

MINISTERO DELLO SVILUPPO ECONOMICO DIREZIONE GENERALE PER LA LOTTA ALLA CONTRAFFAZIONE UFFICIO ITALIANO BREVETTI E MARCHI

DOMANDA DI INVENZIONE NUMERO	102012902068282
Data Deposito	12/07/2012
Data Pubblicazione	12/01/2014

Classifiche IPC

Titolo

METODO COLORIMETRICO E DISPOSITIVO PER DETERMINARE LA CONCENTRAZIONE DI UN PERACIDO E/O PEROSSIDO DI IDROGENO IN UNA SOLUZIONE CAMPIONE

DESCRIZIONE

del brevetto per invenzione industriale dal titolo:
"METODO COLORIMETRICO E DISPOSITIVO PER DETERMINARE LA
CONCENTRAZIONE DI UN PERACIDO E/O PEROSSIDO DI IDROGENO IN
UNA SOLUZIONE CAMPIONE"

di SIDEL S.P.A. CON SOCIO UNICO

di nazionalità italiana

con sede: VIA LA SPEZIA, 241/A

PARMA (PR)

Inventore: YEBEUTCHOU MBANDA Roger

* * *

La presente invenzione è relativa a un metodo colorimetrico e a un dispositivo per determinare la concentrazione di un peracido e/o di perossido d'idrogeno in una soluzione campione.

Per la disinfezione e il mantenimento di condizioni di sterilità di diverse parti di impianti industriali per imbottigliamento o confezionamento di generi alimentari, si utilizzano comunemente soluzioni ossidanti contenenti un peracido, come l'acido peracetico. Le soluzioni contenenti acido peracetico disponibili in commercio contengono generalmente anche perossido di idrogeno ed eventualmente altri composti quali l'acido acetico, poiché l'acido peracetico è solitamente sintetizzato da perossido di idrogeno e acido acetico.

Affinché queste soluzioni siano efficaci, è importante che la concentrazione di peracido sia sufficientemente elevata da uccidere eventuali microorganismi. Occorre pertanto eseguire frequenti controlli della concentrazione del peracido ed eventualmente modificarne la concentrazione in modo da garantire l'efficacia della soluzione. Poiché i controlli vengono effettuati generalmente anche una volta ogni ora, è necessario utilizzare metodi e dispositivi semplici, veloci e che consentano una misura accurata della concentrazione del peracido.

Secondo la pratica industriale attuale, per misurare la concentrazione di peracido nelle soluzioni sterilizzanti, si ricorre a un metodo manuale basato su una titolazione volumetrica. La procedura manuale consente di concentrazione determinare la di peracido (ed eventualmente, se necessario, del perossido d'idrogeno) con accuratezza, ma è estremamente relativa laboriosa, necessita di manodopera specializzata ed difficilmente automatizzabile.

In alternativa, si utilizzano strumenti (come ad esempio uno strumento prodotto dalla Applikon) che consentono di misurare la concentrazione di peracido nelle soluzioni sterilizzanti in modo automatizzato. Questi strumenti sono però complessi e costosi, presentano

problemi di instabilità della misurazione e necessitano di ripetute calibrazioni.

Uno scopo della presente invenzione è pertanto di fornire un metodo per determinare la concentrazione di un peracido e/o di perossido di idrogeno in una soluzione campione che risolva almeno uno degli inconvenienti sopra citati in modo semplice ed economico.

Il suddetto scopo è raggiunto dalla presente invenzione in quanto relativa ad un metodo colorimetrico per determinare la concentrazione di un peracido e/o di perossido d'idrogeno in una soluzione campione come definito nella rivendicazione 1.

La presente invenzione è altresì relativa a un dispositivo per determinare la concentrazione di un peracido e/o di perossido d'idrogeno in una soluzione campione come definito nella rivendicazione 10.

Per una migliore comprensione della presente invenzione viene descritta nel seguito una preferita forma di attuazione, a puro titolo di esempio non limitativo e con riferimento alla figura 1 che è una rappresentazione schematica di un dispositivo per determinare la concentrazione di un peracido e/o di perossido d'idrogeno in una soluzione campione secondo la presente invenzione.

Con riferimento alla Figura 1, è indicato con 1 un dispositivo per determinare la concentrazione di un

peracido e/o di perossido d'idrogeno in una soluzione campione.

Il dispositivo 1 comprende essenzialmente:

- un contenitore di reazione 2;
- mezzi di alimentazione 3a, 3b, 3c, 3d, 3e per alimentare rispettivamente la soluzione campione, una soluzione di acido forte, una soluzione di permanganato di potassio, uno ioduro, e una soluzione di tiosolfato al contenitore di reazione 2;
- mezzi di misurazione 4 per misurare il peso del contenitore di reazione 2;
- mezzi di misurazione 5 per misurare otticamente il viraggio del colore della soluzione contenuta nel contenitore di reazione 2.

Vantaggiosamente, il dispositivo 1 comprende anche un'unità di controllo elettronica 6 configurata per generare il valore della concentrazione del peracido e/o del perossido d'idrogeno nella soluzione campione sulla base del peso.

Il contenitore di reazione 2 è preferibilmente formato da un materiale trasparente. Il contenitore di reazione 2 può essere collegato a un condotto di scarico 8, in modo da poter effettuare successive determinazioni della concentrazione di peracido e/o di perossido d'idrogeno in diverse soluzioni campione senza dover sostituire il

contenitore di reazione 2.

I mezzi di alimentazione 3a, 3b, 3c, 3e per alimentare rispettivamente la soluzione campione, la soluzione di acido forte, la soluzione di permanganato di potassio, e la soluzione di tiosolfato al contenitore di reazione 2 comprendono preferibilmente almeno un'elettrovalvola o una valvola pneumatica 7a, 7b, 7c, 7e.

Nella fattispecie illustrata, i mezzi di alimentazione 3a, 3b, 3c, 3e comprendono:

- rispettive elettrovalvole o valvole pneumatiche 7a, 7b, 7c, 7e; e
- rispettive burette 9a, 9b, 9c, 9e collegate alle rispettive elettrovalvole o valvole pneumatiche 7a, 7b, 7c, 7e.

Le burette 9c e 9e rispettivamente per la soluzione di permanganato di potassio e per la soluzione di tiosolfato sono di vetro o plastica opachi oppure sono ricoperte in modo che la luce non degradi le sostanze ivi contenute.

Quando ciascuna elettrovalvola o valvola pneumatica 7a, 7b, 7c, 7e si trova in una posizione di apertura, la soluzione contenuta nella rispettiva buretta 9a, 9b, 9c, 9e può essere alimentata da una pompa al contenitore di reazione 2. Preferibilmente, la soluzione contenuta nella rispettiva buretta 9a, 9b, 9c, 9e è alimentata gravimetricamente.

Quando ciascuna elettrovalvola o valvola pneumatica 7a, 7b, 7c, 7e si trova in una posizione di chiusura, il flusso della soluzione contenuta nella rispettiva buretta 9a, 9b, 9c, 9e verso il contenitore di reazione 2 è interrotto.

I mezzi di alimentazione 3d dello ioduro non sono descritti in dettaglio in quanto noti e non facenti parte della presente invenzione. I mezzi di alimentazione 3d sono di tipo simile ai mezzi di alimentazione 3a, 3b, 3c, 3e quando lo ioduro è in soluzione. I mezzi di alimentazione 3d sono invece di tipo diverso dai mezzi di alimentazione 3a, 3b, 3c, 3e quando lo ioduro non si presenta in soluzione ma in forma di cristalli. In entrambi i casi, i mezzi di alimentazione 3d sono opachi oppure ricoperti in modo che la luce non degradi lo ioduro ivi contenuto.

I mezzi di misurazione 4 comprendono preferibilmente una bilancia analitica 11 con una precisione di almeno 0,01 g, ancora più preferibilmente di 1 mg.

Alla bilancia analitica 11 può preferibilmente essere associato un dispositivo di agitazione (non illustrato) che consente di miscelare la soluzione all'interno del contenitore di reazione 2. Il dispositivo di agitazione può essere costituito da un agitatore magnetico molto leggero da poggiare sulla bilancia analitica 11, oppure da un cristallo piezo-elettrico emettitore di ultrasuoni in

presenza di un materiale assorbitore di ultrasuoni.

I mezzi di misurazione 5 comprendono preferibilmente una fibra ottica oppure un sensore di colore 12. Ancora più preferibilmente, i mezzi di misurazione 5 sono esterni al contenitore di reazione 2.

L'unità di controllo elettronica 6 è, per esempio, un controllore logico programmato (PLC), ed è configurata per comandare le valvole 7a, 7b, 7c, 7e con un segnale di passaggio da una posizione di apertura a una posizione di chiusura in seguito all'avvenuta misurazione del viraggio di colore da parte della fibra ottica oppure del sensore di colore 12.

L'unità di controllo elettronica 6 è inoltre preferibilmente configurata per comandare alla bilancia analitica 11 di effettuare una misurazione del peso del contenitore di reazione 2 in seguito al passaggio dalla posizione di apertura alla posizione di chiusura delle valvole 7a, 7b, 7c, 7e.

Il dispositivo 1 può comprendere inoltre un dispositivo per la determinazione della densità delle diverse soluzioni (non illustrato), che rileva a intervalli di tempo predeterminati la densità delle diverse soluzioni e ne invia i valori all'unità di controllo elettronica 6. Quest'ultimo dispositivo può essere per esempio costituito da una pipetta calibrata da 10 ml alimentabile manualmente

o automaticamente con una valvola multi-ingresso.

Un software è caricato ed eseguito all'interno dell'unità di controllo elettronica 6 ed implementa un algoritmo per:

- comandare le valvole 7a, 7b, 7c, 7e con un segnale di passaggio da una posizione di apertura a una posizione di chiusura e viceversa; e/o
- ricevere i segnali di avvenuto viraggio del colore dalla fibra ottica o dal sensore di colore 12; e/o
- comandare alla bilancia analitica 11 di effettuare una misurazione del peso del contenitore di reazione 2; e/o
- ricevere e memorizzare i dati di misurazione del peso del contenitore di reazione 2; e/o
- calcolare la concentrazione di un peracido e/o di perossido di idrogeno in una soluzione campione in base ai dati di misurazione del peso del contenitore di reazione 2 ricevuti e memorizzati.

Il software può inoltre gestire una funzione di verifica del flusso di reagenti gestendo un timer e generando un allarme nel caso in cui la bilancia analitica 11 non rilevi una variazione di peso entro un tempo preimpostato. Eventuali problemi a monte o a valle delle valvole 7a, 7b, 7c, 7e sono così rilevati.

In uso, il dispositivo 1 implementa un metodo colorimetrico per determinare la concentrazione di un

peracido e/o di perossido d'idrogeno in una soluzione campione che comprende le seguenti fasi:

- a) fornire una certa quantità di soluzione campione;
- b) aggiungere alla soluzione campione di fase a) una soluzione di un acido forte fino a ottenere un pH ≤ 3 ;
- c) aggiungere alla soluzione ottenuta nella fase b) una soluzione di permanganato di potassio di concentrazione nota fino a una completa riduzione del permanganato;
- d) aggiungere alla soluzione ottenuta nella fase c) uno ioduro fino a completa ossidazione dello ioduro a iodio:
- e) aggiungere alla soluzione ottenuta nella fase d) una soluzione di tiosolfato di concentrazione nota fino a completa riduzione dello iodio.

Vantaggiosamente, il metodo comprende inoltre una pluralità di fasi f) di misurazione del peso della soluzione ottenuta al termine di ciascuna delle fasi a) ad e), e una fase g) di calcolare la concentrazione del peracido e/o del perossido d'idrogeno nella soluzione campione sulla base delle misurazioni del peso delle fasi f). Almeno una delle fasi a) a g) è automatizzata. Ancor più vantaggiosamente tutte le fasi a) a g) sono automatizzate.

Tra la fase d) e la fase e), è preferibile prevedere una fase d_1) in cui si aggiunge una soluzione di amido.

L'utilizzo di questo componente è facoltativo e ha l'effetto di aumentare il contrasto del colore durante la fase e).

Preferibilmente, il peracido di cui determinare la concentrazione nella soluzione campione è acido peracetico, l'acido di fase b) è acido solforico, lo ioduro di fase d) è ioduro di potassio o ioduro di sodio e/o il tiosolfato di fase e) è tiosolfato di sodio.

Preferibilmente, nella fase b) si aggiunge alla soluzione campione di fase a) una soluzione di un acido forte fino a ottenere un pH ≤1. L'aggiunta di un acido forte ha lo scopo di ottenere un ambiente sufficientemente acido perché la riduzione del permanganato a Mn²+ si manifesti con un viraggio del colore da viola intenso a rosa chiaro. Come è noto al tecnico del ramo, per ottenere una soluzione fortemente acida, non occorre necessariamente determinare il raggiungimento del pH mediante un pHmetro, ma è possibile aggiungere una quantità di un acido forte calcolata in modo appropriato.

Più in particolare, l'unità di controllo elettronica 6 controlla la valvola 7a in modo che rimanga in posizione di apertura e una certa quantità di soluzione campione fluisca nel contenitore di reazione 2. L'unità di controllo elettronica 6 è configurata di modo da mantenere la valvola 7a aperta per un tempo sufficiente da far fluire nel

contenitore di reazione 2 una quantità di soluzione campione nell'intorno di una quantità desiderata. Una volta che questa quantità approssimativa di soluzione campione è stata aggiunta al contenitore di reazione 2, l'unità di controllo elettronica 6 porta la valvola 7a in una posizione di chiusura e la bilancia analitica 11 rileva il peso g_{campione} della quantità di soluzione campione nel contenitore di reazione 2.

Successivamente, l'unità di controllo elettronica 6 porta la valvola 7b in posizione di apertura, in modo che alla soluzione campione contenuta nel contenitore di reazione 2 venga aggiunta una soluzione di un acido forte fino a ottenere un pH ≤3. A questo punto l'unità di controllo elettronica 6 porta la valvola 7b in posizione di chiusura e comanda alla bilancia analitica 11 di effettuare una misurazione del peso della soluzione ottenuta o, in alternativa, di azzerare la bilancia analitica 11.

L'unità di controllo elettronica 6 porta successivamente la valvola 7c in posizione di apertura. Una soluzione di permanganato di potassio di concentrazione (normalità) nota N_1 viene gradualmente aggiunta alla soluzione ottenuta nella fase precedente e contenuta nel contenitore di reazione 2 fino a una completa riduzione del permanganato. La completa riduzione del permanganato è rilevata dalla fibra ottica oppure da un sensore di colore

12 mediante una misurazione ottica del viraggio del colore. Il colore vira generalmente dal viola intenso a un rosa chiaro. Quando la fibra ottica oppure il sensore di colore 12 rileva l'avvenuto viraggio di colore e lo segnala all'unità di controllo elettronica 6, quest'ultima porta immediatamente la valvola 7c in posizione di chiusura e comanda alla bilancia analitica 11 di effettuare una misurazione del peso della soluzione ottenuta e di ricavare il peso della soluzione di permanganato aggiunta g₁ o, nel caso in cui la bilancia analitica 11 fosse stata azzerata, di misurare direttamente il peso della soluzione di permanganato aggiunta g₁.

Successivamente, i mezzi di alimentazione 7d aggiungono alla soluzione ottenuta nella fase precedente e contenuta nel contenitore di reazione 2 uno ioduro fino a completa ossidazione dello ioduro a iodio. Anche la completa ossidazione dello ioduro a iodio è rilevata mediante una misurazione ottica del viraggio del colore. Il colore vira generalmente a un colore giallo. Di nuovo, l'unità di controllo elettronica 6 comanda alla bilancia analitica 11 di effettuare una misurazione del peso della soluzione ottenuta o, in alternativa, di azzerare la bilancia analitica 11.

Infine, l'unità di controllo elettronica 6 porta la valvola 7e in posizione di apertura. Una soluzione di

tiosolfato di concentrazione (normalità) nota N_2 viene gradualmente aggiunta alla soluzione ottenuta nella fase precedente e contenuta nel contenitore di reazione 2 fino a completa riduzione dello iodio. La completa riduzione dello iodio è rilevata dalla fibra ottica oppure dal sensore di colore 12 mediante una misurazione ottica del viraggio del colore. Il colore vira per dare una soluzione trasparente. Quando la fibra ottica oppure il sensore di colore 12 rileva l'avvenuto viraggio di colore e lo segnala l'unità di controllo elettronica 6, quest'ultima porta immediatamente la valvola 7e in posizione di chiusura e alla bilancia analitica 11 di effettuare una comanda misurazione del peso della soluzione ottenuta e di ricavare il peso della soluzione di tiosolfato aggiunta q2 o, nel caso in cui la bilancia analitica 11 fosse stata azzerata, di misurare direttamente il peso della soluzione di tiosolfato aggiunta q2.

I valori di peso della soluzione ottenuti al termine di ciascuna delle fasi sono utilizzati dall'unità di controllo elettronica 6 per calcolare la concentrazione del peracido e/o del perossido d'idrogeno nella soluzione campione.

Le relazioni mediante le quali l'unità di controllo elettronica 6 calcola rispettivamente la concentrazione del peracido e la concentrazione del perossido di idrogeno

sono:

$$C H_2O_2 in ppm = (K_1 * g_1)/g_{campione}$$

in cui

$$K_1$$
 = (17000 * N_1 * $\delta_{\text{campione}}) \, / \, \delta_1$

 g_1 = peso della soluzione di permanganato di potassio

 $g_{campione}$ = peso della soluzione campione fornita

 $N_1 =$ normalità della soluzione di permanganato di potassio

 δ_{campione} = densità della soluzione campione

 δ_1 = densità della soluzione di permanganato di potassio

C peracido in ppm = $(K_2 * g_2)/g_{campione}$

in cui

$$K_2 = (38000 * N_2 * \delta_{campione}) / \delta_2$$

 g_2 = peso della soluzione di tiosolfato

g_{campione} = peso della quantità di soluzione campione fornita

 N_2 = normalità della soluzione di tiosolfato

 δ_{campione} = densità della soluzione campione

 δ_2 = densità della soluzione di tiosolfato

Esempio

A titolo di esempio, viene descritto schematicamente

il funzionamento del dispositivo 1 con riferimento a una soluzione di acido peracetico e di perossido di idrogeno in una tipica soluzione sterilizzante utilizzata in macchine riempitrici per riempire contenitori con un prodotto alimentare versabile. La procedura è ottimizzata per determinare concentrazioni di acido peracetico nell'intervallo da 200 a 3000 ppm, tipiche per questo genere di soluzioni.

Reagenti

- a. Acido solforico (H_2SO_4) al 25% (v/v) oppure 5N
- b. Permanganato di potassio (KMnO₄) 0,1N
- c. Tiosolfato di sodio (Na₂S₂O₃) 0,1N
- d. Ioduro di potassio (KI) in cristalli
- e. Pasta di amido 1%

La procedura deve essere eseguita a una temperatura di circa 20°C.

L'unità di controllo elettronica 6 controlla l'apertura della valvola 7a in modo che vengano aggiunti al contenitore di reazione 2 circa 10 g di soluzione campione. La bilancia analitica 11 rileva il peso preciso g_{campione} della quantità di soluzione campione nel contenitore di reazione 2.

L'unità di controllo elettronica 6 controlla l'apertura della valvola 7b in modo che alla soluzione campione contenuta nel contenitore di reazione 2 vengano aggiunti 2,5 g di soluzione di acido solforico (H_2SO_4) 5N.

L'unità di controllo elettronica 6 azzera la bilancia analitica 11.

L'unità di controllo elettronica 6 controlla l'apertura della valvola 7c in modo che alla soluzione contenuta nel contenitore di reazione 2 venga aggiunta la soluzione di permanganato di potassio 0,1 N (N_1) fino a quanto la fibra ottica o il sensore di colore 12 non rileva un viraggio di colore viola intenso a un rosa chiaro. A questo punto la fibra ottica o il sensore di colore 12 segnalano il viraggio di colore all'unità di controllo elettronica 6, che chiude la valvola 7c e comanda alla bilancia analitica 11 di effettuare una misurazione del peso della soluzione di permanganato aggiunta q_1 .

L'unità di controllo elettronica 6 controlla l'aggiunta di ioduro di potassio in cristalli fino a quando la fibra ottica o il sensore di colore 12 segnalano il viraggio di colore a giallo.

L'unità di controllo elettronica 6 controlla l'apertura della valvola 7e in modo che alla soluzione contenuta nel contenitore di reazione 2 venga aggiunta la soluzione di tiosolfato di sodio $0,1\,\mathrm{N}$ (N_2) fino a quando

la fibra ottica o il sensore di colore 12 non rileva un viraggio di colore da blu a trasparente. A questo punto la fibra ottica o il sensore di colore 12 segnalano il viraggio di colore all'unità di controllo elettronica 6, che chiude la valvola 7e e comanda alla bilancia analitica 11 di effettuare una misurazione del peso della soluzione di tiosolfato aggiunta q_2 .

L'unità di controllo elettronica 6 calcola le concentrazioni di acido peracetico e di perossido di idrogeno nella soluzione campione attraverso le relazioni:

$$C H_2O_2 in ppm = (K_1 * g_1)/g_{campione}$$

C peracido in ppm =
$$(K_2 * g_2)/g_{campione}$$

Le reazioni coinvolte in questo esempio sono le seguenti:

$$5 \text{ H}_2\text{O}_2 + 2 \text{ KMnO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4 -> 2\text{MnSO}_4 + \text{K}_2\text{SO}_4 + 8\text{H}_2\text{O} + \text{O}_2$$

 $\text{CH}_3\text{COOOH} + 2 \text{ KI} + \text{CH}_3\text{COOH} -> \text{I}_2 + 2 \text{ CH}_3\text{COOK} + \text{H}_2\text{O}$
 $\text{I}_2 + 2 \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 -> 2 \text{ KI} + \text{Na}_2\text{S}_4\text{O}_6$

Da un esame delle caratteristiche del metodo e del dispositivo 1 secondo la presente invenzione sono evidenti i vantaggi che essa consente di ottenere.

In particolare, grazie al fatto che la concentrazione del peracido e/o del perossido di idrogeno nella soluzione

campione è ricavata dalla misurazione del peso della soluzione ottenuta al termine di ciascuna fase e cioè sulla base di una misura diretta anziché sull'estrapolazione di dati ottici, la determinazione della concentrazione risulta essere più precisa, stabile e affidabile.

Per lo stesso motivo, non è necessaria una calibrazione del dispositivo 1 e lo stesso consente una determinazione su un intervallo di concentrazioni potenzialmente da 0 a infinito.

Inoltre, il metodo consente un'automatizzazione semplice, efficace e affidabile.

Il fatto che la completa riduzione del permanganato di fase c), e/o la completa ossidazione dello ioduro a iodio di fase d) e/o la completa riduzione dello iodio di fase e) sia/siano rilevata/e mediante una misurazione ottica del viraggio del colore fa sì che la fibra ottica o il sensore di colore 12 funga non da analizzatore, ma da sensore on/off. Sarà invece la bilancia analitica 11 a fungere da analizzatore e a controllare il flusso dei reagenti. Ciò consente una notevole semplificazione del dispositivo 1.

Inoltre, il dispositivo 1 comprende pochi componenti semplici e risulta pertanto avere costi molto bassi di implementazione e di manutenzione.

Inoltre, grazie alla presenza dell'unità di controllo elettronica 6 nel dispositivo 1, è possibile automatizzare

una o più delle fasi a) a h) del metodo.

Il fatto che i mezzi di misurazione 5 siano esterni al contenitore di reazione 2 permette di non portare gli stessi a contatto con la soluzione contenuta all'interno del contenitore di reazione 2, consentendo di non dover lavare o sostituire i mezzi di misurazione 5 dopo ogni misurazione e di svuotare semplicemente il contenitore di reazione 2 tramite il condotto di scarico 8 senza sostituirlo.

Risulta infine chiaro che al metodo e al dispositivo 1 descritti e illustrati possono essere apportate modifiche e varianti che non escono dall'ambito di protezione definito dalle rivendicazioni.

RIVENDICAZIONI

- 1. Metodo colorimetrico per determinare la concentrazione di un peracido e/o di perossido d'idrogeno in una soluzione campione comprendente le fasi di:
- a) fornire una certa quantità di detta soluzione campione;
- b) aggiungere alla soluzione campione di fase a) una soluzione di un acido forte fino a ottenere un pH ≤ 3 ;
- c) aggiungere alla soluzione ottenuta nella fase b) una soluzione di permanganato di potassio di concentrazione nota fino a una completa riduzione del permanganato;
- d) aggiungere alla soluzione ottenuta nella fase c) uno ioduro fino a completa ossidazione dello ioduro a iodio;
- e) aggiungere alla soluzione ottenuta nella fase d) una soluzione di tiosolfato di concentrazione nota fino a completa riduzione dello iodio;

e caratterizzato dal fatto

di comprendere una pluralità di fasi f) di misurare il peso della soluzione ottenuta al termine di ciascuna detta fase a) ad e),

di comprendere inoltre una fase g) di calcolare la concentrazione di detto peracido e/o di detto perossido d'idrogeno in detta soluzione campione sulla base delle misurazioni del peso di dette fasi f),

- e dal fatto che almeno una di dette fasi a) a g) è automatizzata.
- 2. Metodo secondo la rivendicazione 1, caratterizzato dal fatto di comprendere la fase h) di rilevare:
- la completa riduzione del permanganato di fase c), e/o
- la completa ossidazione dello ioduro a iodio di fase d), e/o
- la completa riduzione dello iodio di fase e) mediante una misurazione ottica del viraggio del colore.
- 3. Metodo secondo la rivendicazione 2, caratterizzata dal fatto che detta fase h) di rilevare è automatizzata.
- 4. Metodo secondo la rivendicazione 2 o 3, in cui detta fase h) di rilevare è effettuata mediante una fibra ottica o un sensore di colore (12).
- 5. Metodo secondo una qualsiasi delle rivendicazioni precedenti, caratterizzato dal fatto che:
- detta fase a) comprende una fase di mantenere in posizione di apertura una prima valvola (7a) e di disporre detta prima valvola (7a) in posizione di chiusura una volta fornita detta certa quantità di detta soluzione campione; e/o
- detta fase b) comprende una fase di mantenere in posizione di apertura una seconda valvola (7b) e di disporre detta seconda valvola (7b) in posizione di

chiusura una volta ottenuto un pH ≤3; e/o

- detta fase c) comprende una fase di mantenere in posizione di apertura una terza valvola (7c) e di disporre detta terza valvola (7c) in posizione di chiusura una volta ottenuta la completa riduzione del permanganato; e/o
- detta fase e) comprende una fase di mantenere in posizione di apertura una quarta valvola (7e) e di disporre detta quarta valvola (7e) in posizione di chiusura una volta ottenuta la completa riduzione dello iodio.
- 6. Metodo secondo una qualsiasi delle rivendicazioni precedenti, caratterizzato dal fatto di comprendere una fase d_1) di aggiungere una soluzione di amido tra la fase d_1 0 e la fase d_2 0.
- 7. Metodo secondo una qualsiasi delle rivendicazioni precedenti, in cui l'acido di fase b) è acido solforico; e/o lo ioduro di fase d) è ioduro di potassio o ioduro di sodio; e/o il tiosolfato di fase e) è tiosolfato di sodio; e/o il peracido è acido peracetico.
- 8. Metodo secondo una qualsiasi delle rivendicazioni precedenti in cui tutte le fasi a) a h) sono automatizzate.
- 9. Prodotto informatico caricabile in un'unità di controllo elettronica (6) di un dispositivo (1) per determinare la concentrazione di un peracido e/o di perossido d'idrogeno in una soluzione campione ed atto, quando eseguito, ad implementare le fasi di un metodo

secondo una qualsiasi delle rivendicazioni precedenti.

- 10. Dispositivo (1) per determinare la concentrazione di un peracido e/o di perossido d'idrogeno in una soluzione campione comprendente:
 - un contenitore di reazione (2);
- mezzi di alimentazione (3a, 3b, 3c, 3d, 3e) per alimentare detta soluzione campione, una soluzione di acido forte, una soluzione di permanganato di potassio, uno ioduro, e/o una soluzione di tiosolfato a detto contenitore di reazione (2); detti mezzi di alimentazione (3a, 3b, 3c, 3e) essendo spostabili tra una prima configurazione in cui consentono il flusso di dette rispettive soluzioni verso detto contenitore di reazione (2) е una seconda configurazione in cui impediscono il flusso di dette rispettive soluzioni verso detto contenitore di reazione (2);
- primi mezzi di misurazione (4) per misurare il peso di detto contenitore di reazione (2); e
- secondi mezzi di misurazione (5) per misurare otticamente il viraggio del colore della soluzione contenuta in detto contenitore di reazione (2);

caratterizzato dal fatto di comprendere inoltre:

- un'unità di controllo elettronica (6) configurata per generare il valore della concentrazione di detto peracido e/o di detto perossido d'idrogeno in detta

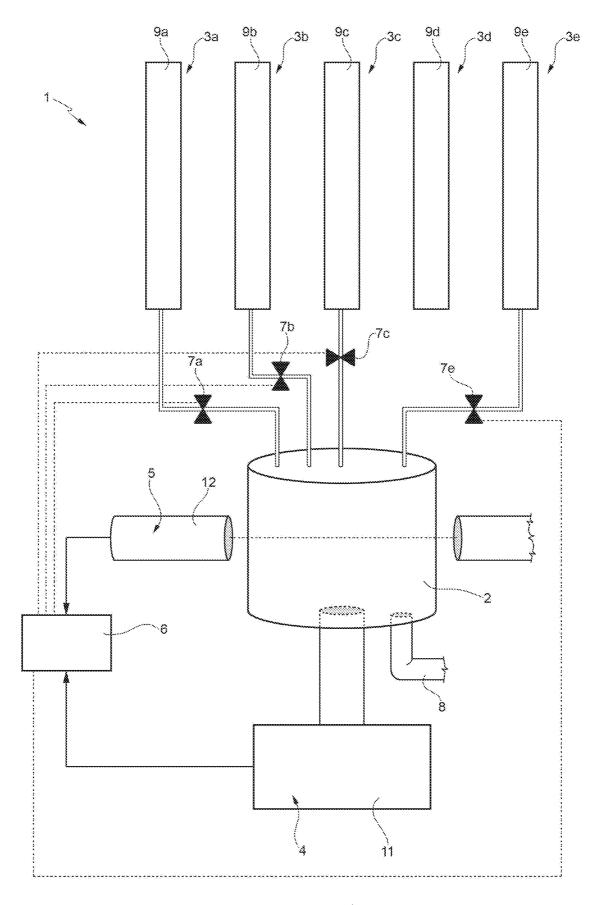
soluzione campione sulla base di detto peso.

- 11. Dispositivo secondo la rivendicazione 10, caratterizzato dal fatto che detti mezzi di alimentazione (3a, 3b, 3c, 3e) comprendono almeno una valvola (7a, 7b, 7c, 7e) spostabile ciascuna da una relativa posizione di apertura a una relativa posizione di chiusura.
- 12. Dispositivo secondo la rivendicazione 10 o 11, caratterizzato dal fatto che detta unità di controllo elettronica (6) è configurata per spostare detti mezzi di alimentazione (3a, 3b, 3c, 3e) tra le dette prima e seconda configurazione in seguito all'avvenuta misurazione da parte di detti secondi mezzi di misurazione (5) di detto viraggio di colore.
- 13. Dispositivo secondo qualsiasi delle una rivendicazioni da 10 a 12, caratterizzato dal fatto che detta unità di controllo elettronica (6) è configurata per comandare a detti primi mezzi di misurazione (4) effettuare una misurazione di detto peso di contenitore di reazione (2) in seguito allo spostamento da detta prima configurazione a detta seconda configurazione di detti mezzi di alimentazione (3a, 3b, 3c, 3d).
- 14. Dispositivo secondo una qualsiasi delle rivendicazioni da 10 a 13, caratterizzato dal fatto che detti secondi mezzi di misurazione (5) sono esterni al contenitore di reazione (2).

- 15. Dispositivo secondo una qualsiasi delle rivendicazioni da 10 a 14, caratterizzato dal fatto che detti secondi mezzi di misurazione (5) sono una fibra ottica o un sensore di colore (12).
- 16. Dispositivo secondo una qualsiasi delle rivendicazioni da 10 a 15, caratterizzato dal fatto che detto contenitore di reazione (2) è formato da un materiale trasparente.
- 17. Dispositivo secondo una qualsiasi delle rivendicazioni da 10 a 16, caratterizzato dal fatto che detti primi mezzi di misurazione (4) comprendono una bilancia analitica (11) con una precisione di almeno 0,01 g.

p.i.: SIDEL S.P.A. CON SOCIO UNICO

Michele DI SCIUVA



p.i.: SIDEL S.P.A. CON SOCIO UNICO