



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



① Número de publicación: **2 206 017**

② Número de solicitud: 200200835

⑤ Int. Cl.7: **B01J 19/12**

⑫

PATENTE DE INVENCION

B1

⑫ Fecha de presentación: **10.04.2002**

⑬ Fecha de publicación de la solicitud: **01.05.2004**

Fecha de la concesión: **13.06.2005**

⑮ Fecha de anuncio de la concesión: **16.07.2005**

⑯ Fecha de publicación del folleto de la patente:
16.07.2005

⑰ Titular/es: **Universidad de Almería
Ctra. de Sacramento, s/n
04120 La Cañada de San Urbano, Almería, ES**

⑱ Inventor/es: **Romerosa, Antonio;
Mañas, Sonia;
Richter, Christoph y
Malato, Sixto**

⑳ Agente: **No consta**

㉔ Título: **Reactor Micromolar Fotoquímico.**

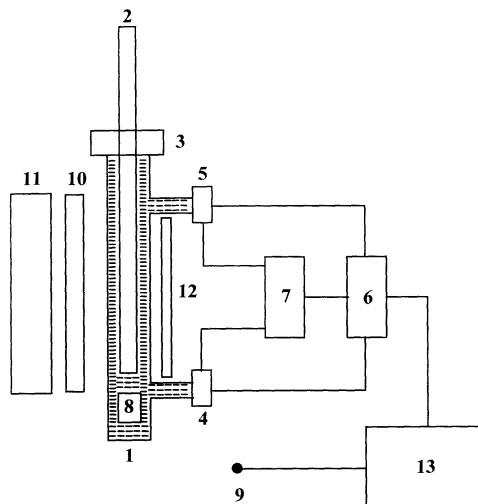
㉕ Resumen:

Reactor Micromolar Fotoquímico.

La aplicación consiste en un sistema que permite irradiar de forma controlada un pequeño volumen de cualquier tipo de sistema químico reactivo (homogéneo o heterogéneo) tanto con lámparas artificiales como con luz solar, disponiendo de espejos calibrados concentradores de la irradiación.

El dispositivo dispone de un sistema totalmente automatizado que recoge a través de sensores adecuados diversos parámetros importantes para el control de la reacción en estudio: el tiempo de reacción, la irradiación incidente en función del tiempo y la temperatura. Además permite programar la temperatura en función del tiempo, y la irradiación proveniente de lámparas.

Debido a la posibilidad de usar contenedores cerrados adaptables a diversas técnicas analíticas (RMN, UV, IR, Gases-Masas), el equipo permite estudiar reacciones fotoquímicas en tiempo real o muy corto, sin perturbar el medio de reacción y controlando automáticamente todos los parámetros externos que influyen en la reacción.



ES 2 206 017 B1

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

DESCRIPCIÓN

Reactor Micromolar Fotoquímico.

Sector de la técnica

La invención se incluye dentro del sector del desarrollo y estudio de nuevos productos y procesos químicos.

La sociedad del siglo XXI precisa de nuevos productos químicos que permitan resolver o mejorar muchas de sus necesidades. Pero además, la sociedad actual exige que el proceso de obtención del producto sea económico y limpio. Por lo tanto, no sólo basta con desarrollar un nuevo producto que responda a unas necesidades sino además hay que producirlo adecuadamente, para lo que es indispensable conocer lo más detalladamente posible el proceso a través del que es obtenido.

Estado de la técnica

La sociedad moderna no podría concebirse sin la existencia de una gran variedad de compuestos químicos que determinan en muchos casos una calidad de vida adecuada. El impacto de estos compuestos en la vida cotidiana plantea varios frentes de acción. Así, es preciso desarrollar nuevos compuestos que mejoren las propiedades de los ya existentes y permitan hacer frente a necesidades emergentes difíciles de solventar con los existentes, así como el desarrollo de procesos sintéticos más eficaces. La relevancia de esta iniciativa no sólo se limitaría a una reducción de los precios de mercado de los productos, sino que comportaría beneficios adicionales derivados de una "química verde" que reduce los efectos negativos medioambientales al modificar u optimizar el proceso sintético de un producto.

Un acercamiento a estas ideas es el estudio detallado y control preciso de la preparación de moléculas orgánicas e inorgánicas complejas de elevado valor añadido, por sus posibles aplicaciones en áreas tan diversas como farmacia, agroquímica, química de nuevos materiales, etc. En la actualidad dicho estudio se realiza usando diversas estrategias de entre las cuales las más significativas son:

1. Extraer alícuotas de una reacción y analizarlas con diversas técnicas. Es el más evidente, pero presenta graves problemas como el control de los parámetros de la reacción (la alícuota está en condiciones diferentes a las de la reacción), o no se hace un control a tiempo real (siempre existe un gran desfase entre la toma de la muestra y su análisis).
2. Seguir una reacción mediante una técnica analítica a través del acoplamiento del sistema reactivo al dispositivo de medida de la técnica. Permite un análisis más preciso que el anterior, pero exige tener el dispositivo adecuado (muchas veces muy caro), que dicho dispositivo sea compatible con las condiciones requeridas por la reacción en estudio y que pueda combinarse con otras técnicas.

Se han desarrollado algunos equipos específicos que permiten seguir reacciones bajo radiación lumínica, incluso radiación solar directa. No obstante los equipos desarrollados hasta el momento están diseñados para grandes volúmenes de sistema reactivo, lo

que dificulta el control fiable de las condiciones de la reacción en todo el sistema, siendo por lo tanto imposible saber que ocurre dentro del mismo (reacciones paralelas, cruzadas, etc.) o hacer un análisis de sus componentes de forma fácil y en tiempos cortos. Además cualquier intervención sobre el equipo produce modificaciones o imprecisiones en las condiciones reactivas, no siendo adecuados para estudios mecanísticos o cinéticos.

Por lo tanto aun no se dispone de un sistema versátil en donde puedan seguirse reacciones químicas a baja escala (micromoles), que permita un gran abanico de condiciones de reacción desde térmicas a solares, que permita controlar los parámetros más significativos de la reacción reproduciéndolos fielmente en todos los casos, analizarlos en tiempo real (o con intervalos de tiempos muy cortos), que nomodifique el entorno reactivo, y que permita usar contenedores que puedan adaptarse a dispositivos de análisis.

Explicación de la invención

El equipo consiste en un cuerpo central de vidrio de baja absorción para la radiación solar y de dimensiones adecuadas. Mediante adaptadores se ajusta el cuerpo central a diversos tipos de contenedores cerrados adaptables a diversas técnicas analíticas (RMN, UV, IR, Gases-Masas) en donde se realizará la reacción química tanto en fase homogénea como heterogénea. El conjunto, cuerpo central-contenedor-adaptador, cierra herméticamente con objeto de crear un volumen cerrado por donde pueda circular controladamente un líquido (agua o similar), entrando a través de la bigotera de entrada y evacuándose por la de salida.

La temperatura del líquido que inunda el cuerpo central se puede modificar mediante recirculación a través de un sistema intercambiador de calor-bomba que permite tanto calentar como enfriar dicho líquido. La temperatura de dicho equipo será controlada a través de un circuito electrónico que registra la temperatura en la bigotera de entrada y en la de salida. La homogeneidad en la temperatura del líquido en la entrada y en la salida se consigue mediante una adecuada velocidad de recirculación que también viene controlada por el circuito electrónico y por un dispositivo que hace que la circulación del líquido dentro sea preferentemente turbulento.

Acoplados al cuerpo principal se disponen tres fibras ópticas para estudiar en tiempo real el sistema reactivo. La situada enfrente a la fuente radiante detecta la radiación que atraviesa el contenedor-medio de reacción, mientras que las perpendiculares a la fuente radiante permiten analizar la radiación reflejada pudiéndose además acoplarse a sensores o emisores de radiación, así como a sistemas analíticos espectroscópicos.

El equipo posee adaptadores de diversos tamaños que permiten concentrar sobre el sistema reactivo la radiación proveniente de una lámpara, así como espejos concentradores calibrados planos, toroidales o de otras geometrías, que permiten irradiar el sistema reactivo directamente mediante luz solar. Se puede modificar la longitud de onda de la radiación incidente cambiando la lámpara.

El dispositivo electrónico de control de temperatura y de velocidad del flujo del líquido, así como los datos aportados por los sensores (tiempo de reacción, temperatura e irradiación incidente) serán controlados

o predispuestos por un programa ejecutado sobre un PC, lo que permite el estudio reproducible y automático de la reacción en distintas condiciones controladas, la temperatura en función del tiempo, la irradiación proveniente de lámparas.

Descripción de los dibujos

En la figura 1 se muestra el esquema de la invención, en donde (1) es el cuerpo de vidrio central, (2) el contenedor del medio de reacción, (3) el adaptador entre el cuerpo central y el contenedor que cierra el sistema, (4) es la bigotera de entrada del líquido termostatizador que dispone de un sensor de temperatura, (5) es la bigotera de salida del líquido termostatizador con su correspondiente sensor de temperatura, (6) es el sistema intercambiador de calor con bomba del líquido termostatizador, (7) sistema electrónico de control de los sensores de temperatura situados en al bigotera de entrada y salida, (8) inductor de turbulencias en el líquido termostatizador, (9) fibras ópticas, (10) adaptadores del cuerpo central con la fuente de radiación, (11) fuente de radiación artificial o natural, (12) espejos concentradores de radiación, (13) PC que a través de un programa adecuado controla la temperatura del sistema, la radiación y el tiempo.

En la figura 2 se muestra en un plano cenital la forma en la que las fibras ópticas (9) se adaptan al cuerpo central (1). Una de ellas se sitúa frente a la fuente radiante (11) con objeto de poder recoger la radiación que atraviesa el cuerpo central, el líquido termostático y el contenedor del medio de reacción. Las otras dos están perpendiculares a la anterior y a la fuente radiante, con objeto de poder estudiar en tiempo real el sistema reactivo con la mínima perturbación por parte de la radiación incidente.

Modo de realización

Una forma de realizar el reactor micromolar fotoquímico sería, por ejemplo:

El cuerpo central (1) está constituido por vidrio de alta transparencia y grosor 0.15 mm, con forma de paralelepípedo de 5 x 5 mm de base y 80 mm de altura. La parte inferior está cerrada, constituyendo la base del cuerpo, la contraria está abierta y constituida de ranuras para poder disponer el adaptador de contenedores (3) y que su adaptación cierre herméticamente el cuerpo central. Las bigoteras de entrada (4) de 3 mm de diámetro se colocan a 20 mm de la base y la de salida (5) también de 3 mm de diámetro a 10 mm de la parte abierta. Ambas bigoteras se disponen en la misma cara del cuerpo central y en su centro geométrico.

Los adaptadores (3) entre el cuerpo central (1) y

los contenedores de reacción (2) se realizan de plástico (preferentemente baquelita o polipropileno) en la que se han mecanizado las ranuras adecuadas para su perfecta adaptación al cuerpo central. La unión hermética entre ambos dispositivos, adaptador y cuerpo central, se consigue mediante justas de caucho. El adaptador también dispone de un orificio hecho de forma que quede concéntrico con el cuerpo central, de dimensiones y formas adecuadas para recibir al contenedor en donde se realiza la reacción. La unión hermética entre adaptador y contenedor se consigue mediante juntas de caucho.

Mediante el dispositivo (8) se consigue un régimen turbulento en el cuerpo central (1), estando hecho de vidrio con tamaño de 4 x 4 x 30 mm.

Los sensores de temperatura en la entrada (4) y salida (5) son del tipo resistivo, siendo válido cualquier otro tipo que ofrezca una respuesta lineal frente a la temperatura.

Las fibras de vidrio (9) se acoplan al cuerpo central (1) a 45 mm respecto a su base cerrada y centradas a lo ancho de cada cara. Una de ellas se disponen enfrentada a la fuente de radiación (11), y las otras dos perpendiculares. A las fibras se encuentran acopladas sendos receptores fotovoltáicos de los habituales en el comercio, cuya respuesta en voltaje e intensidad es detectada, medida y procesada por el ordenador (13).

El intercambiador de calor-bomba (6) está constituido por un recipiente hecho de acero inoxidable de dimensiones 100 x 100 x 70 mm, y dispone de una resistencia eléctrica de 500 vatios de potencia que permite calefactarlo, además de un dedo frío de 20 frigorías que permite enfriarlo. Además dispone de una bomba capaz de mover un líquido con un caudal de 10 mL/segundo. Todos los componentes, resistencia eléctrica, dedo frío y bomba son controlados por el circuito electrónico (7) en función de los datos recibidos de los sensores térmicos y de las instrucciones impuestas por el programa de control del ordenador (13). Finalmente, dicho dispositivo electrónico transfiera todos los datos de forma comprensible para el ordenador (13).

La fuente de radiación (11) es del tipo que se encuentra en el mercado, y se acoplan al cuerpo central mediante los adaptadores (10) de forma que se concentre la máxima cantidad de radiación sobre los contenedores. Los adaptadores son de forma adecuada para cada fuente radiante, y están recubiertos internamente por una pintura de máxima dispersión lumínica.

REIVINDICACIONES

1. Reactor micromolar fotoquímico **caracterizado** por permitir el control en tiempo real de los parámetros más significativos que tienen influencia sobre el sistema reactivo en estudio, así como el estudio de sus componentes (reactivos, productos y solvente) en tiempo real o en muy cortos periodos.

2. Reactor micromolar fotoquímico, según la reivindicación 1, **caracterizado** por adaptarse a contenedores cerrados adaptables a diversas técnicas analíticas.

3. Reactor micromolar fotoquímico, según la reivindicación 1, **caracterizada** por un completo control de temperatura a lo largo del equipo, por el ajuste del flujo del líquido termostatizador, así como el uso de un sistema que provoca que el líquido fluya preferentemente en forma turbulenta.

4. Reactor micromolar fotoquímico, según la reivindicación 1, **caracterizado** por permitir realizar reacciones fotoquímicas tanto con lámparas como con luz solar.

5. Reactor micromolar fotoquímico, según la reivindicación 1, **caracterizado** por un control automático de los parámetros más significativos del proceso reactivo en estudio (tiempo de reacción, temperatura, radiación incidente).

6. Reactor micromolar fotoquímico, según la reivindicación 1, **caracterizado** por poder programar los parámetros más significativos de una reacción química (temperatura en función del tiempo, radiación proveniente de una lámpara).

7. Reactor micromolar fotoquímico, según la reivindicación 1, **caracterizado** por disponer de adaptadores, concentradores para lámparas.

8. Reactor micromolar fotoquímico, según la reivindicación 1, **caracterizado** por disponer de espejos calibradores de luz solar.

9. Reactor micromolar fotoquímico, según la reivindicación 1, **caracterizado** por disponer de fibras ópticas dispuestas de manera que permitan el estudio de la disolución a tiempo real, como el análisis de una radiación perpendicular a la usada para el estudio de la disolución.

25

30

35

40

45

50

55

60

65

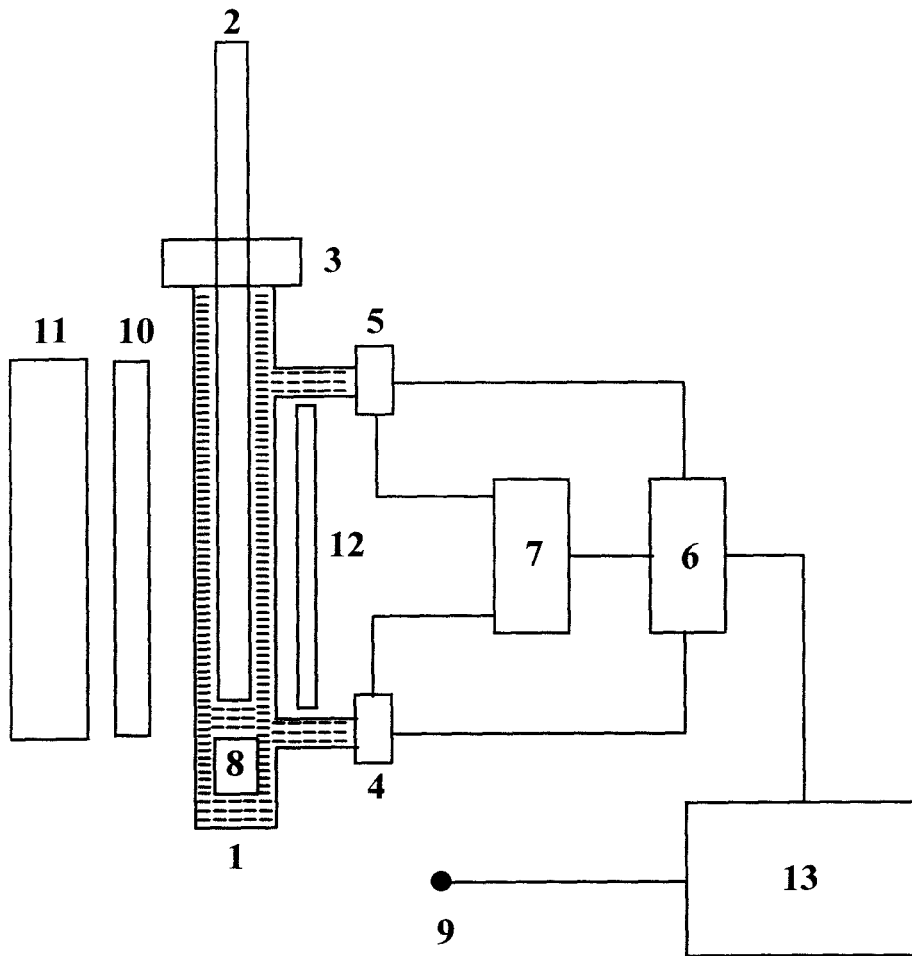


Figura 1.

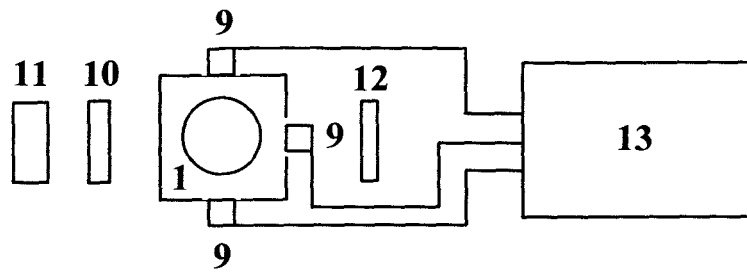


Figura 2



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

① ES 2 206 017

② Nº de solicitud: 200200835

③ Fecha de presentación de la solicitud: 10.04.2002

④ Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑤ Int. Cl.7: B01J 19/12

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	US 6342128 A (TABATABAIE-RAISSI et al.) 29.01.2002, todo el documento.	1-9
X	US 20010010843 A1 (GARNER) 02.08.2001, todo el documento.	1-9
X Y	DE 19500803 A1 (UNIV KARLSRUHE) 14.12.1995, todo el documento.	1-8 9
Y	US 6051194 A (PEILL et al.) 18.04.2000, todo el documento.	9
X Y	DE 19500802 A1 (UNIV KARLSRUHE) 14.12.1995, todo el documento.	1-8 9
Y	DE 29819259 U1 (CSOEGOER) 25.11.1999, todo el documento.	9
X Y	US 4656141 A (BIRKS et al.) 07.04.1987, todo el documento.	1-8 9
Y	US 5875384 A (PEILL et al.) 23.02.1999, todo el documento.	9

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe

02.04.2004

Examinador

M. Fluvià Rodríguez

Página

1/1