

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 658 156**

51 Int. Cl.:

B01J 19/24 (2006.01)

B01J 14/00 (2006.01)

C01B 15/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **19.09.2012 PCT/EP2012/068391**

87 Fecha y número de publicación internacional: **28.03.2013 WO13041546**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.09.2012 E 12759472 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.01.2018 EP 2758162**

54 Título: **Dispositivo y método para preparar una disolución acuosa diluida de ácido peroxomonosulfúrico**

30 Prioridad:

21.09.2011 EP 11182103

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

08.03.2018

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**STESEL, PETER;
TOWNSEND, DARREN y
BARRATT, THOMAS**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 658 156 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 y método para preparar una disolución acuosa diluida de ácido peroxomonosulfúrico

5 La invención se refiere a un dispositivo para preparar una disolución acuosa diluida de ácido peroxomonosulfúrico.

10 El ácido peroxomonosulfúrico es un oxidante fuerte que reacciona más rápido que el peróxido de hidrógeno y puede prepararse fácilmente a partir de ácido sulfúrico concentrado y peróxido de hidrógeno acuoso, tal como se conoce por el documento US 2.789.954. La disolución de ácido peroxomonosulfúrico concentrada obtenida a partir de ácido sulfúrico concentrado y peróxido de hidrógeno acuoso es un producto químico peligroso y plantea un peligro laboral para los operarios con una baja cualificación en la manipulación de productos químicos peligrosos. En muchas aplicaciones, tales como en minería y purificación de agua, el ácido peroxomonosulfúrico no se usa en forma concentrada, sino como disolución acuosa diluida.

15 El documento US 2.789.954 describe un método de preparación de ácido peroxomonosulfúrico concentrado haciendo fluir conjuntamente una corriente de ácido sulfúrico concentrado y una corriente de peróxido de hidrógeno en la boca de un condensador enfriado con agua, de modo que la mezcla resultante se enfría en el plazo de varios segundos. La mezcla enfriada se diluye entonces hasta el 6% en peso de ácido peroxomonosulfúrico mezclando con una corriente de agua y haciendo pasar la mezcla resultante a través de un segundo condensador. El dispositivo
20 usado en el documento US 2.789.954 es útil sólo a escala de laboratorio, pero no puede aumentarse a escala de manera segura hasta escala industrial.

25 El documento WO 92/07791 describe un método de preparación de ácido peroxomonosulfúrico en un reactor adiabático, en el que se inyecta peróxido de hidrógeno en una corriente de ácido sulfúrico, que fluye a través de una cámara de reacción anular, a través de una entrada que dirige el peróxido de hidrógeno transversalmente al flujo de ácido sulfúrico. El documento propone permitir que el ácido peroxomonosulfúrico concentrado caliente fluya directamente al interior de un tanque o un recipiente, en el que se desea su uso, o alternativamente que fluya a través de una tubería sumergida en un tanque de tratamiento con el fin de enfriarlo.

30 Sin embargo, sigue habiendo la necesidad de un dispositivo y un método que proporcionen una disolución acuosa diluida de ácido peroxomonosulfúrico sin el riesgo de exponer a operarios a una disolución de ácido peroxomonosulfúrico concentrada. Los presentes inventores han desarrollado un dispositivo y un método que cumplen con esta necesidad.

35 Un objeto de la invención es un dispositivo para preparar una disolución acuosa diluida de ácido peroxomonosulfúrico, que comprende

un conducto (1) para una corriente acuosa (2),

40 un tubo de mezclado (3) ubicado dentro de dicho conducto, que tiene un mezclador estático (4) dentro del tubo de mezclado, una salida abierta a dicho conducto y una entrada,

un tubo de suministro de ácido sulfúrico (5) conectado a la entrada de dicho tubo de mezclado y

45 un tubo de suministro de peróxido de hidrógeno (6), dispuesto dentro del tubo de suministro de ácido sulfúrico y que tiene una salida para peróxido de hidrógeno en la entrada de dicho tubo de mezclado.

50 Un objeto adicional de la invención es un método para preparar una disolución acuosa diluida de ácido peroxomonosulfúrico (11), en el que una corriente acuosa (2) se hace pasar a través del conducto (1) de un dispositivo según la invención, del 85 al 98% en peso de ácido sulfúrico se introduce en el tubo de suministro de ácido sulfúrico (5) de dicho dispositivo y del 50 al 80% en peso de disolución acuosa de peróxido de hidrógeno se introduce en el tubo de suministro de peróxido de hidrógeno (6) de dicho dispositivo.

55 La Figura 1 muestra una realización preferida del dispositivo de la invención que tiene el tubo de mezclado (3) y el tubo de suministro de ácido sulfúrico (5) dispuestos coaxialmente dentro del conducto (1) y válvulas de retención adicionales (8, 10) en las tuberías de alimentación de ácido sulfúrico y peróxido de hidrógeno (7, 9).

60 El dispositivo de la invención comprende un conducto (1) para una corriente acuosa (2), que es preferiblemente un tubo y es más preferiblemente un tubo recto con una sección transversal circular.

65 El dispositivo de la invención comprende además un tubo de mezclado (3) ubicado dentro del conducto para la corriente acuosa. En la realización preferida del conducto que es un tubo, el tubo de mezclado está dispuesto de manera preferible coaxialmente dentro del conducto. El tubo de mezclado está revestido preferiblemente con un material resistente a la corrosión, más preferiblemente con un polímero fluorocarbonado y lo más preferiblemente con politetrafluoroetileno.

- El tubo de mezclado tiene un mezclador estático (4) dispuesto en su interior, que ocupa preferiblemente toda la sección transversal del tubo de mezclado. Puede usarse cualquier clase de mezclador estático en el tubo de mezclado, prefiriéndose mezcladores estáticos que tienen elementos de mezclado repetitivos. Lo más preferiblemente se usa un mezclador estático que tiene desde 2 hasta 20 elementos de mezclado. El mezclador estático está hecho preferiblemente de un material resistente a la corrosión, más preferiblemente de un polímero fluorocarbonado y lo más preferiblemente de politetrafluoroetileno. En una realización preferida, el tubo de mezclado está dispuesto de manera recambiable dentro del conducto con el fin de adaptar fácilmente el dispositivo a diferentes intervalos de caudal cambiando tubos de mezclado de diferente tamaño y volumen.
- La salida del tubo de mezclado (3) está abierta al conducto (1), de modo que cualquier líquido que abandona el tubo de mezclado a través de la salida fluirá al interior del conducto para la corriente acuosa. La salida del tubo de mezclado está preferiblemente en el sentido de flujo de la corriente acuosa, es decir el líquido que fluye a través de la salida al interior de la corriente acuosa se dirige en el sentido de la corriente acuosa.
- Disponer el tubo de mezclado dentro del conducto para la corriente acuosa con la salida abierta al conducto proporciona un enfriamiento eficaz de la mezcla formada a partir de ácido sulfúrico y peróxido de hidrógeno mediante la transferencia de calor a la corriente acuosa y tiene como efecto la rápida dilución del ácido peroxomonosulfúrico concentrado resultante en la corriente acuosa, lo que conduce a una descomposición de peróxido de hidrógeno reducida y a altos rendimientos de ácido peroxomonosulfúrico. La disposición también evita cualquier exposición de los operarios a ácido peroxomonosulfúrico concentrado, porque el ácido peroxomonosulfúrico se forma y se diluye dentro del conducto para la corriente acuosa.
- El dispositivo de la invención comprende además un tubo de suministro de ácido sulfúrico (5) que está conectado a la entrada del tubo de mezclado (3), siendo la entrada del tubo de mezclado el extremo del tubo de mezclado que está opuesto a la salida. En la realización preferida del tubo de mezclado que está dispuesto coaxialmente dentro del conducto, el tubo de suministro de ácido sulfúrico también está dispuesto de manera preferible coaxialmente dentro del conducto. El tubo de suministro de ácido sulfúrico está revestido preferiblemente con un material resistente a la corrosión, más preferiblemente con un polímero fluorocarbonado y lo más preferiblemente con politetrafluoroetileno.
- El dispositivo de la invención comprende además un tubo de suministro de peróxido de hidrógeno (6) que está dispuesto dentro del tubo de suministro de ácido sulfúrico (5) y tiene una salida para peróxido de hidrógeno en la entrada del tubo de mezclado. Esta manera de disponer el tubo de suministro de peróxido de hidrógeno tiene la ventaja de proporcionar un mezclado eficaz de peróxido de hidrógeno con ácido sulfúrico en cuanto el peróxido de hidrógeno abandona el tubo de suministro de peróxido de hidrógeno, lo que reduce la descomposición de peróxido de hidrógeno y proporciona altos rendimientos de ácido peroxomonosulfúrico.
- En una realización preferida, el dispositivo de la invención comprende además una tubería de alimentación de ácido sulfúrico (7) que está conectada al tubo de suministro de ácido sulfúrico y tiene una válvula de retención (8), y una tubería de alimentación de peróxido de hidrógeno que está conectada al tubo de suministro de peróxido de hidrógeno y tiene una válvula de retención (10). Las válvulas de retención garantizan que el ácido peroxomonosulfúrico formado en el tubo de mezclado no pueda empujarse de vuelta al interior de los recipientes de almacenamiento para peróxido de hidrógeno y ácido sulfúrico. Preferiblemente, las válvulas de retención están dispuestas dentro del conducto para la corriente acuosa. Esto garantiza que el ácido peroxomonosulfúrico formado en el tubo de mezclado se retenga dentro del conducto y no pueda escaparse de las bridas fuera del conducto. Preferiblemente, la tubería de alimentación de ácido sulfúrico y la tubería de alimentación de peróxido de hidrógeno pasan a través de una cubierta de brida común en el conducto para la corriente acuosa, lo que permite cambiar el conjunto completo de cubierta de brida, tubería de alimentación de ácido sulfúrico, tubería de alimentación de peróxido de hidrógeno, tubo de suministro de ácido sulfúrico, tubo de suministro de peróxido de hidrógeno y tubo de mezclado de una pieza. Esta realización permite un cambio rápido del conjunto con el fin de adaptar el dispositivo a diferentes intervalos de caudal.
- En otra realización preferida, el dispositivo de la invención comprende además dispositivos para detener el suministro de ácido sulfúrico al tubo de suministro de ácido sulfúrico y de peróxido de hidrógeno al tubo de suministro de peróxido de hidrógeno. Estos dispositivos se controlan mediante un indicador de flujo para la corriente acuosa. Cualquier dispositivo conocido para detectar o medir el flujo de una corriente acuosa puede usarse como indicador de flujo, tal como monitores de flujo y medidores de flujo comerciales. Los dispositivos para detener el suministro de ácido sulfúrico y peróxido de hidrógeno pueden ser, por ejemplo, válvulas de cierre o circuitos para detener bombas distribuidoras. Preferiblemente, el indicador de flujo para la corriente acuosa detiene el suministro de ácido sulfúrico y peróxido de hidrógeno al tubo de mezclado cuando la tasa de flujo de la corriente acuosa en el conducto cae por debajo de un valor predeterminado con el fin de evitar cualquier acumulación de ácido peroxomonosulfúrico concentrado en el conducto.
- En aún otra realización preferida, el dispositivo de la invención comprende además un mezclador estático adicional ubicado en el conducto para la corriente acuosa aguas abajo de la salida del tubo de mezclado. El mezclador estático adicional proporciona una dilución más rápida y uniforme del ácido peroxomonosulfúrico concentrado en la

corriente acuosa y proporciona una disolución acuosa diluida de ácido peroxomonosulfúrico con una concentración homogénea de ácido peroxomonosulfúrico.

5 En el método de la invención para preparar una disolución acuosa diluida de ácido peroxomonosulfúrico, una corriente acuosa (2) se hace pasar a través del conducto (1) de un dispositivo de la invención tal como se describió anteriormente, del 85 al 98% en peso de ácido sulfúrico se introduce en el tubo de suministro de ácido sulfúrico (5) del dispositivo y del 50 al 80% en peso de disolución acuosa de peróxido de hidrógeno se introduce en el tubo de suministro de peróxido de hidrógeno (6) del dispositivo con el fin de proporcionar una disolución acuosa diluida (11) de ácido peroxomonosulfúrico.

10 La corriente acuosa es preferiblemente una corriente de agua.

15 El ácido sulfúrico y el peróxido de hidrógeno se introducen preferiblemente a una razón molar de desde 0,5 hasta 10 y más preferiblemente a una razón molar de desde 1 hasta 4. Se prefiere una razón molar en el extremo superior de los intervalos si se desea una alta conversión de peróxido de hidrógeno. Se prefiere una razón molar en el extremo inferior de los intervalos si la disolución acuosa diluida de ácido peroxomonosulfúrico se neutralizará con una base antes de su uso.

20 El ácido sulfúrico y el peróxido de hidrógeno se introducen preferiblemente a tasas para proporcionar una razón en peso de la corriente acuosa en relación con la cantidad combinada de ácido sulfúrico y peróxido de hidrógeno dentro del intervalo de desde 1 hasta 10 con el fin de conseguir la concentración de ácido peroxomonosulfúrico deseada en la disolución acuosa diluida de ácido peroxomonosulfúrico.

25 El ácido sulfúrico y el peróxido de hidrógeno se introducen preferiblemente a tasas de flujo que proporcionan un tiempo de residencia promedio en el tubo de mezclado de desde 1 hasta 10 segundos, más preferiblemente desde 1 hasta 7 segundos y lo más preferiblemente desde 1 hasta 5 segundos, calculándose el tiempo de residencia promedio como la razón entre el volumen de tubo de mezclado y las tasas de flujo combinadas de ácido sulfúrico y peróxido de hidrógeno. El ajuste del tiempo de residencia dentro del intervalo preferido proporciona altos rendimientos de ácido peroxomonosulfúrico con poca descomposición de peróxido. Con el fin de conseguir un tiempo de residencia dentro del intervalo preferido para un flujo dado de la corriente acuosa y una concentración dada de ácido peroxomonosulfúrico en la disolución acuosa diluida de ácido peroxomonosulfúrico, el volumen del tubo de mezclado puede ajustarse cambiando el tubo de mezclado por un tubo de mezclado más pequeño o más grande.

35 El dispositivo y el método de la invención permiten la producción segura de una disolución acuosa diluida de ácido peroxomonosulfúrico con bajo coste y en grandes volúmenes sin riesgo de exponer a los operarios a ácido peroxomonosulfúrico concentrado. La transferencia de calor desde la mezcla de ácido sulfúrico y peróxido de hidrógeno a la corriente acuosa circundante, que se produce durante la formación de ácido peroxomonosulfúrico en el tubo de mezclado, también proporciona un funcionamiento seguro del proceso y evita la descomposición térmica del peróxido.

40

REIVINDICACIONES

- 1.- Un dispositivo para preparar una disolución acuosa diluida de ácido peroxomonosulfúrico, que comprende
- 5 a) un conducto (1) para una corriente acuosa (2),
- b) un tubo de mezclado (3) ubicado dentro de dicho conducto, que tiene un mezclador estático (4) dentro del tubo de mezclado, una salida abierta a dicho conducto y una entrada,
- 10 c) un tubo de suministro de ácido sulfúrico (5) conectado a la entrada de dicho tubo de mezclado y
- d) un tubo de suministro de peróxido de hidrógeno (6), dispuesto dentro del tubo de suministro de ácido sulfúrico y que tiene una salida para peróxido de hidrógeno en la entrada de dicho tubo de mezclado.
- 15 2.- El dispositivo según la reivindicación 1, en el que dicho tubo de mezclado y dicho tubo de suministro de ácido sulfúrico están dispuestos coaxialmente dentro de dicho conducto.
- 3.- El dispositivo según la reivindicación 2, en el que la salida de dicho tubo de mezclado está en el sentido de flujo de dicha corriente acuosa.
- 20 4.- El dispositivo según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, que comprende además una tubería de alimentación de ácido sulfúrico (7) a dicho tubo de suministro de ácido sulfúrico, teniendo la tubería de alimentación de ácido sulfúrico una válvula de retención (8), y una tubería de alimentación de peróxido de hidrógeno (9) a dicho tubo de suministro de peróxido de hidrógeno, teniendo la tubería de alimentación de peróxido de hidrógeno una
- 25 5.- El dispositivo según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, que comprende además dispositivos de interrupción del flujo, controlados mediante un indicador de flujo para dicha corriente acuosa, para detener el suministro de ácido sulfúrico a dicho tubo de suministro de ácido sulfúrico y de peróxido de hidrógeno a dicho tubo de suministro de peróxido de hidrógeno.
- 30 6.- El dispositivo según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, que comprende además un mezclador estático adicional ubicado en dicho conducto aguas abajo de la salida de dicho tubo de mezclado.
- 35 7.- Un método para preparar una disolución acuosa diluida (11) de ácido peroxomonosulfúrico, en el que una corriente acuosa (2) se hace pasar a través del conducto (1) de un dispositivo según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, del 85 al 98% en peso de ácido sulfúrico se introduce en el tubo de suministro de ácido sulfúrico (5) de dicho dispositivo y del 50 al 80% en peso de disolución acuosa de peróxido de hidrógeno se introduce en el tubo de suministro de peróxido de hidrógeno (6) de dicho dispositivo.
- 40 8.- El método según la reivindicación 7, en el que se introducen ácido sulfúrico y peróxido de hidrógeno a una razón molar de desde 0,5 hasta 10.
- 45 9.- El método según la reivindicación 7 u 8, en el que el ácido sulfúrico y el peróxido de hidrógeno se introducen a tasas para proporcionar una razón en peso de la corriente acuosa en relación con la cantidad combinada de ácido sulfúrico y peróxido de hidrógeno dentro del intervalo de desde 1 hasta 10.

Fig. 1

