(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 293 644**

(51) Int. Cl.:
G01N 21/35 (2006.01)
A61L 2/20 (2006.01)
A61L 2/24 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Número de solicitud europea: **96108127 .0**
(86) Fecha de presentación : **22.05.1996**
(87) Número de publicación de la solicitud: **0744615**
(87) Fecha de publicación de la solicitud: **27.11.1996**

(54) Título: **Medida del vapor de H_2O_2 (peróxido de hidrógeno) en la presencia de vapor de agua.**

(30) Prioridad: **26.05.1995 US 451842**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.03.2008

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.03.2008

(73) Titular/es: **Steris, Inc.**
43425 Business Park Drive
Temecula, California 92590, US

(72) Inventor/es: **Van den Berg, Rian;**
Zetter, Mark S.;
Miller, Keith L. y
Todd, Terry R.

(74) Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

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).

Venta de fascículos: Oficina Española de Patentes y Marcas. Pº de la Castellana, 75 – 28071 Madrid

DESCRIPCIÓN

Medida del vapor de H_2O_2 (peróxido de hidrógeno) en la presencia de vapor de agua.

Esta invención está relacionada con el análisis cuantitativo del peróxido de hidrógeno en fase de vapor, a una presión ambiente, reducida o elevada. Más en particular, la invención está relacionada con el análisis de espectroscopia de infrarrojo cercano de peróxido de hidrógeno vaporizado, especialmente tal como se utiliza en los procedimientos de esterilización, cuando se tiene que determinar el peróxido de hidrógeno vaporizado en la presencia de agua y algunas veces en presencia de diversos vapores orgánicos.

Los métodos de esterilización se utilizan en una amplia gama de aplicaciones, y se han empleado igualmente una amplia gama de agentes de esterilización. El término "esterilización" se refiere a la destrucción completa o inactivación irreversible de todos los microorganismos, especialmente en objetos inanimados. El término "desinfectante" aparece como más restringido porque está dirigido solo contra los organismos considerados como dañinos. En consecuencia, el término "esterilización" incluye el uso de desinfectantes aplicados a los objetos inanimados. Entre los métodos tradicionales de esterilización se incluyen la esterilización por calor, más comúnmente por medio de vapor, y la esterilización química, utilizando una variedad de agentes que incluyen los alcohole, aldehídos tales como el formaldehído, fenoles, ozono, y óxido de etileno. La esterilización química usualmente se refiere a la esterilización en frío por razones obvias. Cada uno de los métodos tienen sus propios inconvenientes. El mayor inconveniente de la esterilización en caliente es que algunos objetos a esterilizar no pueden soportar físicamente el tratamiento térmico necesario, especialmente si los objetos son polímeros o instrumentos delicados sujetos a la degradación o daños de tipo térmico. Algunos agentes de esterilización química reaccionan realmente con uno o más de los materiales de construcción de los objetos de esterilización, y en consecuencia tienen que utilizarse con precaución. Los agentes de esterilización química adolecen también del inconveniente de que están predispuestos a los problemas de toxicidad humana, precisando de una manipulación extraordinaria y/o problemas de seguridad.

El peróxido de hidrógeno y los perácidos son agentes antimicrobianos potentes y unos esporicidas efectivos. Una solución del 35 por ciento en peso de peróxido de hidrógeno puede ser almacenada durante periodos prolongados, siendo fácil de manipular, no corrosiva, y mezclándose fácilmente con agua. Una importante ventaja del peróxido de hidrógeno es que se descompone en oxigeno y agua, no presentando problemas en los desechos.

El uso del peróxido de hidrógeno como vapor en la esterilización incluye también una serie de problemas y necesidades. La efectividad del peróxido de hidrógeno bajo un conjunto de condiciones dadas depende de su concentración. En consecuencia, no es meramente importante sino incluso crítico tener un método rápido y preciso para monitorizar la concentración del peróxido de hidrógeno en el estado de vapor, con el fin de asegurar una esterilización efectiva. Puesto que el peróxido de hidrógeno está siempre acompañado por agua, una medida adecuada tiene que ser capaz de monitorizar selectivamente las concentraciones del peróxido de hidrógeno en la presencia de vapor de agua, y usualmente en la presencia de vapor de agua en concentraciones algo más altas que las correspondientes al peróxido de hidrógeno. La esterilización por el peróxido de hidrógeno puede ejecutarse bajo condiciones en que pueda existir la posibilidad de una concentración significativa de vapores orgánicos. Por tanto, es importante medir la concentración del peróxido de hidrógeno en la presencia de vapores orgánicos, así como también alertar en forma independiente al operador, en la presencia de vapores orgánicos que podrían por otra parte invalidad las medidas del peróxido de hidrógeno, especialmente por los métodos aquí descritos.

El peróxido de hidrógeno plantea también una serie de temas ocupacionales de salud y de seguridad, siendo así importante conocer con fiabilidad que cuando la esterilización se ha completado, el peróxido residual completo que permanece después de la descomposición del peróxido de hidrógeno en exceso, es suficientemente bajo para ser seguro. En las personas humanas, el contacto ligero del peróxido de hidrógeno con la piel conduce a la irritación y al emblanquecimiento (enfisema cutáneo), cuya intensidad dependerá de la concentración. Un contacto más duradero o una concentración más alta pude conducir a quemaduras. El contacto con los ojos puede también conducir a lesiones serias. El vapor o aerosol de peróxido de hidrógeno provoca irritación o daños en el tracto respiratorio superior y con serios daños en los pulmones. La concentración de umbral par los efectos de irritación aguda del peróxido de hidrógeno vaporizado en el tracto respiratorio es de aproximadamente 10 mg/m^3 en la personas humanas; el valor correspondiente para la piel es de 20 mg/m^3 para las personas humanas.

Es deseable también que las medidas se realicen en tiempo real y de forma remota. Es decir, es deseable que el proceso de la medida pueda completarse en un tiempo relativamente corto, de forma que se pueda monitorizar la concentración del peróxido de hidrógeno conforme se avance en el proceso de esterilización. Es también deseable que las medidas se realicen sin traer muestras al instrumento de medida, sino que en su lugar pueda tenerse el instrumento de medida situado en forma remota con respecto a las cámaras de esterilización mientras que se monitoriza el H_2O_2 *in situ*. Ambos requisitos de cumplen utilizando la espectroscopia de infrarrojo cercano con cables de fibra óptica que llevan a cabo la radiación electromagnética entre la muestra y el instrumento con sondas insertadas directamente en la cámara de esterilización para muestrear el peróxido de hidrógeno. En el contexto de esta aplicación, una "sonda" es la parte del sistema de medida que transporta la radiación electromagnética a la muestra, que proporciona medios para transmitir la radiación a través del recorrido de la muestra, y que proporciona medios para retornar la radiación transmitida al instrumento, para su posterior procesamiento. En resumen, la sonda contiene los medios necesarios para provocar que una parte del espectro del infrarrojo cercano sea absorbida por la muestra. En una variante, la cámara en sí puede utilizarse como una sonda, mediante el montaje de los transmisores y receptores de luz en ambos lados de

la cámara con las fibras ópticas que transporten la luz hacia/desde la instrumentación de medida óptica. Es también significativo observar que la radiación utilizada en el método se encuentra a un nivel extremadamente bajo, para que no tenga efecto alguno en las personas o productos, y en donde el método no presenta peligros de fuego ni de explosión.

El documento WO 9420150-A expone un aparato para la esterilización por gas con oxido de etileno, por lo que la muestra de la atmósfera en la cámara de esterilización, incluyendo el gas de esterilización, puede separarse para la medida en tiempo real de la concentración del oxido de etileno con la aplicación de la radiación de microondas.

La invención mide con precisión las concentraciones de peróxido de hidrógeno gaseoso, en la presencia de vapor de agua. Las medidas pueden hacerse de forma rápida, virtualmente en forma continua, y el aparato de medida puede situarse en forma remota con respecto a la cámara de esterilización. De acuerdo con la presente invención, la capacidad de absorción en el espectro del infrarrojo cercano del peróxido de hidrógeno se determina a una frecuencia o en una banda estrecha de frecuencias, o alternativamente a través de un rango de longitudes de onda muy amplio, en donde se sabe que el peróxido de hidrógeno absorbe el infrarrojo cercano. La concentración de agua se determina concurrentemente a partir de la medida de la capacidad de absorción en otras frecuencias, o por medio de cierta función de correlación con un espectro total medido a través de una longitud de onda más amplia que la mencionada anteriormente. Las medidas pueden realizarse al vacío, a una presión ambiente, o a una presión por encima de la presión ambiente, de acuerdo con la forma en que se lleve a cabo la esterilización, e incluso puede incorporarse en un proceso de control, en donde la concentración del peróxido de hidrógeno se ajusta para optimizar la esterilización.

Sumario

El método de la invención del análisis cuantitativo del peróxido de hidrógeno en la fase de vapor está caracterizado porque la concentración del vapor del peróxido de hidrógeno se determina en la presencia de vapor de agua en la muestra que contiene tanto el peróxido de hidrógeno como vapores de agua, en donde el método está basado n la espectroscopia de infrarrojo cercano y que comprende:

a) la etapa de medir la capacidad de absorción a aproximadamente 1420 nm, o el espectro de la muestra en una zona que incluye 1420 nm, y

b) la etapa de medir la capacidad de absorción o el espectro de la muestra a otras frecuencias, o la etapa de medir los espectros de una serie de muestras de calibración en la zona que incluya a 1420 nm.

Preferiblemente, el método de la invención comprende:

a) todas la etapas de la medida de la capacidad de absorción de la muestra a una longitud de onda en la zona de aproximadamente 1420 nm, y al menos una segunda capacidad de absorción en al menos una longitud de onda seleccionada a partir al menos de una segunda zona de 915-950 nm, 1350-1400 y 1830-2000 nm, ó

b) las etapas de medida del espectro de infrarrojo cercano de la muestra, y de una serie de muestras de calibración conteniendo unas concentraciones conocidas del vapor de peróxido de hidrógeno, vapor de agua y combinaciones de los mismos a través al menos de una banda dentro de la zona de aproximadamente 900 a 2000 nm, incluyendo la mencionada banda a 1420 nm.

La presente invención habilita un método para el análisis del vapor de peróxido de hidrógeno en la presencia de vapor de agua, especialmente bajo condiciones de esterilización. Una realización comprende la medida de la capacidad de absorción en el infrarrojo cercano a 1420 nanometros, midiendo la capacidad de absorción en el rango de 1350-1400, y/ó 1830-2000, y/ó 915-950 nanometros, para determinar la concentración de agua, restándola de la capacidad de absorción a 1420, la contribución de agua a la mencionada capacidad de absorción, y determinando la concentración del peróxido de hidrógeno a partir de la capacidad de absorción residual a 1420, utilizando la ley de Beer. En otra realización, se detecta la presencia de vapores orgánicos, y midiéndose en las zonas de 900-980 y/ó 1090-1290 y/ó 1550-1800 nanometros, con la capacidad de absorción a 1420 corregida posteriormente para la contribución calculada de los vapores orgánicos. En otra realización incluso, se mide el espectro de infrarrojo cercano a través de una banda ancha del infrarrojo, dentro de la zona de 900-2000 nanometros, con la información análoga obtenida por la aplicación de una técnica estadística multivariante al espectro medido, con el fin de extraer la información requerida.

Descripción de la figura

La figura 1 muestra un proceso para el control en línea de la concentración de los vapores de H_2O_2, utilizando la espectroscopia de infrarrojo cercano como método de monitorización.

Descripción detallada

El método aquí descrito está basado en la espectroscopia de infrarrojo cercano, que tiene también la característica deseada de que la instrumentación puede localizarse en forma remota con respecto a la muestra, puesto que las frecuencias de la luz pertinentes pueden ser transmitidas fácilmente a través de fibras ópticas. La invención puede estar basada en la observación de que el valor del peróxido de hidrógeno tiene una fuerte absorción en la zona del infrarrojo

cercano en aproximadamente 1420 nanómetros. La contribución de la absorción a 1420 nm con respecto al agua puede calcularse, mediante la medida de la absorción del agua en uno o más rangos de 1350-1400, 1830-2000 y 915-950 nm, en donde el peróxido de hidrógeno es esencialmente transparente. A partir de la relación conocida entre la absorción del vapor de agua en las ultimas dos zonas y su absorción a 1420 nm, se puede restar la contribución de la absorción a 1420 nm del vapor de agua, para llegar a una absorción que proceda solamente del peróxido de hidrógeno. Llega entonces a ser una cuestión sencilla el aplicar la ley de Beer, para calcular la concentración del peróxido de hidrógeno.

Las muestras que se miden en la práctica de la invención son generalmente muestras gaseosas, o una cámara de expansión, en las cámaras de esterilización que utilizan el peróxido de hidrógeno como agente de esterilización. Puesto que el peróxido de hidrógeno se descompone siempre para formar agua y vapores, se generan normalmente a partir del peróxido de hidrógeno acuoso, las muestras gaseosas que se analizan siempre son al menos una mezcla de peróxido de hidrógeno y agua. Además de ello, las muestras pueden contener vapores orgánicos, por ejemplo, de la desgasificación, lavados previos en disolventes orgánicos, y así sucesivamente, un hecho que tiene implicaciones en la validación de las medidas de concentración del peróxido de hidrógeno, así como también en las modificaciones de la medida del peróxido de hidrógeno que se elabora.

La absorción del vapor se mide a aproximadamente 1420 nm, que es aproximadamente el punto medio de la banda de absorción del peróxido de hidrógeno. No obstante, puesto que el agua y muchos vapores orgánicos absorben también a esta longitud de onda, existe la necesidad de corregir la absorción medida por la presencia de componentes interferentes. En general, la absorción medida puede ser la suma de las distintas absorciones,

$$A_{1420}\ (\text{total}) = A_{1420}\ (H_2O_2) + A_{1420}\ (H_2O) + A_{1420}\ (\text{productos orgánicos})$$

Tal como lo anteriormente expuesto muestra es necesario restar las absorciones que surgen del agua y de los vapores orgánicos, con el fin de evaluar correctamente la absorción asociada solamente con el peróxido de hidrógeno.

Las correcciones asociadas con las absorciones de agua pueden ser aplicadas mediante la medición de la absorción en al menos una longitud de onda dentro al menos de una de las zonas de 1350-1400, 1830-2000, y 915-950 nm, zonas en las que el peróxido de hidrógeno es transparente (es decir, no existe absorción por el peróxido de hidrógeno en estas zonas). La absorción tiene que ser medida en al menos una longitud de onda en una de las zonas anteriores. Es también posible realizar más de una medida en cualquiera o en todas las zonas anteriores. Adicionalmente, se puede hacer medidas de la absorción en una multiplicidad de las longitudes de onda discretas o medir una absorción integrada a través de una banda de longitudes de onda dentro de la zona mencionada. Cualquiera sea el modo seleccionado, la concentración de agua puede calcularse entonces a partir de la absorción medida, utilizando el coeficiente de extinción apropiado para las longitudes de onda en donde se midan las absorciones discretas, o bien utilizando un coeficiente de extinción integrada, en donde se mida la absorción integrada. En cualquier caso, se calculará la absorción a 1420 nm que surja de la concentración de agua según lo medido en la descripción anterior, utilizando la concentración de agua según lo medido anteriormente, y l coeficiente de extinción conocido del agua a 1420 nm. La contribución calculada de agua se restará entonces de la absorción medida a 1420 nm para proporcionar una absorción correcta, la cual exceptuando las posibles contribuciones de los vapores orgánicos, representará la absorción solo del peróxido de hidrógeno.

Si la absorción de los vapores orgánicos a 1420 nm es pequeña con respecto a la absorción total para dicha longitud de onda, entonces:

$$A_{1420}\ (\text{total}) = A_{1420}\ (H_2O_2) + A_{1420}\ (H_2O)$$

Reconfigurando:

$$A_{1420}(H_2O_2) = A_{1420}\ (\text{total}) - A_{1420}\ (H_2O)$$

Es ya entonces un tema fácil el calcular la concentración del peróxido de hidrógeno a partir de su absorción utilizando la ley de Beer, la cual expone que $A = \varepsilon lc$, en donde ε es el coeficiente de extinción de una substancia en la longitud de onda medida, l es la longitud del trayecto de la muestra, y c es la concentración de la substancia que está midiéndose en la muestra, Como un ejemplo de la realización de las correcciones de la absorción, la absorción de agua a 1420 nm es aproximadamente 1/6 de la absorción a 1360 nm. En consecuencia, mediante la medición de la absorción a 1360 nm, se puede corregir fácilmente la absorción del agua a 1420 nm.

Es posible simplificar lo anteriormente expuesto incluso más cuando la contribución de vapor de agua en la absorción a 1420 nm sea pequeña, o cuando se precise solo una medida aproximada de la concentración del peróxido de hidrógeno, mediante la atribución de la absorción a 1420 nm al peróxido de hidrógeno. Esto es claramente impreciso, aunque para algunos fines los resultados son los adecuados.

Existen posibles interferencias en la medida del peróxido de hidrógeno si están presentes otros vapores que absorben la radiación a aproximadamente 1420 nm. Prácticamente, todos los materiales orgánicos absorben en esta zona,

y en consecuencia los valores disolventes orgánicos generalmente interferirán con la medida tal como se ha descrito anteriormente. No obstante, tales materiales absorben también en otras zonas del infrarrojo cercano, particularmente en las zonas de 900-980, 1090-1290 nm, 1550-1800 nm, y 2100-2400 nm, en donde el peróxido de hidrógeno no absorbe agua. Así pues, si están presentes los vapores orgánicos interferentes podrán ser detectados, independientemente del peróxido de hidrógeno y de los vapores de agua, mediante la medición en estos de otras zonas para proporcionar una alerta de que la medida del peróxido de hidrógeno no es válida, o para realizar correcciones aproximadas en la absorción a 1420 nm. Existen unas relaciones generales entre las intensidades de los picos de vapor orgánicos en las zonas de 1090-1290 ó 1550-1800 nm y los de la zona de 1420, con una relación típica de absorción para cualquier máximo del pico en particular de 1420 nm, estando en el rango de 1,5:1 a 1:1. Así pues, en forma aproximada, las correcciones no específicas podrían realizarse en el valor del peróxido de hidrógeno, basándose en las absorciones en las zonas activas de ausencia del peróxido de hidrógeno. Por supuesto, si se conocen las substancias de interferencia, podrían hacerse correcciones más precisas de la misma forma descrita para el agua anteriormente.

En cualquier sistema óptico, la referencia del sistema tiene que establecerse regularmente, es decir, el rendimiento óptico del sistema tiene que medirse en intervalos regulares sin muestra activa, o bien otro material absorbente que esté sujeto a cambios, en el trayecto del haz óptico. Esto establece un rendimiento de la línea de base tal que las señales generadas en la presencia de una muestra están relacionadas directamente solo para muestra, y no con los cambios en el sistema óptico. La dificultad presentada por los procedimientos de referencia del sistema para las medidas de concentración del peróxido de hidrógeno es que el vapor de agua se presenta de forma natural en general en el recorrido óptico con una concentración comparable con la generada durante la esterilización del peróxido de hidrógeno. Si la medida del vapor de agua en sí no es importante, la dificultad anterior no tiene efectos prácticos. No obstante, debido a que no puede establecerse fácilmente una referencia en el aire ambiente, se precisa el diseño de más procedimientos de referencia elaborados, cuando se precise también la medida del vapor de agua.

Cuando la esterilización por el peróxido de hidrógeno se ejecute bajo el vacío, el primer paso después del sellado de la cámara de vacío es evacuarlo a una presión de 20 torr o inferior. Esto elimina esencialmente todo el vapor de agua (se elimina el 740/760, o el 97%) y se toma un espectro de referencia, preferiblemente de forma automática, después de la evacuación y con antelación a la adición de peróxido de hidrógeno al sistema evacuado.

Cuando la esterilización no se hace al vacío, el establecimiento de una referencia es algo inconveniente. Un método sería el insertar en el trayecto de la muestra al vacío durante la medida del peróxido una muestra de referencia del tubo sellado con ventanas ópticas en cada extremo conteniendo aire seco, o evacuado hasta un grado en que sea despreciable la concentración del vapor de agua. Después de obtenerse el espectro de referencia, la muestra de referencia se reemplaza y se obtienen las medidas del peróxido de hidrógeno.

Pueden diseñarse otros métodos del establecimiento en una referencia. Lo que es crítico es un procedimiento de referencia a establecer. No obstante, el método en particular utilizado no es una parte crítica de nuestra invención, según lo aquí descrito, y cuyo último método aplicado es el seleccionado por el operario especializado.

En relación con la necesidad del establecimiento periódico de una referencia del sistema es la necesidad de validar o calibrar periódicamente el rendimiento del sistema. De forma sencilla, esto se lleva a cabo mediante la colocación en el trayecto de la muestra normal una muestra de calibración, es decir, una muestra conteniendo concentraciones conocidas del peróxido de hidrógeno vaporizado, agua, y quizás vapores orgánicos. Si las concentraciones se calculan a partir de las absorciones medidas no aportan los valores de las concentraciones de análisis con una precisión suficiente, esto indicará que el procedimiento de medida tiene fallos, tal como puede surgir a partir de la referencia con fallos, cambiando el rendimiento del sistema, y los procedimientos con fallos. La dificultad del procedimiento anterior puede atribuirse a la dificultad de proporcionar muestras, con concentraciones estables determinadas con precisión de los elementos de análisis. De esta forma, por ejemplo, debido a la inestabilidad relativa del peróxido de hidrógeno, es desafiante el preparar una muestra con unas concentraciones conocidas del valor del peróxido de hidrógeno, que no cambiarán en forma apreciable incluso a través de periodos cortos de tiempo, especialmente en la presencia de materiales orgánicos fácilmente oxidables.

La esterilización del peróxido de hidrógeno tiene que realizarse con unos niveles de vapor predeterminados de peróxido paras que sea efectiva. El peróxido de hidrógeno reaccionará con muchas superficies sometidas a la esterilización, y será permeable dentro y a través de materiales de plástico. Todo lo expuesto podrá provocar que los niveles del peróxido de hidrógeno en una cámara de esterilización sean inferiores a lo esperado, conduciendo a una pérdida rápida del vapor del peróxido. El resultado es una concentración incierta del vapor del peróxido con la posibilidad de una esterilización imperfecta. En consecuencia, existe la necesidad del control de la concentración del vapor de peróxido de hidrógeno utilizando medidas *in situ*. El método NIR anterior de la medida del peróxido de hidrógeno puede incorporarse fácilmente en un proceso de control, para asegurar las concentraciones adecuadas del vapor a través del procedimiento de esterilización.

Por ejemplo, si las medidas en línea se ejecutan utilizando un programa de software auxiliar para realizar las correcciones descritas anteriormente, el programa puede generar también una señal de salida, proporcional a la concentración del peróxido de hidrógeno para un dispositivo de generación del vapor de peróxido de hidrógeno. La diferencia entre la señal recibida por el dispositivo de generación del vapor del peróxido de hidrógeno y una señal de "punto de ajuste", es decir, alguna señal de referencia, servirá entonces para generar vapor de peróxido de hidrógeno adicional, hasta que la señal antes mencionada sea cero. En esencia, el sistema de control comprende un dispositivo de monitorización (en

este caso un espectrómetro NIR) con salida electrónica, un controlador que lea la salida electrónica del monitor, y convierta la diferencia entre los niveles de vapor del peróxido de hidrógeno actuales y los deseados (o punto de ajuste) en una señal, generalmente una señal electrónica, la cual se transmite al dispositivo de generación del peróxido de hidrógeno para generar más peróxido de hidrógeno.

El proceso de control anterior se muestra esquemáticamente en la figura 1. El peróxido de hidrógeno entra a través de la línea 1 en la cámara de esterilización 3 a través del controlador 2. El controlador varía la cantidad de peróxido de hidrógeno vaporizado que entra 3, por ejemplo controlando la extensión de vaporización desde una solución acuosa de peróxido de hidrógeno. El sensor 4 recibe una señal de la cámara 2, la cual es proporcional a la concentración del peróxido de hidrógeno vaporizado, y transmite la misma a un comparador 5, en donde la señal se compara con un punto de ajuste o señal de referencia, que representa la concentración del peróxido de hidrógeno deseada. La diferencia entre las señales se convierte en una señal electrónica 6 que se transmite por 5 al controlador 2, el cual determina la cantidad de peróxido de hidrógeno que entra en la cámara 3, manteniendo por tanto la concentración del peróxido dentro de la cámara al nivel deseado.

Las descripciones anteriores se han expuesto en los términos de la realización de las medidas discretas para unas longitudes de onda en particular. Los procedimientos análogos pueden estar basados en las medidas a través de una banda de longitudes de onda dentro de la banda de 900 a 2000 nm. En particular, se puede medir el espectro del infrarrojo cercano de una serie de muestras que contengan concentraciones conocidas de peróxido de hidrógeno y vapor de agua en varias combinaciones dentro de la banda mencionada. Se puede obtener una correlación entre el espectro medido y las concentraciones conocidas de los componentes en los conjuntos de calibración que se estén utilizando para la aplicación de una técnica estadística multivariable, tal como los cuadrados mínimos parciales, regresión de componentes principales, y así sucesivamente. Cualquiera sea la técnica estadística que se utilice, se determinará con efectividad las mejores bandas de las longitudes de onda para hacer las medidas y los pesos relativos de los componentes de la medida. Se puede medir el espectro del infrarrojo cercano de una muestra conocida a través de la misma zona en donde se haya obtenido la correlación estadística, y utilizando la correlación obtenida con los conjuntos de calibración aplicados al espectro del infrarrojo cercano medido de la muestra desconocida, para calcular la concentración del vapor de peróxido de hidrógeno. Esta solución puede ser meramente una extensión de la descrita anteriormente; la diferencias que las técnicas estadísticas se aplican a un espectro de infrarrojo cercano medido a través de una banda de frecuencias, en lugar de utilizar las absorciones en frecuencias discretas, o las absorciones integradas a través de un rango estrecho de frecuencias.

REIVINDICACIONES

1. Un método de análisis cuantitativo del peróxido de hidrógeno en la fase de vapor, en donde la concentración del vapor de peróxido de hidrógeno se determina en la presencia de vapor de agua en una muestra que contiene ambos vapores del peróxido de hidrógeno y del agua, estando el método basado en la espectroscopia del infrarrojo cercano, y que comprende:

a) la etapa de medir la capacidad de absorción a aproximadamente 1420 nm, o el espectro de la muestra en una zona que incluye 1420 nm, y

b) la etapa de medir la capacidad de absorción o el espectro de la muestra a otras frecuencias, o la etapa de medir los espectros de una serie de muestras de calibración en la zona que incluya a 1420 nm.

2. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el método comprende:

a) las etapas de la medida de la capacidad de absorción de la muestra a una longitud de onda en la zona de aproximadamente 1420 nm, y al menos una segunda capacidad de absorción en al menos una longitud de onda seleccionada a partir al menos de una segunda zona de 915-950 nm, 1350-1400 y 1830-2000 nm, ó

b) las etapas de medida del espectro de infrarrojo cercano de la muestra, y de una serie de muestras de calibración conteniendo unas concentraciones conocidas del vapor de peróxido de hidrógeno, vapor de agua y combinaciones de los mismos a través al menos de una banda dentro de la zona de aproximadamente 900 a 2000 nm, incluyendo la mencionada banda a 1420 nm.

3. Un método de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, en el cual el método comprende las etapas de:

a) medir una primera absorción de la muestra a una longitud de onda en una primera zona de aproximadamente 1420 nm, y al menos una segunda absorción en al menos una longitud de onda seleccionada a partir al menos de una segunda zona de 915-950 nm, 1350-1400, y 1830-2000 nm,

b) restar de la primera absorción, la absorción debida al vapor de agua, calculada a partir de la segunda absorción medida en la segunda zona para producir una tercera absorción a aproximadamente 1420 nm corregida para el valor de agua, y

c) determinar la concentración del vapor de peróxido de hidrógeno a partir de la tercera absorción utilizando la ley de Beer.

4. Un método de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, en el cual el método comprende las etapas de:

a) medir una primera absorción de la muestra a una longitud de onda en una primera zona de aproximadamente 1420 nm, y al menos una segunda absorción de al menos una longitud de onda seleccionada a partir de al menos una segunda zona de 1350-1400 nm y 1830-2000 nm,

b) restar de la primera absorción la absorción debida al vapor de agua según lo calculado a partir de la segunda absorción medida en la segunda zona, para producir una primera absorción calculada en 1420 nm corregida para el vapor de agua,

c) medir una tercera absorción en al menos una longitud de onda seleccionada a partir de al menos una tercera zona de 1090-1290 nm, 1550-1800 nm, y 2100-2400 nm,

d) restar de la primera absorción calculada de la etapa b) la absorción debida a los vapores orgánicos según lo calculado a partir de la tercera absorción medida en la tercera zona para producir una segunda absorción calculada para aproximadamente 1420 nm corregida para los vapores orgánicos, y

e) determinar la concentración del vapor del peróxido de hidrógeno a partir de la segunda absorción calculada mencionada utilizando la Ley de Beer.

5. Un método de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, en el que el método comprende las etapas de:

a) medir el espectro de infrarrojo cercano de una serie de muestras de calibración conteniendo concentraciones conocidas del vapor de peróxido de hidrógeno, vapor de agua, y combinaciones de los mismos al menos a través de una banda dentro de la zona de aproximadamente 900 a 2000 nm, incluyendo la mencionada banda a 1420 nm,

b) analizar los espectros medidos y las concentraciones conocidas en el conjunto de calibración, para producir una correlación entre el espectro del infrarrojo cercano medido y la concentración del peróxido de hidrógeno,

c) medir el espectro de absorción del infrarrojo cercano de la muestra desconocida mencionada a través de la mencionada banda dentro de la zona desde aproximadamente 900 a 2000 nm, y

d) aplicar la correlación de la etapa (b) al espectro del infrarrojo cercano de la muestra desconocida, para determinar la concentración del vapor de peróxido de hidrógeno en la misma.

6. Un método de esterilización de un objeto inanimado que contenga microorganismos, que comprende:

a) colocar el objeto en una cámara de esterilización,

b) inyectar un agente de esterilización que comprenda peróxido de hidrógeno en la cámara de esterilización en una cantidad suficiente para producir una concentración de peróxido de hidrógeno en la cámara de expansión de la cámara,

c) medir la concentración del vapor del peróxido de hidrógeno en la cámara de expansión, utilizando el método de las reivindicaciones 1 a 5, y

d) comparar la cantidad medida de la etapa (c) con la cantidad de objetivo necesaria para la destrucción completa de todos los microorganismos en el objeto, y

e) repetir las etapas (b), (c) y (d) si la comparación de la etapa (d) es inferior a la cantidad de objetivo.

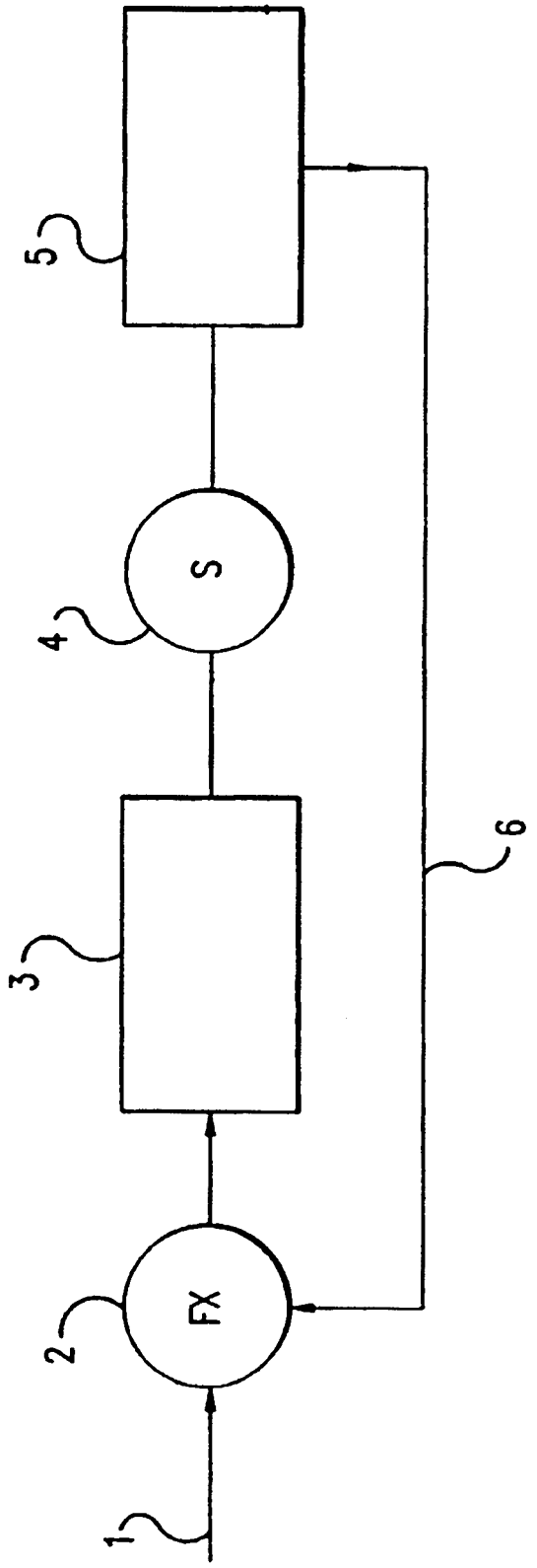

FIG. 1