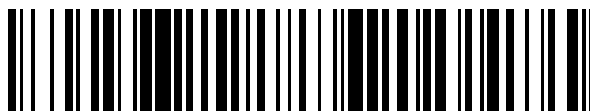


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 711 412**

51 Int. Cl.:

**B01J 19/00** (2006.01)

**C07C 407/00** (2006.01)

**C07C 409/24** (2006.01)

**C07C 409/26** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.09.2007** **E 15150006 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.10.2018** **EP 2878593**

54 Título: **Método para preparar un ácido peroxicarboxílico**

30 Prioridad:

**18.10.2006 US 583371**

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

**03.05.2019**

73 Titular/es:

**ECOLAB USA INC. (100.0%)**  
**1 Ecolab Place**  
**St. Paul, MN 55102, US**

72 Inventor/es:

**MCSHERRY, DAVID;**  
**STAUB, RICHARD;**  
**TALLMAN, DAN;**  
**LI, JUNZHONG y**  
**LOKKESMOE, KEITH**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

ES 2 711 412 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**

Método para preparar un ácido peroxicarboxílico

**Campo de la invención**

5 La presente invención se refiere a métodos para preparar un ácido peroxicarboxílico. Las composiciones de ácido peroxicarboxílico preparadas con el método pueden incluir uno o más ácidos peroxicarboxílicos.

**Antecedentes de la invención**

10 Los presentes métodos para la preparación de ácidos peroxicarboxílicos incluyen la mezcla de un ácido carboxílico o anhídrido con un agente oxidante, como el peróxido de hidrógeno, en agua y esperar. En condiciones ambientales, la reacción puede tardar una semana o más en alcanzar concentraciones deseables de ácido peroxicarboxílico en equilibrio. Además, las regulaciones y las prácticas con respecto al transporte de ingredientes tales como el peróxido de hidrógeno y el ácido acético pueden limitar la concentración, la estabilidad, contenido, o pureza de estos reactivos y, por lo tanto, del ácido peroxicarboxílico resultante. Por ejemplo, el ácido acético inevitablemente contiene metal debido a las prácticas comunes de transporte y manipulación. Las composiciones de ácido peroxicarboxílico convencionales típicamente incluyen ácidos peroxicarboxílicos de cadena corta o mezclas de 15 ácidos peroxicarboxílicos de cadena corta y ácidos peroxicarboxílicos de cadena media (véanse, por ejemplo, las Patentes de EE.UU. Nos. 5.200.189, 5.314.687, 5.409.713, 5.437.868, 5.489.434, 6.674.538, 6.010.729, 6.111.963 y 6.514.556).

20 Los esfuerzos de investigación en curso han luchado por composiciones de ácido peroxicarboxílico mejoradas y métodos para su preparación. En particular, estos esfuerzos han luchado por métodos que pueden preparar más rápidamente composiciones de ácido peroxicarboxílico más puras y/o más estables incluso en un lugar de uso.

25 El documento WO 91/07375 A1 describe una composición que contiene ácido peracético, peróxido de hidrógeno, ácido mineral y agua. Para el propósito de mejorar la estabilidad del ácido peracético, también contiene ácido dipicolínico y por lo menos un ácido fosfónico que tiene capacidad de unir como complejos cationes de metal divalente. El documento WO 91/07375 A1 también se refiere a un método para preparar ácido peracético a partir de ácido acético y peróxido de hidrógeno.

30 El documento US 5 122 538 A describe un procedimiento para generar composiciones desinfectantes y blanqueantes de peroxiacido en el punto de uso, comprendiendo el procedimiento introducir peróxido de hidrógeno y un ácido carboxílico en un reactor a alrededor de 0,1 a 10 moles de peróxido de hidrógeno por mol de ácido, y poner en contacto el peróxido de hidrógeno y ácido carboxílico en presencia de una resina de ácido sulfónico y en ausencia sustancial de iones de metal activo que forma una composición acuosa de peroxiacido a una concentración de alrededor hasta 20% en peso. Usando este procedimiento, se pueden usar composiciones de lavado de almacenes, desinfección y blanqueo de colada, y desinfección de superficies duras.

**Sumario de la invención**

35 La presente invención se refiere a métodos para la preparación de un ácido peroxicarboxílico. Las composiciones de ácido peroxicarboxílico preparadas por el método y aparato pueden incluir uno o más ácidos peroxicarboxílicos.

40 El presente método incluye un método para preparar un ácido peroxicarboxílico. El método incluye proporcionar una composición líquida una composición de un ácido carboxílico y un agente oxidante y pretratar la composición líquida con una columna de pretratamiento para retirar ion metálico de la composición. El método incluye por tanto hacer reaccionar la composición pretratada en presencia de un catalizador de reacción que se puede retirar físicamente de la mezcla de reacción para producir una composición de ácido peroxicarboxílico y recuperar la composición de ácido peroxicarboxílico. El método incluye la monitorización de la temperatura, y/o presión o de la composición líquida antes del pretratamiento, en el sitio de pretratamiento durante el pretratamiento. Si la diferencia de temperaturas excede de un valor predeterminado, el método incluye proporcionar una señal detectable e interrumpir el funcionamiento de un aparato que lleva a cabo el método accionando una válvula de liberación de presión para 45 soltar presión en el aparato, detener el flujo de uno o más reactivos dentro del aparato, provocar que el agua fluya dentro del sitio de pretratamiento, provocar que la composición de ácido carboxílico fluya dentro del sitio de tratamiento, detener el aparato, o una combinación de los mismos.

La invención se refiere a:

1. Un método para preparar un ácido peroxicarboxílico, que comprende:
  - 50 proporcionar una composición líquida de un ácido carboxílico y un agente oxidante;
  - pretratar la composición líquida con una columna de pretratamiento para retirar ion metálico de la composición mixta;
  - hacer reaccionar la composición pretratada en presencia de un catalizador de reacción que se puede retirar físicamente de la mezcla de reacción para producir una composición de ácido peroxicarboxílico; y

- recuperar la composición de ácido peroxicarboxílico,
- caracterizado por el hecho de que el método comprende además medir la temperatura y/o la presión de la composición líquida i) antes de pretratar y ii) en el sitio de pretratamiento durante el pretratamiento;
- determinar una diferencia entre i) e ii);
- 5 si la diferencia llega a o excede de un determinado valor:
- proporcionar una señal detectable; y
- interrumpir el funcionamiento de un aparato que lleva a cabo el método:
- accionando una válvula de liberación de presión para liberar presión en el aparato;
- deteniendo el flujo de uno o más reactivos dentro del aparato;
- 10 provocando que fluya agua dentro del sitio de pretratamiento;
- provocando que fluya composición de ácido carboxílico dentro del sitio de pretratamiento;
- deteniendo el aparato; o
- una combinación de los mismos.
2. El método del aspecto 1, en el que el pretratamiento comprende poner en contacto la composición mixta y un intercambiador de cationes fuerte en forma de ácido o en forma de metal inerte.
- 15 3. El método del aspecto 1, que comprende además:
- pretratar una composición líquida de ácido carboxílico para retirar ion metálico de la composición líquida de ácido carboxílico;
- mezclar la composición líquida pretratada de ácido carboxílico y agente oxidante para formar la composición líquida de un ácido carboxílico y un agente oxidante.
- 20 4. El método del aspecto 3, en el que el pretratamiento comprende poner en contacto la composición líquida de ácido carboxílico y un intercambiador de cationes fuerte en forma de ácido o en forma de metal inerte.
5. El método del aspecto 1, en el que hacer reaccionar comprende poner en contacto la composición pretratada y un catalizador ácido fuerte insoluble.
- 25 6. El método del aspecto 1, que comprende hacer reaccionar en una columna de catalizador de reacción insoluble; y además que comprende hacer reaccionar en una segunda, una tercera y una cuarta columna de catalizador de reacción insoluble; estando la segunda, tercera, y cuarta columnas de catalizador de reacción acopladas en serie.
7. El método del aspecto 1, que comprende proporcionar una señal detectable si la diferencia de temperatura es mayor de 10°C, igual a 10°C, o mayor o igual a 10°C.
- 30 8. El método del aspecto 1, que comprende además:
- mezclar la composición de ácido peroxicarboxílico y una cantidad predeterminada de vehículo para formar una composición diluida de una concentración predeterminada de ácido peroxicarboxílico;
- almacenar la composición diluida;
- 35 monitorizar la concentración de ácido peroxicarboxílico, ácido carboxílico, agente oxidante, o una combinación de los mismos en la composición diluida; si la concentración de ácido peroxicarboxílico, ácido carboxílico, agente oxidante, o combinación de los mismos es menor de un valor determinado, igual a un valor predeterminado, o menor o igual a un valor predeterminado, añadir composición de ácido peroxicarboxílico a la composición diluida.
9. El método del aspecto 1, que comprende proporcionar una composición líquida de una pluralidad de ácidos carboxílicos y un agente oxidante.
- 40 10. El método del aspecto 9, que comprende además: mezclar una primera composición líquida de ácido carboxílico, una segunda composición líquida de ácido carboxílico, y agente oxidante para formar la composición líquida de una pluralidad de ácidos carboxílicos y un agente oxidante.
11. El método del aspecto 10, en el que la primera composición líquida de ácido carboxílico comprende de alrededor de 80 a alrededor de 100% en peso de ácido acético.

12. El método del aspecto 1, en el que el agente oxidante comprende de alrededor de 35 a alrededor de 45% en peso de peróxido de hidrógeno.

13. El método del aspecto 1, en el que la segunda composición líquida de ácido carboxílico comprende de alrededor de 1 a alrededor de 20% en peso de ácido octanoico.

## 5 Breve descripción de los dibujos

Las Figuras 1-5 representan esquemáticamente un aparato que genera ácido peroxicarboxílico que incluye columna de pretratamiento y catalizador de reacción.

La Figura 6 representa esquemáticamente el sistema de seguridad y la columna de pretratamiento.

10 Las Figuras 7-10 representan esquemáticamente un aparato que genera ácido peroxicarboxílico que incluye columna de pretratamiento, catalizador de reacción y sistema de seguridad.

La figura 11 representa esquemáticamente un aparato que genera ácido peroxicarboxílico en comunicación de fluidos con un sistema de envasado aséptico.

Las Figuras 12 y 13 representan esquemáticamente un aparato que genera ácido peroxicarboxílico que incluye columna de pretratamiento y catalizador de reacción.

15 La Figura 14 representa esquemáticamente el sistema de seguridad y el catalizador de reacción.

La figura 15 representa esquemáticamente un aparato que genera ácido peroxicarboxílico que incluye un sistema de almacenamiento.

La Figura 16 es un diagrama de flujo que ilustra un procedimiento por el cual el controlador monitoriza y/o regula las concentraciones de ácido peroxicarboxílico y/o de peróxido de hidrógeno en la composición de uso.

20 La Figura 17 es un diagrama de flujo que ilustra un procedimiento de "verificación del generador" mediante el cual el controlador monitoriza y regula el funcionamiento del generador de ácido peroxicarboxílico.

La Figura 18 es un diagrama de una planta de bebidas, que incluye una planta de llenado aséptico en frío, en la cual, se pueden preparar y embotellar bebidas carbonatadas o no carbonatadas.

25 Varias realizaciones de la presente invención se describirán en detalle con referencia a los dibujos, en los que números de referencia iguales representan partes iguales a lo largo de las diversas vistas. La referencia a varias realizaciones no limita el alcance de la invención, que está limitada solo por el alcance de las reivindicaciones.

## Descripción detallada de la invención

### Definiciones

30 Tal como se usa aquí, la frase "ácido carboxílico de cadena media" se refiere a un ácido carboxílico que: 1) tiene olor reducido o carece de olor comparado con el olor malo, picante o acre asociado a una concentración igual de ácido carboxílico de cadena pequeña, y 2) tiene una concentración micelar crítica mayor de 1 mM en tampones acuosos a pH neutro. Los ácidos carboxílicos de cadena media excluyen ácidos carboxílicos que son infinitamente solubles o miscibles con agua a 20°C. Los ácidos carboxílicos de cadena media incluyen ácidos carboxílicos con puntos de ebullición (a 760 mm de Hg de presión) de 180 a 300°C. En una realización, los ácidos carboxílicos de cadena media incluyen ácidos carboxílicos con puntos de ebullición (a 760 mm de Hg de presión) de 200 a 300°C. En una realización, los ácidos carboxílicos de cadena media incluyen aquellos con solubilidad en agua de menos de 1 g/l a 25°C. Los ejemplos de ácidos carboxílicos de cadena media incluyen ácido pentanoico, ácido hexanoico, ácido heptanoico, ácido octanoico, ácido nonanoico, ácido decanoico, ácido undecanoico y ácido dodecanoico.

40 Tal como se usa aquí, la frase "ácido peroxicarboxílico de cadena media" se refiere a la forma de ácido peroxicarboxílico de un ácido carboxílico de cadena media.

Tal como se usa aquí, la frase "ácido carboxílico de cadena corta" se refiere a un ácido carboxílico que: 1) tiene característico mal, picante o acre olor, y 2) es infinitamente soluble o miscible con agua a 20°C. Los ejemplos de ácidos carboxílicos de cadena corta incluyen ácido fórmico, ácido acético, ácido propiónico y ácido butírico.

45 Tal como se usa aquí, la frase "ácido peroxicarboxílico de cadena corta" se refiere a la forma de ácido peroxicarboxílico de un ácido carboxílico de cadena corta.

Tal como se usa aquí la expresión "cationes metálicos inertes" se refiere a aquellos cationes metálicos que son sustancialmente no reactivos (por ejemplo, no experimentan un nivel de reacción indeseable) o no reactivos con peróxido de hidrógeno o un ácido peroxicarboxílico (es decir, especies de peroxígeno). Por ejemplo, el sodio y el potasio son cationes metálicos inertes, mientras que el hierro y el cobre no lo son.

Tal como se usa aquí, el término "insoluble" se usa para describir una sustancia que no se disuelve para dar más que una concentración insignificante (por ejemplo, <0,1 mg/ml) en un vehículo o disolvente empleado para el ácido carboxílico, agente oxidante, ácido peroxicarboxílico, o una combinación de los mismos para dar una concentración razonable.

5 Tal como se usa aquí, una composición o combinación "que consiste esencialmente" en ciertos ingredientes se refiere a una composición que incluyen esos ingredientes y sin ningún ingrediente que afecte materialmente a las características básicas y novedosas de la composición o método. La frase "que consiste esencialmente en" excluye de las composiciones y métodos reivindicados un secuestrante, mejorador de detergencia, agente quelante o agente estabilizante; a menos que tal procedimiento o ingrediente se enumere específicamente después la frase.

10 Tal como se usa aquí, una composición o combinación "sustancialmente libre de" uno o más ingredientes se refiere a una composición que no incluye nada de ese ingrediente o que incluye solo trazas o cantidades incidentales de ese ingrediente. Las cantidades en trazas o incidentales pueden incluir la cantidad del ingrediente encontrado en otro ingrediente como impureza o estabilizante o que se genera en una reacción secundaria minoritaria durante la formación o degradación del ácido peroxicarboxílico. Por ejemplo, el peróxido de hidrógeno disponible en el mercado a menudo contiene cantidades poco importantes de un estabilizante tal como un compuesto de estaño o en algunos casos cantidades en trazas de HEDP.

20 Como se usa aquí, las frases "olor desagradable", "olor ofensivo", o "mal olor" se refieren a un olor fuerte, picante, o acre o ambiente atmosférico del cual una persona típica se aleja si puede. El tono hedónico proporciona una medida del grado en que un olor es agradable o desagradable. Un "olor desagradable", "olor ofensivo", o "mal olor" tiene un tono hedónico que lo califica como desagradable o más desagradable que una disolución de ácido acético al 5% en peso, ácido propiónico, ácido butírico o mezclas de los mismos.

25 Como se usa aquí, el término "microorganismo" se refiere a cualquier organismo no celular o unicelular (incluyendo colonial). Los microorganismos incluyen todos los procariontes. Los microorganismos incluyen bacterias (incluyendo cianobacterias), líquenes, hongos, protozoos, virinos, viroides, virus, fagos y algunas algas. Como se usa aquí, el término "microbio" es sinónimo de microorganismo.

30 Como se usa aquí, el término "objeto" se refiere a algo material que se puede percibir por los sentidos, directamente y/o indirectamente. Los objetos incluyen una superficie, que incluye una superficie dura (como vidrio, cerámica, metal, roca natural y sintética, madera y polímero), un elastómero o plástico, sustratos tejidos y no tejidos, una superficie de procesamiento de alimentos, una superficie de cuidado de la salud, y similares. Los objetos también incluyen un producto alimenticio (y sus superficies); un cuerpo o corriente de agua o un gas (por ejemplo, una corriente de aire); y superficies y artículos empleados en hostelería y sectores industriales. Los objetos también incluyen el cuerpo o parte del cuerpo de una criatura viviente, por ejemplo, una mano.

35 Como se usa aquí, la frase "producto alimenticio" incluye cualquier sustancia alimenticia que puede requerir tratamiento con un agente o composición antimicrobiana y que es comestible con o sin preparación adicional. Los productos alimenticios incluyen carne (por ejemplo, carne roja y carne de cerdo), mariscos, aves de corral, frutas y verduras, huevos, huevos vivos, productos de huevo, alimentos listos para el consumo, trigo, semillas, raíces, tubérculos, hojas, tallos, bulbos, flores, brotes, condimentos o una combinación de los mismos. El término "producto" se refiere a productos alimenticios tales como frutas y verduras y plantas o materiales derivados de plantas que se vende típicamente sin cocinar y, a menudo, sin envasar, y que a veces se puede comer crudo.

40 Como se usa aquí, la frase "producto vegetal" incluye cualquier sustancia vegetal o sustancia de origen vegetal que podría requerir tratamiento con un agente o composición antimicrobiana. Los productos vegetales incluyen semillas, nueces, carnes de nueces, flores cortadas, plantas o cultivos cultivados o almacenados en un invernadero, plantas de interior y similares. Los productos vegetales incluyen muchos alimentos para animales.

45 Como se usa aquí, una fruta o verdura procesada se refiere a una fruta o verdura que se ha cortado, picado, rebanado, pelado, triturado, molido, irradiado, congelado, cocinado (por ejemplo, escaldado, pasteurizado) u homogeneizado. Como se usa aquí una fruta o vegetal que se ha lavado, coloreado, encerado, refrigerado en agua, desconchado, o de la que se han retirado hojas duras, tallos o cáscaras no está procesada.

50 Como se usa aquí, la expresión "producto cárnico" se refiere a todas las formas de carne animal, incluyendo la carcasa, músculo, grasa, órganos, piel, huesos y fluidos corporales y componentes similares que forman el animal. La carne animal incluye la carne de mamíferos, aves, peces, reptiles, anfibios, caracoles, almejas, crustáceos, otras especies comestibles como la langosta, el cangrejo, etc. u otras formas de mariscos. Las formas de carne de animal incluyen, por ejemplo, la totalidad o parte de la carne de animal, sola o en combinación con otros ingredientes. Las formas típicas incluyen, por ejemplo, carnes procesadas tales como carnes curadas, productos seccionados y conformados, productos picados, productos finamente picados, carne triturada y productos que incluyen carne triturada, productos enteros y similares.

55 Como se usa aquí, el término "aves de corral" se refiere a todas las formas de cualquier ave mantenido, faenado, o domesticado para carne o huevos, e incluye pollo, pavo, avestruz, pollo picantón, pichón, pintada, faisán, codorniz, pato, ganso, emú o similares y los huevos de estas aves. Las aves de corral incluyen aves de corral enteras,

seccionadas, procesadas, cocidas o crudas, e incluyen todas las formas de carne de aves de corral, subproductos y productos secundarios. La carne de ave de corral incluye músculo, grasa, órganos, piel, huesos y fluidos corporales y componentes similares que forman el animal. Las formas de carne de animal incluyen, por ejemplo, la totalidad o parte de carne de animal, sola o en combinación con otros ingredientes. Las formas típicas incluyen, por ejemplo, carne de ave de corral procesada, tal como carne de ave de corral curada, productos seccionados y conformados, productos troceados, productos finamente picados y productos enteros.

Como se usa aquí, la expresión "restos de aves de corral" se refiere a cualquier resto, residuo, material, suciedad, despojos, partes de ave de corral, desechos de aves de corral, vísceras de aves de corral, órganos de aves de corral, fragmentos o combinaciones de tales materiales, y similares retirados de una carcasa o porción de ave de corral durante el procesado y que entra en una corriente de desechos.

Como se usa aquí, la frase "superficie de procesado de alimentos" se refiere a una superficie de una herramienta, una máquina, equipo, una estructura, un edificio o similares que se emplea como parte de una actividad de procesado, preparación o almacenamiento de alimentos. Los ejemplos de superficies de procesado de alimentos incluyen superficies de procesado de alimentos o equipo de preparación (por ejemplo, equipo de rebanado, enlatado, o transporte, incluidos canales), de artículos de procesado de alimentos (por ejemplo, utensilios, vajillas, artículos de limpieza y vasos de bares), y de suelos, paredes o accesorios de estructuras en las que se produce el procesado de alimentos. Las superficies de procesado de alimentos se encuentran y se emplean en sistemas de circulación de aire anti-deterioro de los alimentos, desinfección de envases asépticos, refrigeración de alimentos y limpiadores de refrigeradores e higienizantes, higienización de lavado de vajilla, limpieza e higienización de blanqueador, materiales de envasado de alimentos, aditivos de tablero de corte, higienizante de tercer fregadero, enfriadores y calentadores de bebidas, aguas de enfriamiento o escaldado de carne, higienizantes de lavado automático, geles de desinfección, torres de refrigeración, pulverizadores para ropa antimicrobianos para el procesado de alimentos y lubricantes de preparación de alimentos sin contenido o de bajo contenido acuoso, aceites y aditivos de aclarado.

Como se usa aquí, la frase "corrientes de aire" incluye sistemas de circulación de aire anti-deterioro de alimentos. Las corrientes de aire también incluyen las corrientes de aire que se encuentran típicamente en las salas de hospital, cirugía, enfermería, partos, depósito de cadáveres y de diagnóstico clínico.

Como se usa aquí, el término "aguas" incluye aguas de procesado o de transporte de alimentos. Las aguas de procesado o de transporte de alimentos incluyen aguas de transporte de productos agrícolas (por ejemplo, como se encuentran en canales, transportes por tuberías, cortadoras, rebanadoras, blanqueadoras, sistemas de retorta, arandelas, y similares), rociadores de cinta para líneas de transporte de alimentos, tolva y bandejas profundas de lavado a mano, aguas de aclarado del tercer fregadero, y similares. Las aguas también incluyen aguas domésticas y recreativas tales como piscinas, balnearios, canales recreativos y toboganes de agua, fuentes y similares.

Como se usa aquí, la expresión "superficie de cuidado de la salud" se refiere a una superficie de un instrumento, un dispositivo, un carro, una jaula, muebles, una estructura, un edificio o similares que se emplea como parte de una actividad de cuidado de la salud. Los ejemplos de superficies de cuidado de la salud incluyen superficies de instrumentos médicos o dentales, de dispositivos médicos o dentales, de aparatos electrónicos empleados para monitorizar la salud del paciente, y de los suelos, paredes o elementos fijos de las estructuras en las que se realiza la atención médica. Las superficies de cuidado de la salud se encuentran en salas de hospital, cirugía, enfermería, partos, morgue y diagnóstico clínico. Estas superficies pueden ser aquellas tipificadas como "superficies duras" (como paredes, suelos, cuñas, etc.) o superficies de tela, por ejemplo, superficies de punto, tejidas y no tejidas (como prendas quirúrgicas, cortinas, ropa de cama, vendajes, etc.) o equipos para el cuidado del paciente (como respiradores, equipos de diagnóstico, derivaciones, endoscopios, sillas de ruedas, camas, etc.) o equipos quirúrgicos y de diagnóstico. Las superficies de atención médica incluyen artículos y superficies empleados en el cuidado de la salud de animales.

Como se usa aquí, el término "instrumento" se refiere a los distintos instrumentos o dispositivos médicos o dentales que se pueden beneficiar de la limpieza con una composición estabilizada según la presente invención.

Como se usan aquí, las frases "instrumento médico", "instrumento dental", "dispositivo médico", "dispositivo dental", "equipo médico" o "equipo dental" se refieren a los instrumentos, dispositivos, herramientas, electrodomésticos, aparatos y equipos usados en medicina u odontología. Tales instrumentos, dispositivos y equipos se pueden esterilizar en frío, empapar o lavar y luego esterilizar con calor, o se pueden beneficiar de otra manera de la limpieza en una composición de la presente invención. Estos diversos instrumentos, dispositivos y equipos incluyen, pero no están limitados a: instrumentos de diagnóstico, bandejas, recipientes planos, soportes, bastidores, pinzas, tijeras, cizallas, sierras (por ejemplo, sierras de hueso y sus cuchillas), pinzas hemostáticas, cuchillos, cinceles, gubias, limas, pinzas, taladros, brocas de taladro, escofinas, rebabas, esparcidores, rompedores, elevadores, abrazaderas, portaagujas, soportes, grapas, ganchos, gubias, curetas, retractores, enderezador, punzones, extractores, palas, queratomos, espátulas, expresores, trocares, dilatadores, jaulas, cristalería, tubos, catéteres, cánulas, tapones, stents, endoscopios (por ejemplo, endoscopios, estetoscopios y artroscopios) y equipos relacionados, y similares, o combinaciones de los mismos.

Como se usa aquí, los objetos o superficies "agrícolas" o "veterinarios" incluyen piensos para animales, estaciones y recintos de agua de bebida para animales, cuadras, clínicas veterinarias de animales (por ejemplo, áreas quirúrgicas o de tratamiento), áreas de cirugía de animales, y similares.

5 Como se usa aquí, los objetos o superficies "residenciales" o "institucionales" incluyen los que se encuentran en las estructuras habitadas por seres humanos. Tales objetos o superficies incluyen superficies de cuartos de baño, desagües, superficies de desagües, superficies de cocina y similares.

10 Como se usa aquí, la frase "fluido densificado" se refiere a un fluido en un estado crítico, subcrítico, casi crítico, o supercrítico. El fluido es generalmente un gas en condiciones estándar de una atmósfera de presión y 0°C. Como se usa aquí, la frase "fluido supercrítico" se refiere a un gas denso que se mantiene por encima de su temperatura crítica, la temperatura por encima de la que no puede ser licuado por presión. Los fluidos supercríticos son típicamente menos viscosos y se difunden más fácilmente que los líquidos. En una realización, un fluido densificado está en, por encima, o ligeramente por debajo de su punto crítico. Como se usa aquí, la frase "punto crítico" es el punto de transición en el que los estados líquido y gaseoso de una sustancia se fusionan entre sí y representa la combinación de la temperatura crítica y la presión crítica para una sustancia. La presión crítica es una presión justo suficiente para provocar la aparición de dos fases a la temperatura crítica. Se han publicado las temperaturas críticas y las presiones críticas para numerosos compuestos orgánicos e inorgánicos y varios elementos.

20 Como se usan aquí, los términos fluido "casi crítico" o fluido "subcrítico" se refieren a un material fluido que está típicamente por debajo de la temperatura crítica de un fluido supercrítico, pero permanece en un estado fluido y más denso que un gas típico debido a los efectos de presión sobre el fluido. En una realización, un fluido subcrítico o casi crítico está a una temperatura y/o presión justo por debajo de su punto crítico. Por ejemplo, un fluido subcrítico o casi crítico puede estar por debajo de su temperatura crítica pero por encima de su presión crítica, por debajo de su presión crítica pero por encima de su temperatura crítica, o por debajo de su temperatura y presión crítica. Los términos casi crítico y subcrítico no se refieren a materiales en su estado gaseoso o líquido ordinario.

25 Como se usa aquí, porcentaje en peso (% en peso), porcentaje en peso, % en peso, y similares son sinónimos que se refieren a la concentración de una sustancia como el peso de esa sustancia dividido entre el peso de la composición y multiplicado por 100. A menos que se especifique lo contrario, la cantidad de un ingrediente se refiere a la cantidad de ingrediente activo.

30 Como se usan aquí, los términos "mixta" o "mezcla" cuando se usan en relación con "composición de ácido peroxicarboxílico" o "ácidos peroxicarboxílicos" se refiere a una composición o mezcla que incluye más de un ácido peroxicarboxílico, tal como la composición o mezcla que incluye ácido peroxiacético y ácido peroxioctanoico.

35 Como se usa aquí, la expresión "alrededor de" que modifica la cantidad de un ingrediente en las composiciones de la invención o empleada en los métodos de la invención se refiere a la variación en la cantidad numérica que puede ocurrir, por ejemplo, por medio de procedimientos típicos de medida y de manejo de líquidos usados para preparar concentrados o disoluciones de uso en el mundo real; por error inadvertido en estos procedimientos; por diferencias en la fabricación, fuente o pureza de los ingredientes empleados para preparar las composiciones o llevar a cabo los métodos; y similares. La expresión alrededor de también incluye cantidades que difieren debido a diferentes condiciones de equilibrio para dar como resultado una composición a partir de una mezcla inicial en particular. Ya estén o no modificadas por la expresión "alrededor de", las reivindicaciones incluyen equivalentes de las cantidades.

40 Para el propósito de esta solicitud de patente, se consigue la reducción microbiana con éxito cuando las poblaciones microbianas se reducen en por lo menos alrededor del 50%, o significativamente más de lo que se consigue mediante un lavado con agua. Mayores reducciones en la población microbiana proporcionan mayores niveles de protección.

45 Como se usa aquí, el término "higienizante" se refiere a un agente que reduce el número de contaminantes bacterianos a niveles seguros según los requisitos de salud pública. En una realización, los higienizantes para uso en esta invención proporcionarán por lo menos una reducción del 99,999% (reducción del orden de 5 log). Estas reducciones se pueden evaluar usando un procedimiento establecido en Germicidal and Detergent Sanitizing Action of Disinfectants, Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists, paragraph 960.09 and applicable sections, 15th Edition, 1990 (EPA Guideline 91-2). Según esta referencia, un higienizante debe proporcionar una reducción del 99,999% (reducción del orden de 5 log) en 30 segundos a temperatura ambiente, 25 ± 2°C, contra varios organismos de ensayo.

50 Como se usa aquí, el término "desinfectante" se refiere a un agente que mata todas las células vegetativas incluyendo los más reconocidos microorganismos patógenos, usando el procedimiento descrito en A.O.A.C. Use Dilution Methods, Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists, paragraph 955.14 and applicable sections, 15th Edition, 1990 (EPA Guideline 91-2).

55 Como se usa en esta invención, el término "esporicida" se refiere a un agente o proceso físico o químico que tiene la capacidad de provocar una reducción superior al 90% (reducción del orden de 1 log) en la población de esporas de *Bacillus cereus* o *Bacillus subtilis* en 10 segundos a 60°C. En ciertas realizaciones, las composiciones esporicidas de la invención proporcionan una reducción superior al 99% (reducción del orden de 2 log), una reducción superior al

99,99% (reducción del orden de 4 log), o una reducción superior al 99,999% (reducción del orden de 5 log) en dicha población en 10 segundos a 60°C.

5 Diferenciación de la actividad antimicrobiana "-cida" "-estática", las definiciones que describen el grado de eficacia, y los protocolos oficiales de laboratorio para medir esta eficacia son consideraciones para comprender la relevancia de los agentes y composiciones antimicrobianas. Las composiciones antimicrobianas pueden efectuar dos tipos de daño celular microbiano. La primera es una acción letal e irreversible que es el resultado de la destrucción o incapacitación completa de las células microbianas. El segundo tipo de daño celular es reversible, de modo que si el organismo se libera del agente, se puede multiplicar de nuevo. El primero es denominado microbicida y el último, microbiostático. Un higienizante y un desinfectante son, por definición, agentes que proporcionan actividad antimicrobiana o microbicida. Por el contrario, un conservante generalmente se describe como un inhibidor o composición microbiostática.

#### Aparato para preparar ácido peroxicarboxílico

15 Se describe aquí un aparato para la preparación de un ácido peroxicarboxílico. La presente invención se refiere a métodos que emplean el aparato. El aparato incluye un catalizador de reacción y una columna de pretratamiento. La columna de pretratamiento pretrata uno o más de los reactivos empleados en la preparación del ácido peroxicarboxílico. Por ejemplo, un intercambiador de cationes en forma ácida o forma de metal inerte (por ejemplo, Na<sup>+</sup> o K<sup>+</sup>) puede retirar contaminantes cargados positivamente, tales como ion metálico, peróxido de hidrógeno, ácido carboxílico o una mezcla de peróxido de hidrógeno y ácido carboxílico. El catalizador de reacción cataliza la reacción de ácido carboxílico (o precursor apropiado) con un agente oxidante (por ejemplo, un peróxido, un dador de peróxido, tal como un dador de peróxido de hidrógeno) para formar un ácido peroxicarboxílico. Por ejemplo, un catalizador de reacción que es un ácido fuerte (por ejemplo, un ácido poliestirenosulfónico) puede catalizar la reacción de peróxido de hidrógeno con ácido carboxílico para formar ácido peroxicarboxílico. La columna de pretratamiento puede aumentar la vida, la actividad y/o la seguridad del catalizador de reacción.

25 El aparato también incluye un sistema de seguridad. El sistema de seguridad puede monitorizar y/o regular uno o más estados de la columna de pretratamiento y/o el catalizador de reacción. Por ejemplo, el sistema de seguridad puede monitorizar y/o regular la presión, la temperatura, el contenido de metal y/o la presencia de gas resultante de la descomposición del peróxido (por ejemplo, oxígeno). El sistema de seguridad puede medir uno o más de estos parámetros en la columna de pretratamiento, en catalizador de reacción, para uno o más reactivos antes, en, o después de una columna de pretratamiento, para la mezcla de reacción antes, en, o después de una columna de pretratamiento, para la mezcla de reacción antes, en, o después del catalizador de reacción, o más de uno estos (una combinación de los mismos). El sistema de seguridad puede medir una diferencia en uno o más de estos parámetros entre dos puntos cualesquiera en el aparato, por ejemplo, entre dos cualquiera de las localizaciones enumeradas.

35 El presente aparato puede incluir uno o más recipientes de reactivo, cada uno de los cuales puede contener peróxido de hidrógeno o ácido (s) carboxílico (s). Estos recipientes pueden estar en comunicación de fluidos con una columna de pretratamiento, con la mezcla de los reactivos, ya sea antes o en esa columna. La columna de pretratamiento puede estar en comunicación de fluidos con el catalizador de reacción (típicamente en una columna). El ácido peroxicarboxílico resultante emerge del catalizador de reacción y se puede usar o almacenar, por ejemplo, en un depósito de día.

40 La reacción del ácido carboxílico con el peróxido se produce en presencia del catalizador de reacción cuando los reactivos se ponen en contacto (por ejemplo, se mueven por y/o alrededor) con el catalizador de reacción a un caudal controlado y predeterminado. El tamaño del lecho de pretratamiento, el tamaño de la columna de catalizador de reacción y el tiempo de residencia en cada una de estas están predeterminados y controlados para proporcionar la cantidad deseada (a menudo tanto como sea posible) de conversión de ácido carboxílico a ácido peroxicarboxílico. El tamaño de la columna, lecho, o bolsa de catalizador de reacción y el tiempo de residencia en ella están predeterminados y controlados para proporcionar la cantidad deseada (a menudo tanto como sea posible) de conversión de ácido carboxílico a ácido peroxicarboxílico. Los parámetros del sistema, tales como la cantidad de catalizador de reacción, el tamaño de la columna, lecho, o bolsa del catalizador de reacción y el caudal de reactivo, para el aparato se pueden seleccionar para proporcionar un tiempo de residencia suficiente de la mezcla de reacción en el catalizador de reacción para la conversión en la composición de ácido peroxicarboxílico deseada. El catalizador de reacción puede producir ácido peroxicarboxílico a concentraciones tan altas como, por ejemplo, alrededor de 35% en peso, por ejemplo, alrededor de 5 (por ejemplo, 5,3), alrededor de 10, alrededor de 15, alrededor de 20 (por ejemplo, 19), alrededor de 25% en peso, alrededor de 30% en peso, o alrededor de 35% en peso.

55 El aparato también puede incluir sistemas útiles o deseados adicionales, tales como accesorios, válvulas, bombas, cámaras de mezcla, conexiones de suministro de agua o aditivos, comúnmente empleados para el funcionamiento de sistemas que incluyen columnas de catalizador o intercambiador de cationes.

El aparato puede emplear reactivos que incluyen solo componentes volátiles o sólo cantidades insignificantes de componentes no volátiles. Las cantidades insignificantes de compuestos no volátiles incluyen una cantidad



aceptable en un recipiente de alimento o bebida (por ejemplo, un envase aséptico) después del lavado y secado. Por ejemplo, el presente aparato puede emplear reactivos que no incluyen o están sustancialmente libres de estabilizante o agente quelante (por ejemplo, HEDP). A modo de ejemplo adicional, el presente aparato puede emplear reactivos que están libres de fosfatos.

- 5 Por consiguiente, el aparato puede producir composiciones de ácido peroxycarboxílico que incluyen solo componentes volátiles o solo cantidades insignificantes de componentes no volátiles. Por ejemplo, el presente aparato puede producir composiciones de ácido peroxycarboxílico que no incluyen o están sustancialmente exentas de estabilizante o agente quelante (por ejemplo, HEDP). A modo de ejemplo adicional, el aparato puede producir composiciones de ácido peroxycarboxílico que están libres de fosfatos

## 10 **Columna de pretratamiento**

El aparato puede incluir una o más columnas de pretratamiento cada una en comunicación de fluidos con un conducto de un solo recipiente de reactivo. La columna de pretratamiento se puede acoplar directamente al lecho, bolsa o columna de catalizador de reacción. Alternativamente, la columna de pretratamiento puede estar en comunicación de fluidos con la segunda columna de pretratamiento que también está en comunicación de fluidos con una fuente de un segundo reactivo. La columna de pretratamiento puede estar en comunicación de fluidos con un conducto para segundo reactivo (pretratado o no) en el que los reactivos se mezclan antes de entrar en la segunda columna de pretratamiento. El tamaño de la columna de pretratamiento y el tiempo de residencia en la columna de pretratamiento están predeterminados y controlados para proporcionar la cantidad deseada de retirada de contaminantes de la composición pretratada.

20 El aparato puede incluir una pluralidad (por ejemplo, dos) de columnas de pretratamiento acopladas en paralelo entre una pluralidad de recipientes de reactivo y el catalizador de reacción. El flujo de reactivo a través de los conductos se puede controlar mediante sistemas de válvula. El flujo se puede dirigir a través de una columna de pretratamiento hasta que esa columna de pretratamiento haya recibido suficiente uso o esté en un estado que indique que ya no es apta para su uso. Durante el uso de la primera columna de pretratamiento, la segunda columna de pretratamiento puede permanecer lista para su uso. El sistema de válvula puede dirigir el flujo a través de la segunda columna de pretratamiento cuando la primera ya no se use. La columna que no se usa se puede reemplazar, mantener, lavar, o similares. Para facilitar el reemplazo, la columna de pretratamiento puede ser un cartucho que se extrae y se coloca rápida y fácilmente en el aparato. Una columna de pretratamiento se puede lavar con, por ejemplo, un ácido mineral fuerte diluido, tal como ácido sulfúrico.

30 Alternativamente, la columna o sistema de pretratamiento se pueden configurar como un lecho de pretratamiento o bolsa de pretratamiento. El lecho o bolsa de pretratamiento se pueden emplear en lugar de la columna de pretratamiento en realizaciones descritas aquí.

El uso del aparato puede continuar mientras se mantiene o reemplaza una de las columnas de pretratamiento. El cambio de columnas se puede hacer de acuerdo con un programa predeterminado. Alternativamente, el estado de la columna de pretratamiento que está en uso se puede medir con el sistema de seguridad, que también puede controlar el sistema de la válvula.

La columna de pretratamiento puede ser un cartucho o segmento que precede al catalizador de reacción y que puede estar dentro de la columna, bolsa, o lecho que contiene el catalizador de reacción. Tal cartucho se puede intercambiar dentro y fuera de la columna, bolsa, o lecho de catalizador de reacción. La columna de pretratamiento puede ser una porción de intercambiador de cationes a la entrada o al comienzo de la columna, bolsa, o lecho de catalizador de reacción. Esta porción está configurada para ser retirada y reemplazada cuando, por ejemplo, el sistema de seguridad lo indica o después de una cierta cantidad de uso.

## **Catalizador de reacción**

El catalizador de reacción puede estar en una o más columnas, lechos, o bolsas. Las columnas, lechos, o bolsas se pueden acoplar en serie, en paralelo o con algunas en serie y otras en paralelo. El aparato puede incluir cuatro columnas que contienen catalizador de reacción y conectadas en serie. El aparato puede incluir hasta alrededor de 10 columnas de catalizador de reacción, por ejemplo, de una a diez columnas, por ejemplo, dos, tres, cuatro o cinco columnas.

El flujo de reactivo a través de los lechos, bolsas, o columnas de catalizador de reacción se puede controlar mediante un sistema de válvula. El flujo se puede dirigir a través de un lecho, bolsa, o columna hasta que ese lecho, bolsa o columna haya recibido suficiente uso o esté en un estado que indique que ya no es apta para su uso. Durante el uso de un primer lecho, bolsa o columna, un segundo lecho, bolsa, o columna puede permanecer listo para su uso. El sistema de válvula puede a continuación dirigir el flujo a través del segundo lecho, bolsa o columna cuando la primera ya no se use. Durante el uso de un primer conjunto de lechos, bolsas, o columnas, un segundo conjunto de lechos, bolsas, o columnas puede permanecer listo para su uso. El sistema de válvula puede a continuación dirigir el flujo a través del segundo conjunto de lechos, bolsas, o columnas cuando el primer conjunto ya no se use. El lecho, bolsa, o columna (o conjunto de los mismos) que no se usa se puede reemplazar, mantener, lavar o similares. El uso del aparato puede continuar mientras se mantiene o reemplaza uno de los (conjuntos de)

lechos, bolsas, o columnas. El estado del lecho, bolsa, o columna que está en uso se puede medir mediante el sistema de seguridad, que también puede controlar el sistema de válvula.

### Sistema de seguridad

5 El aparato incluye un sistema de seguridad que puede medir una o más propiedades de la columna de pretratamiento, del catalizador de reacción, o de ambos. Por ejemplo, el sistema de seguridad puede medir la presión (por ejemplo, el aumento de la presión), la temperatura (por ejemplo, el aumento de la temperatura) o ambos. Un aumento en la temperatura o presión a partir de un valor nominal para una columna de pretratamiento puede indicar, por ejemplo, la descomposición del peróxido de hidrógeno catalizada por un ion metálico activo no deseado. Por ejemplo, el sistema de seguridad puede medir una diferencia de temperatura entre dos puntos en o  
10 alrededor (por ejemplo, antes y después o antes y en) de la columna de pretratamiento. Un aumento de la diferencia de temperatura o diferencia de presión desde un valor nominal para dos puntos en o alrededor de una columna de pretratamiento puede indicar, por ejemplo, la descomposición del peróxido de hidrógeno catalizada por un ion metálico activo no deseado. El punto o los puntos en los que se mide la temperatura o la presión se pueden seleccionar para proporcionar la sensibilidad deseada a la contaminación o descomposición. El sistema de  
15 seguridad puede incluir un sensor manométrico para medidas de los valores o cambios de los valores.

El sistema de seguridad puede medir la presión, la temperatura, la diferencia de presión, la diferencia de temperatura, o una combinación de los mismos y proporcionar una señal perceptible si uno o más de estos aumenta por encima de un nivel predeterminado. La presión, la temperatura, la diferencia de presión, la diferencia de temperatura o una combinación de los mismos por encima de un cierto nivel pueden indicar el peligro de reacción  
20 del peróxido con los metales. El nivel de presión, temperatura, diferencia de presión, diferencia de temperatura o una combinación de los mismos en los que el sistema de seguridad proporciona una señal perceptible se puede seleccionar para permitir la intervención y evitar estados no deseados o inseguros.

El sistema de seguridad, al detectar presión, temperatura, diferencia de presión, diferencia de temperatura, o una combinación de los mismos por encima del nivel preseleccionado, puede proporcionar una señal perceptible que  
25 alerta al operador para interrumpir el funcionamiento del aparato, por ejemplo, accionar una válvula de liberación de presión, detener el flujo de uno o más reactivos, provocar que fluya agua al aparato, provocar que fluya composición de ácido carboxílico al interior del aparato, detener el aparato o una combinación de los mismos. El sistema de seguridad, al detectar presión, temperatura, diferencia de presión, diferencia de temperatura o una combinación de los mismos por encima del nivel preseleccionado, puede proporcionar una señal perceptible que alerta al operador  
30 para que cambie a otra columna o lecho de pretratamiento o columna de catalizador de reacción.

El sistema de seguridad puede proporcionar una señal a un controlador (por ejemplo, un controlador lógico controlable) y el controlador puede accionar una válvula de liberación de presión, detener el flujo de uno o más reactivos, provocar que fluya agua dentro del aparato, provocar que fluya composición de ácido carboxílico al  
35 aparato, detener el aparato, o una combinación de los mismos. El sistema de seguridad, al detectar presión, temperatura, diferencia de presión, diferencia de temperatura o una combinación de los mismos por encima del nivel preseleccionado, puede proporcionar una señal a un controlador para que cambie a otra columna o lecho de pretratamiento o columna de catalizador de reacción.

El sistema de seguridad puede medir las condiciones en una entrada o salida de una columna de pretratamiento, dentro de esa columna (por ejemplo, cerca de la entrada de la columna, en el interior de la columna, o cerca de la  
40 salida de la columna), o en un conducto que entra o sale de la columna de pretratamiento. Alternativamente el sistema de seguridad puede cuantificar la cantidad de metal que entra o ha entrado en la columna de pretratamiento o catalizador de reacción.

El sistema de seguridad puede estar configurado para medir la temperatura en la entrada a la columna de pretratamiento y en el primer 25% de la columna de pretratamiento. Aunque no es limitante, se cree que medir esta  
45 diferencia puede ser deseable porque la contaminación de la columna de pretratamiento puede ocurrir en un gradiente exponencial y la reacción entre el peróxido de hidrógeno y la contaminación (por ejemplo, iones metálicos, tales como  $\text{Fe}^{2+}$  o  $\text{Cu}^{2+}$ ) en la columna es exotérmica.

El sistema de seguridad puede incluir un procesador y dos sensores de estado (por ejemplo, sensor de temperatura, sensor de presión, sensor de metal, o similares). El procesador puede, por ejemplo, realizar cálculos en la entrada  
50 recibida de los sensores de estado y proporcionar una señal que puede ser recibida y/o percibida por un operador del aparato o uno o más accionadores. El accionador puede señalar, activar u operar una válvula, bomba, interruptor u otro sistema para accionar una válvula de liberación de presión, detener el flujo de uno o más reactivos, provocar que fluya agua hacia el aparato, provocar que fluya al aparato composición de ácido carboxílico, detener el aparato, o una combinación de los mismos.

55 El sistema de seguridad se puede configurar para medir las condiciones en una entrada o salida de una columna, lecho, o bolsa de catalizador de reacción, dentro de esa columna, lecho, o bolsa (por ejemplo, cerca de la entrada, en el interior, o cerca de la salida), o en un conducto que entra o sale del catalizador de reacción. El sistema de seguridad se puede configurar para medir la temperatura a la entrada del catalizador de reacción y en el primer 25%

del catalizador de reacción.

### Sistemas Adicionales

5 El aparato también puede incluir sistemas para almacenar, manipular, diluir, y formular la composición preparada por el aparato. Por ejemplo, el ácido peroxycarboxílico resultante que emerge del catalizador de reacción se puede usar o almacenar, por ejemplo, en un depósito de día. El sistema de almacenamiento puede ser un recipiente tal como un depósito de día u otro recipiente apropiado para contener una composición de ácido peroxycarboxílico entre la síntesis y el uso. Alternativamente, un conducto desde el aparato puede conducir directamente a un aparato de dilución o punto de uso.

10 El aparato puede incluir sistemas de dilución y/o formulación para diluir y/o formular la composición del aparato o el depósito de día. El aparato puede producir un concentrado, que se puede diluir antes de su uso. La concentración de ácido peroxycarboxílico en la disolución de uso puede ser, por ejemplo, de alrededor de 2 a alrededor de 5.000 ppm o de alrededor de 750 ppm a alrededor de 3.600 ppm. Se describen a continuación diluciones y composiciones de uso apropiadas adicionales. El aparato de dilución puede añadir y/o mezclar en el ácido peroxycarboxílico un diluyente o vehículo, tal como agua, para conseguir una composición diluida que contenga, por ejemplo, una concentración de uso deseada de ácido peroxycarboxílico. En una realización, el sistema de dilución puede incluir una bomba que toma tanto la composición de ácido carboxílico como el diluyente y los coloca en uno o más conductos en una proporción deseada. El sistema de dilución puede proporcionar la composición diluida directamente en el sitio de uso, en el depósito del día, o en un sistema de almacenamiento de composición diluida. Cuando el sistema de dilución aplica la composición diluida directamente al sitio de uso, este sistema puede incluir una boquilla aplicadora. La boquilla aplicadora se puede configurar para calentar la composición mientras se aplica.

15 El aparato y/o el sistema de dilución se pueden configurar para añadir otro ingrediente a la composición de ácido peroxycarboxílico. Una variedad de tales ingredientes se describe aquí a continuación. Por ejemplo, el sistema de dilución puede añadir un diluyente que contenga un ingrediente adicional. Un sistema de formulación puede dispensar una cantidad deseada de un ingrediente añadido en la composición o composición diluida. Tal sistema es útil para añadir un ingrediente que no es compatible con la síntesis o el almacenamiento de ácido peroxycarboxílico, tal como un cloruro de amonio cuaternario.

25 El sistema de almacenamiento puede incluir un monitor de almacenamiento configurado para medir el contenido de ácido peroxycarboxílico, ácido carboxílico, y/o peróxido de hidrógeno en la composición, por ejemplo, en una composición de uso almacenada. El sistema de almacenamiento de composición diluida incluye un sistema de reposición. El sistema de reposición puede monitorizar el contenido de la composición de uso. Si, por ejemplo, la concentración de ácido peroxycarboxílico disminuye por debajo de un nivel predeterminado o la concentración de ácido carboxílico se incrementa por encima de un nivel predeterminado, el sistema de reposición puede añadir una composición de ácido peroxycarboxílico más concentrada a la composición de uso o vaciar el recipiente de la composición de uso gastada. El sistema de reposición puede incluir, por ejemplo, medidores de flujo y un sensor que detecta la concentración de ácido peroxycarboxílico.

30 El aparato también puede incluir un sistema de control de flujo de reactivo. El sistema de flujo de reactivo puede monitorizar la composición de ácido peroxycarboxílico después del catalizador de reacción, por ejemplo, en una salida de la última columna de catalizador de reacción. Este sistema puede determinar si la composición incluye la concentración deseada de ácido peroxycarboxílico (por ejemplo, la concentración de equilibrio). Si la composición incluye menos de la concentración deseada, el sistema puede ralentizar el caudal de la mezcla de reacción a través del catalizador de reacción hasta un caudal que da como resultado la concentración deseada. El sistema puede calcular el cambio de caudal empleando factores que incluyen la temperatura de la composición y la concentración de ácido peroxycarboxílico. La concentración deseada de ácido peroxycarboxílico puede ser un límite inferior y la concentración deseada puede ser cualquier concentración conseguible por encima de ese límite inferior.

35 El aparato puede incluir un recipiente medio configurado para recibir uno o más reactivos después de que el (los) reactivo (s) pasa (n) a través de la columna de pretratamiento. El recipiente medio puede estar en comunicación de fluidos con la columna de pretratamiento y el catalizador de reacción. El recipiente medio se puede configurar para recibir reactivo (s) pretratado (s) y para contenerlo (s). El recipiente medio puede estar simultáneamente en comunicación de fluidos con una columna de pretratamiento y catalizador de reacción. El recipiente medio puede estar en comunicación de fluidos con una columna de pretratamiento y con el catalizador de reacción en diferentes momentos o en momentos de superposición. El recipiente medio puede estar en una primera posición para recibir reactivo (s) de la columna de pretratamiento y transportarse a una segunda posición para proporcionar reactivos al catalizador de reacción.

40 El aparato puede incluir un sistema de purificación que retira los componentes no volátiles de uno o más de los reactivos, por ejemplo, uno o más de ácido carboxílico y peróxido. El sistema de purificación se puede configurar como una columna, bolsa, o lecho de intercambiador de aniones en comunicación de fluidos con la fuente de peróxido de hidrógeno y la columna de pretratamiento.

45 El aparato puede estar en comunicación de fluidos con un sistema de envasado aséptico y configurado para

proporcionar composición de ácido peroxicarboxílico al sistema de envasado aséptico. La composición de ácido peroxicarboxílico puede estar lista para usar o puede requerir dilución antes de su uso en el sistema de envasado aséptico. El aparato puede proporcionar una composición de ácido peroxicarboxílico lista para usar, por ejemplo, a un recipiente de aclarado de botellas y/o a un recipiente de aclarado de tapones. El aparato puede suministrar un concentrado, que se puede mezclar con agua u otro diluyente en o mediante el sistema de envasado aséptico. Tal sistema de envasado puede incluir un recipiente de agua o estar acoplado a una fuente de agua purificada. El sistema de envasado aséptico puede incluir una cámara en la que se aclaran las botellas y una cámara en la que los tapones se ponen en contacto con la composición de ácido peroxicarboxílico diluida o lista para usar. El sistema de envasado aséptico puede incluir un sistema de reciclaje que recupera la composición de ácido peroxicarboxílico que se ha aplicado a las botellas y/o tapones y lo devuelve al recipiente apropiado para su reutilización o que vuelve a aplicar la composición a botellas y/o tapones adicionales.

#### Variaciones del aparato

El aparato puede incluir dos o tres recipientes de reactivo, uno que contiene peróxido de hidrógeno, uno que contiene ácido carboxílico de cadena corta (por ejemplo, ácido acético), y, opcionalmente, un tercer recipiente que contiene ácido carboxílico de cadena media (por ejemplo, ácido octanoico). El recipiente de ácido carboxílico de cadena corta (por ejemplo, ácido acético) se puede acoplar mediante un conducto a una columna de pretratamiento de ácido carboxílico de cadena corta (por ejemplo, ácido acético), ocurriendo la mezcla de reactivos después de esta columna. La columna de pretratamiento de ácido carboxílico de cadena corta (por ejemplo, ácido acético) puede incluir un intercambiador catiónico en forma ácida o en forma de metal inerte (por ejemplo, Na<sup>+</sup> o K<sup>+</sup>), que puede retirar contaminantes cargados positivamente, tales como ion metálico (por ejemplo, ion metálico no inerte, por ejemplo, ion hierro (Fe<sup>2+</sup> y/o Fe<sup>3+</sup>) o cobre (Cu<sup>2+</sup>)), del ácido acético. El catión metálico inerte se puede seleccionar para que esté solo unido débilmente al intercambiador de cationes. Las columnas de pretratamiento dedicadas al peróxido de hidrógeno y/o ácido carboxílico de cadena media son opcionales.

#### Variaciones para producir un ácido peroxicarboxílico

Solo el ácido carboxílico de cadena corta (por ejemplo, ácido acético) puede tener una columna de pretratamiento dedicada y no se emplea ácido carboxílico de cadena media. Por consiguiente, los conductos para ácido carboxílico de cadena corta (por ejemplo, ácido acético) y para peróxido de hidrógeno se unen y estos reactivos se mezclan antes de una columna principal de pretratamiento. La columna principal de pretratamiento puede incluir un intercambiador de cationes en forma ácida o en forma de metal inerte (por ejemplo, Na<sup>+</sup> o K<sup>+</sup>), que puede retirar contaminantes cargados positivamente, tales como iones metálicos, de la mezcla de peróxido de hidrógeno y ácido carboxílico. El conducto de la mezcla de ácido acético y peróxido de hidrógeno se acopla a la columna principal de pretratamiento y proporciona estos reactivos mezclados a la columna. Por consiguiente se incluyen cuatro columnas de catalizador de reacción. Estas cuatro columnas están en serie y están acopladas por un conducto a la columna principal de pretratamiento. En el otro extremo, las cuatro columnas alimentan el ácido peroxicarboxílico de cadena corta (por ejemplo, ácido peroxiacético) a un conducto que conduce a un recipiente de almacenamiento o a un punto de uso para esta composición.

También se incluye un sistema de seguridad. El sistema de seguridad puede incluir sensores que monitorizan la temperatura, por ejemplo, en el conducto después de mezclar el peróxido de hidrógeno y el ácido carboxílico de cadena corta (por ejemplo, ácido acético) y/o en la entrada de la columna principal de pretratamiento. El sistema de seguridad también puede incluir un sensor que monitoriza la temperatura dentro de la columna principal de pretratamiento, por ejemplo, dentro del primer 25% de la columna de pretratamiento. El sistema de seguridad puede proporcionar una señal perceptible cuando la diferencia de temperatura entre el sensor antes de la columna principal de pretratamiento y en el sensor en la columna principal de pretratamiento aumenta por encima de un nivel predeterminado, por ejemplo, alrededor de 10°C. Por consiguiente, el sistema de seguridad, proporciona una señal perceptible a un operador y/o proporciona una señal perceptible a un controlador. Al recibir la señal, el operador o controlador detiene el flujo de reactivos a la columna de protección principal y/o lava los conductos y la columna de protección principal con agua o ácido carboxílico de cadena corta (por ejemplo, ácido acético).

El aparato también puede incluir sistemas útiles o deseados adicionales, tales como accesorios, válvulas, bombas, cámaras de mezcla, y conexiones de suministro de agua o aditivos útiles o ventajosas en este aparato, uno o más de los sistemas para almacenar, manipular, diluir y formular la composición preparada por el aparato que se describen anteriormente.

#### Variaciones para producir ácidos peroxicarboxílicos mixtos

El aparato puede incluir tres recipientes de reactivo, uno que contiene peróxido de hidrógeno, uno que contiene ácido carboxílico de cadena corta (por ejemplo, ácido acético), y, un tercer recipiente que contiene un ácido carboxílico de cadena media, tal como ácido octanoico. El recipiente de ácido carboxílico de cadena corta (por ejemplo, ácido acético) se puede acoplar mediante un conducto a una columna de pretratamiento de ácido carboxílico de cadena corta (por ejemplo, ácido acético), con mezcla de reactivos que se producen después de esta columna. La columna de pretratamiento de ácido carboxílico de cadena corta (por ejemplo, ácido acético) puede ser y funcionar como se describe anteriormente. Las columnas de pretratamiento dedicadas al peróxido de hidrógeno

y/o ácido carboxílico de cadena media (por ejemplo, ácido octanoico) son opcionales.

Por consiguiente, los conductos para el ácido carboxílico de cadena corta (por ejemplo, ácido acético) y para el peróxido de hidrógeno se unen y estos reactivos se mezclan antes de una primera columna principal de pretratamiento. La columna principal de pretratamiento puede ser y operar como se describe para la realización anterior. El conducto de la mezcla de ácido carboxílico de cadena corta (por ejemplo, ácido acético) y peróxido de hidrógeno se acopla a la primera columna principal de pretratamiento y proporciona estos reactivos mixtos a la columna. Se incluyen (por ejemplo, cuatro) columnas de catalizador de reacción dedicadas a producir ácido peroxicarboxílico de cadena corta (por ejemplo, ácido peroxiacético). Estas columnas están en serie y están acopladas por un conducto a la primera columna de pretratamiento principal. En el otro extremo, estas columnas alimentan el ácido peroxicarboxílico de cadena corta (por ejemplo, ácido peroxiacético) a un conducto.

También se incluyen conductos para el ácido carboxílico de cadena media y el peróxido de hidrógeno que unen y mezclan estos reactivos antes de una segunda columna de pretratamiento principal. La segunda columna de pretratamiento principal puede ser y funcionar como se describe anteriormente. El conducto de ácido carboxílico de cadena media mixto y peróxido de hidrógeno se acopla a la segunda columna de pretratamiento principal y proporciona estos reactivos mezclados a la columna. Se incluyen (por ejemplo, cuatro) columnas de catalizador de reacción dedicadas a producir ácido peroxicarboxílico de cadena media. Estas columnas están en serie y están acopladas por un conducto a la segunda columna de pretratamiento principal. En el otro extremo, estas columnas alimentan el ácido peroxicarboxílico de cadena media a un conducto.

El conducto de ácido peroxicarboxílico de cadena corta (por ejemplo, ácido peroxiacético) y el conducto de ácido peroxicarboxílico de cadena media (por ejemplo, ácido octanoico) pueden enviar estos perácidos a un recipiente de almacenamiento y/o mezcla para producir una composición de ácido peroxicarboxílico mixto. Alternativamente, estos conductos se pueden unir para producir una composición de ácido peroxicarboxílico mixto.

También se incluye un sistema de seguridad. El sistema de seguridad puede incluir sensores que monitorizan la temperatura antes y en cada columna de pretratamiento y que responde a una diferencia de temperatura incrementada para cualquiera de las columnas de pretratamiento. El aparato también puede incluir sistemas adicionales útiles o deseados tales como accesorios, válvulas, bombas, cámaras de mezcla, y conexiones de suministro de agua o aditivos útiles o ventajosas en este aparato, uno o más de los sistemas para almacenar, manipular, diluir y formular la composición preparada por el aparato que se describe anteriormente.

### Componentes del aparato

#### Columna de pretratamiento

La columna de pretratamiento puede incluir cualquiera de una variedad de intercambiadores de cationes, tales como intercambiadores de cationes fuertes. Los intercambiadores de cationes apropiados para la columna de pretratamiento incluyen resinas de ácido poliestirenosulfónico, tales como las vendidas con los nombres comerciales Dowex M31, Dowex DR-2030, Dowex Monosphere M-31, Dowex Monosphere DR-2030, Dowex Maratón 545C, Dowex 50W X8-H, Dowex 545C, Dowex G26, Amberlyst 15Wet, Amberlyst 31Wet, Amberlyst 131Wet, Amberlyst CH10, Purolite C-100H, Purolite C-150H, Lewatit MonoPlus S 100 H, Lewatit MonoPlus SP 112 H, y similares. Los intercambiadores de cationes adicionales apropiados para la columna de pretratamiento incluyen copolímeros de tetrafluoroetileno sulfonado tales como los vendidos con los nombres comerciales Nafion NR50 (perlas), Nafion SAC-13 (gránulos) y Nafion 117 (película) y similares. Otros intercambiadores de cationes apropiados para la columna de pretratamiento incluyen los vendidos con los nombres comerciales Dowex 545C, Dowex G26, que tienen una gran capacidad iónica. La columna de pretratamiento puede incluir una forma de metal alcalino (por ejemplo, sodio) del intercambiador de iones.

Aunque sin limitar, se cree que, siendo iguales todas las demás cosas, las resinas de ácido poliestirenosulfónico con reticulación mínima (vía divinilbenceno) muestran una selectividad mejorada para el intercambio de iones de metal alcalino iniciales (por ejemplo, sodio y potasio) para los iones de metales pesados o de transición problemáticos (por ejemplo, hierro y cobre).

Una columna de pretratamiento apropiada se puede dimensionar para el suficiente flujo y capacidad de unión para soportar el volumen exigido del aparato. Por ejemplo, una columna de pretratamiento en un aparato que emplea 4 columnas de catalizador de reacción, que tiene cada una un volumen de alrededor de 10 l, puede emplear una columna de pretratamiento que tiene un volumen de alrededor de 5 l. Por ejemplo, una columna de pretratamiento en un aparato que produce alrededor de 11 (por ejemplo, 10,7) litros por hora de composición de perácido puede emplear una columna de pretratamiento que incluye alrededor de 4 (por ejemplo, 3,9) l de resina. Por ejemplo, una columna de pretratamiento en un aparato que produce alrededor de 20 (por ejemplo, 21,3) litros por hora de composición de perácido puede emplear una columna de pretratamiento que incluye alrededor de 8 (por ejemplo, 7,8) ml de resina. Por ejemplo, una columna de pretratamiento en un aparato que produce alrededor de 45 (por ejemplo, 42,6) litros por hora de composición de perácido puede emplear una columna de pretratamiento que incluye alrededor de 15 (por ejemplo, alrededor de 15,5) l de resina.

Una columna de pretratamiento se puede configurar para una ventajosa facilidad de limpieza de la resina o

intercambio de la columna. Por ejemplo, la columna de pretratamiento puede estar en comunicación de fluidos con los conductos de entrada y salida con acoplamientos de conexión rápida. Los acoplamientos de conexión rápida apropiados incluyen Parkers Indi-Lok (Stratoflex) o acoplamiento Slide-Lok o acoplamientos Cole-Parmer o EW-31306-16, siendo los materiales de construcción, preferentemente, polipropileno, polietileno o polifluorocarbono. Los acoplamientos de conexión rápida también se usan para el lavado en contracorriente de ácido, entradas y salidas que pueden ser operadas por el controlador u operadas manualmente. La columna de pretratamiento puede ser un cartucho que se puede intercambiar dentro y fuera del aparato. Los cartuchos apropiados se pueden mecanizar a partir de polipropileno Schedule 40, o tubos de polietileno de alta densidad y están equipados con sensores manométricos y/o sensores de temperatura que se pueden acoplar al controlador.

El aparato puede estar configurado para aceptar sólo cartuchos apropiados para su uso en el aparato. Por ejemplo, el aparato y/o cartucho puede incluir un accesorio, circuito de identificación de radiofrecuencia u otro dispositivo electrónico (por ejemplo, un chip lógico o código de barras y lector) para indicar al aparato que el cartucho es apropiado para su uso en el aparato. Por ejemplo, el cartucho puede incluir un dispositivo programable que almacena el número de veces que se ha lavado el cartucho. El cartucho y/o el aparato pueden indicar después de un número predeterminado de lavados que el cartucho ya no es apropiado para su uso. La indicación puede dar como resultado que el cartucho se quede fuera del aparato. De forma similar, el aparato se puede configurar para dejar fuera un cartucho que no es apropiado para su uso en el aparato.

Por ejemplo, un transpondedor programado con un identificador se puede colocar en la columna de pretratamiento y/o catalizador de reacción. Esto permitirá la identificación de la columna de pretratamiento y/o catalizador de reacción como apropiada para el presente aparato. Por ejemplo, el transpondedor se puede colocar o moldear en la columna de pretratamiento y/o catalizador de reacción. Un pequeño transpondedor inyectable (1/16 "x 1/2") funcionaría mejor en una columna de pretratamiento y/o catalizador de reacción, en parte debido a su facilidad de colocación. Además, aunque sería posible moldear el transpondedor en el estante en el momento en que se fabrica el estante, puede ser deseable poder adaptar los bastidores existentes. Son aceptables otros tamaños de transpondedores.

El transpondedor se puede colocar en cualquier lugar apropiado o en la columna de pretratamiento y/o catalizador de reacción. Se puede aplicar una orientación particular de la columna de pretratamiento y/o catalizador de reacción desplazando el transpondedor en un lado o extremo de la columna de pretratamiento y/o catalizador de reacción y desplazando apropiadamente la antena del transpondedor.

El transpondedor se puede pre-programar con información de identificación única, tal como un valor de identificador que indica el tipo de la columna de pretratamiento y/o catalizador de reacción que se usa. Un ejemplo de un transpondedor que se puede usar es un transpondedor inyectable Destron/IDI modelo TX1400L. El transpondedor inyectable es una etiqueta pasiva de identificación por radiofrecuencia, diseñada para funcionar junto con un sistema compatible de lectura de ID de radiofrecuencia.

Se podría usar también la identificación por imagen, en la que cada columna de pretratamiento y/o catalizador de reacción podrían ser identificados antes de que se reciba en el presente aparato visualmente. Un ejemplo de identificación visual sería cuando el operador de la máquina pudiera tener la opción de varios iconos diferentes en una pantalla de ordenador que coincidiera con la columna de pretratamiento y/o catalizador de reacción colocada en el aparato.

La identificación de la columna de pretratamiento y/o catalizador de reacción se podría realizar, por ejemplo, mediante el uso de una columna de pretratamiento y/o catalizador de reacción diseñados específicamente; mediante el uso de reconocimiento óptico; mediante el uso de códigos de barras; por el color de la columna de pretratamiento y/o catalizador de reacción; o mediante el uso de un sensor de proximidad.

El aparato puede incluir un transceptor, que es capaz de detectar el tipo de columna de pretratamiento y/o catalizador de reacción a partir del identificador, y comunicar esa información de identificación a un procesador. El transceptor incluye generalmente una antena de transpondedor que se puede situar en el borde exterior del aparato adyacente a la columna de pretratamiento y/o catalizador de reacción y su transpondedor. La antena del transpondedor también podría estar situada dentro del aparato. El transceptor también incluye una interfase de transpondedor, que se acopla al procesador para que el procesador pueda recibir la información de identificación y, subsecuentemente, para que se pueda buscar en el dispositivo de almacenamiento.

Para el detector, se podría también usar un escáner de código de barras similar al tipo usado en un supermercado. Se podría usar un escáner de infrarrojos o un sensor de proximidad. Los ejemplos de escáneres que se pueden usar son los escáneres Pocket Reader y Pocket Reader EX de Destron-Fearing Corporation (de South St. Paul, MN). Los códigos de barras correspondientes están fijados al bastidor para que el escáner de códigos de barras los detecte.

Catalizador de reacción

El catalizador de la reacción puede incluir cualquiera de una variedad de intercambiadores de cationes, tales como intercambiadores de cationes fuertes. El catalizador de reacción puede ser la forma protonada del intercambiador de cationes. Los intercambiadores de cationes apropiados como catalizador de reacción incluyen resinas de ácido

5 poliestirenosulfónico, tales como las comercializadas con los nombres comerciales Dowex M31, Dowex DR-2030, Dowex Monosphere M-31, Dowex Monosphere DR-2030, Dowex Marathon 545C, Dowex 50W X8-H, Dowex 545C, Dowex G26, Amberlyst 15Wet, Amberlyst 15 Dry, Amberlyst 31Wet, Amberlyst 131 Wet, Amberlyst CH10, Purolite C-100H, Purolite C-150H, Lewatit MonoPlus S 100 H, Lewatit MonoPlus SP 112 H, y similares. Los intercambiadores catiónicos adicionales apropiados como catalizador de reacción incluyen copolímeros de tetrafluoroetileno sulfonado tales como los vendidos con los nombres comerciales Nafion NR50 (perlas), Nafion SAC-13 (gránulos) y Nafion 117 (película) y similares. Otros intercambiadores de cationes apropiados como catalizador de reacción incluyen los vendidos con los nombres comerciales Dowex 545C, Dowex G26, que tienen alta capacidad iónica.

10 Los catalizadores de reacción apropiados adicionales incluyen un compuesto inorgánico que es o incluye un ácido fuerte insoluble, en ciertas realizaciones, con una alta relación superficie específica / peso. Dichos catalizadores inorgánicos incluyen los vendidos con nombres genéricos tales como "Zirconia sulfatada", "Zirconia tetragonal estabilizada con sílice" y "Zirconia con tungsteno" (de Saint-Gobain Norpro). Los catalizadores inorgánicos apropiados también incluyen óxidos de zirconio vendidos como "ZrO<sub>2</sub>" genérico (MEI Chemicals). Un óxido de zirconio se puede tratar con ácido sulfúrico seguido de calcinación a ~ 700 grados C para producir una "Zirconia sulfatada". Otros catalizadores inorgánicos apropiados incluyen sílices sulfatadas u óxidos de silicio, zeolitas sulfatadas o acidificadas, óxidos de aluminio sulfatados o acidificados y óxidos de silicio derivatizados con ácido fosfónico (por ejemplo, los vendidos con el nombre comercial "Si-POH<sub>2</sub>" y una sílice modificada con ácido alquilfosfónico de Phosphononics Ltd.)

20 Una columna, bolsa, o lecho apropiado de catalizador de reacción se puede dimensionar para un suficiente flujo y capacidad de catalizador para soportar los volúmenes demandados por el aparato. Por ejemplo, una columna, bolsa, o lecho de catalizador de reacción en un aparato que produce alrededor de 40 (por ejemplo, 41) litros por hora de composición de perácido puede emplear cuatro columnas de catalizador de reacción, cada una con un volumen de alrededor de 30 (por ejemplo, 31) l y siendo de 1 metro de longitud y 20 cm de diámetro. Un lecho, bolsa, o columna de catalizador de reacción se puede dimensionar de cualquier dimensión apropiada para conseguir el flujo deseado.

25 Las dimensiones apropiadas incluyen de alrededor de 0,1 (por ejemplo, 0,13) a alrededor de 15 (por ejemplo, 13) metros de, por ejemplo, longitud por de alrededor de 10 a alrededor de 100 cm de, por ejemplo, diámetro. Las columnas apropiadas incluyen las dimensionadas alrededor de 15 (por ejemplo, 13) metros de longitud por alrededor de 10 cm de diámetro. Las columnas apropiadas incluyen aquellas dimensionadas alrededor de 0,5 (por ejemplo, 0,4) metros de longitud por alrededor de 20 cm de diámetro. Las columnas apropiadas incluyen aquellas dimensionadas alrededor de 0,15 (por ejemplo, 0,13) metros de longitud por alrededor de 100 cm de diámetro. Una columna puede estar en cualquiera de varias configuraciones. Por ejemplo, una columna puede ser un tubo cilíndrico normal o un tubo en espiral. Los tubos enrollados apropiados incluyen un tubo de alrededor de 60 (por ejemplo, 62) metros de largo por alrededor de 5 cm de diámetro en forma de una bobina de alrededor de 1 metro de diámetro con alrededor de 20 vueltas. El catalizador de reacción se puede configurar para proporcionar de alrededor de 30 a alrededor de 300 minutos de tiempo de contacto del catalizador y la mezcla de reacción.

35 Una columna, bolsa, o lecho de catalizador de reacción se puede configurar para una ventajosa facilidad de la limpieza, regeneración o lavado a contracorriente del lecho, bolsa, o columna. Las características ventajosas de la columna, bolsa, o lecho de catalizador de reacción incluyen una pluralidad de orificios y válvulas entre segmentos de catalizador que permiten el lavado a contracorriente selectivo de segmentos aislados del lecho catalítico total así como la ventilación de los gases acumulados para facilitar el bombeo y la circulación de agentes de limpieza o lavado a contracorriente.

#### Reactivos

45 Los reactivos apropiados incluyen peróxido de hidrógeno a de alrededor de 5 a alrededor de 70% en peso, de alrededor de 5 a alrededor de 50% en peso, o de alrededor de 35 a alrededor de 50% en peso en agua; por ejemplo, peróxido de hidrógeno a alrededor de 35% en peso, alrededor de 45% en peso, alrededor de 50% en peso, o alrededor de 70 % en peso en agua. Los reactivos apropiados incluyen ácido acético a de alrededor de 5 a alrededor de 100% en peso (resto de agua) o a de alrededor de 80 a alrededor de 98% en peso; por ejemplo, ácido acético a alrededor de 80% en peso, alrededor de 98% en peso, o alrededor de 100% en peso. El ácido acético glacial es una forma apropiada de ácido acético. Los reactivos apropiados incluyen ácido octanoico a de alrededor de 1 a alrededor de 10% en peso en ácido acético glacial.

Los reactivos de peróxido de hidrógeno apropiados adicionales incluyen urea-peróxido de hidrógeno o cualquiera de una variedad de otros complejos de peróxido de hidrógeno no iónicos. Los reactivos oxidantes apropiados adicionales incluyen ácido de Caro, persulfato de sodio acidificado u otras especies de peroxi que se equilibran para formar peróxido de hidrógeno en agua.

55 Los reactivos de ácido acético adicionales apropiados incluyen anhídrido acético, cloruro de acetilo, poli(acetato de vinilo), y mono-, di- y tri-acetilglicerina. Los reactivos de ácido octanoico adicionales apropiados incluyen de alrededor de 1 a alrededor de 10% en peso de ácido octanoico en propilenglicol; de alrededor de 1 a alrededor de 10% en peso de ácido octanoico en agua con un agente de acoplamiento hidrotropo, tal como octanosulfonato de sodio, o formas ácidas de xilenosulfonato, toluenosulfonato, sulfosuccinato de dioctilo u otros sulfonatos de alquilo o arilo. Otros hidrotropos apropiados incluyen ésteres de fosfato de etoxilato de alcohol graso, tales como Ecolab PE

60

362, Emphos PS-236 o Gafac RA-600. Los reactivos de ácido carboxílico adicionales apropiados incluyen ácidos alcanóicos C<sub>1</sub> y C<sub>20</sub>; ácidos polipróticos que incluyen ácido glicólico, succínico, glutárico, adípico, cítrico, málico o láctico; ácidos alfa y omega dicarboxílicos tales como ácido succínico, adípico, pimélico, subérico, azelaico o sebáico. Los precursores de perácido adicionales apropiados incluyen carboxilatos de etoxilato de alcohol y ácidos amido o imidocarboxílicos.

5

Las composiciones de reactivo empleadas en el aparato no necesitan incluir, y en realizaciones, carecen o están sustancialmente libres de estabilizador o agente quelante (por ejemplo, HEDP). Las composiciones de reactivo empleadas en el aparato pueden incluir solo compuestos volátiles. Las composiciones de reactivo que incluyen solo compuestos volátiles pueden estar libres de fosfatos.

10 La composición aplicada al catalizador de reacción puede incluir alrededor de 55% (por ejemplo, 56,5%) en peso de ácido carboxílico y alrededor de 30% (por ejemplo, 30,5%) en peso de peróxido de hidrógeno; alrededor de 45% (por ejemplo, 43,6%) en peso de ácido carboxílico y alrededor de 20% (por ejemplo, 20,5%) en peso de peróxido de hidrógeno; alrededor de 20% en peso de ácido carboxílico y alrededor de 30% (por ejemplo, 28%) en peso de peróxido de hidrógeno; alrededor de 80% (por ejemplo, 78%) en peso de ácido carboxílico y alrededor de 10% (por ejemplo, 7,7%) en peso de peróxido de hidrógeno; o alrededor de 5% en peso de ácido carboxílico y alrededor de 5% en peso de peróxido de hidrógeno.

15

La composición aplicada al catalizador de reacción puede incluir alrededor de 55% (por ejemplo, 56,5%) en peso de ácido carboxílico de cadena corta y alrededor de 30% (por ejemplo, 30,5%) en peso de peróxido de hidrógeno; alrededor de 45% (por ejemplo, 43,6%) en peso de ácido carboxílico de cadena corta y alrededor de 20% (por ejemplo, 20,5%) en peso de peróxido de hidrógeno; alrededor de 20% en peso de ácido carboxílico de cadena corta y alrededor de 30% (por ejemplo, 28%) en peso de peróxido de hidrógeno; alrededor de 80% (por ejemplo, 78%) en peso de ácido carboxílico de cadena corta y alrededor de 10% (por ejemplo, 7,7%) en peso de peróxido de hidrógeno; o alrededor de 5% en peso de ácido carboxílico de cadena corta y alrededor de 5% en peso de peróxido de hidrógeno.

20

25 La composición aplicada al catalizador de reacción puede incluir alrededor de 20% en peso de ácido carboxílico de cadena media y alrededor de 30% en peso de peróxido de hidrógeno; alrededor de 10% en peso de ácido carboxílico de cadena media y alrededor de 20% en peso de peróxido de hidrógeno; alrededor de 5% en peso de ácido carboxílico de cadena media y alrededor de 20% en peso de peróxido de hidrógeno; o alrededor de 3% en peso de ácido carboxílico de cadena media y alrededor de 20 a alrededor de 25% (por ejemplo, 22,5%) en peso de peróxido de hidrógeno.

30

La composición aplicada al catalizador de reacción puede incluir alrededor de 50% (por ejemplo, 48%) en peso de ácido carboxílico de cadena corta, alrededor de 20% en peso de ácido carboxílico de cadena media, y alrededor de 10% en peso de peróxido de hidrógeno; alrededor de 55% (por ejemplo, 56%) en peso de ácido carboxílico de cadena corta, alrededor de 10% (por ejemplo, 8%) en peso de ácido carboxílico de cadena media, y alrededor de 12% en peso de peróxido de hidrógeno; alrededor de 60% en peso de ácido carboxílico de cadena corta, alrededor de 2% en peso de ácido carboxílico de cadena media, y alrededor de 15% (por ejemplo, 13%) en peso de peróxido de hidrógeno; o alrededor de 45% (por ejemplo, 44%) en peso de ácido carboxílico de cadena corta, alrededor de 1% en peso de ácido carboxílico de cadena media, y alrededor de 20% (por ejemplo, 21%) en peso de peróxido de hidrógeno.

35

40 La composición puede incluir ácido peroxicarboxílico y peróxido de hidrógeno en una relación de alrededor de 0,3:1 a alrededor de 7:1, de alrededor de 1:1 a alrededor de 3:1, o de alrededor de 2:1 a alrededor de 3:1, ácido peroxicarboxílico y peróxido de hidrógeno en una relación de alrededor de 2:1 a alrededor de 3:1, por ejemplo, 2,4:1; ácido peroxicarboxílico y peróxido de hidrógeno en una relación de alrededor de 1:1 a alrededor de 2:1, por ejemplo 1,4:1; ácido peroxicarboxílico y peróxido de hidrógeno en una relación de alrededor de 0,3:1 a alrededor de 1:1, por ejemplo 0,4:1; o ácido peroxicarboxílico y peróxido de hidrógeno en una relación de alrededor de 7:1, por ejemplo 7,1:1.

45

Los reactivos usados en el presente aparato pueden incluir impurezas, tales como iones metálicos, a niveles de hasta 100 ppm, hasta 10 ppm, hasta 1 ppm, o hasta 0,1 ppm. Tales impurezas pueden incluir Fe, Cu, Mn, Ni, Ti, Co o cualquiera de los iones de metales de transición.

50 Variaciones ilustradas

La figura 1 ilustra el aparato en forma de generador 20 de ácido peroxicarboxílico. En la figura 1, uno o más recipientes 21 de suministro de reactivo, por ejemplo, el primer recipiente 22 de suministro de reactivo que contiene peróxido de hidrógeno y el segundo recipiente 24 de suministro de reactivo que contienen uno o más ácidos carboxílicos están acoplados vía la primera y segunda conducciones 26 y 28, respectivamente, a la columna 30 de protección. El peróxido de hidrógeno y el ácido carboxílico se suministran individualmente desde los recipientes de suministro de reactivo primero y segundo 22 y 24 a través de la primera y segunda conducción 26 y 28, respectivamente, a una conducción 29 de mezcla que conduce a la columna 30 de protección. En la conducción 29 de mezcla los reactivos se combinan en una mezcla de reacción, aunque la combinación también puede ocurrir en la

55



columna 30 de protección. La columna 30 de protección contiene un intercambiador de cationes (no mostrado) que retira iones metálicos de la mezcla de reacción. La mezcla de reacción pasa a continuación a una o más columnas 34 de reactor a través de la tercera conducción 32.

5 La columna 34 del reactor está rellena con un catalizador ácido fuerte (no mostrado). Dentro de la columna 34 del reactor, la mezcla de reacción de peróxido de hidrógeno y ácido carboxílico reacciona a medida que se mueve a través del catalizador de ácido fuerte con un caudal controlado predeterminado. Los parámetros del sistema, tales como el tamaño de columna y el caudal de reactivo, para el generador 20 de ácido peroxicarboxílico se seleccionan y/o controlan para proporcionar un tiempo de residencia suficiente de la mezcla de reacción en el catalizador de ácido fuerte para la conversión en la composición de ácido peroxicarboxílico deseada. El diseño del generador y el control del procedimiento se describen con más detalle a continuación. La composición de ácido peroxicarboxílico se descarga desde una columna de reacción 34 a través de la tercera conducción 36, por ejemplo, en un depósito 38 de almacenamiento.

15 Un generador 20 de ácido peroxicarboxílico también puede incluir uno o más componentes estructurales, tales como accesorios, válvulas, bombas, cámaras, conexiones de suministro de agua o aditivos, empleados comúnmente para el funcionamiento de sistemas que incluyen columnas rellenas. Por ejemplo, el flujo de cada recipiente de suministro de reactivo se puede controlar individualmente proporcionando una válvula y una bomba próxima a cada recipiente de suministro de reactivo.

20 Las configuraciones representativas adicionales para los generadores 20 de ácido peroxicarboxílico de la presente invención se proporcionan a continuación. Los aspectos de las diversas configuraciones que se muestran a continuación se pueden combinar o separar para presentar aún más configuraciones de generadores de ácido peroxicarboxílico. Como en la Figura 1, los componentes básicos tales como válvulas de control, accesorios y bombas que pueden estar presentes se omiten de la representación esquemática para mayor claridad.

25 El generador 20 de ácido peroxicarboxílico incluye una o más columnas 30 de protección en forma de una columna 40 de protección de reactivo, que se coloca para recibir material de un primer recipiente 22 de suministro de o segundo recipiente 24 de suministro de reactivo. La salida de la columna 40 de protección de reactivo puede ir directamente a una columna 34 de reactor. La columna 40 de protección de reactivo se puede colocar en el flujo de fluido entre el primer recipiente 22 de suministro de reactivo o el segundo recipiente 24 de suministro de reactivo y la columna 34 de reactor.

30 La Figura 2 ilustra el generador 20 de ácido peroxicarboxílico que incluye dos columnas 40 de protección de reactivo. En la Figura 2, una columna 40 de protección de reactivo está situada en la primera conducción 26 que conecta el recipiente 22 de suministro de peróxido de hidrógeno con la columna 30 de protección y otra columna 40 de protección de reactivo se coloca en la segunda conducción 28 que conecta el recipiente 24 de suministro de ácido carboxílico con la columna 30 de protección. Otras variaciones pueden incluir solo una (una cualquiera) de estas columnas 40 de protección de reactivo y/o pueden omitir la columna 30 de protección. La columna 40 de protección de reactivo se puede configurar como un cartucho que se puede retirar fácilmente y reemplazar en el generador 20 de ácido peroxicarboxílico. Los otros componentes en la Figura 2 son como se describió anteriormente para la Figura 1.

35 El generador 20 de ácido peroxicarboxílico incluye una pluralidad de columnas 30 de protección. La figura 3 ilustra esquemáticamente dos columnas 30 de protección, la segunda en forma de segunda columna 130 de protección. Como se ilustra, la columna 30 de protección y la segunda columna 130 de protección están colocadas en paralelo entre los recipientes de suministro de reactivos primero y segundo 22 y 24 y la columna 34 de reactor. El flujo de reactivo a través de las conducciones primera y segunda 26 y 28 en una o ambas columnas 30 de protección y segunda columna 130 de protección bajo el control de válvulas 54. Con las válvulas 54 dirigiendo el flujo a través de la columna 30 de protección, esa columna se llena de contaminantes, pero permanece la segunda columna 130 de protección lista para usar. Cuando la columna 30 de protección ya no es apropiada para su uso, las válvulas 54 se pueden ajustar para dirigir el flujo a través de la segunda columna 130 de protección. La columna que no está recibiendo flujo se puede lavar, mantener o reemplazar. De esta manera, el funcionamiento de generador 20 de ácido peroxicarboxílico puede continuar mientras se mantiene o se reemplaza la primera o la segunda columna de protección 30 o 130. El estado de la primera y/o segunda columna de protección 30 o 130 se puede determinar mediante el dispositivo de medida (a continuación), que también puede controlar el ajuste de las válvulas 54.

40 El generador 20 de ácido peroxicarboxílico incluye una pluralidad de columnas 34 de reactor. Una pluralidad de columnas de reactor se puede conectar en serie, en paralelo o en ambos. La Figura 4 ilustra dos columnas 34 de reactor conectadas en serie. La quinta conducción 42 acopla las dos columnas de reactor. El generador 20 de ácido peroxicarboxílico puede incluir hasta alrededor de diez columnas 34 de reactor, por ejemplo, de una a diez columnas 34 de reactor, por ejemplo, dos, tres, cuatro o cinco columnas 34 de reactor, por ejemplo 4 columnas 34 de reactor acopladas en serie.

55 El aparato incluye una pluralidad de columnas 34 de reactor conectadas en paralelo. Tal variación puede incluir una pluralidad de columnas 34 de reactor acopladas en serie y también una pluralidad de columnas 34 de reactor acopladas en paralelo. La Figura 5 ilustra esquemáticamente tal sistema. En esta ilustración, la mezcla de reacción

fluye desde la columna 30 de protección a un primer par de columnas 34 de reactor en serie que están acopladas por la quinta conducción 42. La columna 30 de protección también está acoplada a un segundo par de columnas 134 de reactor en serie que están acopladas por la conducción 142. El primer par de columnas 34 de reactor y el segundo par de columnas 134 de reactor están conectadas en paralelo. La mezcla de reacción fluye desde el primer par de columnas 34 de reactor al depósito 38 de almacenamiento a través de la tercera conducción 36. La mezcla de reacción fluye desde el segundo par de columnas de reactor al depósito 38 de almacenamiento hasta la sexta conducción 136. Las válvulas 44 de reactor pueden dirigir el flujo de la mezcla de reacción a través del primer par de columnas 34 de reactor o del segundo par de columnas 134 de reactor.

Con las válvulas 44 del reactor fijadas para dirigir el flujo a través del primer par de columnas 34 de reactor, esas columnas están sujetas a desgaste y se pueden consumir o fallar, pero el segundo par de columnas 134 de reactor permanece listo para su uso. Cuando el primer par de columnas 34 de reactor ya no es apropiado para su uso, las válvulas de reactor 44 se pueden ajustar para dirigir el flujo a través del segundo par de columnas 134 de reactor. El par de columnas que no recibe flujo se puede lavar, mantener o reemplazar. De esta manera, el funcionamiento del generador 20 de ácido peroxicarboxílico puede continuar mientras se mantiene o reemplaza el primer o el segundo par de columnas 34 o 134 de reactor. El estado de la primera y/o segunda columna de reactor 34 o 134 se puede determinar mediante el dispositivo de medida (a continuación), que también puede controlar el ajuste de las válvulas 44 de reactor.

#### Dispositivo de monitorización

El generador 20 de ácido peroxicarboxílico puede incluir un aparato para medir una o más propiedades del intercambiador de cationes, reactivos en el intercambiador de cationes, el conjunto de columnas de intercambiador de cationes como un todo, el catalizador, los reactivos en el catalizador, o el conjunto de columnas de catalizador como un todo. Por ejemplo, tal dispositivo puede monitorizar la presión (por ejemplo, el aumento de la presión), la temperatura (por ejemplo, el aumento de la temperatura) o ambos. Un aumento de la temperatura o presión a partir de un valor nominal puede indicar la descomposición no deseada de peróxido de hidrógeno catalizada por un ion metálico activo.

Por ejemplo, el dispositivo 46 de monitorización puede medir una diferencia de temperatura entre dos puntos en o alrededor de (por ejemplo, antes y después o antes y en) la columna 30 de protección. Un aumento de la diferencia de temperatura o diferencia de presión respecto a un valor nominal para dos puntos en o alrededor de una columna 30 de protección puede indicar, por ejemplo, la descomposición del peróxido de hidrógeno catalizada por iones metálicos activos no deseados. El punto o los puntos en los que se mide la temperatura o la presión se pueden seleccionar para proporcionar la sensibilidad deseada a la contaminación o descomposición.

La figura 6 ilustra la columna 30 de protección y el dispositivo 46 de monitorización del sistema de seguridad. El dispositivo 46 de supervisión incluye el controlador 48 y los sensores primero y segundo 50 y 52, respectivamente, y el cable 54. El cable 54 acopla el primer y segundo sensores 50 y 52 al controlador 48. El primer sensor 50 monitoriza el estado (por ejemplo, temperatura o presión) de la mezcla de reacción en la conducción 29 de mezcla y el segundo sensor 52 controla el estado dentro de la columna 30 de protección. El segundo sensor se puede colocar en la columna 30 de protección entre alrededor de 10% y alrededor de 25% de la distancia a lo largo del eje de la columna 30 de protección. Esta misma configuración se puede emplear con la columna 40 de protección de reactivo.

El dispositivo 46 de monitorización puede medir una diferencia en las condiciones (por ejemplo, temperatura o presión) entre el primer sensor 50 y el segundo sensor 52. El primer sensor se puede colocar antes de la columna 30 de protección (o columna 40 de protección de reactivo) en, por ejemplo, la primera conducción 26, segunda conducción 28, o conducción 29 de mezcla. El segundo sensor 52 se puede colocar en la entrada de, en, o después de la columna 30 de protección (o columna 40 de protección de reactivo). Por ejemplo, el segundo sensor 52 se puede colocar en la entrada 60 para proteger la columna 30, dentro de la columna 30 de protección 62 pero antes del intercambiador de cationes, dentro del intercambiador de cationes 64 de la columna 30 de protección (cerca de la entrada de la columna, en el interior de la columna, o cerca de la salida de la columna), dentro la columna 30 de protección entre el intercambiador de cationes y la salida 66 de la columna 30 de protección, o en la salida 68 de la columna 30 de protección. El segundo sensor puede estar en las mismas posiciones en la columna 40 de protección de reactivo. Una diferencia o un aumento de la diferencia de temperatura o presión respecto a un valor nominal entre el primer sensor 50 y el segundo sensor 52 puede indicar, por ejemplo, la descomposición del peróxido de hidrógeno catalizada por un ion metálico activo no deseado.

El dispositivo ilustrado en la Figura 6 es la columna 56 de protección monitorizada. Cualquiera de las variaciones ilustradas en las figuras 1-5 puede emplear la columna 56 de protección monitorizada en lugar de la columna 30 de protección o la columna 40 de protección de reactivo. Por ejemplo, la Figura 7 ilustra esquemáticamente la variación de la Figura 2 modificada para incluir la columna 56 de protección monitorizada en lugar de la columna 30 de protección. Una o más de las columnas 40 de protección de reactivo pueden ser la columna 56 de protección monitorizada. Para una columna de protección de reactivo que recibe ácido carboxílico, los sensores puede medir el ion metálico.

Al medir una diferencia de temperatura o presión por encima de un nivel preseleccionado, el dispositivo 46 de

monitorización puede proporcionar una señal detectable que alerta al operador para interrumpir el funcionamiento del aparato. Por ejemplo, el operador puede accionar una válvula 58 de liberación de presión, detener el flujo de uno o más reactivos, provocar que fluya agua hacia la columna 30 de protección y/o columnas 34 de reactor, provocar que fluya ácido carboxílico hacia la columna 30 de protección y/o columnas 34 de reactor, detener el generador 20 de ácido peroxycarboxílico, o una combinación de los mismos. El dispositivo 46 de monitorización puede proporcionar una señal al controlador 48, que puede ser un controlador lógico controlable, y el controlador 48 puede accionar una válvula 58 de liberación de presión, detener el flujo de uno o más reactivos, provocar que fluya agua hacia la columna 30 de protección y/o columnas 34 de reactor, provocar que fluya ácido carboxílico hacia la columna 30 de protección y/o columnas 34 de reactor, detener el generador 20 de ácido peroxycarboxílico, o una combinación de los mismos.

Al medir una diferencia de temperatura o presión por encima de un nivel preseleccionado, el dispositivo 46 de monitorización puede proporcionar una señal detectable que alerta al operador o que indica al controlador 48 que cambie a otra columna de protección. Por ejemplo, la Figura 8 ilustra esquemáticamente la variación de la Figura 3 modificada para incluir una primera y una segunda columna de protección monitorizadas 56 y 156 en lugar de la primera y segunda columnas de protección 30 y 130. El operador puede accionar las válvulas 54 para enviar el flujo de reactivo a través de una segunda columna 156 de protección monitorizada. El dispositivo 46 de monitorización puede proporcionar una señal a un controlador 48 (por ejemplo, un controlador lógico controlable) y el controlador 48 puede accionar las válvulas 54 para enviar el flujo de reactivo a través de la segunda columna 156 de protección monitorizada.

El dispositivo de medida puede cuantificar la cantidad de metal que entra o ha entrado en la columna. Por ejemplo, el dispositivo 68 de monitorización de metal se puede colocar en cualquiera de las posiciones descritas para el dispositivo 46 de monitorización y puede proporcionar la señal detectable cuando la cantidad de metal en el flujo a través del sistema excede de un nivel predeterminado. Alternativamente, el dispositivo 68 de monitorización de metal puede proporcionar la señal detectable cuando una cantidad predeterminada de metal ha pasado la posición del dispositivo. La señal detectable se puede dirigir a un operador o controlador para los propósitos y respuestas descritos anteriormente.

La figura 9 ilustra esquemáticamente un generador 20 de ácido peroxycarboxílico que incluye un primer y segundo recipientes de reactivo 22 y 24. El primer recipiente 22 de reactivo puede contener un ácido carboxílico de cadena corta, tal como ácido acético (por ejemplo, ácido acético al 98%). El segundo recipiente 24 de reactivo puede contener un agente oxidante, tal como peróxido de hidrógeno (por ejemplo, peróxido de hidrógeno al 35-45%). Esta variación incluye una columna 40 de protección de reactivo, una segunda columna 140 de protección de reactivo opcional, una columna 56 de protección monitorizada, cuatro columnas 34 de reactor conectadas en serie y cinco válvulas 58 de liberación de presión. La columna 56 de protección monitorizada puede tener la configuración mostrada en la Figura 6 (por ejemplo, con sensores antes de la columna 30 de protección y en el intercambiador de cationes). La columna 40 de protección de reactivo puede incluir un intercambiador de cationes en forma ácida o en forma de metal inerte (por ejemplo, Na<sup>+</sup> o K<sup>+</sup>).

La Figura 10 ilustra esquemáticamente un generador 20 de ácido peroxycarboxílico que incluye el primer generador 70 de perácido y el segundo generador 72 de perácido. El primer generador 70 de perácido está configurado esquemáticamente ilustrado en la Figura 9 y descrito anteriormente.

El segundo generador 72 de perácido en la figura 10 tiene componentes generalmente configurados según la figura 9 y como se describe anteriormente. El segundo generador 72 de perácido está, sin embargo, configurado para producir ácido peroxycarboxílico de cadena media. El tercer recipiente 23 de reactivo está configurado para contener y suministrar un ácido carboxílico de cadena media, tal como ácido octanoico (por ejemplo, 5% en peso de ácido octanoico en propilenglicol). El segundo recipiente 124 de reactivo está configurado para contener y suministrar un agente oxidante, tal como peróxido de hidrógeno (por ejemplo, peróxido de hidrógeno al 35-45%). Esta variación incluye una columna 240 de protección de reactivo, una segunda columna 340 de protección de reactivo opcional, una segunda columna 156 de protección monitorizada, cuatro columnas 134 de reactor conectadas en serie, y cinco válvulas 158 de liberación de presión.

La segunda columna 156 de protección monitorizada puede ser de la configuración mostrada en la Figura 6 (por ejemplo, con sensores antes de la columna 30 de protección y en el intercambiador de cationes). La columna 240 de protección de reactivo puede incluir un intercambiador de cationes en forma ácida o en forma de metal inerte (por ejemplo, Na<sup>+</sup> o K<sup>+</sup>).

El peróxido de hidrógeno y ácido carboxílico de cadena media se suministran individualmente del segundo y tercer recipiente de suministro 124 y 23 vía la primera y segunda conducción 126 y 128, respectivamente, a una conducción 129 de mezcla que lleva a la columna 30 de protección. En la conducción 129 de mezcla el peróxido de hidrógeno y reactivos de ácido carboxílico de cadena media se combinan en una mezcla de reacción de cadena media, aunque la combinación también se puede producir en la segunda columna 156 de protección monitorizada.

En la figura 10, el depósito 38 de almacenamiento y el segundo depósito 138 de almacenamiento son opcionales. El depósito 38 de almacenamiento se puede emplear para recoger la composición de ácido peroxycarboxílico de

cadena corta. El segundo depósito 138 de almacenamiento se puede emplear para recoger la composición de ácido peroxycarboxílico de cadena media. Las composiciones de ácido peroxycarboxílico se pueden suministrar (por ejemplo, bombear) desde estos depósitos en las proporciones deseadas al depósito 70 de almacenamiento de perácido mixto. Alternativamente, los depósitos de almacenamiento 38 y 138 se pueden omitir y las composiciones de ácido peroxycarboxílico se pueden suministrar directamente desde las columnas 34 y 134 de reactor en las proporciones deseadas. El generador incluye un depósito 38 o 138 de almacenamiento y el depósito 70 de almacenamiento de perácido mixto. El depósito 38 o 138 de almacenamiento recoge un exceso de composición de perácido y a continuación lo suministra al depósito de almacenamiento de perácido mixto en la proporción deseada. Un generador 70 o 72 de perácido suministra a continuación la composición de perácido directamente al depósito 70 de almacenamiento de perácido mixto.

#### Componentes y configuraciones adicionales

La Figura 11 ilustra esquemáticamente un sistema que incluye el generador 20 de ácido peroxycarboxílico y una línea 74 de envasado aséptico. El generador 20 de ácido peroxycarboxílico está configurado para proporcionar una composición de ácido peroxycarboxílico a la línea de envasado aséptico 74. El generador 20 de ácido peroxycarboxílico puede ser cualquiera de las variaciones ilustradas o descritas aquí.

La composición de ácido peroxycarboxílico puede estar lista para usar o puede requerir dilución antes de su uso en envasado aséptico. El generador 20 de ácido peroxycarboxílico puede proporcionar composición de ácido peroxycarboxílico lista para usar directamente al depósito 78 de aclarado de botellas y/o depósito 80 de aclarado de tapones. Cuando la composición de ácido peroxycarboxílico se suministra como concentrado, la línea de envasado aséptica 74 puede incluir una fuente 76 de agua opcional para suministrar agua para diluir la composición de ácido peroxycarboxílico. El agua y la composición de ácido peroxycarboxílico se pueden mezclar en el depósito 78 de aclarado de botellas y en el depósito 80 de aclarado de tapones. El agua se puede suministrar a los depósitos de aclarado a través de conductos de agua primero y segundo opcionales 86 y 88. La composición de ácido peroxycarboxílico se puede suministrar a los depósitos de aclarado por medio del conducto 90 de perácido.

La composición diluida o lista para usar se puede aplicar a botellas y tapones en la estación 82 de aclarado de botellas y la estación 84 de aclarado de tapones. Los depósitos de mezcla están en comunicación de fluidos con las estaciones de aclarado por medio de conductos de estaciones 90 de estaciones. La composición usada se puede recircular a través del primer y segundo conducto de recirculación 92 y 94. Las botellas con tapón se pueden retirar del sistema, por ejemplo, mediante un transportador (no mostrado).

La figura 12 ilustra esquemáticamente el generador 20 de ácido peroxycarboxílico en el que la columna 30 de protección es un cartucho o segmento en la columna 34 de reactor. En la figura 12, uno o más recipientes 21 de suministro de reactivo, por ejemplo, el primer recipiente 22 de suministro de reactivo que contiene peróxido de hidrógeno y el segundo recipiente 24 de suministro de reactivo que contiene uno o más ácidos carboxílicos están acoplados por las conducciones primera y segunda 26 y 28 y la conducción de mezcla 29 a la columna 30 de protección. La columna 30 de protección contiene un intercambiador de cationes (no mostrado) que retira iones metálicos de la mezcla de reacción. La mezcla de reacción pasa a continuación a la una o más columnas 34 de reactor. La columna 34 de reactor se rellena con catalizador ácido fuerte (no mostrado). La composición de ácido peroxycarboxílico se descarga desde una columna 34 de reacción a través de la tercera conducción 36, por ejemplo, en un depósito 38 de almacenamiento. La columna 30 de protección y/o el intercambiador de cationes se pueden intercambiar dentro y fuera de la columna 34 de reacción, por ejemplo, cuando el sistema de seguridad lo indica o después de una cierta cantidad de uso. La columna de protección puede constituir la primera de alrededor del 1% en volumen a alrededor del 50% en volumen, por ejemplo, de alrededor de 10 a alrededor de 15% en volumen, de las columnas de protección y reacción combinadas 30 y 34. Tal columna 30 de protección se puede emplear en cualquiera de las variaciones ilustradas.

La figura 13 ilustra el generador 20 de ácido peroxycarboxílico que incluye el depósito 96 central. En la figura 13, uno o más recipientes 21 de suministro de reactivo, por ejemplo, el primer recipiente 22 de suministro de reactivo que contiene peróxido de hidrógeno y el segundo recipiente 24 de suministro de reactivo que contiene uno o más ácidos carboxílicos están acoplados por las conducciones primera y segunda 26 y 28 y la conducción 29 de mezcla a la columna 30 de protección. La mezcla de reacción avanza a través de la columna 30 de protección y la tercera conducción 32 hasta el depósito 96 central. El reactivo o los reactivos mezclados se pueden acumular en el depósito 96 central. En una variación que incluye una columna 40 o 140 de protección de reactivo, el depósito 96 central se puede colocar después de la columna de protección de reactivo 40 o 140 y/o después de la columna 30 de protección. El depósito 96 central está acoplado a la columna 34 de reactor por la conducción 98 central. La columna 34 de reactor está rellena con un catalizador ácido fuerte (no mostrado). La composición de ácido peroxycarboxílico se descarga desde una columna 34 de reacción a través de la tercera conducción 36, por ejemplo, en un depósito 38 de almacenamiento.

El depósito 96 central se puede configurar para recibir uno o más reactivos de la columna 30 de protección y/o la columna 40 de protección de reactivo y para contener el reactivo o reactivos. El generador 20 se puede configurar de manera que el depósito 96 central esté simultáneamente en comunicación de fluidos con la columna 30 de protección y/o la columna 40 de protección de reactivo y con la columna 34 de reactor. El generador 20 está

5 configurado para que el depósito 96 central esté en comunicación de fluidos con la columna 30 de protección y/o la columna 40 de protección de reactivo y con la columna 34 de reactor en momentos diferentes o en momentos de superposición. Alternativamente, el generador 20 está configurado para que el depósito 96 central pueda estar en una primera posición para recibir reactivo (s) de la columna 30 de protección y/o columna 40 de protección de reactivo y transportarlos a una segunda posición para proporcionar reactivos a la columna 34 de reactor. Es decir, el generador 20 se puede configurar en dos conjuntos separados de equipo. El primer conjunto de equipo puede incluir todos los componentes aguas arriba (en la dirección de la columna 30 de protección y/o la columna 40 de protección de reactivo) del depósito 96 central y el segundo conjunto de equipo puede incluir todos los componentes aguas abajo (en la dirección de columna 34 de reactor) del depósito 96 central.

10 Cualquiera de las variaciones ilustradas en las Figuras 1-13 puede incluir un depósito 96 central y/o se puede configurar como primer y segundo conjuntos de componentes.

15 La Figura 14 ilustra columna 34 de reactor y el dispositivo 46 de monitorización, que es el sistema de seguridad. El dispositivo 46 de monitorización incluye el controlador 48 y los sensores primero y segundo 50 y 52, respectivamente, y el cable 54. El cable 54 acopla el primer y segundo sensores 50 y 52 al controlador 48. El primer sensor 50 monitoriza el estado (por ejemplo, temperatura o presión) de la mezcla de reacción en la tercera conducción 32 y el segundo sensor 52 controla el estado dentro de la columna 34 del reactor. El segundo sensor se puede colocar dentro de la columna 34 de reactor a alrededor de 10 a alrededor de 25% de la distancia a lo largo del eje de la columna 34 del reactor. Alternativamente, los sensores se pueden colocar como se describe anteriormente para colocar sensores en la columna 30 de protección.

20 En la Figura 14, el sistema de seguridad puede medir las condiciones en una entrada o salida de una columna 34 de reactor, dentro de la columna 34 de reactor (por ejemplo, cerca de la entrada de la columna, en el interior de la columna, o cerca de la salida de la columna), o en un conducto que entra o sale de la columna 34 de reactor. El sistema de seguridad puede cuantificar la cantidad de metal que entra o ha entrado en la columna 34 de reactor. El sistema de seguridad está configurado para medir la temperatura a la entrada de la columna 34 de reactor y en el primer 25% de la columna 34 de reactor.

#### Monitorización y control de composiciones de uso

30 La figura 15 es un diagrama esquemático que ilustra un generador 20 de ácido peroxicarboxílico, un controlador 48, un depósito 38 de almacenamiento de POAA, un depósito 16 de almacenamiento de diluyente y un recipiente 166 de composición de uso. El controlador 48 puede gestionar varias funciones con respecto al generador 20 de ácido peroxicarboxílico. Por ejemplo, el controlador 48 puede controlar diversas funciones del sistema de seguridad como se describe anteriormente con respecto a la FIG. 6. El controlador 48 también puede gestionar la dilución de la composición de concentrado generada por el generador 20 de ácido peroxicarboxílico para formar una composición de uso.

35 Además, el controlador 48 recibe los datos de concentración en relación con las concentraciones de ácido peroxicarboxílico y peróxido de hidrógeno en la composición de uso vía la conducción 180. Sobre la base de los datos de concentración, el controlador 48 puede monitorizar la concentración de ácido peroxicarboxílico y/o peróxido de hidrógeno en la composición de uso y reponer la composición de uso cuando estas concentraciones no satisfagan los criterios predeterminados. Además, el controlador 48 puede, en base a los datos de concentración, regular diversos parámetros de funcionamiento del generador 20 de ácido peroxicarboxílico para afectar a la concentración de ácido peroxicarboxílico en la salida de la composición de concentrado de ácido peroxicarboxílico en la conducción 36.

45 Las concentraciones de ácido peroxicarboxílico y/o de peróxido de hidrógeno en la composición de uso se pueden determinar de varias maneras. Un ejemplo de aparato que se puede usar para determinar las concentraciones de ácido peroxicarboxílico y/o de peróxido de hidrógeno en la composición de uso es el Sistema Oxycheck, disponible en Ecolab Inc. de St. Paul, Minnesota. Los datos de concentración también se pueden determinar manualmente. Por ejemplo, la concentración se podría obtener por cualquier número de técnicas convencionales tales como técnicas de titulación, potenciométricas o amperométricas. Sin embargo, se debe entender que la invención no está limitada a este respecto, y que los datos de concentración se pueden determinar de varias maneras sin apartarse del alcance de la presente invención.

50 Para gestionar la dilución de la composición concentrada, el controlador 48 puede añadir y/o mezclar en el ácido peroxicarboxílico concentrado almacenado en el depósito 38 de almacenamiento de POAA un diluyente, tal como agua, almacenada en el depósito 164 de almacenamiento de diluyente. El controlador 48 puede regular una o más válvulas o bombas que controlan el flujo de la composición concentrada de ácido carboxílico del depósito 38 de almacenamiento de POAA y el diluyente 164 del depósito. El controlador 48 puede regular la bomba o bombas de manera que la composición de ácido carboxílico y el diluyente fluyan al recipiente 166 de composición de uso en una proporción deseada para conseguir una composición de uso que contiene, por ejemplo, una concentración objetivo de ácido peroxicarboxílico.

El controlador 48 puede reponer la composición de uso cuando las concentraciones de ácido peroxicarboxílico y/o

peróxido de hidrógeno no satisfacen los criterios predeterminados. Por ejemplo, en base a los datos de concentración, el controlador 48 puede regular la adición de concentrado de ácido peroxicarboxílico del depósito 38 de almacenamiento de POAA o diluyente 164 a la composición 166 de uso para asegurar que las concentraciones de ácido peroxicarboxílico y/o peróxido de hidrógeno en la composición de uso satisfacen los criterios predeterminados. Si, por ejemplo, la concentración de ácido peroxicarboxílico en la composición de uso es demasiado baja, el controlador 48 puede gestionar la adición de concentrado de ácido peroxicarboxílico adicional a la composición de uso hasta que se alcanza la concentración objetivo de ácido peroxicarboxílico en la composición de uso. Si la concentración de ácido peroxicarboxílico en la composición de uso es demasiado alta, el controlador 48 puede gestionar la adición de diluyente adicional a la composición de uso hasta que se alcanza la concentración objetivo de ácido peroxicarboxílico en la composición de uso. La concentración objetivo puede incluir una concentración específica o puede incluir un intervalo de concentraciones aceptables. Como otro ejemplo, si la concentración de peróxido de hidrógeno es demasiado alta, el controlador 48 puede gestionar el vaciado del recipiente de composición de uso y la producción de una nueva composición de uso.

La Figura 16 es un diagrama de flujo que ilustra el procedimiento (200) mediante el cual el controlador 48 monitoriza y/o regula las concentraciones de ácido peroxicarboxílico y/o de peróxido de hidrógeno en la composición de uso. Una vez que el controlador 48 recibe los datos de concentración (202), el controlador 48 compara la concentración de peróxido de hidrógeno recibida con los criterios (204) objetivo de  $H_2O_2$ . Si la concentración de peróxido de hidrógeno recibida no satisface los criterios objetivo de  $H_2O_2$ , el controlador 48 puede gestionar el vaciado del recipiente de composición de uso a la composición de uso gastada (206). En otras palabras, el controlador 48 puede generar una señal de control o secuencia de señales de control que hace que el recipiente de composición de uso se vacíe de la composición de uso gastada. El controlador 48 gestiona a continuación la producción de una nueva composición de uso gestionando el flujo de ácido peroxicarboxílico y diluyente al recipiente 166 de composición de uso (208).

Si la concentración de peróxido de hidrógeno satisface los criterios (204) objetivo de  $H_2O_2$ , el controlador 48 compara la concentración de ácido peroxicarboxílico en la composición de uso con los criterios (210) objetivo de POAA predeterminados. Si la concentración de ácido peroxicarboxílico en la composición de uso no satisface los criterios objetivo de POAA, el controlador 48 puede gestionar la reposición de la composición de uso. Es decir, el controlador 48 puede ajustar la concentración de ácido peroxicarboxílico en la composición de uso hasta que satisfaga los criterios (212) objetivo de POAA. Para hacer esto, el controlador 48 puede controlar válvulas o bombas en el depósito 38 de almacenamiento de concentrado de POAA y/o el depósito 164 de almacenamiento de diluyente de manera que se añada una cantidad dada de ácido peroxicarboxílico y/o diluyente a la composición de uso en el recipiente 166 de composición, provocando un aumento o disminución resultante en la concentración de ácido peroxicarboxílico en la composición de uso.

El controlador 48 puede calcular la cantidad de concentrado de ácido peroxicarboxílico o diluyente a añadir a la composición de uso, por ejemplo, en base a la concentración conocida de ácido peroxicarboxílico en la composición de uso y la concentración conocida o esperada de peroxicarboxílico ácido en el depósito 38 de almacenamiento de concentrado. El controlador 48 puede añadir iterativamente cantidades incrementales de ácido peroxicarboxílico y/o diluyente a la composición de uso hasta que se alcanza la concentración objetivo de ácido peroxicarboxílico en la composición de uso.

Después de que se produce una nueva composición (208) o la concentración de POAA en la composición de uso se repone/ajusta (212), el controlador 48 puede registrar la información relativa a la sincronización, datos de concentración recibidos, cantidad de composición de uso preparada o las cantidades relativas de concentrado o diluyente requerido para llevar la composición de uso al cumplimiento satisfactorio de los criterios objetivo de POAA y/o  $H_2O_2$ . El controlador 48 también puede analizar los datos y generar varias alarmas, alertas o informes basados en la información almacenada y los resultados del análisis. Las alarmas, alertas o informes se pueden comunicar a un usuario a través de alarmas de audio, tales como buscas, zumbadores o textos grabados y/o indicadores visuales tales como LEDs, pantallas numéricas, gráficas o interactivas en el generador 20 de ácido peroxicarboxílico. Las alarmas, alertas o informes también se pueden enviar, ya sea a petición o en intervalos periódicos, a un sitio de monitorización remoto a través de una red telefónica, red inalámbrica, correo electrónico, red de área local, red de área extensa o internet. Además, las alarmas, alertas o informes se pueden obtener en el sitio o de forma remota a través de un dispositivo portátil, como un ordenador portátil, una tableta, un asistente digital personal u otros dispositivos de mano o portátiles. El controlador 48 a continuación espera el inicio del siguiente período de monitorización (214), en cuyo punto el controlador 48 recibirá las concentraciones medidas más recientemente de ácido peroxicarboxílico y/o peróxido de hidrógeno. El siguiente período de monitorización puede ser iniciado por un usuario, ya sea local o remotamente, o el controlador 48 se puede programar para monitorizar y/o regular periódicamente las concentraciones de ácido peroxicarboxílico y/o peróxido de hidrógeno en la composición de uso.

Los criterios objetivo de  $H_2O_2$  y los criterios objetivo de POAA pueden variar dependiendo de la aplicación a la que se refiera la disolución de uso. Por ejemplo, los criterios objetivo de  $H_2O_2$  y los criterios objetivo de POAA pueden variar dependiendo del grado de eficacia requerido para la aplicación particular a la que se refiere la disolución de uso. Los criterios objetivo de POAA pueden ser una concentración objetivo de POAA mínima o máxima (por ejemplo, la concentración medida de POAA en la disolución de uso debe permanecer por encima de una concentración de POAA mínima o por debajo de una concentración máxima de POAA). Los criterios objetivo de POAA pueden ser un

intervalo de concentraciones de POAA aceptables (por ejemplo, la concentración de POAA medida en la disolución de uso debe permanecer por encima de una concentración de POAA mínima y por debajo de una concentración de POAA máxima). Asimismo, los criterios objetivo de  $H_2O_2$  pueden ser una concentración objetivo mínima o máxima de  $H_2O_2$  (por ejemplo, La concentración medida de  $H_2O_2$  en la disolución de uso se debe mantener por encima de una concentración mínima de  $H_2O_2$  o por debajo de una concentración máxima de  $H_2O_2$ ). Los criterios objetivo de  $H_2O_2$  pueden ser un intervalo de concentraciones aceptables de  $H_2O_2$  (por ejemplo, la concentración medida de  $H_2O_2$  en la disolución de uso se debe mantener por encima de una concentración mínima de  $H_2O_2$  y por debajo de una concentración máxima de  $H_2O_2$ ).

Otra función del controlador 48 puede ser monitorizar el rendimiento global del generador 20 de ácido peroxicarboxílico. El controlador 48 puede analizar los datos de concentración en relación con las concentraciones de ácido peroxicarboxílico y peróxido de hidrógeno en la composición de uso para inferir información relativa al funcionamiento del generador 20 de ácido peroxicarboxílico. Por ejemplo, el generador 20 de ácido peroxicarboxílico está diseñado para generar una composición de concentrado de ácido peroxicarboxílico que tiene una concentración conocida de ácido peroxicarboxílico controlable. A partir de esta concentración conocida, la composición de concentrado en el depósito 38 de almacenamiento de POAA se mezcla con un volumen conocido de diluyente para llegar a una concentración de POAA esperada o predecible correspondiente en la composición de uso almacenada en el recipiente 166 de composición de uso. Los datos de concentración que indican una concentración de POAA inferior a la esperada en la composición de uso pueden sugerir que la concentración de ácido peroxicarboxílico en el concentrado de POAA no está en el nivel esperado. Esto, a su vez, puede sugerir que el generador 20 de ácido peroxicarboxílico no funciona de acuerdo con las especificaciones.

El controlador 48 puede tomar cualquiera de varias líneas de actuación cuando se reciben datos de concentración que indican una concentración de POAA inferior a la esperada en la composición de uso y, de este modo se recibe una concentración de POAA inferior a la esperada en la composición de concentrado. Por ejemplo, el controlador 48 puede compensar una concentración de POAA inferior o superior a la esperada en la composición de uso ajustando ciertos parámetros operativos del generador 20 de ácido peroxicarboxílico de tal manera que la concentración resultante de ácido peroxicarboxílico en la composición de concentrado de POAA emitida en la conducción 36 se incremente o disminuya. Este puede ser un proceso iterativo que se repite hasta que se consigue una concentración deseada de ácido peroxicarboxílico en la salida de concentrado de POAA en la conducción 36. Por ejemplo, el controlador 48 puede controlar el funcionamiento de las bombas 162A y/o 162B para ajustar la cantidad de reactivo que fluye desde los recipientes de suministro de reactivo 22 y/o 24 al generador 20 de ácido peroxicarboxílico para provocar un aumento o disminución correspondiente de la concentración de concentrado de POAA generado.

Alternativamente o además de la compensación de menores/mayores concentraciones de lo esperado, el controlador 48 puede generar alarmas, alertas o informes dirigidos a un usuario que puede requerir el mantenimiento de ciertos componentes del generador 20 de ácido peroxicarboxílico. Por ejemplo, uno o ambos recipientes de suministro de reactivo 22 o 24 pueden necesitar ser rellenados o los parámetros de la bomba o de la válvula pueden requerir un ajuste. También se pueden generar análisis e informes de los datos. Por ejemplo, la tendencia estadística de las velocidades de la bomba de ácido acético y peróxido de hidrógeno frente a las concentraciones de POAA y peróxido de hidrógeno dentro del recipiente 38 puede usarse para predecir la eficiencia de la conversión.

La figura 17 es un diagrama de flujo que ilustra un procedimiento de "verificación del generador" (220) por el cual el controlador 48 monitoriza y regula el funcionamiento del generador 20 de ácido peroxicarboxílico. Una vez que los datos de concentración relativos a las concentraciones de ácido peroxicarboxílico y/o peróxido de hidrógeno en la composición de uso se reciben (222), el controlador 48 compara la concentración de ácido peroxicarboxílico con una concentración esperada de POAA (224). Si la concentración de ácido peroxicarboxílico no llega a la concentración de POAA esperada (224), el controlador 48 puede ajustar ciertos parámetros de funcionamiento del generador 20 de ácido peroxicarboxílico para provocar un cambio resultante en la concentración de ácido peroxicarboxílico en el concentrado de POAA (228).

Por ejemplo, el controlador 48 puede controlar el funcionamiento de las bombas 162A y/o 162B para ajustar la cantidad de reactivo que fluye desde los recipientes de suministro de reactivo 22 y/o 24 y hacia el generador 20 de ácido peroxicarboxílico para provocar un aumento o disminución correspondiente en la concentración de la salida de composición de concentrado de POAA en la conducción 36. El controlador 48 también puede aumentar o ralentizar el caudal de la mezcla de reacción a través del catalizador de reacción a un caudal que da como resultado la concentración deseada. El controlador 48 puede calcular el cambio en el caudal empleando factores que incluyen la temperatura de la composición y la concentración de ácido peroxicarboxílico. Basado en la cinética de la reacción de equilibrio y la termodinámica, el tiempo de contacto con el catalizador de reacción determinará la concentración final de POAA, al igual que la concentración de la especie reactiva. De esta manera, la concentración de ácido peroxicarboxílico en la composición de uso se puede mantener dentro de un intervalo esperado, incluso cuando el generador 20 no está funcionando completamente según las especificaciones.

Después de que la concentración de POAA ha sido verificada y ajustada, si es necesario (224, 228), el controlador 48 puede registrar y almacenar la información concerniente a la sincronización, datos de concentración recibidos, ajustes específicos realizados en los diversos parámetros operativos del generador 20 (es decir, ajustes específicos en parámetros tales como la velocidad y la sincronización de la bomba y/o la válvula, las cantidades de POAA

adicional o peróxido de hidrógeno añadidos de los recipientes de reactivo 22 y/o 24 para volver el sistema a las especificaciones, etc.). Esta información puede ser útil para el personal de servicio en la realización de tareas de diagnóstico y mantenimiento en el generador 20, y en la monitorización de la eficiencia del generador 20 de ácido peroxicarboxílico. Por ejemplo, si el sistema genera continuamente un producto identificado como bajo en contenido de POAA, esto indica que el sistema requerirá servicio cambiando el catalizador de reacción.

El controlador 48 también puede analizar la información y generar varias alarmas, alertas o informes basados en esta información almacenada. Las alarmas, alertas o informes se pueden comunicar a un usuario por medio de alarmas de audio, como buscas, zumbadores o textos grabados y/o indicadores visuales como LEDS, pantallas numéricas, gráficas o interactivas en el generador 20 de ácido peroxicarboxílico. Las alarmas, alertas o informes también se puede enviar, ya sea a petición o en intervalos periódicos, a un sitio de monitorización remoto a través de una red telefónica, red inalámbrica, correo electrónico, red de área local, red de área extensa o internet. Además, las alarmas, alertas o informes se pueden obtener en el sitio o de forma remota a través de un dispositivo portátil como un ordenador portátil, una tableta, un asistente digital personal u otros dispositivos de mano o portátiles.

El controlador 48 a continuación espera el inicio de la siguiente verificación del generador (230), en cuyo punto el controlador 48 recibirá los datos de concentración más recientes. La siguiente verificación del generador puede ser iniciada por un usuario, ya sea local o remotamente, o el controlador 48 se puede programar para realizar verificaciones del generador a intervalos periódicos predeterminados. Por ejemplo, el controlador 48 puede repetir el procedimiento mostrado en la Figura 17 periódicamente para asegurar que el generador 20 está funcionando según las especificaciones y para asegurar que se mantenga el nivel deseado de ácido peroxicarboxílico en la composición de uso. Las verificaciones del generador se pueden realizar, por ejemplo, diariamente, semanalmente o mensualmente.

#### Métodos de preparación de ácidos peroxicarboxílicos

La presente invención incluye un método para preparar un ácido peroxicarboxílico. El método incluye poner en contacto un reactivo con una columna de pretratamiento y una mezcla de reacción con un catalizador de reacción. La puesta en contacto puede incluir poner en contacto uno o más reactivos empleados para preparar el ácido peroxicarboxílico con, por ejemplo, un intercambiador de cationes en forma ácida o en forma de metal inerte (por ejemplo, Na<sup>+</sup> o K<sup>+</sup>). El reactivo puede incluir peróxido de hidrógeno, ácido carboxílico o una mezcla de peróxido de hidrógeno y ácido carboxílico. La puesta en contacto con el catalizador de reacción puede incluir poner en contacto el catalizador con ácido carboxílico (o precursor apropiado) y agente oxidante (por ejemplo, un peróxido) para formar un ácido peroxicarboxílico. El catalizador de reacción puede ser un ácido fuerte (por ejemplo, un ácido poliestirensulfónico) para catalizar la reacción del peróxido de hidrógeno con ácido carboxílico para formar ácido peroxicarboxílico. El pretratamiento de uno o más reactivos puede aumentar la vida, la actividad y/o la seguridad del catalizador de reacción.

El método puede incluir también monitorizar la seguridad del método y el aparato para llevarlo a cabo. La monitorización de la seguridad puede incluir monitorizar y/o regular uno más estados de la columna de pretratamiento y/o el catalizador de reacción. La monitorización puede incluir controlar y/o regular la presión, la temperatura, el contenido de metal y/o la presencia de gas como resultado de la descomposición del peróxido (por ejemplo, oxígeno). La medida de uno o más de estos parámetros puede tener lugar en la columna de pretratamiento, o en el catalizador de reacción, para uno o más reactivos antes, en o después de una columna de pretratamiento, para la mezcla de reacción antes, en, o después de una columna de pretratamiento, para la mezcla de reacción anterior, en, o después del catalizador de reacción, o más de uno de estos (una combinación de los mismos). La medida puede incluir la determinación de una diferencia en uno o más de estos parámetros entre dos puntos cualquiera, por ejemplo, entre dos cualquiera de las localizaciones enumeradas.

El método puede incluir proporcionar uno o más reactivos (por ejemplo, peróxido de hidrógeno o ácido (s) carboxílico (s)) en uno o más recipientes de reactivo. La mezcla de los reactivos puede tener lugar antes o después de que uno o más de los reactivos entren en contacto con una columna de pretratamiento. La reacción de la mezcla de reacción pretratada o mezcla de reactivo pretratado con el reactivo no tratado se produce entonces al ponerse en contacto con el catalizador de reacción. La reacción puede incluir poner en contacto la mezcla de reacción con el catalizador de reacción a un caudal controlado y predeterminado y/o durante un tiempo predeterminado. La reacción produce ácido peroxicarboxílico. El método también puede incluir el uso o almacenamiento del ácido peroxicarboxílico.

En una realización, el método incluye pretratar uno o más reactivos independientemente de los otros. La mezcla de uno o más reactivos pretratados con un reactivo no tratado puede ocurrir antes de pretratar los reactivos mezclados. Alternativamente, cada reactivo se puede pretratar independientemente y a continuación mezclar y poner en contacto con el catalizador de reacción. Cada pretratamiento tiene lugar durante un tiempo predeterminado para proporcionar la cantidad deseada de retirada de contaminantes de la composición pretratada.

El pretratamiento puede emplear una pluralidad de (por ejemplo, dos) columnas de pretratamiento acopladas en paralelo. Una columna puede estar inactiva mientras que la otra columna está pretratando. El método puede incluir el cambio de flujo de una columna de pretratamiento usada a una columna de pretratamiento que está lista para su uso. El método puede incluir reemplazar, mantener, lavar o similares la columna de pretratamiento que no se está



usando. El lavado puede incluir lavar con, por ejemplo, un ácido mineral fuerte diluido, tal como ácido sulfúrico. El lavado puede incluir el lavado contracorriente de la columna de pretratamiento. El método puede continuar mientras se mantiene o reemplaza una de las columnas de pretratamiento. El cambio de columnas se puede hacer según un plan predeterminado. Alternativamente, el método puede incluir monitorizar la seguridad de la columna de pretratamiento y reemplazarla cuando la monitorización encuentre un estado predeterminado.

Poner en contacto la mezcla de reacción con el catalizador de reacción puede tener lugar en uno o más lechos, bolsas o columnas, que se pueden acoplar en serie, en paralelo o con algunos en serie y otros en paralelo. El método puede emplear el contacto con cuatro columnas que contienen catalizador de reacción y conectadas en serie. La reacción puede emplear un lecho, bolsa, o columna hasta que ese lecho, bolsa, o columna haya recibido suficiente uso o esté en un estado que indique que ya no es apta para su uso. Durante la reacción en un primer lecho, bolsa, o columna, un segundo lecho, bolsa, o columna puede permanecer listo para el uso. El método puede incluir cambiar el flujo del primer lecho, bolsa, o columna al segundo lecho, bolsa, o columna cuando la primera ya no se usa.

El estado del lecho, bolsa, o columna que está en uso se puede medir mediante el sistema de seguridad, que también puede controlar el sistema de válvula. El cambio de los catalizadores de reacción se puede hacer según un programa predeterminado. Alternativamente, el método puede incluir monitorizar la seguridad del catalizador de reacción y reemplazarlo cuando la monitorización encuentra un estado predeterminado. El método puede incluir lavar el catalizador de reacción. El lavado puede incluir lavar con, por ejemplo, un ácido mineral fuerte diluido, tal como ácido sulfúrico. El lavado puede incluir lavar en contracorriente un lecho, bolsa, o columna del catalizador reactivo.

La monitorización de la seguridad puede incluir medir una o más propiedades de la columna de pretratamiento, del catalizador de reacción, o de ambos. La monitorización de la seguridad puede incluir la medida de, por ejemplo, presión (por ejemplo, aumento de la presión), temperatura (por ejemplo, aumento de la temperatura) o ambas cosas. En una realización, la medida puede incluir medir una diferencia de temperatura entre dos puntos en o alrededor (por ejemplo, antes y después o antes y en) de la columna de pretratamiento. La medida de un aumento en la diferencia de temperatura o la diferencia de presión para dos puntos en o alrededor de una columna de pretratamiento puede hacer que el sistema proporcione una señal perceptible si el aumento está por encima de un nivel predeterminado. La medida de un cambio por encima del nivel predeterminado puede activar (manual o automatizado) una válvula de liberación de presión, detener el flujo de uno o más reactivos, provocar que fluya agua hacia la columna de pretratamiento, provocar que fluya composición de ácido carboxílico a la columna de pretratamiento, detener el método o una combinación de los mismos. La activación también puede dar como resultado el cambio a otra columna de pretratamiento o lecho o columna de catalizador de reacción.

La monitorización de la seguridad puede incluir condiciones de medida en una entrada o salida de una columna de pretratamiento, dentro de esa columna (por ejemplo, cerca de la entrada de la columna, en el interior de la columna, o cerca de la salida de la columna), o en un conducto que entra o sale de la columna de pretratamiento. La monitorización puede incluir medir la temperatura a la entrada de la columna de pretratamiento y en el primer 25% de la columna de pretratamiento.

El método también puede incluir almacenar, manipular, diluir y formular la composición preparada por el método. Por ejemplo, el método puede incluir usar o almacenar el ácido peroxycarboxílico. El método puede incluir diluir y/o formular la composición del catalizador de reacción o almacenamiento. El método puede incluir diluir un concentrado para su uso. La dilución puede añadir y/o mezclar un diluyente o vehículo, tal como agua, en el ácido peroxycarboxílico para conseguir una composición diluida que contiene, por ejemplo, una concentración de uso deseada de ácido peroxycarboxílico. La concentración deseada puede ser, por ejemplo, de alrededor de 2 a alrededor de 5.000 ppm. La dilución puede incluir añadir otro ingrediente a la composición de ácido peroxycarboxílico. La formulación puede incluir dispensar una cantidad deseada de un ingrediente añadido en la composición o composición diluida.

El almacenamiento puede incluir monitorizar el estado de la composición durante el almacenamiento. La monitorización puede medir el contenido de ácido peroxycarboxílico, ácido carboxílico y/o peróxido de hidrógeno en la composición, por ejemplo, en una composición de uso almacenada. En una realización, el método incluye el sistema de reposición de una composición de uso almacenada. La reposición puede incluir la monitorización del contenido de la composición de uso. Si, por ejemplo, la concentración de ácido peroxycarboxílico disminuye por debajo de un nivel predeterminado o la concentración de ácido carboxílico aumenta por encima de un nivel predeterminado, la reposición incluye añadir una composición de ácido peroxycarboxílico más concentrada a la composición de uso o vaciar el recipiente de la composición de uso agotada.

El método también puede incluir controlar el flujo de reactivo. El control del flujo de reactivo puede incluir monitorizar la composición de ácido peroxycarboxílico después del catalizador de reacción, por ejemplo, a una salida de la última columna de catalizador de reacción. La monitorización puede determinar si la composición incluye la concentración deseada de ácido peroxycarboxílico (por ejemplo, la concentración de equilibrio). Si la composición incluye menos de la concentración deseada, el control puede incluir reducir el caudal de la mezcla de reacción a través del catalizador de reacción a un caudal que dé como resultado la deseada concentración. El control puede incluir el cálculo del

cambio de caudal empleando factores que incluyen la temperatura de la composición y la concentración de ácido peroxycarboxílico.

5 La presente invención incluye un método para preparar una composición que incluye un ácido peroxycarboxílico. El método incluye poner en contacto un ácido carboxílico con una columna de pretratamiento, mezclar el ácido carboxílico pretratado con peróxido de hidrógeno, y poner en contacto la mezcla de reacción con un catalizador de reacción para producir el ácido peroxycarboxílico. El ácido peroxycarboxílico puede ser un ácido peroxycarboxílico de cadena corta (por ejemplo, ácido peroxiacético) o un ácido peroxycarboxílico de cadena media (por ejemplo, ácido peroxioctanoico).

10 La presente invención incluye un método para preparar una composición de ácidos peroxycarboxílicos mixtos. El método incluye poner en contacto un ácido carboxílico de cadena corta con una primera columna de pretratamiento, mezclar el ácido carboxílico de cadena corta pretratado con peróxido de hidrógeno y poner en contacto la primera mezcla de reacción con un primer catalizador de reacción para producir el ácido peroxycarboxílico de cadena corta. El método incluye poner en contacto un ácido carboxílico de cadena media con una segunda columna de pretratamiento, mezclar el ácido carboxílico de cadena media pretratado con peróxido de hidrógeno y poner en  
15 contacto la segunda mezcla de reacción con un segundo catalizador de reacción para producir el ácido peroxycarboxílico de cadena media. La mezcla del ácido peroxycarboxílico de cadena corta y el ácido peroxycarboxílico de cadena media produce la composición de ácido peroxycarboxílico mixto.

#### Métodos realizados en el sitio de uso

20 La presente invención se refiere también a métodos para preparar un ácido peroxycarboxílico en el sitio de su uso. Por ejemplo, el método de preparación de ácido peroxycarboxílico descrito anteriormente se puede llevar a cabo en una planta, por ejemplo, una planta de bebidas, donde se usará el ácido peroxycarboxílico. El sitio de uso puede ser cualquiera de una variedad de instalaciones de producción donde podría usarse un ácido peroxycarboxílico. Los sitios de uso incluyen una planta de bebidas, una planta de procesamiento de alimentos, una planta de desmontaje, una planta de procesamiento de carne o similares. En el sitio de uso, la composición de ácido peroxycarboxílico se puede  
25 aplicar a objetos que incluyen equipos, recipientes y productos alimenticios. Los productos alimenticios incluyen, por ejemplo, productos vegetales, productos, carnes, productos cárnicos, aves de corral, y similares. En una realización, el método puede incluir aplicar la presente composición de ácido peroxycarboxílico a un recipiente de bebida, por ejemplo, una botella de plástico o una lata.

30 Por ejemplo, el método de preparación de ácido peroxycarboxílico descrito anteriormente se puede llevar a cabo en una planta productora de pasta papelera o de papel en la que se usará el ácido peroxycarboxílico. A modo de ejemplo adicional, el método para preparar el ácido peroxycarboxílico descrito anteriormente se puede llevar a cabo en una planta de tratamiento de residuos donde se usará el ácido peroxycarboxílico. Los sitios de uso incluyen cualquiera de una variedad de plantas que procesan, usan o manipulan (por ejemplo, blanquean) pasta papelera o fabrican papel, plantas que manejan residuos, como residuos industriales, residuos de producción de alimentos,  
35 residuos de una planta de bebidas, residuos de una planta de procesamiento de alimentos, residuos de una planta de desensamblaje, residuos de una planta de procesamiento de carne o similares. En el sitio de uso, la composición de ácido peroxycarboxílico se puede aplicar a objetos que incluyen equipo, pasta papelera, residuos, superficies de plantas y edificios, otros objetos en la planta o instalación, o similares. En una realización, el método puede incluir la aplicación de la presente composición de ácido peroxycarboxílico a la pasta papelera, al residuo, a una instalación de  
40 tratamiento de residuos, o al equipo de tratamiento de residuos.

El método puede incluir proporcionar ácido carboxílico (por ejemplo, ácido acético y/o ácido octanoico) y/o agente oxidante (por ejemplo, peróxido de hidrógeno) en el sitio de uso (por ejemplo, una planta de bebidas, una planta de procesamiento de pasta papelera, o una planta de tratamiento de residuos) y efectuar el presente método con esos reactivos en el sitio de uso. El método puede incluir enviar el ácido carboxílico (por ejemplo, ácido acético y/o ácido octanoico) y/o agente oxidante (por ejemplo, peróxido de hidrógeno) al sitio de uso (por ejemplo, una planta de  
45 bebidas, una planta de procesamiento de pasta papelera o una planta de tratamiento de residuos) para llevar a cabo el presente método con esos reactivos en el sitio de uso. El método puede incluir que el personal de la planta u organización de la planta solicite o pida el ácido carboxílico (por ejemplo, ácido acético y/o ácido octanoico) y/o agente oxidante (por ejemplo, peróxido de hidrógeno) para su entrega al sitio de uso (por ejemplo, una planta de  
50 bebidas, una planta de procesamiento de pasta papelera o una planta de tratamiento de residuos) para efectuar el presente método con esos reactivos en el sitio de uso.

#### Una realización del método

En una realización e método incluye poner en contacto una mezcla de reacción con un catalizador de reacción y monitorizar la seguridad del método y el aparato que lo lleva a cabo. La mezcla de reacción puede incluir una mezcla  
55 de peróxido de hidrógeno y ácido carboxílico. Poner en contacto con el catalizador de reacción puede incluir poner en contacto el catalizador con ácido carboxílico (o un precursor apropiado) y agente oxidante (por ejemplo, peróxido) para formar un ácido peroxycarboxílico. El catalizador de reacción es un ácido fuerte (por ejemplo, un ácido poliestirenosulfónico) para catalizar la reacción de peróxido de hidrógeno con ácido carboxílico para formar ácido peroxycarboxílico.

5 La monitorización de seguridad puede incluir monitorizar y/o regular una o más condiciones del catalizador de reacción. La monitorización puede incluir monitorizar y/o regular la presión, temperatura, contenido de metal, y/o presencia de gas resultante de la descomposición de peróxido (por ejemplo, oxígeno). La medida de uno o más de estos parámetros puede tener lugar en el catalizador de reacción, por ejemplo, para la mezcla de reacción antes, en o después del catalizador de reacción, o más de uno de estos (una combinación de los mismos). La medida puede incluir determinar una diferencia en uno o más de estos parámetros entre dos puntos cualesquiera, por ejemplo, entre dos localizaciones enumeradas cualesquiera.

10 La monitorización de seguridad puede incluir medir una o más propiedades del catalizador de reacción. La monitorización de seguridad puede incluir medir, por ejemplo, presión (por ejemplo, presión incrementada), temperatura (por ejemplo, temperatura incrementada), o ambas. En una realización, la medida puede incluir medir una diferencia de temperatura entre dos puntos en o alrededor (por ejemplo, antes y después o antes y en) el catalizador de reacción. La medida de un incremento de la diferencia de temperatura o la diferencia de presión para dos puntos en o alrededor del catalizador de reacción puede dar como resultado que el sistema proporcione una señal perceptible si el incremento está por encima de un nivel predeterminado. La medida de un cambio por encima  
15 del nivel predeterminado puede activar (manual o automáticamente) el accionamiento de una válvula de liberación de presión, la detención del flujo de uno o más reactivos, provocar que fluya agua al catalizador de reacción, provocar que fluya composición de ácido carboxílico al catalizador de reacción, detener el método, o una combinación de los mismos. La activación también puede dar como resultado el cambio a otro lecho o columna de catalizador de reacción.

20 La monitorización de seguridad puede incluir condiciones de medida en una entrada o salida de una columna, lecho o bolsa de catalizador de reacción, dentro de la columna, lecho o bolsa de catalizador de reacción (por ejemplo, cerca de la entrada, en el interior o cerca de la salida), o en un conducto que entra o sale del catalizador de reacción. La monitorización puede incluir medir la temperatura a la entrada del catalizador de reacción y en el primer 25% del catalizador de reacción.

25 Esta realización no necesita incluir pretratar los reactivos con material fuera de la columna, lecho o bolsa de catalizador de reacción.

#### Composiciones de ácido peroxicarboxílico

30 El método y el aparato de la invención descritos aquí se pueden emplear para preparar cualquiera de una variedad de composiciones de ácido peroxicarboxílico. En una realización el presente método incluye una composición de ácido peroxicarboxílico preparada mediante el método y/o el aparato descritos anteriormente. Una composición de ácido peroxicarboxílico según la presente invención puede tener una estabilidad ventajosa, que puede ser debida a un bajo nivel de ion metálico (por ejemplo, menos de alrededor de 10 ppm o menos de alrededor de 10 ppb de ion metálico). El bajo nivel de ion metálico se puede conseguir y mantener en las presentes composiciones sin estabilizante o agente quelante añadidos. Por consiguiente, la presente invención se refiere a una composición de  
35 ácido peroxicarboxílico estable que carece o está sustancialmente libre de estabilizante o agente quelante. La presente invención también incluye una composición de ácido peroxicarboxílico estable que incluye solo compuestos volátiles. También se describe aquí una composición de ácido peroxicarboxílico que incluye solo compuestos volátiles.

40 El término "estable" como se aplica aquí a una composición de ácido peroxicarboxílico, quiere decir una composición que conserva alrededor del 90% del ácido peroxicarboxílico durante por lo menos alrededor de 6 meses, que retiene alrededor del 90% del ácido peroxicarboxílico durante por lo menos alrededor de 7 días, o que retiene alrededor del 90% del ácido peroxicarboxílico durante por lo menos alrededor de 1 día. La composición estable puede ser una que retiene alrededor del 95% del ácido peroxicarboxílico durante por lo menos alrededor de 14 días, que retiene alrededor del 95% del ácido peroxicarboxílico durante por lo menos alrededor de 7 días, o que retiene alrededor del  
45 95% del ácido peroxicarboxílico durante por lo menos alrededor de 3 días. Al estar desprovista de oligoelementos por el generador, el umbral de estabilidad del "90%" generalmente hablando es una función de la concentración de equilibrio de ácido peroxicarboxílico. Las concentraciones más altas tienden a descomponerse más rápidamente.

50 La composición de ácido peroxicarboxílico puede incluir ion metálico a un nivel inferior a alrededor de 10 ppm, inferior a alrededor de 1 ppm, inferior a alrededor de 100 ppb, inferior a alrededor de 10 ppb, o inferior a alrededor de 1 ppb ppm. Tal ion metálico puede incluir Fe, Cu, Mn, Ni, Ti, Co, una mezcla de los mismos, o cualquiera de los iones de metales de transición.

55 La composición en equilibrio puede incluir alrededor de 35% en peso de ácido peroxicarboxílico y alrededor de 15% en peso de peróxido de hidrógeno; alrededor de 15% (por ejemplo, 17%) en peso de ácido peroxicarboxílico y alrededor de 15% (por ejemplo, 13%) en peso de peróxido de hidrógeno; alrededor de 10% (por ejemplo, 9,7%) en peso de ácido peroxicarboxílico y alrededor de 25% (por ejemplo, 24%) en peso de peróxido de hidrógeno; alrededor de 15% (por ejemplo, 13%) en peso de ácido peroxicarboxílico y alrededor de 2% (por ejemplo, 1,9%) en peso de peróxido de hidrógeno, o alrededor de 0,5% en peso de ácido peroxicarboxílico y alrededor de 5% (por ejemplo, 4,8% en peso) de peróxido de hidrógeno.

5 La composición en equilibrio puede incluir alrededor de 35% en peso de ácido peroxicarboxílico de cadena corta y alrededor de 15% en peso de peróxido de hidrógeno; alrededor de 15% (por ejemplo, 17%) en peso de ácido peroxicarboxílico de cadena corta y alrededor de 15% (por ejemplo, 13%) en peso de peróxido de hidrógeno; alrededor de 10% (por ejemplo, 9,7%) en peso de ácido peroxicarboxílico de cadena corta y alrededor de 25% (por ejemplo, 24%) en peso de peróxido de hidrógeno; alrededor de 15% (por ejemplo, 13%) en peso de ácido peroxicarboxílico de cadena corta y alrededor de 2% (por ejemplo, 1,9%) en peso de peróxido de hidrógeno, o alrededor de 0,5% en peso de ácido peroxicarboxílico de cadena corta y alrededor de 5% (por ejemplo, 4,8%) en peso de peróxido de hidrógeno.

10 La composición en equilibrio puede incluir alrededor de 20% (por ejemplo, 19%) en peso de ácido peroxicarboxílico de cadena media y alrededor de 30% (por ejemplo, 32%) en peso de peróxido de hidrógeno; alrededor de 5% (por ejemplo, 6,8%) en peso de ácido peroxicarboxílico de cadena media y alrededor de 20% en peso de peróxido de hidrógeno; alrededor de 2% (por ejemplo, 2,1%) en peso de ácido peroxicarboxílico de cadena media y alrededor de 20% (por ejemplo, 21%) en peso de peróxido de hidrógeno; o alrededor de 1% (por ejemplo, 1,2%) en peso de ácido peroxicarboxílico de cadena media y alrededor de 20% (por ejemplo, 22%) en peso de peróxido de hidrógeno.

15 La composición en el equilibrio puede incluir alrededor de 15% (por ejemplo, 14%) en peso de ácido peroxicarboxílico de cadena corta, alrededor de 5% (por ejemplo, 5,7%) en peso de ácido peroxicarboxílico de cadena media, y alrededor de 3% (por ejemplo, 2,8%) en peso de peróxido de hidrógeno; alrededor de 20% (por ejemplo, 19%) en peso de ácido peroxicarboxílico de cadena corta, alrededor de 3% (por ejemplo, 2,7%) en peso de ácido peroxicarboxílico de cadena media, y alrededor de 4% en peso de peróxido de hidrógeno; alrededor de 20% (por ejemplo, 22%) en peso de ácido peroxicarboxílico de cadena corta, alrededor de 1% (por ejemplo, 0,7%) en peso de ácido peroxicarboxílico de cadena media, y alrededor de 5% (por ejemplo, 4,6%) en peso de peróxido de hidrógeno; alrededor de 15% (por ejemplo, 17,4%) en peso de ácido peroxicarboxílico de cadena corta, alrededor de 0,4% en peso de ácido peroxicarboxílico de cadena media, y alrededor de 15% (por ejemplo, 13%) en peso de peróxido de hidrógeno.

25 La composición puede incluir ácido peroxicarboxílico y peróxido de hidrógeno en una relación de alrededor de 2:1 (por ejemplo, 2,4:1); ácido peroxicarboxílico y peróxido de hidrógeno en una relación de alrededor de 1,4:1; ácido peroxicarboxílico y peróxido de hidrógeno en una relación de 0,5:1 (por ejemplo, 0,4:1); o ácido peroxicarboxílico y peróxido de hidrógeno en una relación de alrededor de 7:1.

30 El aparato descrito aquí y el método de la invención se pueden emplear para preparar cualquiera de una variedad de composiciones de ácido peroxicarboxílico. Las composiciones que se pueden preparar mediante el presente aparato y el método descrito aquí (que pueden incluir la adición de materiales tales como adyuvante, agente estabilizante, agente quelante o similares después de formar el ácido peroxicarboxílico) incluyen las composiciones descritas en las patentes de EE.UU. Nos. 5.200.189, 5.314.687, 5.718.910 y 6.183.807 y en las Solicitudes de EE.UU. pendientes Nos. 09/614.631, presentada el 12 de julio de 2000, 10/754.426, presentada el 9 de enero de 2004, y 35 11/030.641, presentada el 4 de enero de 2005.

Se describe aquí un aparato para preparar ácido peroxicarboxílico. Este aparato puede incluir una primera columna de pretratamiento, una primera columna de catalizador de reacción, un primer y un segundo recipiente de reactivo, un sistema de seguridad, un conducto de reactivo, un conducto de mezcla de reacción y un conducto de perácido. El primer y el segundo recipiente de reactivo pueden estar en comunicación de fluidos a través del conducto de reactivo con la primera columna de pretratamiento. El primer recipiente de reactivo puede estar configurado para contener una composición de agente oxidante líquido y el segundo recipiente de reactivo puede estar configurado para contener una composición de ácido carboxílico líquido. El conducto de reactivo puede definir la cámara de mezcla para los reactivos.

45 La primera columna de pretratamiento puede estar en comunicación de fluidos a través del conducto de mezcla de reacción con la primera columna de catalizador de reacción. La primera columna de pretratamiento se puede configurar para retirar ion metálico de una mezcla de la composición de ácido carboxílico y la composición de agente oxidante. La primera columna de catalizador de reacción se puede configurar para catalizar una reacción del ácido carboxílico y el agente oxidante para producir ácido peroxicarboxílico. La primera columna de catalizador de reacción puede estar en comunicación de fluidos a través del conducto de perácido con un sitio de almacenamiento o uso de una composición de ácido peroxicarboxílico. El sistema de seguridad incluye un procesador, un primer sensor de estado y un segundo sensor de estado. El primer sensor de estado se puede disponer en o sobre la cámara de mezcla y se puede configurar para medir el estado de los reactivos. El segundo sensor de estado se puede disponer en o en la primera columna de pretratamiento o en el conducto de la mezcla de reacción en una salida próxima a la primera columna de pretratamiento y se puede configurar para medir el estado de los reactivos. 50 El procesador se puede configurar para determinar una diferencia entre el estado medido por el primer sensor de estado y el estado medido por el segundo sensor de estado y proporcionar una señal detectable si la diferencia alcanza o excede de un valor predeterminado. 55

La primera columna de pretratamiento puede incluir un intercambiador de cationes fuerte en forma ácida o en forma de metal inerte

5 El aparato también puede incluir una segunda columna de pretratamiento. La segunda columna de pretratamiento puede estar en comunicación de fluidos a través del conducto de reactivo con el segundo recipiente de reactivo y la primera columna de pretratamiento. La segunda columna de pretratamiento se puede configurar para retirar ion metálico de la composición de ácido carboxílico. La segunda columna de pretratamiento puede incluir un intercambiador de cationes fuerte en forma ácida o en forma de metal inerte.

10 El aparato también puede incluir una tercera columna de pretratamiento. La tercera columna de pretratamiento puede estar en comunicación de fluidos a través del conducto de reactivo con el primer recipiente de reactivo y la primera columna de pretratamiento. La tercera columna de pretratamiento se puede configurar para retirar ion metálico de la composición del agente oxidante. La tercera columna de pretratamiento puede incluir un intercambiador de cationes fuerte en forma ácida o en forma de metal inerte.

El aparato también puede incluir una segunda, una tercera y una cuarta columna de catalizador de reacción. Las columnas de catalizador de reacción primera, segunda, tercera y cuarta se pueden acoplar en serie y pueden estar en comunicación de fluidos a través del conducto de perácido con el sitio de almacenamiento o uso de la composición de ácido peroxycarboxílico.

15 El catalizador de reacción puede incluir un catalizador de ácido fuerte que puede retirar físicamente de la mezcla de reacción. El catalizador de reacción puede incluir un intercambiador de cationes fuerte en forma ácida. El catalizador de reacción puede incluir un compuesto inorgánico que incluye un ácido fuerte insoluble.

20 Los sensores de estado primero y segundo se pueden configurar para medir temperatura, presión, contenido de metal o una combinación de los mismos. Por ejemplo, los sensores de estado primero y segundo están configurados para medir la temperatura.

El sistema de seguridad se puede configurar para proporcionar una señal detectable si la diferencia de temperatura es mayor de 10°C, igual a 10°C, o mayor o igual a 10°C.

25 La señal detectable puede activar la interrupción del funcionamiento del aparato. Por ejemplo, la señal detectable puede accionar la interrupción del funcionamiento del aparato: accionando una válvula de liberación de presión para liberar presión en la primera columna de pretratamiento; detener el flujo de uno o más reactivos a las columnas; hacer que fluya agua a través del conducto de reactivo, la primera columna de pretratamiento y el conducto de la mezcla de reacción; hacer que fluya composición de ácido carboxílico a través del conducto de reactivo, la primera columna de pretratamiento y el conducto de la mezcla de reacción; detener el aparato; o una combinación de los mismos

30 El aparato también puede incluir un recipiente de perácido, un sistema de dilución, un depósito de diluido, un sistema de reposición, y un conducto de salida. El recipiente de perácido puede estar en comunicación de fluidos con el conducto de perácido y se puede configurar para recibir y contener la composición de ácido peroxycarboxílico. El recipiente de perácido puede estar en comunicación de fluidos a través del conducto de salida con el sistema de dilución. El sistema de dilución se puede configurar para mezclar la composición de ácido peroxycarboxílico y una cantidad predeterminada de vehículo para formar una composición diluida de una concentración predeterminada de ácido peroxycarboxílico en el depósito de diluido. El sistema de reposición se puede configurar para monitorizar una concentración de ácido peroxycarboxílico, ácido carboxílico, agente oxidante o una combinación de los mismos en la composición diluida y añadir composición de ácido peroxycarboxílico a la composición diluida si la concentración de ácido peroxycarboxílico, ácido carboxílico, agente oxidante o una combinación de ambos es inferior a un valor predeterminado, igual a un valor predeterminado, o menor o igual a un valor predeterminado.

45 El aparato también puede incluir una cuarta columna de pretratamiento, una quinta columna de catalizador de reacción, un tercer y un cuarto recipiente de reactivo, un conducto de reactivo medio, un conducto de mezcla de reacción medio y un conducto de perácido medio. El tercer y cuarto recipientes de reactivo pueden estar en comunicación de fluidos a través del conducto de reactivo medio con la cuarta columna de pretratamiento. El tercer recipiente de reactivo se puede configurar para contener una composición líquida de agente oxidante, el cuarto recipiente de reactivo se puede configurar para contener una composición líquida de ácido carboxílico de cadena media. El conducto de reactivo medio puede definir la cámara de mezcla media para los reactivos medios. La cuarta columna de pretratamiento puede estar en comunicación de fluidos a través del conducto de mezcla de reacción medio con la quinta columna de catalizador de reacción. La cuarta columna de pretratamiento se puede configurar para retirar ion metálico de una mezcla de la composición líquida de ácido carboxílico de cadena media y la composición de agente oxidante. La quinta columna de catalizador de reacción se puede configurar para catalizar una reacción del ácido carboxílico de cadena media y el agente oxidante para producir ácido peroxycarboxílico de cadena media. La quinta columna de catalizador de reacción puede estar en comunicación de fluidos a través del conducto de perácido medio con un sitio de almacenamiento o uso de una composición de ácido peroxycarboxílico de cadena media. La cuarta columna de pretratamiento puede incluir un intercambiador de cationes fuerte en forma ácida o en forma de metal inerte.

55 El sistema de seguridad también puede incluir un tercer sensor de estado y un cuarto sensor de estado. El tercer sensor de estado se puede disponer en o sobre la cámara de mezcla media y se puede configurar para medir un

- estado de los reactivos medios. El cuarto sensor de estado se puede disponer en o en la cuarta columna de pretratamiento o en el conducto de mezcla de reacción media próxima a una salida de la cuarta columna de pretratamiento y se puede configurar para medir el estado de los reactivos medios. El procesador se puede configurar para determinar una diferencia entre el estado medido por el tercer sensor de estado y el estado medido por el cuarto sensor de estado y proporcionar una señal detectable si la diferencia alcanza o excede de un valor predeterminado.
- 5
- El segundo recipiente de reactivo se puede configurar para contener una composición líquida de un ácido carboxílico de cadena corta. La primera columna de pretratamiento está configurada para retirar ion metálico de una mezcla de la composición de ácido carboxílico de cadena corta y la composición de agente oxidante. La primera columna de catalizador de reacción está configurada para catalizar una reacción del ácido carboxílico de cadena corta y el agente oxidante para producir ácido peroxycarboxílico de cadena corta.
- 10
- Los sensores de estado tercero y cuarto se pueden configurar para medir temperatura, presión, contenido de metal o una combinación de los mismos. Por ejemplo, los sensores de estado tercero y cuarto se pueden configurar para medir temperatura.
- 15
- También se puede incluir una quinta columna de pretratamiento. La quinta columna de pretratamiento puede estar en comunicación de fluidos a través del conducto de reactivo medio con el cuarto recipiente de reactivo y la cuarta columna de pretratamiento. La quinta columna de pretratamiento se puede configurar para retirar ion metálico de la composición líquida del ácido carboxílico de cadena media. La quinta columna de pretratamiento puede incluir un intercambiador de cationes fuerte en forma ácida o en forma de metal inerte.
- 20
- También se puede incluir una sexta columna de pretratamiento. La sexta columna de pretratamiento puede estar en comunicación de fluidos a través del conducto de reactivo medio con el tercer recipiente de reactivo y la cuarta columna de pretratamiento. La sexta columna de pretratamiento se puede configurar para retirar ion metálico de la composición líquida de agente de oxidación. La sexta columna de pretratamiento puede incluir un intercambiador de cationes fuerte en forma ácida o en forma de metal inerte.
- 25
- El catalizador de reacción puede incluir un catalizador de ácido fuerte que se puede retirar físicamente de la mezcla de reacción; un intercambiador de cationes fuerte en forma ácida; o un compuesto inorgánico que incluye un ácido fuerte insoluble.
- El aparato también puede incluir una sexta, una séptima y una octava columna de catalizador de reacción. Las columnas de catalizador de reacción quinta, sexta, séptima y octava se pueden acoplar en serie y pueden estar en comunicación de fluidos a través del conducto de perácido medio con el sitio de almacenamiento o uso de la composición de ácido peroxycarboxílico de cadena media.
- 30
- El recipiente de perácido puede estar en comunicación de fluidos con el conducto de perácido medio y se puede configurar para recibir y contener la composición de ácido peroxycarboxílico de cadena media.
- También se puede incluir un segundo procesador. El segundo procesador se puede configurar para determinar una diferencia entre el estado medido por el tercer sensor de estado y el estado medido por el cuarto sensor de estado y proporcionar una señal detectable si la diferencia alcanza o excede de un valor predeterminado.
- 35
- La primera columna de catalizador de reacción puede tener un volumen de alrededor de 9,6 l. Cada columna de catalizador de reacción puede tener un volumen de alrededor de 9,6 l. La quinta columna de catalizador de reacción puede tener un volumen de alrededor de 9,6 l.
- 40
- La primera columna de pretratamiento puede tener un volumen de alrededor de 4,6 l. En una realización, la segunda columna de pretratamiento tiene un volumen de alrededor de 4,6 l. La tercera columna de pretratamiento puede tener un volumen de alrededor de 4,6 l. La cuarta columna de pretratamiento tiene un volumen de alrededor de 4,6 l. La quinta columna de pretratamiento puede tener un volumen de alrededor de 4,6 l. La sexta columna de pretratamiento puede tener un volumen de alrededor de 4,6 l.
- 45
- El primer recipiente de reactivo puede contener de alrededor de 35 a alrededor de 45% en peso de peróxido de hidrógeno. El segundo recipiente de reactivo puede contener de alrededor de 80 a alrededor de 98% en peso de ácido acético. El tercer recipiente de reactivo puede contener de alrededor de 35 a alrededor de 45% en peso de peróxido de hidrógeno. El segundo recipiente de reactivo puede contener de alrededor de 1 a alrededor de 10% en peso de ácido octanoico.
- 50
- El aparato también puede incluir un tercer recipiente de reactivo configurado para contener una composición líquida de ácido carboxílico de cadena media y en comunicación de fluidos a través del conducto de reactivo con la primera columna de pretratamiento. También se puede incluir una cuarta columna de pretratamiento. La cuarta columna de pretratamiento puede estar en comunicación de fluidos a través del conducto de reactivo con el tercer recipiente de reactivo y la primera columna de pretratamiento. El tercer recipiente de reactivo puede contener de alrededor de 1 a
- 55
- alrededor de 10% en peso de ácido octanoico.

- La presente invención también incluye un método para preparar un ácido peroxicarboxílico. Este método puede incluir: proporcionar una composición líquida de un ácido carboxílico y un agente oxidante; pretratar la composición líquida con una columna de pretratamiento para retirar ion metálico de la composición mixta; medir un estado de la composición líquida i) antes del pretratamiento y ii) en el sitio de pretratamiento durante el tratamiento previo; determinar una diferencia entre i) y ii); proporcionar una señal detectable si la diferencia alcanza o excede de un valor predeterminado; hacer reaccionar la composición pretratada en presencia de un catalizador de reacción que se puede retirar físicamente de la mezcla de reacción para producir una composición de ácido peroxicarboxílico; y recuperar la composición de ácido peroxicarboxílico.
- En una realización, el pretratamiento incluye poner en contacto la composición mixta y un intercambiador de cationes fuerte en forma ácida o en forma de metal inerte.
- Este método también puede incluir: pretratar una composición líquida de ácido carboxílico para retirar ion metálico de la composición líquida de ácido carboxílico; y mezclar la composición líquida pretratada de ácido carboxílico y agente oxidante para formar la composición líquida de un ácido carboxílico y un agente oxidante. En esta realización, el pretratamiento puede incluir poner en contacto la composición líquida de ácido carboxílico y un intercambiador de cationes fuerte en forma ácida o en forma de metal inerte.
- Este método también puede incluir: pretratar una composición líquida de agente oxidante para retirar ion metálico de la composición líquida del agente oxidante; y mezclar la composición líquida pretratada de agente oxidante y ácido carboxílico para formar la composición líquida de un ácido carboxílico y un agente oxidante. En esta realización, el pretratamiento puede incluir poner en contacto la composición líquida del agente oxidante y un intercambiador de cationes fuerte en forma ácida o en forma de metal inerte.
- El método puede incluir la reacción en una columna de catalizador de reacción insoluble. Esta realización también puede incluir la reacción en una segunda, una tercera y una cuarta columna de catalizador de reacción insoluble. Las columnas del catalizador de reacción primera, segunda, tercera y cuarta se pueden acoplar en serie.
- En el método, la reacción puede incluir poner en contacto la composición pretratada y un catalizador de ácido fuerte insoluble. En una realización, la reacción puede incluir poner en contacto la composición pretratada y un intercambiador de cationes fuerte en forma ácida. En una realización, la reacción puede incluir poner en contacto la composición pretratada y un compuesto inorgánico que incluye un ácido fuerte insoluble.
- El método puede incluir la medida de temperatura, presión, contenido de metal, o combinación de los mismos de la composición de mezcla. En una realización, el método incluye medir la temperatura de la composición mixta.
- El método puede incluir proporcionar una señal detectable si la diferencia de temperatura es mayor de 10°C, igual a 10°C, o mayor o igual a 10°C.
- El método también puede incluir, si la diferencia alcanza o excede de un valor predeterminado, interrumpir el funcionamiento del aparato: accionando una válvula de liberación de presión para liberar presión en un aparato que lleva a cabo el método; deteniendo el flujo de uno o más reactivos en el aparato; haciendo que fluya agua hacia el sitio de pretratamiento; haciendo que fluya composición de ácido carboxílico al sitio de pretratamiento; deteniendo el aparato; o una combinación de los mismos.
- El método puede incluir también mezclar la composición de ácido peroxicarboxílico y una cantidad predeterminada de vehículo para formar una composición diluida de una concentración predeterminada de ácido peroxicarboxílico; almacenar la composición diluida; monitorizar la concentración de ácido peroxicarboxílico, ácido carboxílico, agente oxidante o una combinación de los mismos en la composición diluida. Si la concentración de ácido peroxicarboxílico, ácido carboxílico, agente oxidante o una combinación de los mismos es inferior a un valor predeterminado, igual a un valor predeterminado, o inferior o igual a un valor predeterminado, el método puede incluir la adición de una composición de ácido peroxicarboxílico a la composición diluida.
- El método puede incluir también mezclar la composición líquida de ácido carboxílico y el agente oxidante para formar la composición líquida de un ácido carboxílico y un agente oxidante. Esto puede formar una composición líquida de ácido carboxílico que incluye de alrededor de 80 a alrededor de 98% en peso de ácido acético. En una realización, el agente oxidante incluye de alrededor de 35 a alrededor de 45% en peso de peróxido de hidrógeno. En una realización, la composición líquida de ácido carboxílico incluye de alrededor de 1 a alrededor de 20% en peso de ácido octanoico.
- El método puede incluir proporcionar una composición líquida de una pluralidad de ácidos carboxílicos y un agente oxidante. En una realización, el método puede incluir también mezclar una primera composición líquida de ácido carboxílico, una segunda composición líquida de ácido carboxílico y un agente oxidante para formar la composición líquida de una pluralidad de ácidos carboxílicos y un agente oxidante. En una realización, la primera composición líquida de ácido carboxílico incluye de alrededor de 80 a alrededor de 98% en peso de ácido acético. En una realización, el agente oxidante incluye de alrededor de 35 a alrededor de 45% en peso de peróxido de hidrógeno. En una realización, la segunda composición líquida de ácido carboxílico puede incluir de alrededor de 1 a alrededor de 20% en peso de ácido octanoico.

Esta u otra realización del método puede incluir también pretratar una primera composición líquida de ácido carboxílico para retirar ion metálico de la primera composición líquida de ácido carboxílico; e incluir la primera composición líquida pretratada de ácido carboxílico en la composición líquida de una pluralidad de ácidos carboxílicos y un agente oxidante.

- 5 Esta u otra realización del método puede incluir también tratar una composición líquida de agente oxidante para retirar ion metálico de la composición líquida del agente oxidante; e incluir la composición líquida pretratada de agente oxidante en la composición líquida de una pluralidad de ácidos carboxílicos y un agente oxidante.

- 10 Esta u otra realización del método puede incluir también tratar una segunda composición líquida de ácido carboxílico para retirar ion metálico de la segunda composición líquida de ácido carboxílico; e incluir la segunda composición líquida pretratada de ácido carboxílico en la composición líquida de una pluralidad de ácidos carboxílicos y un agente oxidante.

- 15 En una realización, la composición líquida de un ácido carboxílico y un agente oxidante incluye de alrededor de 40 a alrededor de 50% en peso de ácido acético y de alrededor de 15 a alrededor de 25% en peso de peróxido de hidrógeno. En una realización, la composición líquida de un ácido carboxílico y un agente oxidante incluye de alrededor de 25 a alrededor de 35% en peso de ácido acético, de alrededor de 10 a alrededor de 20% en peso de peróxido de hidrógeno, y de alrededor de 2 a alrededor de 4% en peso de ácido octanoico.

- 20 El método puede incluir llevar a cabo proporcionar, pretratar, medir, determinar, proporcionar, hacer reaccionar, y recuperar en un sitio en el que se usará la composición de ácido peroxycarboxílico para reducir la población de un microbio en un objeto. Esta realización del método puede incluir también administrar ácido carboxílico y agente oxidante al sitio. En una realización el método también incluye administrar una pluralidad de ácidos carboxílicos al sitio. En una realización, el método incluye solicitar el suministro del ácido carboxílico y el agente oxidante del sitio.

En una realización, el método también incluye aplicar la composición de ácido peroxycarboxílico a un recipiente de bebida en una planta de bebidas.

- 25 La invención también incluye un método para preparar un ácido peroxycarboxílico. Este método incluye suministrar ácido carboxílico y agente oxidante a un sitio en el que se fabricará y usará una composición de ácido peroxycarboxílico; proporcionar una composición líquida del ácido carboxílico y agente oxidante; pretratar la composición líquida con una columna de pretratamiento para retirar ion metálico de la composición mixta; hacer reaccionar la composición pretratada en presencia de un catalizador de reacción que se puede retirar físicamente de la mezcla de reacción para producir la composición de ácido peroxycarboxílico; recuperar la composición de ácido peroxycarboxílico; y aplicar la composición de ácido peroxycarboxílico a un objeto para reducir la población de microbios en el objeto.

- 30 En una realización, el método incluye suministrar una pluralidad de ácidos carboxílicos al sitio. En una realización, el método también incluye solicitar el suministro del ácido carboxílico y el agente oxidante del sitio.

- 35 En una realización, el método también incluye aplicar la composición de ácido peroxycarboxílico a un recipiente de bebida en una planta de bebidas.

- 40 La presente invención también incluye un método para preparar una composición de ácido peroxycarboxílico mixto. El método incluye proporcionar una composición líquida de un ácido carboxílico de cadena corta y un agente oxidante; pretratar la composición de cadena corta mixta con una columna de pretratamiento para retirar ion metálico de la composición mixta de cadena corta; hacer reaccionar la composición de cadena corta pretratada en presencia de un catalizador de reacción insoluble para producir una composición de ácido peroxycarboxílico de cadena corta; proporcionar una composición líquida de un ácido carboxílico de cadena media y un agente oxidante; pretratar la composición de la cadena media mixta con una columna de pretratamiento para retirar ion metálico de la composición mixta de cadena media; hacer reaccionar la composición de cadena media pretratada en presencia de un catalizador de reacción insoluble para producir una composición de ácido peroxycarboxílico medio; mezclar la composición de ácido peroxycarboxílico de cadena corta y la composición de ácido peroxycarboxílico de cadena media para producir una composición de ácido peroxycarboxílico mixto; medir un estado de la composición de cadena corta i) antes del pretratamiento y ii) en el sitio de pretratamiento durante el pretratamiento; determinar una diferencia entre i) y ii); y proporcionar una señal detectable si la diferencia entre i) y ii) alcanza o excede de un valor predeterminado; medir un estado de la composición mixta de cadena media iii) antes del pretratamiento y iv) en el sitio de pretratamiento durante el pretratamiento; determinar una diferencia entre iii) y iv); y proporcionar una señal detectable si la diferencia entre iii) y iv), o ambas diferencias alcanza o excede de un valor predeterminado.

- 55 La presente invención también incluye una composición de ácido peroxycarboxílico preparada mediante un método según la presente invención. El método puede incluir proporcionar una composición líquida de un ácido carboxílico y un agente oxidante; pretratar la composición líquida con una columna de pretratamiento para retirar ion metálico de la composición mixta; medir un estado de la composición líquida i) antes del pretratamiento y ii) en el sitio de pretratamiento durante el pretratamiento; determinar una diferencia entre i) y ii); proporcionar una señal detectable si la diferencia alcanza o excede de un valor predeterminado; hacer reaccionar la composición pretratada en presencia de un catalizador de reacción que se puede retirar físicamente de la mezcla de reacción para producir una



composición de ácido peroxicarboxílico; y recuperar la composición de ácido peroxicarboxílico.

La invención incluye una composición de ácido peroxicarboxílico preparada por un método según la invención. La composición puede incluir de alrededor de 1 a alrededor de 35% en peso de ácido peroxicarboxílico; de alrededor de 5 a alrededor de 30% en peso de peróxido de hidrógeno; y menos de alrededor de 10 ppb de metal. En una realización, la composición retiene el 85% del ácido peroxicarboxílico durante por lo menos alrededor de 13 días a 60°C (140°F). En una realización, la composición retiene el 95% del ácido peroxicarboxílico durante por lo menos alrededor de 7 días a 60°C (140°F). En una realización, la composición incluye de alrededor de 0,5 a alrededor de 35% en peso de ácido peroxicarboxílico de cadena corta. En una realización, la composición puede incluir de alrededor de 0,5 a alrededor de 20% en peso de ácido peroxicarboxílico de cadena media. En una realización, la composición puede incluir de alrededor de 0,5 a alrededor de 35% en peso de ácido peroxicarboxílico de cadena corta; y de alrededor de 0,5 a alrededor de 20% en peso de ácido peroxicarboxílico de cadena media. En una realización, la composición incluye ácido peroxicarboxílico y peróxido de hidrógeno en una relación de alrededor de 0,5:1 a alrededor de 7:1. En una realización, la composición incluye solo compuestos volátiles.

También se describe aquí un sistema. El sistema puede incluir un generador de ácido peroxicarboxílico que produce un concentrado de ácido peroxicarboxílico; un recipiente de composición de uso que almacena una composición de uso incluida de concentrado de ácido peroxicarboxílico diluido; y un controlador que recibe datos de concentración relativos a las concentraciones de ácido peroxicarboxílico y peróxido de hidrógeno en la composición de uso y gestiona la reposición de la composición de uso cuando estas concentraciones no satisfacen los criterios predeterminados.

El controlador puede comparar la concentración de ácido peroxicarboxílico con los criterios objetivo de POAA predeterminados y gestiona la adición de concentrado de ácido peroxicarboxílico a la composición de uso cuando los datos de concentración indican que la concentración de ácido peroxicarboxílico en la composición de uso es demasiado baja.

El controlador puede comparar la concentración de ácido peroxicarboxílico con los criterios objetivo de POAA predeterminados y gestiona la adición de diluyente a la composición de uso cuando los datos de concentración indican que la concentración de ácido peroxicarboxílico en la composición de uso es demasiado alta.

El controlador puede comparar la concentración de peróxido de hidrógeno con los criterios objetivo de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> predeterminados y gestiona el vaciado del recipiente de la composición de uso y la producción de una nueva composición de uso cuando los datos de concentración indican que la concentración de peróxido de hidrógeno en la composición de uso es demasiado alta.

El controlador puede comparar la concentración de ácido peroxicarboxílico a una concentración objetivo de POAA esperada y regula los parámetros de funcionamiento del generador de ácido peroxicarboxílico para afectar a la concentración de ácido peroxicarboxílico en la salida de concentrado de ácido peroxicarboxílico por el generador de ácido peroxicarboxílico.

La presente invención también incluye un método. El método puede incluir recibir datos de concentración relativos a las concentraciones de ácido peroxicarboxílico y peróxido de hidrógeno en una composición de uso; comparar la concentración de ácido peroxicarboxílico con los criterios objetivo de POAA predeterminados; y reponer automáticamente la composición de uso cuando la concentración de ácido peroxicarboxílico no satisface los criterios objetivo de POAA predeterminados.

En una realización de este método, reponer automáticamente la composición de uso también incluye añadir automáticamente ácido peroxicarboxílico concentrado a la composición de uso cuando los datos de concentración indican que la concentración de ácido peroxicarboxílico en la composición de uso es demasiado baja.

En una realización de este método, reponer automáticamente la composición de uso también incluye añadir automáticamente diluyente a la composición de uso cuando los datos de concentración indican que la concentración de ácido peroxicarboxílico en la composición de uso es demasiado alta.

En una realización de este método, reponer automáticamente la composición de uso también incluye vaciar automáticamente el recipiente de la composición de uso y producir una nueva composición de uso cuando los datos de concentración indican que la concentración de peróxido de hidrógeno en la composición de uso es demasiada alta.

En una realización el método incluye también comparar la concentración de ácido peroxicarboxílico con una concentración objetivo de POAA esperada y regular los parámetros de funcionamiento del generador de ácido peroxicarboxílico para afectar a la concentración de ácido peroxicarboxílico en la producción de concentrado de ácido peroxicarboxílico mediante un generador de ácido peroxicarboxílico.

#### **Ácidos carboxílicos, ácidos peroxicarboxílicos e ingredientes adicionales**

Los ácidos peroxicarboxílicos (o percarboxílicos) generalmente tienen la fórmula R(CO<sub>3</sub>H)<sub>n</sub>, en la que, por ejemplo,

R es un grupo alquilo, arilalquilo, cicloalquilo, aromático o heterocíclico, y n es uno, dos, o tres y se nombran añadiendo el prefijo peroxi al ácido original. El grupo R puede ser saturado o insaturado así como también sustituido o no sustituido. Las formas peroxi de ácidos carboxílicos con más de un resto carboxilato pueden tener uno o más de los restos carboxilo presentes como restos peroxicarboxilo.

- 5 Los métodos de la invención pueden emplear ácidos peroxicarboxílicos que contienen, por ejemplo, de 2 a 12 átomos de carbono. Por ejemplo, los ácidos peroxicarboxílicos (o percarboxílicos) pueden tener la fórmula  $R(\text{CO}_3\text{H})_n$ , en la que R es un grupo alquilo de  $\text{C}_1\text{-C}_{11}$ , un grupo cicloalquilo de  $\text{C}_1\text{-C}_{11}$ , un grupo arilalquilo de  $\text{C}_1\text{-C}_{11}$ , un grupo arilo de  $\text{C}_1\text{-C}_{11}$ , o un grupo heterocíclico de  $\text{C}_1\text{-C}_{11}$ ; y n es uno, dos o tres. Los métodos de la invención pueden emplear un ácido peroxicarboxílico de cadena media que contiene, por ejemplo, de 6 a 12 átomos de carbono. Por ejemplo, los ácidos peroxicarboxílicos (o percarboxílicos) de cadena media pueden tener la fórmula  $R(\text{CO}_3\text{H})_n$ , en la que R es un grupo alquilo de  $\text{C}_5\text{-C}_{11}$ , un grupo cicloalquilo de  $\text{C}_5\text{-C}_{11}$ , un grupo arilalquilo de  $\text{C}_5\text{-C}_{11}$ , grupo arilo de  $\text{C}_5\text{-C}_{11}$ , o un grupo heterocíclico de  $\text{C}_5\text{-C}_{11}$ ; y n es uno, dos o tres. Los métodos de la invención pueden emplear un ácido peroxicarboxílico de cadena corta que contiene, por ejemplo, de 1 a 4 átomos de carbono. Por ejemplo, los ácidos peroxicarboxílicos (o percarboxílicos) de cadena corta pueden tener la fórmula  $R(\text{CO}_3\text{H})_n$ , en la que R es H, un grupo alquilo de  $\text{C}_1\text{-C}_3$ , o un grupo cicloalquilo de  $\text{C}_3$  y n es uno o dos. La composición de ácido peroxicarboxílico mixto empleada en la presente invención puede incluir uno o más ácidos peroxicarboxílicos de cadena corta y uno o más ácidos peroxicarboxílicos de cadena media.

Los ácidos peroxicarboxílicos se pueden preparar por la acción directa de un agente oxidante en un ácido carboxílico, por autooxidación de aldehídos, o a partir de cloruros de ácido, e hidruros, o anhídridos carboxílicos con hidrógeno o peróxido de sodio. En una realización, el ácido percarboxílico se puede preparar mediante la acción directa de equilibrio catalizada por ácido de peróxido de hidrógeno sobre el ácido carboxílico. El esquema 1 ilustra un equilibrio entre el ácido carboxílico y el agente oxidante (Ox) en un lado y ácido peroxicarboxílico y agente oxidante reducido ( $\text{Ox}_{\text{red}}$ ) en el otro:



25 El esquema 2 ilustra una realización del equilibrio del esquema 1 en el que el agente oxidante es peróxido de hidrógeno en un lado y ácido peroxicarboxílico y agua en el otro:



En las composiciones convencionales de ácido peroxicarboxílico mixto se cree que la constante de equilibrio para la reacción ilustrada en el esquema 2 es alrededor de 2,7, que puede reflejar el equilibrio para ácido acético.

30 Los ácidos peroxicarboxílicos útiles en los métodos de la presente invención incluyen ácido peroxifórmico, peroxiacético, peroxipropionico, peroxibutanoico, peroxipentanoico, peroxihexanoico, peroxiheptanoico, peroxioctanoico, peroxinonanoico, peroxidecanoico, peroxiundecanoico, peroxidodecanoico, peroxilactico, peroximaléico, peroxiascórbito, peroxihidroxiacético, peroxioxálico, peroximalónico, peroxisuccínico, peroxiglutarico, peroxidípico, peroxipimélico, peroxisubrítrico o mezclas de los mismos. Los ácidos peroxicarboxílicos de cadena media útiles en las composiciones y métodos de la presente invención incluyen peroxipentanoico, peroxihexanoico, peroxiheptanoico, peroxioctanoico, peroxinonanoico, peroxidecanoico, peroxiundecanoico, ácido peroxidodecanoico, peroxiascórbito, peroxiadípico, peroxicitrico, peroxipimélico o peroxisubérico, mezclas de los mismos, o similares. Los ácidos peroxicarboxílicos de cadena corta útiles en las composiciones y métodos de la presente invención incluyen ácido peroxifórmico, peroxiacético, peroxipropiónico, peroxibutanoico, peroxioxálico, peroximalónico, peroxisuccínico, mezclas de los mismos, o similares. Las cadenas principales alquílicas de estos ácidos peroxicarboxílicos pueden ser cadena lineal, ramificada o una mezcla de las mismas. Las formas peroxi de ácidos carboxílicos con más de un resto carboxilato pueden tener uno o más (por ejemplo, por lo menos uno) de los restos carboxilo presentes como restos peroxicarboxilo.

45 En una realización, los métodos de la presente invención emplean ácido peroxiacético. El ácido peroxiacético (o peracético) es un ácido peroxicarboxílico que tiene la fórmula:  $\text{CH}_3\text{COOOH}$ . Generalmente, el ácido peroxiacético es un líquido que tiene un olor acre a concentraciones más altas y es soluble sin restricciones en agua, alcohol, éter y ácido sulfúrico. Se puede obtener una disolución al 50% de ácido peroxiacético combinando anhídrido acético, peróxido de hidrógeno y ácido sulfúrico.

50 El ácido peroxioctanoico (o peroctanoico) es un ácido peroxicarboxílico que tiene la fórmula, por ejemplo, de ácido n-peroxioctanoico:  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_6\text{COOOH}$ . El ácido peroxioctanoico puede ser un ácido con un resto alquilo de cadena lineal, un ácido con un resto alquilo ramificado o una mezcla de los mismos. El ácido peroxioctanoico es tensioactivo y puede ayudar a humedecer superficies hidrófobas, tales como las de un artrópodo.

55 En una realización, el método de la invención utiliza una combinación de varios ácidos peroxicarboxílicos diferentes. Tal combinación puede incluir uno o más ácidos peroxicarboxílicos de cadena corta, por ejemplo, de  $\text{C}_2\text{-C}_4$ , y uno o más ácidos peroxicarboxílicos de cadena media, por ejemplo, de  $\text{C}_7\text{-C}_9$ . Por ejemplo, el ácido peroxicarboxílico de cadena corta puede ser ácido peroxiacético y el ácido peroxicarboxílico de cadena media puede ser ácido peroxioctanoico. En una realización, los métodos de la presente invención emplean una composición que incluye ácido peroxioctanoico, ácido peroxinonanoico o ácido peroxiheptanoico, por ejemplo, ácido peroxioctanoico. En una

realización, el presente método emplea una composición que incluye ácido acético, ácido octanoico, ácido peroxiacético y ácido peroxioctanoico. Tal composición también puede incluir un agente quelante.

Las presentes composiciones y métodos pueden incluir un ácido peroxicarboxílico de cadena media. El ácido peroxicarboxílico de cadena media puede incluir o ser un ácido peroxicarboxílico de  $C_6$  a  $C_{12}$ . El ácido peroxicarboxílico de  $C_6$  a  $C_{12}$  puede incluir o ser ácido peroxihexanoico, ácido peroxiheptanoico, ácido peroxioctanoico, ácido peroxinonanoico, ácido peroxidecanoico, ácido peroxiundecanoico, ácido peroxidodecanoico o una mezcla de los mismos. El ácido peroxicarboxílico de cadena media puede incluir o ser un ácido peroxicarboxílico de  $C_7$  a  $C_{12}$ . El ácido peroxicarboxílico de  $C_7$  a  $C_{12}$  puede incluir o ser ácido peroxiheptanoico, ácido peroxioctanoico, ácido peroxinonanoico, ácido peroxidecanoico, ácido peroxiundecanoico, ácido peroxidodecanoico o mezcla de los mismos. El ácido peroxicarboxílico de cadena media puede incluir o ser un ácido peroxicarboxílico de  $C_6$  a  $C_{10}$ . El ácido peroxicarboxílico de  $C_6$  a  $C_{10}$  puede incluir o ser ácido peroxihexanoico, ácido peroxiheptanoico, ácido peroxioctanoico, ácido peroxinonanoico, ácido peroxidecanoico o una mezcla de los mismos. El ácido peroxicarboxílico de cadena media puede incluir o ser un ácido peroxicarboxílico de  $C_8$  a  $C_{10}$ . El ácido peroxicarboxílico de  $C_8$  a  $C_{10}$  puede incluir o ser ácido peroxioctanoico, ácido peroxinonanoico, ácido peroxidecanoico o una mezcla de los mismos. En ciertas realizaciones, el ácido peroxioctanoico de cadena media incluye o es ácido peroxioctanoico, ácido peroxidecanoico o una mezcla de los mismos. En ciertas realizaciones, el ácido peroxicarboxílico de cadena media incluye o es ácido peroxioctanoico.

La composición de la presente invención puede incluir un ácido carboxílico. Generalmente, los ácidos carboxílicos tienen la fórmula  $R-COOH$  en la que  $R$  puede representar cualquier número de grupos diferentes que incluyen grupos alifáticos, grupos alicíclicos, grupos aromáticos, grupos heterocíclicos, todos los cuales pueden ser saturados o insaturados así como también sustituidos o no sustituidos. Los ácidos carboxílicos pueden tener uno, dos, tres o más grupos carboxilo. La composición y los métodos de la invención pueden emplear ácidos carboxílicos que contienen tantos como 18 átomos de carbono.

Los ácidos carboxílicos apropiados incluyen aquellos que tienen uno o dos grupos carboxilo en los que el grupo  $R$  es una cadena de alquilo primario que tiene una longitud de  $C_2$  a  $C_{12}$ . La cadena de alquilo primario es la cadena de carbono de la molécula que tiene la mayor longitud de átomos de carbono y grupos funcionales carboxilo que se unen directamente. Por ejemplo, los ácidos carboxílicos pueden tener la fórmula  $R-COOH$  en la que  $R$  puede ser un grupo alquilo de  $C_1-C_{12}$ , grupo alquilo de  $C_1-C_{11}$ , un grupo cicloalquilo de  $C_1-C_{11}$ , un grupo arilalquilo de  $C_1-C_{12}$ , grupo arilo de  $C_1-C_{11}$ , o un grupo heterocíclico de  $C_1-C_{11}$ . Los métodos de la invención pueden emplear ácidos carboxílicos de cadena media que contienen, por ejemplo, de 6 a 12 átomos de carbono. Por ejemplo, los ácidos carboxílicos de cadena media pueden tener la fórmula  $R-COOH$  en la que  $R$  puede ser un grupo alquilo de  $C_5-C_{11}$ , un grupo cicloalquilo de  $C_5-C_{11}$ , un grupo arilalquilo de  $C_5-C_{11}$ , un grupo arilo de  $C_5-C_{11}$ , o un grupo heterocíclico de  $C_5-C_{11}$ . Por ejemplo, los ácidos carboxílicos de cadena corta pueden tener la fórmula  $R-COOH$  en la que  $R$  es  $H$ , un grupo alquilo de  $C_1-C_3$  o un cicloalquilo de  $C_3$  y  $n$  es uno o dos.

Los ácidos carboxílicos apropiados incluyen ácido fórmico, acético, propiónico, butanoico, pentanoico, hexanoico, heptanoico, octanoico, nonanoico, decanoico, undecanoico, dodecanoico, láctico, maleico, ascórbico, cítrico, hidroxiacético, neopentanoico, neoheptanoico, neodecanoico, oxálico, malónico, succínico, glutárico, adípico, pimélico, subérico, mezclas de los mismos, o similares. Los ácidos carboxílicos de cadena media apropiados incluyen ácidos pentanoico, hexanoico, heptanoico, octanoico, nonanoico, decanoico, undecanoico, dodecanoico, ascórbico, cítrico, adípico, pimélico, subérico, mezclas de los mismos, o similares. Los ácidos carboxílicos de cadena corta apropiados incluyen ácido fórmico, acético, propiónico, butanoico, hidroxiacético, oxálico, malónico, succínico, mezclas de los mismos, o similares. Las cadenas principales de alquilo de estos ácidos carboxílicos pueden ser de cadena lineal, ramificada o una mezcla de las mismas. Los ácidos carboxílicos que son generalmente útiles son aquellos que tienen uno o dos grupos carboxilo en los que el grupo  $R$  es una cadena de alquilo primario que tiene una longitud de  $C_4$  a  $C_{11}$ . La cadena de alquilo primario es la cadena de carbono de la molécula que tiene la mayor longitud de átomos de carbono y grupos funcionales carboxilo que se unen directamente.

En una realización, las presentes composiciones y métodos incluyen un ácido carboxílico de cadena media. El ácido carboxílico de cadena media puede incluir o ser un ácido carboxílico de  $C_6$  a  $C_{12}$ . El ácido carboxílico de  $C_6$  a  $C_{12}$  puede incluir o ser ácido hexanoico, ácido heptanoico, ácido octanoico, ácido nonanoico, ácido decanoico, ácido undecanoico, ácido dodecanoico o una mezcla de los mismos. El ácido carboxílico de cadena media puede incluir o ser un ácido carboxílico de  $C_7$  a  $C_{12}$ . El ácido carboxílico de  $C_7$  a  $C_{12}$  puede incluir o ser ácido heptanoico, ácido octanoico, ácido nonanoico, ácido decanoico, ácido undecanoico, ácido dodecanoico o una mezcla de los mismos. El ácido peroxicarboxílico de cadena media puede incluir o ser un ácido carboxílico de  $C_6$  a  $C_{10}$ . El ácido carboxílico de  $C_6$  a  $C_{10}$  puede incluir o ser ácido hexanoico, ácido heptanoico, ácido octanoico, ácido nonanoico, ácido decanoico o una mezcla de los mismos. El ácido carboxílico de cadena media puede incluir o ser un ácido carboxílico de  $C_8$  a  $C_{10}$ . El ácido carboxílico de  $C_8$  a  $C_{10}$  puede incluir o ser ácido octanoico, ácido nonanoico, ácido decanoico o una mezcla de los mismos. En ciertas realizaciones, el ácido carboxílico de cadena media incluye o es ácido octanoico, ácido decanoico o una mezcla de los mismos. En una realización, el ácido carboxílico de cadena media incluye o es ácido octanoico.

En una realización, las composiciones y métodos incluyen ácidos peroxicarboxílicos mixtos y los correspondientes ácidos carboxílicos mixtos.

En una realización, la presente composición incluye una cantidad de ácido peroxicarboxílico mixto efectivo para matar una o más (por ejemplo, por lo menos una) de las bacterias patógenas transmitidas por los alimentos asociadas con un producto alimenticio, tales como Salmonella typhimurium, Salmonella javiana, Campylobacter jejuni, Listeria monocytogenes, y Escherichia coli O157:H7, levaduras, moho y similares. En una realización, la presente composición incluye una cantidad de ácido peroxicarboxílico mixto eficaz para matar una o más (por ejemplo, por lo menos una) de las bacterias patógenas asociadas con superficies y entornos de atención médica, tales como Salmonella typhimurium, Staphylococcus aureus, Salmonella choleraesurus, Pseudomonas aeruginosa, Escherichia coli, micobacterias, levaduras, mohos y similares. Las composiciones y métodos de la presente invención tienen actividad contra una amplia variedad de microorganismos tales como bacterias Gram positivas (por ejemplo, Listeria monocytogenes o Staphylococcus aureus) y Gram negativas (por ejemplo, Escherichia coli o Pseudomonas aeruginosa), levaduras, mohos, esporas bacterianas, virus, etc. Las composiciones y métodos de la presente invención, como se describe anteriormente tienen actividad contra una amplia variedad de patógenos humanos. Las composiciones y métodos pueden matar una amplia variedad de microorganismos en una superficie de procesamiento de alimentos, en la superficie de un producto alimenticio, en agua usada para lavar o procesar productos alimenticios, en una superficie de atención médica o en un entorno de atención médica.

#### Vehículo

La composición preparada por un método de la invención también puede incluir un vehículo. El vehículo proporciona un medio que disuelve, suspende o lleva los otros componentes de la composición. Por ejemplo, el vehículo puede proporcionar un medio para solubilización, suspensión o producción de ácido peroxicarboxílico y para formar una mezcla de equilibrio. El vehículo también puede funcionar para administrar y humedecer la composición antimicrobiana de la invención sobre un objeto. Con este fin, el vehículo puede contener cualquier componente o componentes que puedan facilitar estas funciones.

Generalmente, el vehículo incluye principalmente agua que puede promover la solubilidad y funcionar como un medio para la reacción y el equilibrio. El vehículo puede incluir o ser principalmente un disolvente orgánico, tal como alcoholes alquílicos simples, por ejemplo, etanol, isopropanol, n-propanol y similares. Los polialcoholes son también vehículos útiles, que incluyen glicerol, sorbitol y similares.

Los vehículos apropiados incluyen éteres de glicol. Los éteres de glicol apropiados incluyen dietilenglicol-n-butil-éter, dietilenglicol-n-propil-éter, dietilenglicol-etil-éter, dietilenglicol-metil-éter, dietilenglicol-t-butil-éter, dipropilenglicol-n-butil-éter, dipropilenglicol-metil-éter, dipropilenglicol-etil-éter, dipropilenglicol-propil-éter, dipropilenglicol-tert-butil-éter, etilenglicol-butil-éter, etilenglicol-propil-éter, etilenglicol-etiléter, etilenglicol-metil-éter, acetato de etilenglicol-metil-éter, propilenglicol-n-butil-éter, propilenglicol-etil-éter, propilenglicol-metil-éter, propilenglicol-n-propil-éter, tripropilenglicol-metil-éter y tripropilenglicol-n-butil-éter, etilenglicol-fenil-éter (disponible comercialmente como DOWANOL EPH™ de Dow Chemical Co.), propilenglicol-fenil-éter (comercialmente disponible como DOWANOL PPH™ de Dow Chemical Co.) y similares, o mezclas de los mismos. Otros éteres de glicol comercialmente disponibles adicionales (todos disponibles en Union Carbide Corp.) incluyen Butoxyethyl PROPASOL™, Butyl CARBITOL™ acetate, Butyl CARBITOL™, Butyl CELLOSOLVE™ acetate, Butyl CELLOSOLVE™, Butyl DIPROPASOL™, Butyl PROPASOL™, CARBITOL™ PM-600, CARBITOL™ de baja gravedad, CELLOSOLVE™ acetato, CELLOSOLVE™, Ester EEP™, FILMER IBT™, Hexyl CARBITOL™, Hexyl CELLOSOLVE™, Methyl CARBITOL™, Methyl CELLOSOLVE™ acetate, Methyl CELLOSOLVE™, Methyl DIPROPASOL™, Acetato de Methyl PROPASOL™, Methyl PROPASOL™, Propyl CARBITOL™, Propyl CELLOSOLVE™, Propyl DIPROPASOL™ y Propyl PROPASOL™.

En general, el vehículo constituye una gran parte de la composición de la invención y puede ser el resto de la composición aparte de los componentes antimicrobianos activos, el solubilizante, el agente oxidante, los adyuvantes y similares. Aquí de nuevo, la concentración y el tipo de vehículo dependerán de la naturaleza de la composición como un todo, del almacenamiento ambiental y del método de aplicación que incluye la concentración del ácido peroxicarboxílico, entre otros factores. En particular, el vehículo se debe elegir y usar a una concentración que no inhiba la eficacia antimicrobiana del ácido peroxicarboxílico en la composición de la invención.

En ciertas realizaciones, la presente composición incluye de alrededor de 0 a alrededor de 98% en peso de vehículo, de alrededor de 0,001 a alrededor de 99,99% en peso de vehículo, de alrededor de 0,2 a alrededor de 60% en peso de vehículo, de alrededor de 1 a alrededor de 98% en peso de vehículo, de alrededor de 5 a alrededor de 99,99% en peso de vehículo, de alrededor de 5 a alrededor de 97% en peso de vehículo, de alrededor de 5 a alrededor de 90% en peso de vehículo, de alrededor de 5 a alrededor de 70% en peso de vehículo, de alrededor de 5 a alrededor de 20% en peso de vehículo, de alrededor de 10 a alrededor de 90% en peso de vehículo, de alrededor de 10 a alrededor de 80% en peso de vehículo, de alrededor de 10 a alrededor de 50% en peso de vehículo, de alrededor de 10 a alrededor de 20% en peso de vehículo, de alrededor de 15 a alrededor de 70% en peso de vehículo, de alrededor de 15 a alrededor de 80% en peso de vehículo, de alrededor de 20 a alrededor de 70% en peso de vehículo, de alrededor de 20 a alrededor de 50% en peso de vehículo, de alrededor de 20 a alrededor de 40% en peso de vehículo, de alrededor de 20 a alrededor de 30% en peso de vehículo, de alrededor de 30 a alrededor de 75% en peso de vehículo, de alrededor de 30 a alrededor de 70% en peso de vehículo, de alrededor de 40 a alrededor de 99,99% en peso de vehículo, de alrededor de 40 a alrededor de 90% en peso de vehículo, o de alrededor de 60 a alrededor de 70% en peso de vehículo. La composición puede incluir cualquiera de estos

intervalos o cantidades no modificadas por alrededor de.

Agente oxidante

Las composiciones y métodos de la invención pueden incluir cualquiera de una variedad de agentes oxidantes. El agente oxidante se puede usar para mantener o generar ácidos peroxicarboxílicos.

- 5 Los ejemplos de agentes oxidantes inorgánicos incluyen los siguientes tipos de compuestos o fuentes de estos compuestos, o sales de metales alcalinos que incluyen estos tipos de compuestos, o que forman un aducto con los mismos:

peróxido de hidrógeno;

agentes oxidantes del grupo 1 (IA), por ejemplo, peróxido de litio, peróxido de sodio y similares;

- 10 agentes oxidantes del grupo 2 (IIA), por ejemplo, peróxido de magnesio, peróxido de calcio, peróxido de estroncio, peróxido de bario y similares;

agentes oxidantes del grupo 12 (IIB), por ejemplo peróxido de cinc, y similares;

- 15 agentes oxidantes del grupo 13 (IIIA), por ejemplo compuestos de boro, tales como perboratos, por ejemplo, perborato de sodio hexahidrato de fórmula  $\text{Na}_2[\text{Br}_2(\text{O}_2)_2(\text{OH})_4] \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (también llamado perborato tetrahidrato de sodio y anteriormente escrito como  $\text{NaBO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ); sodio peroxiborato tetrahidrato de la fórmula  $\text{Na}_2\text{Br}_2(\text{O}_2)_2[(\text{OH})_4] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  (también llamado de perborato de sodio, y anteriormente escrito como  $\text{NaBO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ); peroxiborato de sodio de la fórmula  $\text{Na}_2[\text{B}_2(\text{O}_2)_2(\text{OH})_4]$  (también llamado perborato de sodio monohidrato y anteriormente escrito como  $\text{NaBO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ); y similares; en una realización, perborato;

- 20 agentes oxidantes del grupo 14 (IVA), por ejemplo, persilicatos y peroxicarbonatos, que también se denominan percarbonatos, tales como persilicatos o peroxicarbonatos de metales alcalinos; y similares; en una realización, percarbonato; en una realización, persilicato;

agentes oxidantes del grupo 15 (VA), por ejemplo ácido peroxinitroso y sus sales; ácidos peroxifosfóricos y sus sales, por ejemplo, perfosfatos; y similares; en una realización, perfosfato;

- 25 agentes oxidantes del grupo 16 (VIA), por ejemplo, ácidos peroxisulfúricos y sus sales, tales como peroximonosulfúrico y ácidos peroxidisulfúricos, y sus sales, tales como persulfatos, por ejemplo, persulfato de sodio; y similares; en una realización, persulfato;

agentes oxidantes del grupo VIIa tales como peryodato de sodio, perclorato de potasio y similares.

Otros compuestos oxigenados inorgánicos activos pueden incluir peróxidos de metales de transición; y otros compuestos de peróxígeno de este tipo, y mezclas de los mismos.

- 30 En una realización, las composiciones y métodos de la presente invención pueden emplear uno o más de los agentes oxidantes inorgánicos enumerados anteriormente. Los agentes oxidantes inorgánicos apropiados incluyen ozono, peróxido de hidrógeno, aducto de peróxido de hidrógeno, agente oxidante del grupo IIIA, agente oxidante del grupo VIA, agente oxidante del grupo VA, agente oxidante del grupo VIIA o mezclas de los mismos.

- 35 Los ejemplos apropiados de tales agentes oxidantes inorgánicos incluyen percarbonato, perborato, persulfato, perfosfato, persilicato o mezclas de los mismos.

- 40 El peróxido de hidrógeno presenta un ejemplo apropiado de un agente oxidante inorgánico. El peróxido de hidrógeno se puede proporcionar como una mezcla de peróxido de hidrógeno y agua, por ejemplo, como peróxido de hidrógeno líquido en una disolución acuosa. El peróxido de hidrógeno está disponible comercialmente a concentraciones del 35%, 70% y 90% en agua. Por seguridad, se usa comúnmente el del 35%. Las presentes composiciones pueden incluir, por ejemplo, de alrededor de 2 a alrededor de 30% en peso o de alrededor de 5 a alrededor de 20% en peso de peróxido de hidrógeno.

- 45 En una realización, el agente oxidante inorgánico incluye aducto de peróxido de hidrógeno. Por ejemplo, el agente oxidante inorgánico puede incluir peróxido de hidrógeno, aducto de peróxido de hidrógeno o mezclas de los mismos. Cualquiera de una variedad de aductos de peróxido de hidrógeno es apropiado para usar en las presentes composiciones y métodos. Por ejemplo, los aductos de peróxido de hidrógeno apropiados incluyen sal de percarbonato, peróxido de urea, borato de peracetilo, un aducto de  $\text{H}_2\text{O}_2$  y polivinilpirrolidona, percarbonato de sodio, percarbonato de potasio, mezclas de los mismos, o similares. Los aductos de peróxido de hidrógeno apropiados incluyen sal de percarbonato, peróxido de urea, borato de peracetilo, un aducto de  $\text{H}_2\text{O}_2$  y polivinilpirrolidona, o mezclas de los mismos. Los aductos apropiados de peróxido de hidrógeno incluyen percarbonato de sodio, percarbonato de potasio o mezclas de los mismos, por ejemplo, percarbonato de sodio.

- 50 En una realización, las presentes composiciones y métodos pueden incluir peróxido de hidrógeno como agente

oxidante. El peróxido de hidrógeno en combinación con el ácido percarboxílico puede proporcionar cierta acción antimicrobiana contra los microorganismos. Además, el peróxido de hidrógeno puede proporcionar una acción efervescente que puede irrigar cualquier superficie a la que se aplica. El peróxido de hidrógeno puede funcionar con una acción de lavado mecánico una vez aplicado que limpia aún más la superficie de un objeto. Una ventaja adicional del peróxido de hidrógeno es la compatibilidad alimentaria de esta composición con el uso y la descomposición.

En ciertas realizaciones, la presente composición incluye de alrededor de 0,001 a alrededor de 30% en peso de agente oxidante, de alrededor de 0,001 a alrededor de 10% en peso de agente oxidante, de 0,002 a alrededor de 10% en peso de agente oxidante, de alrededor de 2 a alrededor de 30% en peso de agente oxidante, de alrededor de 2 a alrededor de 25% en peso de agente oxidante, de alrededor de 2 a alrededor de 20% en peso de agente oxidante, de alrededor de 4 a alrededor de 20% en peso de agente oxidante, de alrededor de 5 a alrededor de 10% en peso de agente oxidante, o de alrededor de 6 a alrededor de 10% en peso de agente oxidante. La composición puede incluir cualquiera de estos intervalos o cantidades no modificadas por alrededor de.

### Ingredientes opcionales

15 Acidulante

La composición preparada por un método de la invención puede incluir un acidulante. El acidulante puede actuar como un catalizador para la conversión de ácido carboxílico en ácido peroxycarboxílico. El acidulante puede ser efectivo para formar una composición concentrada con un pH de alrededor de 1 o menos. El acidulante puede ser eficaz para formar una composición de uso con un pH de alrededor de 5, alrededor de 5 o menos, alrededor de 4, alrededor de 4 o menos, alrededor de 3, alrededor de 3 o menos, alrededor de 2, alrededor de 2 o menos, o similares. En una realización, el acidulante incluye un ácido inorgánico. Los ácidos inorgánicos apropiados incluyen ácido sulfúrico, ácido fosfórico, ácido nítrico, ácido clorhídrico, ácido metanosulfónico, ácido etanosulfónico, ácido propanosulfónico, ácido butanosulfónico, ácido xilenosulfónico, ácido bencenosulfónico, mezclas de los mismos, o similares.

25 En una realización, el acidulante incluye un ácido carboxílico con pKa menor de 4. Los ácidos carboxílicos apropiados con pKa menor de 4 incluyen ácido hidroxiacético, ácido hidroxipropiónico, otros ácidos hidroxycarboxílicos, mezclas de los mismos, o similares. Tal acidulante está presente a una concentración en la que no actúa como un solubilizante.

30 En ciertas realizaciones, la presente composición incluye de alrededor de 0,001 a alrededor de 50% en peso de acidulante, de alrededor de 0,001 a alrededor de 30% en peso de acidulante, de alrededor de 1 a alrededor de 50% en peso de acidulante, de alrededor de 1 a alrededor de 30% en peso de acidulante, de alrededor de 2 a alrededor de 40% en peso de acidulante, de alrededor de 2 a alrededor de 10% en peso de acidulante, de alrededor de 3 a alrededor de 40% en peso de acidulante, de alrededor de 5 a alrededor de 40% en peso de acidulante, de alrededor de 5 a alrededor de 25% en peso de acidulante, de alrededor de 10 a alrededor de 40% en peso de acidulante, de alrededor de 10 a alrededor de 30% en peso de acidulante, de alrededor de 15 a alrededor de 35% en peso de acidulante, de alrededor de 15 a alrededor de 30% en peso de acidulante, o de alrededor de 40 a alrededor de 60% en peso de acidulante. La composición puede incluir cualquiera de estos intervalos o cantidades no modificadas por alrededor de.

### Agente estabilizante

40 Uno o más agentes estabilizantes se pueden añadir a la composición preparada por un método de la invención, por ejemplo, para estabilizar el perácido y peróxido de hidrógeno y prevenir la oxidación prematura de este constituyente dentro de la composición de la invención.

Los agentes estabilizantes apropiados incluyen agentes quelantes o secuestrantes. Los secuestrantes apropiados incluyen compuestos quelantes orgánicos que secuestran iones metálicos en disolución, particularmente iones de metales de transición. Tales secuestrantes incluyen agentes complejantes de ácido orgánico amino- o hidroxipolifosfónico (en forma de ácido o de sal soluble), ácidos carboxílicos (por ejemplo, policarboxilato polimérico), ácidos hidroxycarboxílicos o ácidos aminocarboxílicos.

El secuestrante puede ser o incluir ácido fosfónico o sal de fosfonato. Los apropiados ácidos fosfónicos y sales de fosfonato incluyen ácido 1-hidroxietiliden-1,1-difosfónico ( $\text{CH}_3\text{C}(\text{PO}_3\text{H}_2)_2\text{OH}$ ) (HEDP); ácido etilendiaminatetrakismetileno-fosfónico (EDTMP); ácido dietilentriaminapentakismetileno-fosfónico (DTPMP); ácido ciclohexano-1,2-tetrametilenofosfónico; amino[tri(ácido metileno-fosfónico)]; (etilendiamina[ácido tetrametilenofosfónico]); ácido 2-fosfenobutano-1,2,4-tricarboxílico; o sales de los mismos, tales como las sales de metales alcalinos, sales de amonio o sales de alquilamina, tales como sales de mono-, di- o tetra-etanolamina; o mezclas de los mismos

55 Los fosfonatos orgánicos apropiados incluyen HEDP.

Los agentes quelantes aditivos alimentarios comercialmente disponible incluyen fosfonatos vendidos con el nombre

comercial DEQUEST® que incluyen, por ejemplo, ácido 1-hidroxietiliden-1,1-difosfónico, disponible de Monsanto Industrial Chemicals Co., St. Louis, MO, como DEQUEST® 2010; amino(tri(ácido metilfosfónico)), (N[CH<sub>2</sub>PO<sub>3</sub>H<sub>2</sub>]<sub>3</sub>), disponible de Monsanto como DEQUEST® 2000; etilendiamina[ácido tetra(metilfosfónico)] disponible de Monsanto como DEQUEST® 2041; y ácido 2-fosfonobutan-1,2,4-tricarboxílico disponible en Mobay Chemical Corporation, Inorganic Chemicals, Pittsburgh, PA, como Bayhibit AM.

El secuestrante puede ser o incluir secuestrante del tipo de ácido aminocarboxílico. Los secuestrantes de tipo ácido aminocarboxílico apropiados incluyen los ácidos o sales de metales alcalinos de los mismos, por ejemplo, aminoacetatos y sales de los mismos. Los aminocarboxilatos apropiados incluyen ácido N-hidroxietilaminodiacético; ácido hidroxietilendiaminotetraacético, ácido nitrilotriacético (NTA); ácido etilendiaminotetraacético (EDTA); ácido N-hidroxietil-etilendiaminotriacético (HEDTA); ácido dietilentriaminopentaacético (DTPA); y ácido alanina-N,N-diacético; y similares; y mezclas de los mismos.

El secuestrante puede ser o incluir un policarboxilato. Los policarboxilatos apropiados incluyen, por ejemplo, poli(ácido acrílico), copolímero maleico/olefínico, copolímero acrílico/maleico, ácido polimetacrílico, copolímeros de ácido acrílico-ácido metacrílico, poliacrilamida hidrolizada, polimetacrilamida hidrolizada, copolímeros de poliamida hidrolizada-metacrilamida, poliacrilonitrilo hidrolizado, polimetacrilonitrilo hidrolizado, copolímeros de acrilonitrilo hidrolizado - metacrilonitrilo, poli(ácido maleico), poli(ácido fumárico), copolímeros de ácido acrílico e itacónico, fosfinopolicarboxilato, formas ácidas o de sal de los mismos, mezclas de los mismos, y similares.

En ciertas realizaciones, la presente composición incluye de alrededor de 0,5 a alrededor de 50% en peso de secuestrante, de alrededor de 1 a alrededor de 50% en peso de secuestrante, de alrededor de 1 a alrededor de 30% en peso de secuestrante, de alrededor de 1 a alrededor de 15% en peso de secuestrante, de alrededor de 1 a alrededor de 5% en peso de secuestrante, de alrededor de 1 a alrededor de 4% en peso de secuestrante, de alrededor de 2 a alrededor de 10% en peso de secuestrante, de alrededor de 2 a alrededor de 5% en peso de secuestrante, o de alrededor de 5 a alrededor de 15% en peso de secuestrante. La composición puede incluir cualquiera de estos intervalos o cantidades no modificadas por alrededor de.

En ciertas realizaciones, la presente composición incluye de alrededor de 0,001 a alrededor de 50% en peso de agente estabilizante, de alrededor de 0,001 a alrededor de 5% en peso de agente estabilizante, de alrededor de 0,5 a alrededor de 50% en peso de agente estabilizante, de alrededor de 1 a alrededor de 50% en peso de agente estabilizante, de alrededor de 1 a alrededor de 30% en peso de agente estabilizante, de alrededor de 1 a alrededor de 10% en peso de agente estabilizante, de alrededor de 1 a alrededor de 5% en peso de agente estabilizante, de alrededor de 1 a alrededor de 3% en peso de agente estabilizante, de alrededor de 2 a alrededor de 10% en peso de agente estabilizante, de alrededor de 2 a alrededor de 5% en peso de agente estabilizante, o de alrededor de 5 a alrededor de 15% en peso de agente estabilizante. La composición puede incluir cualquiera de estos intervalos o cantidades no modificadas por alrededor de.

#### Tensioactivos

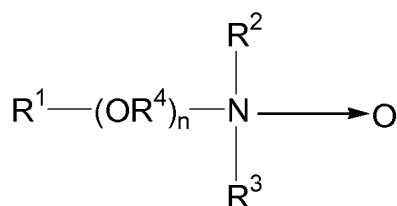
35 Tensioactivos no iónicos

Los tensioactivos no iónicos apropiados para uso como disolventes incluyen tensioactivos alcoxilados. Los tensioactivos alcoxilados apropiados incluyen copolímeros de EO/PO, copolímeros de EO/PO protegidos, alcoxilatos de alcoholes, alcoxilatos de alcoholes protegidos, mezclas de los mismos, o similares. Los tensioactivos alcoxilados apropiados para usar como disolventes incluyen copolímeros de bloques de EO / PO, tales como los tensioactivos Pluronic y Reverse Pluronic; alcoxilatos de alcohol, tales como Dehypon LS-54 (R-(EO)<sub>5</sub>(PO)<sub>4</sub>) y Dehypon LS-36 (R-(EO)<sub>3</sub>(PO)<sub>6</sub>); y alcoxilatos de alcohol protegidos, tales como Plurafac LF221 y Tegoten EC11; mezclas de los mismos, o similares. Cuando se emplea como disolvente, un tensioactivo, tal como un tensioactivo no iónico, puede estar en concentraciones más altas que las empleadas convencionalmente como tensioactivo.

#### Tensioactivos no iónicos semipolares

45 El tipo semipolar de agentes tensioactivos no iónicos es otra clase de tensioactivo no iónico útil en las composiciones de la invención. Los tensioactivos no iónicos semipolares incluyen los óxidos de amina, óxidos de fosfina, sulfóxidos y sus derivados alcoxilados.

Los óxidos de amina son óxidos de aminas terciarias que corresponden a la fórmula general:



50 en la que la flecha es una representación convencional de un enlace semipolar; y, R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> pueden ser alifáticos,

aromáticos, heterocíclicos, alicíclicos, o combinaciones de los mismos. En general, para los óxidos de amina de interés detergente, R<sup>1</sup> es un radical alquilo de alrededor de 8 a alrededor de 24 átomos de carbono; R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> son alquilo o hidroxialquilo de 1-3 átomos de carbono o una mezcla de los mismos; R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> pueden estar unidos entre sí, por ejemplo, por medio de un átomo de oxígeno o nitrógeno, para formar una estructura de anillo; R<sup>4</sup> es un grupo alquileo o hidroxialquileo que contiene de 2 a 3 átomos de carbono; y n varía de 0 a alrededor de 20. Se puede generar un óxido de amina a partir de la amina correspondiente y un agente oxidante, tal como peróxido de hidrógeno.

Los tensioactivos de óxido de amina solubles en agua útiles se seleccionan de los óxidos de octil-, decil-, dodecil-, isododecil-, coco-, o seboalquil-di-(alquil inferior)amina, los ejemplos específicos de los cuales son el óxido de octildimetilamina, óxido de nonildimetilamina, óxido de decildimetilamina, óxido de undecildimetilamina, óxido de dodecildimetilamina, óxido de iso-dodecildimetilamina, óxido de tridecildimetilamina, óxido de tetradecildimetilamina, óxido de pentadecildimetilamina, óxido de hexadecildimetilamina, óxido de heptadecildimetilamina, óxido de octadecildimetilamina, óxido de dodecildipropilamina, óxido de tetradecildipropilamina, óxido de hexadecildipropilamina, óxido de tetradecildibutilamina, óxido de octadecildibutilamina, óxido de bis(2-hidroxiethyl)dodecilamina, óxido de bis(2-hidroxiethyl)-3-dodecoxi-1-hidroxi-propilamina, óxido de dimetil-(2-hidroxi-dodecil)amina, óxido de 3,6,9-trioctadecildimetilamina y óxido de 3-dodecoxi-2-hidroxi-propildi-(2-hidroxiethyl)amina.

#### Tensioactivos aniónicos

La composición puede incluir un tensioactivo aniónico como solubilizante. Los tensioactivos aniónicos apropiados incluyen tensioactivo de sulfonato orgánico, tensioactivo de sulfato orgánico, tensioactivo de éster fosfato, tensioactivo carboxilato, mezclas de los mismos o similares. En una realización, el tensioactivo aniónico incluye alquilsulfonato, alquilarilsulfonato, difenilóxidodisulfonato alquilado, naftalenosulfonato alquilado, carboxilato de alcohol alcoxilato, sarcosinato, taurato, aminoácido de acilo, éster alcanoico, éster de fosfato, éster de ácido sulfúrico, sal o forma ácida de los mismos o una mezcla de los mismos. Las sales particulares se seleccionarán apropiadamente dependiendo de la formulación particular y las necesidades en la misma.

Los tensioactivos aniónicos apropiados incluyen ácidos sulfónicos (y sales), tales como isetionatos (por ejemplo, isetionatos de acilo), ácidos alquilarilsulfónicos y sus sales, alquilsulfonatos, y similares.

Los ejemplos de compuestos detergentes aniónicos solubles en agua sintéticos apropiados incluyen las sales de amonio y amonio sustituido (tal como mono-, di- y trietanolamina) y de metal alcalino (tal como sodio, litio y potasio) de (alquil-aromático mononuclear)sulfonato tales como alquibencenosulfonatos que contienen de alrededor de 5 a alrededor de 18 átomos de carbono en el grupo alquilo en una cadena lineal o ramificada, por ejemplo, las sales de alquibencenosulfonatos o de alquil(tolueno, xileno, cumeno y fenol)sulfonatos; alquilnaftalenosulfonato, diamilnaftalenosulfonato y dinonilnaftalenosulfonato y derivados alcoxilados o sus ácidos libres. Los sulfonatos apropiados incluyen olefinasulfonatos, tales como alquenosulfonatos de cadena larga, hidroxialcanosulfonatos de cadena larga o mezclas de alquenosulfonatos e hidroxialcanosulfonatos.

En ciertas realizaciones las presentes composiciones que incluyen un tensioactivo aniónico, tal como un sulfonato normal de C<sub>8</sub>, pueden ser composiciones sin espuma o bajas en espuma. Tales composiciones pueden ser ventajosas para aplicaciones tales como limpieza in situ, lavado de vajilla a máquina, decoloración e higienización, lavado de ropa sucia, decoloración e higienización, etc.

Para aplicaciones en las que es deseable la formación de espuma, se puede añadir un agente espumante como parte de la presente composición o por separado. En una oferta de dos etapas, un agente espumante se puede combinar con una dilución de la composición no espumada o de baja espuma para formar una disolución de uso de espuma. En una oferta de una sola etapa, el agente espumante se puede incorporar a la composición concentrada. Un agente espumante apropiado es el ácido LAS. El ácido LAS puede formar una microemulsión en las presentes composiciones. El ácido LAS puede formar un gel o líquido viscoelástico en las presentes composiciones.

Los tensioactivos aniónicos apropiados para su uso en las presentes composiciones incluyen alquiletersulfatos, alquilsulfatos, los alquilsulfatos lineales y ramificados, primarios y secundarios, alquiletoxisulfatos, oleilglicerolsulfatos grasos, alquifenol-óxido de etileno-etersulfatos, los acil de C<sub>5</sub>-C<sub>17</sub>-N-(alquil de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)- y -N-(hidroxialquil de C<sub>1</sub>-C<sub>2</sub>)glucamina-sulfatos, y sulfatos de alquilpolisacáridos tales como los sulfatos de alquilpoliglucósido, y similares. También se incluyen alquilsulfatos, alquilpoli(etilenoxi)étersulfatos y poli(etilenoxi)sulfatos aromáticos tales como los sulfatos o los productos de condensación de óxido de etileno y nonilfenol (que generalmente tienen de 1 a 6 grupos oxietileno por molécula).

Los tensioactivos aniónicos de carboxilato apropiados para su uso en las composiciones incluyen ácidos carboxílicos (y sales), tales como ácidos alcanoicos (y alcanosatos), ácidos estercarboxílicos (por ejemplo, alquilsuccinatos), ácidos étercarboxílicos, y similares. Tales carboxilatos incluyen tensioactivos alquiletoxicarboxilatos, alquilariletoxicarboxilatos, alquilpolietoxipolicarboxilatos y jabones (por ejemplo, alquilcarboxilos). Los carboxilatos secundarios útiles en las composiciones incluyen aquellos que contienen una unidad carboxilo conectada a un carbono secundario. El carbono secundario puede estar en una estructura de anillo, por ejemplo, como en el ácido

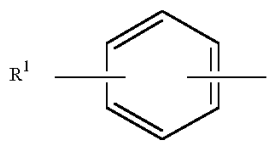


5 p-octilbenzoico, o como en ciclohexilcarboxilatos sustituidos con alquilo. Los tensioactivos de carboxilato secundarios típicamente no contienen enlaces éter, ni enlaces éster, ni grupos hidroxilo. Además, típicamente carecen de átomos de nitrógeno en el grupo de cabeza (porción anfifílica). Los tensioactivos secundarios de jabón apropiados contienen típicamente 11-13 átomos de carbono totales, aunque pueden estar presentes más átomos de carbono (por ejemplo, hasta 16). Los carboxilatos apropiados también incluyen acilaminoácidos (y sales), tales como acilglucamatos, acilpéptidos, sarcosinatos (por ejemplo, N-acilsarcosinatos), tauratos (por ejemplo, N-aciltauratos y amidas de ácido graso de metiltaurida) y similares.

Los tensioactivos aniónicos apropiados incluyen alquil- o alquilaril-etoxicarboxilatos de Fórmula 3:

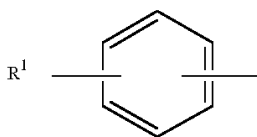


10 en la que R es un grupo alquilo de C<sub>8</sub> a C<sub>22</sub> o



15 en la que R<sup>1</sup> es un grupo alquilo de C<sub>4</sub>-C<sub>16</sub>; n es un número entero de 1-20; m es un número entero de 1-3; y X es un contraión, tal como hidrógeno, sodio, potasio, litio, amonio o una sal de amina tal como monoetanolamina, dietanolamina o trietanolamina. En una realización, en la Fórmula 3, n es un número entero de 4 a 10 y m es 1. En una realización, en la Fórmula 3, R es un grupo alquilo de C<sub>8</sub>-C<sub>16</sub>. En una realización, en la Fórmula 3, R es un grupo alquilo de C<sub>12</sub>-C<sub>14</sub>, n es 4 y m es 1.

En una realización, en la Fórmula 3, R es



y R<sup>1</sup> es un grupo alquilo de C<sub>6</sub>-C<sub>12</sub>. En una realización, en la Fórmula 3, R<sup>1</sup> es un grupo alquilo de C<sub>9</sub>, n es 10 y m es 1.

20 Tales alquil- y alquilaril-etoxicarboxilatos están disponibles comercialmente. Estos etoxicarboxilatos están disponibles típicamente como formas ácidas, que se pueden convertir fácilmente en la forma aniónica o de sal. Los carboxilatos comercialmente disponibles incluyen, Neodox 23-4, un ácido alquil de C<sub>12-13</sub>-polietoxi(4)carboxílico (Shell Chemical), y Emcol CNP-110, un ácido alquil de C<sub>9</sub>-arilpolietoxi(10)carboxílico (Witco Chemical). Los carboxilatos están también disponibles de Clariant, por ejemplo el producto Sandopan® DTC, un ácido alquil de C<sub>13</sub>-polietoxi(7)carboxílico.

#### Tensioactivos anfóteros

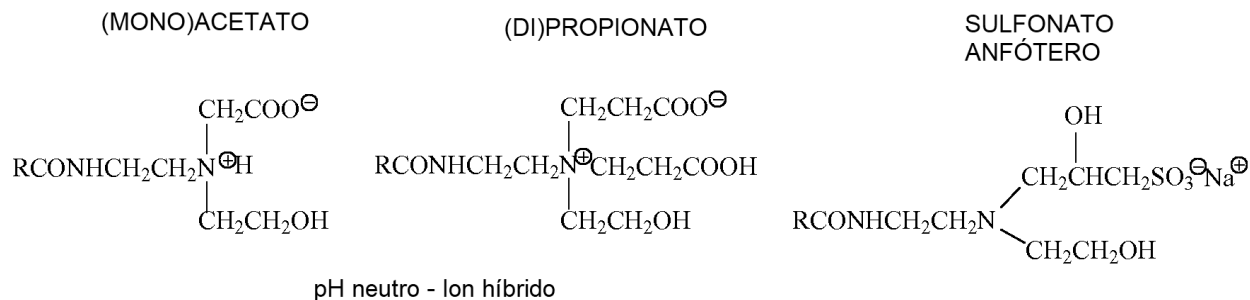
30 Los tensioactivos anfóteros o anfóliticos contienen un grupo hidrófilo tanto básico como ácido y un grupo hidrófobo orgánico. Estas entidades iónicas pueden ser cualquiera de los grupos aniónicos o catiónicos descritos aquí para otros tipos de tensioactivos. Un nitrógeno básico y un grupo carboxilato ácido son los grupos funcionales típicos empleados como grupos hidrófilos básicos y ácidos. En unos pocos tensioactivos, el sulfonato, sulfato, fosfonato o fosfato proporcionan la carga negativa.

35 Los tensioactivos anfóteros se pueden describir ampliamente como derivados de aminas alifáticas secundarias y terciarias, en las que el radical alifático puede ser de cadena lineal o ramificada y en las que uno de los sustituyentes alifáticos contiene de alrededor de 8 a 18 átomos de carbono y uno contiene un grupo aniónico solubilizante en agua, por ejemplo, carboxi, sulfo, sulfato, fosfato o fosfono. Los tensioactivos anfóteros se subdividen en dos clases principales conocidas por las personas expertas en la técnica y se describen en "Surfactant Encyclopedia" Cosmetics & Toiletries, vol. 104 (2) 69 - 71 (1989). La primera clase incluye derivados de acil/dialquiletilendiamina (por ejemplo, derivados de 2-alquilhidroxietilimidazolina) y sus sales. La segunda clase incluye N-alquilaminoácidos y sus sales. Se puede concebir que algunos tensioactivos anfóteros encajan en ambas clases.

40 Los tensioactivos anfóteros se pueden sintetizar mediante métodos conocidos por las personas expertas en la técnica. Por ejemplo, la 2-alquilhidroxietilimidazolina se sintetiza por condensación y cierre de anillo de un ácido carboxílico de cadena larga (o un derivado) con dialquiletilendiamina. Los tensioactivos anfóteros comerciales se derivatizan por hidrólisis y apertura posterior del anillo de imidazolina por alquilación, por ejemplo, con ácido cloroacético o acetato de etilo. Durante la alquilación, uno o dos grupos carboxialquilo reaccionan para formar una amina terciaria y un enlace éter con diferentes agentes alquilantes que producen diferentes aminas terciarias.

Los derivados de imidazol de cadena larga que tienen aplicación en la presente invención generalmente tienen la

fórmula general:



en la que R es un grupo hidrófobo acíclico que contiene de alrededor de 8 a 18 átomos de carbono y M es un catión para neutralizar la carga del anión, generalmente sodio. Los anfóteros derivados de imidazolina comercialmente prominentes que se pueden emplear en las presentes composiciones incluyen, por ejemplo: cocoanfopropionato, cocoanfocarboxipropionato, cocoanfoglicinato, cocoanfocarboxiglicinato, cocoanfopropilsulfonato y ácido cocoanfocarboxipropiónico. Los ácidos anfocarboxílicos se pueden producir a partir de imidazolininas grasas en las que la funcionalidad ácido dicarboxílico del ácido amfodicarboxílico es ácido diacético y/o ácido dipropiónico.

Los compuestos carboximetilados (glicinatos) descritos aquí anteriormente con frecuencia se denominan betaínas. Las betaínas son una clase especial de anfóteros discutidos aquí a continuación en la sección titulada Tensioactivos de ion híbrido.

Los ácidos de N-alquilamino de cadena larga se preparan fácilmente por reacción de aminas grasas RNH<sub>2</sub>, en la que R = alquilo de C<sub>8</sub>-C<sub>18</sub> de cadena lineal o ramificada, con ácidos carboxílicos halogenados. La alquilación de los grupos amino primarios de un aminoácido conduce a aminas secundarias y terciarias. Los sustituyentes alquilo pueden tener grupos amino adicionales que proporcionan más de un centro de nitrógeno reactivo. La mayoría de los ácidos de N-alquilamino comerciales son derivados alquílicos de beta-alanina o beta-N-(2-carboxietil)alanina. Los ejemplos de anfóteros de ácido de N-alquilamino comercial que tienen aplicación en esta invención incluyen dipropionatos de alquilbeta-amino, RN(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>COOM)<sub>2</sub> y RNHC<sub>2</sub>H<sub>4</sub>COOM. En una realización, R puede ser un grupo hidrófobo acíclico que contiene de alrededor de 8 a alrededor de 18 átomos de carbono, y M es un catión para neutralizar la carga del anión.

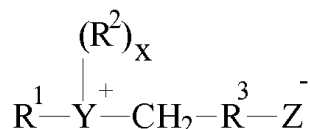
Los tensioactivos anfóteros apropiados incluyen los derivados de productos de coco tales como aceite de coco o ácido graso de coco. Los tensioactivos derivados de coco adicionales apropiados incluyen como parte de su estructura un resto de etilendiamina, un resto de alcanolamida, un resto de aminoácido, por ejemplo, glicina, o una combinación de los mismos; y un sustituyente alifático de alrededor de 8 a 18 (por ejemplo, 12) átomos de carbono. Tal tensioactivo también se puede considerar un ácido alquilanfodicarboxílico. Estos tensioactivos anfóteros pueden incluir estructuras químicas representadas como: alquilo de C<sub>12</sub>-C(O)-NH-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-N<sup>+</sup>(CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-CO<sub>2</sub>Na)<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-OH o alquilo de C<sub>12</sub>-C(O)-N(H)-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-N<sup>+</sup>(CH<sub>2</sub>-CO<sub>2</sub>Na)<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-OH. El cocoanfodipropionato de disodio es un tensioactivo anfótero apropiado y está disponible comercialmente con el nombre comercial Miranol™ FBS de Rhodia Inc., Cranbury, NJ. Otro tensioactivo anfótero derivado de coco apropiado con el nombre químico de cocoanfodiacetato de disodio se vende con el nombre comercial Mirataine™ JCHA, también de Rhodia Inc., Cranbury, NJ.

Una lista típica de clases anfóteras, y especies de estos tensioactivos, se da en la patente de EE.UU. No. 3.929.678 concedida a Laughlin y Heuring el 30 de diciembre de 1975. Se dan ejemplos adicionales en "Surface Active Agents and Detergents" (Vol. I y II by Schwartz, Perry and Berch).

### 35 Tensioactivos de ion híbrido

Los tensioactivos de ion híbrido se pueden considerar como un subconjunto de los tensioactivos anfóteros y pueden incluir una carga aniónica. Los tensioactivos de ion híbrido se pueden describir ampliamente como derivados de aminas secundarias y terciarias, derivados de aminas heterocíclicas secundarias y terciarias, o derivados de compuestos de amonio cuaternario, fosfonio cuaternario o sulfonio terciario. Típicamente, un tensioactivo de ion híbrido incluye un amonio cuaternario con carga positiva o, en algunos casos, un ion sulfonio o fosfonio; un grupo carboxilo cargado negativamente; y un grupo alquilo. Los iones híbridos generalmente contienen grupos catiónicos y aniónicos que se ionizan en un grado casi igual en la región isoelectrónica de la molécula y que pueden desarrollar una fuerte atracción de "sal interna" entre los centros de carga positiva-negativa. Los ejemplos de tales tensioactivos de ion híbrido sintéticos incluyen derivados de compuestos alifáticos de amonio, fosfonio y sulfonio cuaternario, en los que los radicales alifáticos pueden ser de cadena lineal o ramificada, y en los que uno de los sustituyentes alifáticos contiene de 8 a 18 átomos de carbono y uno contiene un grupo aniónico solubilizante en agua, por ejemplo, carboxi, sulfonato, sulfato, fosfato o fosfonato. Los tensioactivos de betaína y sultaína son tensioactivos de ion híbrido ejemplares para su uso aquí.

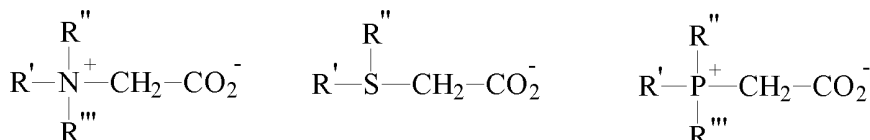
Una fórmula general para estos compuestos es:



en la que R<sup>1</sup> contiene un radical alquilo, alqueniilo, o hidroxialquilo de 8 a 18 átomos de carbono que tiene de 0 a 10 restos óxido de etileno y de 0 a 1 restos glicerilo; Y se selecciona del grupo que consiste en átomos de nitrógeno, fósforo y azufre; R<sup>2</sup> es un grupo alquilo o monohidroxialquilo que contiene de 1 a 3 átomos de carbono; X es 1 cuando Y es un átomo de azufre y 2 cuando Y es un átomo de nitrógeno o fósforo, R<sup>3</sup> es un alquilenilo o hidroxialquilenilo o hidroxialquilenilo de 1 a 4 átomos de carbono y Z es un radical seleccionado del grupo que consiste en grupos carboxilato, sulfonato, sulfato, fosfonato y fosfato.

Los ejemplos de tensioactivos de ion híbrido que tienen las estructuras enumeradas anteriormente incluyen: 4-[N,N-di(2-hidroxietil)-N-noctadecilamonio]-butano-1-carboxilato; 5-[S-3-hidroxipropil-S-hexadecilsulfonio]-3-hidroxipentano-1-sulfato; 3-[P,P-dietil-P-3,6,9-trioxatetracosanefosfonio]-2-hidroxipropano-1-fosfato; 3-[N,N-dipropil-N-3-dodecoxi-2-hidroxipropil-amonio]-propano-1-fosfonato; 3-(N,N-dimetil-N-hexadecilamonio)-propano-1-sulfonato; 3-(N,N-dimetil-N-hexadecilamonio)-2-hidroxipropano-1-sulfonato; 4-[N,N-di(2(2-hidroxietil)-N(2-hidroxidodecil)amonio)-butano-1-carboxilato; 3-[S-etil-S-(3-dodecoxi-2-hidroxipropil)sulfonio]-propano-1-fosfato; 3-[P,P-dimetil-P-dodecilsulfonio]-propano-1-fosfonato; y S[N,N-di(3-hidroxipropil)-N-hexadecilamonio]-2-hidroxipentano-1-sulfato. Los grupos alquilo contenidos en dichos tensioactivos detergentes pueden ser lineales o ramificados y saturados o insaturados.

El tensioactivo de ion híbrido apropiado para su uso en las presentes composiciones incluye una betaína de la estructura general:



Estas betaínas tensioactivas típicamente no exhiben fuertes caracteres catiónico o aniónico a pH extremos ni muestran solubilidad en agua reducida en su intervalo isoeléctrico. A diferencia de las sales de amonio cuaternario "externas", las betaínas son compatibles con aniónicos. Los ejemplos de betaínas apropiadas incluyen acilamidopropildimetilbetaína de coco; hexadecildimetilbetaína; acil de C<sub>12-14</sub>-amidopropilbetaína; acil de C<sub>8-14</sub>-amidohexildietilbetaína; 4-acil de C<sub>14-16</sub>-metilamidodietilamonio-1-carboxibutano; acil de C<sub>16-18</sub>-amidodimetilbetaína; acil de C<sub>12-16</sub>-amidopentanedietilbetaína; y acil de C<sub>12-16</sub>-metilamidodimetilbetaína.

Las sultaínas útiles en la presente invención incluyen aquellos compuestos que tienen la fórmula (R(R<sup>1</sup>)<sub>2</sub>N<sup>+</sup>R<sup>2</sup>SO<sub>3</sub><sup>-</sup>), en la que R es un grupo hidrocarbilo de C<sub>6</sub>-C<sub>18</sub>, cada R<sup>1</sup> es típica e independientemente alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub>, por ejemplo, metilo, y R<sup>2</sup> es un grupo hidrocarbilo de C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, por ejemplo, un grupo alquilenilo o hidroxialquilenilo de C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub>.

Una lista típica de clases de ion híbrido, y especies de estos tensioactivos, se da en la patente de EE.UU. No. 3.929.678 concedida a Laughlin y Heuring el 30 de diciembre de 1975. Se dan ejemplos adicionales en "Surface Active Agents and Detergents" (Vol. I y II by Schwartz, Perry and Berch).

En una realización, la composición de la presente invención incluye una betaína. Por ejemplo, la composición puede incluir cocoamidopropilbetaína.

#### Adyuvantes

La composición antimicrobiana preparada por un método de la invención también puede incluir cualquier número de adyuvantes. Específicamente, la composición de la invención puede incluir disolvente antimicrobiano, agente antimicrobiano, agente humectante, agente antiespumante, espesante, un tensioactivo, agente espumante, agente de solidificación, agente potenciador estético (es decir, colorante (por ejemplo, pigmento), aroma o perfume), agente estabilizante (por ejemplo, HEDP) entre cualquier número de constituyentes que se pueden agregar a la composición. Dichos adyuvantes se pueden preformular con la composición antimicrobiana de la invención o añadir al sistema simultáneamente, o incluso después, de la adición de la composición antimicrobiana. La composición de la invención también puede contener cualquier cantidad de otros constituyentes según lo requiera la aplicación, que son conocidos y que pueden facilitar la actividad de la presente invención. El (los) adyuvante (s) se puede (n) añadir a la presente composición de ácido carboxílico en el depósito de día, en una conducción o conducto después del catalizador de reacción, o en el aparato o sistema que usa la composición de ácido peroxycarboxílico.

#### Disolvente antimicrobiano

Cualquiera de una variedad de disolventes puede ser útil como disolventes antimicrobianos en las composiciones.

Se puede añadir disolvente antimicrobiano a las composiciones de uso antes del uso. Los disolventes antimicrobianos apropiados incluyen acetamidofenol; acetanilida; acetofenona; 2-acetil-1-metilpirrol; acetato de bencilo; alcohol bencílico; benzoato de bencilo; benciloxietanol; aceites esenciales (por ejemplo, benzaldehído, pinenos, terpineoles, terpinenos, carvona, cinnamaldehído, borneol y sus ésteres, citrales, ionenos, aceite de jazmín, limoneno, dipenteno, linalool y sus ésteres); diéster dicarboxilatos (por ejemplo, ésteres dibásicos) tales como adipato de dimetilo, succinato de dimetilo, glutarato de dimetilo (incluyendo los productos disponibles con las denominaciones comerciales DBE, DBE-3, DBE-4, DBE-5, DBE-6, DBE-9, DBE-IB) y DBE-ME de DuPont Nylon), malonato de dimetilo, adipato de dietilo, succinato de dietilo, glutarato de dietilo, succinato de dibutilo, y glutarato de dibutilo; sebacato de dimetilo, pimelato de dimetilo, suberato de dimetilo; carbonatos de dialquilo tales como carbonato de dimetilo, carbonato de dietilo, carbonato de dipropilo, carbonato de diisopropilo y carbonato de dibutilo; organonitrilos tales como acetonitrilo y benzonitrilo; y ésteres de ftalato tales como ftalato de dibutilo, ftalato de dietilhexilo y ftalato de dietilo. Se pueden usar mezclas de disolventes antimicrobianos si se desea.

El disolvente antimicrobiano se puede seleccionar en función de las características de la superficie y los microbios a los que se aplicará la composición antimicrobiana y de la naturaleza de cualquier revestimiento, suelo u otro material que se pondrá en contacto con la composición antimicrobiana y, opcionalmente, se retirará de la superficie. Los disolventes polares, y los disolventes que son capaces de formar enlaces de hidrógeno, generalmente funcionarán bien en una variedad de superficies y microbios y, de este modo, se pueden seleccionar para tales aplicaciones. En ciertas aplicaciones, el disolvente antimicrobiano se puede seleccionar para un alto punto de inflamación (por ejemplo, mayor de alrededor de 30°C, mayor de alrededor de 50°C o mayor de alrededor de 100°C), bajo olor y baja toxicidad humana y animal.

En una realización, el disolvente antimicrobiano es compatible como un aditivo o sustancia alimentaria indirecta o directa; especialmente aquellos descritos en el Code of Federal Regulations (CFR), Title 21 – Food and Drugs, partes 170 a 186. Las composiciones de la invención deben contener suficiente disolvente antimicrobiano para proporcionar el porcentaje y tipo de reducción microbiana deseados.

La presente composición puede incluir una cantidad efectiva de disolvente antimicrobiano, tal como de alrededor de 0,01% en peso a alrededor de 60% en peso de disolvente antimicrobiano, de alrededor de 0,05% en peso a alrededor de 15% en peso de disolvente antimicrobiano, o de alrededor de 0,08% en peso a alrededor de 5% en peso de disolvente antimicrobiano.

#### Agente antimicrobiano adicional

Las composiciones antimicrobianas preparadas por un método de la invención pueden contener un agente antimicrobiano adicional. Se puede añadir un agente antimicrobiano adicional a las composiciones de uso antes del uso. Los agentes antimicrobianos apropiados incluyen ésteres carboxílicos (por ejemplo, p-hidroxialquilbenzoatos y alquilcinnamatos), ácidos sulfónicos (por ejemplo, ácido dodecibencenosulfónico), compuestos de yodo o compuestos halogenados activos (por ejemplo, halógenos elementales, óxidos de halógeno (por ejemplo, NaOCl, HOCl, HOBr, ClO<sub>2</sub>), yodo, interhaluros (por ejemplo, monocloruro de yodo, dicloruro de yodo, tricloruro de yodo, tetracloruro de yodo, cloruro de bromo, monobromuro de yodo, o dibromuro de yodo), polihaluros, sales de hipoclorito, ácido hipocloroso, sales de hipobromito, ácido hipobromoso, cloro- y bromo-hidantoínas, dióxido de cloro y clorito de sodio), peróxidos orgánicos que incluyen peróxido de benzoilo, peróxidos de alquilbenzoilo, ozono, generadores de oxígeno singlete y mezclas de los mismos, derivados fenólicos (por ejemplo, o-fenilfenol, o-bencil-p-clorofenol, terc-amilfenol y alquil de C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>- hidroxibenzoatos), compuestos de amonio cuaternario (por ejemplo, cloruro de alquildimetilbencilamonio, cloruro de dialquildimetilamonio y mezclas de los mismos), y mezclas de tales agentes antimicrobianos, en una cantidad suficiente para proporcionar el grado deseado de protección microbiana.

En una realización, la presente composición puede incluir ácido peroxycarboxílico y/o peróxido de hidrógeno añadidos.

La presente composición puede incluir una cantidad efectiva de agente antimicrobiano, tal como de alrededor de 0,001% en peso a alrededor de 60% en peso de agente antimicrobiano, de alrededor de 0,01% en peso a alrededor de 15% en peso de agente antimicrobiano, o de alrededor de 0,08% en peso a alrededor de 2,5% en peso de agente antimicrobiano.

#### Hidrotropo

La composición empleada en los métodos de la invención también puede incluir un hidrotropo copulador o solubilizante. Tales materiales se pueden usar para asegurar que la composición permanezca en fase estable y en una sola forma acuosa altamente activa. Tales hidrotropos solubilizantes o copuladores se pueden usar en composiciones que mantienen la estabilidad de fase pero no dan como resultado una interacción composicional no deseada.

Las clases representativas de hidrotropos solubilizantes o agentes de copulación incluyen un tensioactivo aniónico tal como un alquilsulfato, un alquil- o alcano-sulfonato, un alquilbenceno lineal- o naftaleno-sulfonato, un alcanosulfonato secundario, alquiléter(sulfato o sulfonato), un alquil(fosfato o fosfonato), éster del ácido dialquilsulfosuccínico, ésteres de azúcar (por ejemplo, ésteres de sorbitán) y un alquil de C<sub>8</sub>-C<sub>10</sub>-glucósido.

Los agentes de copulación preferidos para uso en los métodos de la invención incluyen n-octanosulfonato y sulfonatos aromáticos tales como alquilarilsulfonato (por ejemplo, xilenosulfonato o naftalenosulfonato de sodio). Muchos solubilizantes hidrotropos exhiben independientemente cierto grado de actividad antimicrobiana a pH bajo. Tal acción aumenta la eficacia de la invención, pero no es un criterio primario usado en la selección de un agente solubilizante apropiado. Dado que la presencia del material de ácido peroxicarboxílico en el estado neutro protonado proporciona una actividad biocida o antimicrobiana beneficiosa, el agente de copulación se debe seleccionar no por su actividad antimicrobiana independiente sino por su capacidad para proporcionar una estabilidad efectiva de la composición de una sola fase en presencia de materiales de ácido peroxicarboxílico sustancialmente insoluble y las composiciones más solubles de la invención. En general, se puede usar cualquier cantidad de tensioactivos consistente con el propósito de este constituyente.

Los tensioactivos aniónicos útiles en la invención incluyen alquilcarboxilatos, (alquilbenceno lineal)-sulfonatos, parafinasulfonatos y (n-alcano secundario)sulfonatos, ésteres sulfosuccinato y alcoholes lineales sulfatados.

Los tensioactivos de ion híbrido o anfóteros útiles en la invención incluyen ácidos  $\theta$ -N-alquilaminopropiónicos, ácidos n-alquil- $\theta$ -iminodipropionicos, imidazolinacarboxilatos, n-alquil-betaínas, óxidos de amina, sulfobetaínas y sultaínas.

Los tensioactivos no iónicos útiles en el contexto de esta invención son generalmente compuestos de poliéter (también conocidos como poli(óxido de alquileo), polioxiálquileo o polialquilenglicol). Más particularmente, los compuestos de poliéter son generalmente compuestos de polioxipropileno o polioxietilenglicol. Típicamente, los tensioactivos útiles en el contexto de esta invención son copolímeros de bloques de polioxipropileno orgánico sintético (PO) - polioxietileno (EO). Estos tensioactivos tienen un polímero dibloque que incluye un bloque de EO y un bloque de PO, un bloque central de unidades de polioxipropileno (PO), y que tienen bloques de polioxietileno injertados en la unidad de polioxipropileno o un bloque central de EO con bloques de PO unidos. Además, este tensioactivo puede tener bloques adicionales de polioxietileno o polioxipropileno en la molécula. El peso molecular promedio de los tensioactivos útiles varía de alrededor de 1.000 a alrededor de 40.000 y el contenido en porcentaje en peso de óxido de etileno varía alrededor de 10-80% en peso.

También son útiles en el contexto de esta invención los tensioactivos que incluyen alcoxilatos de alcohol que tienen bloques de EO, PO y BO. Los alcoxilatos de alcohol alifático primario de cadena lineal pueden ser particularmente útiles como agentes laminadores. Tales alcoxilatos también están disponibles en varias fuentes, incluyendo BASF Wyandotte, donde se conocen como tensioactivos "Plurafac". Un grupo particular de alcoxilatos de alcohol que se encuentra que son útiles son aquellos que tienen la fórmula general  $R-(EO)_m-(PO)_n$  en la que m es un número entero alrededor de 2-10 y n es un número entero alrededor de 2-20. R puede ser cualquier radical apropiado, tal como un grupo alquilo de cadena lineal que tiene alrededor de 6-20 átomos de carbono.

Otros tensioactivos no iónicos útiles de la invención incluyen alcoxilatos de alcohol alifático protegidos. Estas protecciones de los extremos incluyen, pero no están limitadas a, metilo, etilo, propilo, butilo, bencilo y cloro. El alcohol alcoxilado útil incluye óxidos de etilendiaminaetileno, óxidos de etilendiaminapropileno, mezclas de los mismos y compuestos de etilendiamina EO-PO, incluyendo los vendidos con el nombre comercial Tetric. Preferentemente, tales tensioactivos tienen un peso molecular de alrededor de 400 a 10.000. La protección mejora la compatibilidad entre el peróxido de hidrógeno no iónico y el oxidante y el ácido peroxicarboxílico, cuando se formula en una sola composición. Otros tensioactivos no iónicos útiles son alquilpoliglicósidos.

Otro agente tensioactivo no iónico útil de la invención es un alcoxilato de ácido graso en el que el tensioactivo incluye un resto ácido graso con un grupo éster que incluye un bloque de EO, un bloque de PO o un bloque mixto o grupo hetero. Los pesos moleculares de tales tensioactivos varían de alrededor de 400 a alrededor de 10.000, un tensioactivo preferido tiene un contenido de EO de alrededor de 30 a 50% en peso y en el que el resto ácido graso contiene de alrededor de 8 a alrededor de 18 átomos de carbono.

De forma similar, también se ha encontrado que son útiles en la invención los alcoxilatos de alquilfenol. Tales tensioactivos se pueden preparar a partir de un resto alquilfenol que tiene un grupo alquilo con de 4 a alrededor de 18 átomos de carbono, puede contener un bloque de óxido de etileno, un bloque de óxido de propileno o un bloque mixto de óxido de etileno y óxido de propileno o resto de polímero hetero. Preferentemente, tales tensioactivos tienen un peso molecular de alrededor de 400 a alrededor de 10.000 y tienen de alrededor de 5 a alrededor de 20 unidades de óxido de etileno, óxido de propileno o mezclas de los mismos.

La concentración de hidrotropo útil en la presente invención generalmente varía de alrededor de 0,1% a alrededor de 20% en peso, preferentemente de alrededor de 0,5% a alrededor de 10% en peso, lo más preferentemente de alrededor de 1% a alrededor de 4% en peso.

#### Agentes humectantes o antiespumantes

También son útiles en la composición preparada por un método de la invención agentes humectantes y desespumantes. Los agentes humectantes funcionan para aumentar el contacto superficial o la actividad de penetración de la composición antimicrobiana de la invención. Los agentes humectantes que se pueden usar en la composición de la invención incluyen cualquiera de los constituyentes conocidos en la técnica para aumentar la actividad superficial de la composición de la invención.

En general, los desespumantes que se pueden usar según la invención incluyen sílice y siliconas; ácidos o ésteres alifáticos; alcoholes; sulfatos o sulfonatos; aminas o amidas; compuestos halogenados tales como fluoroclorohidrocarburos; aceites vegetales, ceras, aceites minerales y sus derivados sulfatados; jabones de ácidos grasos tales como jabones de metales alcalinos, alcalinotérreos; y fosfatos y ésteres fosfato tales como alquildifosfatos alcalinos, y tributilfosfatos, entre otros; y mezclas de los mismos.

En una realización, las presentes composiciones pueden incluir agentes antiespumantes o desespumantes que son de calidad de grado alimentario, dada la aplicación del método de la invención. Para este fin, uno de los agentes antiespumantes más efectivos incluye siliconas. Las siliconas como la dimetilsilicona, glicopolisiloxano, metilfenolpolisiloxano, trialquil- o tetralquil-silanos, desespumantes de sílice hidrófoba y mezclas de los mismos se pueden usar en aplicaciones de desespumado. Los desespumantes comerciales comúnmente disponibles incluyen siliconas como Ardefoam® de Armor Industrial Chemical Company, que es una silicona unida en una emulsión orgánica; Foam Kill® o Kresseo® disponibles de Krusable Chemical Company, que son desespumantes de tipo silicona y no silicona, así como ésteres de silicona; y Anti-Foam A® y DC-200 de Dow Corning Corporation, que son siliconas de tipo de grado alimentario, entre otras. Estos desespumantes pueden estar presentes en un intervalo de concentración de alrededor de 0,01% en peso a 5% en peso, de alrededor de 0,01% en peso a 2% en peso, o de alrededor de 0,01% en peso a alrededor de 1% en peso.

Agentes espesantes o gelificantes.

Las composiciones pueden incluir cualquiera de una variedad de espesantes conocidos. Los espesantes apropiados incluyen gomas naturales tales como goma de xantano, goma guar u otras gomas de mucílago de plantas; espesantes basados en polisacáridos, tales como alginatos, almidones y polímeros celulósicos (por ejemplo, carboximetilcelulosa); espesantes de poliacrilatos; y espesantes hidrocoloides, como la pectina. En una realización, el espesante no deja residuos contaminantes en la superficie de un objeto. Por ejemplo, los agentes espesantes o gelificantes pueden ser compatibles con alimentos u otros productos sensibles en áreas de contacto. En general, la concentración de espesante empleada en las presentes composiciones o métodos estará dictada por la viscosidad deseada dentro de la composición final. Sin embargo, como pauta general, la viscosidad del espesante dentro de la presente composición varía de alrededor de 0,1% en peso a alrededor de 1,5% en peso, de alrededor de 0,1% en peso a alrededor de 1,0% en peso, o de alrededor de 0,1% en peso a alrededor de 0,5% en peso.

Agente de blanqueo

La composición puede incluir un agente de blanqueo conocido, tal como un compuesto halogenado activo. Los agentes de blanqueo apropiados incluyen cualquiera de los agentes de blanqueo bien conocidos capaces de retirar manchas de sustratos como platos, cubiertos, ollas y sartenes, tejidos, encimeras, electrodomésticos, suelos, etc. sin dañar significativamente el sustrato. Una lista no limitante de blanqueadores incluye hipocloritos, cloruros, fosfatos clorados, cloroisocianatos, cloroaminas, etc.; y compuestos de peróxido tales como peróxido de hidrógeno, perboratos, percarbonatos, etc. Generalmente, si la aplicación requiere un agente activo sensible al color, generalmente se prefieren en general los blanqueadores tales como los compuestos de peróxido. Sin embargo, si la aplicación no requiere sensibilidad al color, se pueden usar blanqueantes halogenados.

Los agentes de blanqueo apropiados incluyen aquellos que liberan una especie halogenada activa tal como cloro, bromo, ion hipoclorito, iones hipobromuro, en condiciones que normalmente se encuentran en procedimientos de limpieza típicos. El compuesto halogenado activo puede ser, por ejemplo, una fuente de un halógeno elemental libre o -OX en el que X es Cl o Br, en condiciones normalmente usadas en procedimientos de limpieza de blanqueo con detergente. En una realización, el compuesto halogenado activo libera especies de cloro o bromo. En una realización, el compuesto halogenado activo libera cloro.

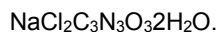
Los compuestos que liberan cloro incluyen dicloroisocianurato de potasio, dicloroisocianurato de sodio, fosfato de trisodio clorado, hipoclorito de calcio, hipoclorito de litio, monocloramina, dicloroamina, pentaisocianurato de [(monotricloro)-tetra(dicloromonopotasio)], paratoluenosulfondicloroamida, tricloromelamina, N-cloramelina, N-clorosuccinimida, N,N'-dicloroazodicarbonamida, N-cloroacetil-urea, N,N'-diclorobiuret, diciandiamida clorada, ácido triclorocianúrico, dicloroglicoluriol, 1,3-dicloro-5,5-dimetilhidantoína, 1-3-dicloro-5-etil-5-metilhidantoína, 1-cloro-3-bromo-5-etil-5-metilhidantoína, diclorohidantoína, tricloromelamina, sulfondicloroamida, ácido triclorocianúrico, sales o hidratos de los mismos, y mezclas de los mismos. En una realización, un compuesto que libera cloro incluye dicloroisocianurato de sodio. Un compuesto orgánico que libera cloro puede ser suficientemente soluble en agua para tener una constante de hidrólisis (K) de alrededor de  $10^{-4}$  o mayor.

También se pueden usar fuentes de cloro encapsuladas para mejorar la estabilidad de la fuente de cloro en la composición (véanse, por ejemplo, las Patentes de EE.UU. Nos. 4.618.914 y 4.830.773, cuyas descripciones se incorporan aquí como referencia).

Un agente de blanqueo también puede incluir un agente que contiene o actúa como una fuente de oxígeno activo. El compuesto de oxígeno activo actúa para proporcionar una fuente de oxígeno activo, por ejemplo, puede liberar oxígeno activo en disoluciones acuosas. Un compuesto de oxígeno activo puede ser inorgánico u orgánico, o puede ser una mezcla de los mismos. Algunos ejemplos de compuestos de oxígeno activo incluyen compuestos de

peroxígeno o aductos de compuestos de peroxígeno. Algunos ejemplos de compuestos o fuentes de oxígeno activo incluyen peróxido de hidrógeno, perboratos, carbonato de sodio peroxihidrato, fosfatos peroxihidratos, permonosulfato de potasio y perborato de sodio mono- y tetra-hidrato, con y sin activadores tales como tetraacetiletilendiamina, y similares.

- 5 En una realización el blanqueador es una sal de metal alcalino de un cloroisocianurato, un hidrato del mismo o una mezcla de los mismos. El dicloroisocianurato dihidrato, un compuesto apropiado que libera cloro está disponible comercialmente. Este compuesto puede estar representado por la fórmula:



- 10 La composición también puede incluir una cantidad efectiva de un activador de blanqueo conocido, tal como tetraacetiletilendiamina o un metal, tal como manganeso.

La composición puede incluir agente de blanqueo a alrededor de 0,5% a 20% en peso, de alrededor de 1 a 10% en peso, o de alrededor de 2 a 8% en peso de la composición. La composición puede incluir hasta alrededor de 10% en peso de agente de blanqueo, y en algunas realizaciones, de alrededor de 0,1 a alrededor de 6% en peso.

### Composiciones de uso

- 15 Las composiciones preparadas por un método de la invención incluyen composiciones de concentrado y composiciones de uso. Por ejemplo, una composición de concentrado se puede diluir, por ejemplo, con agua, para formar una composición de uso. En una realización, una composición de concentrado se puede diluir a una disolución de uso antes de la aplicación a un objeto. Por razones de economía, el concentrado se puede comercializar y un usuario final puede diluir el concentrado con agua o un diluyente acuoso hasta una disolución de uso.

- 20 El nivel de componentes activos en la composición de concentrado depende del factor de dilución deseado y de la actividad deseada del compuesto de ácido peroxicarboxílico. Generalmente, se usa una dilución de alrededor de 0,03 litros (1 onza fluida) en alrededor de 75,7 litros (20 galones) de agua a alrededor de 0,15 litros (5 onzas fluidas) a alrededor de 3,8 litros (1 galón) de agua para composiciones antimicrobianas acuosas. Más altas diluciones de uso se pueden emplear si se puede emplear una elevada temperatura de uso (mayor de 25°C) o tiempo de exposición prolongado (mayor de 30 segundos). En el lugar de uso típico, el concentrado se diluye con una proporción importante de agua usando agua de grifo o de servicio comúnmente disponible mezclando los materiales en una relación de dilución de alrededor de 3 a alrededor de 0,6 litros (20 onzas) de concentrado por 380 litros (100 galones) de agua.

- 30 Por ejemplo, una composición de uso puede incluir de alrededor de 0,01% a alrededor de 4% en peso de una composición concentrada y de alrededor de 96 a alrededor de 99,99% en peso de diluyente; de alrededor de 0,5 a alrededor de 4% en peso de una composición concentrada y de alrededor de 96 a alrededor de 99,5% en peso de diluyente; alrededor de 0,5, alrededor de 1, alrededor de 1,5, alrededor de 2, alrededor de 2,5, alrededor de 3, alrededor de 3,5 o alrededor de 4% en peso de una composición concentrada; de alrededor de 0,01 a alrededor de 0,1% en peso de una composición concentrada; o alrededor de 0,01, alrededor de 0,02, alrededor de 0,03, alrededor de 0,04, alrededor de 0,05, alrededor de 0,06, alrededor de 0,07, alrededor de 0,08, alrededor de 0,09 o alrededor de 0,1% en peso de una composición concentrada. Las cantidades de un ingrediente en una composición de uso se pueden calcular a partir de las cantidades enumeradas anteriormente para las composiciones concentradas y estos factores de dilución.

- 40 Los presentes métodos pueden emplear ácido peroxicarboxílico a una concentración efectiva para reducir la población de uno o más microorganismos. Tales concentraciones efectivas incluyen de alrededor de 2 a alrededor de 500 ppm de ácido peroxicarboxílico de cadena media, de alrededor de 2 a alrededor de 300 ppm de ácido peroxicarboxílico, de alrededor de 5 a alrededor de 100 ppm de ácido peroxicarboxílico, de alrededor de 5 a alrededor de 60 ppm de ácido peroxicarboxílico, de alrededor de 5 a alrededor de 45 ppm de ácido peroxicarboxílico, de alrededor de 5 a alrededor de 35 ppm de ácido peroxicarboxílico, de alrededor de 5 a alrededor de 25 ppm de ácido peroxicarboxílico, de alrededor de 8 a alrededor de 50 ppm de ácido peroxicarboxílico, de alrededor de 10 a alrededor de 500 ppm de ácido peroxicarboxílico, de alrededor de 10 a alrededor de 50 ppm de ácido peroxicarboxílico, de alrededor de 40 a alrededor de 140 ppm ácido peroxicarboxílico, de alrededor de 100 a alrededor de 250 ppm de ácido peroxicarboxílico, o de alrededor de 200 a alrededor de 300 ppm de ácido peroxicarboxílico. En una realización, la composición de uso puede incluir de alrededor de 2 a alrededor de 500 ppm de ácido peroxicarboxílico, de alrededor de 5 a alrededor de 2.000 ppm de ácido carboxílico, de alrededor de 95 a alrededor de 99,99% en peso de vehículo y/o diluyente (por ejemplo, agua); y de alrededor de 2 a alrededor de 23.000 ppm de poli(óxido de alquileno), poli(óxido de alquileno) protegido, tensioactivo alcoxilado, tensioactivo aniónico o una mezcla de los mismos.

- 55 El nivel de especies reactivas, tales como ácidos peroxicarboxílicos y/o peróxido de hidrógeno, en una composición de uso puede ser afectado, típicamente disminuido, por la materia orgánica que se encuentra en o se añade a la composición de uso. Por ejemplo, cuando la composición de uso es un baño o aerosol usado para lavar un objeto, la suciedad sobre el objeto puede consumir peroxiacido y peróxido. De este modo, las cantidades de ingredientes en las composiciones de uso se refieren a la composición antes o al principio del uso, entendiendo que las cantidades

disminuirán a medida que se añada materia orgánica a la composición de uso.

En una realización, la presente composición de uso se puede hacer más ácida haciendo pasar el concentrado a través de una columna acidificante, o añadiendo acidulante adicional a la composición de uso.

Otras composiciones de fluido

5 Los presentes métodos y composiciones pueden incluir un fluido crítico, casi crítico o supercrítico (densificado) y un agente antimicrobiano o una composición gaseosa de un agente antimicrobiano. El fluido densificado puede ser un fluido casi crítico, crítico, supercrítico u otro tipo de fluido con propiedades de un fluido supercrítico. Los fluidos apropiados para la densificación incluyen dióxido de carbono, óxido nitroso, amoníaco, xenón, criptón, metano, etano, etileno, propano, ciertos fluoroalcanos (por ejemplo, clorotrifluorometano y monofluorometano) y similares, o mezclas de los mismos. Los fluidos apropiados incluyen dióxido de carbono.

10 En una realización, las presentes composiciones o métodos incluyen dióxido de carbono densificado, ácido peroxicarboxílico y ácido carboxílico. Tal composición se puede denominar una composición de ácido peroxicarboxílico fluido densificado. En otra realización, la composición antimicrobiana incluye el fluido, un agente antimicrobiano y cualquiera de los ingredientes opcionales o añadidos, pero está en forma de un gas.

15 Las composiciones antimicrobianas de fluido densificado se pueden aplicar mediante cualquiera de varios métodos conocidos por las personas de experiencia en la técnica. Tales métodos incluyen descargar en un objeto un recipiente que contiene fluido densificado y agente antimicrobiano. La fase acuosa, que incluye peróxido de hidrógeno, se retiene ventajosamente en el dispositivo. El gas descargado incluye una cantidad efectiva de agente antimicrobiano que hace que las composiciones fluidas densificadas de ácido peroxicarboxílico sean efectivos agentes antimicrobianos.

20 Debido a la naturaleza de alta presión de las composiciones fluidas densificadas de la invención, estas composiciones se aplican típicamente al descargar un recipiente que contiene la composición a través de un dispositivo de alivio de presión que está diseñado para promover una cobertura eficiente rápida de un objeto. Los dispositivos que incluyen tal dispositivo de alivio de presión incluyen pulverizadores, nebulizadores, espumadores, aplicadores de almohadilla de espuma, aplicadores de cepillo o cualquier otro dispositivo que pueda permitir la expansión de los materiales fluidos desde alta presión a presión ambiental mientras se aplica el material a un objeto. La composición de ácido peroxicarboxílico fluido densificado también se puede aplicar a un objeto por cualquiera de una variedad de métodos conocidos para aplicar agentes gaseosos a un objeto.

25 Las composiciones antimicrobianas fluidas densificadas se pueden preparar haciendo reaccionar un sustrato oxidable con un agente oxidante en un medio que comprende un fluido densificado para formar una composición antimicrobiana. Esta reacción se lleva a cabo típicamente en un recipiente apropiado para contener un fluido densificado. La reacción puede incluir la adición al recipiente del sustrato oxidable y del agente oxidante, y la adición de fluido al recipiente para formar el fluido densificado. En una realización, la reacción es entre un ácido carboxílico y peróxido de hidrógeno para formar el ácido peroxicarboxílico correspondiente. El peróxido de hidrógeno se suministra comúnmente en forma de una disolución acuosa de peróxido de hidrógeno.

30 Los fluidos supercríticos, subcríticos, casi supercríticos y otros fluidos densos y disolventes que se pueden emplear con tales fluidos se describen en la Patente de EE.UU. No. 5.306.350, expedida el 26 de abril de 1994 a Hoy et al., que se incorpora aquí como referencia para tal descripción. Las formas supercríticas y otras formas densas de dióxido de carbono y codisolventes, cotensioactivos y otros aditivos que se pueden emplear con estas formas de dióxido de carbono se describen en la Patente de EE.UU. No. 5.866.005, expedida el 2 de febrero de 1999 a DeSimone et al., que se incorpora aquí como referencia para tal descripción.

### Métodos que emplean las composiciones de ácido peroxicarboxílico

35 Aquí se describen métodos que emplean las presentes composiciones de ácido peroxicarboxílico. Típicamente, estos métodos emplean la actividad antimicrobiana o blanqueadora del ácido peroxicarboxílico. Por ejemplo, la invención incluye un método para reducir una población microbiana, un método para reducir la población de un microorganismo en la piel, un método para tratar una enfermedad de la piel, un método para reducir un olor o un método para blanquear. Estos métodos pueden operar en un objeto, superficie, en un cuerpo o corriente de agua o un gas, o similares, poniendo en contacto el objeto, la superficie, el cuerpo o la corriente con una composición estabilizada de éster de ácido peroxicarboxílico de la invención. El contacto puede incluir cualquiera de los numerosos métodos para aplicar una composición, tal como pulverizar la composición, sumergir el objeto en la composición, tratar con espuma o gel el objeto con la composición, o una combinación de los mismos.

40 Las composiciones preparadas por un método de la invención se pueden usar para una variedad de aplicaciones domésticas o industriales, por ejemplo, para reducir poblaciones microbianas o virales en una superficie o un objeto o en un cuerpo o corriente de agua. Las composiciones se pueden aplicar en una variedad de áreas que incluyen cocinas, baños, fábricas, hospitales, consultorios dentales y plantas de alimentos, y se pueden aplicar a una variedad de superficies duras o blandas que tienen una topografía lisa, irregular o porosa. Las superficies duras apropiadas incluyen, por ejemplo, superficies arquitectónicas (por ejemplo, suelos, paredes, ventanas, fregaderos,



- mesas, mostradores y letreros); utensilios de comida; instrumentos y dispositivos médicos o quirúrgicos de superficie dura; y envases de superficie dura. Tales superficies duras pueden estar hechas de una variedad de materiales que incluyen, por ejemplo, cerámica, metal, vidrio, madera o plástico duro. Las superficies blandas apropiadas incluyen, por ejemplo, papel; medios filtrantes, ropa de cama y prendas de hospital y quirúrgicas; instrumentos y dispositivos médicos o quirúrgicos de superficie blanda; y envases de superficie blanda. Tales superficies blandas pueden estar hechas de una variedad de materiales que incluyen, por ejemplo, papel, fibra, tela tejida o no tejida, plásticos blandos y elastómeros. Las composiciones de la invención también se pueden aplicar a superficies blandas tales como alimentos y piel (por ejemplo, una mano). Las presentes composiciones se pueden emplear como un higienizante o desinfectante ambiental espumante o no espumante.
- Las composiciones antimicrobianas preparadas por un método de la invención se pueden incluir en productos tales como esterilizantes, higienizantes, desinfectantes, conservantes, desodorantes, antisépticos, fungicidas, germicidas, esporicidas, virucidas, detergentes, blanqueadores, limpiadores de superficies duras, jabones de mano, desinfectantes de manos sin agua, y ropas de quirófano previa o posteriores a la cirugía.
- Las composiciones antimicrobianas también se pueden usar en productos veterinarios tales como tratamientos de la piel de mamíferos o en productos para higienizar o desinfectar recintos de animales, corrales, estaciones de bebida, y áreas de tratamiento veterinario, tales como mesas de inspección y salas de operación. Las presentes composiciones se pueden emplear en un baño de pies antimicrobiano para ganado o personas.
- Las composiciones se pueden emplear para reducir la población de microorganismos patógenos, tales como patógenos de seres humanos, animales y similares. Las composiciones pueden exhibir actividad contra patógenos que incluyen hongos, mohos, bacterias, esporas y virus, por ejemplo, *S. aureus*, *E. coli*, estreptococos, Legionella, Pseudomonas aeruginosa, micobacterias, tuberculosis, fagos o similares. Tales patógenos pueden provocar una variedad de enfermedades y trastornos, que incluyen mastitis u otras enfermedades de ordeño de mamíferos, tuberculosis y similares. Las composiciones de la presente invención pueden reducir la población de microorganismos en la piel u otras superficies externas o mucosas de un animal. Además, las presentes composiciones pueden matar microorganismos patógenos que se propagan mediante transferencia por agua, aire o un sustrato de superficie. La composición solo se necesita aplicar a la piel, u otras superficies externas o de mucosas de un animal, agua, aire o superficie de un animal.
- Las composiciones antimicrobianas también se pueden usar en alimentos y especies vegetales para reducir las poblaciones microbianas superficiales; usar en los sitios de fabricación o procesado de tales alimentos y especies vegetales; o usar para tratar aguas de proceso alrededor de tales sitios. Por ejemplo, las composiciones se pueden usar en líneas de transporte de alimentos (por ejemplo, como aerosoles de cinta); tolva y bandejas profundas de lavado a mano; instalaciones de almacenamiento de alimentos; sistemas de circulación de aire anti deterioro; equipo de refrigeración y enfriamiento; enfriadores y calentadores de bebidas, escaldadoras, tablas de cortar, áreas de tercer fregadero y enfriadores de carne o dispositivos de escaldado. Las composiciones de la invención se pueden usar para tratar aguas de transporte de productos tales como las que se encuentran en canales, transportes por tuberías, cortadoras, rebanadoras, escaldadoras, sistemas de retorta, arandelas y similares. Los productos alimenticios particulares que se pueden tratar con las composiciones de la invención incluyen huevos, carnes, semillas, hojas, frutas y verduras. Las superficies particulares de las plantas incluyen hojas, raíces, semillas, pieles o cáscaras, tallos, tubérculos, cormos, frutas y similares tanto cosechadas como en crecimiento. Las composiciones también se pueden usar para tratar animales en canal para reducir los niveles microbianos tanto patógenos como no patógenos.
- La composición es útil en la limpieza o higienización de contenedores, instalaciones de procesado o equipo en el servicio de alimentos o industrias de procesado de alimentos. Las composiciones antimicrobianas tienen un valor particular para uso en materiales y equipo de envasado de alimentos, y especialmente para envasado aséptico frío o caliente. Los ejemplos de instalaciones de procesado en las que se puede emplear la composición de la invención incluyen una línea de leche de vaquería, un sistema de elaboración continua, líneas de procesado de alimentos tales como sistemas de alimentos bombeables y líneas de bebidas, etc. Los artículos de servicio de alimentos se pueden desinfectar con la composición de la invención. Por ejemplo, las composiciones también se pueden usar en máquinas de lavado de utensilios, lavavajillas, lavadoras de botellas, enfriadores de botellas, calentadores, lavadoras de tercer fregadero, áreas de corte (por ejemplo, cuchillos de agua, cortadoras, cortadoras y sierras) y lavadoras de huevos. Las superficies tratables particulares incluyen envases tales como cajas de cartón, botellas, películas y resinas; material de cocina tales como vasos, platos, utensilios, ollas y sartenes; máquinas de lavado de cerámica; superficies expuestas del área de preparación de alimentos tales como fregaderos, mostradores, mesas, suelos y paredes; equipos de procesado tales como depósitos, cubas, conducciones, bombas y mangueras (por ejemplo, equipos de procesado de lácteos para procesar leche, queso, helado y otros productos lácteos); y vehículos de transporte. Los recipientes incluyen botellas de vidrio, sacos de película de poliolefina o PVC, latas, botellas de poliéster, PEN o PET de varios volúmenes (de 100 ml a 2 litros, etc.), envases de leche de un galón, envases de zumo o leche de cartón, etc.
- Las composiciones antimicrobianas también se pueden usar sobre o en otros equipos industriales y en otras corrientes de proceso industrial tales como calentadores, torres de refrigeración, calderas, aguas de retorta, aguas de aclarado, aguas de lavado de envasado aséptico, y similares. Las composiciones se pueden usar para tratar

microbios y olores en aguas recreativas tales como piscinas, spas, canales recreativos y toboganes acuáticos, fuentes y similares.

Un filtro que contiene la composición puede reducir la población de microorganismos en aire y líquidos. Tal filtro puede retirar patógenos que se desarrollan en agua y aire, tales como Legionella.

- 5 Las composiciones se pueden emplear para reducir la población de microbios, moscas de la fruta u otras larvas de insectos en un desagüe u otra superficie.

La composición también se puede emplear sumergiendo el equipo de procesado de alimentos en la disolución de uso, empapando el equipo durante un tiempo suficiente para higienizar el equipo, y limpiando o drenando el exceso de disolución fuera del equipo. La composición se puede emplear adicionalmente pulverizando o limpiando las superficies de procesado de alimentos con la disolución de uso, manteniendo las superficies húmedas durante un tiempo suficiente para higienizar las superficies y retirando el exceso de disolución limpiando, drenando verticalmente, pasando la aspiradora, etc.

10

La composición preparada por un método de la invención también se puede usar en un método de higienización de superficies duras tales como equipo de tipo institucional, utensilios, platos, equipo o herramientas para el cuidado de la salud, y otras superficies duras. La composición también se puede emplear para higienizar artículos de ropa o tejidos que se han contaminado. La disolución de uso se pone en contacto con cualquiera de las superficies o elementos contaminados anteriores a temperaturas de uso en el intervalo de alrededor de 4°C a 60°C, durante un período de tiempo efectivo para higienizar, desinfectar o esterilizar la superficie o elemento. Por ejemplo, la composición de concentrado se puede inyectar en el agua de lavado o aclarado de una lavadora y poner en contacto con tejido contaminado durante un tiempo suficiente para desinfectar el tejido. El exceso de disolución se puede retirar a continuación aclarando o centrifugando el tejido.

15

20

Las composiciones antimicrobianas se pueden aplicar a microbios o a superficies sucias o limpias usando una variedad de métodos. Estos métodos pueden operar en un objeto, superficie, en un cuerpo o corriente de agua o un gas, o similares, poniendo en contacto el objeto, la superficie, el cuerpo o la corriente con una composición de la invención. El contacto puede incluir cualquiera de los numerosos métodos para aplicar una composición, tal como pulverizar la composición, sumergir el objeto en la composición, tratar con espuma o gel el objeto con la composición, o una combinación de los mismos.

25

Un concentrado o concentración de uso de una composición preparada por un método de la presente invención se puede aplicar a o ponen en contacto con un objeto por cualquier método o aparato convencional para aplicar una composición antimicrobiana o de limpieza a un objeto. Por ejemplo, el objeto se puede limpiar, pulverizar, espumar y/o sumergir en la composición, o una disolución de uso preparada a partir de la composición. La composición se puede pulverizar, espumar o limpiar sobre una superficie; la composición se puede hacer fluir sobre la superficie, o la superficie se puede sumergir en la composición. El contacto puede ser manual o con máquina. Las superficies de procesado de alimentos, los productos alimenticios, las aguas de procesado o transporte de alimentos y similares se pueden tratar con composiciones líquidas, de espuma, de gel, de aerosol, de gas, de cera, sólidas o en polvo estabilizadas según la invención, o disoluciones que contienen estas composiciones.

30

35

La composición se puede emplear para blanquear pasta papelera. Tal método incluye poner en contacto la pasta papelera con una composición de ácido peroxycarboxílico según la presente invención. Tal composición de ácido peroxycarboxílico puede incluir un agente blanqueante añadido.

- 40 Las composiciones se pueden emplear para el tratamiento de residuos. Tal método incluye poner en contacto el residuo con una composición de ácido peroxycarboxílico según la presente invención. Dicha composición de ácido peroxycarboxílico puede incluir un agente blanqueante añadido.

Limpiar in situ

Otras aplicaciones de limpieza de superficies duras para las composiciones antimicrobianas preparadas por un método de la invención incluyen sistemas de limpieza in situ (CIP), sistemas de limpieza ex situ (COP), lavadoras-descontaminadoras, esterilizadoras, lavadoras de tejido, sistema de ultra- y nano-filtración y filtros de aire interiores. Los sistemas de COP pueden incluir sistemas fácilmente accesibles que incluyen depósitos de lavado, recipientes de inmersión, cubos de mopa, depósitos de almacenamiento, fregaderos, lavadoras de piezas de vehículos, lavadoras y sistemas por lotes discontinuos y similares.

45

En general, la limpieza real del sistema in situ u otra superficie (es decir, la eliminación de despojos no deseados en el mismo) se consigue con un material diferente tal como un detergente formulado que se introduce con agua calentada. Después de esta etapa de limpieza, la presente composición se aplicaría o introduciría en el sistema a una concentración de disolución de uso en agua no calentada, a temperatura ambiente. La CIP típicamente emplea caudales del orden de alrededor de 40 a alrededor de 600 litros por minuto, temperaturas desde ambiente hasta alrededor de 70°C, y tiempos de contacto de por lo menos alrededor de 10 segundos, por ejemplo, de alrededor de 30 a alrededor de 120 segundos. La presente composición puede permanecer en disolución en agua fría (por ejemplo, a 40°F/4°C) y agua caliente (por ejemplo, 140°F/60°C). Aunque normalmente no es necesario calentar la

50

55

disolución acuosa de uso de la presente composición, en algunas circunstancias el calentamiento puede ser deseable para mejorar aún más su actividad antimicrobiana. Estos materiales son útiles a cualquier temperatura concebible.

5 Un método para higienizar instalaciones de procesado in situ sustancialmente fijas incluye las siguientes etapas. La disolución de uso de la invención se introduce en las instalaciones de procesado a una temperatura en el intervalo de alrededor de 4°C a 60°C. Después de la introducción de la disolución de uso, la disolución se mantiene en un recipiente o se hace circular por todo el sistema durante un tiempo suficiente para higienizar las instalaciones de procesado (es decir, para matar microorganismos indeseables). Después de que las superficies se han higienizado por medio de la presente composición, se drena la disolución de uso. Una vez completada la etapa de higienización, 10 el sistema opcionalmente se puede aclarar con otros materiales tales como agua potable. La composición se puede hacer circular a través de las instalaciones de procesado durante 10 minutos o menos.

El presente método puede incluir la administración de la presente composición vía administración por aire al sitio de limpieza u otras superficies tales como el interior de tuberías y depósitos. Este método de administración por aire puede reducir el volumen de disolución requerido.

15 Poner en contacto un producto alimenticio con la composición de ácido peroxicarboxílico

El presente método y sistema descrito aquí proporcionan el contacto de un producto alimenticio con una composición de ácido peroxicarboxílico empleando cualquier método o aparato apropiado para la aplicación de tal composición. Por ejemplo, el método y sistema de la invención puede poner en contacto el producto alimenticio con una pulverización de la composición, por inmersión en la composición, por tratamiento con espuma o gel con la composición, o similares. El contacto con un aerosol, una espuma, un gel o por inmersión se puede conseguir mediante una variedad de métodos conocidos por las personas expertas en la técnica para aplicar agentes antimicrobianos a los alimentos. El contacto con el producto alimenticio puede ocurrir en cualquier localización en la que se pueda encontrar el producto alimenticio, como campo, sitio o planta de procesado, vehículo, almacén, tienda, restaurante o el hogar. Estos mismos métodos también se pueden adaptar para aplicar las composiciones estabilizadas de la invención a otros objetos. 20 25

Los presentes métodos requieren un cierto tiempo de contacto mínimo de la composición con el producto alimenticio para la aparición de un efecto antimicrobiano significativo. El tiempo de contacto puede variar con la concentración de la composición de uso, el método de aplicación de la composición de uso, la temperatura de la composición de uso, la cantidad de suciedad en el producto alimenticio, el número de microorganismos en el producto alimenticio, el tipo de agente antimicrobiano o similares. El tiempo de exposición puede ser por lo menos de alrededor de 5 a alrededor de 15 segundos. 30

En una realización, el método para lavar productos alimenticios emplea una pulverización a presión que incluye la composición. Durante la aplicación de la disolución de pulverización sobre el producto alimenticio, la superficie del producto alimenticio se puede mover con acción mecánica, por ejemplo, agitar, frotar, cepillar, etc. La agitación puede ser por frotación física del producto alimenticio, por medio de la acción de la disolución de pulverización a presión, por medio de sonicación o por otros métodos. La agitación aumenta la eficacia de la disolución de pulverización para matar microorganismos, tal vez debido a una mejor exposición de la disolución a las grietas o pequeñas colonias que contienen los microorganismos. La disolución de pulverización, antes de la aplicación, también se puede calentar a una temperatura de alrededor de 15 a 20°C, por ejemplo, de alrededor de 20 a 60°C para aumentar la eficacia. La composición estabilizada por pulverización se puede dejar en el producto alimenticio durante una cantidad de tiempo suficiente para reducir apropiadamente la población de microorganismos, y a continuación aclarar, drenar o evaporar del producto alimenticio. 35 40

La aplicación del material mediante pulverización se puede realizar usando una aplicación manual con varilla de pulverización, una pulverización automática del producto alimenticio que se mueve a lo largo de una línea de producción usando múltiples cabezales de pulverización para asegurar el contacto completo u otro aparato de pulverización. Una aplicación de pulverización automática implica el uso de una cabina de pulverización. La cabina de pulverización confina sustancialmente la composición pulverizada dentro de la cabina. La línea de producción mueve el producto alimenticio a través de la entrada a la cabina de pulverización en la que se rocía el producto alimenticio en todas sus superficies exteriores con aerosoles dentro de la cabina. Después de una cobertura completa del material y el drenaje del material del producto alimenticio dentro de la cabina, el producto alimenticio puede salir de la cabina. La cabina de pulverización puede incluir chorros de vapor que se pueden usar para aplicar las composiciones estabilizadas de la invención. Estos chorros de vapor se pueden usar en combinación con agua de refrigeración para garantizar que el tratamiento que llega a la superficie del producto alimenticio sea inferior a 65°C, por ejemplo, inferior a 60°C. La temperatura del aerosol sobre el producto alimenticio es importante para garantizar que el producto alimenticio no se altere (cocine) sustancialmente por la temperatura del aerosol. El patrón de pulverización puede ser prácticamente cualquier patrón de pulverización útil. 45 50 55

La inmersión de un producto alimenticio en una composición estabilizada líquida se puede lograr mediante cualquiera de una variedad de métodos conocidos por las personas expertas en la técnica. Por ejemplo, el producto alimenticio se puede colocar en un depósito o baño que contenga la composición estabilizada. Alternativamente, el

producto alimenticio se puede transportar o procesar en un canal de la composición estabilizada. La disolución de lavado se puede agitar para aumentar la eficacia de la disolución y la velocidad a la que la disolución reduce los microorganismos que acompañan al producto alimenticio. La agitación se puede obtener por métodos convencionales, que incluyen ultrasonidos, aireación mediante burbujeo de aire a través de la disolución, por métodos mecánicos, tales como filtros, paletas, cepillos, chorros de líquidos accionados por bomba, o por combinaciones de estos métodos. La disolución de lavado se puede calentar para aumentar la eficacia de la disolución en matar microorganismos. Después de que el producto alimenticio se haya sumergido durante un tiempo suficiente para el efecto antimicrobiano deseado, el producto alimenticio se puede retirar del baño o del canal y la composición estabilizada se puede lavar, drenar o evaporar del producto alimenticio.

En otra realización alternativa de la presente invención, el producto alimenticio se puede tratar con una versión espumante de la composición. La espuma se puede preparar mezclando tensioactivos espumantes con la disolución de lavado en el momento del uso. Los tensioactivos espumantes pueden ser de naturaleza no iónica, aniónica o catiónica. Los ejemplos de tipos de tensioactivos útiles incluyen, pero no están limitados a, los siguientes: etoxilatos de alcohol, carboxilato de etoxilato de alcohol, óxidos de amina, alquilsulfatos, alquiletersulfato, sulfonatos, compuestos de amonio cuaternario, alquilsarcosinas, betaínas y alquilamidas. El tensioactivo espumante se mezcla típicamente en el momento del uso con la disolución de lavado. Los niveles de disolución de uso de los agentes espumantes son de alrededor de 50 ppm a alrededor de 2,0% en peso. En el momento del uso, se puede inyectar aire comprimido en la mezcla, a continuación se puede aplicar a la superficie del producto alimenticio por medio de un dispositivo de aplicación de espuma tal como un espumador de depósito o un espumador de aspiración montado en pared.

En otra realización alternativa de la presente invención, el producto alimenticio se puede tratar con una versión espesada o gelificada de la composición. En el estado espesado o gelificado, la disolución de lavado permanece en contacto con la superficie del producto alimenticio durante periodos de tiempo más largos, aumentando de este modo la eficacia antimicrobiana. La disolución espesada o gelificada también se adherirá a las superficies verticales. La composición o la disolución de lavado se puede espesar o gelificar usando tecnologías existentes tales como: goma de xantano, espesantes poliméricos, espesantes de celulosa o similares. También se podrían usar sistemas de formación de micelas de tipo varilla tales como óxidos de amina y contraiones aniónicos. Los espesantes o agentes formadores de gel se pueden usar en el producto concentrado o mezclando con la disolución de lavado, en el momento del uso. Los niveles típicos de uso de espesantes o agentes gelificantes varían de alrededor de 100 ppm a alrededor de 10% en peso.

#### Envasado aséptico

En el método de la presente invención, el envasado aséptico incluye poner en contacto el recipiente con una composición según la presente invención. Tal contacto se puede realizar usando un dispositivo de pulverización o un depósito o recipiente de inmersión para poner en contacto íntimamente el interior del recipiente con la composición durante un período de tiempo suficiente para limpiar o reducir la población microbiana en el recipiente. El recipiente se vacía a continuación de la cantidad de la presente composición usada. Después de vaciar, el recipiente se puede aclarar con agua potable o agua esterilizada (que puede incluir un aditivo de aclarado) y vaciar de nuevo. Después del aclarado, el recipiente se puede llenar con la bebida líquida. El recipiente a continuación se sella, tapa o cierra y a continuación se envasa para envío para su venta final.

La Figura 18 muestra un esquema para una operación de pulverización/embotellado de botellas usando una composición según la presente invención. La operación puede ser una operación aséptica fría. La Figura 18 muestra una planta 100 que puede poner en contacto botellas de bebida con una composición de ácido peroxicarboxílico de cadena media para un régimen de higienización. En la figura 18, las botellas 110 se pasan a través de un túnel 102 de esterilización. Las botellas 110a higienizadas pasan a continuación a través de un túnel 103 de aclarado y emergen como botellas 110b aclaradas higienizadas.

En el procedimiento, se añade una composición de ácido peroxicarboxílico de cadena media a granel a un depósito 101 de almacenamiento. Comúnmente, los materiales se mantienen a una temperatura de alrededor de 22°C en el depósito 101. Para obtener la concentración de uso efectivo de la composición de ácido peroxicarboxílico de cadena media, el agua 105 de preparación se combina con la composición de ácido peroxicarboxílico de cadena media concentrada en el depósito 101. La composición de uso de ácido peroxicarboxílico de cadena media se pasa a través de un calentador 108 para alcanzar una temperatura de alrededor de 45-50°C. La composición de uso de ácido peroxicarboxílico de cadena media calentada se pulveriza dentro del túnel 102 de esterilización en y sobre todas las superficies de la botella 110. Un contacto íntimo entre la composición de ácido peroxicarboxílico de cadena media y la botella 110 es esencial para reducir las poblaciones microbianas a un nivel de higienización.

Después del contacto con la composición de uso de ácido peroxicarboxílico de cadena media y después de descargar cualquier exceso de composición de las botellas, las botellas 110 higienizadas se pasan a un túnel 103 de aclarado con agua dulce. El agua 108 dulce se proporciona de un agua dulce de preparación a un túnel 103 de aclarado por pulverización. El agua dulce puede incluir un aditivo de aclarado. El exceso de pulverización se drena desde el túnel 103 de aclarado al desagüe 106. Dentro del túnel 103, las botellas 110a higienizadas se aclaran a fondo con agua dulce. La retirada completa de la composición de ácido peroxicarboxílico de cadena media de las

botellas 110a es importante para mantener una alta calidad del producto de bebida. Las botellas 110b aclaradas e higienizadas se retiran a continuación del túnel de aclarado.

5 El depósito 101 de día, el túnel 102 de esterilización 102 y el túnel 103 de aclarado se ventean todos respectivamente al depurador húmedo o ventilación 111a, 111b o 111c para retirar vapor o gases de los componentes del sistema. El material higienizante que se ha pulverizado y drenado de las botellas 110a se acumula en el fondo del túnel 102 de pulverización y a continuación se recicla a través de la conducción de reciclado y el calentador 107 al depósito 101 de día.

10 El contacto entre las botellas y la composición antimicrobiana de ácido peroxicarboxílico de cadena media puede ser a una temperatura de más de alrededor de 0°C, más de 25°C, o más de alrededor de 40°C. Se pueden usar temperaturas entre alrededor de 40°C y 90°C. En ciertas realizaciones, se emplea un tiempo de contacto a de 40°C a 60°C durante por lo menos 5 segundos, por ejemplo, por lo menos alrededor de 10 segundos.

15 En el llenado aséptico en frío de recipientes de 0,48 l (16 onzas) de poli(tereftalato de etileno) (botella de PET) u otros recipientes de bebidas poliméricos, se ha adoptado un procedimiento que usan una composición de ácido peroxicarboxílico de cadena media. La composición de ácido peroxicarboxílico de cadena media se puede diluir a una concentración de uso de alrededor de 0,1 a alrededor de 10% en peso y mantener a una temperatura elevada efectiva de alrededor de 25°C a alrededor de 70°C, por ejemplo, de alrededor de 40°C a alrededor de 60°C. La pulverización o inundación de la botella con el material asegura el contacto entre la botella y el material higienizante durante por lo menos 5, por ejemplo, alrededor de 10 segundos. Una vez completada la inundación, la botella se puede drenar de todo el contenido durante un mínimo de 2 segundos y opcionalmente seguido de un aclarado con agua de 5 segundos con agua esterilizada usando alrededor de 200 mililitros de agua a 38°C (100°F). Si se llena opcionalmente con agua de aclarado, la botella se drena a continuación del aclarado de agua esterilizada durante por lo menos 2 segundos y se llena inmediatamente con la bebida líquida. El agua de aclarado puede incluir un aditivo de aclarado. Después de completar el aclarado, las botellas usualmente mantienen menos de 10, por ejemplo, 3 mililitros de agua de aclarado después de drenar.

25 Limpieza de tejido

Aquí se describen métodos y composiciones para retirar suciedad de tejidos. La composición preparada por un método de la invención se puede usar con máquinas y procesos comerciales típicos de limpieza o lavado de tejidos. El método puede incluir poner en contacto una prenda sucia en una lavadora con una composición penetrante en forma de un prelavado acuoso, prelavado, prelavado u otra etapa antes de la etapa de limpieza. Un proceso de lavado apropiado emplea una lavadora / extractor. Los procedimientos de limpieza de ropa sucia pueden incluir procedimientos tales como lavado por inundación, formación de espuma, drenaje, blanqueo, aclarado, extracción, repeticiones de los mismos o combinaciones de los mismos. La composición de blanqueo puede incluir una composición según la presente invención.

35 El lavado puede incluir poner en contacto la prenda sucia con una composición de lavado. El lavado puede ser la etapa de humectación inicial en la máquina que lleva a cabo el procedimiento de lavado. Un método de limpiar ropa sucia puede incluir lavar una, dos o más veces. Las composiciones de lavado convencionales son agua (por ejemplo, agua blanda o del grifo). En los sistemas convencionales, el lavado puede separar la suciedad suelta de una prenda sucia húmeda, pero poco más. El lavado también se puede denominar remojo preliminar, prelimpieza o prelavado.

40 La limpieza con espuma puede incluir limpiar la prenda sucia con una composición de limpieza espumosa. La composición de limpieza espumosa típicamente incluye tensioactivos y otros limpiadores, y puede incluir un blanqueador. La limpieza con espuma puede seguir al lavado.

45 El drenaje incluye retirar una composición de limpieza, lavado u otra composición de la prenda sucia, por ejemplo, por gravedad y/o fuerza centrífuga. El drenaje puede seguir a la limpieza con espuma. El drenaje puede ocurrir entre repeticiones de lavado. El tejido se puede limpiar con una composición de limpieza de tejido que incluye un detergente incorporado y blanqueador de cloro en una combinación de espuma/lejía o en dos etapas de lavado separadas, es decir etapas de espuma con detergente incorporado seguido de una etapa de blanqueo con cloro.

50 El blanqueo puede incluir limpiar la prenda sucia con una composición de blanqueo. El blanqueo puede seguir al drenaje y/o limpieza con espuma. La composición de blanqueo puede incluir una composición preparada por un método según la presente invención.

55 El aclarado puede incluir poner en contacto la prenda sucia con una composición de aclarado apropiada para retirar la composición de limpieza (espuma y/o blanqueo) restante. La composición de aclarado puede ser, por ejemplo, agua (por ejemplo, agua blanda o de grifo), un aclarado ácido o un aclarado que incluye un suavizante. Un método para limpiar ropa sucia puede incluir uno, dos, tres o más aclarados. El aclarado puede seguir al blanqueo y/o espumado.

La extracción puede incluir retirar una composición de aclarado de la prenda sucia, típicamente con fuerza centrífuga. La extracción puede seguir a uno o más aclarados.

## ES 2 711 412 T3

El método y la composición se pueden emplear en cualquiera de una variedad de tejidos. Los tejidos apropiados incluyen algodón, mezcla de algodón/poliéster, poliéster y similares.

La presente invención se puede entender mejor con referencia a los siguientes ejemplos. Estos ejemplos pretenden ser representativos de las realizaciones específicas de la invención, y no pretenden limitar el alcance de la invención.

5

### Ejemplos

Ejemplo 1 - Preparar ácido peroxiacético con un aparato que incluye una columna de pretratamiento y un catalizador de reacción

10

El presente aparato y método se emplearon para preparar las composiciones en las Tablas 1 a 4 a continuación. Todos los valores de equilibrio eran valores calculados a partir de la  $K_{eq}$  reportada de 2,70 para el ácido peroxiacético. En el caso de perácidos mixtos, etc., se supuso que la  $K_{eq}$  era 2,70.

La estabilidad de algunas de las composiciones de ensayo se monitorizó con y sin estabilizador (HEDP) añadido.

Tabla 1

Ensayo	% en peso inicial				% en peso en el equilibrio	
	Ácido carboxílico	Peróxido de hidrógeno	Agua	Total	Peroxiácido	Peróxido de hidrógeno
I	56,5	30,5	13,0	100,0	35,3	14,6
II	43,6	20,5	35,9	100,0	17,3	12,7
III	20,0	28,0	52,0	100,0	9,7	23,6
IV	78,0	7,7	14,3	100,0	13,1	1,9
V	5,0	5,0	90,0	100,0	0,5	4,8

15 Tabla 2

Ensayo	% en peso inicial				% en peso en el equilibrio	
	Ácido carboxílico de cadena corta	Peróxido de hidrógeno	Agua	Total	Peroxiácido	Peróxido de hidrógeno
VI	56,5	30,5	13,0	100,0	35,3	14,6
VII	43,6	20,5	35,9	100,0	17,3	12,7
VIII	20,0	28,0	52,0	100,0	9,7	23,6
IX	78,0	7,7	14,3	100,0	13,1	1,9
X	5,0	5,0	90,0	100,0	0,5	4,8

Tabla 3

Ensayo	% en peso inicial					% en peso en el equilibrio	
	Ácido carboxílico de cadena media	Peróxido de hidrógeno	Hidrotopo	Agua	Total	Peroxiácido	Peróxido de hidrógeno
XI	20,0	30,0	25	25,0	100,0	18,5	31,7
XII	10,0	20,0	15	55,0	100,0	6,8	20,4
XIII	5,0	20,0	10	65,0	100,0	2,1	21,3
XIV	3,0	22,5	10	64,5	100,0	1,2	21,6

Tabla 4

% en peso inicial							% en peso en el equilibrio		
Ensayo	Ácido carboxílico de cadena corta	Ácido carboxílico de cadena media	Peróxido de hidrógeno	Hidrotropo	Agua	Total	Peroxi-ácido de cadena corta	Peroxi-ácido de cadena media	Peróxido de hidrógeno
XV	48,0	20,0	10,0	12	10,0	100	13,6	5,7	2,8
XVI	56,0	8,0	12,0	12	12,0	100	18,8	2,7	4,0
XVII	60,0	2,0	13,0	12	13,0	100	22,1	0,7	4,6
XVIII	43,6	1,0	20,5	0	34,9	100	17,4	0,4	12,6

Tabla 5

% en peso inicial								
Ensayo	Ácido carboxílico	Peróxido de hidrógeno	Agua	Total	Peroxiácido	Producción medida de ácido percarboxílico (% en peso)	Perácido predicho	% del predicho
XIX	Ácido acético	11	30	59	100	5,3	5,6	95
XX	Ácido acético	20	28	52	100	9,2	9,7	95
XXI	Ácido acético	44	18	38	100	14,3	15,3	93
XXII	Ácido acético	78	7	15	100	13,0	12,6	103
XXIV	Ácido acético	41	17	42	100	12,0	13,4	90
XXV	Ácido acético	50	20	30	100	20,0	19,9	101
XXVI	Ácido acético	60	20	20	100	25,0	25,2	99
XXVII	Ácido acético	5	5	90	100	0,4	0,5	78
XXVIII	Ácido glicólico	55	8	38	100	1,2	8,3	14
XXIX	Ácido succínico	7	3	90	100	0,2	0,4	51
XXX	Ácido octanoico	50	18	32	100	0,54	16,0	3
XXXI	Ácido acético	46	19	35	100	17,0	17,2	99
XXXII	Ácido acético	50	20	30	100	20,2	19,9	102

5 Tabla 6 – Estabilidad de productos de ácido peracético de catalizador Dowex M31 a 21,1°C (70°F)

Concentración medida de ácido peracético (% en peso)		
Tiempo (días)	XXV (sin HEDP)	XXV (HEDP añadido)
0,0	18,3	18,9
7,0	19,0	19,1
13,0	19,1	19,0

## ES 2 711 412 T3

Tabla 7 - Estabilidad de productos de ácido peracético de catalizador Dowex M31 a 60°C (140°F)

Concentración medida de ácido peracético (% en peso)		
Tiempo (días)	XXVI (sin HEDP)	XXV (HEDP añadido)
0,0	18,3	18,9
7,0	15,8	15,4
13,0	15,8	14,3

Tabla 8 - Estabilidad de productos de ácido peracético de catalizador Dowex M31 a 21,1°C (70°F)

Concentración medida de ácido peracético (% en peso)		
Tiempo (días)	XXVI (sin HEDP)	XXVI (HEDP añadido)
0,0	25,7	25,7
3,0	23,6	22,8



**REIVINDICACIONES**

1. Un método para preparar un ácido peroxicarboxílico, que comprende:  
 proporcionar una composición líquida de un ácido carboxílico y un agente oxidante;  
 pretratar la composición líquida con una columna de pretratamiento para retirar ion metálico de la composición mixta;
- 5 hacer reaccionar la composición pretratada en presencia de un catalizador de reacción que se puede retirar físicamente de la mezcla de reacción para producir una composición de ácido carboxílico; y  
 recuperar la composición de ácido peroxicarboxílico,  
 caracterizado por el hecho de que el método además comprende
- 10 medir temperatura, presión, contenido de metal, o una combinación de los mismos de la composición mixta i) antes del pretratamiento y ii) en el sitio de pretratamiento durante el pretratamiento;  
 determinar una diferencia entre i) y ii);  
 si la diferencia llega o excede de un valor predeterminado:  
 proporcionar una señal detectable; y  
 interrumpir el funcionamiento de un aparato que lleva a cabo el método:
- 15 accionando una válvula de liberación de presión para liberar presión en el aparato;  
 deteniendo el flujo de uno o más reactivos dentro del aparato;  
 provocando que fluya agua dentro del sitio de pretratamiento;  
 provocando que fluya composición de ácido carboxílico dentro del sitio de pretratamiento;  
 parando el aparato; o
- 20 una combinación de los mismos.
2. El método de la reivindicación 1, en el que el pretratamiento comprende poner en contacto la composición mixta y un intercambiador de cationes fuerte en forma ácida o en forma de metal inerte.
3. El método de la reivindicación 1, que comprende además:  
 pretratar una composición líquida de ácido carboxílico para retirar ion metálico de la composición líquida de ácido carboxílico;
- 25 mezclar la composición líquida pretratada de ácido carboxílico y agente oxidante para formar la composición líquida de un ácido carboxílico y un agente oxidante.
4. El método de la reivindicación 3, en el que el pretratamiento comprende poner en contacto la composición líquida de ácido carboxílico y un intercambiador de cationes fuerte en forma ácida o en forma de metal inerte.
- 30 5. El método de la reivindicación 1, en el que la reacción comprende poner en contacto la composición pretratada y un catalizador ácido fuerte insoluble.
6. El método de la reivindicación 1, que comprende hacer reaccionar en una columna de catalizador de reacción insoluble; y que comprende además hacer reaccionar en una segunda, una tercera, y una cuarta columna de catalizador de reacción insoluble; estando la primera, segunda, tercera, y cuarta columna de catalizador de reacción acopladas en serie.
- 35 7. El método de la reivindicación 1, que comprende proporcionar una señal detectable si la diferencia de temperatura es mayor de 10°C, igual a 10°C, o mayor o igual a 10°C.
8. El método de la reivindicación 1, que comprende además:  
 mezclar la composición de ácido peroxicarboxílico y una cantidad predeterminada de un vehículo para formar una composición diluida de una concentración predeterminada de ácido peroxicarboxílico;
- 40 almacenar la composición diluida;  
 monitorizar la concentración de ácido peroxicarboxílico, ácido carboxílico, agente oxidante, o una combinación de los

mismos en la composición diluida;

si la concentración de ácido peroxicarboxílico, ácido carboxílico, agente oxidante o combinación de los mismos es menor de un determinado valor, igual a un determinado valor, o menor o igual que un determinado valor, añadir composición de ácido peroxicarboxílico a la composición diluida.

5 9. El método de la reivindicación 1, que comprende proporcionar una composición líquida de una pluralidad de ácidos carboxílicos y un agente oxidante.

10. El método de la reivindicación 9, que comprende además:

10 mezclar una primera composición líquida de ácido carboxílico, una segunda composición líquida de ácido carboxílico, y agente oxidante para formar la composición líquida de una pluralidad de ácidos carboxílicos y un agente oxidante.

11. El método de la reivindicación 10, en el que la primera composición líquida de ácido carboxílico comprende de 80 a 100% en peso de ácido acético.

12. El método de la reivindicación 1, en el que el agente oxidante comprende de 35 a 45% en peso de peróxido de hidrógeno.

15 13. El método de la reivindicación 10, en el que la segunda composición líquida de ácido carboxílico comprende de 1 a 20% en peso de ácido octanoico.

FIG.1

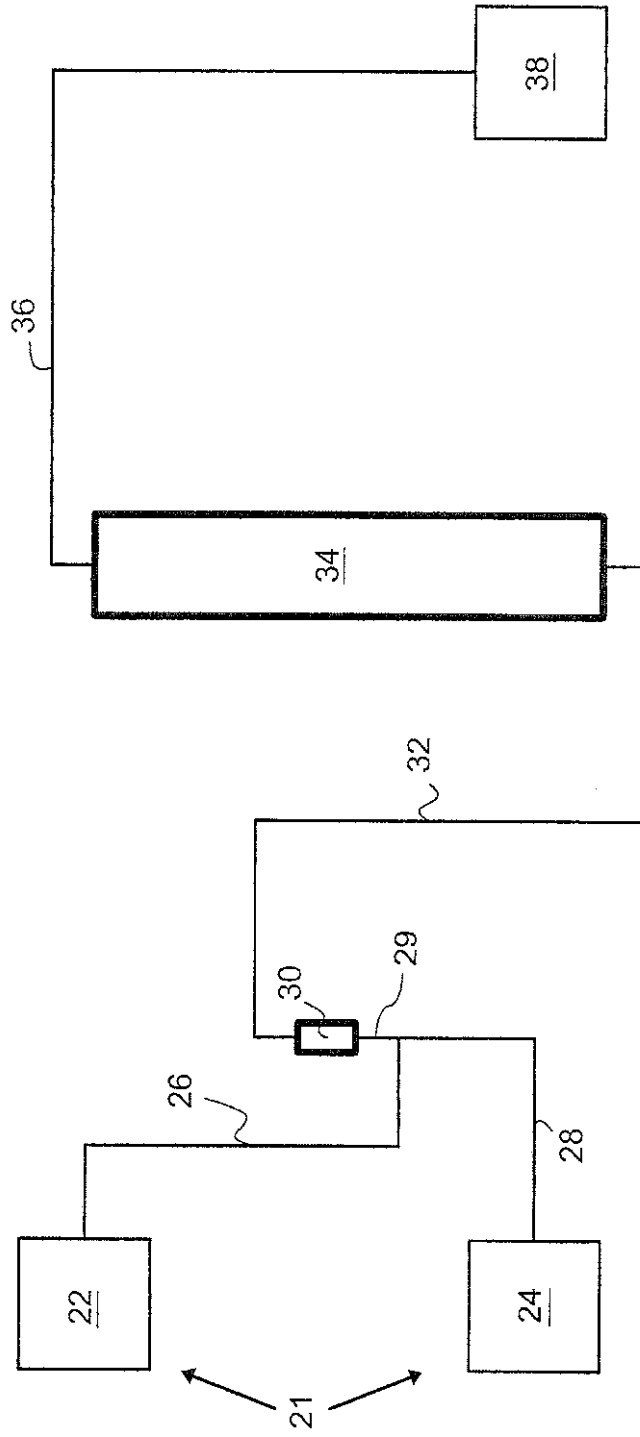


FIG.2

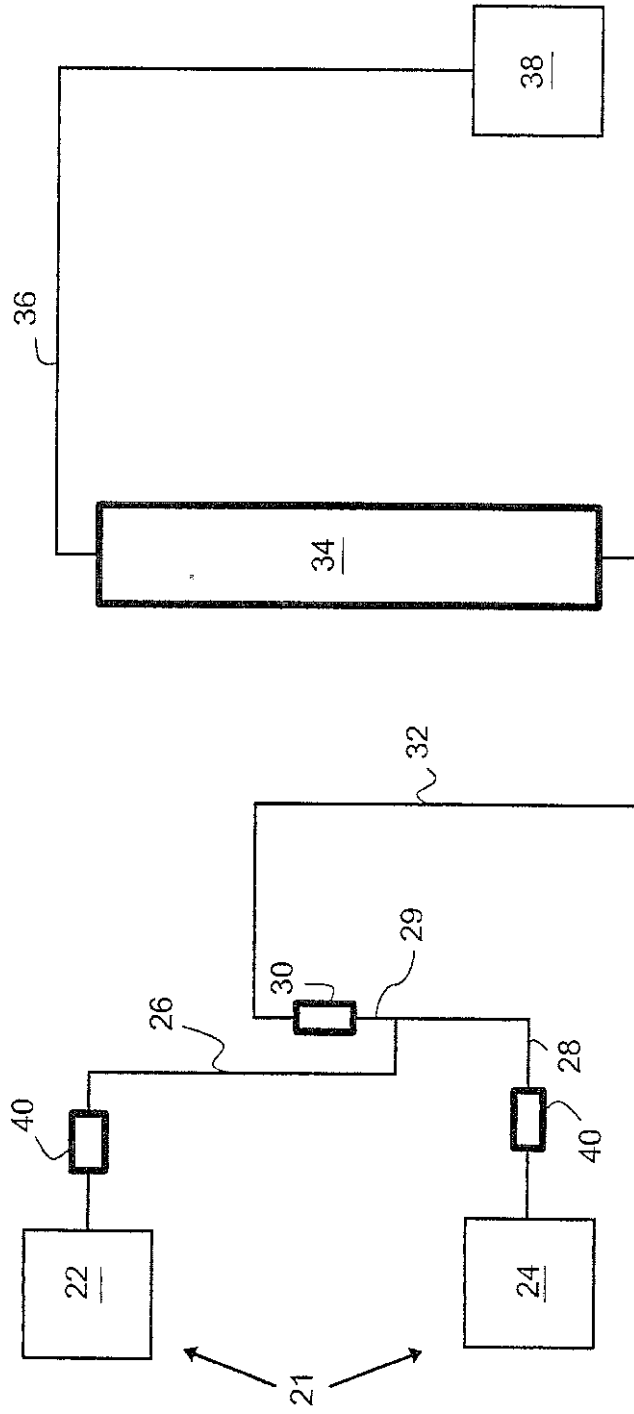
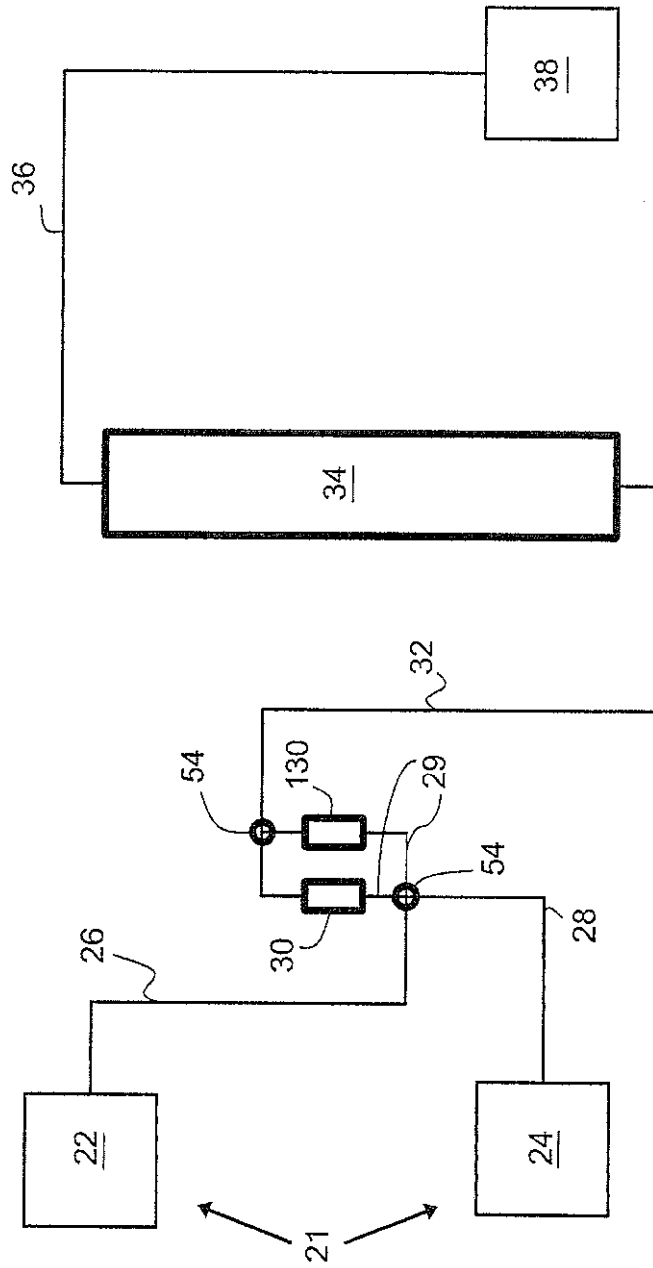


FIG. 3



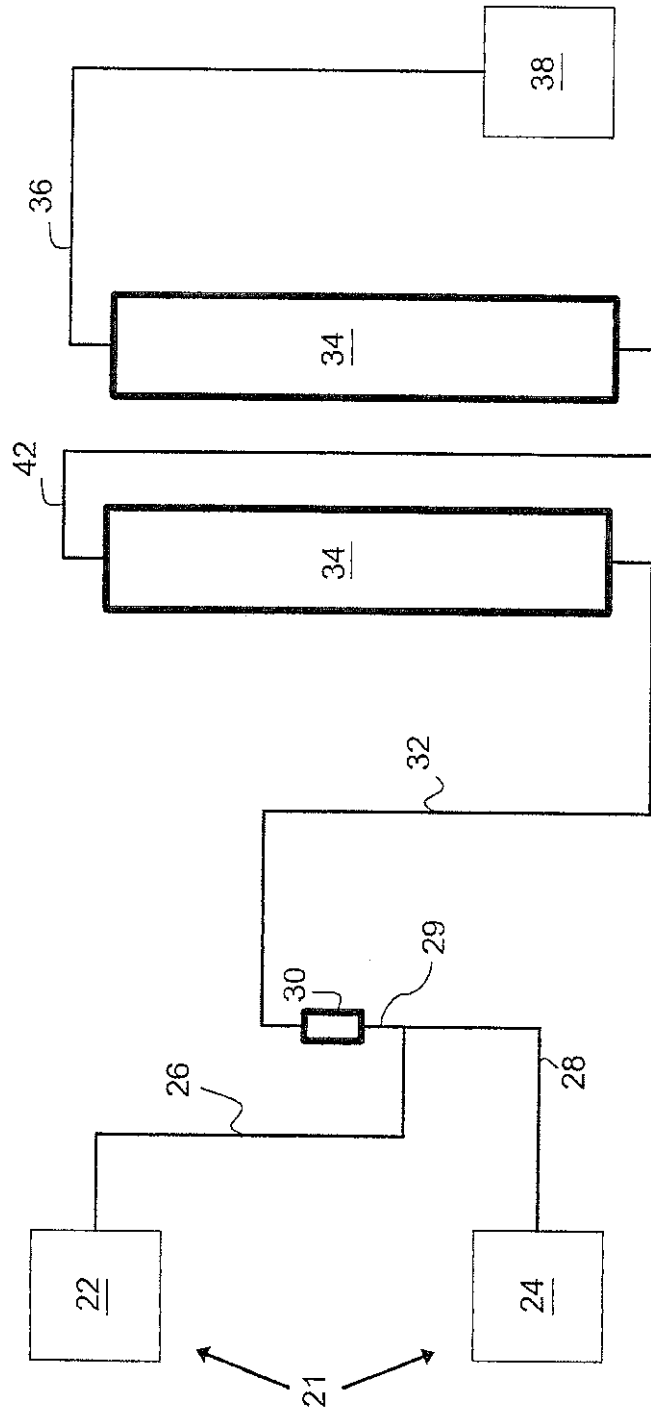


FIG.4

FIG.5

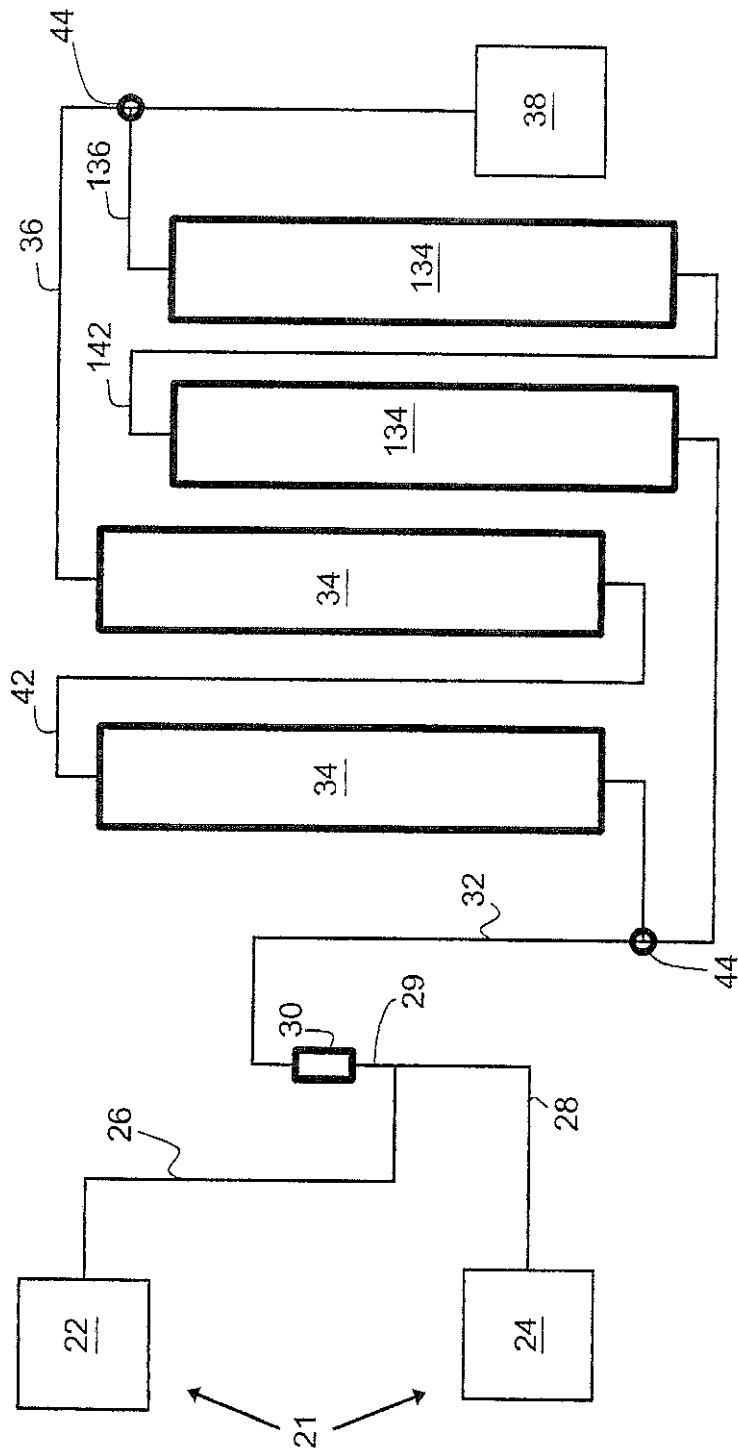


FIG. 6

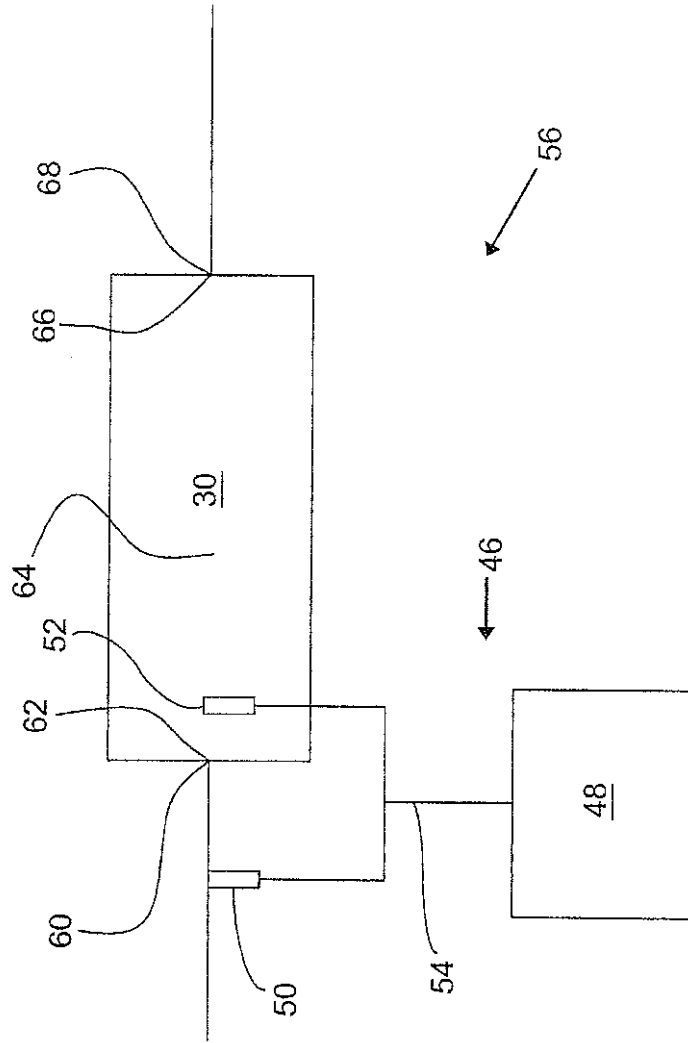




FIG.7

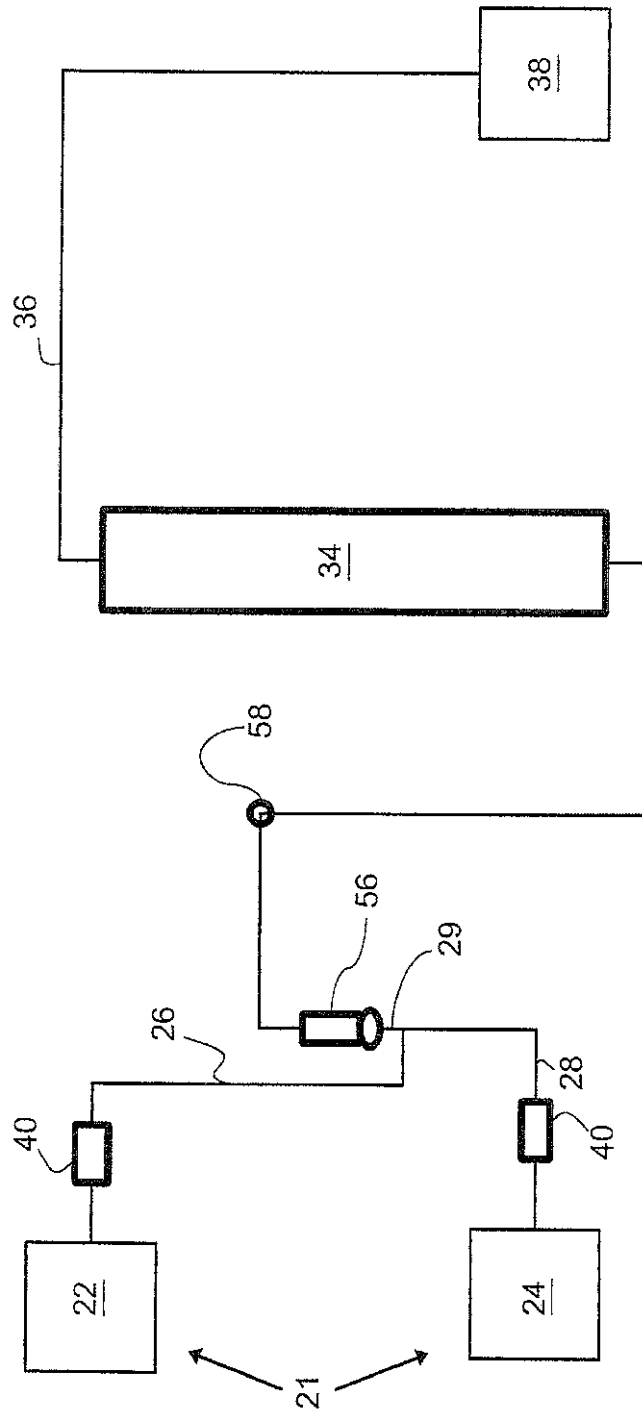


FIG. 8

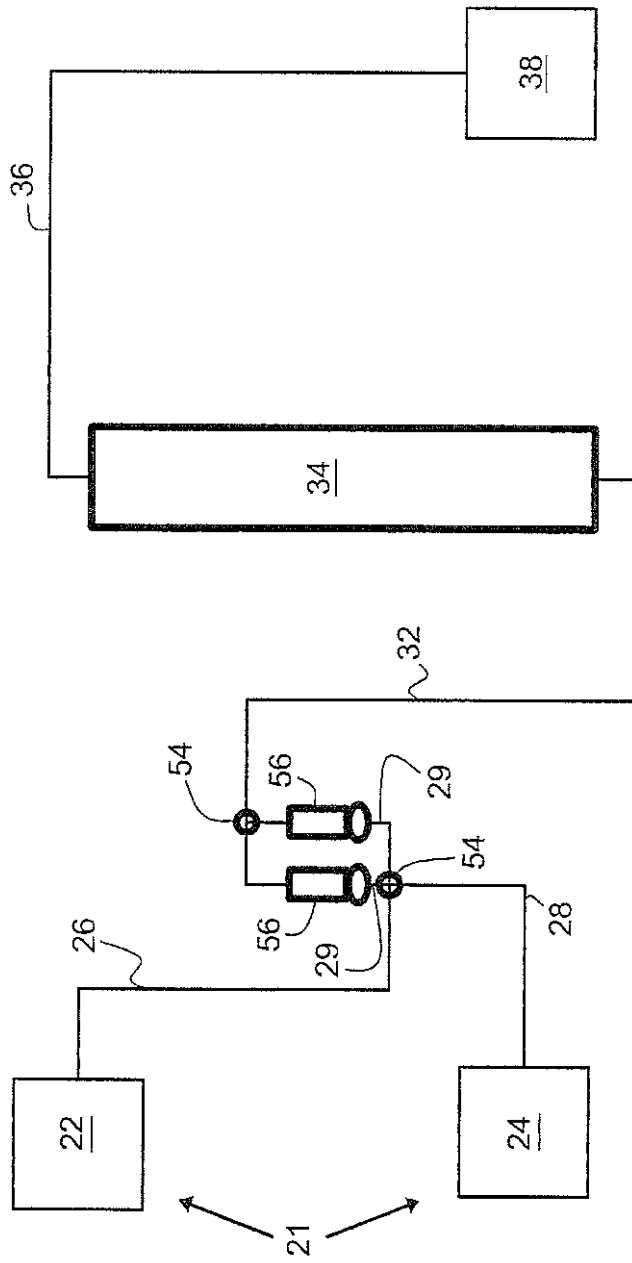


FIG.9

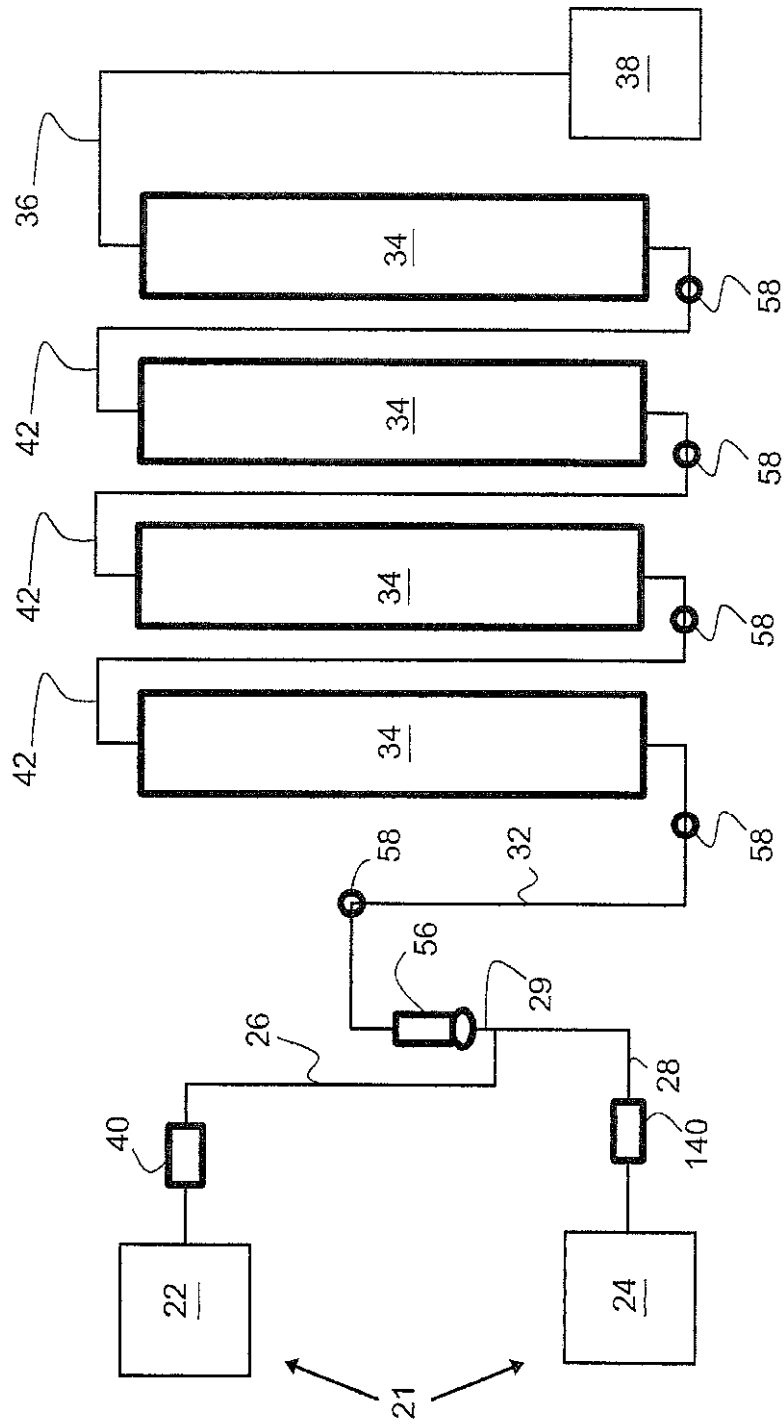


FIG. 10

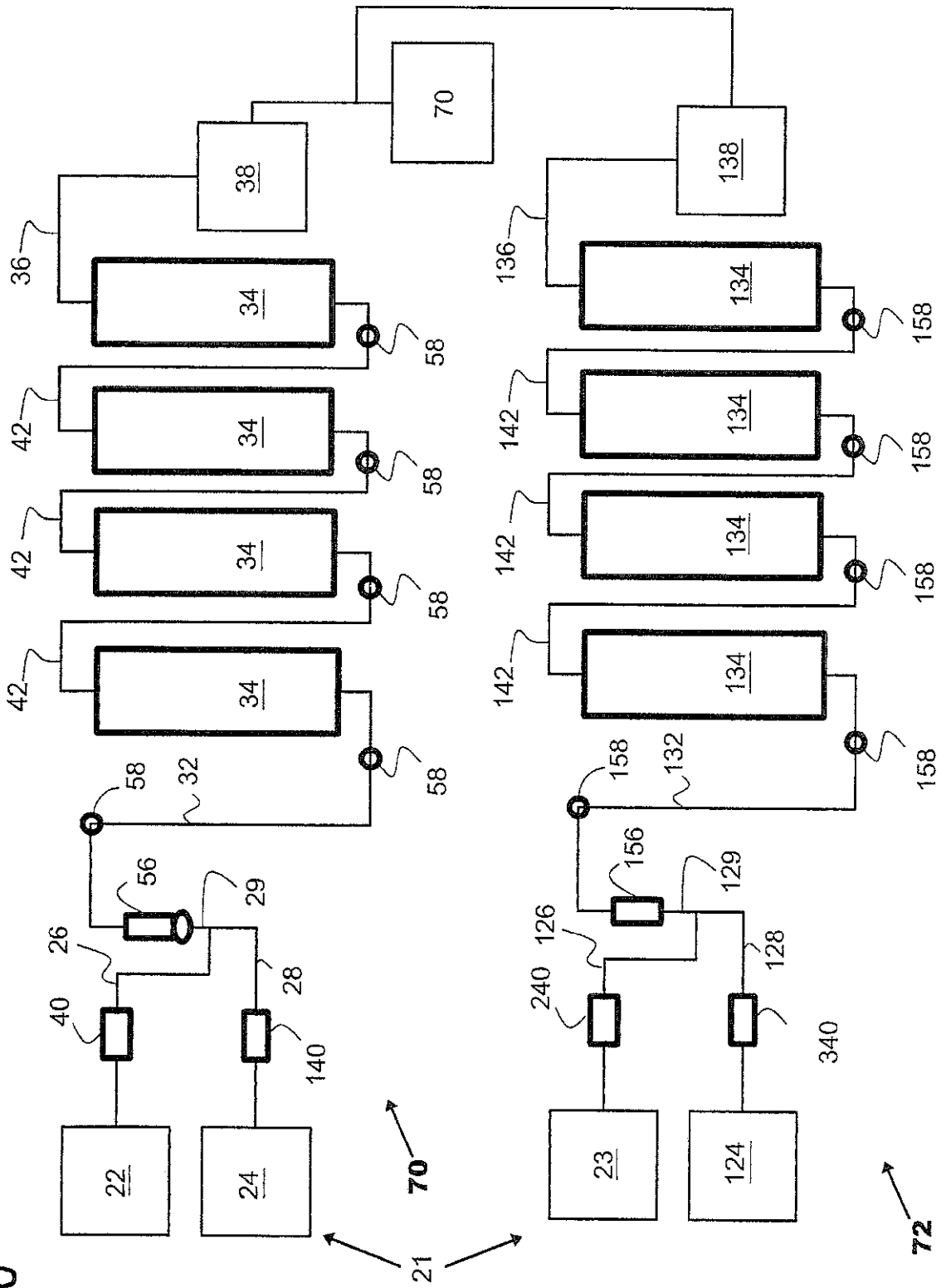
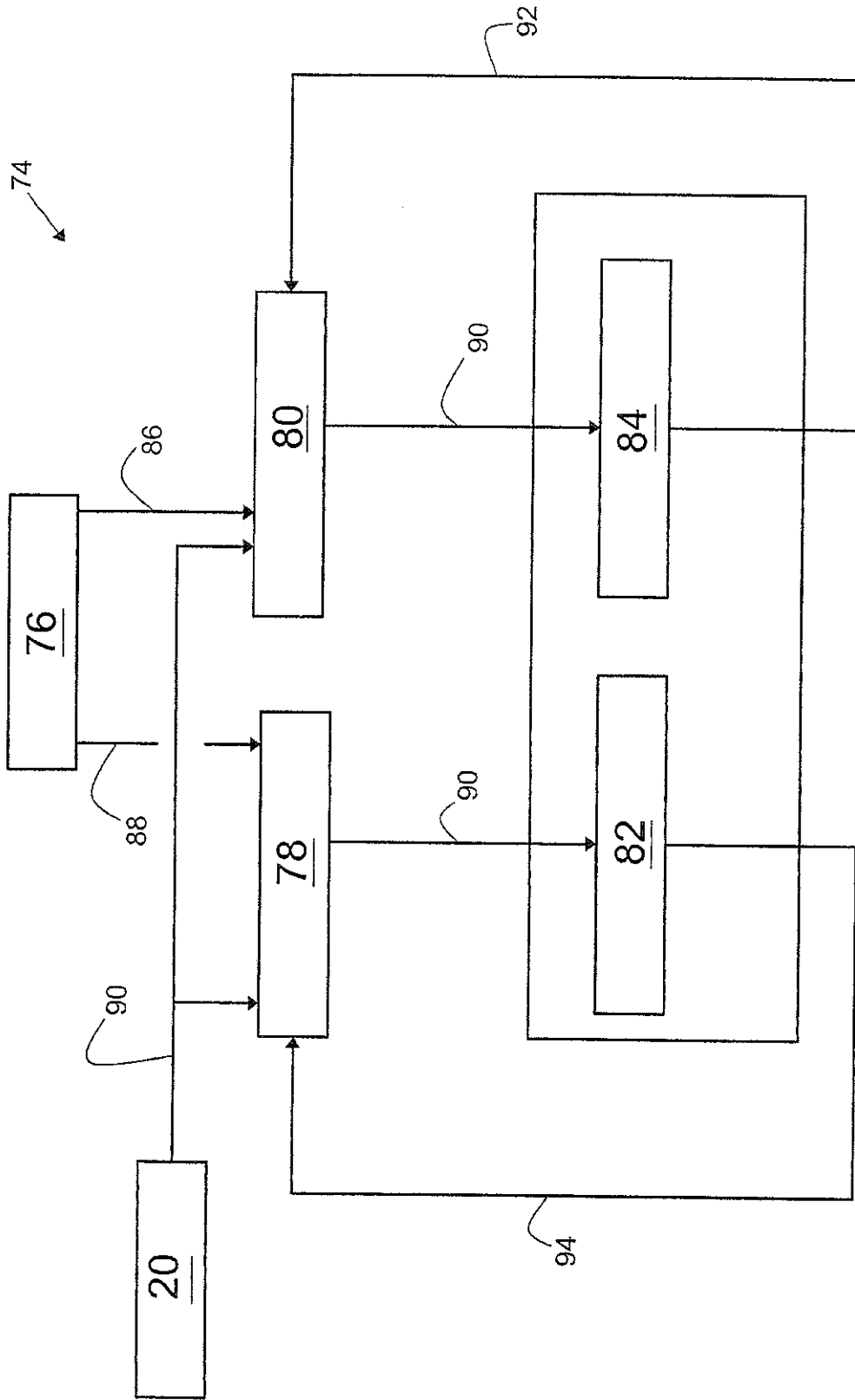


FIG.11



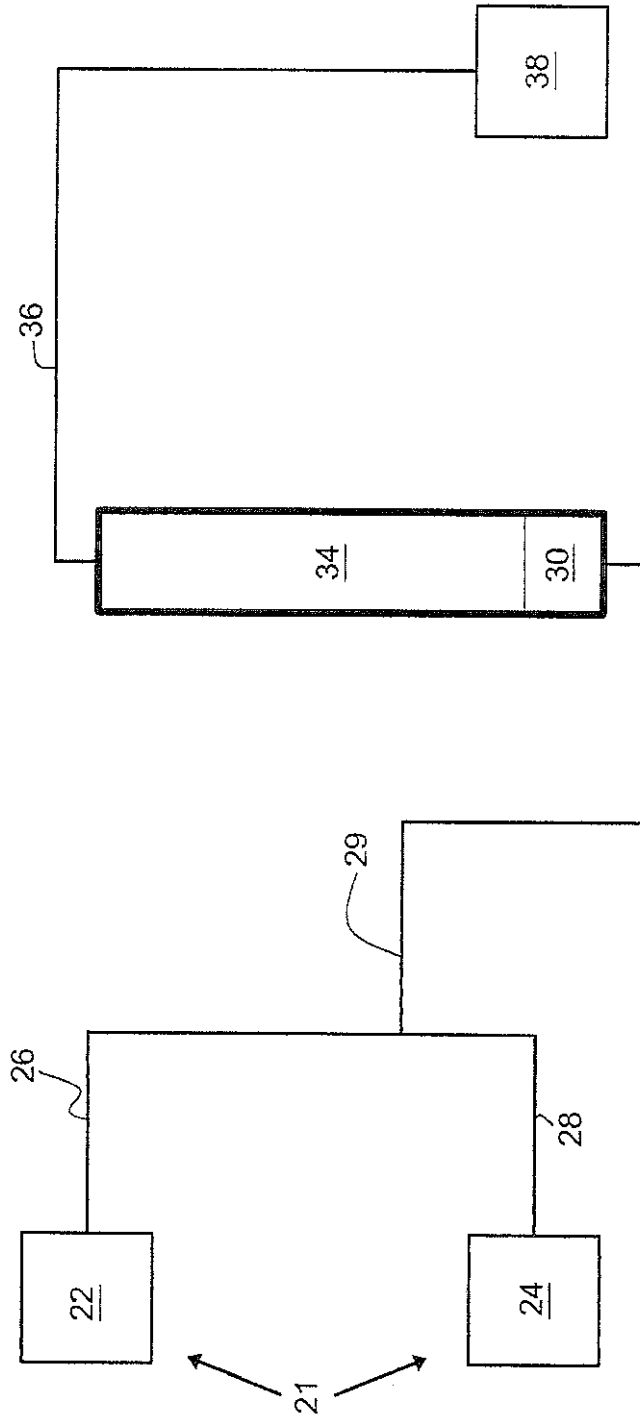


FIG.12

FIG.13

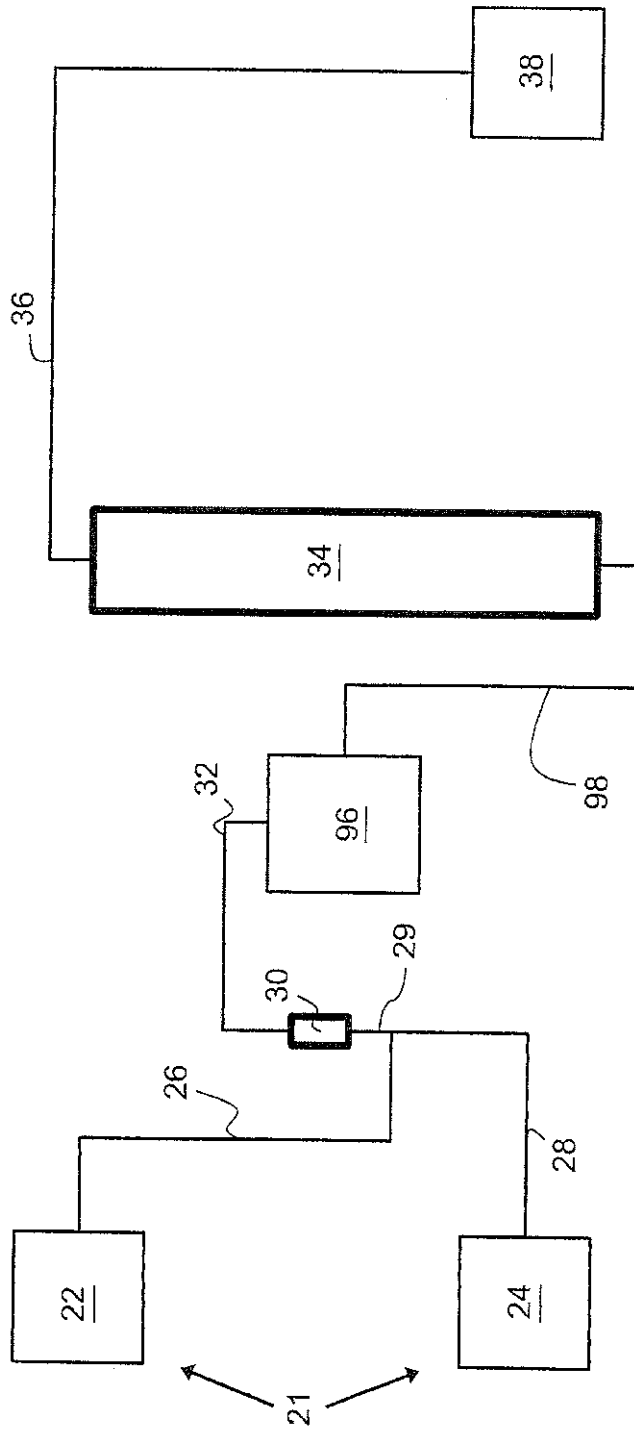


FIG.14

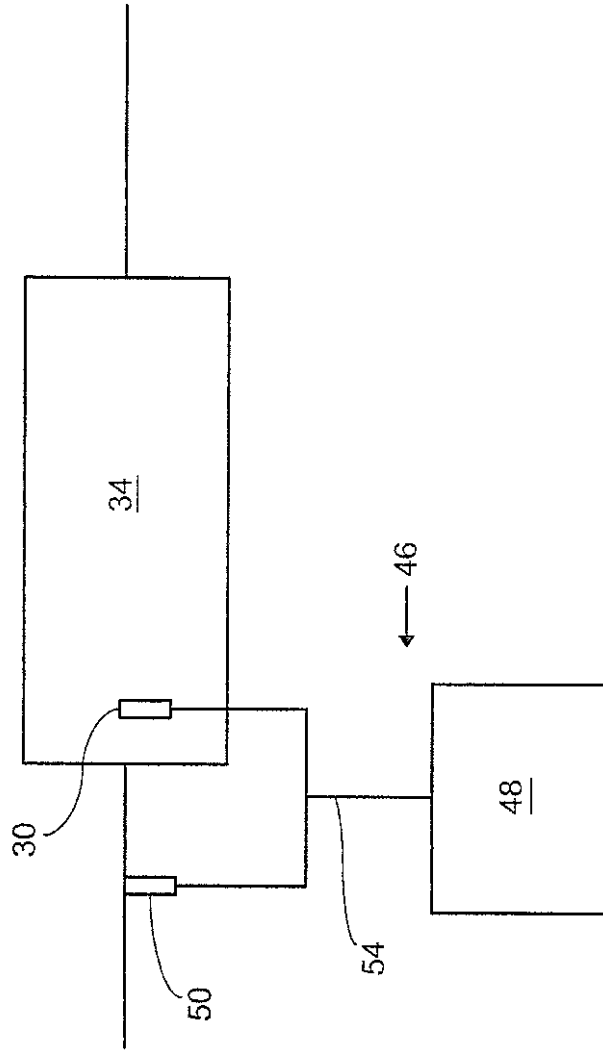




FIG.15

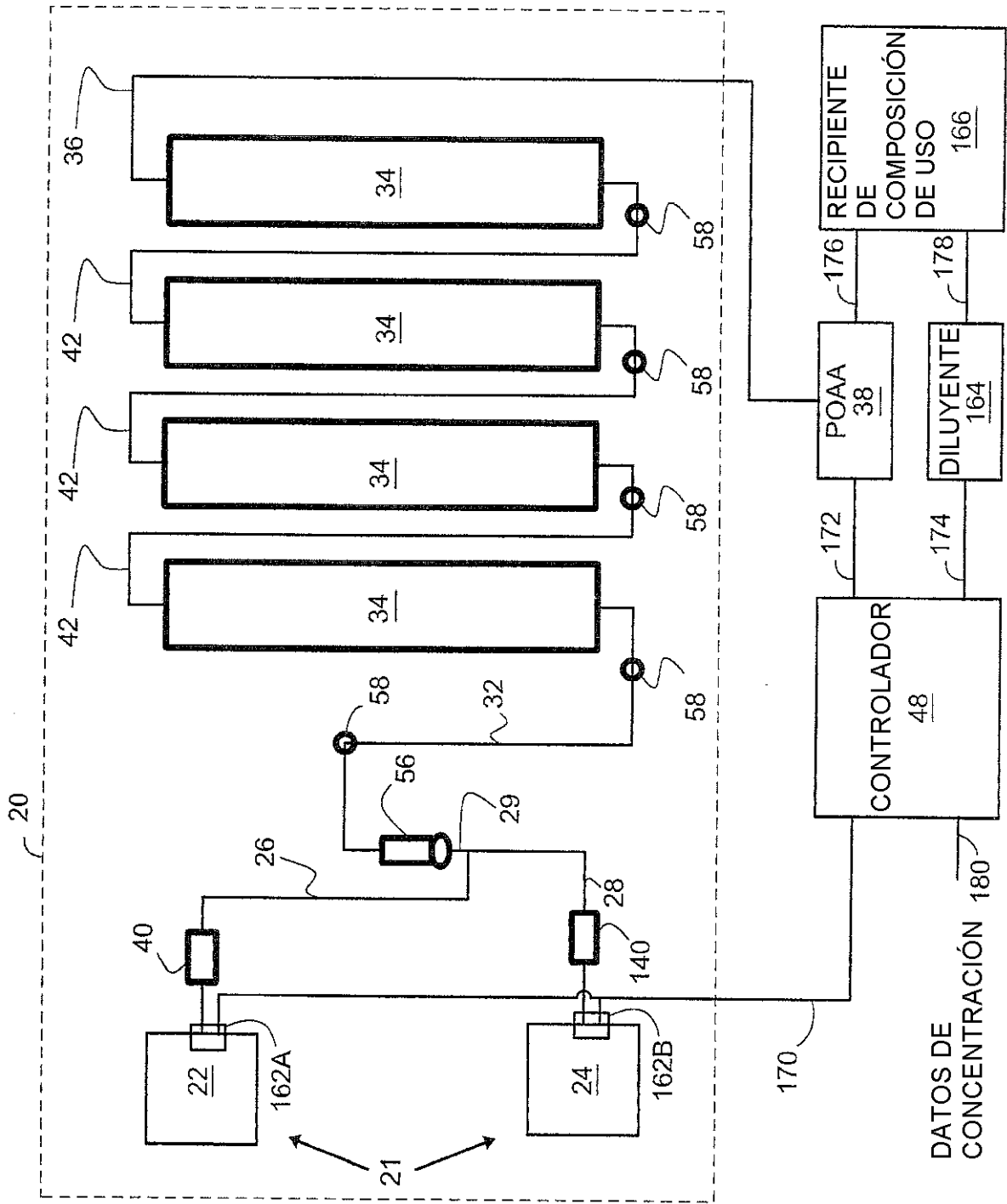


FIG.16

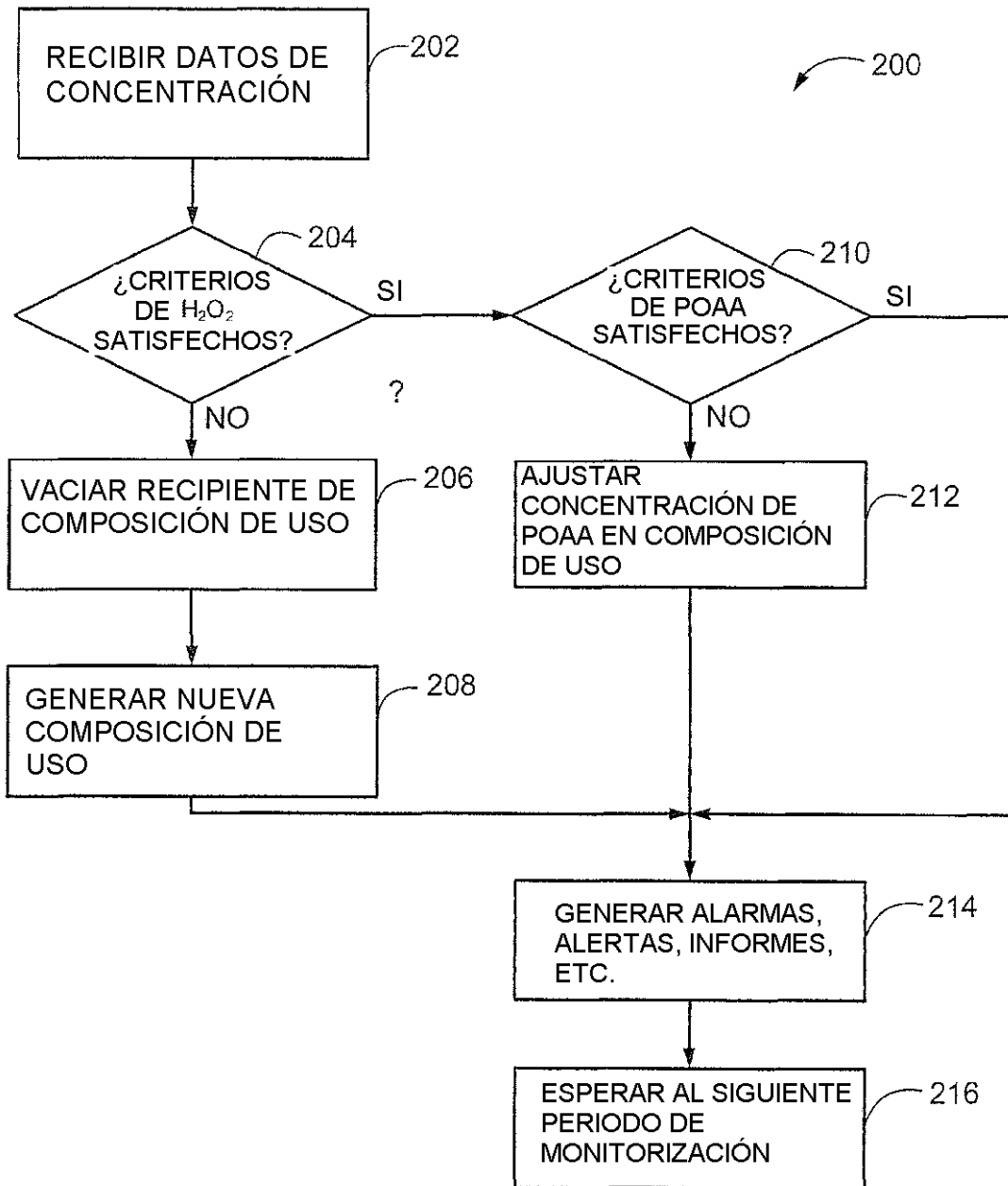


FIG.17

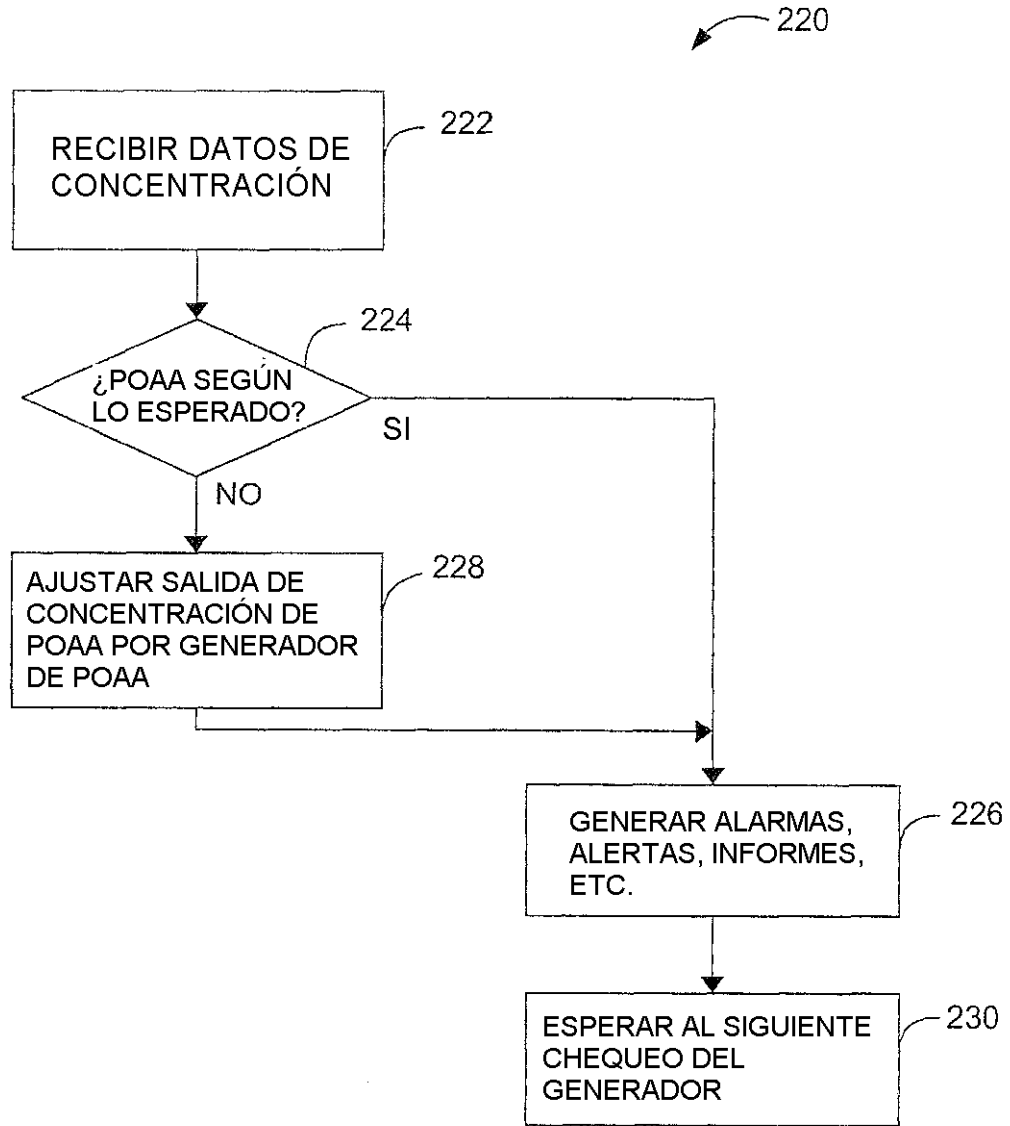


FIG. 18

