

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 728 476**

51 Int. Cl.:

B01J 19/00 (2006.01)

B01J 14/00 (2006.01)

C01B 21/09 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **24.09.2013 PCT/US2013/061268**

87 Fecha y número de publicación internacional: **17.04.2014 WO14058607**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.09.2013 E 13774012 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.05.2019 EP 2906339**

54 Título: **Método para la monitorización y control de la reacción química exotérmica entre amonio e hipoclorito sódico**

30 Prioridad:

12.10.2012 US 201261713189 P

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

24.10.2019

73 Titular/es:

**BUCKMAN LABORATORIES INTERNATIONAL,
INC. (100.0%)
1256 North McLean Boulevard
Memphis, TN 38108-0305, US**

72 Inventor/es:

**MCNEEL, THOMAS E.;
CLARK, RICHARD A. y
LUSK, JR., RICHARD D.**

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 728 476 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 la monitorización y control de la reacción química exotérmica entre amonio e hipoclorito sódico

5 Campo

La presente invención se refiere de manera general al campo de la monitorización y control de una reacción química exotérmica, en la que se hace reaccionar amonio con hipoclorito sódico y el producto de reacción comprende monoclaramina.

10

Antecedentes

Las reacciones químicas endotérmicas y exotérmicas pueden tornarse violentas si los reactivos se combinan de una manera incontrolada o si la proporción en que se combinan los reactivos no es correcta. Incluso en ausencia de una reacción violenta, una combinación incorrecta de reactivos puede conducir a la formación de productos secundarios no deseados y un bajo rendimiento del producto deseado. El funcionamiento seguro de los equipos para llevar a cabo tales reacciones se basa en un operador para fijar los caudales en una proporción apropiada. Desafortunadamente, las mismas bombas de precisión y controles de flujo que garantizan una proporción molar apropiada de reactivos de manera similar garantizarán que se mantiene la proporción incorrecta si se utiliza una configuración inicial incorrecta. Dichos sistemas no presentan ninguna salvaguarda integrada que evita que el operador configure involuntariamente los equipos con una combinación insegura de reactivos. Este problema resulta particularmente ejemplificado por la reacción de lejía y amonio para producir monoclaramina.

La cantidad mínima de monoclaramina que puede producirse mediante los equipos de generación comerciales disponibles actualmente es de más de cien libras (45 kg) de NH_2Cl al día. Aunque esta cantidad resulta apropiada para aplicaciones industriales a gran escala (fábricas de papel, plantas de generación de electricidad y similares), existen muchas aplicaciones a escala más pequeña (sistemas de ósmosis inversa, torres de refrigeración para edificios de oficinas, y similares) que requieren sólo un décimo (o menos) de la cantidad mínima producida por las unidades comerciales actuales. La reducción del tamaño de los equipos no es sencilla debido a que los elementos de seguridad de los equipos actuales se basan en la utilización de bombas y caudalímetros que pueden proporcionar fiablemente caudales con precisión. Se encuentran disponibles bombas y caudalímetros que funcionan con un nivel similar de precisión a estos bajos caudales, de ml/minuto; sin embargo, estos dispositivos resultarían caros y tenderían a ser excesivamente frágiles para las aplicaciones industriales típicas.

Las técnicas actuales para evaluar el producto de reacción de lejía:amonio implican algún tipo de análisis químico de la mezcla, habitualmente utilizando mediciones colorimétricas en línea o fuera de línea. Existen desventajas a la utilización de estas técnicas colorimétricas. Dichas técnicas de medición requieren varios minutos para completarse y durante este intervalo de tiempo puede producirse una reacción descontrolada, violenta. Se requiere la utilización de uno o más reactivos, que deben reabastecerse periódicamente. En los equipos de medición en línea, los reactivos se alimentan utilizando bombas peristálticas, que deben recibir un mantenimiento periódico. Las técnicas colorimétricas son muy sensibles y deben utilizarse con muestras muy diluidas a niveles de ppm bajos, que requieren que muestras concentradas, que contengan 1% de monoclaramina o más, típicamente deban diluirse en un factor de 100 a 1000.

El documento nº EP 2 495 260 da a conocer un reactor y un método de control del mismo durante un procedimiento de polimerización en fase vapor, en el que se mide la temperatura con sensores junto a un reactor, pero que no está relacionado con las reacciones de lejía:amonio.

Descripción resumida

Según la presente invención, las deficiencias indicadas anteriormente se superan mediante un método que utiliza las diferencias de temperatura para monitorizar y controlar una reacción química exotérmica. Es un objetivo de la presente invención proporcionar un método robusto de bajo coste y bajo mantenimiento para monitorizar y controlar la combinación de amonio e hipoclorito sódico que experimentarán una reacción exotérmica. El presente método resulta útil para evitar daños y/o lesiones que podrían resultar de las reacciones incontroladas y violentas y también resulta útil para optimizar una combinación de reactivos utilizada para generar un producto deseado.

En una realización ejemplar de la presente invención, se utiliza un dispositivo electrónico para monitorizar la combinación de lejía con una solución de amonio para garantizar que la proporción de hipoclorito sódico a amonio es correcta. Un incremento de la temperatura de la mezcla de reacción más allá de la que se espera para la reacción deseada puede detectarse y utilizarse para generar una señal que puede utilizarse para ajustar el caudal o cerrar una o más bombas de alimentación química hasta la corrección del error. En algunos casos, el aparato puede configurarse de manera que el ajuste o cierre se produzca automáticamente.

En una realización ejemplar, una reacción deseada de lejía con amonio para formar monoclaramina resulta en un cambio de temperatura, en este caso una elevación de temperatura, de aproximadamente un grado centígrado al mezclar los reactivos en una proporción correcta. En el caso de que se detecte un incremento de temperatura mayor

o un incremento de temperatura menor, pueden utilizarse los ajustes al caudal de uno o más de los reactivos para proporcionar una proporción de reactivos más apropiada, una reacción más deseada y un mejor rendimiento del producto de reacción.

- 5 El método puede utilizarse para proporcionar sistemas seguros y fiables para generar soluciones de monoclóramina, por ejemplo, volúmenes relativamente pequeños de soluciones de monoclóramina (5 a 10 lb o 2,25 a 4,5 kg de NH_2Cl /día) para el tratamiento de agua u otras aplicaciones.

Breve descripción de los dibujos

- 10 Las presentes enseñanzas se describen en referencia a los dibujos adjuntos. Los dibujos pretenden ser ilustrativos, no limitativos, de la presente invención.

15 La fig. 1 es un diagrama de flujo esquemático de un ejemplo de un generador de monoclóramina de pequeño volumen utilizado en la presente invención.

La fig. 2 es un gráfico que demuestra que, al utilizar una proporción correcta de lejía a amonio y, de esta manera, una proporción molar apropiada de cloro a nitrógeno, resulta una elevación de temperatura de aproximadamente un grado centígrado, mientras que a proporciones molares superiores a 1:1, resultan incrementos de temperatura mucho más rápidos.

- 20 Las figs. 3A-3G son un diagrama esquemático de un ejemplo de un esquema de control para controlar un generador de volumen pequeño útil en la producción de monoclóramina, según un ejemplo de la presente invención.

Descripción detallada de la presente invención

- 25 La presente invención proporciona un método para mezclar por lo menos dos reactivos o componentes para formar un producto de reacción. El método y aparato puede resultar útil para controlar reacciones que son inherentemente peligrosas, por ejemplo en los que la mezcla de los componentes presenta el potencial de producir compuestos o componentes peligrosos. Según la presente invención, se adoptan precauciones para garantizar que la proporción molar de cada reactivo se ha medido con precisión, así como el agua de reposición de entrada en caso de utilizarla en la reacción. En la invención, el método comprende mezclar un compuesto químico que contiene amonio (es decir, amonio) y un compuesto químico que contiene hipoclorito (es decir, que comprende hipoclorito sódico), la naturaleza del cual es inherentemente peligrosa. La mezcla de un compuesto químico que contiene amonio y un compuesto químico que contiene hipoclorito debe controlarse con cuidado para evitar la producción de compuestos peligrosos, tales como dicloramina, tricloramina y gas cloro.

- Se proporciona un método de diferencial de temperatura para el control de la reacción química exotérmica. El método incluye medir la temperatura del primer reactivo que fluye a un primer caudal, poner en contacto el primer reactivo con el segundo reactivo y después medir la temperatura del producto de reacción formado por la reacción entre el primer y segundo reactivos. La diferencia de temperatura entre la temperatura medida del primer reactivo y la temperatura medida del producto de reacción puede utilizarse para monitorizar la reacción y realizarse ajustes basándose en la diferencia de temperatura. El caudal del primer reactivo se ajusta basándose en la diferencia de temperatura. Puede producirse un flujo del segundo reactivo a un segundo caudal y el caudal del primer reactivo y el caudal del segundo reactivo se ajustan basándose en la diferencia de temperatura. Para determinar la t_0 (primera lectura de temperatura) y la t_1 (segunda lectura de temperatura), la primera lectura de temperatura puede producirse inmediatamente antes (p.ej., 1 segundo o varios segundos antes) de poner en contacto (p.ej., de combinar) el segundo reactivo con el primer reactivo. La primera lectura de temperatura puede realizarse opcionalmente justo en el tiempo inicial en que se reúnen los reactivos o en algún otro tiempo si se desea. La segunda lectura, utilizada para obtener el diferencial de temperatura, puede realizarse en un tiempo en que se produce el máximo incremento de temperatura de la reacción. La presente invención utiliza esta diferencia de temperatura de la reacción para determinar y controlar la reacción a fin de garantizar que la reacción y el producto de la reacción es el producto de reacción deseado y/o para garantizar que la reacción está transcurriendo de una manera eficiente o correcta. En lugar de la máxima diferencia de temperatura, puede seleccionarse un tiempo para que tenga lugar la segunda lectura de temperatura, dependiendo de la reacción. Por ejemplo, la segunda lectura de temperatura puede producirse en cualquier tiempo entre aproximadamente 5 segundos y aproximadamente 30 minutos o más, y puede depender de la velocidad de la reacción y de los reactivos implicados. En el caso en que se realice una alimentación semicontinua o continua de reactivos, esta diferencia de temperatura puede monitorizarse de manera continua o prácticamente continua (p.ej., en el sentido de que las lecturas delta T se realizan/determinan continuamente o de manera prácticamente continua) a fin de garantizar que el producto de reacción que se forma semicontinuosamente o continuamente es el producto deseado basándose en la determinación/monitorización de la diferencia de temperatura tal como se indica en la presente memoria.

- La puesta en contacto del primer y segundo reactivos se produce bajo condiciones que causan que el primer y segundo reactivos reaccionen entre sí y formen un producto de reacción. Uno o más reactantes o reactivos adicionales también pueden ser una parte de la reacción, y el caudal de por lo menos uno de los reactantes o reactivos adicionales también, o alternativamente, puede ajustarse basándose en la diferencia de temperatura. El caudal de un reactante o reactivo

puede controlarse mediante el control de la velocidad de una o más bombas dosificadoras. El método incluye además combinar el producto de reacción con una fuente acuosa, tal como agua industrial, agua de proceso, agua de torre de refrigeración o agua potable.

5 La presente invención comprende la reacción entre amonio, como el primer reactivo, e hipoclorito sódico o lejía, como el segundo reactivo, y el producto de reacción obtenido es monocloramina. Dependiendo de la concentración de los reactivos, puede diluirse uno o ambos, por ejemplo con agua de dilución. La dilución puede producirse inmediatamente antes de la reacción, o uno o más de los reactivos puede prediluirse. Puede proporcionarse un suministro de diluyente y configurarse para fluir por el aparato incluso en el caso de que se cierre uno o ambos suministros de reactivos. En
10 la reacción de formación de monocloramina, el primer reactivo puede prepararse mediante la dilución de una solución de amonio con agua de dilución o agua de reposición, y en tal caso, la temperatura del primer reactivo puede medirse en el punto en que la solución de amonio se pone en contacto con el agua de reposición.

El aparato utilizado en la presente invención puede incluir un reactor, un sistema de reactores, un generador, un generador de volumen pequeño, un recipiente o un mezclador en línea. El aparato puede incluir un primer conducto por el que fluye el primer reactivo y un segundo conducto por el que fluye el segundo reactivo. El primer y segundo conductos pueden encontrarse, cada uno, en comunicación de fluidos con un reactor o un mezclador en línea, en donde puede producirse el contacto entre el primer y segundo reactivos. El primer reactivo puede ser una solución diluida de amonio y el segundo reactivo comprende hipoclorito sódico. El aparato puede configurarse para producir
15 cualquier cantidad de monocloramina, incluyendo, aunque sin limitación, 20 libras (9 kg) o más de monocloramina al día, o menos de esta cantidad. La diferencia de temperatura monitorizada mediante el método y aparato puede compararse con valores o rangos aceptables e inaceptables a fin de determinar si deberían realizarse ajustes. La diferencia de temperatura diana que indicaría una proporción correcta de reactivos puede depender de la reacción que se lleva a cabo, aunque puede ser de aproximadamente 10,0°C o menos, por ejemplo una diferencia de
20 temperatura de aproximadamente 2,0°C o menos. El aparato puede configurarse de manera que, en caso de determinarse que la diferencia de temperatura se encuentra fuera de un rango aceptable, pueda activarse una alarma que indique que la diferencia de temperatura está fuera del rango aceptable. El aparato puede configurarse de manera que, en caso de determinarse que la diferencia de temperatura es superior a un valor máximo, pueda activarse una primera alarma que indique que la diferencia de temperatura es superior al valor máximo. El aparato puede
25 configurarse de manera que, en caso de determinarse que la diferencia de temperatura es inferior a un valor mínimo, pueda activarse una segunda alarma, que difiere de la primera alarma, que indique que la diferencia de temperatura es inferior al valor mínimo.

El aparato puede configurarse para medir las temperaturas del primer y segundo reactivos, para determinar la primera y segunda diferencias de temperatura, entre las temperaturas medidas del primer y segundo reactivos, respectivamente, y la temperatura medida del producto de reacción. El caudal del primer reactivo y/o del segundo reactivo seguidamente pueden ajustarse basándose en la primera y segunda diferencias de temperatura, o en ambas diferencias.

40 En otra realización, el aparato puede incluir un reactor, por ejemplo, un conducto, un recipiente, un mezclador en línea, o cualquier combinación de los mismos. Un primer conducto puede encontrarse en comunicación de fluidos con el reactor y puede configurarse una primera bomba para desplazar un primer reactivo por el primer conducto y hasta el interior del reactor. Un primer sensor de temperatura puede configurarse para medir la temperatura de un primer reactivo que fluye por el primer conducto. Un segundo conducto también puede encontrarse en comunicación de fluidos con el reactor. Una segunda bomba puede configurarse para desplazar un segundo reactivo por el segundo conducto y hasta el interior del reactor. Un segundo sensor de temperatura puede configurarse para medir la temperatura de un producto de reacción en la salida del reactor, o después de haber salido del reactor. Una unidad de control puede configurarse para determinar una diferencia de temperatura entre una temperatura medida por el primer sensor de temperatura y una temperatura medida por el segundo sensor de temperatura, y puede configurarse
45 para ajustar la primera bomba, la segunda bomba, o ambas, basándose en la diferencia de temperatura.

El aparato puede incluir, independientemente, como primer sensor de temperatura y segundo sensor de temperatura, sensores de termopar, termómetros de resistencia de platino, termistores, o una combinación de los mismos.

55 Durante el funcionamiento, el aparato puede estar en comunicación de fluidos con una fuente del primer reactivo, es decir, una solución de amonio. Un primer conducto puede proporcionar una comunicación de fluidos entre la fuente y el reactor. Una fuente del segundo reactivo, que comprende hipoclorito sódico, puede proporcionarse en comunicación de fluidos con un segundo conducto que, a su vez, se encuentra en comunicación de fluidos con el reactor. El aparato puede incluir además una tercera bomba configurada para bombear diluyente, tal como agua de dilución, por uno o
60 ambos del primer conducto y el segundo conducto. La unidad de control puede configurarse o programarse para mantener el funcionamiento de la tercera bomba y para detener el funcionamiento de la primera bomba, la segunda bomba, o ambas, en el caso de una condición de alarma.

El aparato puede incluir una o más alarmas o sistemas de alarmas. El aparato puede incluir una alarma configurada para ser activada por la unidad de control en el caso de que la unidad de control determine una diferencia de
65

temperatura inaceptable. Cada una de la primera bomba, la segunda bomba y, opcionalmente, la tercera bomba, pueden ser una bomba peristáltica.

5 El aparato puede incluir una interfaz gráfica de usuario configurada para que un usuario introduzca uno o más parámetros de procesamiento, por ejemplo, uno o más caudales, velocidades de bombas, cantidades de dosificación, temperaturas, diferenciales de temperatura o umbrales de temperatura. A título de ejemplo, la interfaz gráfica de usuario puede configurarse para que un usuario introduzca (1) un primer caudal de un primer reactivo, (2) un segundo caudal de un segundo reactivo, y (3) rangos aceptables de diferenciales de temperatura. Los diferenciales de temperatura pueden ser diferencias entre una temperatura medida por el primer sensor de temperatura y una temperatura medida por el segundo sensor de temperatura. La unidad de control puede configurarse para controlar la primera bomba basándose en el primer caudal introducido y para controlar la segunda bomba basándose en el segundo caudal introducido. La unidad de control puede configurarse para controlar una tercera bomba para diluyente, una o más válvulas, uno o más reguladores, una o más columnas de calibración, uno o más sistemas de calibración, una o más válvulas de cierre, uno o más umbrales, o cualesquiera combinaciones de los mismos.

15 El método de la presente invención puede proporcionarse para el funcionamiento seguro de los equipos para una reacción química. A fin de ejemplificar el método de la presente invención, el funcionamiento de los equipos para la generación in situ de monoclóramina está activado y puede realizarse mediante el control preciso de los caudales de agua de dilución, lejía y solución de amonio para que los reactivos entre en contacto mutuo en una proporción correcta. El contacto puede llevarse a cabo uniendo flujos de los reactivos entre sí en un conducto, mediante un mezclador estático en línea, dentro de un reactor o en un recipiente o contenedor similar. Una vez las velocidades de bomba, controles de flujo o ambos han sido configurados, el aparato puede regular los flujos de agua de dilución, lejía y amonio para proporcionar una mezcla deseada. Opcionalmente, los controles pueden configurarse correctamente en el caso de que se obtenga una proporción molar :1 de hipoclorito sódico a amonio, y el sistema de alimentación puede regular con precisión los flujos para mantener la proporción molar 1:1. Si se produce un suceso que altera estas condiciones de reacción, tal como una interrupción del flujo de agua de dilución, el aparato puede configurarse para pararse automáticamente de manera que se elimine la posibilidad de combinar la lejía y la solución de amonio en una proporción que pudiese llevar a una reacción incontrolada violenta.

20 Para la reacción de monoclóramina, en el caso de que la proporción molar de lejía a amonio exceda de 1:1, puede producirse un rápido incremento de temperatura del producto de reacción, respecto al primer o segundo reactivo, por ejemplo, un incremento de más de un grado centígrado o de varios grados centígrados. El aparato puede configurarse de manera que, en el caso de que se detecte un incremento de temperatura inaceptable, el aparato adopte medidas para controlar la reacción, active una alarma, o ambos. Opcionalmente, las bombas de alimentación química pueden ajustarse o cerrarse. Opcionalmente, el flujo de lejía, amonio, agua de dilución, o cualquier combinación de los mismos, puede independientemente incrementarse, reducirse o cerrarse. Opcionalmente, puede activarse un circuito de alarma. Puede implementarse una combinación de dichas etapas y alertas. Por ejemplo, las bombas de alimentación química pueden cerrarse y/o puede activarse una alarma.

30 El aparato puede configurarse de manera que un incremento de temperatura inaceptable pueda fluctuar con las condiciones, ser dependiente de las condiciones del reactor y/o depender de la temperatura inicial de uno o más reactivos, o depender de cualquier combinación de los mismos. Un incremento de temperatura inaceptable puede ser un incremento de temperatura de 1,1 grados centígrados o superior, un incremento de temperatura de 1,2 grados centígrados o superior, un incremento de temperatura de 1,3 grados centígrados o superior, un incremento de temperatura de 1,4 grados centígrados o superior, un incremento de temperatura de 1,5 grados centígrados o superior, un incremento de temperatura de 1,75 grados centígrados o superior, un incremento de temperatura de 2,0 grados centígrados o superior, un incremento de temperatura de 2,5 grados centígrados o superior, un incremento de temperatura de 3,0 grados centígrados o superior, o incluso un incremento de temperatura superior.

40 De manera similar, en el caso de que la proporción molar de lejía a amonio sea significativamente inferior a 1:1 en la reacción de monoclóramina descrita en la presente memoria, puede observarse una elevación de temperatura inferior a un grado centígrado. El aparato puede configurarse de manera que, si se detecta un incremento de temperatura inferior a un grado, el aparato puede adoptar medidas para controlar la reacción, activar una alarma, o ambos. Por ejemplo, las etapas pueden incluir ajustar o cerrar las bombas de alimentación química. El flujo de lejía, amonio y/o agua de dilución, o cualquier combinación de los mismos, pueden independientemente incrementarse, reducirse o pararse. Opcionalmente, puede activarse un circuito de alarma. Opcionalmente, puede implementarse una combinación de dichas etapas y alertas; por ejemplo, las bombas de alimentación química pueden cerrarse y/o puede activarse una alarma. En el caso de que el incremento de temperatura sea excesivamente pequeño, puede activarse un circuito de alarma para alertar al operador del error, que es diferente del circuito de alarma activado para un incremento de temperatura excesivamente elevado o rápido.

50 Opcionalmente, un incremento de temperatura significativamente inferior a un grado centígrado puede considerarse inaceptable. Un incremento de temperatura significativamente inferior a un grado centígrado puede ser un incremento de temperatura de sólo 0,9 grados centígrados o inferior, un incremento de temperatura de sólo 0,8 grados centígrados o inferior, un incremento de temperatura de sólo 0,7 grados centígrados o inferior, un incremento de temperatura de sólo 0,6 grados centígrados o inferior, un incremento de temperatura de sólo 0,5 grados centígrados o inferior, un

incremento de temperatura de sólo 0,25 grados centígrados o inferior, ningún incremento de temperatura o una reducción de temperatura.

5 El método de medición del diferencial de temperatura puede ofrecer varias ventajas respecto a técnicas alternativas. El diferencial de temperatura proporciona una indicación instantánea de una proporción incorrecta de reactivos, permitiendo adoptar una acción correctora antes de pueda desarrollarse un riesgo grave. El procedimiento de medición no requiere ninguna adición química, tal como titulantes o reactivos de revelado de color que resultan necesarios para muchos métodos existentes. Como resultado de estas ventajas, se reduce significativamente el mantenimiento rutinario. Al no presentar partes móviles de equipos de titulación o colorimétricos en línea, el aparato de la presente invención presenta menos modos de fallo y en consecuencia resulta más fiable que los sistemas actuales.

15 El método puede monitorizar el incremento de temperatura y utilizar el incremento de temperatura como parámetro de inducción en lugar de utilizar la temperatura absoluta del producto de reacción. De esta manera, la presente invención implica adquirir una medición de diferencial de temperatura. En la reacción ejemplar entre lejía y amonio para formar monoclóramina, puede medirse una primera temperatura en el punto en que se combina una solución de amonio con agua de dilución. Puede realizarse la medición de una segunda temperatura, en la que la lejía a continuación entra en contacto con la solución de amonio diluido o posteriormente a la misma. El contacto entre estos reactivos, y la segunda medición, pueden producirse en, o después de, un mezclador estático en línea o, por ejemplo, en un reactor. La diferencia entre la primera temperatura y la segunda temperatura puede determinarse electrónicamente y puede utilizarse para monitorizar y controlar las bombas de alimentación de reactivo/compuesto químico.

25 La temperatura del segundo reactivo, por ejemplo, la lejía en la reacción ejemplar descrita anteriormente, puede monitorizarse y considerarse al determinar si se ha producido un incremento o reducción de temperatura inaceptable. Si un reactivo se encuentra más caliente que otro reactivo, el producto de reacción entre los dos reactivos puede encontrarse a una temperatura que es intermedia entre las dos temperaturas. La temperatura del producto de reacción puede ser, de esta manera, más fría que la temperatura del reactivo más caliente. Ello puede ser el resultado a pesar del hecho de que ha tenido lugar una reacción exotérmica. De esta manera, en algunos casos, las temperaturas de dos o más reactivos se consideran y monitorizan al determinar los límites aceptables de incrementos o reducciones de temperatura para formar el producto de reacción.

30 A título de ejemplo de en qué caso puede resultar beneficioso monitorizar la temperatura de más de un reactivo, considérese una reacción entre una solución de amonio a 30°C y lejía a 26°C. La temperatura resultante de la mezcla de los dos podría esperarse que fuese de aproximadamente 27°C o 28°C en ausencia de una reacción exotérmica. La naturaleza exotérmica de la reacción entre estos reactivos, sin embargo, causaría que la temperatura de la mezcla de los dos reactivos, es decir, el producto de reacción, se elevase y fuese algo más elevada, por ejemplo de aproximadamente 29°C. De esta manera, el producto de reacción (monoclóramina) se encuentra a una temperatura que es inferior a la temperatura de uno de los reactivos (la solución de amonio). De esta manera, dependiendo de las temperaturas de más de un reactivo, resulta posible que la temperatura del producto de reacción sea inferior a la temperatura de uno de los reactivos a pesar de que tiene lugar una reacción exotérmica.

40 Tal como puede observarse a partir de lo anterior, de esta manera puede resultar deseable llevar las temperaturas de los reactivos hasta el equilibrio, es decir, a la misma temperatura, antes de que se pongan en contacto, de manera que puedan evitarse las consideraciones indicadas de manera general anteriormente y sólo se utilicen dos temperaturas para determinar el diferencial de temperatura.

45 Los puntos de inyección de la solución de amonio y de la lejía pueden invertirse, de manera que la lejía se diluya en primer lugar y se realice en ese punto la medición de la temperatura inicial. De manera similar, las soluciones de lejía y amonio pueden diluirse separadamente y puede medirse la elevación de temperatura que se produce al combinar las dos soluciones diluidas. En un ejemplo, pueden utilizarse sensores de termopar para medir las temperaturas de las soluciones. Debe entenderse que también pueden utilizarse otros sensores electrónicos de temperatura. Pueden utilizarse termómetros de resistencia de platino (TRP) o termistores, por ejemplo, en el caso de que se desee o requiera resolución o precisión adicional.

50 El método puede utilizarse para proporcionar sistemas seguros y fiables para generar volúmenes relativamente pequeños de soluciones de monoclóramina (2,25 a 4,5 kg de NH_2Cl /día) para el tratamiento de agua u otras aplicaciones. El método puede utilizarse para producir productos para el tratamiento industrial del agua, el tratamiento de agua de refrigeración, el tratamiento de influentes/efluentes, en sistemas de ósmosis inversa, en el tratamiento de aguas de proceso, en el tratamiento de materiales de pulpa y papel, en la desinfección de agua potable, en la desinfección de aplicaciones de procesamiento alimentario y generalmente en cualquier procedimiento industrial que implica una reacción química endotérmica o exotérmica.

60 En referencia a los dibujos adjuntos, la fig. 1 es un diagrama de flujo esquemático de un ejemplo de un generador de monoclóramina de volumen pequeño. Aunque posteriormente se ejemplifica un generador de volumen pequeño, generadores de volumen grande o de volumen grande pueden implementar los métodos de la presente invención. El mismo generador, o un generador y configuración similares, pueden utilizarse para monitorizar y controlar otras reacciones, de acuerdo con la presente invención. Tal como se muestra en la fig. 1, el agua de dilución o el agua de

reposición procedente de una fuente interna de agua puede hacerse que fluya por un regulador de presión 18, una válvula antirretorno 20, una válvula de aguja 26 y un caudalímetro en línea 28 en camino a un conmutador de flujo 24. Estos componentes pueden utilizarse para controlar con precisión el flujo de agua dilución hacia una conexión en T 60. Una fuente de una solución de amonio puede almacenarse en un tanque de almacenamiento químico 44 que se sitúa dentro de un segundo tanque de contención química 42. Una solución de amonio de un tanque de almacenamiento químico 44 puede salir del tanque por una válvula de tanque químico 46 y pasar por una conexión en T 30 en camino a una bomba dosificadora 38. La bomba dosificadora 38 puede estar contenida dentro de un recipiente secundario de bomba 50. Una línea de escape de bomba 48 puede proporcionarse en comunicación de fluidos con una bomba dosificadora 38 y un tanque de almacenamiento químico 44 para completar un bucle de inicio entre un tanque de almacenamiento químico 44 y una bomba dosificadora 38. La conexión en T 30 también puede encontrarse en comunicación de fluidos con una columna de calibración 36 por una válvula de bola 40. La columna de calibración 36 puede utilizarse para calibrar la bomba dosificadora 38.

La solución de amonio puede bombearse con una bomba dosificadora 38 a través de una válvula antirretorno 22 y por una conexión en T 60, donde la solución de amonio puede ponerse en contacto y resultar diluida con agua de reposición. La temperatura de la solución de amonio diluida posterior a la conexión en T 60 puede medirse con un termopar de doble salida 62 (recubierto con perfluoroalcoxi) situado inmediatamente después de la conexión en T 60. El termopar 62 puede utilizarse para alcanzar la primera temperatura indicada en la presente memoria. Después del termopar 62 y la conexión en T 60 se encuentra un mezclador estático en línea 64 que está configurado para mezclar a fondo la solución de amonio con el agua de dilución.

Tal como también se muestra en la fig. 1, un suministro de lejía almacenado en un tanque de almacenamiento químico 45 puede dirigirse para fusionarse con la solución de amonio diluido en una conexión en T 61. El tanque de almacenamiento químico 45 se encuentra contenido dentro de un tanque de contención química secundario 43. La lejía del tanque de almacenamiento químico interno 45 puede fluir a través de una válvula de tanque químico 47 a una conexión en T 31 y de una conexión en T 31 a una bomba dosificadora 39. La bomba dosificadora 39 se encuentra contenido dentro de un recipiente secundario de bomba 51. Se proporciona una línea de escape de bomba 49 en comunicación de fluidos con la bomba dosificadora 39 y tanque de almacenamiento químico 45 para completar un bucle de inicio para la bomba dosificadora 39. Se proporciona una columna de calibración 37 en comunicación de fluidos con la conexión en T 31 a través de una válvula de bola 41 y puede utilizarse para calibrar la bomba dosificadora 39 u otros aspectos del generador. A partir de la bomba dosificadora 39, la lejía puede dirigirse hacia y a través de la válvula antirretorno 23 hasta una conexión en T 61, donde entra en contacto con la solución de amonio diluida.

Tal como puede observarse en la fig. 1, la solución de amonio diluida y la lejía pueden hacerse que entren en contacto en la conexión en T 61 y fluyan juntas hacia y a través de un mezclador estático en línea 65. El mezclador estático en línea 65 puede garantizar que la solución de amonio diluida y la lejía se mezclen a fondo entre sí. Aunque la reacción entre la solución de amonio diluida y la lejía pueden iniciarse en cuanto estos reactivos entren en contacto mutuo en la conexión en T 61, la mezcla a fondo en el mezclador estático en línea 65 facilita una mezcla homogénea de los reactivos, maximiza el rendimiento del producto de reacción y garantiza una medición más exacta de la temperatura corriente abajo. Corriente abajo del mezclador en línea estático 65, aunque antes de que el producto de reacción salga del generador, la temperatura del producto de reacción se mide con un termopar de doble salida 63.

El generador mostrado en la fig. 1 también se proporciona con una unidad de control o controlador 52 que se encuentra operablemente conectado con muchos componentes del generador. La unidad de control 52 está configurada para controlar la velocidad de las bombas dosificadoras 38 y 39 y las diversas válvulas y reguladores utilizados para controlar el flujo del agua de dilución. El controlador 52 puede encontrarse en comunicación eléctrica con los termopares 62 y 63 y puede configurarse para recibir señales de temperatura procedentes de los termopares 62 y 63. El controlador 52 puede incluir un procesador que puede determinarse la diferencia entre una temperatura detectada por el termopar 63 y una temperatura detectada por el termopar 62 y puede utilizarse la diferencia de temperatura para mantener, ajustar o cerrar la velocidad de la bomba dosificadora 38, la bomba dosificadora 39, o ambos. Las temperaturas detectadas por el termopar 62 y el termopar 63 pueden ser utilizadas por el controlador 52 para determinar un diferencial de temperatura y controlar una o más válvulas de tanque químico 46 y 47, válvulas antirretorno 20, 22 y 23, válvula de aguja 26, caudalímetro en línea 28, conmutador de flujo 24, válvulas de bola 40 y 41 y mezclador estáticos en línea 64 y 65. Pueden establecerse conexiones operables entre controlador 52 y cualquiera o la totalidad de dichos componentes. El caudalímetro en línea 28 puede encontrarse en comunicación eléctrica con el controlador 52 y una señal de flujo generada por el caudalímetro en línea 28 puede ser utilizada por el controlador 52 para controlar uno o más componentes del generador. El generador de volumen pequeño ilustrado en la fig. 1 presenta gran flexibilidad y puede utilizarse para llevar a cabo muchas reacciones químicas aparte de la reacción de monocloramina ejemplificada en detalle en la presente memoria.

La fig. 2 es un gráfico que demuestra que, al utilizar una proporción apropiada de lejía a amonio y, de esta manera, una proporción molar apropiada de cloro a nitrógeno, resulta una elevación de temperatura de aproximadamente un grado centígrado. La fig. 2 también muestra que a proporciones molares superiores a 1:1, resultan incrementos de temperatura mucho más rápidos. El control preciso de la proporción molar de reactivos puede ser importante en el control de una reacción deseada. El control preciso se proporciona mediante la utilización del método y aparato de la presente invención.

Las figs. 3A-3G son diagramas esquemáticos de un esquema de control para controlar un generador de volumen pequeño útil en la producción de monoclóramina, según un ejemplo de la presente invención. Puede integrarse un esquema de control de tres partes en los controles del aparato. Dicho esquema de control puede evitar que se produzca una situación potencialmente peligrosa. El esquema de control de tres partes puede incluir: control 1 - monitorización de temperatura de doble salida redundante; control 2 - conmutador de flujo de agua de reposición, y control 3 - indicadores de temperatura baja. Se muestra un ejemplo de dicho esquema de control en los circuitos eléctricos ilustrados en las figs. 3A-3G. La circuitería mostrada puede utilizarse para controlar el aparato mostrado en la fig. 1.

Las figs. 3A-3G son diagramas esquemáticos de un esquema de control que resulta útil, por ejemplo, en un generador de volumen pequeño para la producción de monoclóramina a partir de lejía, una solución de amonio y agua de dilución (de reposición). El primer elemento de control del esquema de control mostrado en las figs. 3A-3G implica la monitorización de temperatura de doble salida redundante. La fig. 3A muestra una parte del esquema de control que incluye un circuito con una línea de bloque de control 66 y una línea de bloque terminal 68 ejemplar de las líneas respectivas que están cableadas con las líneas del bloque de control (LBC) y las líneas de bloque terminal (LBT) mostradas en las figs. 3B-3G. El esquema de control incluye dos grupos (70 mostrados en la fig. 3C y 72 mostrada en la fig. 3D) de termopares de tipo K recubiertos con perfluoroalcoxi (PFA) de detección doble 74, 76, 78, 80. Cada termopar está cableado en serie con un controlador de proceso Omega 82, 84 (también mostrado en las figs. 3C y 3D) de Omega Engineering, Inc., de Stamford, Connecticut. Cada controlador 82, 84 presenta un control independiente de las bombas de alimentación química, de manera que cualquier controlador 82, 84 determina una condición no segura bajo la que las bombas de alimentación química pueden cerrarse. Tal como se observa en la fig. 3B, los controladores 82, 84 están cableados con relés de enclavamiento 82, 84 a partir de los que se cablea la línea de salida de potencia con el relé de enclavamiento 86. El relé de enclavamiento 86 está controlado por el conmutador de flujo 90, que detectará una condición de flujo bajo del agua de dilución. De esta manera, la línea de salida de potencia 88 para alimentar las bombas de alimentación química (mostradas en la fig. 3B) se cablea mediante el relé de enclavamiento 82 (controlado por el controlador de proceso Omega 82 mostrado en la fig. 3C), mediante el relé de enclavamiento 84 (controlado por el controlador de proceso Omega 84 mostrado en la fig. 3D) y mediante el relé de enclavamiento 86 (controlado por el conmutador de flujo de agua de dilución 90).

El esquema de control puede indicar el estado de funcionamiento de las bombas químicas. El hecho de que las bombas químicas estén activadas o no puede indicarse mediante una luz ON 92 de las bombas químicas y una luz OFF 94 de las bombas químicas, las cuales están cableadas con las bombas químicas y con un relé de enclavamiento 96, tal como se muestra en la fig. 3E.

Por lo tanto, las tomas y circuitos eléctricos se muestran en las figs. 3F y 3G, al igual que las líneas y conmutadores cableados con las tomas. Tal como se muestra en la fig. 3F, la toma de bomba 97 para accionar la bomba de solución de amonio, ilustrada como toma de bomba 1215, está cableada con un conmutador 98 que, a su vez, está cableado con la línea 100 de la placa de terminales A4. La toma de bomba 99 para accionar la bomba de lejía, ilustrada como toma de lejía, está cableada con un conmutador 102 que, a su vez, está cableado con la línea 104 de la placa de terminales A4. Tal como se muestra en la fig. 3G, la toma de bomba 105 para accionar la bomba de agua, ilustrada como toma de bomba de agua, no se encuentra cableada con un conmutador. La fig. 3 muestra que la toma de bomba 105, que también sirve para accionar la bomba de lejía, está cableada con un conmutador 106 que, a su vez, está cableado con la línea de bloque terminal 108.

Los termopares monitorizan el incremento o diferencial de temperatura entre dos puntos de alimentación química, y para el esquema de la reacción de monoclóramina mostrado, los puntos de alimentación son los sitios en donde se diluye una solución de amonio con agua de dilución y donde la lejía entra en contacto con la solución de amonio diluida. Si el incremento de temperatura se extiende más allá del punto de ajuste programado por el usuario, los controladores 82, 84 desactivarán ambas bombas de alimentación química, manteniendo simultáneamente la bomba de activación de agua de reposición. Ello permite que el agua de reposición continúe fluyendo y lavando cualquier compuesto químico peligroso presente en el reactor o conductos de reacción, y en mezcladores estáticos en línea. Un operador puede reiniciar manualmente las bombas químicas una vez ya están aseguradas para el funcionamiento correcto. Utilizando dicha configuración, si un controlador 82, 84 o un termopar 74, 76, 78, 80 fallaran, el otro controlador 82, 84 todavía podría proporcionar condiciones de seguridad en caso de que el incremento de temperatura fuese indicativo de condiciones de proceso inseguras.

El segundo elemento de control del esquema de control mostrado en las figs. 3A-3G implica la utilización de un conmutador de flujo de agua de reposición 90, tal como se muestra en la fig. 3B. El conmutador de flujo 90 puede montarse en la toma de agua de reposición y cablearse con el relé de enclavamiento 86. En el caso de que el flujo de agua de reposición caiga a un nivel inferior a un punto de ajuste programado por el usuario mínimo, o deje de fluir por completo, el conmutador de flujo 90 activaría un relé de enclavamiento 86, trasladando de esta manera energía a las bombas de alimentación química. Un operador puede reiniciar el aparato manualmente una vez ya están aseguradas para el funcionamiento correcto.

El tercer elemento de control del esquema de control mostrado en las figs. 3A-3G implica la utilización de luces

5 indicadoras de baja temperatura 92, 94, mostradas en los circuitos de las figs. 3C y 3D. En el caso de que se mezclen dos reactivos químicos en la proporción molar correcta, el incremento de temperatura entre los dos puntos de alimentación se espera que se encuentre dentro de determinados parámetros. Si el diferencial de temperatura cae a un nivel inferior a dichos parámetros, una o ambas luces indicadoras de baja temperatura 92, 94 se encenderán, alertando de esta manera al operador de que la unidad no está funcionando óptimamente. El aparato puede configurarse de manera que las luces indicadoras de baja temperatura 92, 94 se apaguen en el caso de que una de las bombas de alimentación química funcione incorrectamente, en el caso de que el caudal de agua de reposición sea excesivo, o bajo cualquiera de las condiciones. En general, la unidad de control puede incluir una o más luces indicadoras de baja temperatura configuradas para encenderse en el caso de que cualquier bomba química no funcione correctamente o en el caso de que el caudal de agua de reposición exceda un nivel umbral. El nivel umbral puede ser fijado por un operador mediante una interfaz gráfica de usuario que puede ser una parte de la unidad de control.

15 El aparato puede configurarse adicionalmente de manera que, en el caso de que una o ambas luces indicadoras de baja temperatura 92, 94 se encienda, no se desactive la alimentación eléctrica a las bombas de alimentación química si un diferencial de temperatura bajo no resulta inherentemente peligroso mientras se está llevando a cabo la reacción. Si una de las bombas química fallara o el flujo de agua de reposición se incrementase en exceso, podría ser mejor alimentar uno de los reactivos como biocida o en forma de una mezcla de producto más diluida. El operador todavía podría ser alertado de que la unidad no está funcionando correctamente, aunque el resultado puede resultar más deseable que desactivar las bombas por completo.

25

REIVINDICACIONES

1. Método de control de una reacción química exotérmica, que comprende:
 - 5 medir una temperatura de un primer reactivo que fluye a un primer caudal, seguidamente poner en contacto el primer reactivo con un segundo reactivo que fluye a un segundo caudal, produciendo la puesta en contacto bajo condiciones que causan que el primer y segundo reactivos reaccionen entre sí en una reacción química exotérmica y formen un producto de reacción, en la que el primer reactivo comprende amonio, el segundo reactivo comprende hipoclorito sódico, y el producto de reacción comprende monoclóramina,
 - 10 medir la temperatura del producto de reacción en, o corriente abajo de un mezclador en línea estático o en un reactor,
 - determinar la diferencia de temperatura entre la temperatura medida del primer reactivo y la temperatura medida del producto de reacción,
 - 15 ajustar el caudal de por lo menos uno de primer reactivo y segundo reactivo si la diferencia de temperatura alcanza una diferencia de temperatura predeterminada, y
 - combinar el producto de reacción con una fuente de agua industrial, agua de proceso, agua de torre de refrigeración, agua potable o pulpa y materiales de papel.
- 20 2. Método según la reivindicación 1, que comprende además preparar el primer reactivo mediante dilución de una solución de amonio con agua de dilución, en el que la temperatura del primer reactivo se mide en el punto en que la solución de amonio se pone en contacto con el agua de dilución.
- 25 3. Método según la reivindicación 1, en el que el primer reactivo fluye por un primer conducto, el segundo reactivo fluye por un segundo conducto, el primer y segundo conductos se encuentran, cada uno, en comunicación de fluidos con un reactor, y el contacto se produce en el reactor.
- 30 4. Método según la reivindicación 3, en el que el primer reactivo es una solución de amonio diluida, el segundo reactivo es hipoclorito sódico y el reactor está configurado para producir no más de diez libras (4,5 kg) de monoclóramina al día.
- 35 5. Método según la reivindicación 1, en el que la diferencia de temperatura es de 10,0°C o inferior.
- 40 6. Método según la reivindicación 1, que comprende además determinar que la diferencia de temperatura está fuera de un rango que presenta un valor máximo y un valor mínimo de la diferencia de temperatura y activar una alarma que indica que la diferencia de temperatura está fuera del rango.
- 45 7. Método según la reivindicación 1, que comprende además determinar que la diferencia de temperatura es superior a un valor máximo y activar una primera alarma que indica que la diferencia de temperatura es superior al valor máximo.
- 50 8. Método según la reivindicación 7, que comprende además determinar que la diferencia de temperatura es inferior a un valor mínimo y activar una segunda alarma, que difiere de la primera alarma, que indica que la diferencia de temperatura es inferior al valor mínimo.
9. Método según la reivindicación 1, que comprende además medir la temperatura del segundo reactivo, determinar una segunda diferencia de temperatura entre la temperatura medida del segundo reactivo y la temperatura medida del producto de reacción, y ajustar el caudal de por lo menos uno de primer reactivo y segundo reactivo si la segunda diferencia de temperatura alcanza una diferencia de temperatura predeterminada.

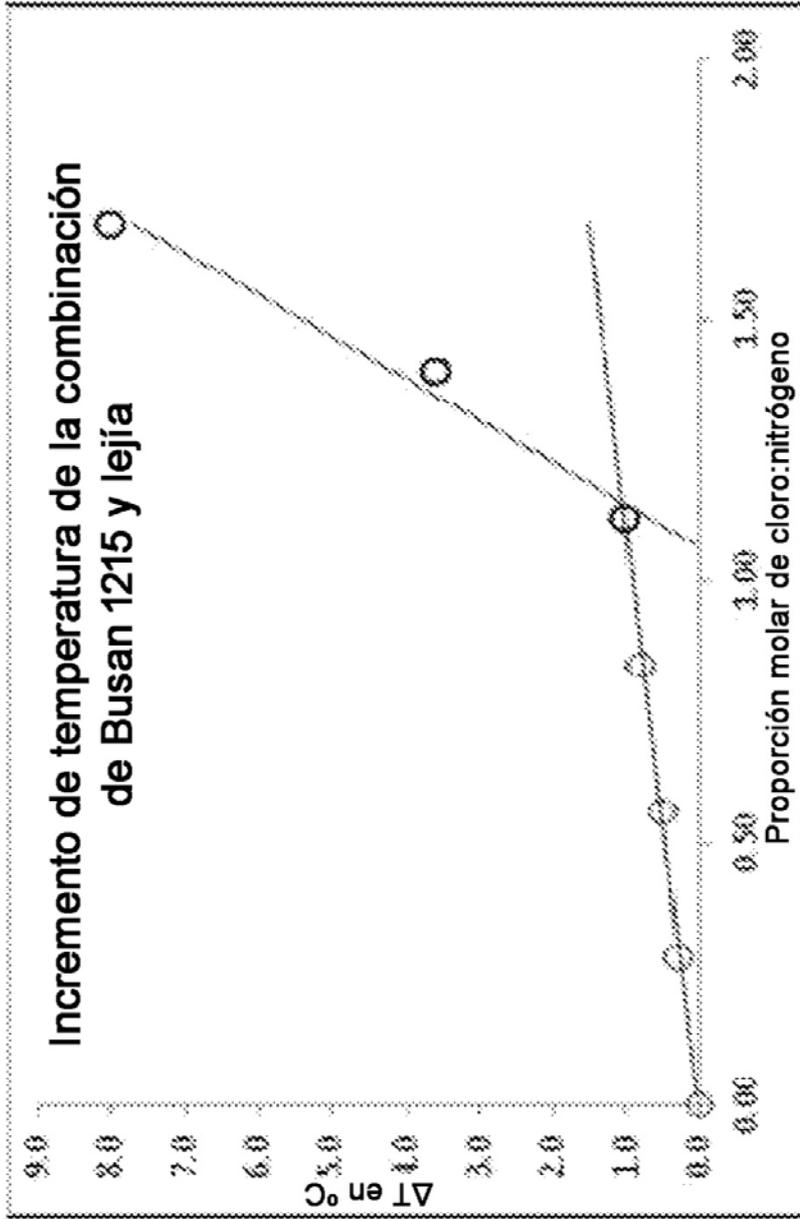


FIG. 2

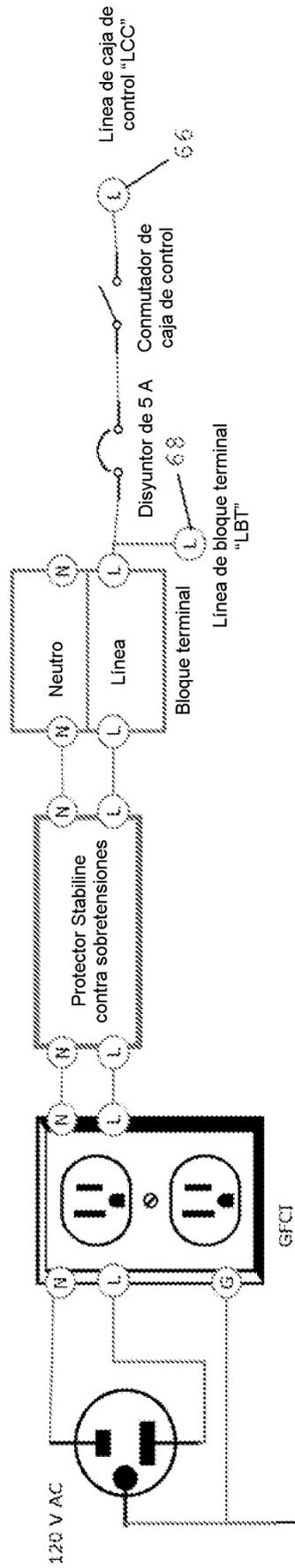


FIG. 3A

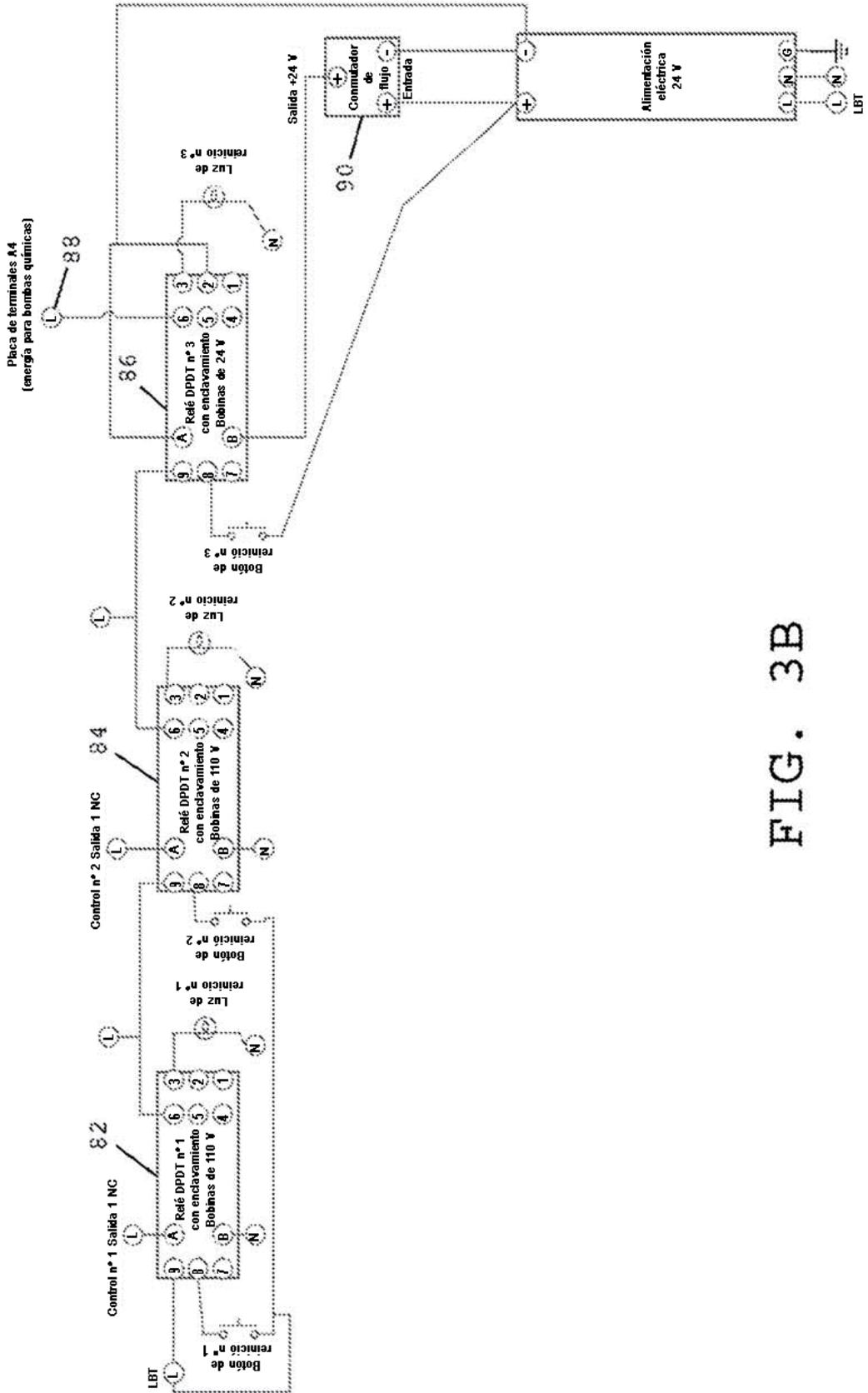


FIG. 3B

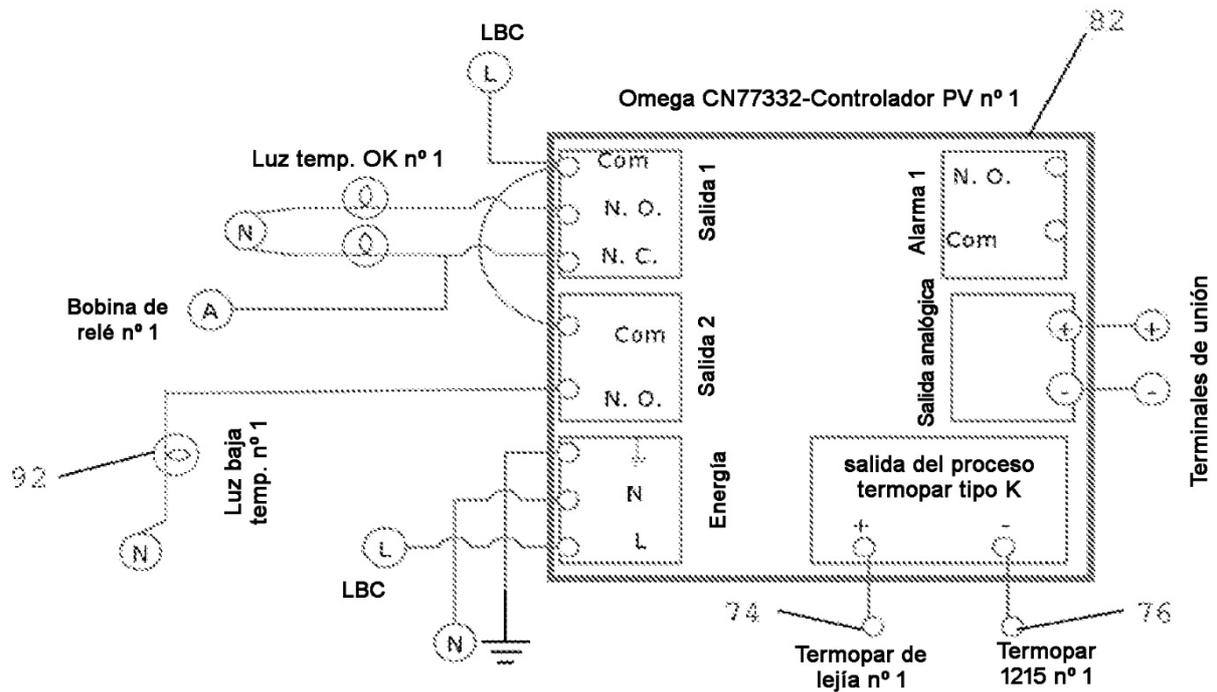


FIG. 3C

70

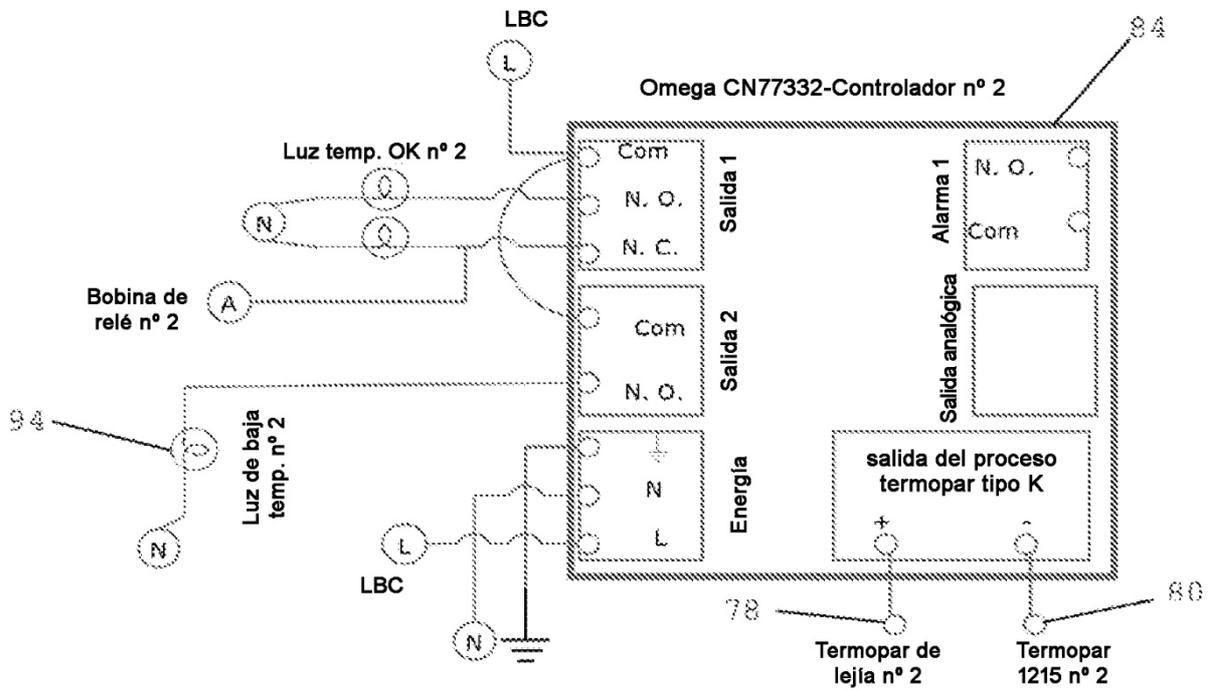


FIG. 3D

72

