

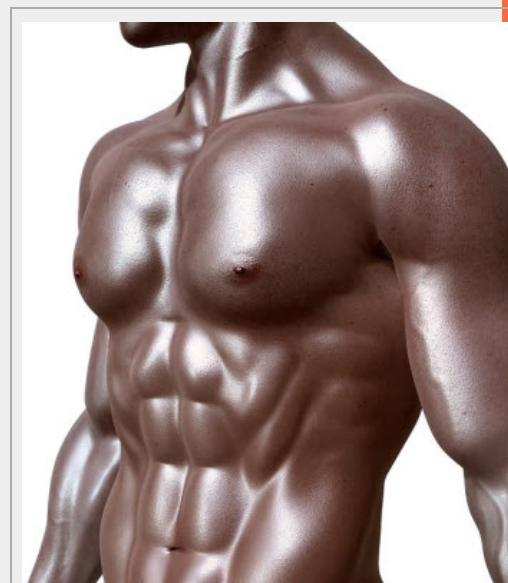
# MÉTODO Y DISPOSITIVO QUE PERMITE IRRADIAR DIRECTAMENTE, BIEN DE FORMA SIMULTÁNEA, CONSECUTIVA O ALTERNATIVAMENTE UNA MUESTRA CON RADIACIÓN DE MICROONDAS Y/O ULTRASONIDOS

## CONTACT DETAILS:

Relaciones con la Empresa  
Oficina de Transferencia de Resultados de la Investigación-OTRI  
Universidad de Alicante  
Tel.: +34 96 590 99 59  
Email: [areaempresas@ua.es](mailto:areaempresas@ua.es)  
<http://innoua.ua.es>

## ABSTRACT

Investigadores españoles e italianos han desarrollado un dispositivo para irradiar muestras sólidas o líquidas con microondas (MW) y/o ultrasonidos (US). El dispositivo permite al operario irradiar muestras simultáneamente, consecutivamente o alternativamente con ambos tipos de energía, pero siempre directamente sobre la muestra. El sistema puede ser usado para mejorar y reducir el tiempo consumido en la preparación de la muestra en las determinaciones analíticas. El dispositivo ha sido probado con éxito en la determinación rápida y eficiente de la DQO (Demanda Química de Oxígeno). Los investigadores están interesados en transferir el diseño y el proceso de fabricación del dispositivo a empresas involucradas en instrumentación analítica, así como diseñar y fabricar este dispositivo tan específico para cualquier empresa/institución que esté interesada

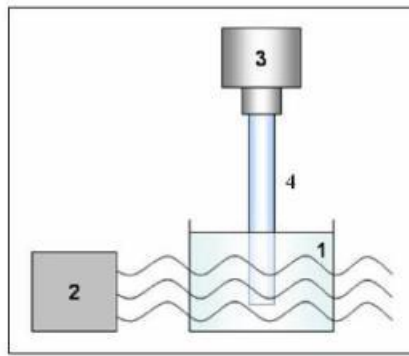


## TECHNICAL DESCRIPTION

El sistema está formado por un dispositivo capaz de irradiar directamente una muestra con microondas (MW) y/o ultrasonidos (US). Las microondas y los ultrasonidos se pueden usar simultáneamente o alternativamente. Con muestras sólidas, se consigue tener la muestra en disolución mediante digestión o extracción. Con muestras líquidas, se pueden realizar extracciones líquido-líquido con los reactivos extractantes adecuados.

El sistema está formado por tres partes fundamentales, que se muestran en la figura 1:

1. Recipiente que contiene la muestra sólida o líquida (1)
2. Fuente de microondas. La radiación es dirigida hacia la muestra (2)
3. Generador de ultrasonidos (3), con un sonotrodo de vidrio (4) transparente a las microondas.

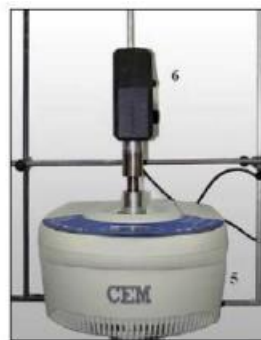


**Figura 1.** Dispositivo para irradiar directamente muestras sólidas y/o líquidas, con microondas y ultrasonidos.

El sistema permite irradiar directamente muestras sólidas o líquidas con microondas y ultrasonidos. Ambas radiaciones pueden ser emitidas simultáneamente, alternativamente o de forma consecutiva

La mezcla de reacción contiene la muestra sólida o líquida y los reactivos necesarios para llevar a cabo la reacción química deseada (p.ej. digestión, extracción, síntesis). El recipiente con la mezcla de reacción se introduce en la cavidad para microondas, donde será irradiada durante un período fijo de tiempo. Es posible irradiar simultáneamente con ultrasonidos introduciendo un cilindro de vidrio (sonotrodo) en un agujero de 4 cm hecho en la cavidad para microondas. Este cilindro (sonotrodo) es resistente química y mecánicamente, así como transparente a la microondas. Éste se introduce directamente en la mezcla de la reacción y el generador de ultrasonidos se enciende. De este modo, es posible irradiar la muestra directa y simultáneamente con ambos tipos de energía.

Para evitar que las microondas escapen durante el funcionamiento del sistema, es importante insertar un anillo metálico sobre el agujero donde se inserta el sonotrodo. Este anillo actúa como un filtro para las microondas evitando lesiones en el operario.



**Figura 2.** Sistema para irradiar microondas y ultrasonidos simultáneamente, consecutivamente o alternativamente, de forma directa sobre muestras sólidas o líquidas con ambos tipos de energía. (5) Sistema de microondas; (6) Sistema de ultrasonidos.

Para el montaje de dicho dispositivo, se han usado dos equipos comerciales: un sistema de microondas y otro de ultrasonidos. Las características técnicas de ambos sistemas se muestran en la Tabla 1.

**Tabla 1.** Especificaciones técnicas de ambos sistemas.

	Sistema de microondas	Sistema de ultrasonidos
Marca	CEM	Dr Hielscher
Modelo	Discover	UP 200 S
Potencia	300 W	200 W
Frecuencia	2455 MHz	24 kHz
Sonotrodo	*****	Vidrio (12 mm diámetro)

## TECHNOLOGY ADVANTAGES AND INNOVATIVE ASPECTS

### PRINCIPALES VENTAJAS

Este dispositivo asegura las siguientes propiedades:

- Facilidad de manejo.
- Seguridad.
- Efectividad.

El sistema ofrece una configuración novedosa que permite usar el dispositivo en un amplio rango de aplicaciones. Además, el sistema permite reducir el tiempo de reacción, así como el consumo de muestra. Es de fácil manejo y totalmente automatizable.

#### ASPECTOS INNOVADORES

Ahora mismo, hay productos alternativos a esta tecnología disponibles en el mercado: es posible irradiar muestras simultáneamente con microondas y ultrasonidos, pero no directamente sobre la muestra. En los dispositivos anteriores, mientras se irradia la muestra directamente con microondas, se irradia indirectamente con ultrasonidos usando un medio líquido que transfiere los ultrasonidos

Por tanto, la principal novedad de este dispositivo es que permite irradiar simultáneamente o alternativamente un sólido o líquido, pero siempre directamente sobre la muestra. Con este sistema, es posible mejorar la eficiencia de los procesos químicos (extracciones líquido-líquido, sólido-líquido o líquido-gas, digestión de muestras sólidas, reacciones de síntesis de nuevos productos, por ejemplo, fármacos o materiales, etc.).

#### CURRENT STATE OF DEVELOPMENT

Un prototipo de laboratorio está actualmente disponible para llevar a cabo pruebas. Hay un prototipo en funcionamiento y se han llevado a cabo con éxito diferentes tests.

#### MARKET APPLICATIONS

Hay un gran número de aplicaciones analíticas donde la preparación de la muestra es el paso más crítico. Es un paso que consume mucho tiempo y donde suceden los mayores errores del proceso

La determinación de la DQO (Demanda Química de Oxígeno) es una de esas aplicaciones. El método convencional es tedioso y tiene algunos problemas. Resulta difícil oxidar completamente ciertos compuestos, por ejemplo, la piridina. Con la radiación simultánea y directa con microondas y ultrasonidos, es posible reducir el tiempo de oxidación, así como mejorar la eficiencia en la oxidación de ciertos compuestos (Tabla 2).

Tabla 2. Valores de DQO y precisión obtenidos con diversos sistemas

e tratamiento de la muestra.\*

Número de replicados: n=5.

# Tiempo de irradiación: 1 minuto.

@ Recuperación

Este sistema se puede aplicar a la determinación de la DQO u otras extracciones, digestiones o procesos de síntesis química. Puede ser muy útil en áreas tales como biotecnología, agroalimentación, química, residuos, farmacia y cosmética.

#### COLLABORATION SOUGHT

Se busca un acuerdo para licenciar la patente o los conocimientos de fabricación (Know-how) con el objetivo de transferir los derechos respecto al uso fabricación o comercialización del dispositivo

El Departamento de Química Analítica de la Universidad de Alicante busca dos tipos de cooperación:

- Transferir el diseño y los conocimientos para fabricar el dispositivo a aquellas empresas involucradas en instrumentación analítica que puedan

estar interesadas en su fabricación/marketing.

- Diseñar y fabricar este dispositivo particular para cualquier empresa/institución que esté interesada.

#### INTELLECTUAL PROPERTY RIGHTS

El Dr. Antonio Canals del Departamento de Química Analítica, Nutrición y Bromatología de la Universidad de Alicante, es propietario del diseño y del proceso de fabricación de este dispositivo protegido bajo la patente:

Compuesto	Valor teórico	Método clásico			Método por microondas cerrado			Método por microondas abierto número 1 (Star system 2, CIEM)			Método por ultrasonidos <sup>2</sup>			Método por microondas abierto número 2 (Discover, CIEM) <sup>2</sup>			Método combinado microondas-ultrasonidos <sup>2</sup>		
		COD (mg/L)	COD (mg/L)	RSD (%)	R <sup>2</sup> (%)	COD (mg/L)	RSD (%)	R <sup>2</sup> (%)	COD (mg/L)	RSD (%)	R <sup>2</sup> (%)	COD (mg/L)	RSD (%)	R <sup>2</sup> (%)	COD (mg/L)	RSD (%)	R <sup>2</sup> (%)	COD (mg/L)	RSD (%)
Piridina	66,05	12,1	4,2	12	20,0	18,0	27	20,8	11,8	21	51,4	0,0	02	45,0	13,3	46	74,2	0,2	76

- P200600502: "Método y dispositivo que permite irradiar directamente bien de forma simultánea, consecutiva o alternativamente una muestra con radiación de microondas y/o ultrasonidos".

P200600502: "Método y dispositivo que permite irradiar directamente, bien de forma simultánea, consecutiva o alternativamente una muestra con radiación de microondas y/o ultrasonidos".

## RESEARCH GROUP PROFILE

Esta tecnología ha sido desarrollada por investigadores del Departamento de Química Analítica, en la Universidad de Alicante. Uno de los principales intereses científicos del equipo de investigación que ha desarrollado el dispositivo es sugerir nuevos métodos de análisis y prototipos de instrumentación basado en la radiación de microondas y energía de ultrasonido. En este sentido, el equipo ha publicado seis artículos sobre el uso de la radiación de microondas y la radiación de ultrasonido como una manera de reducir el tiempo de reacción en la medición de DQO de aguas residuales:

1. Cuesta, A.; Todolí, J.L. and Canals, A. "Flow Injection Method for the Rapid Determination of Chemical Oxygen Demand based on Microwave Digestion and Chromium Speciation in Flame Atomic Absorption Spectrometry". *Spectrochimica Acta*, 51B, 1791-1800 (1996).
2. Cuesta, A.; Todolí, J.L.; Mora, J. and Canals, A., "Rapid Determination of Chemical Oxygen Demand by a Semi Automated Method Based on Microwave Sample Digestion, Chromium(VI) Organic Solvent Extraction and Flame Atomic Absorption Spectrometry". *Analytica Chimica Acta*, 372, 399-409 (1998).
3. Beltra, A.P.; Iniesta, J.; Gras, L.; Gallud, F.; Montiel, V.; Aldaz, A. and Canals, A., "Development of a fully automatic microwave assisted chemical oxygen demand (COD) measurement device", *Instrumentation Science & Technology*, 31, 249-259 (2003).
4. Canals, A. and Hernández, M.R., "Ultrasound-assisted method for determination of chemical demand", *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 374, 1132-1140 (2002).
5. Canals, A.; Cuesta, A.; Gras, L. and Hernández, M.R., "New ultrasound assisted chemical oxygen demand determination", *Ultrasonics Sonochemistry*, 9, 143-149 (2002).
6. Domini, C.E.; Hidalgo, M.; Marken, F. and Canals, A., "Comparison of three optimised digestion methods for rapid determination of chemical oxygen demand: closed microwaves, open microwaves and ultrasound irradiation", *Analytica Chimica Acta*, 561, 210-217 (2006).

## MARKET APPLICATION (2)

Contaminación e Impacto Ambiental  
Tecnología Química