

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 616 980**

51 Int. Cl.:

C01B 11/02 (2006.01)
C01B 9/02 (2006.01)
B01F 3/00 (2006.01)
B01J 19/08 (2006.01)
C01B 11/10 (2006.01)
C01B 11/14 (2006.01)
G01N 1/00 (2006.01)
G01N 31/00 (2006.01)
G01N 1/40 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **21.12.2011 PCT/US2011/066533**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **28.06.2012 WO2012088292**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.12.2011 E 11851421 (5)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **30.11.2016 EP 2655248**

54 Título: **Procedimiento de preparación, almacenaje, transporte y análisis de soluciones de dióxido de cloro**

30 Prioridad:

23.12.2010 US 201061457094 P
21.01.2011 US 201161457177 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
15.06.2017

73 Titular/es:

SAMPSON, ALLISON H. (50.0%)
29520 Red Bud Hill
Fair Oaks Ranch, TX 78015, US y
SAMPSON, RICHARD L. (50.0%)

72 Inventor/es:

DIMOTSIS, GEORGE

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 616 980 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

Procedimiento de preparación, almacenaje, transporte y análisis de soluciones de dióxido de cloro

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere a un método de preparación, almacenamiento, transporte, y análisis de soluciones de dióxido de cloro para determinar la concentración de dióxido de cloro en esas soluciones. El método utiliza la química del dióxido de cloro para modificar su estado tal que no se produce la desgasificación y la descomposición no deseadas de la solución de ensayo.

Descripción de la técnica anterior

10 El dióxido de cloro es un gas disuelto en solución. Es prácticamente imposible transportar soluciones de dióxido de cloro sin desgasificar la solución, al menos parcialmente, y disminuir la concentración de dióxido de cloro en la solución. Además, el dióxido de cloro es extremadamente sensible a la temperatura, la luz, y la concentración. En presencia de altas temperaturas, el dióxido de cloro se desgasifica y se descompone más rápidamente. En presencia de luz, sobre todo, luz solar y luz UV, el dióxido de cloro se descompone con bastante rapidez. A altas concentraciones, el dióxido de cloro se desgasifica rápidamente, y se descompone. Estos hechos simples suponen
15 que para que las soluciones de dióxido de cloro se puedan utilizar de manera eficiente (normalmente se usan como desinfectantes y oxidantes), y a concentraciones máximas, la solución de dióxido de cloro se debe generar en o cerca del lugar en el que se tiene que utilizar. Como tal, hay muchos generadores de dióxido de cloro usados en la industria.

20 Cuando se utilizan soluciones de dióxido de cloro para la desinfección o la oxidación, es deseable ser capaces de determinar la concentración del dióxido de cloro en la solución en el momento o justo antes de su uso. Esta información se puede utilizar para ajustar la velocidad a la que se genera el dióxido de cloro para producir la solución, y también puede ser un requisito por la regulación del gobierno. Por lo tanto, es común tomar muestras de la solución justo antes de su uso con el fin de detectar la concentración de dióxido de cloro en la solución que se utiliza.

25 Cuando se analizan muestras de la solución de dióxido de cloro para la concentración de dióxido de cloro, las propiedades anteriores del dióxido de cloro siguen siendo una preocupación. Todavía es un gas disuelto en solución, y se desgasificará y/o descompondrá. De hecho, el mero transporte de soluciones de muestra de dióxido de cloro a través de distancias cortas dentro de la misma instalación para su análisis puede dar lugar a inexactitudes manifiestas en los resultados del análisis, y el transporte de este tipo de soluciones a sitios remotos para su análisis es imposible. Para reducir al mínimo los efectos de la desgasificación y la descomposición, se realizan análisis tan cerca del punto de toma de muestras como sea posible, y tan pronto como sea posible después de que se haya tomado la muestra. Además, se han desarrollado muchos ensayos en línea (es decir, ensayos que miden la concentración de dióxido de cloro directamente en la corriente de proceso), pero estos han tenido un éxito comercial limitado. Por lo general los ensayos en línea se utilizan para controlar la concentración de dióxido de cloro solamente como referencia, y normalmente no se utilizan para controlar el rendimiento del generador.
30
35

Los métodos para la determinación de dióxido de cloro en muestras de agua se describen en MARCO AIETA E y col., "Determination of Chlorine Dioxide, Chlorine, Chlorite, and Chlorate in Water", en: Journal American Water Works Association, Vol. 76, No. 1, 1984, páginas 64-70.

40 Todos estos ensayos, ya sean continuos o discontinuos, son susceptibles a otros contaminantes en el agua, tales como partículas, materia orgánica y otros productos químicos, incluidos los iones clorito. Algunos contaminantes, como partículas o la materia orgánica, pueden causar el deterioro de los sensores de análisis, haciendo que los resultados del análisis sean incorrectos. Otros contaminantes, como el ion clorito, interfieren químicamente con el propio ensayo, y por lo tanto producen un resultado inexacto. Para evitar tal interferencia, se pueden incorporar membranas especiales a los sensores que permiten que el dióxido de cloro pase a su través, pero no el ion clorito.
45 Sin embargo, aunque los sensores son parcialmente eficaces en la determinación de las concentraciones relativas de dióxido de cloro y para detectar tendencias en la concentración, su falta de fiabilidad durante largos períodos de tiempo los hace menos eficaces en la determinación de la concentración real del dióxido de cloro en la solución.

Además, es común querer comprobar la concentración tanto del dióxido de cloro como de los iones clorito presentes en la solución con el dióxido de cloro. Con el fin de analizar la concentración de ion clorito, se hace burbujear a través de la solución un gas que no reacciona con el contenido de la solución. El gas obliga al gas de dióxido de cloro a salir de la solución, dejando una solución desgasificada que contiene ion clorito y no dióxido de cloro. Esto permite la medición precisa de la concentración inicial de iones clorito. Los métodos y medios para la desgasificación de una solución que contiene dióxido de cloro son bien conocidos para los expertos en la técnica. Por lo general, el proceso se lleva a cabo mediante el burbujeo de gas nitrógeno o aire a través de la solución, pero se puede utilizar cualquier gas que no reaccione con el contenido de la solución.
50
55

También es ventajoso poder almacenar o transportar soluciones de dióxido de cloro. Sin embargo, durante el almacenamiento o el transporte de soluciones de dióxido de cloro, el dióxido de cloro se puede desgasificar y

5 liberarse en el aire provocando un peligro potencial de exposición a dióxido de cloro y/o una degradación de la concentración de dióxido de cloro en la solución. Además, con el tiempo se produce la descomposición natural de la solución, reduciendo la concentración de dióxido de cloro en la solución almacenada o transportada. Por otra parte, si la solución entra en contacto con calor, luz, o se agita durante el almacenamiento o el transporte, se puede producir la descomposición más rápida del dióxido de cloro.

Dadas las limitaciones de las tecnologías actuales, existe una necesidad de un método de preparación, almacenamiento, transporte, y análisis de soluciones de dióxido de cloro.

Sumario de la invención

10 De acuerdo con la presente invención, se retiran de la solución dos muestras de ensayo de la solución que contiene dióxido de cloro. Esto se puede lograr por diferentes medios conocidos por los expertos en la técnica, tales como jeringas, válvulas especialmente diseñadas, etc.

15 El dióxido de cloro se separa de la solución en la primera muestra (Muestra 1), sin dejar dióxido de cloro gaseoso disuelto en la solución. El pH de esta muestra puede o puede no tener el pH ajustado. En la segunda muestra (Muestra 2), el dióxido de cloro disuelto se convierte en una o más especies de cloro, que son estables, elevando suficientemente el pH de la Muestra 2 para convertir completamente el dióxido de cloro a otras especies de cloro, o reduciendo u oxidando químicamente el dióxido de cloro en la Muestra 2 para convertir completamente el dióxido de cloro a otras especies de cloro. Las especies de cloro resultantes pueden ser ion clorito, ion clorato, ion cloruro y/u otras especies de cloro. De hecho, la Muestra 2, después de elevar el pH o realizar la reacción de oxidación y/o reducción, puede contener una mezcla de las especies de cloro anteriores. Una vez que se preparan las muestras (es decir, por (1) desgasificación, y (2) elevación del pH u oxidación o reducción), son esencialmente estables para que se puedan almacenar y transportar sin miedo a la degradación de la calidad de las muestras. De hecho, la EPA ya cuenta con directrices de preservación para el transporte de muestras de dióxido de cloro burbujeadas con gas (EPA 300.1 - Determinación de aniones inorgánicos en agua potable por cromatografía iónica). Este método se puede emplear en la presente invención para ambas muestras. Las dos muestras también se pueden analizar para la concentración de las especies de cloro; se puede utilizar una comparación de las concentraciones de las especies de cloro en las Muestras 1 y 2 para calcular la concentración de dióxido de cloro en la solución original.

25 El ensayo de las especies de cloro en las dos muestras de ensayo se puede realizar por cualquier ensayo convencional para las especies de cloro seleccionadas. El ensayo puede ser para una sola especie o para dos o más especies. Dos métodos de ensayo habituales de las especies de cloro son por cromatografía iónica y medición amperométrica, aunque los métodos de ensayo específicos usados en las dos soluciones preparadas no son un elemento esencial de la invención. Sin embargo, la elección del método de ensayo apropiado para las diferentes especies de cloro puede ser importante, dependiendo de lo que se está analizando, pero los expertos en la técnica serán capaces de elegir un método de ensayo apropiado.

35 Además, la preparación y el método de análisis de las muestras como se describe anteriormente no están limitados por la pureza de la solución original de dióxido de cloro. La solución original puede contener solamente dióxido de cloro, o puede contener otras especies o contaminantes, ya que su presencia en las muestras de ensayo se mantendría sin cambios por los métodos de preparación de muestras, aunque su composición química podría cambiar. Estas otras especies o contaminantes pueden incluir ion clorito, ion clorato, ion cloruro, otras especies de cloro, o cualquier otra sustancia que pueda estar presente, incluyendo, pero no limitado a, productos químicos de purificación de agua, iones de origen natural, u otros aditivos presentes en la solución acuosa.

40 El objeto de la presente invención, por lo tanto, es preparar soluciones que contienen dióxido de cloro mediante la toma de dos muestras, la Muestra 1 y la Muestra 2, la separación del dióxido de cloro de la Muestra 1, y la elevación del pH de la Muestra 2 y la oxidación o reducción del dióxido de cloro en la Muestra 2 de manera que el dióxido de cloro en la Muestra 2 se convierta completamente a otras especies de cloro.

45 Un objeto adicional de la presente invención es facilitar el almacenamiento de las muestras preparadas en solución de dióxido de cloro.

Otro objeto de la presente invención es facilitar el transporte de las soluciones de las muestras de ensayo –después de separar y/o convertir el dióxido de cloro– a un lugar alejado de donde se tomó la muestra, ese lugar que está a corta o larga distancia.

50 Todavía un objeto adicional de la presente invención es el análisis de las especies de cloro en cada una de las Muestras 1 y 2 y correlacionar la concentración de las especies de cloro analizadas en las Muestras 1 y 2 con el dióxido de cloro en la muestra original para determinar la concentración de dióxido de cloro en la muestra original.

55 En una realización de la presente invención, se toman dos muestras de una solución que contiene dióxido de cloro. La Muestra 1 se desgasifica de tal manera que el dióxido de cloro se retira de la solución, y, o bien el pH de la Muestra 2 se eleva de manera que el dióxido de cloro en solución se convierta completamente a otras especies de cloro o bien el dióxido de cloro de la Muestra 2 se reduce u oxida químicamente a otras especies de cloro.

En otra realización de la presente invención, se almacenan las soluciones de dióxido de cloro preparadas.

En otra realización de la presente invención, las soluciones de dióxido de cloro preparadas se transportan.

En otra realización de la presente invención, las Muestras 1 y 2 anteriores se analizan para especies de cloro. La diferencia entre las dos es la concentración de dióxido de cloro en la solución original analizada.

5 **Descripción detallada**

Se identifica una solución que contiene dióxido de cloro y se toman dos muestras. Las muestras normalmente estarán en el intervalo de 1 a 1000 ml. La Muestra 1 se coloca en una columna de separación de gases y se desgasifica durante un tiempo suficiente para separar todo el dióxido de cloro de la solución. El pH de esta Muestra 1 puede o puede no ajustarse. En la Muestra 2, el pH se puede incrementar por medios habituales, tales como por la adición de hidróxido de sodio u otra solución de pH alto, a un punto en el que todo el dióxido de cloro en solución se convierte en otras especies de cloro. El pH diana de la Muestra 2 será de al menos 9, y preferentemente será mayor que 12.

Como alternativa, el dióxido de cloro de la Muestra 2 se reduce o se oxida químicamente por medios habituales, tales como por la adición de bisulfato de sodio, tiosulfato de sodio, o calor o luz UV para su reducción, u ozono, peróxido de hidrógeno, o el contacto con un ánodo para su oxidación, a un punto en el que todo el dióxido de cloro en solución se convierte en otras especies de cloro. La elección del agente reductor o agente oxidante está dentro del conocimiento de los expertos en la técnica. Cuando se reduce o se oxida químicamente el dióxido de cloro, también se pueden reducir u oxidar otras especies en solución. La reducción u oxidación química de otras especies no interfiere con el método de la invención, debido a que las especies totales de cloro en las Muestras 1 y 2 se comparan para determinar el dióxido de cloro en la solución original.

Una vez que se preparan la Muestra 1 y la Muestra 2 (es decir, desgasificada y/o que tenía el pH elevado y/o que se oxida o se reduce), se pueden almacenar y/o transportar a un sitio de análisis remoto, que puede estar muy próximo, o lejos del sitio de la toma de muestras (por ejemplo, un laboratorio de análisis contratado). En el lugar del análisis remoto, se selecciona el método de ensayo apropiado para la especie de cloro. Por ejemplo, si no se desea analizar las muestras preparadas para el ion cloruro, pero se desea analizar el ion clorito, se puede elegir el ensayo amperométrico. Sin embargo, si se determina que se quieren analizar las muestras preparadas para el ion cloruro, así como el ion clorito, se puede elegir cromatografía iónica. Otros ensayos que se pueden usar incluyen ensayos colorimétricos, titulométricos, y electrodos selectivos de iones. Los ensayos anteriores se proporcionan únicamente como ejemplos. La selección del método de ensayo y el protocolo adecuados está dentro de los conocimientos de los expertos en la técnica.

Una vez elegido el método de ensayo apropiado, ambas muestras se analizan para determinar las especies de cloro. Opcionalmente se puede llevar a cabo el tamponamiento adicional de las muestras, subiendo o bajando el pH de las muestras para que encajen dentro del protocolo de ensayo elegido. Los resultados del análisis se igualan entonces al dióxido de cloro llevando la relación de los pesos moleculares de las especies de cloro al peso molecular del dióxido de cloro o por otro método considerado adecuado por el método de ensayo o análisis. Una vez que todas las especies de cloro se igualan al dióxido de cloro, la cantidad total de dióxido de cloro equivalente en la Muestra 1 se resta de la cantidad equivalente de dióxido de cloro en la Muestra 2 para obtener la concentración de dióxido de cloro en la solución original.

Ejemplos hipotéticos

Los siguientes ejemplos son meramente hipotéticos y se proporcionan solamente con fines de ilustración:

Ejemplo hipotético 1

Se toman dos muestras a partir de una solución que contiene dióxido de cloro.

La Muestra 1 se separa con gas nitrógeno y se analiza usando cromatografía iónica. La muestra contiene 5 mg/l de iones clorito y 5 mg/l de iones clorato.

El pH de la Muestra 2 se ajusta a 12 con NaOH y se analiza usando cromatografía iónica. Dado que las condiciones de este ejemplo son condiciones alcalinas, no se mide la concentración de ion cloruro. La muestra contiene 10 mg/l de iones clorito y 5 mg/l de iones clorato.

El peso molecular del ion clorito es 67,45. El peso molecular del ion clorato es 83,45. El peso molecular del dióxido de cloro es 67,45.

La Muestra 1 contiene las siguientes concentraciones de iones, expresadas como dióxido de cloro:

5 mg/l de iones clorito = 5 mg/l como dióxido de cloro

5 mg/l de iones clorato = 4,04 mg/l como dióxido de cloro

La Muestra 2 contiene las siguientes concentraciones de iones, expresadas como dióxido de cloro:

10 mg/l de iones clorito = 10 mg/l como dióxido de cloro
5 mg/l de iones clorato = 4,04 mg/l como dióxido de cloro

Restando los resultados de la Muestra 1 de la Muestra 2 se obtiene lo siguiente:

5 Muestra 2 (10 + 4,04) - Muestra 1 (5 + 4,04) = 5 mg/l de dióxido de cloro en la solución original.

Ejemplo hipotético 2

Se toman dos muestras a partir de una solución que contiene dióxido de cloro.

La Muestra 1 se separa con gas nitrógeno y se analiza usando cromatografía iónica. La muestra contiene 5 mg/l de iones clorito, 5 mg/l de iones clorato, y 10 mg/l de iones cloruro.

10 El dióxido de cloro en la Muestra 2 se reduce químicamente con tiosulfato de sodio y se analiza usando cromatografía iónica. La muestra contiene 0 mg/l de iones clorito, 0 mg/l de iones clorato, y 200 mg/l de iones cloruro.

El peso molecular del ion clorito es 67,45. El peso molecular del ion clorato es 83,45. El peso molecular del ion cloruro es 35,45. El peso molecular del dióxido de cloro es 67,45.

15 La Muestra 1 contiene las siguientes concentraciones de iones, expresadas como dióxido de cloro:

5 mg/l de iones clorito = 5 mg/l como dióxido de cloro
5 mg/l de iones clorato = 4,04 mg/l como dióxido de cloro
10 mg/l de iones cloruro = 19,03 mg/l como dióxido de cloro

La Muestra 2 contiene las siguientes concentraciones de iones, expresadas como dióxido de cloro:

20 0 mg/l de iones clorito = 0 mg/l como dióxido de cloro
0 mg/l de iones clorato = 0 mg/l como dióxido de cloro
200 mg/l de iones cloruro = 380,54 mg/l como dióxido de cloro

Restando los resultados de la Muestra 1 de la Muestra 2 se obtiene lo siguiente.

Muestra 2 (0 + 0 + 380,54) - Muestra 1 (5 + 4,04 + 19,03) = 352,47 mg/l de dióxido de cloro en la solución original.

25 Ejemplo hipotético 3

Se toman dos muestras a partir de una solución que contiene dióxido de cloro.

La Muestra 1 se separa con gas nitrógeno y se analiza usando cromatografía iónica. La muestra contiene 5 mg/l de iones clorito, 5 mg/l de iones clorato, y 10 mg/l de iones cloruro.

30 El dióxido de cloro en la Muestra 2 se oxida químicamente con ozono y se analiza usando cromatografía iónica. La muestra contiene 0 mg/l de iones clorito, 100 mg/l de iones clorato, y 0 mg/l de iones cloruro.

El peso molecular del ion clorito es 67,45. El peso molecular del ion clorato es 83,45. El peso molecular del ion cloruro es 35,45. El peso molecular del dióxido de cloro es 67,45.

La Muestra 1 contiene las siguientes concentraciones de iones, expresadas como dióxido de cloro:

35 5 mg/l de iones clorito = 5 mg/l como dióxido de cloro
5 mg/l de iones clorato = 4,04 mg/l como dióxido de cloro
10 mg/l de iones cloruro = 19,03 mg/l como dióxido de cloro

La Muestra 2 contiene las siguientes concentraciones de iones, expresadas como dióxido de cloro.

40 0 mg/l de iones clorito = 0 mg/l como dióxido de cloro
100 mg/l de iones clorato = 80,83 mg/l como dióxido de cloro
0 mg/l de iones cloruro = 0 mg/l como dióxido de cloro

Restando los resultados de la Muestra 1 de la Muestra 2 se obtiene la siguiente:

Muestra 2 (0 + 80,83 + 0) - Muestra 1 (5 + 4,04 + 19,03) = 52,76 mg/l de dióxido de cloro en la solución original.

Ejemplo real

Se analizaron las concentraciones de dióxido de cloro, de clorito, y de clorato usando el método EPA 300.1 "Determinación de aniones inorgánicos por cromatografía iónica" Parte B después de un procedimiento de preparación de muestras particular como se describe en la presente invención. Se utilizó un cromatógrafo iónico Dionex DX 500 (Cl). El Cl se calibró utilizando un blanco y seis patrones que van de 0,1 a 20 ppm de clorato y clorito. Se determinó que los límites de detección del método de clorito y clorato eran de 0,015 ppm y 0,022 ppm, respectivamente. Las muestras se diluyeron de manera que los analitos estaban dentro del intervalo de calibración.

Cada muestra se analizó burbujeada y sin burbujear. Se añadieron aproximadamente de 100 a 200 µl de hidróxido de sodio 5 N a 10-15 ml de las alícuotas de muestra sin burbujear para llevar el pH a 12 +/- 0,05. Un mínimo de una hora después del ajuste del pH, las muestras se analizaron por Cl. La fracción burbujeada se purgó con gas nitrógeno durante 15 minutos, y el pH se ajustó con hidróxido de sodio 5 N para llevar el pH a 12 +/- 0,5.

El clorito y el clorato son subproductos del dióxido de cloro en condiciones alcalinas, de acuerdo con la siguiente reacción:



Debido a que las condiciones de este ejemplo son alcalinas, no se midió la concentración de cloruro.

Sin embargo, se cree que las relaciones molares de los subproductos son desproporcionadas y dependen de las condiciones (pH, tiempo, temperatura, luz UV). El clorito y clorato encontrados en la muestra burbujeada representa el clorito y clorato encontrados en la muestra original. El clorito y clorato encontrados en la muestra no burbujeada representa el dióxido de cloro más el clorito y el clorato en la muestra original. Las diferencias representan la concentración de dióxido de cloro de la muestra original.

Los cálculos para el clorito y el dióxido de cloro para el método EPA 300.1 modificado, método de cromatografía iónica Parte B

$$\text{Clorito, mg de ClO}_2^-/\text{l} = C_{\text{clorito NS}}$$

$$\text{Dióxido de cloro, mg de ClO}_2/\text{l} = (\text{ClO}_2^-_{\text{NS}} - \text{ClO}_2^-_{\text{S}}) + [0,808 (\text{ClO}_3^-_{\text{NS}} - \text{ClO}_3^-_{\text{S}})]$$

En la que:

$\text{ClO}_2^-_{\text{NS}}$ = concentración de clorito en la muestra no burbujeada, mg/l

$\text{ClO}_3^-_{\text{NS}}$ = concentración de clorato en la muestra no burbujeada, mg/l

$\text{ClO}_2^-_{\text{S}}$ = concentración de clorito en la muestra burbujeada, mg/l

$\text{ClO}_3^-_{\text{S}}$ = concentración de clorato en la muestra burbujeada, mg/l

0,808 = (67,5/83,5) = relación de peso molecular de clorito a clorato

Las mismas muestras también se analizaron utilizando el Método II amperométrico Standard 4500-ClO₂ E a efectos de comparación. Para el análisis se utilizó un valorador compacto Mettler Toledo G20. Los resultados del análisis se muestran en la Tabla 1 a continuación.

Tabla 1

Dilución de la muestra	Dióxido de cloro		Clorito		Clorato
	Titulación amperométrica, ppm	Cl, ppm, muestra estabilizada	Titulación amperométrica, ppm	Cl, ppm, muestra estabilizada	Cl, ppm, muestra estabilizada
ninguna	530	499	65,6	58,3	59,4
1:1	259	252	27	28,4	38,7
1:100	4,92	4,48	0,67	0,664	0,76
1:1000	0,418	0,423	0,134	0,126	0,08

Aunque se utilizó el Cl para analizar la muestra modificada, también se podría haber utilizado titulación amperométrica o cualquier otro método de ensayo en la presente invención. Para este ejemplo particular, se

5 seleccionó el CI para analizar la muestra preparada, ya que es el método aprobado por la EPA para analizar tanto el clorito como el clorato, mientras que la titulación amperométrica solo está aprobada para el análisis de clorito y del dióxido de cloro. No era necesario analizar el dióxido de cloro en la muestra preparada, porque la concentración de dióxido de cloro se determina a partir del ensayo del clorito y del clorato, por lo que el método de CI es apropiado. En la práctica, el método CI es mucho más fácil y más rápido de usar que la titulación amperométrica.

Las descripciones anteriores se deben considerar ilustrativas de los principios de la invención. Dado que a los expertos en la técnica se les ocurrirán fácilmente numerosas aplicaciones de la presente invención, no se desea limitar la invención al método exacto descrito. Más bien, todas las modificaciones y equivalentes adecuados a los que se puedan recurrir, caen dentro del alcance de la invención.

10

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la preparación de muestras de dióxido de cloro para el transporte, almacenamiento, y/o análisis, **caracterizado porque** el procedimiento comprende las etapas de:
- 5 – obtener al menos dos muestras, la Muestra 1 y la Muestra 2, a partir de una solución de dióxido de cloro a analizar,
 - separar el dióxido de cloro de la Muestra 1 para obtener la Muestra 1 tratada, y
 - convertir por completo el dióxido de cloro en la Muestra 2 a otras especies de cloro, para obtener la Muestra 2 tratada mediante:
 - 10 i) elevando suficientemente el pH de la Muestra 2, o
 - ii) reduciendo químicamente el dióxido de cloro en la Muestra 2, o
 - iii) oxidando químicamente el dióxido de cloro en la Muestra 2.
2. El procedimiento de la reivindicación 1, **caracterizado porque** la conversión por completo del dióxido de cloro en la Muestra 2 a otras especies se efectúa elevando el pH de la Muestra 2 por encima de 9.
3. El procedimiento de la reivindicación 1, **caracterizado porque** la conversión por completo del dióxido de cloro en la Muestra 2 a otras especies se efectúa elevando el pH de la Muestra 2 por encima de 12.
- 15 4. El procedimiento de la reivindicación 1, **caracterizado porque** las muestras tratadas se almacenan.
5. El procedimiento de la reivindicación 1, **caracterizado porque** las muestras tratadas se transportan.
6. El procedimiento de la reivindicación 1, **caracterizado porque** las muestras tratadas se transportan a una instalación exterior para su análisis.
- 20 7. El procedimiento de la reivindicación 1, **caracterizado porque** las muestras tratadas se analizan respecto algunas o todas las especies de cloro.
8. El procedimiento de la reivindicación 1, **caracterizado porque**
- 25 – las muestras tratadas se analizan para algunas o todas las especies de cloro,
 - los resultados del análisis se correlacionan con el dióxido de cloro,
 - los resultados del análisis correlacionado de la Muestra 1 se restan de los resultados del análisis correlacionado de la Muestra 2, y
 - se determina la concentración de dióxido de cloro en la solución original de dióxido de cloro analizada.
9. El procedimiento de la reivindicación 1, **caracterizado porque** el procedimiento comprende además las etapas de transporte de las muestras tratadas a un sitio de análisis, el análisis de las muestras transportadas para la concentración de las especies que contienen cloro en las mismas; y el uso de la información obtenida en la etapa de análisis para calcular la concentración de dióxido de cloro en la solución original de dióxido de cloro a analizar.
- 30 10. El procedimiento de la reivindicación 1, **caracterizado porque** las Muestras 1 y 2 tratadas se almacenan antes de la etapa de análisis.
11. El procedimiento de la reivindicación 1, **caracterizado porque** el dióxido de cloro se elimina de la Muestra 1 utilizando nitrógeno, helio, u otro gas inerte.
- 35 12. El procedimiento de la reivindicación 1, **caracterizado porque** la conversión por completo del dióxido de cloro en la Muestra 2 a otras especies se efectúa mediante la reducción químicamente del dióxido de cloro usando bisulfito de sodio, tiosulfato de sodio, calor, o luz UV.
13. El procedimiento de la reivindicación 1, **caracterizado porque** la conversión por completo del dióxido de cloro en la Muestra 2 a otras especies se efectúa por:
- 40 a) oxidación químicamente del dióxido de cloro usando ozono o peróxido de hidrógeno, o
- b) oxidación electroquímicamente del dióxido de cloro en presencia de un ánodo.