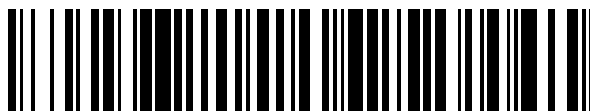


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 829 594**

51 Int. Cl.:

B01J 19/12 (2006.01)

B01J 19/24 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **30.05.2018** **PCT/EP2018/064177**

87 Fecha y número de publicación internacional: **06.12.2018** **WO18220008**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.05.2018** **E 18727800 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.08.2020** **EP 3612300**

54 Título: **Fotorreactor**

30 Prioridad:

31.05.2017 EP 17382313

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

01.06.2021

73 Titular/es:

**FUNDACIÓ INSTITUT CATALÀ D'INVESTIGACIÓ
QUÍMICA (ICIQ) (50.0%)
Avinguda Països Catalans, 16
43007 Tarragona, ES y
INSTITUCIÓ CATALANA DE RECERCA I ESTUDIS
AVANÇATS (50.0%)**

72 Inventor/es:

**LLORET-FILLOL, JULIO;
CASADEVALL SERRANO, CARLA;
LEÓN, JOSÉ, LUIS;
CALL QUINTANA, ARNAU;
CASITAS MONTERO, ALICIA;
PLA, JOAN JOSE;
PÉREZ HERNÁNDEZ, JAVIER y
CALDENTEY FRONTERA, FRANCESC, XAVIER**

74 Agente/Representante:

SÁEZ MAESO, Ana

Observaciones:

**Véase nota informativa (Remarks, Remarques o
Bemerkungen) en el folleto original publicado por
la Oficina Europea de Patentes**

ES 2 829 594 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Fotorreactor

La presente invención se refiere a un fotorreactor que comprende múltiples fuentes de luz y recipientes para las fotorreacciones, controlando la temperatura y con la posibilidad de utilizar una fuente de potencia inteligente capaz de

5 fijar diferentes intensidades de irradiación de luz.

Antecedentes de la invención

Durante los últimos años, el campo de las transformaciones fotocatalíticas ha despertado un interés creciente entre la comunidad científica. Este tipo de reacciones incluye, por ejemplo, reducción de cetonas, reacciones de activación de C-H (es decir, alquilación o arilación de enlaces C-H), generación de hidrógeno.

10 Se conocen fotorreactores como el descrito en el documento EP2923754. Este tipo de fotorreactor "continuo" está provisto de varios módulos fluidicos y de iluminación conectados por pasajes a través de los cuales pasa el fluido de un extremo al otro del dispositivo. El dispositivo de flujo continuo es útil para el tratamiento fotocatalítico de grandes volúmenes de materia, tal como en aplicaciones de tratamiento de agua. Dicho dispositivo no es adecuado para la exploración y optimización de las condiciones de un proceso fotocatalítico. También se conocen otros fotorreactores

15 por los documentos WO 2015/150838 y US 2014/0011266.

Los fotorreactores comerciales actuales no permiten un control básico, simultáneo y simple de la intensidad de la luz y la temperatura, lo que resulta en una mala reproducibilidad. Además, la ausencia de control de temperatura en uno de los dos, las reacciones o los LED, impide la implementación de LED de alta intensidad de luz por problemas derivados del sobrecalentamiento, tales como la temperatura incontrolada y la fluctuación de la intensidad de luz

20 durante el tiempo de irradiación e inestabilidad de la fuente de luz. El aumento de la intensidad de la luz mejora significativamente el rendimiento debido a la reducción de los tiempos de reacción. Esto es aún más problemático cuando se utilizan técnicas experimentales de alto rendimiento (HTET), que están intrínsecamente empaquetadas densamente, para acelerar el desarrollo y la optimización de reacciones químicas fotocatalíticas, que son muy sensibles a un amplio rango de condiciones, tales como: intensidad de la luz, longitud de onda de irradiación,

25 temperatura, concentración, disolvente, fotosensibilizador, catalizador fotoredox, cargas y proporciones, aditivos, etc. HTET es un enfoque extremadamente útil y exitoso para abordar el proceso de descubrimiento y optimización de reacciones en transformaciones catalizadas por fotoredox, ya que el número de variables para optimizarse es usualmente grande. Por ejemplo, las cargas de catalizador, cocatalizador y sustrato, aditivos, disolvente, temperatura, fuente de luz e intensidad influyen en la salida y el rendimiento catalítico, lo que lleva a un volumen típico de 1000 a

30 5000 experimentos por estudio.

Por tanto, el objeto de la presente invención es proporcionar un fotorreactor que proporcione alta intensidad de luz acelerando las reacciones y mejore la reproducibilidad de las reacciones mediante el control de la temperatura y la intensidad de la luz así como la calibración en un entorno HTET gracias a dos módulos separados, uno para las fuentes de luz y otro para los recipientes de reacción.

35 Descripción de la invención

Con el fotorreactor de acuerdo con la invención se pueden solucionar dichos inconvenientes, presentando otras ventajas que se describirán a continuación.

El fotorreactor de acuerdo con la presente invención se define en la reivindicación 1.

40 Ventajosamente, el primer módulo comprende una pluralidad de primeras carcassas y el segundo módulo comprende una pluralidad de fuentes de luz, coincidiendo la posición de las primeras carcassas con la posición de las fuentes de luz, y la capa de aislamiento térmico está provista de orificios o siendo transparente para permitir que la luz de las fuentes de luz llegue a los recipientes de reacción en dichas primeras carcassas.

Preferiblemente, el segundo módulo comprende una pluralidad de segundas carcassas, siendo cada segunda carcassa para una o más fuentes de luz, y cada segunda carcassa comprende medios de enfoque, tales como un lente.

45 Además, dicho segundo módulo también comprende un circuito de refrigeración/calefacción para regular la temperatura de las fuentes de luz.

El fotorreactor de acuerdo con la presente invención también puede comprender una fuente de potencia, preferiblemente conectada a un dispositivo de control externo, y un módulo de calibración que permite calibrar la intensidad de la luz de dicha al menos una fuente de luz, que se coloca en dicho primer módulo.

50 De acuerdo con una posible realización, el fotorreactor de acuerdo con la presente invención comprende una pluralidad de fuentes de luz montadas sobre uno o más soportes que comprenden un circuito electrónico integrado.

Preferiblemente, la fuente de luz que está comprendida en el fotorreactor de la invención es un diodo emisor de luz (LED).

Ventajosamente, el primer y segundo módulos están separados por dicha capa de aislamiento térmico, y el primer y segundo módulos y dicha capa de aislamiento térmico están preferiblemente fijados entre sí, teniendo sustancialmente la misma área.

- 5 Preferiblemente, dicha capa de aislamiento térmico se caracteriza porque tiene una conductividad térmica inferior a 0.3 vatios por metro y por Kelvin; preferiblemente inferior a 0.25 vatios por metro y por Kelvin. Un material adecuado para la capa de aislamiento térmico puede ser politetrafluoroetileno (PTFE) o policarbonato (PC).

- 10 El uso de la capa de aislamiento térmico en el fotorreactor de la invención es ventajoso ya que permite tener un sistema compacto y/o utilizar fuentes de luz de alta intensidad ya que se evita una eventual transferencia de calor del segundo módulo al primer módulo. También permite de forma ventajosa operar el primer y segundo módulo a diferentes temperaturas simultáneamente. La distancia reducida entre el módulo de fuente de luz y las reacciones, en combinación con el control de temperatura en ambos módulos, permite obtener una alta intensidad de flujo de fotones a través del módulo de reacción.

- 15 El fotorreactor de acuerdo con la presente invención mejora la reproducibilidad de las reacciones por temperatura, el control de la intensidad de luz y del flujo de fotones así como la calibración en un entorno HTET gracias a dos módulos separados, uno para las fuentes de luz y otro para recipientes de reacción.

Breve descripción de los dibujos

Para una mejor comprensión de lo divulgado, se adjuntan unos dibujos en los que, esquemáticamente y sólo a modo de ejemplo no limitativo, se muestra una realización específica.

- 20 La figura 1 es una vista en perspectiva despiezada del primer y segundo módulos y la capa de aislamiento térmico del fotorreactor de acuerdo con la presente invención;

La figura 2 es una vista en perspectiva despiezada del segundo módulo del fotorreactor de acuerdo con una realización alternativa de la presente invención.

La figura 3 es una vista esquemática del circuito de calefacción/refrigeración del primer módulo; y

- 25 La figura 4 es un diagrama de bloques de la conexión entre los módulos, la fuente de potencia, el dispositivo de control y el módulo de calibración.

Descripción de una realización preferida

Con referencia a la figura 1, el fotorreactor paralelo de la invención está formado por dos módulos independientes provistos de una pluralidad de aberturas:

- 30 - un primer módulo 1 provisto de una pluralidad de carcasas 11 para recipientes de reacción, siendo dichos recipientes de reacción preferentemente tubos colocados en las carcasas 11, teniendo el primer módulo 1 una altura suficiente para cubrir completamente la altura de los recipientes de reacción, y

- un segundo módulo 2 provisto de una pluralidad de carcasas 21 para colocar fuentes de luz, tales como LED 3, estando cada carcasa 21 provista de un lente 22 u otro medio de enfoque adecuado.

- 35 Los módulos 1, 2 están separados por una capa 5 de aislamiento térmico hecha, por ejemplo, de Teflon® o una capa de policarbonato y se fijan entre sí preferiblemente mediante tornillos. Esta capa 5 de aislamiento térmico puede comprender una pluralidad de orificios 51 (correspondientes a las carcasas 11, 21 del primer y segundo módulo 1, 2) o puede ser transparente, para permitir el paso de la luz desde los LED a los recipientes de reacción.

- 40 El primer módulo 1 comprende una pieza 13 central y dos piezas 12 laterales. La pieza 13 central puede ser de cualquier material de alta conductividad térmica, tales como metales y materiales compuestos, preferentemente aluminio. La pieza 13 central se puede recubrir adicionalmente con una capa eléctricamente aislante (obtenible mediante anodización).

La forma y el diámetro de las dimensiones de las carcasas 11 que alojan los recipientes de reacción deben adaptarse a la forma de los recipientes de reacción. Se prefieren las carcasas cilíndricas cuando el recipiente de reacción es un matraz o un vial. En tal caso, el diámetro de la carcasa corresponde al diámetro del recipiente de reacción.

- 45 La altura del primer módulo 1 debe ser suficiente para cubrir la altura de las soluciones de reactantes y reactivos en los recipientes de reacción. Normalmente, el tamaño de los recipientes de reacción puede tener un rango de 250 microlitros a 250 ml, mientras que la altura del recipiente de reacción puede variar de 0.5 cm a 30 cm. Normalmente, la altura del primer módulo 1 está entre 1 cm y 20 cm (preferiblemente entre 1 y 5 cm).

- 50 La pieza 13 central del primer módulo 1 comprende además un par de conectores 14 (conectores de entrada y salida) que permiten que un líquido de refrigeración/calefacción entre/salga de un circuito 15 de refrigeración/calefacción de la pieza 13 central. Un líquido de refrigeración/calefacción fluye a través del circuito de refrigeración/calefacción de la

pieza 13 central de tal manera que cada carcasa 11 está rodeada por uno o más canales del líquido de refrigeración/calefacción que fluye.

Como se muestra en la figura 3, en una realización preferida, el líquido de refrigeración/calefacción fluye desde el conector 14 de entrada a través de un canal que recorre toda la longitud de la pieza 13 central, luego gira 90° y gira otros 90° una vez pasada la carcasa 11 más cercana para recorrer toda la longitud de la pieza 13 central, y repitiendo esta secuencia hasta llegar al conector 14 de salida.

A esta pieza 13 central se puede fijar una tapa (no mostrada en los dibujos) (por ejemplo, atornillando) evitando posibles fugas del sistema de refrigeración/calefacción. Puede colocarse una junta de sellado entre la pieza 13 central y la tapa y/o entre la pieza 13 central y las piezas 12 laterales.

La tapa puede estar hecha de cualquier material que no sufra una exposición prolongada al fluido de refrigeración/calefacción, tal como plásticos y metales. Normalmente, la tapa está hecha de aluminio.

El segundo módulo 2 también comprende una pieza 23 central y dos piezas 22 laterales. Las características de la pieza 23 central son similares a las de la pieza 13 central para el primer módulo 1 (materiales, sistema de refrigeración, dimensiones) y las características de las piezas 22 laterales son similares a las de las piezas 12 laterales del primer módulo 1 (materiales, fijación).

Se puede colocar una junta de sellado entre la pieza 23 central y las piezas 22 laterales.

Cada carcasa 21 en el segundo módulo 2 comprende medios 24 de enfoque. Los medios 24 de enfoque pueden consistir en un lente hecho de vidrio o plástico montado sobre un soporte de plástico que se puede colocar en una carcasa 21. En este diseño, se usa un adhesivo conductor térmico, tal como una resina epoxi, para fijar el lente 24 dentro de la carcasa 21.

En cada carcasa 21 se fija al menos una fuente de luz, tal como un LED, (1 a 10 LED, preferiblemente 1 a 3 LED, para regular la intensidad de la luz), utilizando un adhesivo termoconductor, tal como una resina epoxi. Cada LED está conectado a través de alambres eléctricos a una fuente 6 de potencia externa.

Ventajosamente, dado que el segundo módulo 2 incluye un circuito 25 de refrigeración/calefacción equivalente al circuito 15 del primer módulo 1, se pueden utilizar LED de alta potencia. Los LED se pueden conectar eléctricamente en serie o en paralelo. Los LED comprendidos en la misma fila/columna forman un "canal", estando cada canal conectado a un transformador, y en donde cada canal se puede controlar de forma independiente a través de la fuente 6 de potencia, lo que permite controlar la intensidad de la irradiación de la luz.

La fuente 6 de potencia puede comprender además un emisor/receptor inalámbrico (por ejemplo, por Bluetooth®) que permite el control remoto de cada transformador que alimenta los canales a través de un dispositivo 7 de control inalámbrico externo (ordenador, teléfono móvil, tableta, etc.) y una interfaz de software adecuada.

En una realización alternativa, la pieza 23 central del segundo módulo 2 puede comprender al menos un soporte 26 que comprende un circuito electrónico integrado que conecta posiciones de contacto donde se montan una o más fuentes de luz, tales como LED. En este caso, los medios 24 de enfoque se montan encima de las posiciones de contacto.

En este diseño, el soporte 26 representa un canal y se conecta a la fuente 6 de potencia mediante cableado eléctrico estándar y un conector multipin incrustado en la pieza 23 central del segundo módulo 2. Cada canal se conecta al conector multipin mediante alambres eléctricos.

La fuente 6 de potencia es una fuente de potencia que incluye un número de canales que corresponde al número de filas o columnas en el fotorreactor, con baja salida de ondulación y control de hardware. La fuente 6 de potencia tiene la capacidad de regular de forma independiente la intensidad de corriente y las salidas de tensión de diferentes canales. Este control evita el daño de los LED pero también permite ajustar y calibrar la intensidad de luz final de los LED. Asimismo, se implementa un protocolo de encendido de canal para evitar daños en los LED. Esta fuente de potencia se puede controlar/programar a través de USB o Bluetooth®.

El fotorreactor de acuerdo con la presente invención puede comprender además un módulo 8 de calibración colocado encima del primer módulo 1 y eventualmente separado del primer módulo 1 a través de una capa de separación (no mostrada en los dibujos) hecha de un material transparente (vidrio, PC, PMMA, plexiglás) y que comprende para cada carcasa 11 o fila/columna de carcasas 11 un sistema de medición de la intensidad de la luz que combina un fotodiodo calibrado, que mide la intensidad de la luz, un convertidor analógico digital que convierte el valor de la intensidad de la corriente en un valor digital, y un microcontrolador, que controla la adquisición de datos y la comunicación con el PC/tableta y un escudo Bluetooth® para comunicaciones.

El dispositivo está diseñado para medir la intensidad de la luz de uno o más LED y/o la intensidad de corriente real aplicada a cada LED.

5 Opcionalmente, los módulos 1, 2 primero y segundo y la capa 3 de aislamiento térmico se pueden colocar en una caja seca para evitar la condensación y también se pueden someter a agitación mediante medios de agitación convencionales, preferiblemente un agitador orbital y cuentas de vidrio para asegurar una agitación igual en todas las posiciones y maximizar el paso de luz a través de la solución, ya que la agitación magnética con barras magnéticas produce sombras y conduce a una agitación no homogénea.

El funcionamiento del fotorreactor de acuerdo con la presente invención es el siguiente.

10 En primer lugar, el módulo 8 de calibración lleva a cabo un paso de calibración. Para ello, el módulo 8 de calibración se coloca en el primer módulo 1 y se enciende el fotorreactor. El módulo 8 de calibración controla que la intensidad de luz adecuada llegue a las muestras en los recipientes de reacción y, si es necesario, cambia los parámetros para proporcionar la intensidad de luz adecuada. Este paso de calibración no se lleva a cabo cada vez que se opera el fotorreactor, sino de acuerdo con intervalos predeterminados tales como, por ejemplo, una vez por semana.

El funcionamiento del fotorreactor comienza colocando los recipientes de reacción dentro de las carcasas 11 del primer módulo 1 y encendiendo los LED en el segundo módulo 2.

15 El usuario puede controlar, por ejemplo, mediante un dispositivo 7 externo (tableta o teléfono inteligente) la temperatura y la intensidad de la luz para mejorar la reproducibilidad de las reacciones.

Aunque se hace referencia a una realización específica de la invención, es evidente para un experto en la técnica que los detalles citados pueden ser sustituidos por otros técnicamente equivalentes, sin apartarse del ámbito de protección definido por las reivindicaciones adjuntas.

REIVINDICACIONES

1. Fotorreactor, que comprende al menos una carcasa (11) para al menos un recipiente de reacción y al menos una fuente de luz para iluminar dicho al menos un recipiente de reacción, en donde el fotorreactor comprende:
 - un primer módulo (1) provisto de dicha al menos una carcasa (11) para al menos un recipiente de reacción y que comprende un circuito (15) de refrigeración/calefacción para regular la temperatura de dicho al menos un recipiente de reacción;
 - un segundo módulo (2) provisto de dicha al menos una fuente de luz; y
 - una capa (5) de aislamiento térmico colocada entre el primer módulo (1) y el segundo módulo (2);caracterizado porque los módulos (1, 2) primero y segundo y dicha capa (5) de aislamiento térmico están fijados entre sí, y porque los módulos (1, 2) primero y segundo y dicha capa (5) de aislamiento térmico tienen sustancialmente la misma área y en donde los módulos (1, 2) primero y segundo están separados por dicha capa (5) de aislamiento térmico.
2. Fotorreactor de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el primer módulo (1) comprende una pluralidad de primeras carcasas (11) y el segundo módulo (2) comprende una pluralidad de fuentes de luz, coincidiendo la posición de las primeras carcasas (11) con la posición de las fuentes de luz, y la capa (5) de aislamiento térmico provista de orificios (51) o transparente para permitir que la luz de las fuentes de luz llegue a los recipientes de reacción en dichas primeras carcasas (11).
3. Fotorreactor de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en donde el segundo módulo (2) comprende una pluralidad de segundas carcasas (21), siendo cada segunda carcasa (21) para una o más fuentes de luz.
4. Fotorreactor de acuerdo con la reivindicación 3, en donde cada segunda carcasa (21) comprende medios (24) de enfoque, tales como un lente.
5. Fotorreactor de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, en donde este comprende una pluralidad de fuentes de luz montadas sobre uno o más soportes (26) que comprenden un circuito electrónico integrado.
6. Fotorreactor de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en donde dicho segundo módulo (2) comprende un circuito (25) de refrigeración/calefacción para regular la temperatura de las fuentes de luz.
7. Fotorreactor de acuerdo con la reivindicación 6, en donde el circuito (25) de refrigeración/calefacción comprendido en dicho segundo módulo es un circuito para un fluido líquido.
8. Fotorreactor de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-7, en donde al menos una fuente de luz es un diodo emisor de luz.
9. Fotorreactor de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-7, que comprende además una fuente (6) de potencia.
10. Fotorreactor de acuerdo con la reivindicación 9, en donde dicha fuente (6) de potencia está conectada a un dispositivo (7) de control externo.
11. Fotorreactor de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-10, que comprende además un módulo (8) de calibración para calibrar la intensidad de la luz de dicha al menos una fuente de luz.
12. Fotorreactor de acuerdo con la reivindicación 11, en donde el módulo (8) de calibración se coloca sobre dicho primer módulo (1).
13. Fotorreactor de acuerdo con la reivindicación 1, en donde dicha capa (5) de aislamiento térmico tiene una conductividad térmica inferior a 0.3 vatios por metro y por Kelvin.
14. Fotorreactor de acuerdo con la reivindicación 1, en donde dicha capa (5) de aislamiento térmico consiste en politetrafluoroetileno (PTFE) o policarbonato (PC).

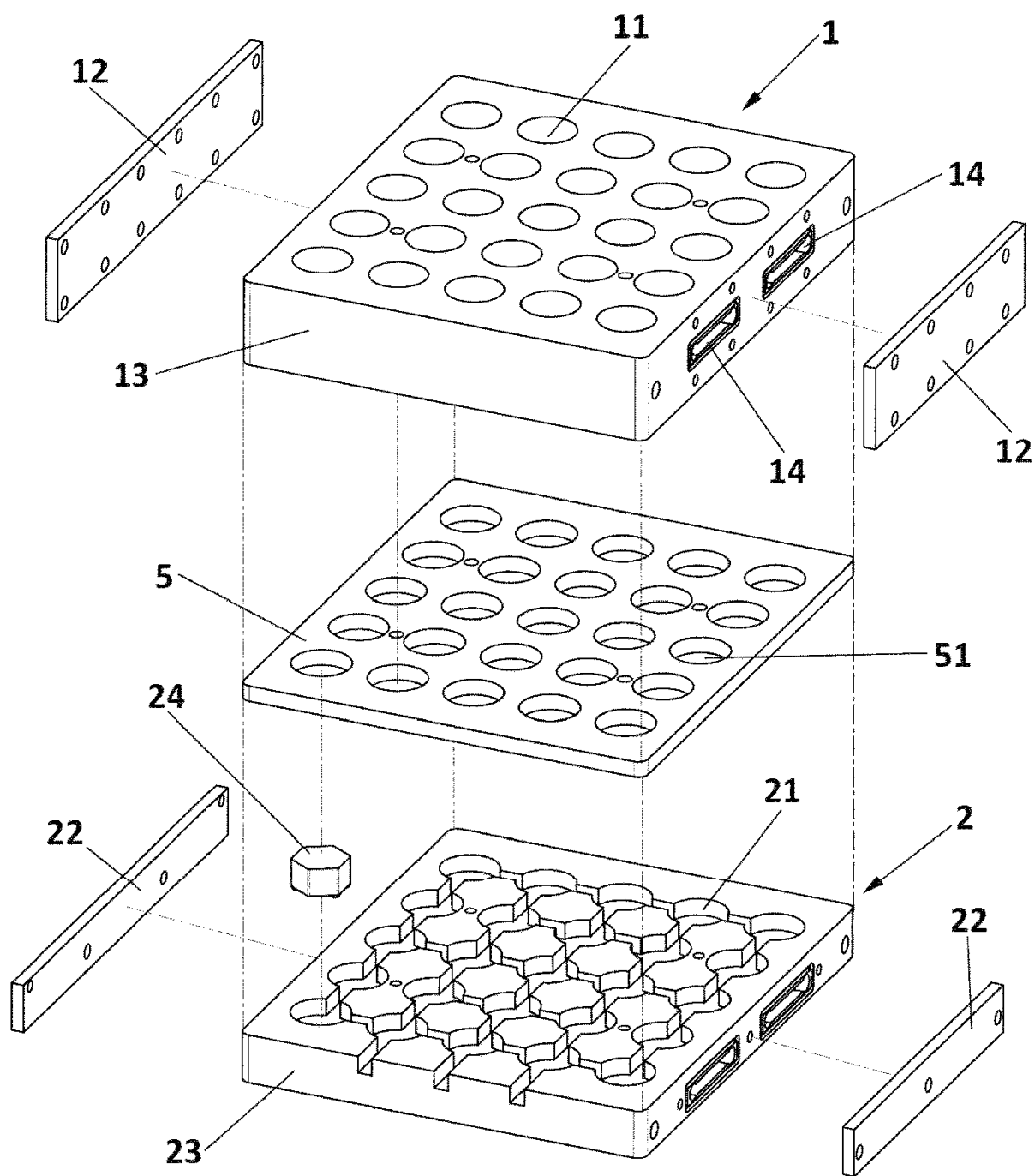
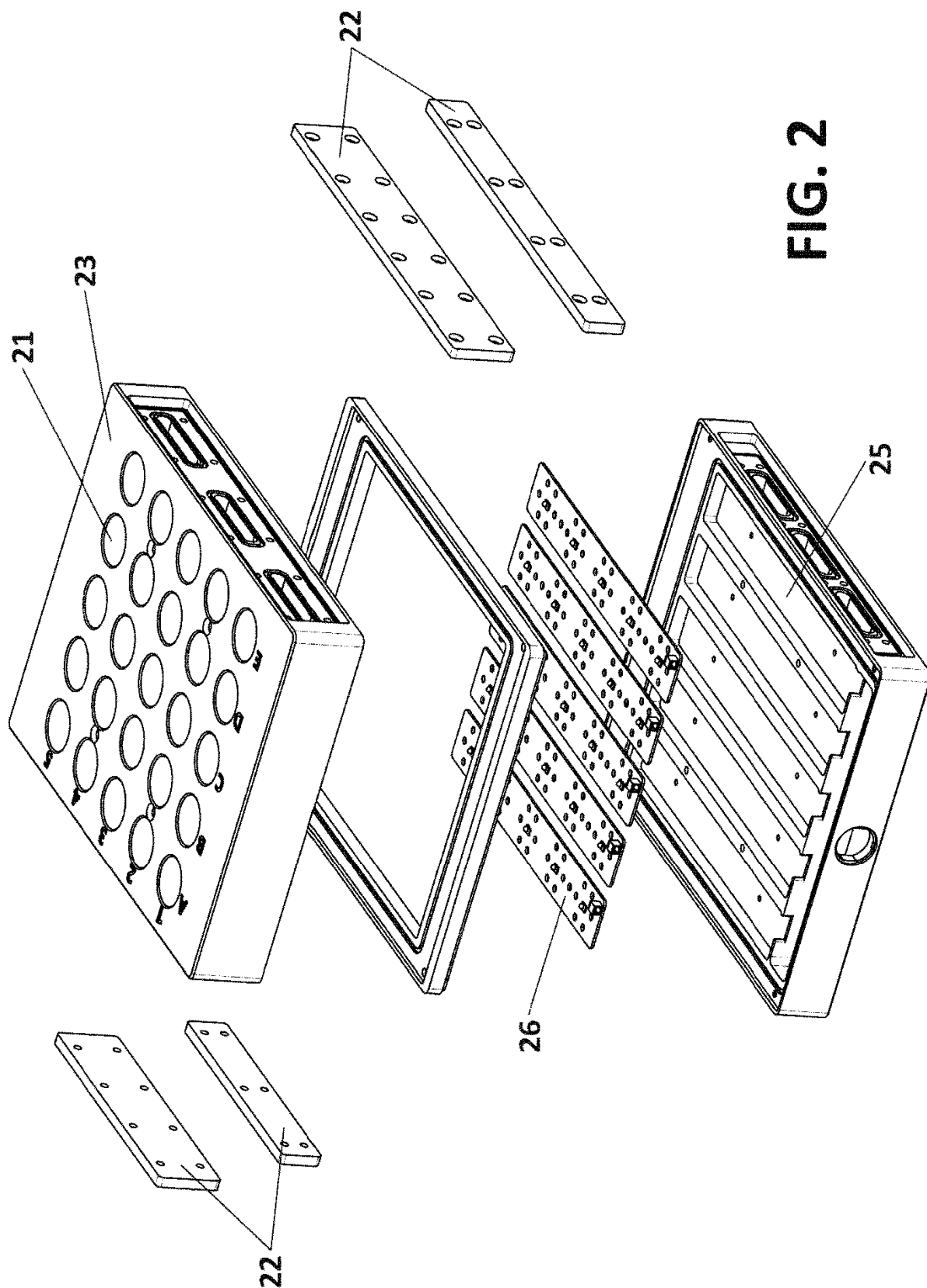


FIG. 1



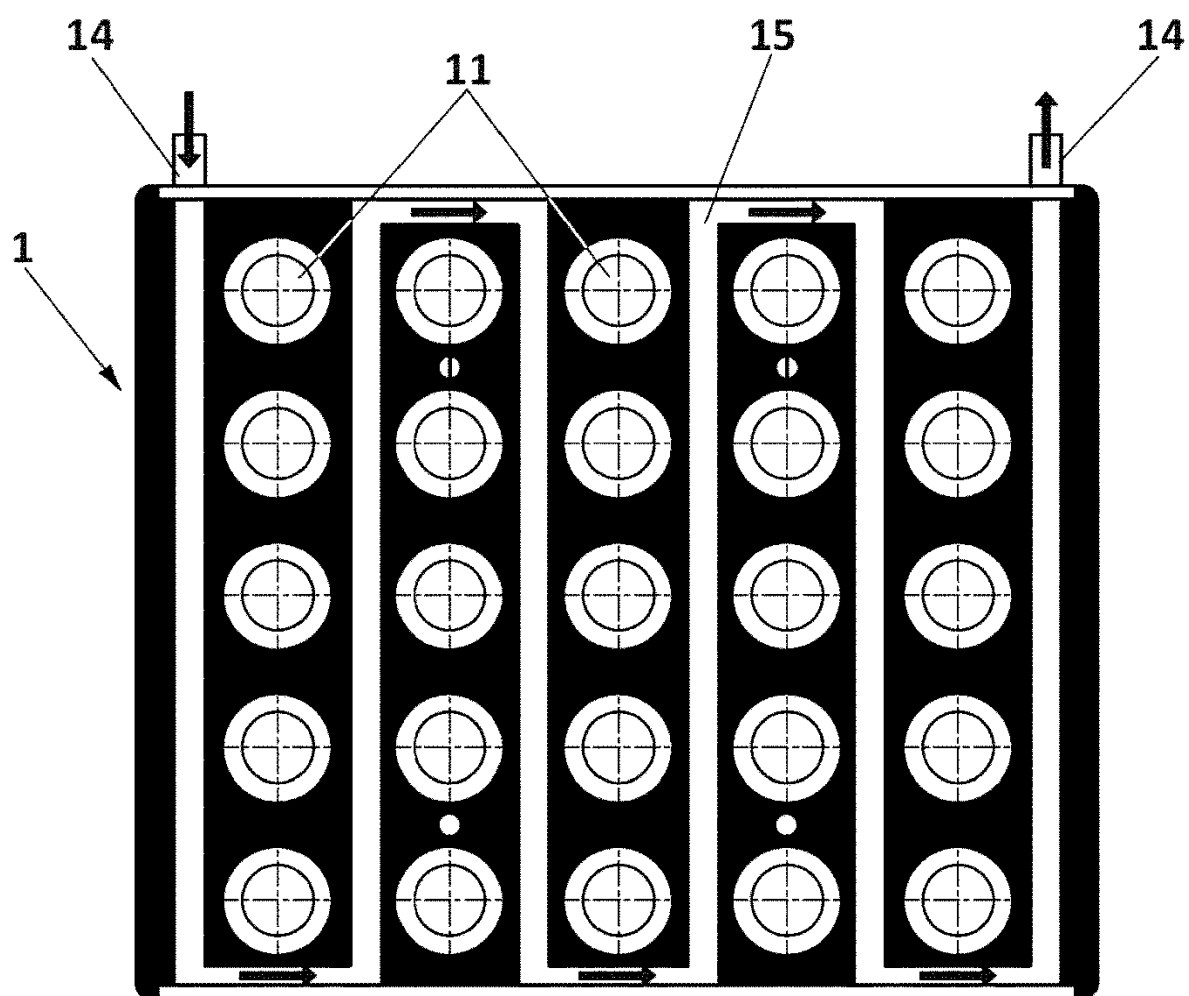


FIG. 3

FIG. 4

