además opera como dispersor de presión del fluido, y que puede estar en la parte inferior o exterior del elemento (9)" es importante precisar lo siguiente:

2.1.2.4.1. Respecto de la modificación del término contactor a contactor terciario ya hemos hecho referencia a este cambio con anterioridad en los dos acápites anteriores y no constituye ampliación de materia por lo expuesto en su momento.

2.1.2.4.2. Con respecto a la inclusión del término "aplicación de efectos cortantes" respecto de la generación de micro burbujas:

Un esfuerzo cortante se define de la siguiente manera:

"El esfuerzo cortante, de corte, de cizalla o de cortadura es el esfuerzo interno o resultante de las tensiones paralelas a la sección transversal de un prisma mecánico como por ejemplo una viga o un pilar. Se designa variadamente como T, V o Q."[14] Si un fluido está en movimiento implica que hay esfuerzos de corte, a mayor velocidad mayores estos esfuerzos. Si se controlan estos esfuerzos la calidad de la generación de burbujas es también controlada.[15]

Aplicando esta definición de esfuerzo cortante lo siguiente sucede cuando se aplica a un fluido:

"La característica fundamental de los fluidos es la denominada fluidez. Un fluido cambia de forma de manera continua cuando está sometido a un esfuerzo cortante, por muy pequeño que sea éste, es decir, un fluido no es capaz de soportar un esfuerzo cortante sin moverse durante ningún intervalo de tiempo. Unos líquidos se moverán más lentamente que otros, pero ante un esfuerzo cortante se moverán siempre. La medida de la facilidad con que se mueve vendrá dada por la viscosidad que se trata más adelante, relacionada con la acción de fuerzas de rozamiento. Por el contrario en un sólido se produce un cambio fijo y para cada valor de la fuerza cortante aplicada."[16]

En ese sentido cuando la reivindicación modificada se refiere a la aplicación de esfuerzos cortantes se está refiriendo a la aceleración que se le imprime a un fluido mediante aspas o paletas, asi las cosas, en la descripción del invento se habla de una

---

[14] http://es.wikipedia.org/wiki/Esfuerzo_cortante

[15] Ver: Crystal Nucleation of Colloidal Suspensions under Shear,
Ronald Blaak,1 Stefan Auer,2 Daan Frenkel,3 and Hartmut Lo¨wen
1.Institut fu¨r Theoretische Physik II, Heinrich-Heine-Universita¨t, Universita¨tsstraße 1, D-40225 Du¨sseldorf, Germany
2 Department of Chemistry, Cambridge University, Lensfield Road, Cambridge, CB2 1EW, United Kingdom
3 FOM Institute for Atomic and Molecular Physics, Kruislaan 407, 1098 SJ Amsterdam, The Netherlands (Received 5 December 2003; published 5 August 2004)

[16] http://oa.upm.es/6934/1/amd-apuntes-fluidos.pdf

Page: 8

Number: 1 Author: Saul Soto Subject: Nota adhesiva Date: 01/08/2015 09:02:03 p.m.

Para justificar esta ampliación como no hecha, aqui se invoca un efecto de corte que ocurre en cualquier fluido que sea bombeado centrifugamente, solamente que el mismo en el proceso aqui descrito, no es relevante, pues además ocurre sin estar el gas presente en el fluido; contrario seria, que ocurra por efectos mecánicos mucho más contundentes provocados, estando ya el gas en la corriente de agua.

Por otro lado, cuando hace mención a este termino en 2.1.2.4., hace referencia a que ocurre a un elemento(9) que puede ir en la parte interior o exterior el tanque, mas no a la bomba centrifuga que levanta la presión del agua.

bomba centrifuga[17] la cual mueve el fluido mediante esfuerzos cortantes, mismos que generan microburbujas, como se sigue:

"El generador de micro burbujas de la presente invención, no requiere de partes móviles en su interior para operar, solo requiere una bomba centrifuga estándar comercial que tiene como objetivo llevar la presión de la corriente de líquido."[18]

En ese orden de ideas, se tiene que el término incluido no es materia adicional toda vez que ha sido incluido para evitar objeciones o negaciones y tiene su sustento adecuado en la solicitud de patente.

2.1.2.4.3. Respecto de los términos incluidos como nucleación homogénea y heterogénea en cuanto a la generación de micro burbujas puede observarse por la Superintendencia de Industria y Comercio que se hace referencia en la descripción de la invención a los fenómenos de nucleación homogénea y heterogénea como se sigue:

"El Sistema de generación primario está constituido por un arreglo de tuberías que garantiza las condiciones de velocidad y presión que aseguran un contacto optimo entre el líquido y el gas de manera que se logre la adecuada mezcla para generar las micro burbujas en su primera fase, las cuales son necesarias para la generación principal por el fenómeno por nucleación. Estas micro burbujas son en promedio entre el 10% y 20%, de las micro burbujas totales generadas al final del proceso."

"El sistema de generación principal está constituido por un arreglo de tuberías que garantiza las condiciones de velocidad, presión que aseguran un contacto optimo entre el líquido y la superficie activada con puntos de nucleación, la cual toma las micro burbujas previamente generadas en el generador primario y usando como centro de acción los puntos activos presentes en la superficie genera otra parte de las micro burbujas finales, las micro burbujas generadas en esta etapa del proceso son en promedio entre el 80% y 90% del total de las micro burbujas generadas."[19] (Subrayas fuera del texto)

En la primera parte del texto citado se habla de la nucleación homogénea y en la segunda parte de dicho texto se habla de la nucleación heterogénea, la nucleación se define de la siguiente manera:

"es la primera etapa de un cambio de fase, donde se generan pequeñas superficies de fase distinta a la existente, llamadas núcleos. Estos núcleos crecen hasta alcanzar un tamaño crítico. El cambio de fase que se produce durante el proceso puede ser la formación de gas o cristal a partir de un líquido."[20]

Y como hemos indicado se puede dar en dos formas, nucleación homogénea y nucleación heterogénea las cuales se distinguen de la siguiente manera:

---

[17] http://es.wikipedia.org/wiki/Bomba_centr%C3%ADfuga

[18] Solicitud de Patente de Invención 13-025761-00000-0000 del 8 de febrero de 2013, folio 12

[19] Solicitud de Patente de Invención 13-025761-00000-0000 del 8 de febrero de 2013, folio 13

[20] http://es.wikipedia.org/wiki/Nucleaci%C3%B3n

Page: 9

Number: 1 Author: Saul Soto Subject: Nota adhesiva Date: 01/08/2015 09:04:40 p.m.

Ver anotación anterior, donde queda determinado que es materia adicional a la reivindicación original.

Number: 2 Author: Saul Soto Subject: Nota adhesiva Date: 01/08/2015 09:16:16 p.m.

En la reivindicación original, tal como lo hace notar en el párrafo anterior, "El sSistema de generación primario está constituido por un arreglo de tuberías que garantiza las condiciones de velocidad y presión que ASEGURAN UN CONTACTO OPTIMO ENTRE EL LÍQUIDO Y EL GAS....." y en la reivindicación modificada, habla de .....UN CONTACTO INTIMO ENTRE EL LÍQUIDO Y LA SUPERFICIE ACTIVADA CON PUNTOS DE NUCLEACIÓN"..... No les parece que esto es una clara y contundente adición de materia a la reivindicación original? , pues GAS, es muy diferente a una superficie activada con puntos de nucleación.

- La nucleación homogénea es aquella que se da en sitios no preferenciales, y en una sola fase, y se da espontánea y aleatoriamente pero requiere un mayor nivel de energía o potencia que la nucleación heterogénea.

- La nucleación heterogénea es predecible y controlable, y se da en múltiples fases. Por ejemplo liquido/liquido, liquido/solido, liquido/gas entre otras.

- La Nucleación heterogénea puede ser considerarse como un proceso de nucleación asistido por una superficie catalizada, la cual acelera el proceso de generación de micro burbujas, La medida de cómo una superficie puede catalizar o facilitar la generación de micro burbujas depende del ángulo de contacto entre el líquido y la placa de nucleación. Este ángulo de contacto no existe en la nucleación homogénea debido a que solo hay una fase en este caso líquido (agua).

- Cuanto menor sea el ángulo (o sea que el líquido moja más la superficie), menor es el cambio de energía libre, y menor es la barrera energética para la nucleación. Esto quiere decir que la generación de las micro burbujas requiere mucho menos consumo de potencia (Kilovatios) por nucleación heterogénea en comparación con la nucleación homogénea.

- volumen crítico del núcleo o de la micro burbuja generada es generalmente más pequeño para la nucleación heterogénea que para la nucleación homogénea, debido a las propiedades de la superficie.

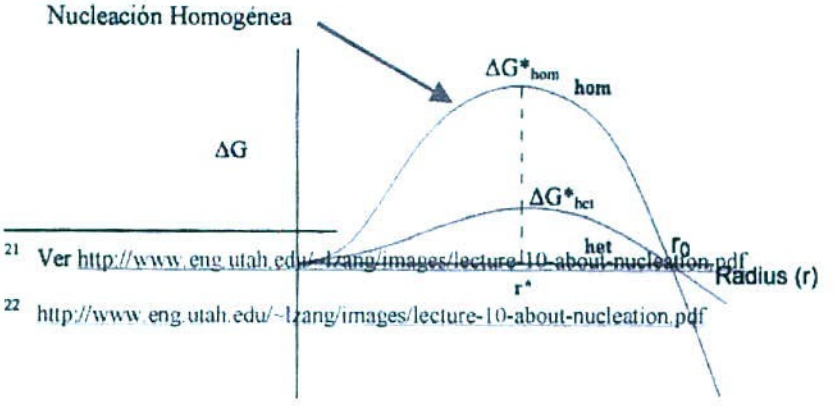
- Las superficies promueven la nucleación debido a sus propiedades, los ángulos de contacto mayores a cero, facilita que haya nucleación. La energía que se requiere para la nucleación heterogénea es igual al producto de la energía que requiere lo nucleación homogénea por una función del ángulo de contacto, así[21]:

$$\Delta G_{heterogeneous} = \Delta G_{homogeneous} * f(\theta)$$

where

$$f(\theta) = \frac{2 - 3\cos\theta + \cos^3\theta}{4}$$

Por tanto la barrera energética para la Nucleación Heterogénea es **siempre menor o igual** que la Nucleación Homogénea, las propiedades de la superficie (ángulo de contacto) es determinante en la facilidad de generar nucleación, al reducir la energía, tal como se ve en la siguiente gráfica: [22]



[21] Ver http://www.eng.utah.edu/~lzang/images/lecture-10-about-nucleation.pdf

[22] http://www.eng.utah.edu/~lzang/images/lecture-10-about-nucleation.pdf

Juan Sebastián Rengifo Rubio
Abogado

Nucleación
Heterogénea

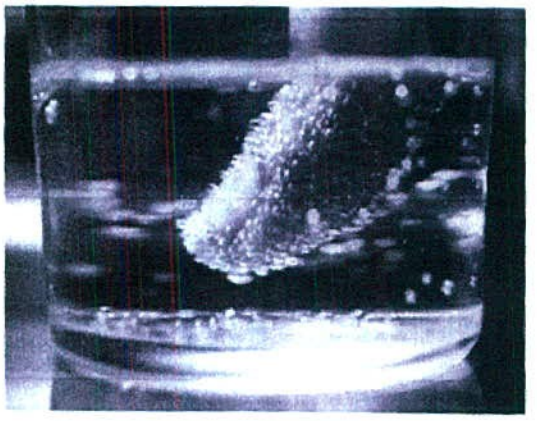
Algunos ejemplos de nucleación heterogénea incluyen:

Burbujas de dióxido de carbono nucleada en la superficie interior de un recipiente después de que se abre suavemente (mientras la presión se libera). Dado que la superficie es lisa y plana (área de superficie específica es pequeño), la formación de burbujas en tal superficie suele ser lento como se ve a menudo en al abrir bebidas gaseosas, cervezas o vinos espumosos.

Poniendo un dedo en el agua con gas generalmente facilita la formación de burbujas como se ve desde la imagen de abajo, porque la superficie del dedo (más activa en comparación con el vidrio o plástico de la botella) proporciona un área de superficie mucho más grande.

Poner una tiza (con área superficial aún mayor debido a la estructura porosa) conduce a la formación de burbujas en el agua con gas de manera mucho más rápida (nucleación) tal como se puede ver en el los links adjuntos[23]:

*nucleación de burbujas de CO2, alrededor de un dedo (nucleación Heterogénea)



Tomado de: Engineering IT Support, College of Engineering, University of Utah[24]

[23] http://www.eng.utah.edu/~lzang/images/bubble.wmv y
https://www.youtube.com/watch?v=LjbJELjLgZg

[24] http://www.cade.utah.edu/:
lecture-10-about-nucleation.pdf
http://www.eng.utah.edu/~lzang/images/lecture-10-about-nucleation.pdf
Lecture 11: Homogeneous Nucleation: solid-solid phase transformation
http://www.eng.utah.edu/~lzang/images/lecture-11.pdf
Lecture 12: Heterogeneous Nucleation: a surface catalyzed process
http://www.eng.utah.edu/~lzang/images/lecture-12.pdf
Lecture 13: Heterogeneous Nucleation: Effects of Grain Boundaries and Surface Defects
http://www.eng.utah.edu/~lzang/images/lecture-13.pdf

En ese sentido, puede observarse, que en la descripción de la patente se hace referencia a dos procesos, uno, desorganizado que requiere mucho más esfuerzo, o energía, para producirse y otro organizado y que requiere menos energía o esfuerzo para funcionar:

"El generador de micro burbujas de la presente invención, no requiere de partes móviles en su interior para operar, solo requiere una bomba centrifuga estándar comercial que tiene como objetivo llevar la presión de la corriente de líquido (1) al nivel de operación, comprendido en el rango de 482 kpa a 827 kpa."[25] (Acá se hace mención de la nucleación homogénea.)

"El generador de micro burbujas de la presente invención puede operar con una sola bomba estándar comercial (figura 1) o con doble sistema de bombeo único es recirculación de fluido del sistema de generación primario, y no fluido fresco, permite que se logren mayores eficiencias en la generación y control del tamaño y densidad de las micro burbujas."[26] (Acá se hace mención de la nucleación homogénea pero se indica que hay un sistema más eficiente y controlado de nucleación heterogénea)

"El sistema de generación principal está constituido por un arreglo de tuberías que garantiza las condiciones de velocidad, presión que aseguran un contacto optimo entre el líquido y la superficie activada con puntos de nucleación, la cual toma las micro burbujas previamente generadas en el generador primario y usando como centro de acción los puntos activos presentes en la superficie genera otra parte de las micro burbujas finales, las micro burbujas generadas en esta etapa del proceso son en promedio entre el 80% y 90% del total de las micro burbujas generadas."[27] (En este aparte se hace mención expresa del fenómeno de nucleación heterogénea)

Así las cosas, ciertos pasajes de la reinvindicación fueron reformados para evitar objeciones totales o parciales y además hay una variación en la terminología y se varía de términos específicos a términos generales los cuales como puede observarse tienen el debido sustento en la solicitud.

2.1.2.5. Se modifica el término "(12) línea de conducción de agua conteniendo micro burbujas" a "(12) elemento de conducción de fluidos en fase liquida en estado metaestable de saturación por el gas usado hasta el..."

Con respecto a este término la metaestabilidad que reemplazó al término "conteniendo micro burbujas la metaestabilidad es definida de la siguiente manera:

"es la propiedad que un sistema con varios estados de equilibrio, tiene de exhibir, durante un considerable período de tiempo, un estado de equilibrio débilmente estable. Sin embargo, bajo la acción de perturbaciones externas (a veces no fácilmente detectables) dichos sistemas exhiben una evolución temporal hacia un

---

Energy Efficiency and Renewable Energy Through Nanotechnology , Ling Zang , September 7, 2011, ISBN-13: 978-0857296375

[25] Solicitud de Patente de Invención 13-025761-00000-0000 del 8 de febrero de 2013, folio 13

[26] Solicitud de Patente de Invención 13-025761-00000-0000 del 8 de febrero de 2013, folio 12

[27] Solicitud de Patente de Invención 13-025761-00000-0000 del 8 de febrero de 2013, folio 13

Page: 12

Number: 1 Author: Saul Soto Subject: Nota adhesiva Date: 01/08/2015 09:28:59 p.m.

Como lo hemos podido ver, las reivindicaciones originales no solo fueron reformadas con una variación en su terminología, variando de términos específicos a términos generales, sino que se ve una clara adición de materia en los mismos.

estado de equilibrio fuertemente estable. Normalmente la metaestabilidad es debida a transformaciones de estado lentas."[28]

Toda vez que cuando un fluido está saturado o sobresaturado como en el caso particular, estamos ante un cambio de estado ocurrido por nucleación bien sea homogénea o heterogénea y que de esta se ha hecho referencia en la solicitud de patente de invención de la siguiente manera:

"El generador de micro burbujas de la presente invención puede operar con una sola bomba estándar comercial (figura 1) o con doble sistema de bombeo único es recirculación de fluido del sistema de generación primario, y no fluido fresco, permite que se logren mayores eficiencias en la generación y control del tamaño y densidad de las micro burbujas."[29]

En ese sentido la inclusión del término no constituye ampliación de materia toda vez que esta modificación se efectuó para aclarar o reformar ciertos pasajes que puedan dar lugar a objeciones totales o parciales y tiene debido sustento en la solicitud.

2.1.2.6. Todos los términos modificados además tienen que cumplir un requisito adicional, deben cumplir con el principio de unidad de invención y mantener su claridad y consistencia, en este caso las demás reivindicaciones fueron modificadas en su terminología como puede observarse de la siguiente tabla comparativa:

Reivindicaciones de la solicitud de Patente del 8 de febrero de 2013	Reivindicaciones del escrito del 07 de julio de 2014
2. Sistema de generación de micro burbujas conforme a la reivindicación 1 caracterizado además por operar con una sola bomba (4) o con un sistema doble de bombeo.	2. Sistema de generación de micro burbujas conforme a la reivindicación 1 caracterizado además por operar con una sola fuente de presión (2) o con un sistema doble fuente de presión.
3. Sistema de generación de micro burbujas conforme a la reivindicación 1 caracterizado porque la inyección de líquido y succión de gas (8) tiene un diseño de una o dos etapas para generar una zona de baja presión para la succión de gas.	3. Sistema de generación de micro burbujas conforme a la reivindicación 1 y 2 caracterizado porque el sistema de inyección-aceleración de líquido y succió[1] de gas (8) tiene un diseño de una o más etapas que generan una zona de baja presión que permite succionar gas al sistema aun a condiciones presión por debajo de la presión atmosférica sin necesidad de uso de compresores, sopladores u otros sistemas rotativos.
4. Sistema de generación de micro burbujas conforme a la reivindicación 1 que se caracteriza por comprender una serie de tuberías para obtener un óptimo contacto gas líquido con puntos de nucleación y generación de micro	4. Sistema de generación de micro burbujas conforme a la reivindicación 1,2 y 3 que se caracteriza[1][2] por comprender una serie de elementos que promueven un óptimo contacto gas y el líquido proveniente del sistema de inyección aceleración de líquido y succión de gas (8)

[28] http://es.wikipedia.org/wiki/Metaestabilidad

[29] Solicitud de Patente de Invención 13-025761-00000-0000 del 8 de febrero de 2013, folio 12

Page: 13

Number: 1 Author: Saul Soto Subject: Nota adhesiva Date: 01/08/2015 09:42:41 p.m.

En la reivindicación original, habla de NO MAS DE DOS ETAPAS DE INYECCIÓN DE LÍQUIDO Y SUCCIÓN DE GAS (" cracterizado por que la inyección de líquido y succión de gas(8)tiene un diseño de una o dos etapas para generar una zona de baja presión para la succión de gas"); muy diferente a la reivindicación modificada, donde habla de UNA O MAS ETAPAS, dando claridad a que podrían ser mucho más de dos, lo cual es una ADICIÓN DE MATERIA a la misma.

Number: 2 Author: Saul Soto Subject: Nota adhesiva Date: 01/08/2015 09:46:07 p.m.

El termino "elementos" es un termino muy general y que da ambigüedad en este caso, pues puede significar el involucrar mucho más que simples tuberías para obtener un intimo contacto.....

burbujas en una fase inicial las cuales son en promedio entre el 10% al 20% de las generadas al final del proceso.	acelerando el alcance del estado metaestable de saturación.
5. Sistema de generación de micro burbujas conforme a la reivindicación 1 y 4 caracterizado porque dicho arreglo de tuberías toma las micro burbujas del generador primario usando como centro de acción los puntos activos presentes en la superficie para generar otra parte de las micro burbujas en un promedio entre el 80% y el 90% del total.	5. Sistema de generación de micro burbujas conforme a la reivindicación 1 a 4 caracterizado porque comprende (13) un contacto terciario liquido-solido que contienen la zona de generación de micro burbujas por efectos de los fenómenos de nucleación heterogénea, nucleación homogénea, aplicación de esfuerzos cortantes y por sobresaturación.
5. Sistema de generación de micro burbujas conforme a la reivindicación 1 y 4 caracterizado porque dicho arreglo de tuberías toma las micro burbujas del generador primario usando como centro de acción los puntos activos presentes en la superficie para generar otra parte de las micro burbujas en un promedio entre el 80% y el 90% del total.	6. Sistema de generación de micro burbujas conforme a la reivindicación 1 a 5 caracterizado porque el (13) contacto terciario liquido-solido que puede ser operado con diferentes condiciones de flujo, (velocidad, caída de presión, tiempo de contacto) con el fin de generar diferentes tipos de micro burbujas tanto en tamaño promedio como la variación y dispersión de este. Así como en diferente número de estas micro burbujas por unidad de volumen.

En ese orden de ideas, las reivindicaciones continúan siendo consistentes en su lenguaje y como hemos demostrado en cada término modificado consistentes con el resto de la solicitud de patente en particular con la descripción detallada del invento.

Pero no solo eso, de conformidad a los artículos 25[30] y 30[31] de la decisión 486 de la Comunidad Andina la invención mantiene su unidad de invención toda vez todas la reivindicaciones comprenden un único concepto inventivo técnicamente relacionado[32], el "sistema de generación de micro burbujas para tratamiento de líquidos y aguas residuales"

2.2. Respecto del Estado de la Técnica

[30] Decisión 486, Artículo 25- *"La solicitud de patente sólo podrá comprender una invención o un grupo de invenciones relacionadas entre sí, de manera que conformen un único concepto inventivo."*

[31] Decisión 486 Artículo 30- *"Las reivindicaciones definirán la materia que se desea proteger mediante la patente. Deben ser claras y concisas y estar enteramente sustentadas por la descripción."*

"Las reivindicaciones podrán ser independientes o dependientes. Una reivindicación será independiente cuando defina la materia que se desea proteger sin referencia a otra reivindicación anterior. Una reivindicación será dependiente cuando defina la materia que se desea proteger refiriéndose a una reivindicación anterior. Una reivindicación que se refiera a dos o más reivindicaciones anteriores se considerará una reivindicación dependiente múltiple."

[32] Superintendencia de Industria y Comercio, Concepto sobre el asunto Rad.: 08058560

Page: 14

Number: 1 Author: Saul Soto Subject: Nota adhesiva Date: 01/08/2015 09:53:54 p.m.
Presentan igualmente adición de materia a las reivindicaciones originales.

Juan Sebastián Rengifo Rubio
Abogado

Como lo hemos manifestado la Superintendencia de Industria y Comercio considera que los documentos D1 y D2 corresponden al estado de la técnica cercano a la invención definida en la reivindicación 1 porque realizan una revisión de la importancia de la separación de las partículas de las aguas de producción, mencionan los métodos que generalmente se usan para realizar esta separación, se le da especial importancia a la flotación como herramienta eficiente para realizar este tratamiento y sus ventajas sobre los demás procesos y en el caso de D1, y para D2 se refieren a un aparato para la generación de una gran cantidad de micro-burbujas mediante un proceso DAF el cual solo opera por saturación y cambios de presión.

Respecto del carácter de estos documentos como parte del estado de la técnica previo a nuestra invención consideramos que los documentos presentados en su momento como estado de la técnica en nuestra solicitud de Patente de Invención son antecedentes más idóneos.

Teniendo en cuenta además que en los documentos que la Superintendencia de Industria y Comercio presenta como estado la técnica (D1 y D2) no hay ninguna mención de nucleación heterogénea o por contacto liquido-solido activados, entendiéndose como solidos activados aquellas placas especialmente desarrolladas para crear puntos de generación de burbujas, por medio de tratamientos específicos que modifican las propiedades de superficie de estas (propiedades tales como: ángulo de contacto, textura, distribución de microporos, esfuerzo de corte, calidad de presión entre otras).

En ese sentido, debe tenerse en cuenta que D1 y D2 tienen varias diferencias con la invención que buscamos sea objeto de patente de invención:

2.2.1. La diferencia entre la invención, definida en la reivindicación 1 y un equipo de tratamiento de aguas de D1 consiste en que D1 no divulga un bloque de placas de contacto con puntos de nucleación en línea.

2.2.2. La diferencia entre la invención, definida en la reivindicación 1 y un aparato para la generación de una gran cantidad de micro-burbujas de D2 consiste en que D2 no divulga una línea de conducción de agua a presión que ingresa al generador de micro burbujas por el sistema de aceleración y/o nucleación.

2.2.3. El efecto que logra el incluir un bloque de placas de contacto con puntos de nucleación en línea es que se obtendría una mayor eficiencia en la producción de las micro burbujas.

2.2.4. Más aun, respecto de los contactores que se encuentran en nuestra solicitud de Patente de Invención: El contactor primario: obedece al contacto gas-liquido, dado que el gas que se succiona se mezcla con el líquido a presión, este fenómeno es muy particular dado que el gas de baja presión es capaz de mezclarse con el líquido a presión, debido a cambios de velocidad. En D1y D2 esto se efectúa de manera diferente usando una bomba de cavitación; El contactor secudario es un contacto gas-liquido pero a muy baja velocidad para lograr un sistema de supersaturacion o saturación rápida (Metaestable). No se observa nada similar en D1y D2. El contactor terciario, es un sistema de contacto múltiple, especialmente liquido saturado- Solido Activo, aquí se genera la nucleación heterogénea, los esfuerzos de corte, y cambios de presión para crear burbujas. Puede observarse que D1yD2 no tienen nada parecido.

Por tanto consideramos que los documentos D1 y D2 no constituyen parte del estado de la técnica de la Invención que mi mandante busca reivindicar debido a las marcadas diferencias que los separan del objeto de nuestra solicitud de Patente de Invención. No obstante aun si se considera estos documentos dentro del estado de la técnica las diferencias con el objeto de la solicitud de nuestra solicitud de Patente de Invención son suficientes para hablar de un salto técnico producto del nivel inventivo de nuestra invención frente a D1 y D2, así las cosas

desarrollaremos con mayor detalle estas diferencias en el siguiente aparte en lo que atañe al nivel inventivo. [33]

2.3. Respecto del Nivel Inventivo

La sociedad Exterran Holdings, Inc. presentó una oposición contra la patente solicitada por mi mandante la cual fue analizada por la Superintendencia de Industria y Comercio que indicó que "no desvirtuó la patentabilidad del objeto en estudio"[34].

En dicha oposición Exterran Holdings Inc. presentó los siguientes artículos y los catálogos de sistemas de generación de microburbujas para tratamiento de líquidos y/o aguas, los cuales, indica la Superintendencia de Industria y Comercio, constituyen el estado del arte más cercano: The Use of Microbubble Flotation Technology in Secondary & Tertiary Produced Water Treatment - A Technical Comparison With Other Séparation Technologies (D1); API Tank Flotation (D2); Proposal for Micro-bubble Flotation 4-Ch. GFT. (D3); Proposal for Revolift HS Induced Gas Flotation Package (D4); Technical Proposal for Produced Water Treatment Equipment (D5) y la patente WO 2008/147050 (D6).

Sobre dichos documentos determinó la Superintendencia de Industria y Comercio que son pruebas relevantes para el estudio de patentabilidad y concluyó que es conocido en el estado de la técnica un sistema de generación de micro burbujas para el tratamiento de líquidos y/o aguas residuales para separación de sólidos y demás sustancias contaminantes generadas en un proceso de despojo de gases solubles y de oxigenación, que comprenden: una línea de conducción de agua de alimento, una línea de conducción de agua a presión proveniente de la bomba, un generador de micro burbujas por el sistema de aceleración y/o nucleación, una línea de conducción de gas a presión atmosférica o baja presión, una válvula de seguridad y/o reguladora de presión, un sistema de succión, un tanque contenedor en donde se contienen los fluidos, y una línea de conducción de agua conteniendo micro burbujas.

Siguiendo la anterior línea de análisis la Superintendencia de Industria y Comercio tomó el documento Technical Proposal for Produced Water Treatment Equipment como el documento D1, del 16 de enero de 2012 (Ver páginas 69 a 89 del radicado 13-025761-00003-0000), y la patente WO 2008/147050 como el documento D2 (Ver páginas 90 a 124 del radicado 13-025761-00003-0000), del 4 de diciembre de 2008 e indicó que los documentos presentados en las oposiciones desvirtúan el Nivel Inventivo del objeto de nuestra solicitud; por lo cual entró a considerarlos dentro del Examen de Patentabilidad.

Sobre el particular discrepamos con la Superintendencia de Industria y Comercio sobre la falta de nivel inventivo del objeto de nuestra solicitud por lo siguiente:

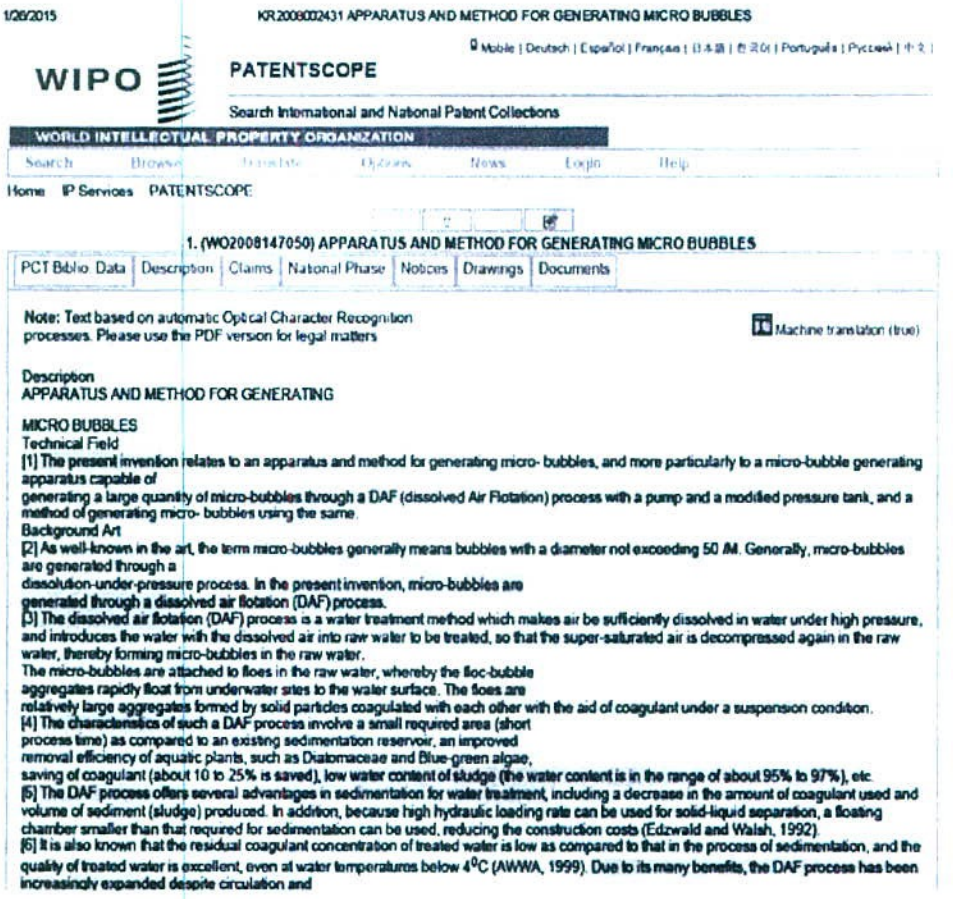
---

[33] Como referencia adicional a los principios físicos que rigen la invención aquí reivindicada consideramos que la Superintendencia de Industria y Comercio puede remitirse a los siguientes documentos que además presentamos como anexos al presente recurso:

- Ho Young Kwak, Ki moon Kang; Gaseous Bubble Nucleation under Shear Flow; International Journal of Heat and Mass Transfer. (2009) sobre nucleación bajo esfuerzos de corte.
- S. Witharana y otros; Bubble nucleation on nano- to micro-size cavities and posts: An experimental validation of classical theory; Journal of Applied Physics. (2012) Sobre la nucleación homogenea mediante superficies con nano poros como alternativa para mayor generación de burbujas en un fluido.

[34] Superintendencia de Industria y Comercio; Resolución 208 del 6 de enero de 2015; Consideración segunda.

2.3.1. Los documentos D1y2, manifiestan de manera recurrente que son procesos DAF, según se puede verificar en los documentos D1y D2, como en este caso se demuestra en la primera página de la patente D2:



1/26/2015 KR20080002431 APPARATUS AND METHOD FOR GENERATING MICRO BUBBLES

WIPO PATENTSCOPE

Search International and National Patent Collections

WORLD INTELLECTUAL PROPERTY ORGANIZATION

Search Browse Translate Options News Login Help

Home IP Services PATENTSCOPE

1. (WO2008147050) APPARATUS AND METHOD FOR GENERATING MICRO BUBBLES

PCT Biblio. Data | Description | Claims | National Phase | Notices | Drawings | Documents

Note: Text based on automatic Optical Character Recognition processes. Please use the PDF version for legal matters

Machine translation (true)

Description
APPARATUS AND METHOD FOR GENERATING

MICRO BUBBLES
Technical Field
[1] The present invention relates to an apparatus and method for generating micro- bubbles, and more particularly to a micro-bubble generating apparatus capable of
generating a large quantity of micro-bubbles through a DAF (dissolved Air Flotation) process with a pump and a modified pressure tank, and a method of generating micro- bubbles using the same.
Background Art
[2] As well-known in the art, the term micro-bubbles generally means bubbles with a diameter not exceeding 50 /M. Generally, micro-bubbles are generated through a
dissolution-under-pressure process. In the present invention, micro-bubbles are
generated through a dissolved air flotation (DAF) process.
[3] The dissolved air flotation (DAF) process is a water treatment method which makes air be sufficiently dissolved in water under high pressure, and introduces the water with the dissolved air into raw water to be treated, so that the super-saturated air is decompressed again in the raw water, thereby forming micro-bubbles in the raw water.
The micro-bubbles are attached to floes in the raw water, whereby the floc-bubble
aggregates rapidly float from underwater sites to the water surface. The floes are
relatively large aggregates formed by solid particles coagulated with each other with the aid of coagulant under a suspension condition.
[4] The characteristics of such a DAF process involve a small required area (short
process time) as compared to an existing sedimentation reservoir, an improved
removal efficiency of aquatic plants, such as Diatomaceae and Blue-green algae,
saving of coagulant (about 10 to 25% is saved), low water content of sludge (the water content is in the range of about 95% to 97%), etc.
[5] The DAF process offers several advantages in sedimentation for water treatment, including a decrease in the amount of coagulant used and volume of sediment (sludge) produced. In addition, because high hydraulic loading rate can be used for solid-liquid separation, a floating chamber smaller than that required for sedimentation can be used, reducing the construction costs (Edzwald and Walsh, 1992).
[6] It is also known that the residual coagulant concentration of treated water is low as compared to that in the process of sedimentation, and the quality of treated water is excellent, even at water temperatures below 4°C (AWWA, 1999). Due to its many benefits, the DAF process has been increasingly expanded despite circulation and

Un proceso DAF (Dissolved Air Flotation por sus siglas en inglés) es "un proceso de tratamiento de agua que clarifica aguas de desecho (u otras aguas) removiendo materia suspendida como aceites o sólidos. Esta remoción es lograda disolviendo aire en el agua o agua de desecho bajo presión y luego liberando el aire a presión atmosférica en un tanque de flotación o recipiente. El aire liberado forma pequeñas burbujas que se adhieren a la materia suspendida causando que la materia suspendida flote a la superficie del agua donde será removida por un dispositivo desnatador."[35] [36]

[35] En ingles original: "Dissolved air flotation (DAF) is a water treatment process that clarifies wastewaters (or other waters) by the removal of suspended matter such as oil or solids. The removal is achieved by dissolving air in the water or wastewater under pressure and then releasing the air at atmospheric pressure in a flotation tank or basin. The released air forms tiny bubbles which adhere to the suspended matter causing the suspended matter to float to the surface of the water where it may then be removed by a skimming device"

[36] Tomado de: http://en.wikipedia.org/wiki/Dissolved_air_flotation

Los procesos DAF operan basicamente por dos fenomenos principales a saber [37]:

a) Saturación de un liquido por un gas a presión superior a la atmosférica.
b) Generación de burbujas al reducir la presión del liquido a presión atmosférica

Debe concluirse entonces que las maquinas que operan mediante procesos DAF como es el caso de las descritas en los documentos D1 y D2 son similares, pero tal no es el caso por lo siguiente[38]:

DAF D1 y D2	Solicitud de patente 13-25761
Las burbujas se generan por cambios de presión del líquido previamente presionado con gas para alcanzar cierto grado de saturación	Las burbujas se generan en un 10-20% por cambios de presión, y el 80-90% por cambios en esfuerzos cortantes, cambios de velocidad y de manera muy especial por acción de puntos de nucleación heterogénea presentes en las palcas de generación
Las burbujas de generan de manera aleatoria tanto en número como en tamaño	Es posible controlar al tamaño y numero de burbujas en función de las propiedades de los puntos activos de las placas, los esfuerzos cortantes y la velocidad de flujo
En este proceso el volumen de las burbujas es generalmente muy bajo (promedio 30%) dado que los cambios de presión no son suficientes para desorber el gas presente en el líquido.	Esta tecnología incrementa ampliamente al volumen de burbujas, debido a que el grado de desorcion de gas formador de burbujas es muy cercano al que está saturando a supersaturando el líquido,
En promedio el volumen de microburbujas es de 30 a 40% del gas presente en el liquido	En promedio el volumen de microburbujas es de 90 a 99% del gas presente en el liquido
El volumen de burbujas dificilmente supera el 1% del volumen de liquido	El volumen de burbujas fácilmente supera el 3-4% del volumen de liquido
los sistemas DAF sin superficies de saturación requieren horas de contacto para alcanzar grados de saturación mayores al 80%	Nuestro proceso presenta un sistema de saturación controlado el cual solo requiere de un par de minutos de contacto para alcanzar grados de saturación mayores al 80%, y fácilmente se logran niveles de supersaturacion con unos minutos más de contacto.

[37] Ver también: http://www.panamenv.com/PDF/DISSOLVED_AIR_FLOTATION_DISCUSSION.pdf https://aaucivil.files.wordpress.com/2010/10/dissolved-air-flotation.pdf http://cpe.njit.edu/dlnotes/che685/cls05-1.pdf

[38] La siguiente tabla puede confrontarse con: Handbook of Environmental Engineering, Volume 12: Flotation Technology Edited by: L. K. Wang et al., DOI: 10.1007/978-1-60327-133-2_1 # Springer Science þ Business Media, LLC 2010

El tiempo de saturación en los sistemas DAF se debe medir en Horas toda vez que la saturación toma más tiempo.	Tiempo de saturación en nuestro sistema se mide en Minutos toda vez que la saturación es más rápida.
No es posible alcanzar supersaturacion	Es posible y simple alcanzar supersaturacion en solo minutos de contacto
Burbujas promedio tamaño 75 µm	Amplio rango controlable de tamaño desde 10 µm a 100um, las cuales son ideales para realizar la flotación.
Numero Burbujas /cm3, 3.6 millones	Mayor a 10 Millones
Generalmente la fase gaseosa se aprovecha en un bajo porcentaje	La fase gaseosa se aprovecha en un bajo porcentaje alto, incluso por encima del punto de saturación o sea la supersaturacion.
Presión de trabajo mayor, es común usar más de 4 atm de presión	Presión de trabajo menor, es común usar menos de 2 atm de presión
Los niveles de saturación Alcanzados son en general están en el rango del 30 o 40%, por tanto mucho menos burbujas	Se logran niveles de supersaturacion, fácilmente logramos 1205 a 150%, en la literatura se reporta incluso mayores a 300%. O sea muchas más burbujas
Se usan sistemas de contacto gas liquido de alto consumo de energía y mediante fenómeno de cavitación, se usa una bomba centrifuga especial de alta velocidad, la cual requiere materiales especiales y alto mantenimiento	El sistema de contacto es termodinámico. De bajo consumo de energía y no hay cavitación, por tanto no hay partes móviles y el mantenimiento es muy bajo
Está compuesto de muchas partes móviles especiales, hay una bomba que opera con líquidos y gas, de muy alto mantenimiento.	No tiene partes móviles , solo una bomba auxiliar estándar y común que opera solamente con líquidos
Costo de bomba Mayor a 30,000 USD, esto es al menos 20 veces mayor a una bomba común.	Costo Bomba menor a 2,000 usd, menor al 10% de la bomba DAF por cavitación

Para resumir, de acuerdo a lo anterior y confrontados los documentos D1y D2 con lo depositado por nosotros en la solicitud de patente 13-025761, se encuentran diferencias fundamentales en los procesos presentados tales como:

- Diferencias en el fenómeno de creación de las microburbujas,
- Diferencias en el diámetro de las burbujas creadas,
- Diferencias en la cantidad de burbujas producidas entre un proceso y otro,
- Diferencias entre el consumo de energía de los sistemas DAF y el sistema por nosotros reivindicado,
- Diferencias entre las condiciones termodinámicas de un proceso y otro,
- Diferencias entre los efectos de la presión entre un proceso y otro,
- Diferencias entre los costos de los productos que operen bajo un sistema u otro,

Los sistemas descritos en D1 y D2 son totalmente diferentes en su esencia de operación al sistema reivindicado por nosotros en la solicitud de patente 13-025761, pese a que tengan un objetivo similar el cual es producir micro burbujas, sobra decir, con las respectivas diferencias de cantidad y tamaño de dichas micro burbujas entre D1 y D2 y nuestro sistema.

2.3.2. Los procesos son en apariencia similares, D1 y D2 son parte del estado de la técnica de lo que pretendemos reivindicar en la solicitud de patente 13-025761 sin embargo el sistema que nosotros pretendemos reivindicar implica un paso adelante en la técnica.

Sobre invenciones que pueden verse como próximas al estado de la técnica la doctrina ha establecido que puede darse este fenómeno toda vez que obedece a un mejoramiento paulatino del estado de la técnica , esto siempre y cuando que la invención no sea obvia y solucione un problema técnico.

Más aun, el Consejo de Estado y el Tribunal de Justicia de la Comunidad Andina han establecido respecto de invenciones con elementos comunes o ya conocidos en el área técnica lo siguiente:

Consejo de Estado:

"En lo atinente al nivel inventivo regulado por el artículo 4 de la Decisión 344, precisa el Tribunal, que la invención además de no ser obvia para una persona versada en la materia, '...debe ser siempre el resultado de una actividad creativa del hombre, lo que no impide que se alcance la regla técnica propuesta utilizando procedimientos o métodos comunes o ya conocidos en el área técnica correspondiente, aunque tampoco debe constituir el resultado de derivaciones evidentes o elementales de lo ya existente para un experto medio en esa materia técnica'"[39] (Subrayas fuera del texto)

Tribunal de Justicia de la Comunidad Andina:

"Tercero: El artículo 4 de la Decisión 344 señala claramente lo que debe considerarse como "nivel inventivo" para una persona del oficio normalmente versada en la materia, en el entendido de que la invención constituye un paso más allá de la técnica existente, con arreglo al principio de la "no obviedad", esto es, que ella no se derive de manera evidente de la técnica en un momento dado."[40]

"Quinto: Dentro del Ordenamiento Jurídico Andino no hay norma especial para resolver sobre el nivel inventivo de mezclas y/o combinaciones de elementos conocidos. Sin embargo, lo anterior no implica que el examen de patentabilidad en los casos de combinación de elementos conocidos para generar uno nuevo, pueda hacerse a la ligera; por el contrario, se debe partir de que sí pueden llegar a constituir una invención patentable las combinaciones si son novedosas, tienen altura inventiva y aplicación industrial.

"No resulta acorde con el espíritu de la normativa sobre patentes, que de un simple análisis consistente en que si el producto se genera de elementos conocidos, se concluya per se que no tiene nivel inventivo."[41] (Subrayas fuera del texto)

---

[39] Consejo De Estado, Sala De Lo Contencioso Administrativo; Sección Primera; Consejera Ponente: María Claudia Rojas Lasso; 22 de enero de 2009; Rad.: 11001-03-24-000-2001-00062-01. Respecto de la Interpretación Prejudicial efectuada por el Tribunal de Justicia de la Comunidad Andina en el caso.

[40] Tribunal de Justicia de la Comunidad Andina; Proceso 172-IP-2012

[41] Tribunal de Justicia de la Comunidad Andina; Proceso 172-IP-2012

En ese orden de ideas, el hecho que un producto se genere de elementos conocidos como es el caso no elimina *per se* su nivel inventivo siempre que el producto reivindicado: 1) resuelva un problema técnico y 2) no sea obvio.

Con respecto del problema técnico a resolver la misma Superintendencia de Industria y Comercio establece que el problema técnico objetivo que pretende resolver esta invención se puede formular así: "¿cómo modificar un equipo de tratamiento de aguas conocido en D1 para obtener una mayor eficiencia en la producción de las micro burbujas?"[42] Así las cosas, existe un problema técnico a resolver.

Con respecto a la no obviedad tenemos los siguientes argumentos para manifestar que la invención reivindicada no es obvia:

Entre los argumentos expuestos en la resolución objeto del presente recurso por la Superintendencia de Industria y Comercio para indicar que nuestra invención adolece de obviedad en la resolución objeto del presente recurso se encuentra la siguiente afirmación:

> *"la persona del oficio normalmente versada en la materia, incluiría un bloque de placas de contacto con puntos de nucleación en línea de D2 en el procedimiento de D1 para llegar así al objeto de la reivindicación 1 de la solicitud..."*

La anterior afirmación no es correcta toda vez que las placas descritas en D2 no tienen similitud alguna, funcional o estructural, con las placas de nucleación que se encuentran en el objeto de nuestra solicitud de patente de invención. Las placas a las que se refiere D2 realmente son tabiques de separación o limitación de flujo, llamadas en el documento original *partitions*, lo cual traduce partición, pared, muro, medianera, valla o tapia. Estas placas tienen como objetivo separar cámaras de condiciones flujo diferente y limitar el flujo por algunas zonas de la cámara de saturación a diferencia del caso de nuestra invención donde las placas descritas tienen un objetivo distinto, producir efectos de nucleación heterogénea, y en consecuencia tienen una estructura física distinta.

En ese orden de ideas toda vez que las placas o tabiques descritos en D2 no tienen relación alguna con las placas que se reivindican en nuestra solicitud de patente de invención ya que las primeras son separaciones sin ninguna utilidad técnica diferente a contener o encausar un fluido y las placas de nucleación reivindicadas tienen un fin completamente distinto la generación de micro burbujas, en grandes cantidades, un menor tamaño y circunstancias controladas no es lógico afirmar que una persona normalmente versada en la materia deducirá de las placas descritas en D2 las placas por nosotros reivindicadas.

Teniendo en cuenta todo lo anterior, puede afirmarse que la invención que buscamos reivindicar mediante la solicitud de patente 13-025761 constituye un salto cualitativo en el estado de la técnica[43], además se deduce del problema técnico que pretende resolver esta invención que ha sido planteado por la Superintendencia de Industria y Comercio de la siguiente manera: "¿cómo modificar un equipo de tratamiento de aguas conocido en D1 para obtener una mayor eficiencia en la producción de las micro burbujas?" así las cosas, existe un problema técnico a resolver y de que, en efecto la solicitud de patente no solo formula el problema sino que además la invención lo soluciona como podemos ver en los

---

[42] Superintendencia de Industria y Comercio, Resolución 208 del 6 de enero de 2015.

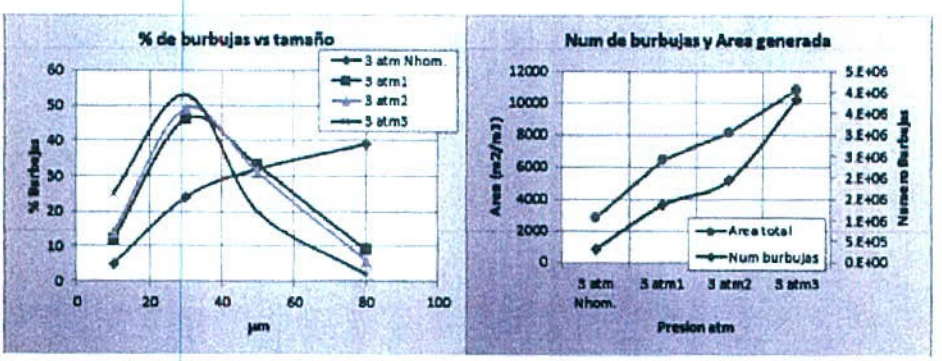
[43] Tribunal de Justicia de la Comunidad Andina; Proceso 172-IP-2012

siguientes resultados obtenidos en las pruebas propias que hemos realizado en el desarrollo del invento objeto de la solicitud de patente 13-025761[44], resultados detallados los cuales anexo al presente recurso:

La prueba fue efectuada creando micro burbujas mediante Nucleación Homogénea y mediante tres materiales que causan el fenómeno de nucleación Heterogénea (m1, m2, m3) en mayor o menor grado.

En la primera grafica se observa cómo cambia el tamaño de las burbujas en función de la presión de operación (3 atm), para la un sistema de generación de burbujas por Nucleación Homogénea y para Nucleación Heterogénea para los materiales m1, m2, m3

En la segunda grafica se aprecia el área generada por estas burbujas (m^2/m^3) y el número de estas burbujas ($Núm/cm^3$).



Es posible concluir que a 3 atm el diámetro promedio de las burbujas es 55 µm, si las burbujas se generan sin nucleación heterogénea, o sea sin placas de nucleación. Adicionalmente al área es de 3000 m^2/m^3.

Sin embargo cuando se usa el generado con generador primario y secundario (placas de saturación y las placas de nucleación) el diámetro de las burbujas se reduce significativamente a tamaños promedios de 39,36 y 30 µm respectivamente para los materiales m1, m2 y m3, esto significa que la reducción de tamaño que hemos logrado es alto y está en el rango de 25 a 46%, lo que es muy favorable para un generador de micro burbujas.

Adicionalmente el área con nucleación heterogénea se incrementa apreciablemente en rangos de 100 a más de 350%, esto es que esta área cambia de 3000 m2/m3 a valores de 7000, 8000 y 11000 m2/m3.

De la misma manera el número de burbujas también se incrementa en rangos de 450 a 1300%, esto es que este valor pasa de 300.000 burbujas/cm^3 sin nucleación heterogénea a 1.400.000, 1.900.000 y 3.800.000 burbujas /cm^3 para cada uno de los materiales evaluados.

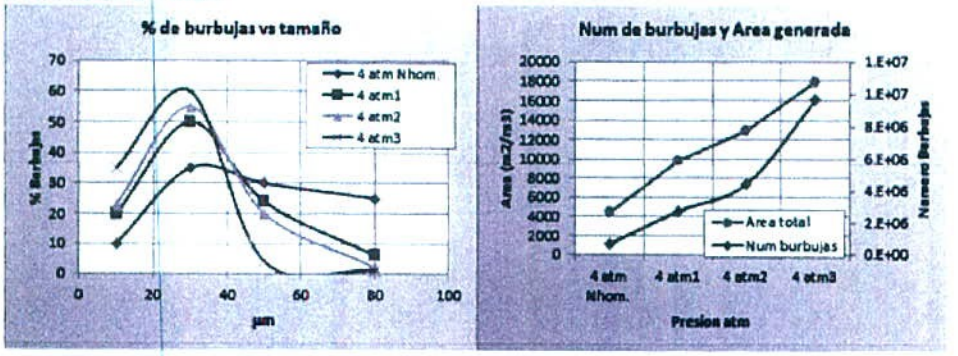
---

[44] Las pruebas fueron realizadas a los siguientes parámetros:

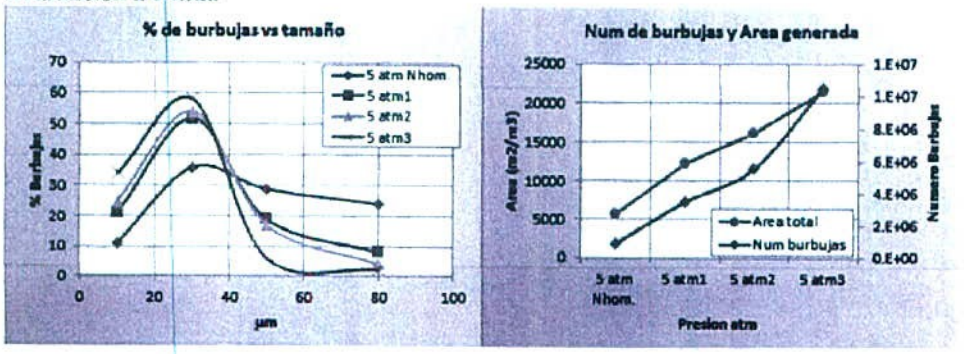
- Temperatura: 30ºC
- Liquido de prueba: agua potable desaireada
- Gas de prueba: aire seco
- Presión: de 3 a 6 atm
- Tiempos de contacto: 5 a 120 min

Las gráficas mostradas a continuación son evaluaciones a otras condiciones de operación, en donde se puede observar que las conclusiones anteriores se mantienen, solo cambian los valores de las relaciones de mejora en cuanto a producción de burbujas, tener menor tamaño de burbuja, mayor número de burbujas y mayor área de estas.

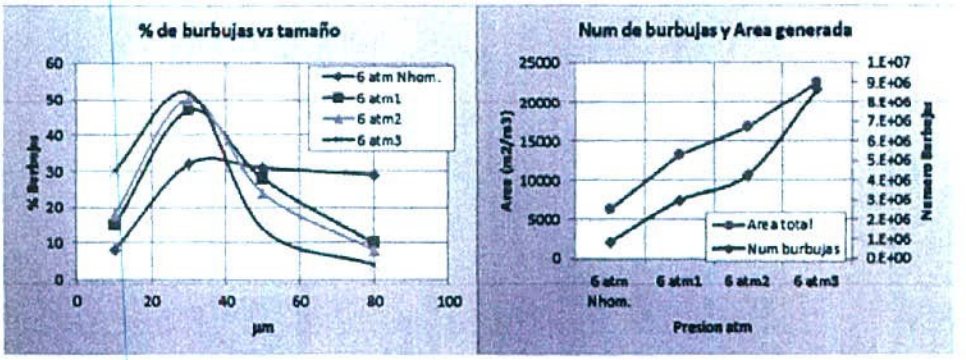
Evaluación a 4 atm.



Evaluación a 5 atm.



Evaluación a 6 atm.



Los gráficos anteriores, que corresponden a pruebas realizadas con nucleación homogénea y heterogénea no solo muestran nuevamente que la nucleación heterogénea es totalmente diferente a la nucleación homogénea, sino además demuestran un claro salto cualitativo entre utilizar placas de nucleación heterogénea y no hacerlo.

En ese sentido nuestra invención fue desarrollada con elementos que se encontraban en el estado de la técnica y que fueron combinados en una nueva invención, hemos visto que nuestro sistema se diferencia de los sistemas DAF tales como D1 y D2, que da un salto técnico que lleva a mejor eficiencia y rendimiento al incluirse placas de nucleación.

En ese sentido la solicitud de patente de invención 13-025761 posee nivel inventivo toda vez que no solo resuelve un problema técnico (que no resuelven D1 y D2 de una manera eficiente), sino que lo hace a través de medios no evidentes (D1 y D2 utilizan sistemas DAF y no utilizan placas de nucleación homogénea)[45].

3. SOLICITUD

3.1. Que se revoque la Resolución número 208 "Por la cual se deniega una patente de invención" del 6 de enero de 2015 notificada el 13 de enero de 2015;

3.2. Que se conceda patente de invención por la reivindicación 1 presentada mediante el escrito radicado bajo el N° 13-025761-00006-0000 del 07 de julio de 2014;

3.3. Que en defecto de la solicitud anterior se conceda patente de invención por la reivindicación 1 presentada mediante el escrito radicado en la Superintendencia de Industria y Comercio el día 8 de febrero de 2013 bajo el número 13-025761-00000-0000;

3.4. Que se conceda patente de invención por la reivindicación 2 presentada mediante el escrito radicado bajo el N° 13-025761-00006-0000 del 07 de julio de 2014;

3.5. Que en defecto de la solicitud anterior se conceda patente de invención por la reivindicación 2 presentada mediante el escrito radicado en la Superintendencia de Industria y Comercio el día 8 de febrero de 2013 bajo el número 13-025761-00000-0000;

---

[45] "La invención debe ser el resultado de una actividad creativa del hombre que constituya un avance tecnológico, pudiéndose alcanzar la regla técnica propuesta a través de procedimientos o métodos comunes ya conocidos en el área técnica correspondiente." Tribunal de Justicia de la Comunidad Andina, Proceso 020-IP-2012

3.6. Que se conceda patente de invención por la reivindicación 3 presentada mediante el escrito radicado bajo el N° 13-025761-00006-0000 del 07 de julio de 2014;

3.7. Que en defecto de la solicitud anterior se conceda patente de invención por la reivindicación 3 presentada mediante el escrito radicado en la Superintendencia de Industria y Comercio el día 8 de febrero de 2013 bajo el número 13-025761-00000-0000;

3.8. Que se conceda patente de invención por la reivindicación 4 presentada mediante el escrito radicado bajo el N° 13-025761-00006-0000 del 07 de julio de 2014;

3.9. Que en defecto de la solicitud anterior se conceda patente de invención por la reivindicación 4 presentada mediante el escrito radicado en la Superintendencia de Industria y Comercio el día 8 de febrero de 2013 bajo el número 13-025761-00000-0000;

3.10. Que se conceda patente de invención por la reivindicación 5 presentada mediante el escrito radicado bajo el N° 13-025761-00006-0000 del 07 de julio de 2014

3.11. Que en defecto de la solicitud anterior se conceda patente de invención por la reivindicación 5 presentada mediante el escrito radicado en la Superintendencia de Industria y Comercio el día 8 de febrero de 2013 bajo el número 13-025761-00000-0000;

3.12. Que se conceda patente de invención por la reivindicación 6 presentada mediante el escrito radicado bajo el N° 13-025761-00006-0000 del 07 de julio de 2014;

4. ANEXOS

4.1. Poder conferido por el señor Jorge Enrique Forero Sanabria a Juan Sebastian Rengifo Rubio.

4.2. Ho Young Kwak, Ki moon Kang; Gaseous Bubble Nucleation under Shear Flow; International Journal of Heat and Mass Transfer. (2009) sobre nucleación bajo esfuerzos de corte.

4.3. S. Witharana y otros; Bubble nucleation on nano- to micro-size cavities and posts: An experimental validation of classical theory; Journal of Applied Physics. (2012) Sobre la nucleación homogenea mediante superficies con nano poros como alternativa para mayor generación de burbujas en un fluido.

4.4. Documento Análisis de Variables de las Burbujas producidas usando Nucleación Homogénea y Nucleación Heterogénea producido por Allianza SAS empresa de la cual forma parte el solicitante con relación a la invención objeto de la solicitud de patente de invención 13-025761

Del señor Superintendente

JUAN SEBASTIAN RENGIFO RUBIO
C.C. 93.239.691 de Ibagué
T.P. 192.581 del C.S. de la J.

№ 0 4 6

Bogotá D.C.

Señores
Superintendencia de Industria y Comercio
E. S. D.

Referencia: Poder especial

Radicación: 2013-25761

Respetados Señores,

JORGE ENRIQUE FORERO SANABRIA, mayor de edad, con domicilio en la ciudad de Bucaramanga, identificado con C.C. 91.227.105 de Bucaramanga por medio del presente documento manifiesto que **otorgo poder especial, amplio y suficiente** a **JUAN SEBASTIAN RENGIFO RUBIO**, mayor de edad, domiciliado en Bogotá D.C., identificado con Cédula de Ciudadanía No.93.239.691 de Ibagué, titular de la Tarjeta Profesional de Abogado No. 192.581 del Consejo Superior de la Judicatura, para que actúe en mi nombre y representación ante la Superintendencia de Industria y Comercio en lo referente a la solicitud de patente de invención con número de radicado 2013-25761 en las actuaciones a las que haya lugar de acuerdo con lo dispuesto en la Decisión 486 de 2000 y las normas que la complementen o modifiquen.

En general y con el fin de llevar a cabo la gestión encomendada mediante el presente Poder, el apoderado queda facultado para hacer uso de todos los derechos, recursos y procedimientos contemplados en la ley. Asi mismo, el apoderado se encuentra facultado para revisar el expediente, solicitar copias, nombrar dependientes, sustituir el poder y reasumirlo, transigir y desistir en las acciones que deba iniciar o se inicien en contra de los intereses que me asisten.

Atentamente,

JORGE ENRIQUE FORERO SANABRIA
C.C. 91.227.105 de Bucaramanga

PRESENTACIÓN PERSONAL 127763
Presentado personalmente ante el suscrito(a) NOTARIA ONCE DEL CIRCULO DE BUCARAMANGA por:
JORGE ENRIQUE FORERO SANABRIA
Identificado(a) con CC 91227105, de BUCARAMANGA.
quien reconoció como suya la firma y huella puestas en este documento y aceptó que el contenido del mismo es cierto. Bucaramanga, 26-enero-2015

Acepto,

JUAN SEBASTIAN RENGIFO RUBIO
C.C. No. 93.239.691 de Ibagué
T.P. No. 192.581 C. S. de la J.

Luz Yaneth Rojas Portilla
Notaria Once del Circulo de
Bucaramanga Santander

№ 0 47

International Journal of Heat and Mass Transfer 52 (2009) 4929–4937

Contents lists available at ScienceDirect

International Journal of Heat and Mass Transfer

journal homepage: www.elsevier.com/locate/ijhmt

Gaseous bubble nucleation under shear flow

Ho-Young Kwak *, Ki-Moon Kang

Mechanical Engineering Department, Chung-Ang University, Seoul 156-756, Republic of Korea

ARTICLE INFO

Article history:
Received 24 December 2008
Received in revised form 28 April 2009
Available online 4 July 2009

Keywords:
Decompression experiment
Degassing
Gaseous bubble nucleation
Shear flow
Surfactant
Supersaturated solution

ABSTRACT

A decompression experiment of a water solution, saturated with methane gas at about 68 atm at room temperature, was done to investigate gas bubble nucleation under shear flow. A pressure reduction from 68 atm to atmospheric pressure is well below the decompression pressure required for spontaneous bubble nucleation of the methane gas, about 120 atm. The application of a shear flow from 5 min before to 1 min after the decompression induced active bubble formation and the final gas content in the solution was reduced substantially, even with the application of low shear rate of 25/s. However, the addition of the surfactant to the solution, which reduces interfacial tension considerably, hindered the bubble nucleation process.

© 2009 Elsevier Ltd. All rights reserved.

1. Introduction

Understanding the degassing process from supersaturated liquid–gas solution is very important in many engineering applications. For example, industrial applications include degassing from molten metals [1] and the manufacture of foamed materials [2,3]. In the field of physiology, nitrogen bubble formation in blood vessels and tissue, as a result of an excessive rate of decompression, causes caisson disease [4]. Degassing from a supersaturated solution, the gaseous bubble is formed by an aggregation process involving the dissolved gas molecules, and is quite different from boiling or cavitation phenomena, a typical phase change process [5].

Systematic experiments on gas bubble formation from a highly supersaturated liquid–gas solution have been done by Hemmingsen [6,7]. He investigated bubble formation in a capillary tube (diameter of 0.15–2.5 mm) from a water–gas solution which was decompressed to atmospheric pressure from an initial saturated state at high pressure. After a series of such decompression experiments with different values for the initial saturation pressure, quite different threshold pressures for bubble nucleation were obtained for different dissolved gas species. These findings are quite contradictory to the predicted values from the classical nucleation theory. A condition of "massive bubble formation" was obtained when the initial saturation pressure was 20–30 atm higher than the threshold value. Also, it was observed that the capillary diameter affected the threshold value for bubble nucleation. For nitrogen, the threshold pressure dropped to 100 atm using a 2.5-mm diameter capillary tube, while the threshold value obtained was 170 atm for a 1.1-mm capillary. In these experiments, the pressure reduction time was reported as 2–3 s; however, the bubble formation time was not given.

Kaddah and Robertson [8] studied gas bubble nucleation in molten iron. In their experiment, a levitated molten iron drop was in equilibrium with dissolved gas at high pressure. By a sudden decrease in the pressure, the droplet becomes supersaturated. Nitrogen bubble nucleation in molten iron having an enormous high surface tension value was observed when the initial saturation pressure was about 53 atm, even though this result was not repeatable. On the other hand CO gas bubble nucleation in Fe–C–O melts was observed at an initial gas pressure as low as 10 atm, which cannot be explained by the classical theory of bubble nucleation with a macroscopic surface tension value [9].

The effect of shear on nucleation of bubbles, droplets, and of crystals has drawn some attention recently and is still a debated subject [10]. A theoretical study by Reguera and Rubi [11] revealed that shear flow may enhance the diffusivity of molecules and, correspondingly, the nucleation rate. Particularly, the shear promotes a drastic change in the crystallization process of polymers having high viscosity. However, the effect is expected to be unimportant in condensation. Indeed, a factor of 10 in nucleation of isoactic polypropylene was observed at a rate of shear 14/s compared with the stationary case [12]. Another computational study for a van der Waals fluid has revealed that shear affects the bubble growth rate due to enhanced molecular transport, but has little effect on the bubble nucleation process [13]. The nucleation and growth of a bubble in a Newtonian liquid having very high viscosity were

* Corresponding author. Fax: +82 2 826 7464.
E-mail address: kwakhy@cau.ac.kr (H.-Y. Kwak).

0017-9310/$ - see front matter © 2009 Elsevier Ltd. All rights reserved.
doi:10.1016/j.ijheatmasstransfer.2009.06.002

№ 048

Nomenclature

A_n	surface area of n-mer cluster
F_n	free energy needed to form n-mer cluster
f_L	lost degree-of-freedom of a dissolved gas molecule in solution
H	Henry's constant
J_n	nucleation rate of n-mer cluster
k_B	Boltzmann constant
n	number of molecules in a n-mer cluster
n_b	number of molecules inside a bubble
n_c	number of molecules in a critical cluster
N_g	number density of dissolved molecules in solution
N_w	number density of water molecules in solution
P_i	initial saturation pressure
P_f	final saturation pressure
R_1	radius of aluminum rod
R_2	radius of test tube
r_g	radius of dissolved molecule
T	solution temperature
T_a	Taylor number
T_c	critical temperature of solution
t_{nu}	duration of nucleation process
V_g	molecular volume of a dissolved molecule
x_f	mole fraction of methane gas in water solution after nucleation process
x_i	mole fraction of methane gas saturated at 68 atm
x_o	mole fraction of methane gas in water solution saturated at atmospheric pressure
Greek letters β_g	accommodation coefficient
σ_g	surface tension of solution
σ_{LJ}	Lennard–Jones hard sphere diameter
ν	dynamic viscosity of liquid
Ω_1	rotation speed of the aluminum rod

studied under simple shear and creeping flow using a Couette apparatus by Favelukis et al. [14]. They found that the growth rate of a slender bubble increases as the shear rate increases in the shear rate ranges between 2.0/s and 14.0/s.

In this study, decompression of a water solution saturated with methane gas at about 68 atm (1000 psi) at room temperature was done under shear flow. A shear stress by a Couette flow apparatus was imposed to investigate the shear effect on the bubble nucleation. This pressure reduction from 68 atm to atmospheric pressure is far below that required for spontaneous bubble formation for the methane gas, about 120 atm [5,15]. A shear flow was applied 5 min before to 1 min after the decompression and the final gas content in the solution was measured and it was found to be reduced substantially, even with application of a low shear rate of 25/s. For complete degassing, which is very hard usually, the decompression experiment at elevated temperature and accompanying with ultrasound irradiation was also performed.

2. Bubble nucleation theory

Classical nucleation theory was modified to produce a gaseous bubble formation model [5] and a vapor bubble formation model [15]. The essential element of these models is that the surface energy for formation of the critical cluster in the metastable state is formulated by molecular concepts, while the kinetic formalism of the classical theory is retained. However, a completely different physical mechanism is postulated for gas bubble formation in the gas–liquid solution and for vapor bubble formation in liquid [15]. For gas bubble formation in the supersaturated liquid–gas solution, the aggregation process of the dissolved gas molecules is the very first process for bubble formation.

Consider a liquid–gas solution saturated with gas at pressure P_i at temperature T. As a result of pressure reduction to P_f, the dissolved gases become supersaturated. In this metastable state, the dissolved gases aggregate into clusters. The driving force for this clustering process is just the chemical potential difference between the metastable state and the initial saturated state, which is given explicitly by

$$\mu_m - \mu_s = V_g(P_f - P_i) \tag{1}$$

Assuming that the chemical potential of the molecules in the clusters is the same as the chemical potential of the dissolved gas molecules in the metastable state, the free energy involved in the clustering process at the supersaturated condition due to the decompression process is given by [5]

$$F_n = -(P_i - P_f)nV_g + \frac{f_L}{2}k_BTn^{2/3} \tag{2}$$

The second term in the RHS of Eq. (2) represents the energy needed for the separation of the cluster from the solvent molecules. This energy is the part of translational motion energy constrained during the dissolution process [16]. A fact that the translational motion energy is the surface energy needed for one molecule cluster to overcome for bubble formation was shown by a heuristic approach [5]. Comparing the above equation to the capillary approximation, the molecular surface tension related to bubble nucleation of the dissolved molecules may be given as follows [17].

$$\sigma_g = \frac{r_g}{2}\left(\frac{f_L}{3}\frac{k_BT}{V_g}\right) \tag{3}$$

The "lost degree-of-freedom" f_L in Eq. (2) represents the degree of translational motion restrained in solution, given by [5,17]

$$\frac{f_L}{3} = \frac{\dot{V}_g}{V_g} \tag{4}$$

If a dissolved gas molecule occupies the equilibrium volume, $\dot{V}_g$ which is equal to $\pi(2^{1/6}\sigma_{LJ})^3/6$, all the three degree-of-freedom of translational motion is restrained. Somehow the molecule occupies more volume than the equilibrium volume, a part of the degree of translational motion will be restrained. The hard sphere diameter $(2^{1/6}\sigma_{LJ})$ for the volume that a single molecule occupies in solution is well defined quantity [18]. The condition for a maximum with respect to n in the free energy is found from Eq. (2) to be

$$(P_i - P_f)n_c^{1/3} = \frac{f_L}{3}\frac{k_BT}{V_g} \tag{5}$$

By substituting Eq. (5), the stability condition of the cluster, into Eq. (2), one may obtain the free energy needed to form the critical cluster such as

$$\frac{F_{n_c}}{k_BT} = \frac{f_L}{6}n_c^{2/3} \tag{6}$$

The growth of a cluster in the supersaturated solution depends on kinetic events within the liquid. Assuming that the mean velocity of the dissolved gas molecules and the number of activated gas

№ 0 4 9

molecules per unit volume in solution depend on solution properties, one may get the steady state nucleation rate of the n_c-mer cluster by dissolved gases [19] with our surface energy as

$$J_{n_c} = Z_{fg} D_{fg} N_g \exp\left(-\frac{f_i}{6}n_c^{2/3}\right) \tag{7}$$

Here D_{fg} is rate that molecules strike the surface area of the cluster and Z_{fg} is the Zeldovich nonequilibrium factor [20]. D_{fg} in Eq. (7) is the rate molecules strike the surface area of the cluster, given by

$$D_{fg} = \frac{\beta_g}{4}\overline{V}\overline{N}_g A_n \tag{8}$$

In Eq. (8), $\overline{V}$ is the average speed of gas molecules within the solution, $\overline{N}_g$ is the number of activated gas molecules per unit volume and A_n is the n-mer cluster surface area given as $A_n = 4\pi r_n^2 = 4\pi r_g^2 n^{2/3}$. The accommodation coefficient β_g was taken to be unity. In fact, the pre-exponential factor in Eq. (7) is insensitive in determining the decompression amount for gaseous bubble formation.

The classical nucleation theory with macroscopic surface tension and the kinetic process by capturing or losing a molecule at the interface provides the following nucleation rate for the critical size bubble [9].

$$J_{r_c} = N_g\sqrt{\frac{\sigma}{2m_g B}}\exp\left[-\frac{4\pi r_c^2\sigma}{3k_B T}\right] \tag{9}$$

where $B = 2/3$ and r_c in Eq. (9) is the radius of the critical size bubble, which is given by

$$r_c = \frac{2\sigma}{P_g - P_f} \tag{10}$$

The gas pressure inside the critical bubble may be obtained from the Kelvin equation such as [5,17]

$$P_g = P_l \exp\left[-\frac{V_g(P_l - P_f)}{k_B T}\right] \tag{11}$$

It should be noted that the decompression amount for the gaseous bubble formation with the classical nucleation theory given from Eqs. (9) and (10) by replacing P_g as P_l is about 1600 atm for any gas species dissolved in water having surface tension value of 0.072 N/m at room temperature.

A procedure to obtain the bubble nucleation rate from the molecular cluster model [5] is as follows. With an assumed value of the nucleation rate, J_{n_c}, one can calculate the number of molecules constituting the critical cluster, n_c from Eq. (7) and thereafter decompression amount, $P_l - P_f$, for bubble nucleation from Eq. (5) if the values of $\hat{V}_g$ and $V_g(T)$ are provided. The molecular volume $\hat{V}_g$ which restrains all the translational motion of a gas molecule in solution may be obtained from the hard sphere diameter of a molecule [5,17]. This molecular cluster model predicts pressure reduction required for bubble formation in various gas–water solutions, and that depends crucially on the occupied volume of the solute species in solution [6,7]. For example, a decompression amount of 360 atm is required for massive bubble formation in water for helium gas. On the other hand, it needs only 120 atm for methane gas. Furthermore, this model predicts the CO gas bubble formation in Fe–C–O melts [21] and bubble nucleation and subsequent formation of microcellular foam in polymer solutions [22]. More importantly, this model bridges the gap between the bubble embryo (a critical cluster) and the critical bubble [22,23], which was proposed in the classical theory. Once the transition from a cluster to a critical bubble takes place, subsequent growth to macroscopic size bubble can be done by diffusion process through the concentration defect at the bubble wall. A detailed exposition on the molecular cluster model can be found in Kwak [24].

3. Experimental apparatus and procedures

A schematic diagram of the test equipment for the decompression experiment is shown in Fig. 1. The test chamber is made of carbon steel. Two flat glass window 17.7 mm thick allow viewing of the sample during the decompression experiment. To receive the sample solution, a test tube was inserted into the test chamber from the bottom.

The saturated water–gas solution was prepared in a separate mixing cylinder (500 cc), made of stainless steel. The cylinder was filled with deionized water. A magnetic stirrer was used to mix the water and methane gas. Mixing was started by opening valve (5) slowly. The typical mixing time was 6 h. Next, the test chamber was purged and pressurized with methane gas by opening valve (2). After mixing was accomplished, the valve (2) is closed and the test section pressure was decreased slightly by

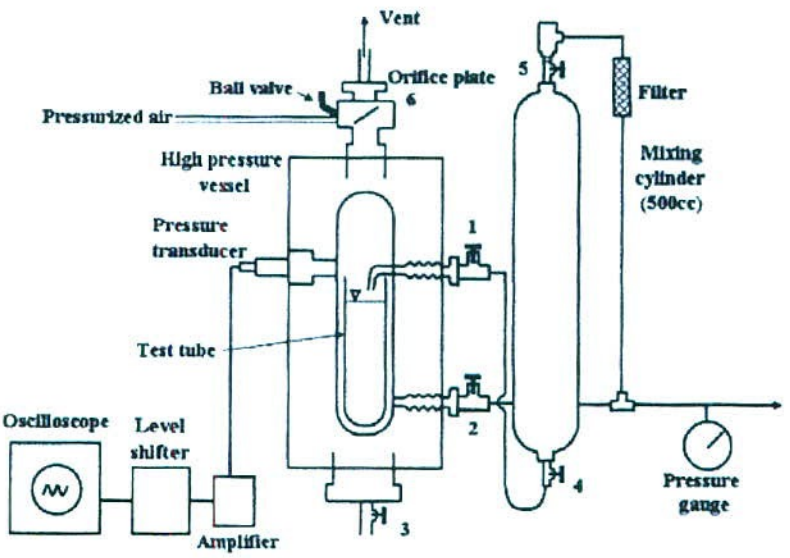


Fig. 1. Schematic diagram of decompression experiment.

№ 0 5 0

opening valve (3). Then the mixture flows into the test tube by opening valve (1) and (4). About 6 cc of the water–methane gas solution was used in each experiment. After filling the test tube with the solution, valve (1) and (2) were closed to isolate the test chamber.

A Couette flow apparatus imposes a shear stress in a fluid without changing the pressure in the fluid, as shown in Fig. 2. The apparatus consists of an annulus formed by inserting a mirror finished aluminum rod with diameter of 7.94 mm into the center of the test tube. The shear flow is set up by rotating the rod by a small electric motor. The motor located at the top of the test chamber was attached to a gear box, and the speed was controlled by a variable DC voltage. The rotating rod was connected to a gear box with a 22:1 gear ratio. To eliminate the friction of the rotating rod, the end of the test tube was made of aluminum and fitted with a bearing.

The speed of the rotating rod was measured with a digital strobe, and found to be 240–1200 rpm. Speed below 240 rpm could not be operated. The corresponding shear rates are 20–100/s and Taylor numbers are 37,120–928,000. The rotating speed of the rod was found to be linearly dependent on the input voltage to the motor. It is known that a secondary flow called a Taylor vortex occurs if the rotation speed is above a critical value of the Taylor number, 33,000 in this case. The Taylor number for this particular case of rotating of inner cylinder only is defined as

$$T_a = \frac{4\Omega_1^2 R_1^4}{\nu^2(1-\eta^2)^2} \tag{12}$$

where $\eta = R_1/R_2$ and the radius of aluminum rod, R_1 is 3.97 mm and the radius of the test tube, R_2 is 6.75 mm. The Taylor vortices were observed at all rotation speeds tested and at a speed of 600 rpm, the wiggly pattern of the Taylor vortex was seen in an another test visualizing the flow pattern by using aluminum powder. This secondary flow is superimposed upon the main shear flow but is very weak in most instances. The time we imposed the shear flow field was 5 min before to 1 min after the decompression.

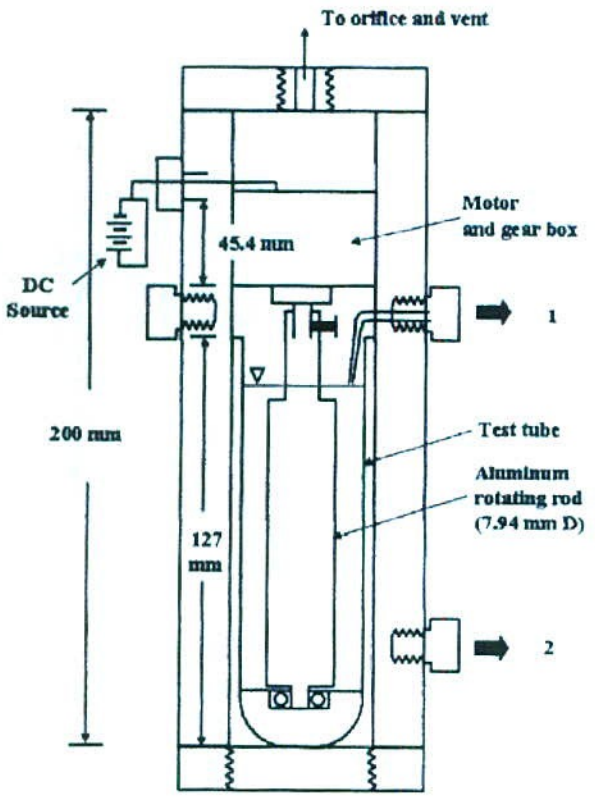


Fig. 2. Arrangement for shear flow experiments.

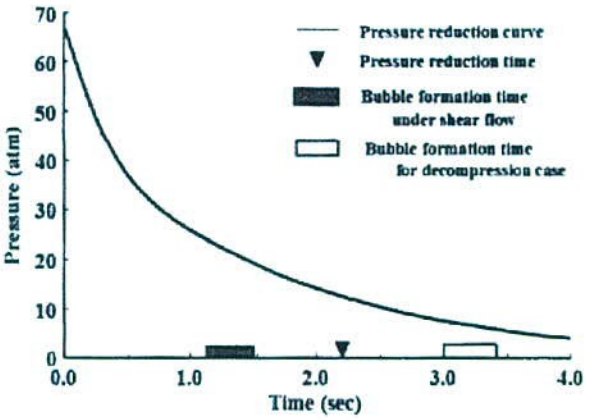


Fig. 3. Time dependent gas pressure inside the test chamber with an orifice diameter of 0.81-mm.

The decompression process was started by opening a ball valve (6) equipped with a fast-action, automatic, compressed air operator, located above the top of the test chamber. A high speed camera (Fairchild, Model HS 401) was started just before the decompression process. The film speed employed was about 200–400 frames/s. A timing light with 100 cycles per second was used to indicate the time at the edge of the film. The rate at which the pressure in the test section dropped was controlled by the size of the orifice on the outlet side of the ball valve. In this experiment an 0.81-mm diameter orifice was used. A piezoelectric pressure transducer installed at the wall of the test chamber measured the pressure reduction rate in the test section. A typical decompression rate in the test section is shown in Fig. 3.

After the decompression experiment finished, an attempt was made to measure the final concentration of the dissolved gas using gas chromatography (Beckman) with some external modifications. This modification consisted of some equipment to separate the water from the gas before it entered the diffusion column in the gas chromatography setup. Reliable results were usually achieved if the concentration was less than about 10 times the saturated concentration equilibrated at atmospheric pressure. The mole fraction of methane gas in water solution was estimated by Henry's law, $P = Hx$, where P is equilibrium pressure in atm unit. The value of Henry's constant for water–methane solution at 25 °C is about 4.13×10^4 atm [25].

4. Experimental results and discussion

4.1. Decompression experiment

As shown in Fig. 2, the pressure–time decay curve in the test chamber was of an exponential type from which an exponential time constant (t_e) can be obtained. The pressure reduction time (t_p) is defined as twice as the exponential time, or $t_p = 2t_e$. A bubble formation time (t_b) is defined as the time required to detecting a group of bubble in the solution after initiation of the decompression. Bubble nucleation in the supersaturated solution developed from the solution with the equilibrium pressure of 68 atm scarcely occurred by decompression only so that the final concentration of the dissolved gas was hardly measured. In this case the bubble formation time is about 2.97 s. As shown in Fig. 4a, a countable num-

№ 0 5 1

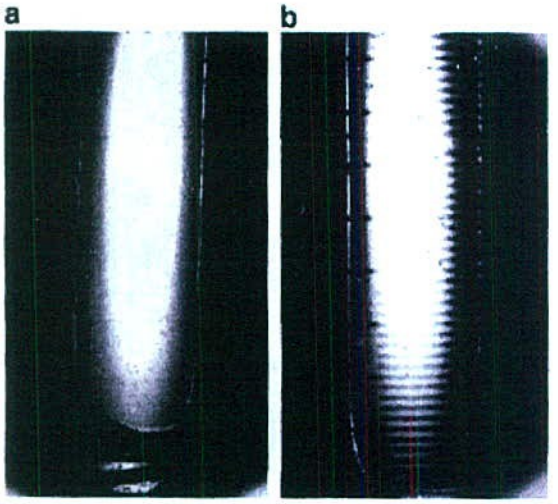


Fig. 4. Initial bubble formation stage for pure water at $t = 2.40$ s after decompression and for water mixed with a surfactant at $t = 3.60$ s after decompression. The bubble formation time in this case is $t_b = 1.83$ s.

Table 1
Shear flow experiments; initial saturation gas pressure is 68 atm where mole fraction of methane gas saturated with atmospheric pressure in water solution at 25 °C, x_o is 2.42×10^{-5}.

Test description	Rotation speed (RPM)	Bubble formation time, t_b (s)	$x_f \times 10^5$ final mole fraction	Level of concentration $\delta = x/x_o$	Remarks
Shear flow $t_p = 2.64$ s pure water	No rotation	2.97	50.4	20.8	Bubbles form on metal rotor surface only. One can hardly measure the residual concentration in this case
	300	1.46	12.8	5.21	Homogeneous bubble formation; bubbles can be seen inside tube
	600	1.30	7.8	3.22	
	900	1.19	7.2	2.98	
	1200	1.13	5.2	2.15	

ber of bubbles might be formed from the cavities on the surface of the test tube heterogeneously [26]. As is well known, gas cavities on the surface provide sites for bubble nucleation with lower energy barrier than that for homogeneous nucleation. In all these decompression tests, heterogeneous bubble formation occurred only a short period of time and the solution remained highly supersaturated.

4.2. Surfactant effect on gaseous bubble nucleation

In another series of tests, a surfactant (sodium-dodecyl-benzene-sulfonate) was added to the water–methane solution. For a very dilute surfactant concentration (1.5×10^{-4} g mol/l) a number of bubbles formed on the test tube surface as can be seen in Fig. 4b and the bubble growing process was inhibited. A further increase in the surfactant concentration hindered the nucleation process of the bubbles, and only 2–3 bubbles formed on the glass surface. With a surfactant concentration of 1.1×10^{-3} g mol/l which reduces the interfacial tension of water as much as 28 dyne/cm, no bubble formed even on the glass surface. This might be due to the fact that a surface active agent plays a role stabilizing the bubble nucleus [27]. The surfactant molecules surround the bubble nuclei to form a micelle and block the diffusion of the dissolved gas molecules to the bubble nuclei by which the nuclei grow. Similar result was observed for the CO bubble formation in iron melts: no bubble formation occurs provided that the surface of embryo is fully covered by surface active atoms [21]. This observed results indicate that aggregation of the dissolved gas molecules in the solution is the very first process for bubble formation [5,17]. This finding suggests that the classical theory with the macroscopic surface tension value [28] cannot explain the gaseous bubble nucleation events in solution. In fact, Briggs [29] observed that the tensile strength of water reduced very much near melting point where the surface tension becomes large.

4.3. Gaseous bubble nucleation under shear flow

The shear flow effect on bubble formation was found to be very effective. Bubble formation under the shear flow occurred earlier

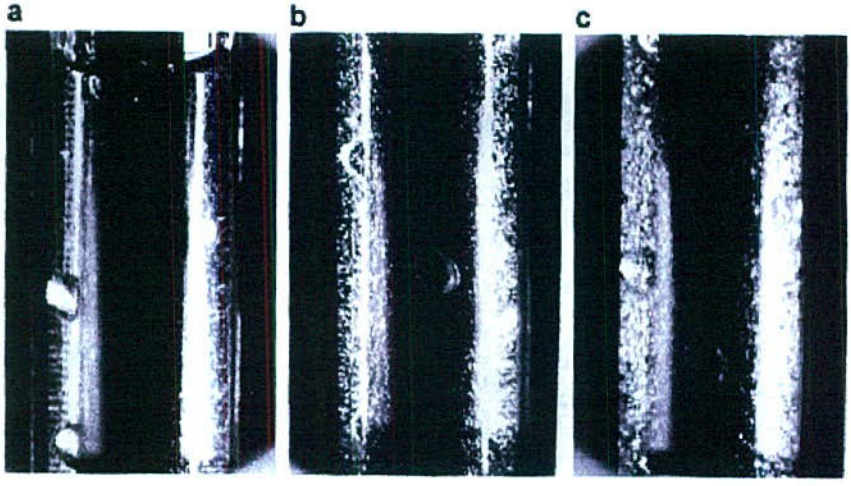


Fig. 5. Bubble nucleation and growing stage under shear flow at time (a) 2.16 s, (b) 3.16 s and (c) 4.66 s after decompression. In this case, the bubble formation time is $t_b = 1.46$ s.

№ 0 5 2

than the decompression time, as shown in Fig. 3. Also the bubble formation time decreased as the rotation speed was increased as noted in Table 1. Active bubble formation always occurred and the final gas concentration in the solution reduced substantially even at the lowest speed of 300 rpm. A picture of the bubble formation at this speed is shown in Fig. 5. Many tiny bubbles move around the tube. A couple of large bubbles due to coalescence are also seen. The final supersaturation values decrease as the rotation speed increases from 300 to 1200 rpm, as confirmed in Table 1. The test results for the bubble formation in a shear flow field accompanying the decompression process are summarized in Table 1. The local heating due to the shearing action is certainly negligible for the speed ranges tested.

The decompression amount for massive bubble formation from a water–methane gas solution at 25 °C, calculated from Eqs. (4)–(6) with $J_{n_c} = 10^6/cm^3$, is about 120 atm [5]. This value is the exactly same as the observed value by Gerth and Hemmingsen [30]. The number of molecules inside a critical cluster is about 560 in this case. A molecular dynamics study yielded that the shearing action changed the liquid structure to stratify along the line of shear [31] so that the molecules are reordered to be staggered in the normal to the velocity gradient, as shown in Fig. 6. Such a structure rearrangement enhances the self-diffusion coefficient of the dissolved molecules and increases the dissolved gas volume occupied in the solution so that the decompression amount for bubble formation reduces correspondingly.

With a 20% increase in the effective diameter of the dissolved molecules, the decompression amount for massive bubble formation in the water–methane gas solution reduces to 70 atm from 120 atm, as verified in this experiment. In Table 2, given amount of decompression of 67 atm, the number of molecules constituting the critical cluster and the corresponding nucleation rate dependent on the applied shear rate are listed. A proper nucleation rate

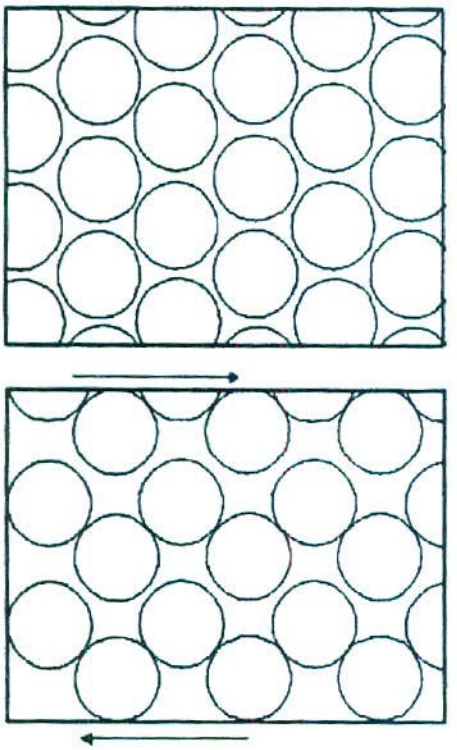


Fig. 6. A pictorial representation of the structural change of liquid molecules under shear flow by Heyes et al. (Ref. [31]).

Table 2
Possible fractions of volume changes and the corresponding number of molecules inside the critical clusters and their nucleation rates which are matched to the measured number of degassed methane molecules dependent on shear rates.

Shear rate (/s)	Fraction of volume change of dissolved molecule	Number of molecules inside the critical cluster, n_c	Nucleation rate of the critical cluster, J_{n_c}	Number of molecules degassed per unit volume calculated from Eq. (9)
25	0.21475	951.7	5.07×10^3	5.08×10^{19}
50	0.21490	951.0	5.19×10^3	5.24×10^{19}
75	0.21499	950.6	5.27×10^3	5.26×10^{19}
100	0.21505	950.3	5.31×10^3	5.29×10^{19}

J_{n_c} at given shear rate may be estimated from the measured number of degassed molecules per unit volume, which can be calculated by the RHS in the following equation.

$$J_{n_c} n_b t_{nu} = (x_i - x_f) N_w \tag{13}$$

where n_b is the number of molecules inside a 120-μm radius bubble which is developed from the critical cluster [22,23] and t_{nu} is nucleation duration of 60 s. With the estimated nucleation rate value, one may calculate the effective molecular volume of the dissolved gas in shear flow. As can be seen in Table 2, about 21.5% increase in the molecular volume of dissolved gas in shear flow. In the above equation x_i and x_f are the mole fractions of dissolved methane molecules at initial state saturated with 68 atm and at final state after the nucleation process, respectively. The bubble radius of 0.12 mm is just average bubble radius observed in the experiments. It is noted that narrow range of size distribution in bubble radius was observed in the bubble formation in polymer solution [23,32].

Even though the final mole fraction of methane gas is discernable depending on the amount of shear rate, the nucleation events are almost similar as confirmed in Table 2. This is because only a few percent difference in the number of degassed molecules exists between the low and high shear rates. Furthermore, the calculation results shown in Table 2 indicate that homogeneous nucleation might occur under shear flow because degassing of large amount of molecules from the solution cannot be possible through countable number of bubble formation on surface, or heterogeneous bubble nucleation. Certainly, the homogeneous bubble nucleation under shear flow cannot be explained by the classical nucleation theory because the interfacial tension remains constant under the flow.

4.4. Temperature dependence on bubble nucleation

As can be seen in Table 1, it is very hard to degassing the water-methane solution to the saturated condition at the ambient pressure. At high solution temperature up to 100 °C, the decompression experiment for the water–gas solution was done for possible complete degassing. Such high temperature of the test chamber was achieved by irradiation of power lamp. For steady state condition of the test chamber at a prescribed temperature was obtained after 3–5 h of irradiation.

One may calculate the temperature dependence of the decompression amount for bubble formation. Assume that the surface tension for the formation of the cluster, σ_g in Eq. (3), depends on the temperature according to an empirical power law [33] such as

$$\sigma_g = A\left(1 - \frac{T}{T_c}\right)^{\alpha} \tag{14}$$

where α is some power and A is some constant. With the above relation, the temperature dependence of the stability condition of the critical cluster becomes

№ 0 5 3

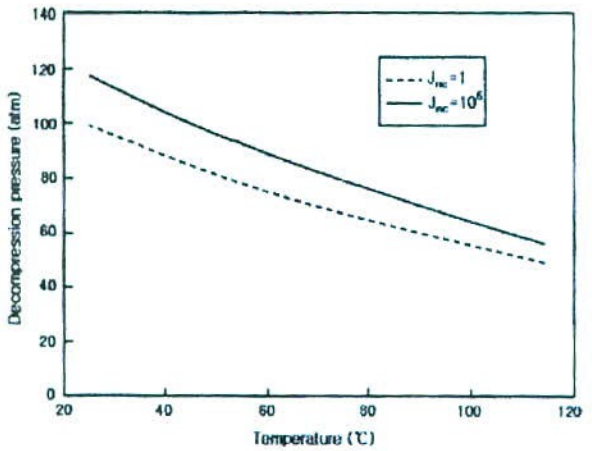


Fig. 7. Decompression pressure amount for bubble nucleation in water–methane solution depending solution temperature.

$$(P_i - P_f)n_c^{1/3} = \left(\frac{k_B T_{ref}}{V_{g,ref}}\right)\left(\frac{T_{ref}}{T}\right)\left(\frac{T_c - T}{T_c - T_{ref}}\right)^{6\alpha/5} \quad (15)$$

where $V_{g,ref}$ is the molecular volume of the dissolved molecule at a reference temperature T_{ref}, say 25 °C. With a value of $\alpha = 11/9$, the decompression amount with nucleation rate values of $J_{n_c} = 1$ and $J_{n_c} = 10^6$ are shown in Fig. 7. This figure indicates that massive bubble formation may occur around 80 °C with the decompression amount of 70 atm. Indeed, explosive bubble nucleation was observed at 80 °C at which vapor bubble nucleation hardly occurs as shown in Fig. 8. This observation shows vividly how the dissolved gas contents affect the bubble nucleation behavior in supersaturated solution at high temperature. However, such explosive bubble nucleation was not occurred at the solution temperature of 50 °C at which more heterogeneous nucleation occurred as shown in Fig. 9. In fact, previous study has revealed that the superheat limit of water 303 °C cannot be achieved experimentally due to the dissolved gases in solution [17]. The final concentration of the dissolved gases after decompression test at 80 °C is about $\delta = 2.55$.

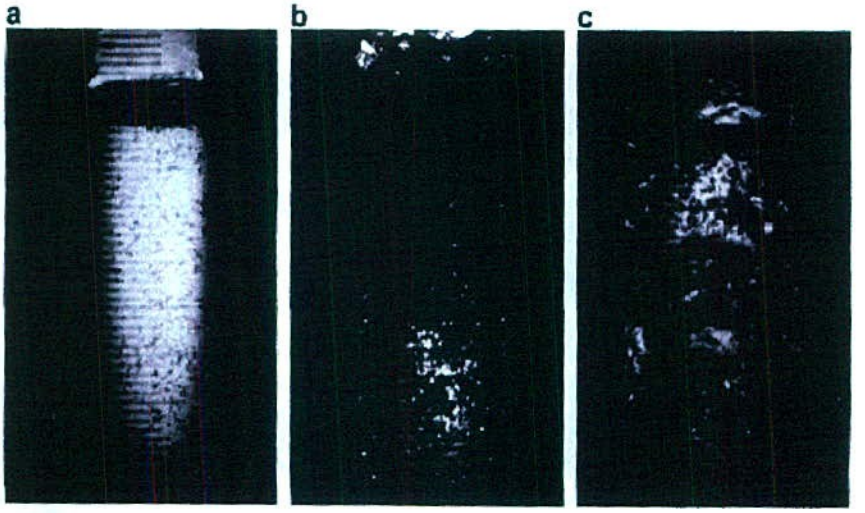


Fig. 8. Bubble nucleation and growing behavior in water–methane solution of temperature, 80 °C at time (a) 2.40 s, (b) 3.60 s and (c) 4.30 s after decompression from 68 atm. The bubble formation time in this case is $t_b = 1.83$ s.

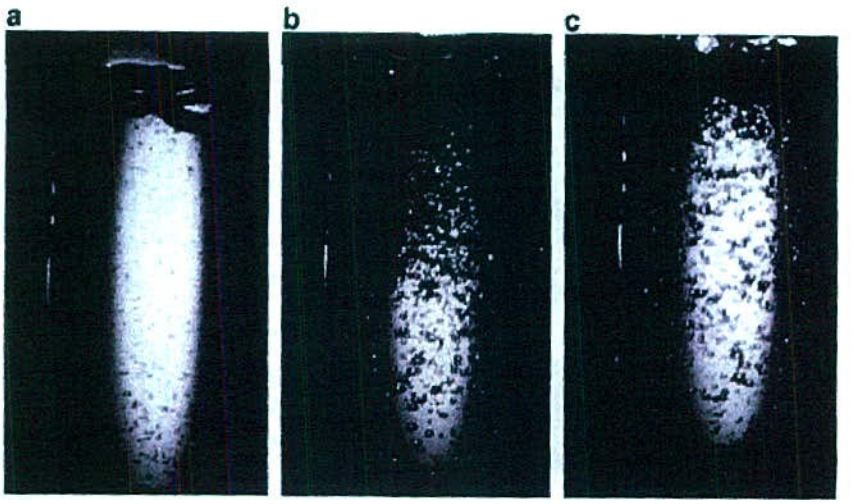


Fig. 9. Bubble nucleation and growing behavior in water–methane solution of temperature, 50 °C at time (a) 3.10 s, (b) 4.10 s and (c) 6.00 s after decompression from 68 atm. The bubble formation time is this case is $t_b = 2.44$ s.

№ 0 5 4

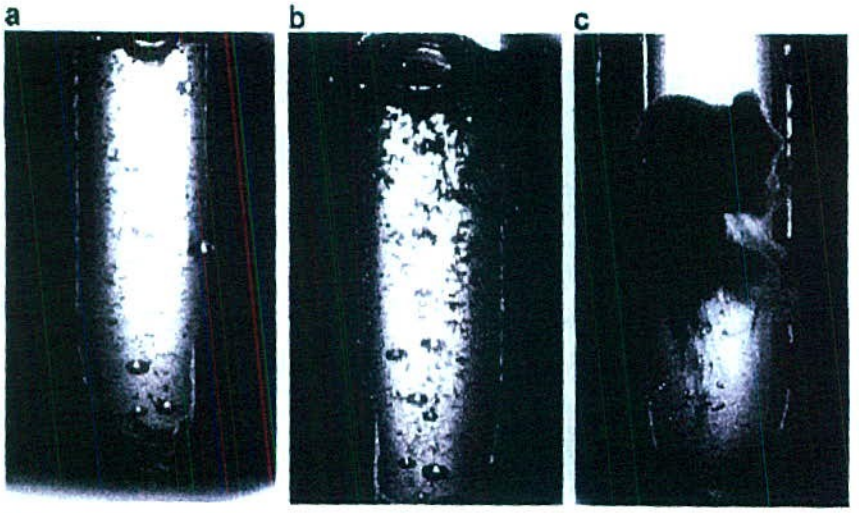


Fig. 10. Bubble nucleation process under ultrasonic field at time (a) 2.48 s, (b) 3.48 s with ultrasound frequency of 2.35 MHz and with 0.5 W power input and (c) 0.27 s ultrasound frequency of 1.65 MHz and with 4 W power input with 4 W input.

However, the level of the concentration saturated with atmospheric pressure ($\delta = 1.0$) was obtained for decompression test at 100 °C.

4.5. Decompression accompanying with ultrasonic fields

For complete degassing from the saturated water–methane solution at 68 atm, a decompression experiment accompanying with ultrasonic wave was also done. A disc type ultrasonic transducer (Channel Industries Inc., USA) was installed at the bottom of the test tube. Two different transducers with resonant frequencies of 2.35 MHz (0.89 mm thickness and 9.53 mm diameter) and 1.65 MHz (1.27 mm thickness and 9.53 mm diameter) were used. A function generator which was connected to a broadband power amplifier was used to operate the transducers.

When the ultrasonic power was relatively weak, below 0.5 W at 2.35 MHz, the bubble formation started slowly inside the solution as shown in Fig. 10a and b. The fine bubbles appeared in small irregularly shaped groups and the number of these groups gradually to darken the tube almost uniformly. At this low power input, the bubble formation time which was 1.26 s, was still well below the decompression time as shown in Fig. 3. The final mole fraction value of methane is about 2.43×10^{-4} in this case. Stronger ultrasonic power showed a strikingly different bubble formation behavior. A very short time after the decompression, a stream of fine bubbles was observed to flow from the bottom of the test tube. The bubble cloud expanded as it rose. Upon the reaching the top section of the test tube the cloud bend back and the upper part of the test tube would become dark with fine bubbles while a couple of cm of relatively clear liquid existed at the bottom. In most instances the entire test tube would eventually become dark with bubbles. Fig. 10c shows early stage of the bubble cloud. In this particular case of 4 W input power with 1.68 MHz frequency application after decompression, the level of concentration to the atmospheric pressure is about 0.94 or $\delta = 0.94$. Less explosive behavior of bubble formation was observed for the solution with addition of surfactant even though strong power of ultrasound was applied.

5. Conclusion

A decompression experiment of water–methane gas solution was done to investigate gas bubble formation under shear flow. The shearing action which changes the liquid structure stratifying along the line of shear promotes the bubble nucleation process quite a bit. It is understood that the dissolved gas molecules can occupy more volume in the shear layer where the interaction of solvent molecules is loosened. In another test, a concentration of 1.1×10^{-3} g mol/l of sodium-dodecyl-benzene-sulfonate, which can reduce the interfacial tension of water as much as 28 dynes/cm in the solution stopped the bubble nucleation process completely. This result indicates that aggregation of the dissolved molecules in the solution is the very first process for bubble nucleation of dissolved gases. For complete degassing below the saturation with the atmospheric pressure, high power ultrasound input to the solution is required.

Acknowledgement

This research was supported by the Chung-Ang University Research Grant in 2008.

References

[1] G.J. Kinsman, G.S.F. Hazeldean, M.W. Davies, Physicochemical factors affecting the vacuum deoxidation of steels, J. Iron Steel Inst. 207 (1969) 1463–1478.
[2] A.N. Gent, D.A. Tomkins, Nucleation and growth of gas bubbles in elastomers, J. Appl. Phys. 40 (1969) 2520–2525.
[3] J.S. Colton, N.P. Suh, The nucleation of microcellular thermoplastic foam with additives. Part I: Theoretical considerations, Polym. Eng. Sci. 27 (1987) 493–499.
[4] J.S. Haldane, J.G. Prisetly, Respiration, Yale University Press, New Haven, 1935.
[5] H. Kwak, R.L. Panton, Gas bubble nucleation in nonequilibrium in water–gas solutions, J. Chem. Phys. 78 (1983) 5795–5799.
[6] E.A. Hemmingsen, Cavitation in gas–supersaturated solutions, J. Appl. Phys. 46 (1975) 213–218.
[7] E.A. Hemmingsen, Spontaneous formation of bubbles in gas-supersaturated water, Nature 267 (1977) 141–142.
[8] N.H. El Kaddah, D.G.C. Robertson, Homogeneous nucleation of carbon monoxide bubbles in iron drops, J. Colloid Interface Sci. 60 (1977) 349–360.
[9] M. Blander, J.L. Katz, Bubble nucleation in liquids, AIChE J. 21 (1975) 833–848.
[10] R. Blaak, S. Auer, D. Frenkel, H. Lowen, Crystal nucleation of colloidal suspensions under shear, Phys. Rev. Lett. 93 (2004) 068303. 1–4.
[11] D. Reguera, J.M. Rubi, Homogeneous nucleation in inhomogeneous media. II: Nucleation in a shear flow, J. Chem. Phys. 119 (2003) 9888–9893.
[12] D. Yuya, T. Kikuchi, T. Inoue, Y. Iwai, A. Kawaguchi, Shear-enhanced nucleation of isoactic polypropylene in limited space, J. Macromol. Sci. Part B Phys. 45 (2006) 85–103.
[13] R.S. Qin, Bubble formation in lattice Boltzmann immiscible shear flow, J. Chem. Phys. 126 (2007) 114506. 1–5.
[14] M. Favelukis, Z. Tadmor, R. Semiat, Bubble growth in a viscous liquid in a simple shear flow, AIChE J. 45 (1999) 691–695.

№ 055

35

[15] H. Kwak, R.L. Panton, Tensile strength of simple liquids predicted by a model of molecular interactions, J. Phys. D Appl. Phys. 18 (1985) 647–659.
[16] D.D. Eley, On the solubility of gases. Part I: The inert gases in water, Trans. Faraday Soc. 35 (1939) 1281–1293.
[17] H. Kwak, S. Oh, Gas–vapor bubble nucleation—a unified approach, J. Colloid Interface Sci. 278 (2004) 436–446.
[18] C. Owicki, H.A. Scheraga, Monte Carlo calculations in the isothermal–isobaric ensemble, 2. Dilute aqueous solution of methane, J. Am. Chem. Soc. 99 (1977) 7413–7418.
[19] J. Frenkel, Kinetic Theory of Liquids, Oxford University, London, 1946.
[20] J. Feder, K.C. Russel, J. Lothe, G.M. Pound, Homogeneous nucleation and growth of droplet in vapors, Adv. Phys. 15 (1966) 111–178.
[21] H. Kwak, S. Oh, A model of homogeneous bubble nucleation of CO bubbles in Fe–C–O melts, J. Colloid Interface Sci. 198 (1998) 113–118.
[22] K. Kim, S. Kang, H. Kwak, Bubble nucleation and growth in polymer solutions, Polym. Eng. Sci. 44 (2004) 1890–1899.
[23] H. Kwak, Y.W. Kim, Homogeneous nucleation and macroscopic growth of a gas bubble in organic solutions, Int. J. Heat Mass Transfer 41 (1998) 757–767.
[24] H. Kwak, Bubbles, Homogeneous Nucleation, in: P. Somasundaran (Ed.), Encyclopedia of Surface and Colloid Science, vol. 2, Taylor and Francis, Boca Raton, 2006, pp. 1048–1071.
[25] R.H. Perry, D.W. Green (Eds.), Perry's Chemical Engineers' Handbook, McGraw-Hill, New York, 1999.
[26] S.F. Jones, G.M. Evans, K.P. Galvin, Bubble nucleation from gas cavities—a review, Adv. Colloid Interface Sci. 80 (1999) 27–50.
[27] D.E. Yount, Skins of varying permeability: a stabilization mechanism for gas cavitation nuclei, J. Acoust. Soc. Am. 65 (1979) 1429–1439.
[28] S.D. Lubetkin, Why it is much easier to nucleate gas bubbles than theory predicted?, Langmuir 19 (2003) 2575–2587
[29] L.J. Briggs, Limiting negative pressure of water, J. Appl. Phys. 21 (1950) 721–722.
[30] W.A. Gerth, E.A. Hemmingsen, Gas supersaturation thresholds for spontaneous cavitation in water with gas equilibrium pressure up to 570 atm, Z. Narturforsch. 31a (1976) 1711–1716.
[31] D.M. Heyes, J.J. Kim, C.J. Montrose, T.A. Litovitz, Time dependent nonlinear shear stress effects in simple liquids: a molecular dynamics study, J. Chem. Phys. 73 (1980) 3987–3996.
[32] K. Kim, S. Kang, H. Kwak, Generation of microcellular foams by supercritical carbon dioxide in a PMMA compound, Int. Polym. Process. 23 (2008) 8–16.
[33] A.W. Adamson, Physical Chemistry of Surfaces, Interscience, New York, 1967.

№ 0 5 6

36

JOURNAL OF APPLIED PHYSICS 112, 064904 (2012)

Bubble nucleation on nano- to micro-size cavities and posts: An experimental validation of classical theory

S. Witharana,[1,2] B. Phillips,[1] S. Strobel,[1] H. D. Kim,[1,3] T. McKrell,[1] J.-B. Chang,[1] J. Buongiorno,[1,a)] K. K. Berggren,[1] L. Chen,[2] and Y. Ding[2]
[1]*Massachusetts Institute of Technology (MIT), 77 Massachusetts Avenue, Cambridge, 02139 Massachusetts, USA*
[2]*University of Leeds, Clarendon Road, Leeds LS2 9JT, United Kingdom*
[3]*Kyung Hee University, Yongin, Gyunggi 446-701, South Korea*

(Received 2 March 2012; accepted 22 August 2012; published online 20 September 2012)

Recently reported data suggest that bubble nucleation on surfaces with nano-sized features (cavities and posts) may occur close to the thermodynamic saturation temperature. However, according to the traditional theory of heterogeneous bubble nucleation, such low nucleation temperatures are possible only for surfaces with *micro-scale* cavities. Motivated by this apparent contradiction, we have used infrared thermometry to measure the nucleation temperature of water on custom-fabricated nano- to micro-scale cavities (from 90 nm to 4.5 μm in diameter) and posts (from 60 nm to 5 μm in diameter), machined on ultra-smooth and clean silicon wafers using electron beam lithography. Our cavity data are in agreement with the predictions of the Young-Laplace equation, thus re-affirming the correctness of the classic view of heterogeneous bubble nucleation, at least for the water-silicon system investigated here. The data also suggest that individual posts of any size have an insignificant effect on bubble nucleation, as expected from theory. © *2012 American Institute of Physics*. [http://dx.doi.org/10.1063/1.4752758]

I. INTRODUCTION

Nucleate boiling is an effective heat transfer mechanism, because of the high amount of energy (latent heat) required by the liquid-to-vapor transition. However, a minimum superheat above the thermodynamic saturation temperature of a fluid is required for the initiation of bubble nucleation. In practical applications, it is important to know this minimum nucleation temperature. Lately, several researchers have investigated nano-engineered surfaces as a means to reduce the nucleation temperature and enhance boiling heat transfer. For example, Kim and Vermuri[1] found that the onset of nucleate boiling occurs at 30% lower superheat on alumina nano-porous coatings compared to a plain surface. Nam and Ju[2] observed that the onset of nucleate boiling on their nano-smooth surface (which had no micro-cavities) occurred at only 9 °C above saturation. Ujereh *et al.*[3] attached arrays of carbon nanotubes to silicon and copper substrates, and used them in boiling experiments with FC-72, to find a heat-transfer-coefficient enhancement of up to 450%. Kim *et al.*[4] used coatings based on nano-protrusions (nanorods) to create a surface that doubled the value of the critical heat flux for water. Sathyamurthi *et al.*[5] boiled PF5060 liquid on flat horizontal silicon wafers coated with multi-walled carbon nanotubes and observed CHF enhancement of about 60%. Chen *et al.*[6] examined boiling and CHF of water on Si substrates covered with Si and Cu nanowires. Bubble nucleation on the nanowire-coated surfaces was achieved at about 10 °C above saturation and both CHF and the heat transfer coefficient were more than doubled compared to plain Si. Novak *et al.*[7] used molecular dynamics to show that nanoscale indentations (order of 1 nm) can promote the formation of vapor nuclei, thus reducing the nucleation temperature from its kinetic limit on an atomically smooth surface.

What makes these findings intriguing is that according to the classic theory of boiling,[8–10] bubble nucleation from nano-scale structures should not occur at temperatures close to the thermodynamic saturation temperature, but hundreds of degrees above it. Briefly, the Young-Laplace equation describes the pressure difference across the surface of a vapor bubble[11]

$$P_v - P_l = \frac{2\sigma}{r}, \tag{1}$$

where P_v is the vapor pressure, P_l is the liquid pressure, r is the bubble radius of curvature and σ is the surface tension. If the equation is solved for P_v, then thermodynamic tables can be used to find the corresponding equilibrium temperature for the bubble. For example, for a steam bubble nucleating in water at atmospheric pressure ($P_l = 101$ kPa) at a cavity with $r = 10$ nm, the vapor pressure is $P_v \approx 4.8$ MPa, and from the steam tables, the temperature of nucleation is ~261 °C, which is 161 °C above the saturation temperature of water at atmospheric pressure (100 °C).

In this work, we have experimentally probed the effect of individual isolated nano- to micro-scale cavities and posts on the bubble nucleation temperature and found that in fact nano-scale cavities require very high superheats for bubble nucleation, while microcavities produce bubble nucleation at much lower temperatures, in good agreement with theory, as explained below.

a)Author to whom correspondence should be addressed. Electronic mail: jacopo@mit.edu. Tel.: +1(617)253-7316.

 © 2012 American Institute of Physics

№ 0 5 7

37

II. EXPERIMENTAL

Individual isolated bubble-nucleation structures were fabricated on a semiconductor grade, silicon prime wafers. A prime wafer is generally used in semiconductor industry and possesses a very clean surface with surface roughness in the sub-nanometer range (Ra ~ 0.5 nm). We found that a substrate wafer with intrinsic doping (5–25 Ω-cm) and double-side polished is the best choice for determining the surface temperature with an infrared (IR) camera. The wafer thickness was 375 ± 25 μm and the wafers had a static contact angle of approximately 7° with water at room temperature. Artificial nucleation spots were fabricated on these wafers by using electron-beam lithography (EBL), which allowed precise control over the dimensions of the structures. The silicon wafer and a typical fabricated cavity and post are shown in Figure 1. It was of paramount importance to keep all contaminants (e.g., dust) away from the surface, because they could function as nucleation sites and give a spuriously low value of the minimum nucleation temperature. Therefore, the cavities/posts were fabricated in a class-100 (operating at approximately class-10) clean room.

A. Fabrication of posts

To fabricate raised posts, a clean, out-of-the-box 4 in. wafer was coated with Hydrogen Silsesquioxane (HSQ), a negative high-resolution electron-beam resist (6% solid, spin-coating at 1 k rpm for 60 s resulted in a thickness of about 180 nm). The resist was cross-linked by electron-beam exposure, i.e., the exposed parts of resist were transformed to silicon oxide, which remained on the surface after development. Various diameters of posts were realized by exposing single dots or filled areas. Dots with diameter of 60 nm (single pixel, 230 fC @ aperture 30 μm, and 30 keV acceleration voltage) or circles with larger, variable diameter (2500 μC/cm^2 @ aperture 30 μm, pixel raster 20 nm, and 30 keV) were created. The non cross-linked resist was removed by developing in alkaline salt solution (1% NaOH and 4% NaCl in DI water) for 60 s. Subsequently, the wafer was rinsed with deionized water and immediately mounted in the already pre-filled boiling cell (boiling chamber filled with deionized water, semiconductor grade, same as used for flushing the wafer after development). This procedure was followed to avoid contamination and residue on the surface that might be generated in the drying process. The post diameter ranged from 60 nm to 5 μm; the post height was fixed at 180 nm.

B. Fabrication of cavities

For the preparation of cavities, small holes were etched into the surface of the substrate material. PMMA resist was used as etch mask (Polymethyl-Methacrylate A4, spin-coating at 3 k rpm for 60 s resulting in a thickness of about 280 nm). In the case of PMMA, a positive electron-beam resist, the EBL exposed areas were removed during development (exposure dose: dot 3 fC, area 400 μC/cm^2). The pattern was transferred into the substrate by reactive ion etching (etch gas CF4, 15 sccm, 10 mtorr, and RF-power 110 W resulting in a DC bias voltage of about 270 V). The mouth size of the fabricated cavities ranged from ~90 nm to 4.5 μm. The inner surface of the cavities is covered with fluorinated residue from the fabrication process, which results in a measured static contact angle of 72 ± 4° and advancing contact angle of 76 ± 2°. This relatively high contact angles ensure that vapor can be trapped within the cavities.

III. EXPERIMENTAL APPARATUS

Figure 2 shows the experimental setup. The cylindrical boiling chamber made of polyetherimide had inner dimensions of 25 × 78 mm (height × diameter). The top of the chamber was sealed with a 3.2 mm thick quartz window, while the bottom surface is the silicon wafer. Through-holes were provided in the sidewall for vapor escape and liquid refilling. The wafer was mounted into the chamber in the

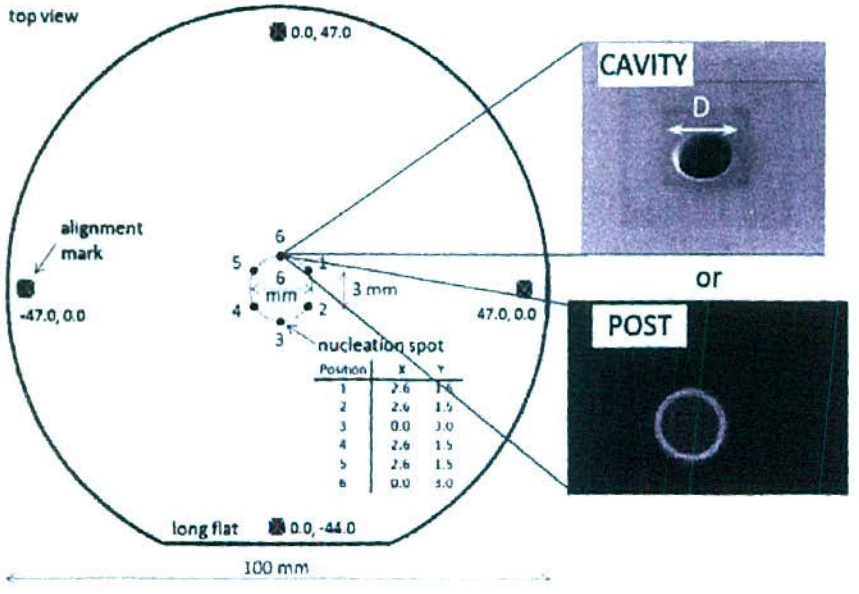


FIG. 1. Positions of nucleation spots and alignment marks on a 100-mm-diameter wafer as written by electron-beam lithography. The nucleation spots were arranged on a circle with 6 mm diameter, thus neighboring dots were separated by 3 mm. Alignment marks were placed in all 4 directions at the edge of the wafer. The marks allow orientation and alignment of the wafer for inspection of the nucleation spots after the boiling experiment. A range of post diameters were fabricated and tested across several wafers.

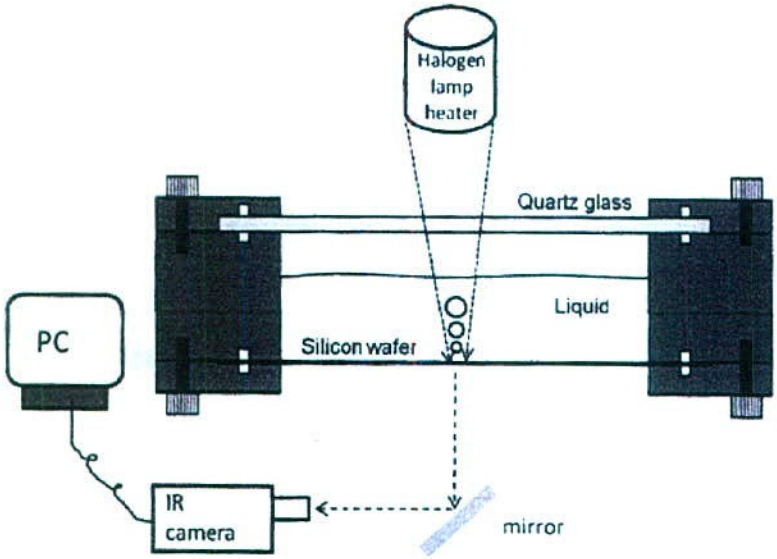


FIG. 2. Schematic diagram of experimental setup for boiling on surfaces with fabricated cavities and posts. The bubbles are shown to be nucleating near the wafer center, where the lithographic structures were placed.

clean room, again to minimize the possibility of dust deposition on the test surface. Millipore de-ionized water at atmospheric pressure was the test fluid. It was degassed by purging Helium gas for 20 min while being stirred at 37 °C, then sent through a 100 nm filter. Wafers with cavities and the plain wafers were additionally degassed for approximately 20 min by pulling an approximate 25 in. Hg vacuum on the chamber and heating the chamber to saturation while agitating the water.

A Fintech HSH-60/f30 450 W halogen spot lamp mounted above the quartz window was used to heat the wafer surface and induce bubble nucleation non-invasively. The temperature of the wafer surface was measured by an infrared camera (FLIR SC6000, spectral response 3–5 μm) via a gold mirror positioned underneath the silicon wafer. Note that since water is IR opaque while silicon is IR semi-transparent, the camera actually measures the average temperature of a thin (~200 μm) layer of water adjacent to the silicon wafer. IR images of the surface are acquired at 650 to 1000 frames per second and post-processed with ThermoVision ExaminIR, a custom MATLAB script, and ImageJ. Bubble nucleation is evident from the IR data as a sudden drop in the surface temperature, followed by a slow (order of tens of ms) heat up, the so-called waiting time (see Figure 3). The surface temperature right before the drop occurs is assumed to be the nominal temperature of bubble nucleation. The accuracy of temperature reading is ~2 °C, as determined through calibration via thermocouples on silicon wafers mounted in a temperature-controlled cell, which was pressurized to prevent boiling. The spatial resolution of the IR camera for this setup is 65 μm.

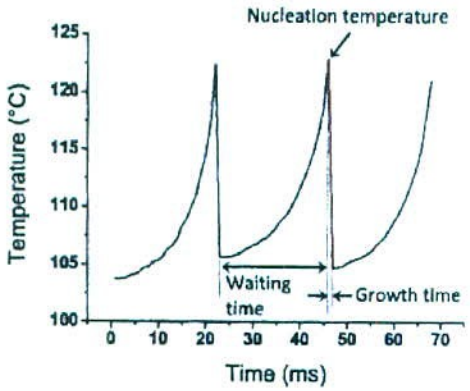


FIG. 3. Temperature history for a nucleating cavity of diameter 2.15 μm.

IV. RESULTS

The test matrix was as follows: 5 smooth wafers (no cavities, no posts), 3 wafers with posts (post diameter: 50, 60, 90, 112, 200, 210, 360, 420, and 5000 nm), and 9 wafers with cavities (cavity diameter: 90, 260, 500, 600, 1450, 1850, 2150, 2350, 4400, and 4550 nm). Each test was repeated a minimum of 3 times. The data are reported in Figure 4, where the bubble nucleation temperature is plotted vs.

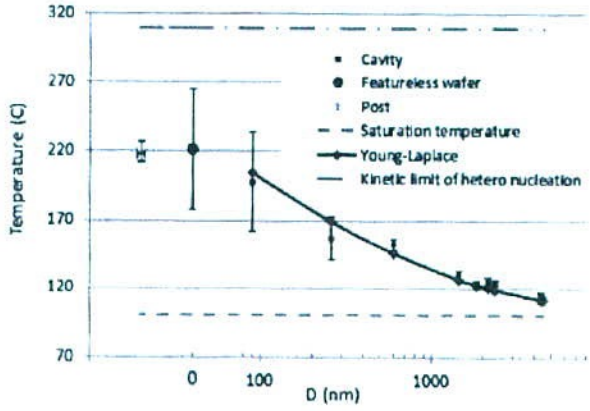


FIG. 4. Experimental data for bubble nucleation on surfaces with fabricated cavities and posts. The data shown are mean values of nucleation temperatures measured for multiple bubbles at the same nucleation site, while the error bars indicate the range (min to max). Diameter (D) = 0 indicates data for surfaces with neither cavities nor posts. Data for posts of all sizes are displayed as a single data point.

№ 059

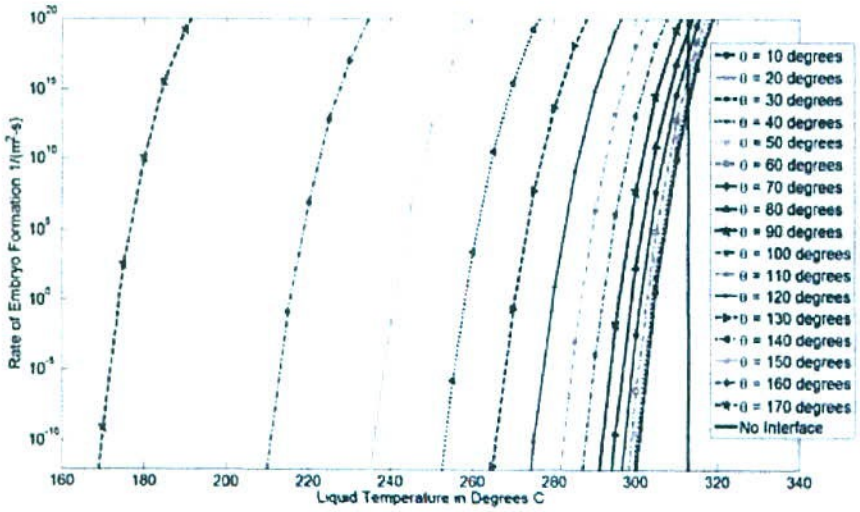


FIG. 5. Calculated rate of vapor embryo formation for water on a smooth surface at various contact angles. The "No interface" line represents the homogeneous nucleation limit of water.

the cavity diameter. Figure 4 also reports the data for smooth wafers as well as wafers with posts.

A. Data analysis

While there is significant data scattering for the smaller (nanoscale) cavities, the trend is clear: the data over the whole range of cavity sizes explored are in good agreement with the predictions of the Young-Laplace equation (Eq. (1)).

Note that the nucleation temperature for the nanoscale cavities approaches the nucleation temperature of wafers with no surface features (neither cavities nor posts), suggesting that the nanoscale cavities are not effective as nucleation sites. This is corroborated by the observation that, in spite of thorough degassing, for the wafers with nanoscale cavities, bubble nucleation occurred randomly on the surface, not preferentially at the locations of the fabricated cavities.

Individual posts of any size (nano- and micro-scale) also seem to have little effect on bubble nucleation, as the nucleation temperature again is close to that of the featureless wafers. This is expected since, due to their geometry, posts cannot trap the vapor embryos which, according to the classic theory of nucleation, are needed to cause bubble nucleation at lower temperatures.

It is interesting to note that other investigators[2,12] have reported bubble nucleation on nano-smooth heater surfaces to occur at small (5–10 °C) superheats. In light of our findings, we suspect, but cannot prove, that their data might have been "clouded" by the presence of large (micro-scale) contaminants, such as dust, or surface micro-heterogeneities, such as oxide islands.[13] As for the many studies showing low bubble nucleation temperature, high heat transfer coefficient and CHF on nano-engineered surfaces,[1,3–6] having established that nano-cavities and nano-posts do not aid bubble nucleation, we must conclude that the low bubble nucleation temperature and high heat transfer coefficient come from the presence of micro-cavities, either pre-existing on the substrate or created (intentionally or fortuitously) by the nano-engineering process (in fact in almost all studies, SEM images of the surfaces show the presence of micro-scale structures and cracks); and the enhanced CHF comes from higher wettability of the nano-engineered surfaces (all studies report low contact angles on their engineered surfaces).

Finally, note that all our data correctly fall between the two theoretical limits, i.e., the thermodynamic saturation temperature of water at atmospheric pressure (100 °C), and the kinetic limit for heterogeneous nucleation on a smooth surface. The latter limit was estimated from the equation for rate of vapor embryo formation, J[11]

$$J = \frac{\rho_{NJ}^{2/3}(1+\cos\theta)}{2F}\left(\frac{3F\sigma}{\pi m}\right)^{1/2}\exp\left(\frac{-16\pi F\sigma^3}{3k_BT_l[\eta P_{sat}(T_l)-P_l]^2}\right),$$

$$F(\theta) = \frac{1}{2} + \frac{3}{4}\cos(\theta) - \frac{1}{4}\cos^3(\theta),$$

$$\eta = \exp\left(\frac{\upsilon_l[P_l - P_{sat}(T_l)]}{RT_l}\right),$$

where ρ_{NJ} is the atom density of the fluid, θ is the static contact angle (7° for water on our silicon wafers), m is the mass of a single molecule of the fluid, T_l is the liquid temperature, P_{sat} is the saturation pressure at T_l, υ_l is the liquid specific volume, and R is the gas constant. Following the methodology recommended by Carey,[11] J is plotted vs. T_l, as shown in Figure 5, from which we estimate the kinetic limit of heterogeneous nucleation to be about 310 °C, actually very close to the homogeneous nucleation temperature limit for water.

V. CONCLUSION

Using a combination of a clean test rig and non-invasive data acquisition techniques, we measured the bubble nucleation temperature of cavities and posts with sizes in the nano- to micro-scale range, and found that the traditional description of heterogeneous bubble nucleation, well established in the micro-scale range, holds also at the nano-scale.

ACKNOWLEDGMENTS

Prof. Dimo Kashchiev of the Bulgarian Academy of Sciences for their assistance to SW in fabricating the cavities.

№ 0 6 0

The Scanning-Electron-Beam Lithography in the Research Laboratory of Electronics at MIT and the Harvard Centre for Nanoscale Systems for use of their facilities. The MIT Energy Initiative Seed Funds Program for supporting this work. KB and SS also acknowledge support from KACST and Alfaisal University.

[1]K. J. Kim and S. Vemuri, Int. Commun. Heat Mass Transfer **32**, 27–31 (2005).
[2]Y. Nam and Y. S. Ju, Appl. Phys. Lett. **93**, 103115 (2008).
[3]S. Ujereh, I. Mudawar, and T. Fisher, Int. J. Heat Mass Transfer **50**, 4023–4038 (2007).
[4]S. Kim, H. Kim, H. D. Kim, H. S. Ahn, M. H. Kim, J. Kim, and G.-C. Park, in Proceedings of the Sixth International ASME Conference on Nanochannels, Microchannels and Minichannels (ICNMM2008), Darmstadt, Germany, 23–25 June 2008, Paper No. 62289.
[5]V. Sathyamurthi, H.-S. Ahn, D. Banerjee, and S. C. Lau, J. Heat Transfer **131**(7), 071501 (2009).
[6]R. Chen, M.-C. Lu, V. Srinivasan, Z. Wang, H. H. Cho, and A. Majumdar, Nano Lett. **9**(2), 548–553 (2009).
[7]B. R. Novak, E. J. Maginn, and M. J. McCready, J. Heat Transfer **130**, 042411–1 (2008).
[8]S. G. Bankoff, Chem. Eng. Prog., Symp. Ser. **55**(29), 87–94 (1959).
[9]P. Griffith and J. D. Wallis, Chem. Eng. Prog., Symp. Ser. **56**(30), 49–63 (1960).
[10]J. J. Lorenz, B. B. Mikic, W. M. Rohsenow, in *Proceedings of the 5th International Heat Transfer Conference* (Japan Society of Mechanical Engineers, 1974), Vol. IV, pp. 35–39.
[11]V. P. Carey, *Liquid-Vapor Phase-Change Phenomena*, 2nd ed. (Taylor and Francis, 2008).
[12]T. G. Theofanous, J. P. Tu, A. T. Dinh, and T. N. Dinh, Exp. Therm. Fluid Sci. **26**, 793–810 (2002).
[13]N. Dinh and T. G. Theofanous, "Nucleation Phenomena in Boiling," Multiphase Sci. Technol. **15**(1–4), 349–363 (2003).

41

Journal of Applied Physics is copyrighted by the American Institute of Physics (AIP). Redistribution of journal material is subject to the AIP online journal license and/or AIP copyright. For more information, see http://ojps.aip.org/japo/japcr/jsp

42

Analisis de Variables de las Burbujas producidas usando Nucleación Homogénea y Nucleación Heterogénea

Propiedades de las burbujas generadas usando materiales de nucleación M1, M2 y M3

Este documento muestra de manera resumida las diferencias presentadas en las propiedades de las microburbujas generadas según los procedimientos usados mediante los materiales de nucleación heterogénea M1, M2 y M3. Se evalúan las variables de mayor importancia tales como número de burbujas producidas por unidad de volumen y el tamaño de estas en cada uno de los estados experimentales.

[Seleccione la fecha]

43

Análisis de Variables de las Burbujas producidas usando Nucleación Homogénea y Nucleación Heterogénea

Comparativo de la eficiencia de burbujas generadas en cuatro diferentes escenarios

Los escenarios que se evaluación son los siguientes:

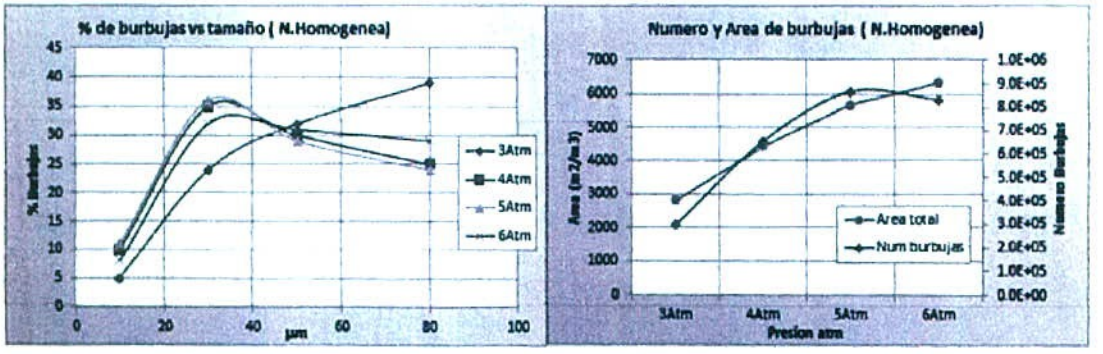
1. Las condiciones de evaluación son agua corriente, a 30 °C
2. Las condiciones de presión son 3, 4, 5 y 6 Atmosferas
3. Sistema de generación sin nucleación Heterogénea
4. Sistema de generación usando le material **M1** activado para nucleación Heterogénea
5. Sistema de generación usando le material **M2** activado para nucleación Heterogénea
6. Sistema de generación usando le material **M3** activado para nucleación Heterogénea

Es importante hacer notar que se buscan condiciones de generación de burbujas que cumplan con las siguientes características, las cuales son las deseables para los procesos de tratamiento de aguas, según las recomendaciones de la literatura técnica disponible sobre el tema.

1. Tamaño promedio entre 20 y 40 micras
2. Alta densidad de generación (preferiblemente mayor a 6 millones por centímetro cubico MM/cm3)
3. Alta área de contacto. (preferiblemente mayor a 5000 m2/m3)
4. Menor presión de generación

44

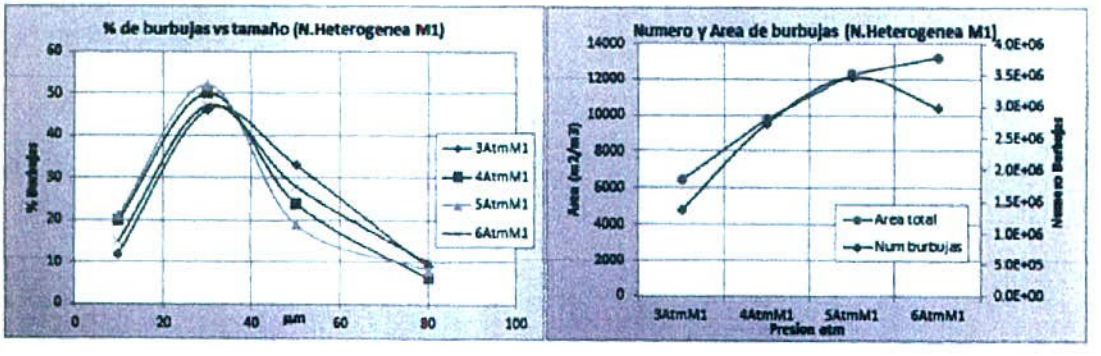
E0. Generacion de burbujas SIN Nucleacion Heterogenea Vs Presion



Se observa que la presión es una variable que incide de manera importante en la calidad de la microburbujas, según los datos de las gráficas se concluye que:

1. La distribución de diámetro de burbuja es muy dispersa a 3 atmosferas, mientras que a 4 y 5 atmosferas esta dispersión es menor, ampliándose nuevamente a 6 atmosferas.
2. El tamaño promedio de las burbujas es menor a 4 y 5 atmosferas, mientras que a 3 atmosferas es mucho mayor.
3. El Área total de las burbujas se incrementa con la presión, aunque se presenta una relación de incremento menor después de 5 atmosferas.
4. El número de burbujas es máximo a 5 atmosferas.
5. Aunque a 6 atmosferas tanto el área como el número de las burbujas es mator que a 4 atm, se prefiera las generadas a 4 atm, debido a que la presión es menor y su tamaño es más adecuado según las condiciones requeridas.

E1. Generación de burbujas CON Nucleación Heterogénea Vs Presión (usando Material M1)



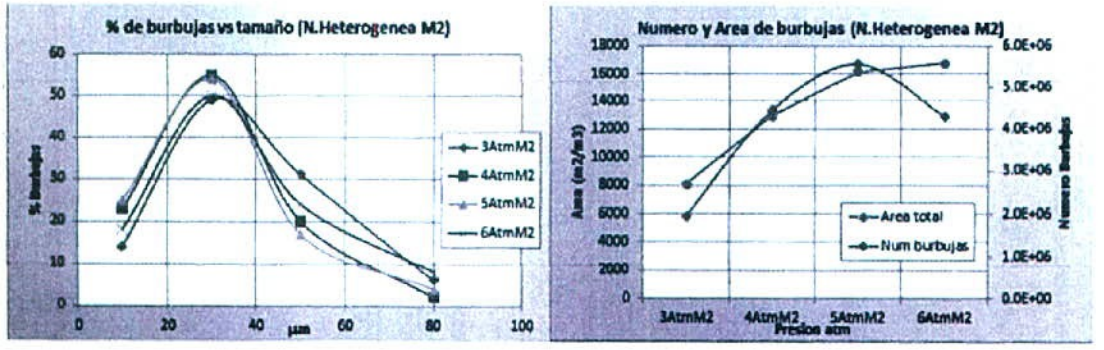
Se observa nuevamente que la presión es una variable que incide de manera importante en la calidad de la microburbujas, según los datos de las gráficas se concluye que:

1. La distribución de diámetro de burbuja es más dispersa a 3 atmosferas, mientras que a 4 y 5 atmosferas esta dispersión es menor, ampliándose nuevamente a 6 atmosferas. Similar a lo presentado cuando no se usan materiales de Nucleación Heterogénea.
2. El tamaño promedio de las burbujas es menor a 4 y 5 atmosferas, mientras que a 3 y 6 atmosferas es mayor. Sin embargo no es tan alto como cuando no se usa materiales de nucleación Heterogénea.

45

3. El Área total de las burbujas se incrementa con la presión, aunque se presenta una relación de incremento menor después de 5 atmosferas. Similar al caso sin nucleación Heterogénea.
4. El número de burbujas es máximo a 5 atmosferas.
5. Aunque a 6 atmosferas tanto el área como el número de las burbujas es mayor que a 4 atm, se prefiera las generadas a 4 atm, debido a que la presión es menor y su tamaño es más adecuado según las condiciones requeridas.
6. El número de burbujas se incrementa en más del 300% e en todas las presiones de la prueba, respecto a las generadas sin nucleación Heterogénea.
7. El material M1 genera un incremento de generación de microburbujas en todas las presiones evaluadas, y adicionalmente se presenta una reducción del tamaño de las burbujas, lo cual es favorable para el tratamiento de aguas.
8. El área de las burbujas producidas se incrementa de manera apreciable respecto a la generación sin nucleación Heterogénea, lo cual es favorable para el tratamiento de fluidos.

E2. Generación de burbujas CON nucleación Heterogénea Vs Presión (usando Material M2)



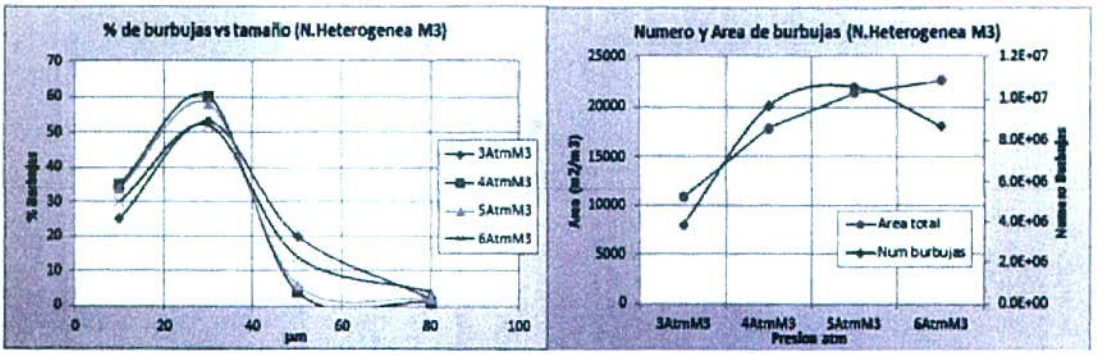
Se observa nuevamente que la presión es una variable que incide de manera importante en la calidad de la microburbujas, según los datos de las gráficas se concluye que:

1. La distribución de diámetro de burbuja es más dispersa a 3 atmosferas, mientras que a 4 y 5 atmosferas esta dispersión es menor, ampliándose nuevamente a 6 atmosferas. Similar a lo presentado en las pruebas E0 y E1. .
2. El tamaño promedio de las burbujas es menor a 4 y 5 atmosferas, mientras que a 3 y 6 atmosferas es mayor. Sin embargo no es tan alto como cuando no se usa materiales de nucleación Heterogénea.
3. El tamaño de las burbujas y su dispersión es mucho menor que los presentados en las pruebas E0 y E1.
4. El Área total de las burbujas se incrementa con la presión, aunque se presenta una relación de incremento menor después de 5 atmosferas. Similar a los casos E0 y E1.
5. El número de burbujas es máximo a 5 atmosferas.
6. Aunque a 6 atmosferas el área de las burbujas es mayor que a 4 atm, se prefiera las generadas a 4 atm, debido a que la presión es menor y su tamaño es más adecuado según las condiciones requeridas.
7. A a 6 atmosferas el número de las burbujas es similar que a 4 atm, a diferencia de los pruebas E0 y E1.
8. El número de burbujas se incrementa en más del 500% en todas las presiones de la prueba, respecto a las generadas sin nucleación Heterogénea, y también cuando se usa el material de nucleación M1.
9. El material M2 genera un incremento de generación de microburbujas en todas las presiones evaluadas, y adicionalmente se presenta una reducción del tamaño de las burbujas, lo cual es favorable para el tratamiento de aguas.

46

10. El área de las burbujas producidas se incrementa de manera apreciable respecto a la generación en E0, lo cual es favorable para el tratamiento de fluidos, y también respecto a la prueba E1.

E3. Generación de burbujas CON Nucleación Heterogénea Vs Presión (usando Material M3)



Se mantiene el comportamiento ya observado en el cual la presión es una variable que incide de manera importante en la calidad de la microburbujas, según los datos de las gráficas se concluye que:

1. La distribución de diámetro de burbuja es más dispersa a 3 atmosferas, mientras que a 4 y 5 atmosferas esta dispersión es menor, ampliándose nuevamente a 6 atmosferas. Similar a lo presentado en las pruebas E0 , E1 y E2.
2. El tamaño promedio de las burbujas es menor a 4 y 5 atmosferas, mientras que a 3 y 6 atmosferas es mayor. Sin embargo no es tan alto como cuando no se usa materiales de nucleación Heterogénea.
3. El tamaño de las burbujas y su dispersión es mucho menor que los presentados en las pruebas E0 , E1 y E2.
4. El Área total de las burbujas se incrementa con la presión, aunque se presenta una relación de incremento menor después de 5 atmosferas. Similar a los casos E0 , E1 y E2..
5. El número de burbujas es máximo a 5 atmosferas.
6. A diferencia de las pruebas E0, E1 y E2., a 6 atmosferas el área de las burbujas no es mayor que a 4 atm, por tanto las condiciones de generación a 4 atm son preferidas porque adeas de requerir menos energía también su tamaño es más adecuado según las condiciones requeridas.
7. A a 6 atmosferas el número de las burbujas es menor que a 4 atm, a diferencia de los pruebas E0 , E1 y E2..
8. El número de burbujas se incrementa en más del 1000% en todas las presiones de la prueba, respecto a las generadas sin nucleación Heterogénea, y también cuando se usa el material de nucleación M1 y M2..
9. El material M3 genera un incremento de generación de microburbujas en todas las presiones evaluadas, y adicionalmente se presenta una reducción del tamaño de las burbujas, lo cual es favorable para el tratamiento de aguas.
10. El área de la burbujas producidas se incrementa de manera apreciable respecto a la generación en E0, lo cual es favorable para el tratamiento de fluidos, y también respecto a la prueba E1 y E2.
11. Según estos resultados el Material M3 es el de mayor eficiencia en la generación de microburbujas debido a que genera mayor cantidad de estas, así como de menor tamaño.

47

Tabla 1. Cambio Relativo de Número, Tamaño y Área de las burbujas generadas Vs Presión de operación para las pruebas E0, E1, E2 y E3.

Tabla de Cambio Relativo de Numero de Burbujas Vs Presion				
	Nucleacion Homogenea	Nucleacion Heterogenea Material 1	Nucleacion Heterogenea Material 2	Nucleacion Heterogenea Material 3
3 Atmosferas	100%	457%	652%	1287%
4 Atmosferas	100%	417%	680%	1471%
5 Atmosferas	100%	400%	641%	1215%
6 Atmosferas	100%	356%	516%	1041%

Tabla de Cambio Relativo de Area de Burbujas Vs Presion				
	Nucleacion Homogenea	Nucleacion Heterogenea Material 1	Nucleacion Heterogenea Material 2	Nucleacion Heterogenea Material 3
3 Atmosferas	100%	227%	287%	384%
4 Atmosferas	100%	220%	291%	402%
5 Atmosferas	100%	217%	285%	377%
6 Atmosferas	100%	209%	265%	358%

Tabla de Cambio Relativo de Diametro de burbuja Vs Presion				
	Nucleacion Homogenea	Nucleacion Heterogenea Material 1	Nucleacion Heterogenea Material 2	Nucleacion Heterogenea Material 3
3 Atmosferas	100%	70%	66%	55%
4 Atmosferas	100%	73%	65%	52%
5 Atmosferas	100%	74%	67%	56%
6 Atmosferas	100%	77%	72%	59%

1. En la tabla 1 de muestran los cambios de las propiedades de las microburbujas generadas en las pruebas E1, E2 y E3 a las condiciones de presión ya mencionadas. De forma relativa a los resultados obtenidos en la prueba base E0.
2. Se observa que para todos las condiciones de las pruebas, las mejores condiciones de generación de burbujas están entre 4 y 6 atmosferas, con una media de 5 atmosferas. Esta condición es independiente el tipo de material de nucleación heterogénea usado.
3. En general el comportamiento del material M3 para generar burbujas es superior a los otros materiales usados. (M1 y M2)
4. El uso de estos materiales de nucleación heterogénea es altamente beneficioso debido a que en todos los casos se mejoran las condiciones ideales de las burbujas producidas para ser usadas en el tratamiento de aguas y otros procesos similares.
5. La reducción de costos por energía y operación es demostrada ya que la nucleación heterogénea siempre es más favorable que las condiciones de generación de nucleación homogénea.(E0)

Conclusiones generales.

1. La nucleación heterogénea es muy favorable para generar burbujas para el tratamiento de aguas residuales ya que estas son de menor tamaño y con una distribución de diámetro de baja dispersión (recomendado por la literatura técnica)
2. EL mejor material evaluado es el M3 que puede generar burbujas en más de 1000% respecto a las generadas por los sistemas DAF básicos.
3. Usando el material M3 es posible incrementar el área de las burbujas producidas en más de 350%, respecto los sistemas de generación clásicos sin nucleación heterogénea.
4. El diámetro de las burbujas se reduce de manera notoria al usar la nucleación heterogénea y en especial el material M3, a niveles menores a 59%, lo cual es favorable para el tratamiento de aguas.
5. Los resultados presentados demuestran que los materiales usados en la generación de las microburbujas son apropiados para maximizar la eficiencia de este proceso respecto a los sistemas tradicionales.