

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 677 144**

21 Número de solicitud: 201631716

51 Int. Cl.:

**G01N 21/00** (2006.01)

**G01N 21/75** (2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A1

22 Fecha de presentación:

**30.12.2016**

43 Fecha de publicación de la solicitud:

**30.07.2018**

56 Se remite a la solicitud internacional:

**PCT/ES2017/070861**

71 Solicitantes:

**CONSEJO SUPERIOR DE INVESTIGACIONES  
CIENTIFICAS (100.0%)  
C/ SERRANO 117  
28006 MADRID ES**

72 Inventor/es:

**JIMENEZ RELINQUE, Eva y  
CASTELLOTE ARMERO, Marta**

74 Agente/Representante:

**PONS ARIÑO, Ángel**

54 Título: **DISPOSITIVO PORTÁTIL DE MEDIDA DE ACTIVIDAD FOTOCATALÍTICA Y PROCEDIMIENTO DE MEDIDA DE ACTIVIDAD FOTOCATALÍTICA**

57 Resumen:

Dispositivo portátil de medida de actividad fotocatalítica y procedimiento de medida de actividad fotocatalítica

La presente invención se refiere a un dispositivo portátil de medida de actividad fotocatalítica para su aplicación en agentes con propiedades fotocatalíticas que realiza la evaluación de la fotodegradación mediante indicadores orgánicos e inorgánicos coloreados, en contacto con el agente objetivo, activando el proceso fotocatalítico con un sistema de iluminación controlado, donde el dispositivo portátil de medida de actividad fotocatalítica que comprende un sistema integrado con detectores de medida de color y un sistema de iluminación adaptado a su uso en diferentes situaciones. La invención se refiere además a un procedimiento de medida de actividad fotocatalítica llevado a cabo con el dispositivo anterior.

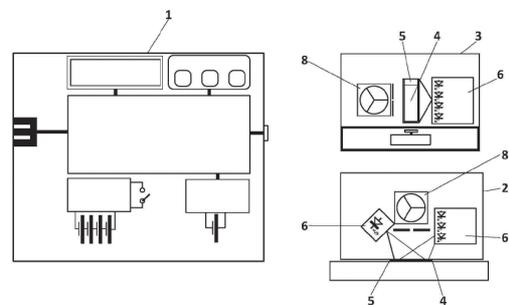


FIG. 1

**DISPOSITIVO PORTATIL DE MEDIDA DE ACTIVIDAD FOTOCATALITICA Y  
PROCEDIMIENTO DE MEDIDA DE ACTIVIDAD FOTOCATALITICA**

**DESCRIPCION**

5

**OBJETO DE LA INVENCION**

La presente invención se refiere a un dispositivo portátil de medida de actividad fotocatalítica para su aplicación en agentes con propiedades fotocatalíticas que realiza la evaluación de la fotodegradación mediante indicadores orgánicos e inorgánicos coloreados, en contacto con el agente objetivo, activando el proceso fotocatalítico con un sistema de iluminación controlado.

El objeto de la presente invención es un dispositivo portátil de medida de actividad fotocatalítica que comprende un sistema integrado con detectores de medida de color y un sistema de iluminación adaptado a su uso en diferentes situaciones. Otro objeto de la invención es un procedimiento de medida de actividad fotocatalítica.

**ANTECEDENTES DE LA INVENCION**

20

- Las tintas indicadoras de actividad fotocatalítica son colorantes preferentemente orgánicos que en contacto con un agente fotocatalítico muestran un cambio o la desaparición de su color debido a que reaccionan con las especies activas formadas en la superficie del fotocatalizador durante el proceso de activación del mismo con radiación ultravioleta o visible. El seguimiento de esa evolución cromática permite identificar la presencia de un fotocatalizador heterogéneo y medir su actividad. Dos de las tintas más usadas con este fin son la rodamina B (RhB) por su disminución de la intensidad de la coordenada  $a^*$ (rosa) y el resazurin (Rz) que muestra un cambio de color de azul a rosa.

30

Para ello, se utilizan modelos cromáticos como el CIE  $L^*a^*b^*$  (CIELAB) o el RGB para poder visualizar las medidas realizadas.

El modelo CIE  $L^*a^*b^*$  (CIELAB) es el modelo cromático usado normalmente para describir todos los colores que puede percibir el ojo humano. El eje  $L^*$  es el de

luminosidad (lightness) y va de 0 (negro) a 100 (blanco). Los otros dos ejes de coordenadas son  $a^*$  y  $b^*$ , y representan variación entre rojizo-verdoso, y amarillento-azulado, respectivamente. Aquellos casos en los que  $a^* = b^* = 0$  son acromáticos; por eso el eje  $L^*$  representa la escala acromática de grises que va de blanco a negro.

5

El método RGB es un modelo cromático que se basa en la descomposición del color en los tres colores primarios: el rojo, el verde y el azul, (R = Red, G = Green, B = Blue, sus nombres en inglés, de ahí el nombre del método). Los distintos métodos RGB para definir colores se basan en la cantidad o intensidad que tiene un color determinado, de cada uno de los colores primarios.

10

Definir un color en RGB es por tanto definir la cantidad de mezcla de los tres colores primarios que hace falta para conseguir ese color. Por lo tanto un color definido en RGB tendrá siempre tres números que lo definen. El primero corresponderá al color rojo, el segundo al verde, y el tercero al azul. El RGB decimal, la escala de representación más generalizada usa una escala para cada número que va del 0 al 255, siendo el 0 la ausencia de color y el 255 el máximo de color.

15

Se conocen en el estado de la técnica los dispositivos de medida de actividad fotocatalítica de materiales sólidos mediante el acoplamiento de diferentes sistemas de medición a un sistema de irradiación diseñado.

20

Entre los anteriores dispositivos se encuentra el descrito en la solicitud internacional WO2006077169 relativo a un dispositivo de medida de actividad fotocatalítica de un material fotoactivado con una fuente de radiación que incluye una sonda de medición con un cabezal de medición, donde durante la medición el cabezal reacciona al ser posicionado a una cierta distancia del material a medir por medio de una tinta indicadora.

25

Sin embargo, los dispositivos anteriores pueden dar lugar a falsos negativos o medidas subestimadas de la actividad fotocatalítica del material porque solo es capaz de evaluar el efecto de las especies activas con un tiempo de vida lo suficientemente alto como para transferirse desde la superficie activada hasta la sonda de detección o tinta indicadora.

30

35

El dispositivo portátil de medida de actividad fotocatalítica de la presente invención presenta una configuración que permite solventar todos los inconvenientes anteriores proporcionando un dispositivo que permite su uso en distintas situaciones sin depender de la composición de la sustancia o material a analizar.

5

## **DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION**

La presente invención se refiere a un dispositivo portátil de medida de actividad fotocatalítica para su aplicación en agentes con propiedades fotocatalíticas que realiza la evaluación de la fotodegradación mediante indicadores orgánicos e inorgánicos coloreados, en contacto con el agente objetivo, activando el proceso fotocatalítico con un sistema de iluminación controlado.

El dispositivo portátil de medida de actividad fotocatalítica comprende una unidad de control conectada a un detector que comprende unos sensores de color que detectan la luz reflejada por una tinta indicadora en contacto con el agente con propiedades fotocatalíticas, donde el detector está configurado para estar en contacto directo con el agente con propiedades fotocatalíticas.

El dispositivo portátil de medida de actividad fotocatalítica comprende además un sistema de iluminación del agente con propiedades fotocatalíticas, preferentemente de nivel de intensidad seleccionable, preferentemente UV, Visible o IR.

El dispositivo comprende además unos medios de visualización donde el operador puede visualizar las medidas realizadas, preferentemente en modo RGB o CIELAB.

El dispositivo portátil de medida de actividad fotocatalítica de la presente invención es capaz de distinguir los niveles de actividad fotocatalítica en función de los cambios de coloración de las sustancias orgánicas/inorgánicas en contacto con cualquier agente fotocatalítico en estado sólido, líquido o suspensión. El dispositivo puede ser configurado para el muestreo continuo de agentes fotocatalíticos activados, adecuado para su uso en el laboratorio mediante preferentemente conexión USB o mediante una batería sobre el terreno, donde en este último caso puede almacenar las medidas realizadas en una memoria interna.

35

Así configurado, el dispositivo portátil de medida de actividad fotocatalítica permite llevar a cabo:

- 1) mediciones simples del color de la tinta indicadora en contacto con el agente fotocatalítico usando luz blanca, realizando las medidas de forma continua, que pueden almacenarse en la memoria interna, y
- 2) monitorizaciones de la evolución del color de la tinta indicadora en contacto con el agente fotocatalítico activando luz UV o visible según el tipo de fotodegradación que se desee.

De esta manera, el dispositivo portátil de medida de actividad fotocatalítica así configurado presenta las siguientes ventajas:

- está totalmente automatizado integrado por un sistema electrónico de medición acoplado a un sistema de iluminación, lo cual permite una lectura inmediata de la fotoactividad de un agente fotocatalítico.
- permite la medida de agentes en estado sólido, líquido o en suspensión.
- permite llevar a cabo un uso flexible de la fuente de radiación proporcionada, ya sea radiación UV o VIS, de la longitud de onda máxima y de la intensidad de radiación que es modulable.
- permite llevar a cabo la medición en laboratorio o in situ.

La invención se refiere también a un procedimiento de medida de actividad fotocatalítica mediante el dispositivo portátil de medida anteriormente descrito que comprende:

- una etapa de puesta en contacto directo del detector con el agente con propiedades fotocatalíticas, y
- una etapa de medida de la actividad fotocatalítica basada en la variación de color de la sonda indicadora.

El equipo determina la variación de color de la sonda debido al proceso de degradación fotocatalítico en función del porcentaje de degradación de la sonda durante la fotoactivación del material fotocatalítico (raíz cuadrada de los cuadrados de las diferencias entre las señales L, a y b medidas y las del ciclo inicial), constante de tiempo en segundos coordenadas color L\*, a\* y b\*; (labtau(s) y abtau(s)) y el tiempo en segundos en el que la sonda se degrada en un 90% considerando las coordenadas de color L\*, a\* y b\* (Lab90% y ab90%), siendo tau(s) la unidad de tiempo para definir un

proceso exponencial como es el caso del cambio de color de una sonda indicadora durante la fotoactivación.

5 Con el procedimiento de medida así definido se evitan los falsos negativos o medidas subestimadas de la actividad fotocatalítica del material porque permite llevar a cabo una detección completa de las especies activas formadas en la superficie del fotocatalizador que son las responsables de la fotoactividad del mismo con independencia de su tiempo de vida o su posibilidad de difusión en el aire. De esta manera, además se asegura la reproducibilidad y precisión de las medidas. También  
10 permite evaluar parámetros superficiales del agente fotocatalítico que afectan directamente a la fotoactividad resultante (rugosidad, porosidad).

Además, al llevar a cabo una etapa de medida por contacto directo es posible determinar especies que se difunden en el aire.

15

### **BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS**

La Figura 1 muestra un diagrama de bloques del dispositivo portátil de medida de actividad fotocatalítica según la presente invención.

20

Las Figura 2a y 2b muestran un ejemplo de los resultados obtenidos de la variación de color de una sonda indicadora mediante la fotoactivación de un material fotocatalítico, donde la figura 2a) muestra un ejemplo de resultados de los valores de coordenadas de color  $L^*$ ,  $a^*$  y  $b^*$  (CIE $L^*$ , CIE $a^*$  y CIE $b^*$ ) y cálculo del porcentaje de degradación de la sonda durante la fotoactivación del material fotocatalítico (raíz cuadrada de los cuadrados de las diferencias entre las señales L, a y b actuales y las del ciclo inicial) y la Figura 2b) muestra valores de la variación de color o distancia (raíz cuadrada de los cuadrados de las diferencias entre las señales L, a y b actuales y las del ciclo inicial).  
Dlabmax: distancia máxima coordenadas color  $L^*$ ,  $a^*$  y  $b^*$ ; Dabmax: distancia máxima  
30 coordenadas color  $a^*$  y  $b^*$ ; Labtau(s) : constante de tiempo en segundos coordenadas color  $L^*$ ,  $a^*$  y  $b^*$ ; abtau(s) : constante de tiempo en segundos coordenadas color  $a^*$  y  $b^*$ ; Lab90% tiempo en segundos en el que la sonda se degrada en un 90% considerando las coordenadas de color  $L^*$ ,  $a^*$  y  $b^*$ ; ab90% tiempo en segundos en el que la sonda se degrada en un 90% considerando las coordenadas de color  $a^*$  y  $b^*$ ;

35

## REALIZACIÓN PREFERENTE DE LA INVENCION

A continuación se procederá a describir de manera detallada el dispositivo portátil de medida de actividad fotocatalítica de la presente invención.

5

El dispositivo portátil de medida de actividad fotocatalítica comprende una unidad de control (1) conectada a un detector (2, 3) que comprende unos sensores de color (8), preferentemente para las componentes roja (R), verde (G) y azul (B), de la luz reflejada por una tinta indicadora (4) en contacto con un agente con propiedades fotocatalíticas (5), donde el detector (2, 3) está configurado para estar en contacto directo con el agente con propiedades fotocatalíticas (5).

10

En este ejemplo de realización, el detector puede ser un detector para agentes sólidos (2) o un detector para agentes líquidos o en suspensión (3) dispuestos en una cubeta.

15

El dispositivo comprende un sistema de iluminación (6), preferentemente Ultravioleta UV o Visible VIS, de niveles seleccionables, donde el detector (2, 3) permite llevar a cabo mediciones de actividad fotocatalítica en sólidos o líquidos/suspensiones.

20

Preferentemente el sistema de iluminación comprende varios emisores de luz para las medidas en agente líquido o en suspensión, o sólido respectivamente.

25

La iluminación UV utilizada puede corresponder a cualquier longitud de onda, preferiblemente 365 nm y su intensidad de irradiación puede ser modificada de 0 a 30 W/m<sup>2</sup>. La iluminación Visible utilizada tiene una longitud de onda desde 400 nm hasta 700 nm y permite seleccionar los niveles de potencia de cada componente (rojo, verde, azul) así como la generación de luz blanca necesaria para la medición correcta del color.

30

El dispositivo comprende además unos medios de visualización donde el operador puede visualizar las medidas realizadas, preferentemente en modo RGB o CIELAB. Estos medios de visualización (7) son una pantalla LCD.

35

En caso de que el detector sea un detector para agentes sólidos (2), el procedimiento de medida de actividad fotocatalítica mediante el dispositivo portátil de medida

comprende las siguientes etapas:

- una etapa de conexión del detector para agentes sólidos (2) a la unidad de control (1),
- una etapa de puesta en contacto directo del detector para agentes sólidos (2) con el agente con propiedades fotocatalíticas (5) basada en la variación de color de la sonda indicadora,
- una etapa de medida de la actividad fotocatalítica.

En caso de que el detector sea un detector para agentes líquidos o en suspensión (3), el dispositivo de medida comprende además un agitador magnético y una barra magnética, donde el procedimiento de medida de actividad fotocatalítica mediante el dispositivo portátil de medida comprende las siguientes etapas:

- una etapa de puesta en contacto de la tinta (4) con el agente con propiedades fotocatalíticas (5) dispuesto en una cubeta basada en la variación de color de la sonda indicadora,
- una etapa de conexión del detector para agentes líquidos (3) a la unidad de control (1),
- una etapa de puesta en contacto directo del detector para agentes líquidos (3) con el agente con propiedades fotocatalíticas (5),
- una etapa de disposición del detector para agentes líquidos o en suspensión (3) sobre el agitador magnético,
- una etapa de introducción de la barra magnética en la cubeta de medida
- una etapa de activación del agitador magnético,
- una etapa de medida de la actividad fotocatalítica.

25

**REIVINDICACIONES**

- 1.- Dispositivo portátil de medida de actividad fotocatalítica que comprende una unidad de control (1) conectada a un detector (2, 3) que comprende a su vez unos  
5 sensores de color (8) que detectan la luz reflejada por una tinta indicadora (4) en contacto con un agente con propiedades fotocatalíticas (5) caracterizado por que el detector (2, 3) está configurado para estar en contacto directo con el agente con propiedades fotocatalíticas (5).
- 10 2.- Dispositivo portátil de medida de actividad fotocatalítica según reivindicación 1 caracterizado por que comprende un sistema de iluminación (6) de niveles seleccionables.
- 3.- Dispositivo portátil de medida de actividad fotocatalítica según reivindicación 2  
15 caracterizado por que el sistema de iluminación (6) es UV, tiene una longitud de onda variable y una intensidad de irradiación modificable de 0 a 30 W/m<sup>2</sup>.
- 4.- Dispositivo portátil de medida de actividad fotocatalítica según reivindicación 2  
20 caracterizado por que el sistema de iluminación (6) es Visible, tiene una longitud de onda desde 400 nm hasta 700 nm y permite seleccionar los niveles de potencia de cada componente, así como la generación de luz blanca necesaria para la medición correcta del color.
- 5.- Dispositivo portátil de medida de actividad fotocatalítica según reivindicación 2  
25 caracterizado por que el sistema de iluminación (6) es IR.
- 6.- Dispositivo portátil de medida de actividad fotocatalítica según cualquiera de las reivindicaciones anteriores caracterizado por que comprende unos medios de visualización (7) de las medidas realizadas.  
30
- 7.- Dispositivo portátil de medida de actividad fotocatalítica según reivindicación 6 caracterizado por que los medios de visualización (7) son una pantalla LCD.
- 8.- Dispositivo portátil de medida de actividad fotocatalítica según cualquiera de  
35 las reivindicaciones anteriores caracterizado por que el detector es un detector para

agentes sólidos (2).

9.- Dispositivo portátil de medida de actividad fotocatalítica según cualquiera de las reivindicaciones anteriores caracterizado por que el detector es un detector para  
5 agentes líquidos o en suspensión (3).

10.- Dispositivo portátil de medida de actividad fotocatalítica según reivindicación 9 caracterizado por que comprende además un agitador magnético y una barra magnética,  
10

11.- Procedimiento de medida de actividad fotocatalítica mediante el dispositivo portátil de medida de cualquiera de las reivindicaciones anteriores caracterizado por que comprende:

- una etapa de puesta en contacto directo del detector (2, 3) con el agente con propiedades fotocatalíticas (5), y
  - una etapa de medida de la actividad fotocatalítica basada en la variación de color de la sonda indicadora.
- 15

12.- Procedimiento de medida de actividad fotocatalítica mediante el dispositivo portátil de medida de la reivindicación 8 caracterizado por que comprende además:  
20

- una etapa de conexión del detector para agentes sólidos (2) a la unidad de control (1), previamente a la etapa de puesta en contacto directo del detector (2) con el agente con propiedades fotocatalíticas (5) basada en la variación de color de la sonda indicadora.
- 25

13.- Procedimiento de medida de actividad fotocatalítica mediante el dispositivo portátil de medida de la reivindicación 10 caracterizado por que comprende además:

- una etapa de puesta en contacto de la tinta (4) con el agente con propiedades fotocatalíticas (5) dispuesto en una cubeta, y
  - una etapa de conexión del detector para agentes líquidos o en suspensión (3) a la unidad de control (1), previamente a la etapa de puesta en contacto directo del detector para agentes líquidos o en suspensión (3) con el agente con propiedades fotocatalíticas (5), y
  - una etapa de disposición del detector para agentes líquidos o en suspensión (3) sobre el agitador magnético,
- 30  
35

- una etapa de introducción de la barra magnética en la cubeta de medida
- una etapa de activación del agitador magnético,
- una etapa de medida de la actividad fotocatalítica,

después de la etapa de puesta en contacto directo del detector para agentes líquidos o  
5 en suspensión (3) con el agente con propiedades fotocatalíticas (5).

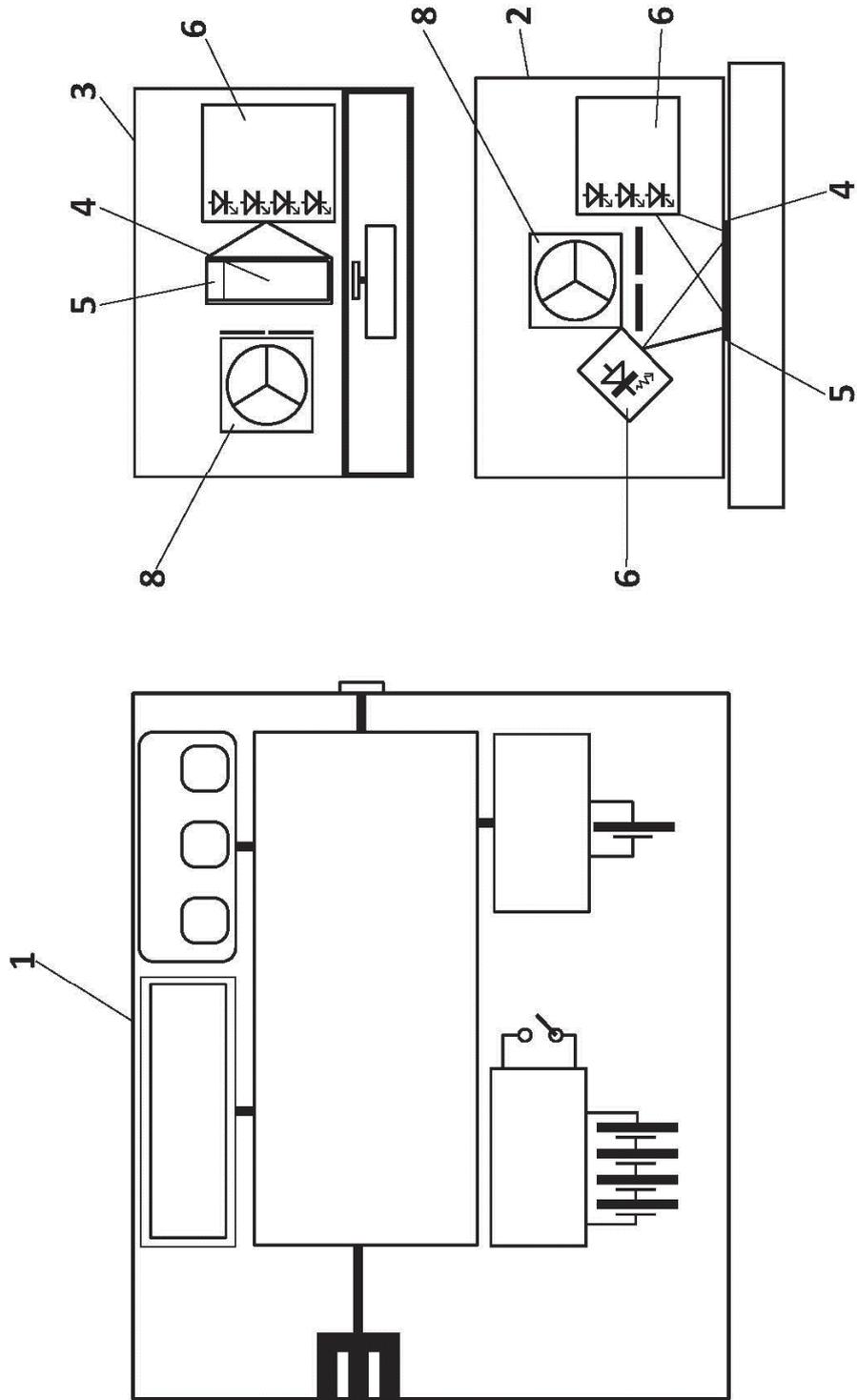


FIG. 1

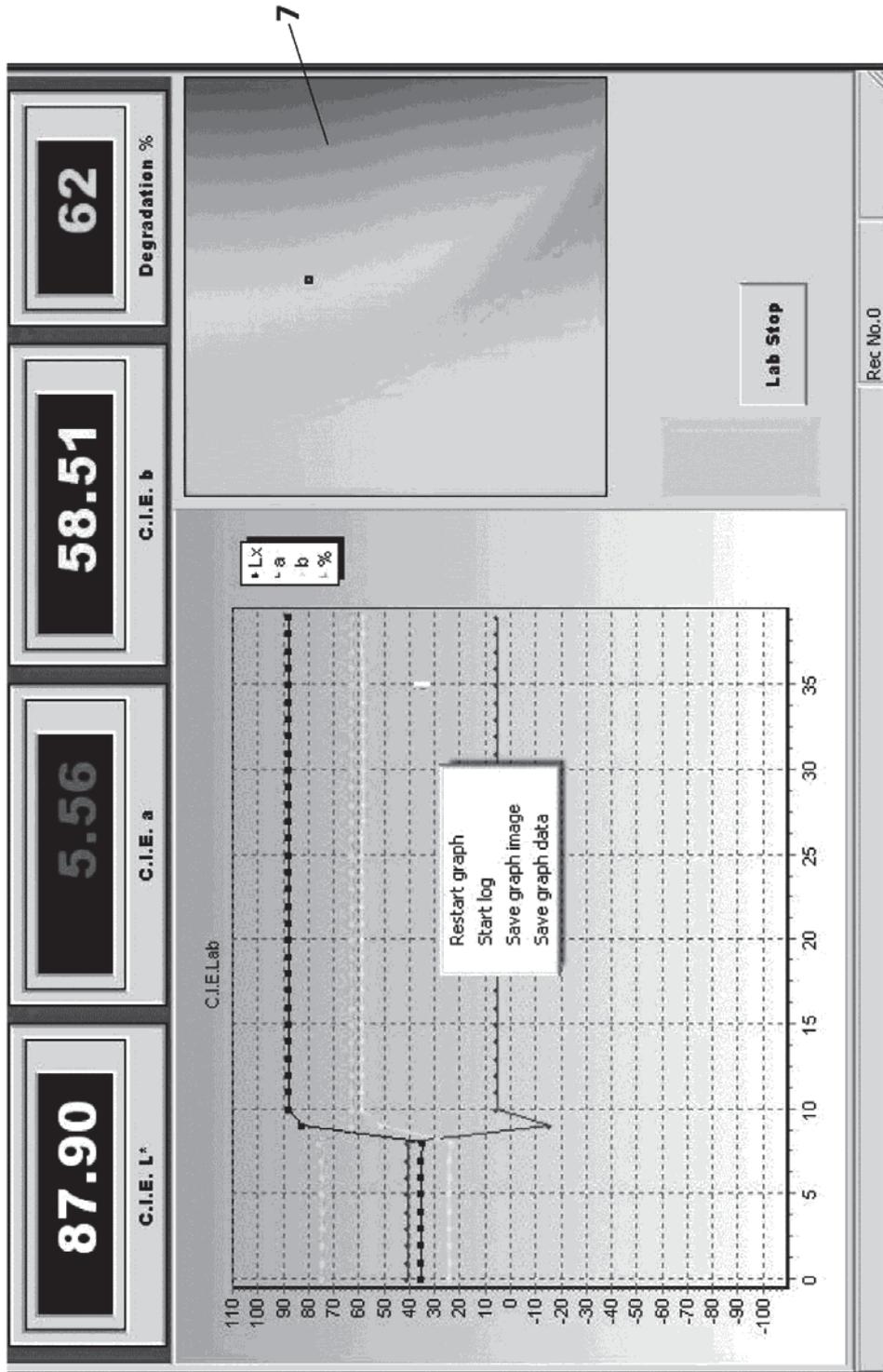


FIG. 2a

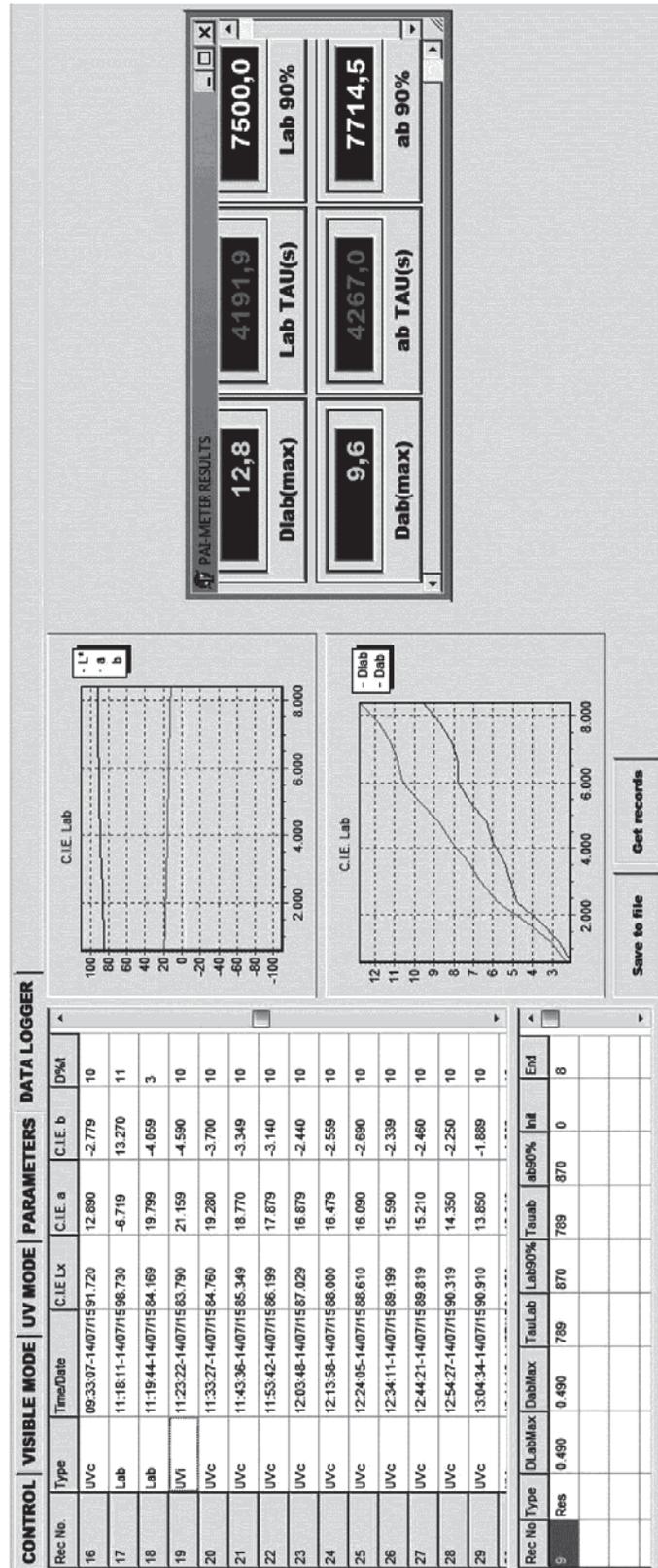


FIG. 2b