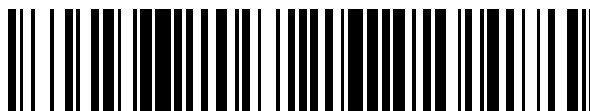


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 568 005**

51 Int. Cl.:

B01F 3/08 (2006.01)
B01F 15/06 (2006.01)
B01F 5/06 (2006.01)
B01F 5/04 (2006.01)
B01J 19/24 (2006.01)
B01J 19/00 (2006.01)
B01J 19/26 (2006.01)
B01J 4/00 (2006.01)
C01B 15/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.09.2012** **E 12759736 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.02.2016** **EP 2758157**

54 Título: **Dispositivo para mezclar y enfriar a dos líquidos reactivos y método para preparar el ácido peroxomonosulfúrico con el dispositivo**

30 Prioridad:

21.09.2011 EP 11182096

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
27.04.2016

73 Titular/es:

EVONIK DEGUSSA GMBH (100.0%)
Rellinghauser Strasse 1-11
45128 Essen, DE

72 Inventor/es:

BROWN, TERRY;
STESEL, PETER y
HITCHINER, ALAN

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 568 005 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Dispositivo para mezclar y enfriar a dos líquidos reactivos y método para preparar el ácido peroxomonosulfúrico con el dispositivo

5 El invento se refiere a un dispositivo para mezclar y enfriar a dos líquidos reactivos y a un método para preparar el ácido peroxomonosulfúrico con el dispositivo.

Cuando dos líquidos reactivos, tales como el ácido sulfúrico y el peróxido de hidrógeno, se mezclan para dar un producto de reacción sensible al calor, tal como el ácido peroxomonosulfúrico, mediante una reacción química exotérmica, se necesita un dispositivo que mezcle de manera eficiente a los líquidos reactivos y enfríe rápidamente a la mezcla resultante.

10 El documento de patente de los EE.UU. US 2.789.954 describe un método de preparar el ácido peroxomonosulfúrico haciendo fluir conjuntamente una corriente de ácido sulfúrico concentrado y una corriente de peróxido de hidrógeno en la boca de un condensador enfriado por agua, de manera tal que la mezcla resultante se enfría en el transcurso de varios segundos. El dispositivo que se usa en ese documento US 2.789.954 es útil solamente a una escala de laboratorio, pero no puede ser aumentado a escala de un modo seguro hasta llegar a una escala industrial.

15 En el documento US 5.141.731 describe un método de preparar el ácido peroxomonosulfúrico por adición de un peróxido de hidrógeno concentrado a un ácido sulfúrico concentrado en varias porciones usando unos eyectores/mezcladores para añadir unas corrientes de peróxido a una corriente de ácido sulfúrico. La mezcla es enfriada detrás de cada uno de los eyectores/mezcladores en un intercambiador de calor, que puede ser de un un diseño de casco y tubo, de una bobina o de placa y marco.

20 El documento de solicitud de patente internacional WO 92/07791 describe un método de preparar el ácido peroxomonosulfúrico en un reactor adiabático, en el que el peróxido de hidrógeno se inyecta dentro de una corriente de ácido sulfúrico, que circula a través de una cámara de reacción anular, a través de una entrada que dirige al peróxido de hidrógeno transversalmente a la circulación del ácido sulfúrico. El documento describe además el recurso de enfriar a la mezcla, que sale desde el reactor adiabático con una temperatura de desde 80 hasta 110 °C, a aproximadamente 60 °C haciéndola pasar a través de una unidad de enfriamiento.

Unos dispositivos y unos métodos adicionales de la técnica anterior para mezclar y enfriar a dos líquidos reactivos se describen en los documentos US3644296 y WO97/26215.

30 Sin embargo, sigue existiendo una necesidad de un método para preparar el ácido peroxomonosulfúrico que se pueda practicar a una escala industrial, que use menos equipamiento que el método que se divulga en el documento US 5.141.731 y que evite la exposición del ácido peroxomonosulfúrico a la acción de unas altas temperaturas, en donde la descomposición del ácido peroxomonosulfúrico puede volverse tan rápida que conduzca a una reacción desenfrenada.

35 Los presentes autores del invento han encontrado que las desventajas de los métodos de la técnica anterior pueden ser superadas usando un nuevo dispositivo para mezclar y enfriar dos líquidos reactivos, que mezcla a los dos líquidos en el espacio de cabeza de un intercambiador de calor del tipo de haz de tubos con unas toberas apropiadamente diseñadas.

40 Un objetivo del invento es un dispositivo para mezclar y enfriar dos líquidos reactivos, que comprende un intercambiador del tipo de un haz que comprende una multitud de tubos paralelos dispuestos en un recinto común, un espacio de cabeza que se abre en un extremo de todos los tubos del haz de tubos, una primera entrada al espacio de cabeza para introducir un primer líquido y una segunda entrada al espacio de cabeza con una multitud de toberas para introducir un segundo líquido, estando colocadas dichas toberas dentro del espacio de cabeza y orientadas para dirigir al líquido introducido transversalmente al eje de los tubos del haz de tubos.

45 Un objeto adicional del invento es un método para preparar el ácido peroxomonosulfúrico en donde se introduce de un 85 a un 98 % en peso de ácido sulfúrico dentro de la primera entrada de un dispositivo de acuerdo con el invento, se introduce de un 50 a un 80 % en peso de peróxido de hidrógeno acuoso en la segunda entrada de dicho dispositivo y la mezcla resultante se enfría en el haz de tubos de dicho dispositivo.

La Fig. 1 muestra una forma preferida de realización del dispositivo del invento que tiene unas toberas ranuradas y unos mezcladores estáticos adicionales colocados dentro de los tubos de haz de tubos.

50 El dispositivo del invento comprende un intercambiador de calor del tipo de haz de tubos que comprende una multitud de tubos paralelos (1), que están dispuestos dentro de un recinto común (2). Los tubos pueden ser

enfriados haciendo pasar un líquido de enfriamiento a través del espacio existente entre los tubos y el recinto común.

El dispositivo comprende también un espacio de cabeza (3) que se abre en un extremo de todos los tubos del haz de tubos, que sirve para distribuir un líquido que se ha de enfriar a los tubos del haz de tubos.

5 El dispositivo comprende además una primera entrada (4) en el espacio de cabeza para introducir un primer líquido (5) y una segunda entrada (6) en el espacio de cabeza con una multitud de toberas (7) para introducir un segundo líquido (8). Las toberas (7) están colocadas dentro del espacio de cabeza (3) y están orientadas para dirigir al líquido introducido transversalmente al eje de los tubos del haz de tubos. Las toberas (7) están preferiblemente orientadas para dirigir al líquido introducido en un ángulo esencialmente perpendicular al eje de los tubos del haz de tubos. El
10 hecho de introducir el segundo líquido a través de unas toberas situadas dentro del espacio de cabeza (3) reduce al mínimo el tiempo que transcurre entre la mezclado de los líquidos y el enfriamiento de los líquidos en los tubos (1) del intercambiador de calor. La orientación especificada de las toberas distribuye el segundo líquido a todos los tubos (1) del haz de tubos.

15 Las entradas primera y segunda son preferiblemente coaxiales con el haz de tubos, siendo la primera entrada un tubo exterior (4) que está conectado con el espacio de cabeza y siendo la segunda entrada un tubo interior (6) que está dispuesto dentro del tubo exterior y que sobresale en el interior del espacio de cabeza (3). Más preferiblemente, el tubo (6) de la segunda entrada está cerrado por el extremo que está colocado dentro del espacio de cabeza y las toberas son unas toberas ranuradas (7) en las paredes del tubo. Del modo más preferible, las ranuras de las toberas ranuradas están en la dirección del tubo de la segunda entrada. Si se usan unas toberas ranuradas, el área total de
20 las ranuras de las toberas ranuradas (7) es preferiblemente de 0,5 a 2,0 veces el área de la sección transversal del tubo (6) de la segunda entrada. La disposición coaxial de las entradas y el uso de unas toberas ranuradas proporcionan una distribución uniforme de ambos líquidos reactivos a todos los tubos (1) del haz de tubos con una construcción simple que se puede producir a partir de unos materiales resistentes a la corrosión con un bajo costo.

25 En una forma preferida de realización del dispositivo del invento, unos adicionales mezcladores estáticos (9) están colocados en el interior de los tubos del haz de tubos junto al extremo de los tubos que se abre en el espacio de cabeza. En principio, se pueden usar todos los tipos de mezcladores estáticos. Los mezcladores estáticos adicionales mejoran la mezclado de los dos líquidos reactivos y la transferencia de calor desde la mezcla hasta las paredes de los tubos (1) del haz de tubos.

30 El dispositivo del invento es una modificación de un clásico intercambiador de calor del tipo de un haz de tubos, que se puede producir con un bajo costo y es fácil de mantener, puesto que no contiene partes en movimiento. El dispositivo del invento puede mezclar y enfriar a dos líquidos reactivos en una gran escala con un bajo período de tiempo de permanencia antes de enfriar. La disposición de unas toberas en el dispositivo del invento proporciona una distribución uniforme de ambos líquidos reactivos a todos los tubos del haz de tubos sin la necesidad de un múltiple distribuidor para la distribución de los líquidos.

35 En el método del invento para preparar el ácido peroxomonosulfúrico, se introduce de un 85 a un 98 % en peso de ácido sulfúrico en la primera entrada de un dispositivo del invento, tal como se ha descrito más arriba, se introduce de un 50 a un 80 % en peso de peróxido de hidrógeno acuoso en la segunda entrada de dicho dispositivo y la mezcla resultante se enfría en el haz de tubos de dicho dispositivo. El ácido sulfúrico y el peróxido de hidrógeno se introducen preferiblemente en una relación molar de 0,5 a 10, más preferiblemente en una relación molar de 0,5 a 5
40 y de manera sumamente preferible en una relación molar de 1 a 4. Una relación molar situada en el extremo superior de los intervalos es preferida si se desea una alta conversión de peróxido de hidrógeno. Una relación molar situada en el extremo inferior de los intervalos es preferida si la resultante solución de ácido peroxomonosulfúrico será neutralizada con una base antes del uso.

45 El ácido sulfúrico y el peróxido de hidrógeno se introducen preferiblemente en unos bajos caudales que proporcionan un período de tiempo medio de permanencia en el espacio de cabeza de menos que 10 segundos, más preferiblemente de menos que 7 segundos y de manera sumamente preferible de menos que 5 segundos, siendo calculado el período de tiempo medio de permanencia como la relación entre el volumen del espacio de cabeza y los caudales combinados de ácido sulfúrico y de peróxido de hidrógeno. El período de tiempo medio de permanencia en el espacio de cabeza es preferiblemente de más que 1 segundo. Un bajo período de tiempo de
50 permanencia en el espacio de cabeza de los intercambiadores de calor puede disminuir la máxima temperatura alcanzada por la mezcla de reacción y conduce a menos descomposición de peróxido en el proceso.

La mezcla que resulta de mezclar el ácido sulfúrico y el peróxido de hidrógeno en el espacio de cabeza del intercambiador de calor es enfriada preferiblemente en el haz de tubos hasta una temperatura de menos que 80 °C, de manera preferible de menos que 50 °C y de manera sumamente preferible de menos que 40 °C. La mezcla es
55 enfriada preferiblemente a una temperatura de por lo menos 27 °C, más preferiblemente de por lo menos 35 °C. Se prefieren unas bajas temperaturas si la solución de ácido peroxomonosulfúrico ha de ser almacenada, mientras que se pueden usar unas temperaturas más altas para disminuir el consumo del medio enfriador, si la solución de ácido

peroxomonosulfúrico se usa dentro de un breve período de tiempo. La mezcla es enfriada preferiblemente usando agua de enfriamiento como el medio enfriador.

- 5 El método del invento para preparar el ácido peroxomonosulfúrico requiere un equipo menos complicado que los métodos de la técnica anterior y se puede ejecutar de una manera segura a una gran escala con altos rendimientos, puesto que él evita exponer al ácido peroxomonosulfúrico y al peróxido de hidrógeno que no ha reaccionado a la acción de unas altas temperaturas, que conducen a una descomposición del peróxido.

REIVINDICACIONES

1. Un dispositivo para mezclar y enfriar a dos líquidos reactivos, que comprende un intercambiador de calor del tipo de un haz, comprendiendo dicho intercambiador de calor una multitud de tubos paralelos (1) dispuestos en un recinto común (2), un espacio de cabeza (3) abierto a un extremo de todos los tubos del haz de tubos, y una primera entrada (4) en el espacio de cabeza para introducir un primer líquido (5), en el que el dispositivo comprende una segunda entrada (6) en el espacio de cabeza con una multitud de toberas (7) para introducir un segundo líquido (8), estando colocadas dichas toberas dentro del espacio de cabeza y orientadas para dirigir el líquido introducido transversalmente al eje de los tubos del haz de tubos.
2. El dispositivo de la reivindicación 1, en el que dichas toberas están orientadas para introducir el líquido introducido en un ángulo que es esencialmente perpendicular al eje de los tubos del haz de tubos.
3. El dispositivo de la reivindicación 1 ó 2, en el que las entradas primera y segunda son coaxiales con el haz de tubos, la primera entrada es un tubo exterior (4) que está conectado con el espacio de cabeza y la segunda entrada es un tubo interior (6) que está dispuesto dentro del tubo exterior y que sobresale en el interior del espacio de cabeza.
4. El dispositivo de una cualquiera de las reivindicaciones 1 hasta 3, en el que la segunda entrada es un tubo que sobresale en el interior del espacio de cabeza, estando el tubo cerrado en el extremo que está colocado dentro del espacio de cabeza, y las toberas son unas toberas ranuradas (7) en las paredes del tubo.
5. El dispositivo de la reivindicación 4, en el que las ranuras de dichas toberas ranuradas están en la dirección del tubo de la segunda entrada.
6. El dispositivo de la reivindicación 4 ó 5, en el que el área total de las ranuras de dichas toberas ranuradas es de 0,5 a 2,0 veces el área de la sección transversal del tubo de la segunda entrada.
7. El dispositivo de una cualquiera de las reivindicaciones 1 hasta 6, en el que unos mezcladores estáticos (9) están colocados en el interior de los tubos del haz de tubos por el extremo de los tubos que se abre al espacio de cabeza.
8. Un método para preparar el ácido peroxomonosulfúrico, en el que se introduce de un 85 a un 98 % en peso de ácido sulfúrico dentro de la primera entrada de un dispositivo de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 hasta 6, se introduce de un 50 a un 80 % en peso de peróxido de hidrógeno acuoso en el interior de la segunda entrada de dicho dispositivo y la mezcla resultante se enfría en el haz de tubos de dicho dispositivo.
9. El método de la reivindicación 8, en el que el ácido sulfúrico y el peróxido de hidrógeno se introducen en una relación molar de desde 0,5 hasta 10.
10. El método de la reivindicación 8 ó 9, en el que se introducen el ácido sulfúrico y el peróxido de hidrógeno con unos caudales que proporcionan un período de tiempo medio de permanencia en el espacio de cabeza de menos que 10 segundos, siendo calculado el período de tiempo medio de permanencia como la relación entre el volumen del espacio de cabeza y los caudales combinados de ácido sulfúrico y de peróxido de hidrógeno.
11. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 8 hasta 10, en el que dicha mezcla resultante es enfriada a una temperatura de menos que 80 °C.

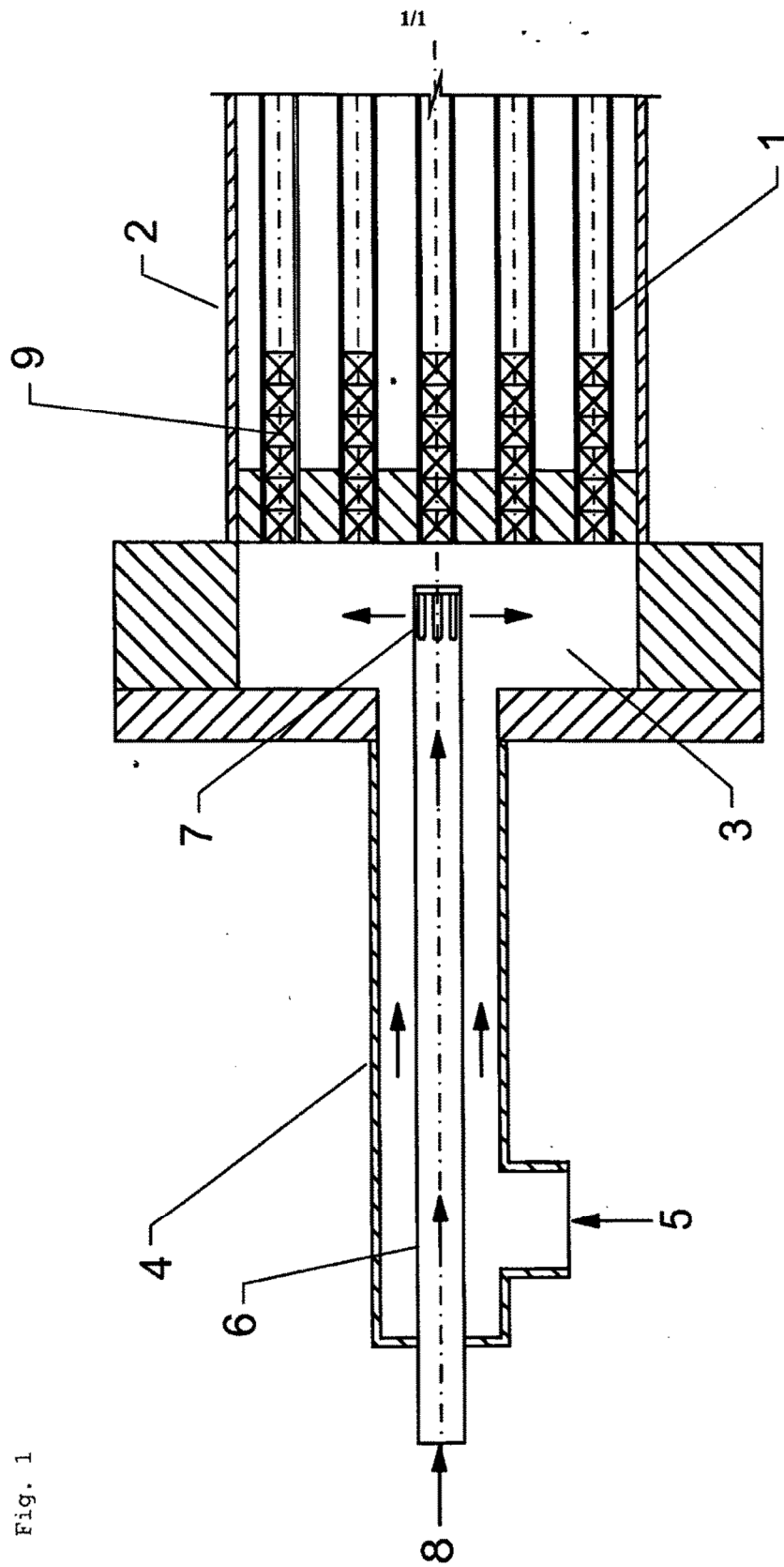


Fig. 1