





OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

 $\bigcirc\hspace{-0.8em} \bigcirc\hspace{-0.8em}$ Número de publicación: $2 \ 322 \ 730$

21) Número de solicitud: 200600428

(51) Int. Cl.:

G01N 11/00 (2006.01)

G01N 21/00 (2006.01)

G01N 23/00 (2006.01)

G01N 31/00 (2006.01)

G01N 33/00 (2006.01)

(12) SOLICITUD DE PATENTE

A1

22 Fecha de presentación: 23.02.2006

(1) Solicitante/s: Universidad de Alcalá Plaza de San Diego, s/n 28801 Alcalá de Henares, Madrid, ES

(43) Fecha de publicación de la solicitud: 25.06.2009

1 Inventor/es: Bustamante Gutiérrez, Irene;
López Espí, Pablo;
Alpuente Hermosilla, Jesús;
Pérez Cisneros, Juan Ángel;
Hernández Sánchez, Julio;
Quintana Pérez, José Antonio;
Vera López, María Soledad;
Sanz García, Juana María y
López Ferreras, Francisco

(43) Fecha de publicación del folleto de la solicitud: 25.06.2009

(74) Agente: No consta

(54) Título: Sistema y sensor óptico sumergible para el análisis en continuo de la concentración de nitrato en agua.

(57) Resumen:

Sistema y sensor óptico sumergible para el análisis en continuo de la concentración de nitrato en agua.

Se detalla y reivindica la utilización de una sonda consistente en una fuente de luz, un analizador óptico, conexiones de fibra óptica y un sensor sumergible compuesto por un sistema de lentes para el guiado de la luz en el medio acuático. Su aplicación es la medida de concentración de nitrato en aguas continentales, oceánicas y residuales, empleando técnicas espectrofotométricas en el ultravioleta.

DESCRIPCIÓN

Sistema y sensor óptico sumergible para el análisis en continuo de la concentración de nitrato en agua.

5 Sector de la técnica

Este sistema de análisis y control de la contaminación del agua por nitrato se inscribe dentro del sector de la tecnología de Ingeniería medioambiental, así como en la correspondiente al diseño y tecnología de Sensores Remotos. El sistema es de aplicación a la medida de concentración de nitrato en aguas subterráneas y superficiales, supone un avance evidente en la determinación analítica de la concentración de nitrato, dado que permite realizar una determinación en continuo, en tiempo real e *in situ*, de la concentración de este analito.

Estado de la técnica

20

50

55

60

En la actualidad, la medida de concentraciones de nitrato en agua se realiza extrayendo la muestra del medio en que se encuentre y de manera discontínua.

Los sistemas existentes hasta el momento se basan en diversas técnicas como análisis espectrofotométricos, electrodos selectivos de iones, colorimetría y cromatografía líquida.

El estado de la técnica actual no permite la determinación in situ, en continuo y sin extracción de muestra.

La invención que se propone aporta la integración de sus elementos en un único dispositivo.

El diseño del nuevo sensor permite la medida de la concentración de nitrato a través del estudio de la respuesta de la muestra en el ultravioleta mediante algoritmos de programación evolutiva.

Explicación de la invención

En el año 1991, se aprueba la Directiva 91/676/CEE, relativa a la protección de las aguas contra la contaminación por nitratos utilizados en la agricultura. En ella se establece como criterio de afección para las aguas subterráneas, concentraciones mayores de 50 mg/L de nitratos.

En el año 2000, se aprueba la Directiva 2000/60/UE por la que se establece un marco comunitario de actuación en el ámbito de la política de aguas. Dentro de las estrategias para la prevención y control de la contaminación de las aguas subterráneas (artículo 17), se propone la adopción de las medidas para prevenir y controlar la contaminación de las aguas subterráneas en lo referente al buen estado químico, el cual debe controlarse al menos con análisis de oxígeno disuelto, pH, conductividad, *nitratos* y amonio. El informe considera que la Directiva mantiene toda su actualidad y no debe reformarse, por lo que propone, entre otras, aumentar el control *in situ*.

Los nitratos disueltos en agua presentan una respuesta espectral selectiva en longitud de onda, alcanzando el máximo de absorción en la zona del ultravioleta (210 a 230 nm.). El valor de la absorción está relacionado con la concentración de nitratos presente en el agua. El resto de compuestos que pudieran estar presentes contribuyen a enmascarar la respuesta en el rango de longitudes de ondas anteriormente citadas (interferencia). Esto hace inadecuada la estimación de la concentración a partir de la medida a una única longitud de onda.

El sistema que se propone está constituido por:

- Fuente de luz de deuterio-halógeno capaz de cubrir la región del espectro en el intervalo de longitudes de onda desde 200 hasta 800 nm. (UltraVioleta-Visible), con tensión de alimentación continua (5V) y salida de la señal óptica según conectores SMA.
- 2. Analizador óptico de espectros sensible en el rango de longitudes de onda anterior, con entrada óptica en conectores SMA, alimentación continua (5V) y salida de datos en paralelo.
- 3. Cables de conexión de fibra óptica de 400 micras de diámetro con conectores de tipo SMA.
- 4. Sensor óptico sumergible consistente en un conjunto de lentes dispuestas para el guiado de la luz, a través del agua a medir, en el rango de longitudes de onda descrito anteriormente y con un camino óptico de 10 mm.
- 5. Equipo hardware tipo PC conectado al analizador óptico para obtención de los datos medidos por éste y en el que se ejecuta un programa que contiene un algoritmo de programación evolutiva para el análisis de la respuesta en transmisión obtenida en el analizador óptico a partir de un conjunto de patrones del analito de concentración conocida, constituyendo todo ello un sistema experto.

Descripción de los dibujos

El sistema descrito se conecta según indica la figura 1:

La señal óptica de salida de la fuente de luz (1) se conecta directamente al sensor (2) mediante un cable de conexión de fibra óptica (3). Esta señal óptica es guiada por un conjunto de lentes dispuestas en el sensor para formar un camino óptico de 10 mm, durante el cual se produce la absorción de luz, debida a la presencia del nitrato, hasta su salida del sensor. Esta salida se conecta mediante otro cable de fibra óptica (4) hasta el analizador óptico (5). La respuesta de este analizador es un conjunto de datos en paralelo que se lleva mediante un cable eléctrico de datos (6) hasta un ordenador (7) que dispone del programa que contiene el algoritmo de programación evolutiva construido para la determinación de la concentración de nitrato.

El sensor diseñado se ajusta al esquema de la figura 2a y 2b:

La figura 2a, representa como la señal óptica procedente de la fuente se incorpora al sensor a través del latiguillo (1) y se dirige mediante la lente (2) hacia el prisma (3) atravesando por primera vez el agua a medir. Se produce la reflexión de la luz en el mencionado prisma (3), volviendo a atravesar el agua a medir y acoplándose, a través de la lente (4) en el latiguillo de salida (5) que la dirige hacia el analizador óptico.

La figura 2b representa el aspecto final del conjunto una vez encapsulado en un cilindro estanco y el orificio (6) por el que accede el agua al sistema descrito en la figura 2a.

Las figuras 3, 4 y 5 representan el proceso de análisis de los datos: el espectro de la señal óptica recibida a través de la muestra de la que se quiere determinar la concentración de nitrato, se analiza, empleando un algoritmo de programación evolutiva, a partir de su comparación con la respuesta espectral de muestras conocidas de distintas concentraciones de nitrato (patrones). Estos patrones se obtienen inicialmente en el laboratorio y son necesarios para la calibración de la sonda.

El proceso ideado para medir la concentración de nitrato en agua que emplea técnicas espectrofotométricas en el ultravioleta, sigue las siguientes fases:

- a) Obtención de la respuesta espectral de la muestra proporcionada por el sensor diseñado, sumergido en la solución a medir (figura 3).
- b) Para cada patrón, mediante un algoritmo de programación evolutiva, se encuentran los pesos de ajuste que minimizan el error cuadrático medio de la diferencia entre la muestra a estimar y la respuesta del patrón (figura 4).
- c) Una vez realizado lo anterior, de entre todos los patrones, el que corresponde con la concentración de nitratos de la muestra es el que presenta menor error (figura 5).
- Figura 1: Diseño básico del sistema de medida en continuo de nitratos
- Figura 2a y 2b: Esquemas del sensor de nitrato
- Figura 3: Respuesta Espectral de la muestra a medir
- Figura 4: Conjunto de patrones
- Figura 5: Resultado de la adaptación de la muestra al patrón

Modo de realización

El sistema descrito ha sido diseñado para su instalación en sondeos y en cauces fluviales. El sensor debe quedar permanentemente sumergido, siendo indiferente que tanto la fuente como el analizador óptico queden sumergidos.

La alimentación del sistema puede ser mediante baterías incorporadas al mismo o a través de un cable eléctrico. Una vez alimentado se produce la toma de medidas de manera continua.

Para la extracción de datos se ha de conectar el sistema descrito a un PC, que contenga el algoritmo de programación evolutiva descrito anteriormente y que presenta el dato de la concentración. La extracción de datos también se puede realizar mediante un recolector de datos para su análisis posterior en un PC.

Aplicación industrial

65

30

35

40

45

Con el sistema desarrollado es posible determinar de manera automática y en continuo, la concentración de nitratos en el agua, tal y como exige la directiva europea 2000/60/UE.

El sistema puede ser fabricado industrialmente y comercializado en el mercado por empresas de sensores, electrónica, bienes equipo, etc.

Los usuarios finales serían aquellos organismos y empresas dedicados al control y gestión del agua, tales como Confederaciones Hidrográficas, empresas de abastecimiento, ingenierías, etc.

REIVINDICACIONES

- 1. Sistema y sensor óptico sumergible para el análisis en continuo de la concentración de nitrato en agua, **caracterizado** por la utilización e un sensor óptico, una fuente de luz en el rango del ultravioleta-visible, un analizador óptico en dicho rango y un equipo PC para análisis de datos.
- 2. Sistema y sensor sumergible para el análisis en continuo de la concentración de nitrato en agua, según la reivindicación 1, que se **caracteriza** porque el sensor está formado por un conjunto de lentes para el guiado de la luz a través de una muestra de agua, de la que se quiere conocer su concentración en nitrato.
- 3. Sistema y sensor sumergible para el análisis en continuo de la concentración de nitrato en agua, según la reivindicación 1 y 2, que comprende la disposición de una fuente de luz y un analizador ópticos, conectados al sensor mediante fibra óptica.
- 4. Sistema y sensor sumergible para el análisis en continuo de la concentración de nitrato en agua, según la reivindicación 1, 2 y 3, **caracterizado** porque incorpora un equipo hardware conectado al analizador que obtiene la concentración de nitrato en el agua mediante un algoritmo de programación evolutiva a partir de un conjunto de patrones.
- 5. Sistema y sensor sumergible para el análisis en continuo de la concentración de nitrato en agua, según la reivindicación 1, 2, 3 y 4, **caracterizado** porque es de aplicación industrial para su fabricación y utilización en los procesos de determinación de manera automática y en continuo, la concentración de nitratos en el agua.

25

30

35

40

45

50

55

60

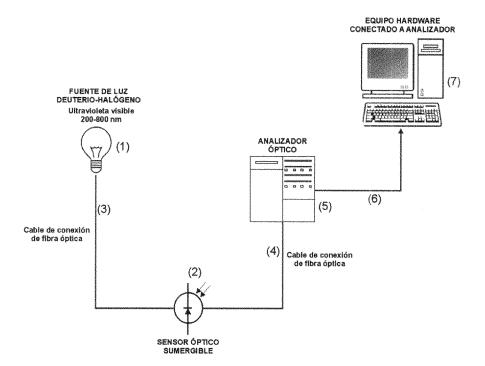


Figura 1

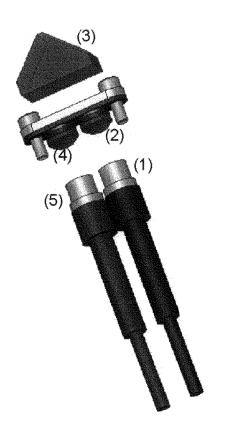
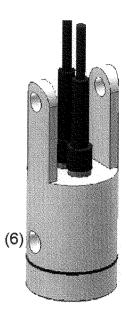


Figura 2a



at.

Figura 2b

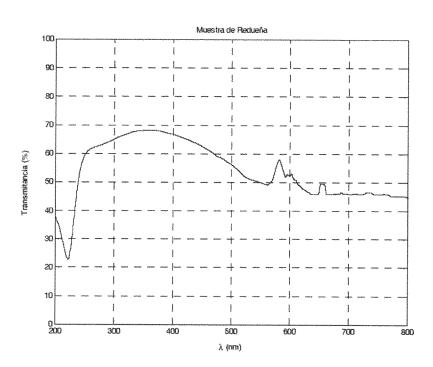


Figura 3

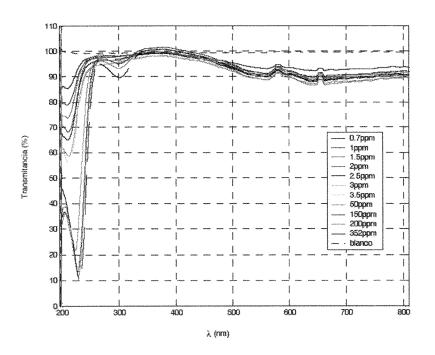


Figura 4

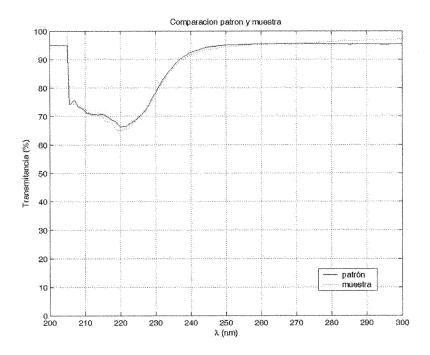


Figura 5



① ES 2 322 730

②1) Nº de solicitud: 200600428

22 Fecha de presentación de la solicitud: 23.02.2006

32) Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

(51)	Int. Cl.:	Ver hoja adicional

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	56	Documentos citados	Reivindicaciones afectadas		
Х	Selección, instalación y mant monitorización de aguas sub	1-5			
Α	A full ocean UV espectropho (R.D. PRIEN et al.) 01.01.200	tometer for nitrate for measurements 03.	1-5		
А	A low power ultra violet spect nitrate in seawater: introducti trials (MILES S. FINCHA et a		1-5		
Categori	ía de los documentos citados				
X: de parti Y: de parti misma	icular relevancia icular relevancia combinado con otro/s o categoría el estado de la técnica	O: referido a divulgación no escrita de la P: publicado entre la fecha de prioridad y la de pres de la solicitud	P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud E: documento anterior, pero publicado después de la fecha		
	nte informe ha sido realizado todas las reivindicaciones	para las reivindicaciones nº:			
Fecha de realización del informe 10.06.2009		Examinador G. Foncillas Garrido	Página 1/2		

INFORME DEL ESTADO DE LA TÉCNICA

Nº de solicitud: 200600428

CLASIFICACIÓN DEL OBJETO DE LA SOLICITUD	
G01N 11/00 (2006.01) G01N 21/00 (2006.01) G01N 23/00 (2006.01) G01N 31/00 (2006.01) G01N 33/00 (2006.01)	