

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **3 079 489**

21 Número de solicitud: 202530169

51 Int. Cl.:

G01N 21/64 (2006.01)

G01N 31/22 (2006.01)

G01N 33/22 (2006.01)

C09K 11/06 (2006.01)

B82Y 30/00 (2011.01)

C07D 401/14 (2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A1

22 Fecha de presentación:

28.02.2025

43 Fecha de publicación de la solicitud:

24.09.2026

71 Solicitantes:

**UNIVERSIDAD DE BURGOS (100,00%)
Hospital del Rey s/n
09001 Burgos (Burgos) ES**

72 Inventor/es:

**TORROBA PÉREZ, Tomás;
ABAJO CUADRADO, Irene y
REVILLA CUESTA, Andrea**

54 Título: **SOPORTE PARA LA DETECCIÓN DE TRIPERÓXIDO DE TRIACETONA (TATP) Y
PROCEDIMIENTO DE FABRICACIÓN DEL MISMO**

57 Resumen:

Soporte para la detección de Triperóxido de triacetona (TATP) y Procedimiento de fabricación del mismo.

Soporte para la detección de triperóxido de triacetona (TATP) práctico y de fácil que comprende una base laminar de vidrio, una capa de polidimetilsiloxano (PDMS), una capa de partículas de sílice y un compuesto naftaleno-1,8-dicarboxilmonoimida de detección de TATP. Procedimiento para la fabricación del soporte con las siguientes etapas: provisión de una base laminar de vidrio, limpieza con etanol, gas limpio y seco a un recubridor por centrifugación, deposición sobre la base laminar de vidrio de PDMS, introducción de la base laminar de vidrio con PDMS en el recubridor por centrifugación, actuación del recubridor por centrifugación en vacío, deposición de la capa de partículas de sílice, curado en horno, adsorción del compuesto naftaleno-1,8-dicarboxilmonoimida sobre la capa de sílice.

ES 3 079 489 A1

DESCRIPCIÓN

SOPORTE PARA LA DETECCIÓN DE TRIPERÓXIDO DE TRIACETONA (TATP) Y PROCEDIMIENTO DE FABRICACIÓN DEL MISMO

5

CAMPO TÉCNICO DE LA INVENCION

La presente invención se engloba en el campo de la detección de agentes oxidantes, en concreto, explosivos oxidantes como el triperóxido de triacetona (TATP).

10

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

El triperóxido de triacetona (TATP) es un poderoso explosivo de fácil preparación y difícil rastreo por parte de los perros detectores de explosivos que se sintetiza directamente a partir de materiales de partida fácilmente disponibles, por lo que se utiliza frecuentemente en la preparación de los denominados artefactos explosivos improvisados (IED, según sus siglas en inglés para “Improvised Explosive Device”). Sublima fácilmente a temperatura ambiente, pero, debido a la falta de grupos nitro aromáticos, su presencia en la fase de vapor no se detecta mediante el uso de métodos comunes para explosivos. Para la detección de TATP, los métodos más comunes son la espectrometría de masas, la espectrometría de movilidad iónica y la espectroscopia multifotónica. Existen métodos opcionales que emplean cadenas de nanosensores modificados químicamente basados en dispositivos nanoeléctricos que han supuesto un avance en la detección discriminada de especies explosivas, aunque se trata de una metodología compleja. En cuanto a metodologías más simples, existen métodos ópticos portátiles basados en cadenas de sensores colorimétricos que detectan el peróxido de hidrógeno procedente de la descomposición del TATP. Métodos alternativos de detección indirecta, por detección de H_2O_2 procedente del TATP, y los procesos oxidativos vinculados a ellos, se utilizan con frecuencia para la detección fluorométrica, así como para la detección de acetona a partir de la descomposición de TATP. La detección directa de TATP también se ha logrado mediante la extinción de la fluorescencia. La detección de trazas de TATP en la fase de vapor mediante métodos colorimétricos o fluorométricos, teniendo en cuenta su volatilidad, sigue siendo un enfoque atractivo para el desarrollo de sensores químicos

para explosivos de peróxido. Algunas características como la sensibilidad y la selectividad aún no están bien abordadas. Resulta evidente que la búsqueda de una sonda fluorogénica portátil selectiva y sensible diseñada específicamente para la detección inequívoca de trazas TATP en el aire, y no la detección indirecta de sus
5 productos de descomposición, sin el empleo de grandes y costosos equipos, es un problema sin resolver.

El mismo solicitante solicitó con fecha 13/02/2023 una patente con número de solicitud P 202330107 en la que se expone un compuesto naftaleno-1,8-dicarboxilmonoimida,
10 su procedimiento de preparación, y su uso como detector de explosivos oxidantes. En dicha solicitud se expone un detector en el que se incluye dicho compuesto. Se hace necesaria una configuración concreta de un soporte, que incluya dicho compuesto, para ser práctico y usable.

15 **DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION**

La presente invención queda establecida y caracterizada en las reivindicaciones independientes, mientras que las reivindicaciones dependientes describen otras características de la misma.

20 El objeto de la invención es un soporte para la detección de triperóxido de triacetona (TATP) y el procedimiento de fabricación del mismo. El problema técnico a resolver es configurar dicho soporte y establecer las etapas de su procedimiento para constituir un soporte que sea práctico y de fácil uso en la detección de TATP mediante un
25 procedimiento fácilmente reproducible.

A la vista de lo anteriormente enunciado, la presente invención se refiere a un soporte para la detección de triperóxido de triacetona (TATP) que se caracteriza por que comprende una base laminar de vidrio sobre la que queda depositada una capa de
30 polidimetilsiloxano (PDMS), sobre ésta una capa de partículas de sílice, y sobre ésta un compuesto naftaleno-1,8-dicarboxilmonoimida de detección de TATP. La capa de PDMS actúa a modo de film polimérico para proporcionar la adhesión de los otros componentes del soporte con los que tiene contacto: la base laminar y la capa de partículas de sílice.

Así, queda configurado un soporte sólido, compacto, que proporciona un fácil uso, pues se puede incluir en cualquier tipo de dispositivo detector de TATP.

- 5 La invención es también el procedimiento para la fabricación de un soporte para la detección de triperóxido de triacetona (TATP) según se ha descrito que se caracteriza por que comprende las siguientes etapas:
- provisión de una base laminar de vidrio,
 - limpieza con etanol de la base laminar de vidrio,
 - 10 -aportación de gas limpio y seco a un recubridor por centrifugación ("spin coater", según su denominación común en inglés) mediante compresor entre 4 y 5 bar,
 - deposición sobre la base laminar de vidrio de una capa de polidimetilsiloxano (PDMS),
 - introducción de la base laminar de vidrio con PDMS en el recubridor por
 - 15 centrifugación en vacío,
 - actuación del recubridor por centrifugación con los siguientes parámetros:
 - esparcimiento: 400-600 rpm durante 1-3 segundos,
 - colado: 1000-2000 rpm durante 8-12 segundos,
 - final: 2500-3500 rpm durante 20-40 segundos.
 - 20 -deposición de una capa de partículas de sílice sobre el soporte formado en la etapa anterior,
 - curado en horno: 1,5-2,5 horas a 60-80°C,
 - adsorción del compuesto naftaleno-1,8-dicarboxilmonoimida sobre la capa de partículas de sílice formada en la etapa anterior.
 - 25
- El procedimiento incluye elementos conocidos y de probada eficacia, con lo que se consigue un procedimiento sencillo y reproducible para poder obtener el soporte con las ventajas mencionadas.

30 **EXPOSICIÓN DETALLADA DE LA INVENCION**

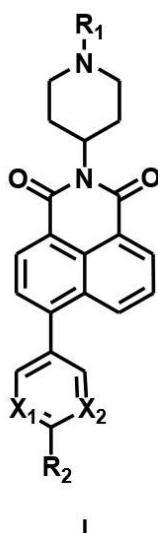
La presente invención es un soporte para la detección de triperóxido de triacetona (TATP) que comprende una base laminar de vidrio sobre la que queda depositada una capa de polidimetilsiloxano (PDMS), sobre ésta una capa de partículas de sílice, y

sobre ésta un compuesto naftaleno-1,8-dicarboxilmonoimida de detección de TATP.

El polidimetilsiloxano (PDMS) puede ser Sylgard®184 (www.sigmaaldrich.com/ES/es/product/aldrich/761036?utm_source=google&utm_medium=cpc&utm_campaign=20849242071&utm_content=158303426044&gad_source=1&gclid=Cj0KCQiAqL28BhCrARIsACYJvkcaqj_AsGMDqxTehCFTs3Qo9Jh9RFEfbybKYanqOj8dkljJpvxr8rQaAhkaEALw_wcB), compuesto conocido y de probada eficacia, en el que una proporción entre el polímero y el agente reticulante de 1:0,1 se ha probado adecuado y con buenos resultados.

10

Una opción preferente es que el compuesto naftaleno-1,8-dicarboxilmonoimida es un compuesto de fórmula estructural I



donde X_1 y X_2 representan independientemente carbono (C) o nitrógeno (N), R_1 representa hidrógeno (H) o grupo protector terc-butoxicarbonilo (^tBoc) y R_2 independientemente representa $-NH_2$, piperazina unida a grupo protector terc-butoxicarbonilo (^tBoc) o piperazina unida a hidrógeno (H), como se cita en la solicitud de patente española P 202330107 de fecha 13/02/2023 y del mismo solicitante, proporcionando una detección selectiva y ultrasensible de trazas de TATP al emitir fluorescencia inducida por agregación.

20

Dicho compuesto engloba las siguientes opciones respecto a la configuración inicial expuesta aquí arriba de fórmula estructural I, opciones incluidas en la citada solicitud

de patente española P 202330107:

- donde, se tiene la configuración inicial, X_1 o X_2 , o ambos son carbono (C);
- donde, en cualquiera de las configuraciones aquí arriba citadas, R_1 es grupo protector terc-butoxicarbonilo (^tBoc);
- 5 -donde, en cualquiera de las configuraciones aquí arriba citadas, R_2 es piperazina unida a grupo protector terc-butoxicarbonilo (^tBoc) o $-\text{NH}_2$;
- donde, en cualquiera de las configuraciones aquí arriba citadas, R_1 es hidrógeno (H);
- donde, se tiene la configuración inicial o cuando X_1 o X_2 , o ambos son carbono (C), o R_1 es hidrógeno (H), R_2 es piperazina unida a grupo protector terc-butoxicarbonilo
- 10 (^tBoc) o a hidrógeno (H);
- donde, se tiene la configuración inicial o cuando X_1 es carbono (C), X_2 es nitrógeno (N);
- donde, se tiene la configuración inicial o cuando X_1 o X_2 , o ambos son carbono (C), o X_2 es nitrógeno (N), R_1 es hidrógeno (H) o un grupo protector terc-butoxicarbonilo
- 15 (^tBoc);
- donde, se tiene la configuración inicial o cuando X_1 o X_2 , o ambos son carbono (C), o X_2 es nitrógeno (N), o R_1 es hidrógeno (H) o un grupo protector terc-butoxicarbonilo (^tBoc), R_2 es piperazina unida a hidrógeno (H) o a un grupo protector terc-butoxicarbonilo (^tBoc);
- 20 -donde, se tiene la configuración inicial o cuando X_1 o X_2 , o ambos son carbono (C), o X_2 es nitrógeno (N), o R_2 es piperazina unida a hidrógeno (H) o a un grupo protector terc-butoxicarbonilo (^tBoc), R_2 es $-\text{NH}_2$;
- donde, se tiene la configuración inicial, X_1 es nitrógeno (N);
- donde, se tiene la configuración inicial o X_1 o X_2 , o ambos son carbono (C), R_1 es
- 25 hidrógeno (H);
- donde, se tiene la configuración inicial o X_1 es nitrógeno (N) o R_1 es hidrógeno (H), R_2 es piperazina unida a hidrógeno (H) o a grupo protector terc-butoxicarbonilo (^tBoc);
- donde, se tiene la configuración inicial o X_1 es nitrógeno (N), R_1 es un grupo protector terc-butoxicarbonilo (^tBoc);
- 30 -donde, se tiene la configuración inicial o X_1 es nitrógeno (N) o R_1 es un grupo protector terc-butoxicarbonilo (^tBoc), R_2 es NH_2 o piperazina unida a un grupo protector terc-butoxicarbonilo (^tBoc).

Un detalle es que las partículas de sílice son de tamaño nanométrico, lo cual se ha

comprobado como muy adecuado. En concreto, pueden tener un tamaño entre 10 y 20 nm, tamaño que se ha comprobado que funciona correctamente.

La invención es también el procedimiento para la fabricación de un soporte para la
5 detección de triperóxido de triacetona (TATP) según las siguientes etapas:

- provisión de una base laminar de vidrio, por ejemplo mediante corte con punta de diamante de un rectángulo de 10 x 38 mm;
- limpieza con etanol de la base laminar de vidrio,
- aportación de gas limpio y seco a un recubridor por centrifugación mediante
10 compresor entre 4 y 5 bar, por ejemplo utilizando un compresor Sicolab® (duerr-technik.eu/compresor-de-laboratorio-sicolab.html);
- deposición sobre la base laminar de vidrio de una capa de polidimetilsiloxano (PDMS), de manera estática, por ejemplo utilizando una jeringa;
- introducción de la base laminar de vidrio con PDMS en el recubridor por
15 centrifugación en vacío,
- actuación del recubridor por centrifugación con los siguientes parámetros:
 - esparcimiento: 400-600 rpm durante 1-3 segundos,
 - colado: 1000-2000 rpm durante 8-12 segundos,
 - final: 2500-3500 rpm durante 20-40 segundos.
- 20 -deposición de una capa de partículas de sílice sobre el soporte formado en la etapa anterior,
- curado en horno: 1,5-2,5 horas a 60-80°C,
- adsorción del compuesto naftaleno-1,8-dicarboxilmonoimida sobre la capa de partículas de sílice formada en la etapa anterior.

25

Una opción es que el compuesto naftaleno-1,8-dicarboxilmonoimida se prepara para la adsorción disolviendo dicho compuesto en cloroformo en una relación en peso de al menos 1:50. Además, se puede hacer que tras la última etapa de adsorción el soporte se cubra con un film de parafina y se conecte a una corriente de nitrógeno para
30 favorecer la evaporación del disolvente y la adsorción del compuesto sobre la capa de partículas de sílice, dispuesto el soporte sobre un agitador durante 15-25 minutos. De esta manera, la aportación del compuesto se hace de una manera efectiva.

Otra opción que se ha mostrado como adecuada es que el vacío en el recubridor por centrifugación es menor o igual a 400 mbar, preferiblemente de 380 mbar.

10

2.-Soporte según la reivindicación 1 en el que el compuesto naftaleno-1,8-dicarboxilmonoimida es un compuesto de fórmula estructural I



3.-Soporte según la reivindicación 1 en el que las partículas de sílice son de tamaño nanométrico.

20

8

- provisión de una base laminar de vidrio,
 - limpieza con etanol de la base laminar de vidrio,
 - aportación de gas limpio y seco a un recubridor por centrifugación mediante compresor entre 4 y 5 bar,
- 5 -deposición sobre la base laminar de vidrio de una capa de polidimetilsiloxano (PDMS),
- introducción de la base laminar de vidrio con PDMS en el recubridor por centrifugación en vacío,
 - actuación del recubridor por centrifugación con los siguientes parámetros:
- 10 • esparcimiento: 400-600 rpm durante 1-3 segundos,
- colado: 1000-2000 rpm durante 8-12 segundos,
 - final: 2500-3500 rpm durante 20-40 segundos.
- deposición de una capa de partículas de sílice sobre el soporte formado en la etapa anterior,
- 15 -curado en horno: 1,5-2,5 horas a 60-80°C,
- adsorción del compuesto naftaleno-1,8-dicarboxilmonoimida sobre la capa de partículas de sílice formada en la etapa anterior.
- 6.-Procedimiento según la reivindicación 5 en el que el compuesto naftaleno-1,8-
- 20 dicarboxilmonoimida se prepara para la adsorción disolviendo dicho compuesto en cloroformo en una relación en peso de al menos 1:50.
- 7.-Procedimiento según la reivindicación 6 en el que tras la última etapa de adsorción el soporte se cubre con un film de parafina y se conecta a una corriente de nitrógeno
- 25 para favorecer la evaporación del disolvente y la adsorción del compuesto sobre la capa de partículas de sílice, dispuesto el soporte sobre un agitador durante 15-25 minutos.
- 8.-Procedimiento según la reivindicación 5 en el que el vacío en el recubridor por
- 30 centrifugación es menor o igual a 400 mbar.



- ②① N.º solicitud: 202530169
②② Fecha de presentación de la solicitud: 28.02.2025
③② Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤① Int. cl.: Ver Hoja Adicional

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤⑥ documentos citados	Reivindicaciones afectadas
Y	REVILLA-CUESTA, A. et al. Silica Nanoparticle/Fluorescent Dye Assembly Capable of Ultrasensitively Detecting Airborne Triacetone Triperoxide: Proof-of-Concept Detection of Improvised Explosive Devices in the Workroom. ACS Applied Materials & Interfaces, 21/06/2023, Vol. 15, Nº 26, Páginas 32024-32036, <DOI: 10.1021/acsami.3c05931>. Ver resumen, Figura 1, columna 1 de las páginas 32027 y 32028, Figura 4d.	1-8
Y, D	ES 2978732 A1 (UNIV BURGOS) 18/09/2024, resumen, página 5, página 10 línea 5-página 11 línea 14 y ejemplo 15.	1-8
Y	CN 105694715 A (UNIV NANCHANG HANGKONG) 22/06/2016, resumen, ejemplo 1 y reivindicación 1.	1-8
A	CHAKRABARTY, S. et al. Processing dependence of surface morphology in condensation cured PDMS nanocomposites. Polymer, 01/10/2010, Vol. 51, Páginas 5756-5763, <DOI: 10.1016/j.polymer.2010.09.053>. Ver resumen, esquema 1 y sección 2.2.	1-8
A	CN 113121589B B (UNIV JILIN) 11/03/2022, párrafos 0006-0012, 0121-0131.	1-8
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 D: citados por el solicitante en la descripción de la solicitud 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 19.01.2026	Examinador B. de Luis Fernández	Página 1/3



- ②① N.º solicitud: 202530169
②② Fecha de presentación de la solicitud: 28.02.2025
③② Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤① Int. cl.: Ver Hoja Adicional

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤⑥ documentos citados	Reivindicaciones afectadas
A	ZHANG, H. Q. et al. Detection of gas-phase explosive analytes using fluorescent spectroscopy of thin films of xanthene dyes. Sensors and Actuators B: Chemical, 26/11/2015, Vol. 225, Páginas 553-562, <DOI: 10.1016/j.snb.2015.11.098>. Ver resumen, esquema 1 y sección experimental.	1-8
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 D: citados por el solicitante en la descripción de la solicitud 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 19.01.2026	Examinador B. de Luis Fernández	Página 2/3

CLASIFICACIÓN OBJETO DE LA SOLICITUD

G01N21/64 (2006.01)
G01N31/22 (2006.01)
G01N33/22 (2006.01)
C09K11/06 (2006.01)
B82Y30/00 (2011.01)
C07D401/14 (2006.01)

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

G01N, C09K, C07D, B82Y

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

AbS colección patentes, AbS colección literatura no patente, INVENES/LATIPAT, WPI, CAPLUS, XPESP