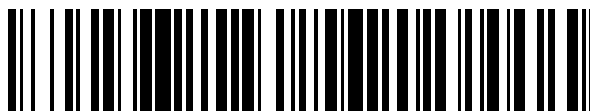


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 374 202**

51 Int. Cl.:
G01N 21/78 (2006.01)
G01N 31/22 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **09013120 .2**
96 Fecha de presentación: **16.10.2009**
97 Número de publicación de la solicitud: **2187207**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **19.05.2010**

54 Título: **DISPOSITIVO PARA DETERMINAR EL CONTENIDO DE CLORO TOTAL EN UN LÍQUIDO Y MÉTODO PARA SU PRODUCCIÓN.**

30 Prioridad:
14.11.2008 DE 102008057471

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
14.02.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
14.02.2012

73 Titular/es:
**AXAGARIUS GMBH & CO. KG
KAPELLENSTRASSE 26
52355 DÜREN, DE**

72 Inventor/es:
**Radmacher, Edmund;
Möller, Klaus y
Hoffmann, Jürgen**

74 Agente: **Lehmann Novo, Isabel**

ES 2 374 202 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

Dispositivo para determinar el contenido de cloro total en un líquido y método para su producción.

La invención concierne a un dispositivo para determinar el contenido de cloro total en un líquido, en el que el dispositivo presenta un soporte de indicador que contiene como indicador de color tiocetona de Michler. La invención concierne también a un procedimiento para fabricar un dispositivo de esta clase, en el que se empapa el soporte de indicador con una solución de impregnación que contiene el indicador de color.

En el estado de la técnica se conocen bastoncillos de ensayo para determinar el contenido de cloro total, especialmente cantidades de cloro total en el intervalo de 0,1 a 3 ppm en agua, en los que un soporte de indicador en forma de un papel indicador consistente en papel filtrante está aplicado sobre un bastoncillo y empapado con una solución de indicador. En el soporte de indicador está presente un indicador de color que, evitando expresamente yoduro de potasio, está constituido solamente por tiocetona de Michler y está combinado con un agente tensioactivo fluorado iónico (véase el documento EP 1 259 798 B1, especialmente reivindicación 1 y párrafo [0025]). Añadiendo sustancias ácidas o básicas se ajusta el pH del indicador de color a un valor de 3 a 8, preferiblemente de 5. Además, se pueden añadir estabilizadores a la solución de indicador.

Con ayuda del bastoncillo de ensayo se puede detectar de manera semicuantitativa el contenido de cloro total como sigue: partiendo de 0 ppm de contenido de cloro total, el contenido inicialmente amarillo cambia, a un mayor contenido de cloro total, pasando por verde oscuro a 0,5 ppm hasta azul a 3 ppm. El color ajustado en cada caso se compara después con una tabla de comparación de colores y el respectivo contenido de cloro total se obtiene con ayuda de los valores de concentración asociados allí a los colores.

Además, se conocen bastoncillos de ensayo para obtener el contenido de cloro libre (para la definición de cloro libre, fijado y total véase: Hütter, Wasser und Wasseruntersuchung, 5ª edición, 1992, página 149) en soluciones acuosas. En estos bastoncillos de ensayo se emplean como indicadores de color unas azinas, especialmente siringaldazinas y vanillinazinas, en donde se ajusta su pH por medio de un tampón a un valor de 3,5 a 8,5. Estos bastoncillos de ensayo no son adecuados para la determinación del contenido de cloro total.

La invención se basa en el problema de construir un dispositivo para determinar el contenido de cloro total en un líquido de modo que se caracterice por estabilidad, claro cambio de color y, por tanto, alta precisión de medida. Otro problema consiste en proporcionar un procedimiento para fabricar un dispositivo de esta clase.

Este problema se resuelve según la invención por el hecho de que el soporte de indicador contiene como indicador de color, además de tiocetona de Michler, al menos una azina y un yoduro, especialmente yoduro potásico y/o sódico. Por tanto, la idea básica de la invención radica en emplear para el indicador de color al menos dos sustancias, a saber, tiocetona de Michler y al menos una azina, y combinar el indicador de color con un yoduro. Los ensayos realizados han demostrado que se ha encontrado así un sistema extraordinariamente estable y, por tanto, capaz de garantizar una alta precisión de medida, el cual presenta un cambio de color claramente reconocible y es adecuado sobre todo para determinar rápidamente el contenido de cloro total en líquidos acuosos, especialmente para el intervalo de 0,1 a 10 mg/l de contenido de cloro total. En este caso, el dispositivo está realizado convenientemente como un bastoncillo de ensayo con una capa de una matriz absorbente, por ejemplo de papel filtrante, que se ha empapado por medio de una solución de impregnación.

En una ejecución de la invención se ha previsto que el indicador de color esté presente en el soporte de indicador en una concentración tal y en una relación de mezclado tal entre tiocetona de Michler y azina o azinas que el revelado del color al sumergir el indicador en un líquido con 0 mg/l de cloro total sea amarillo y, al aumentar el contenido de cloro total hasta 10 mg/l, genere un cambio de color a azul a través de verde.

La relación en peso de tiocetona de Michler y azina o azinas está convenientemente en el intervalo de 1:5 a 1:20, preferiblemente de 1:12. En este intervalo la combinación de los dos indicadores de color logra una acción especialmente buena.

Como azina o azinas se recomiendan siringaldazina o vanillinazina, preferiblemente una combinación de ambas. En este caso, la relación en peso entre ambas deberá ser de 1:1 a 1:3, preferiblemente 1:1,6.

Por lo que concierne al yoduro, especialmente yoduro potásico o sódico, es conveniente que el yoduro y el indicador de color estén presentes en el soporte de indicador en una relación en peso de 1:1 a 1:3, preferiblemente en una relación en peso de 1:2,3.

Para optimizar la estabilidad del indicador de color deberá estar presente también un estabilizador en el soporte de indicador, por ejemplo fenilsemicarbazida. Es conveniente que el estabilizador y el indicador de color estén presentes en el soporte de indicador en una relación en peso de 1:1 a 1:3, preferiblemente 1:2,2.

En el soporte de indicador deberá estar contenida también una sustancia tampón para ajustar el valor del pH del indicador de color. Se deberá ajustar así el valor del pH en el intervalo de 3 a 8, preferiblemente de 4 a 6 y mejor aún

en un valor de 5. Las sustancias tampón pueden ser sales fosfato, en este caso preferiblemente dihidrogenofosfato potásico e hidrogenofosfato disódico.

5 La segunda parte del problema se resuelve según la invención por el hecho de que se empapa el soporte de indicador con al menos una solución de impregnación que contiene como indicador de color adicional al menos una azina y que lleva un yoduro, especialmente yoduro potásico. En este caso, entran en consideración como azina o azinas la siringaldazina y/o la vanillinazina. La relación en peso en la solución de impregnación entre éstas deberá ser de 1:1 a 1:3, preferiblemente 1:1,6.

10 Según otra característica de la invención, se ha previsto que el soporte de indicador se empape al principio con una primera solución de impregnación que contiene el yoduro, y que el soporte de indicador se empape en un paso adicional, preferiblemente después del secado del soporte de indicador, con una segunda solución de impregnación que contiene el indicador de color. Este modo de proceder ha demostrado ser ventajoso.

15 El yoduro puede disolverse en la primera solución de impregnación en una mezcla de agua destinada y al menos una alcohol, preferiblemente etanol. En este caso, la proporción en volumen del alcohol con relación al agua deberá ser de menos de 50%, preferiblemente 30%. El yoduro se presenta convenientemente en la primera solución de impregnación con una proporción en peso de 0,05 a 5 g/l, preferiblemente 0,5 g/l.

En la primera solución de impregnación deberán estar disueltos también el hidrogenofosfato disódico y/o el dihidrogenofosfato potásico y el pH de la primera solución de impregnación deberá ajustarse por medio de un ácido, especialmente ácido clorhídrico, a un valor de pH de 3 a 8, preferiblemente de 4 a 6 y mejor aún de 5.

20 En la segunda solución de impregnación deberá disolverse el indicador de color en acetona. La proporción de tiocetona de Michler en la segunda solución de impregnación deberá ser de 0,04 a 4 g/l, preferiblemente de 0,22 g/l. Además, en la segunda solución de impregnación se deberá añadir también un estabilizador, por ejemplo fenilsemicarbazida. Éste deberá agregarse en una cantidad de 0,04 a 4 g/l, preferiblemente de 0,1 g/l.

En la fabricación de un bastoncillo de ensayo con la solución de impregnación según la invención se procede a título de ejemplo como sigue:

25 En una mezcla de 70 ml de agua destilada y 30 ml de etanol se disuelven:

0,19 g de hidrogenofosfato disódico,

1,03 g de dihidrogenofosfato potásico y

0,05 g de yoduro potásico.

30 A continuación, se ajusta el valor del pH de la solución con ácido clorhídrico a pH 5,0 y se empapa el soporte de indicador, consistente en un papel filtrante, con esta solución de impregnación. Seguidamente, se seca el soporte de indicador.

En un segundo paso se disuelven en 250 ml de acetona:

0,25 g de siringaldazina,

0,4 g de vanillinazina,

35 0,055 g de tiocetona de Michler y

0,025 g de 1-fenilsemicarbazida.

Con esta solución de impregnación se impregna también el soporte de indicador. Después del secado, se pega el soporte de indicador sobre una película de un bastoncillo de ensayo.

40 En el dibujo se ilustra la invención con ayuda de un ejemplo de realización. Se muestra un bastoncillo de ensayo 1. El bastoncillo de ensayo 1 tiene un bastoncillo de soporte 2 de contorno rectangular que lleva fijado en la zona de uno de sus extremos un soporte de indicador 3 por medio de una capa de adhesivo 4. El soporte de indicador 3 se ha empapado con las soluciones de impregnación descritas más arriba a título de ejemplo.

45 Para la obtención del contenido de cloro total en un líquido acuoso se mueve el bastoncillo de ensayo 1 en vaivén dentro de la solución durante 15 segundos. En presencia de 0,1 mg/l de cloro total se tiñe el soporte de indicador 3 de amarillo/verde, a 0,5 mg/l se tiñe de amarillo oscuro y a 10 mg/l se tiñe de azul oscuro. Por comparación con una escala de colores se puede medir semicuantitativamente el contenido de cloro total en las graduaciones de concentración de 0,1, 0,5, 1, 3 y 10 mg/l. Si no hay cloro presente, el soporte de indicador se tiñe de azul.

REIVINDICACIONES

1. Dispositivo (1) para determinar el cloro total en líquidos, en el que el dispositivo (1) presenta un soporte de indicador (3) que está empapado con un indicador de color que contiene tiocetona de Michler, **caracterizado** porque el soporte de indicador (3) contiene además, como indicador de color, al menos una azina y un yoduro.
- 5 2. Dispositivo según la reivindicación 1, **caracterizado** porque la relación en peso de tiocetona de Michler y azina o azinas está en el intervalo de 1:5 a 1:20.
3. Dispositivo según la reivindicación 1 ó 2, **caracterizado** porque están presentes, como azina o azinas, siringaldazina y/o vanillinazina.
- 10 4. Dispositivo según la reivindicación 3, **caracterizado** porque están presentes siringaldazina y vanillinazina en una relación en peso de 1:1 a 1:3.
5. Dispositivo según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado** porque el yoduro y el indicador de color están presentes, en el soporte de indicador (3), en una relación en peso de 1:1 a 1:3.
- 15 6. Dispositivo según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado** porque está presente un estabilizador, encontrándose el estabilizador y el indicador de color, en el soporte de indicador (3), en una relación en peso de 1:1 a 1:3.
7. Dispositivo según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado** porque en el soporte de indicador (3) están presentes una o varias sustancias tampón para ajustar el pH del indicador de calor a un valor de pH de 3 a 8.
- 20 8. Procedimiento de fabricación de un dispositivo (1) para determinar el contenido de cloro total en un líquido, en el que el dispositivo presenta un soporte de indicador (3) que se empapa con una solución de impregnación que contiene un indicador de color que presenta tiocetona de Michler, **caracterizado** porque el soporte de indicador (3) se empapa con al menos una solución de impregnación que contiene, como indicador de color adicional, al menos una azina y un yoduro.
- 25 9. Procedimiento según la reivindicación 8, **caracterizado** porque se emplean, como azina o azinas, siringaldazina y/o vanillinazina.
10. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 8 ó 9, **caracterizado** porque el soporte de indicador (3) se empapa al principio con una primera solución de impregnación que contiene el yoduro, y porque el soporte de indicador (3) se empapa en un paso adicional con una segunda solución de impregnación que contiene el indicador de color.
- 30 11. Procedimiento según la reivindicación 10, **caracterizado** porque el yoduro está presente en la primera solución de impregnación con una proporción en peso de 0,05 a 5 g/l y/o en la primera solución de impregnación se disuelve hidrogenofosfato disódico y/o dihidrogenofosfato potásico.
12. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 10 u 11, **caracterizado** porque se ajusta el pH de la primera solución de impregnación, por medio de sales fosfato y ácido clorhídrico, a un valor de pH de 3 a 8.
- 35 13. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 10 a 12, **caracterizado** porque se disuelve el indicador de color en la segunda solución de impregnación en acetona y/o la proporción de tiocetona de Michler en la segunda solución de impregnación es de 0,04 a 4 g/l.
14. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 10 a 13, **caracterizado** porque se añade un estabilizador a la segunda solución de impregnación.
- 40 15. Procedimiento según la reivindicación 14, **caracterizado** porque se añaden 0,04 a 4 g/l de estabilizador.

