



No. 14-061575- -00000-0000

Fecha: 2014-03-21 14:09:30 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 6

1



Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA

DELEGATURA DE PROPIEDAD INDUSTRIAL DIRECCIÓN DE NUEVAS CREACIONES

SOLICITUD DE PATENTE DE INVENCION

TITULO: DISPOSITIVO Y MÉTODO PARA PREPARAR UNA SOLUCIÓN
ACUOSA DILUIDA DE ÁCIDO PEROXIMONOSULFÚRICO

SOLICITANTE: EVONIK DEGUSSA GmbH

DIRECCIÓN: Rellinghauser Straße 1-11 45128 Essen, Alemania

APODERADO: CARLOS R. OLARTE

BOGOTÁ 21 de marzo de 2014

OLARTEMOIRE

OLARTE MOURE I

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 14-081575- -00000-0000

Fecha: 2014-03-21 14:09:30 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios 6

PETITORIO - FORMULARIO ÚNICO DE SOLICITUD

PATENTE PCT

ENTRADA EN FASE NACIONAL

P2014/000047

SOLICITUD DE:

1

☒

Patente de Invención.

☐

Patente de Modelo de Utilidad.

☒

Capítulo I.

☐

Capítulo II.

2

SOLICITANTE
(71)

Nombre: EVONIK DEGUSSA GmbH

Dirección: Rellinghauser Straße 1-11 45128
Essen, Alemania

Nacionalidad o Domicilio: Alemania

Lugar de Constitución: Alemania

Teléfono: _____

Fax: _____

E-mail: _____

IDENTIFICACIÓN

C.C. ☐ NIT ☐

C.E. ☐ Otro ☐

Cual _____

Número _____

REPRESENTANTE
O APODERADO

Nombre: CARLOS R. OLARTE

Dirección: Carrera 5 No. 34-03 Bogotá,
Colombia

Teléfono: 601-7700 Fax: 601-7799

E-mail: office@olartemoure.com

IDENTIFICACIÓN

C.C. ☒ NIT ☐

C.E. ☐ Otro ☐

Cual _____

Número 79.782.747Bta
TP 74.295

INVENTOR (ES)
(72)

Nombre: VER PAGINA ADJUNTA.

Dirección: VER PAGINA ADJUNTA.

Nacionalidad o Domicilio: VER PAGINA ADJUNTA.

5

PCT (86)

Solicitud Internacional No. PCT/EP2012/068391 Fecha Septiembre 19, 2012

Publicación Internacional No. WO 2013/041546 Fecha Marzo 28, 2013

6

Título(54) DISPOSITIVO Y MÉTODO PARA PREPARAR UNA SOLUCIÓN ACUOSA
DILUIDA DE ÁCIDO PEROXIMONOSULFÚRICO

Clasificación Internacional (51) B01J 19/24, B01J 14/00, C01B 15/06

Prioridad

SI ☒ NO ☐

(33) País de Origen

EP

(32) Fecha

Septiembre 21, 2011

(31) Número de Solicitud

11182103.9

9

Comprobante de pago No. 14-

Fecha _____

10

ANEXOS

☒

Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud.

☐

Documento que acredita la existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona jurídica.

☒

Poderes, si fuere el caso.

☐

Documento de cesión del inventor al solicitante o a su causante.

☐

Declaraciones. Declaración bajo la Regla 4.17 (ii) del PCT.

☒

Copia de la solicitud internacional. (Resumen, descripción, reivindicaciones, dibujos).

☒

Traducción de la solicitud internacional al castellano. (Resumen, descripción, reivindicaciones, dibujos).

☐

Copia del examen preliminar internacional efectuado por la Autoridad Internacional de Examen Preliminar (IPEA).

☐

Traducción del examen preliminar internacional efectuado por la IPEA.

☐

De ser el caso, copia del contrato de acceso.

☐

De ser el caso, documento que acredite la licencia o autorización de uso de conocimientos tradicionales de las comunidades indígenas.

☐

De ser el caso, certificado de depósito del material biológico.

☐

Arte final 12 x 12.

☐

De ser el caso, información sobre otras solicitudes de patente o títulos obtenidos en el extranjero por el mismo titular o su causante, relacionadas parcial o totalmente con la invención de esta solicitud.

☐

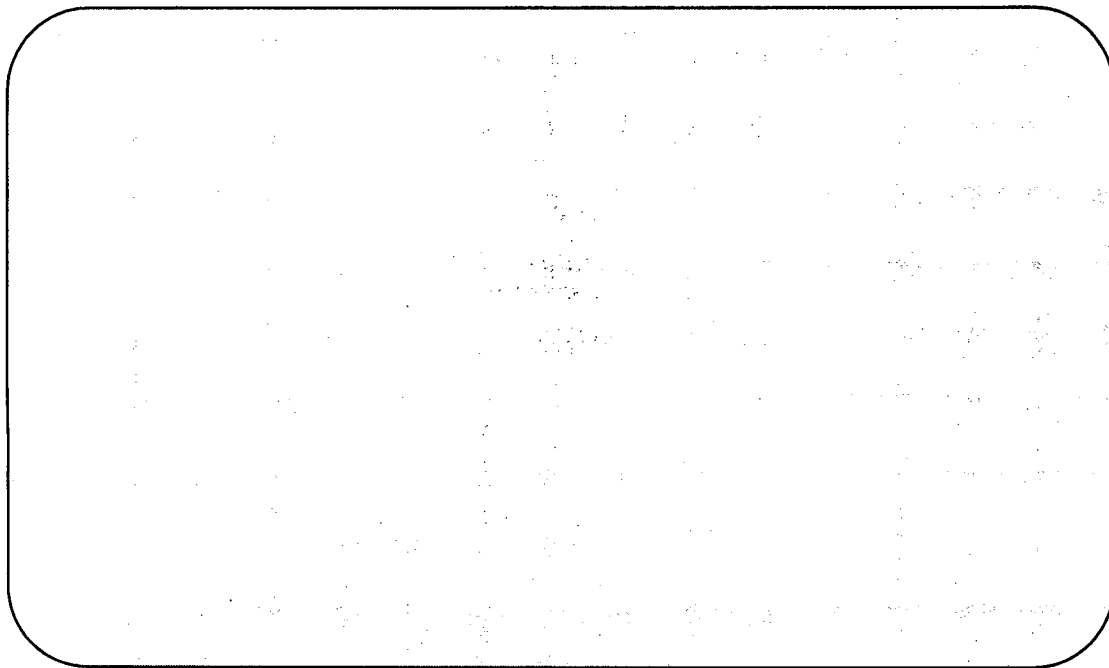
De ser el caso, modificaciones efectuadas a la solicitud internacional.

☒

Otros. Búsqueda Internacional

11

FIGURA CARACTERÍSTICA:



12

Solicito la concesión de la patente,

NOMBRE: CARLOS R. OLARTE

FIRMA:

C.C. 79.782.747 Btá T.P. 74.295

LISTA DE INVENTORES

PCT/EP2012/068391

Peter STESEL

98 Mountbatten Place, Dinsdale
Hamilton 3204
Nueva Zelanda
Nacionalidad: Neozelandés

Darren TOWNSEND

9 Victoria Ave,
Morrinsville,
Morrinsville 3300
Nueva Zelanda
Nacionalidad: Neozelandés

Thomas BARRATT

1 Omokoroa Road,
Omokoroa 3114
Nueva Zelanda
Nacionalidad: Neozelandés

 Industria y Comercio SUPERINTENDENCIA		PLANILLA DE RADICACIÓN - DIGITALIZACIÓN DIARIA RELACIÓN DE ANEXOS	
Dependencia: 2020		Fecha: 14/ 3/ 21/ AAAA MM DD	
		Recorrido: 3	
Tipo de Radicación: Entrada: ☒ Salida: ☐ Traslado: ☐ Convenio: ☐			
Radicador:		Planilla:	

ID	No. Radicación	Consecutivo	Item
1	14-061575	0	7
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
11			
12			
13			
14			
15			
16			
17			

Item	Unidad de Conservación
1	Bolsa
2	Caja
3	Libro
4	Sobre
5	Tomo
6	Otro
Item	Soporte Documental
☒	CD X
8	Disquete
9	DVD
10	Folleto
11	Foto
12	Periódico
13	Plano
14	Publicación Periódica
15	USB
16	Otro

Observaciones:

El CD Anexo contiene un total de 7 Archivos.
 7 en formato pdf, los cuales fueron procesados.

insolita

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800.176.089-2

-/-



Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA

RECIBO DE CAJA

No. 14 - 0029534

Bogotá D.C., Marzo 17 de 2014 - 13:53:00

RECIBIDO DE : OLARTE MOURE & ASOCIADOS

NI 830.122.870

*** Soporte del Pago ***

TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	VR PAGO
CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	609953573	14/03/2014	17.818.250.00

*** Conceptos Pagados ***

CANT	RENTISTICO	CONCEPTO	Vr. UNDITARIO	Vr. CONCEPTO
1	50005-01-01 SOLICITUDES	1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE INVENCIÓN	515.000.00	515.000.00
				\$515.000.00

SON: **QUINIENTOSQUINCE MIL PESOS MONEDA CORRIENTE**

Responsable: _____

Recibo de Caja Aplicado al Expediente No. _____

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 14-061575- -00000-0000

Fecha: 2014-03-21 14:09:30 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 6

Sede Centro: Carrera 13 No. 27 - 00 Pisos 3,4,5 y 10 Bogotá, D.C.- Colombia

Web: www.sic.gov.co e-mail: info@sic.gov.co Conmutador: (571) 5870000 Fax: (571) 5870284 Línea: 018000-910165 Call Center: (571) 6513240

Marzo 17 de 2014 - 13:57:32



No. 14-061575- -00000-0000

ES

Fecha: 2014-03-21 14:09:30 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 5/6

PATENTE DE INVENCION ☐

MO.

/00

- ☐ Indicación que se solicita una patente.
 - ☐ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
 - ☐ Descripción de la invención
 - ☐ Dibujos de ser estos pertinentes
 - ☐ Comprobante de pago de las tasas establecidas (De ser el caso formato de descuento)
- Completa ☐ Incompleta ☐

PATENTE DE INVENCION PCT ☐

MODELO DE UTILIDAD PCT ☐

Art.33 Decisión 486/00, Circular Única

- ☐ Indicación que se solicita una PCT
 - ☐ Copia de la solicitud en español, tal como fue presentada inicialmente (capítulo descriptivo, reivindicatorio, resumen)
 - ☐ Dibujos de ser estos pertinentes
 - ☐ Comprobante de pago de las tasas establecidas (de ser el caso formato de descuento)
- Completa ☐ Incompleta ☐

DISEÑO INDUSTRIAL ☐

(Art. 119 Decisión 486/00)

- ☐ Indicación que se solicita Diseño industrial
 - ☐ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
 - ☐ Representación gráfica y fotográfica del Diseño industrial o muestra del material que incorpora el diseño
 - ☐ Comprobante de pago de las tasas establecidas
- Completa ☐ Incompleta ☐

ESQUEMA DE TRAZADO ☐

(Art. 92 Decisión 486/00)

- ☐ Indicación que se solicita un esquema de trazado
 - ☐ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
 - ☐ Representación gráfica de un esquema de trazado
 - ☐ Comprobante de pago de las tasas establecidas
- Completa ☐ Incompleta ☐



Espacio reservado para el adhesivo de radicación.

PETITORIO - FORMULARIO ÚNICO DE SOLICITUD
PATENTE PCT
ENTRADA EN FASE NACIONAL

P2014/000047

SOLICITUD DE:

1

☒

Patente de Invención.

☐

Patente de Modelo de Utilidad.

☒

Capítulo I.

☐

Capítulo II.

2

SOLICITANTE
(71)

Nombre: EVONIK DEGUSSA GmbH

Dirección: Rellinghauser Straße 1-11 45128
Essen, Alemania

Nacionalidad o Domicilio: Alemania

Lugar de Constitución: Alemania

Teléfono: _____

Fax: _____

E-mail: _____

IDENTIFICACIÓN

C.C. ☐ NIT ☐

C.E. ☐ Otro ☐

Cual _____

Número _____

REPRESENTANTE
O APODERADO

Nombre: CARLOS R. OLARTE

Dirección: Carrera 5 No. 34-03 Bogotá,
Colombia

Teléfono: 601-7700 Fax: 601-7799

E-mail: office@olartemoure.com

IDENTIFICACIÓN

C.C. ☒ NIT ☐

C.E. ☐ Otro ☐

Cual _____

Número 79.782.747Bta
TP 74.295

INVENTOR (ES)
(72)

Nombre: VER PAGINA ADJUNTA.

Dirección: VER PAGINA ADJUNTA.

Nacionalidad o Domicilio: VER PAGINA ADJUNTA.

5

PCT (86)

Solicitud Internacional No. PCT/EP2012/068391 Fecha Septiembre 19, 2012

Publicación Internacional No. WO 2013/041546 Fecha Marzo 28, 2013

6

Título(54) **DISPOSITIVO Y MÉTODO PARA PREPARAR UNA SOLUCIÓN ACUOSA DILUIDA DE ÁCIDO PEROXIMONOSULFÚRICO**

Clasificación Internacional (51) B01J 19/24, B01J 14/00, C01B 15/06

Prioridad

SI ☒ NO ☐

(33) País de Origen

EP

(32) Fecha

Septiembre 21, 2011

(31) Número de Solicitud

11182103.9

9

Comprobante de pago No. 14-

Fecha

10

ANEXOS

☒

Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud.

☐

Documento que acredita la existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona jurídica.

☒

Poderes, si fuere el caso.

☐

Documento de cesión del inventor al solicitante o a su causante.

☐

Declaraciones. Declaración bajo la Regla 4.17 (ii) del PCT.

☒

Copia de la solicitud internacional. (Resumen, descripción, reivindicaciones, dibujos).

☒

Traducción de la solicitud internacional al castellano. (Resumen, descripción, reivindicaciones, dibujos).

☐

Copia del examen preliminar internacional efectuado por la Autoridad Internacional de Examen Preliminar (IPEA).

☐

Traducción del examen preliminar internacional efectuado por la IPEA.

☐

De ser el caso, copia del contrato de acceso.

☐

De ser el caso, documento que acredite la licencia o autorización de uso de conocimientos tradicionales de las comunidades indígenas.

☐

De ser el caso, certificado de depósito del material biológico.

☐

Arte final 12 x 12.

☐

De ser el caso, información sobre otras solicitudes de patente o títulos obtenidos en el extranjero por el mismo titular o su causante, relacionadas parcial o totalmente con la invención de esta solicitud.

☐

De ser el caso, modificaciones efectuadas a la solicitud internacional.

☒

Otros. Búsqueda Internacional

11

FIGURA CARACTERÍSTICA:

12

Solicito la concesión de la patente,

NOMBRE: CARLOS R. OLARTE

FIRMA: _____

C.C. 79.782.747 Btá T.P. 74.295

LISTA DE INVENTORES

PCT/EP2012/068391

Peter STESEL

98 Mountbatten Place, Dinsdale
Hamilton 3204
Nueva Zelanda
Nacionalidad: Neozelandés

Darren TOWNSEND

9 Victoria Ave,
Morrinsville,
Morrinsville 3300
Nueva Zelanda
Nacionalidad: Neozelandés

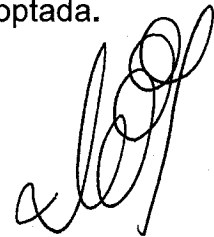
Thomas BARRATT

1 Omokoroa Road,
Omokoroa 3114
Nueva Zelanda
Nacionalidad: Neozelandés

PODER

EVONIK DEGUSSA GMBH, domiciliada en Rellinghauser Strasse 1-11, 45128 Essen, Alemania, representada por su apoderada Dagmar MESSERER (DNI 20.383.892), domiciliada en Av. del Libertador 5954, Ciudad de Buenos Aires, ARGENTINA,, confiere poder a Carlos Reinaldo Olarte y/o Juan Guillermo Moure, para que recaben ante las autoridades de COLOMBIA que correspondan, la obtención de sus patentes de invención, el registro y la renovación de sus marcas y modelos, a cuyo efecto los facultan para dar ante dichas autoridades todos los pasos necesarios al objeto indicado, elevar solicitudes, formular descripciones, oposiciones, protestos, declaraciones, apelaciones y reclamos, oblar impuestos, justificar explotaciones, solicitar testimonios, aceptar transferencias, recibir documentos y valores, percibir y hacer cuanto fuere necesario ante las autoridades administrativas de cualquier orden. Por otra parte, les confiere mandato, para que en su nombre y representación puedan defender el nombre, las marcas, patentes y modelos, haciendo las protestas del caso. Al efecto podrán presentarse con escritos, pedidos y lo que fuere necesario, ante cualquier autoridad administrativa, presentar documentos y demás justificativos, comprometer en árbitros, hacer renunciaciones, prestar juramentos, desistir, percibir, otorgar recibos y en general practicar todos los actos y diligencias que sean precisos al desempeño de este mandato. Deseo sujetarme a Ley del Estado en que ha de ejercerse el mandato, dado que dicha Ley extranjera admite la forma adoptada.

Buenos Aires, 26 de Agosto de 2013



Dagmar MESSERER



(51) International Patent Classification:

B01J 19/24 (2006.01) **C01B 15/06** (2006.01)
B01J 14/00 (2006.01)

(21) International Application Number:

PCT/EP2012/068391

(22) International Filing Date:

19 September 2012 (19.09.2012)

(25) Filing Language:

English

(26) Publication Language:

English

(30) Priority Data:

11182103.9 21 September 2011 (21.09.2011) EP

(71) Applicant: **EVONIK DEGUSSA GMBH** [DE/DE]; Relinghauser Straße 1-11, 45128 Essen (DE).

(72) Inventors: **STESEL, Peter**; 98 Mountbatten Place, Dinsdale, Hamilton 3204 (NZ). **TOWNSEND, Darren**; 9 Victoria Ave. Morrinsville, Morrinsville 3300 (NZ). **BAR-RATT, Thomas**; 1 Omokoroa Road, Omokoroa 3114 (NZ).

(81) Designated States (unless otherwise indicated, for every kind of national protection available): AE, AG, AL, AM,

AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

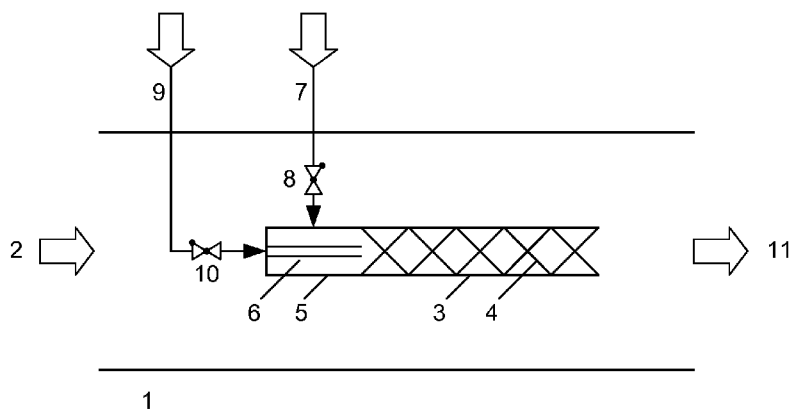
(84) Designated States (unless otherwise indicated, for every kind of regional protection available): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), Eurasian (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), European (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Published:

— with international search report (Art. 21(3))

(54) Title: DEVICE AND METHOD FOR MAKING A DILUTE AQUEOUS SOLUTION OF PEROXOMONOSULPHURIC ACID

Fig. 1



(57) Abstract: A device, comprising a conduit for an aqueous stream, a mixing tube located inside the conduit, having a static mixer inside the mixing tube, an outlet open to the conduit and an inlet, a sulphuric acid supply tube connected to the inlet of the mixing tube and a hydrogen peroxide supply tube, arranged inside the sulphuric acid supply tube and having an outlet for hydrogen peroxide at the inlet of said mixing tube, and a method, where an aqueous stream is passed through the conduit of the device, 85 to 98 % by weight sulphuric acid is introduced to the sulphuric acid supply tube of the device and 50 to 80 % by weight aqueous hydrogen peroxide solution is introduced to the hydrogen peroxide supply tube of the device, provide a dilute aqueous solution of peroxomonosulphuric acid without a risk of exposing operating personnel to concentrated peroxomonosulphuric acid.

**Device and method for making a dilute aqueous solution of
peroxomonosulphuric acid**

The invention relates to a device for making a dilute aqueous solution of peroxomonosulphuric acid.

5 Peroxomonosulphuric acid is a strong oxidant which reacts faster than hydrogen peroxide and can be readily made from concentrated sulphuric acid and aqueous hydrogen peroxide, as known from US 2,789,954. The concentrated peroxomonosulphuric acid solution obtained from
10 concentrated sulphuric acid and aqueous hydrogen peroxide is a hazardous chemical and poses a work hazard for operating personnel with a low qualification in handling hazardous chemicals. In many applications, such as in mining and water purification, peroxomonosulphuric acid is
15 not used in concentrated form, but as a dilute aqueous solution.

US 2,789,954 describes a method of making concentrated peroxomonosulphuric acid by flowing together a stream of concentrated sulphuric acid and a stream of hydrogen
20 peroxide at the mouth of a water-cooled condenser, so that the resulting mixture is cooled within several seconds. The cooled mixture is then diluted to 6 % by weight peroxomonosulphuric acid by mixing with a stream of water and passing the resulting mixture through a second
25 condenser. The device used in US 2,789,954 is useful only on a laboratory scale, but cannot be scaled up safely to an industrial scale.

WO 92/07791 describes a method of making peroxomonosulphuric acid in an adiabatic reactor, where
30 hydrogen peroxide is injected into a stream of sulphuric acid, flowing through an annular reaction chamber, through an inlet directing the hydrogen peroxide transversely to the sulphuric acid flow. The document proposes to allow the hot concentrated peroxomonosulphuric acid to flow directly

into a tank or vessel in which its use is desired or in the alternative to flow it through a pipe immersed in a treatment tank in order to cool it.

However, there still remains a need for a device and a
5 method that provides a dilute aqueous solution of peroxomonosulphuric acid without a risk of exposing operating personnel to a concentrated peroxomonosulphuric acid solution. The instant inventors have developed a device and a method that meets this need.

10 One object of the invention is a device for making a dilute aqueous solution of peroxomonosulphuric acid, comprising a conduit (1) for an aqueous stream (2), a mixing tube (3) located inside said conduit, having a static mixer (4) inside the mixing tube, an outlet open to
15 said conduit and an inlet, a sulphuric acid supply tube (5) connected to the inlet of said mixing tube and a hydrogen peroxide supply tube (6), arranged inside the sulphuric acid supply tube and having an outlet for
20 hydrogen peroxide at the inlet of said mixing tube.

A further object of the invention is a method for making a dilute aqueous solution of peroxomonosulphuric acid (11), wherein an aqueous stream (2) is passed through the conduit (1) of a device according to the invention, 85 to 98 % by
25 weight sulphuric acid is introduced to the sulphuric acid supply tube (5) of said device and 50 to 80 % by weight aqueous hydrogen peroxide solution is introduced to the hydrogen peroxide supply tube (6) of said device.

Fig. 1 shows a preferred embodiment of the device of the
30 invention having the mixing tube (3) and sulphuric acid supply tube (5) arranged coaxially inside the conduit (1) and additional non-return valves (8, 10) on the sulphuric acid and hydrogen peroxide feed lines (7, 9).

The device of the invention comprises a conduit (1) for an aqueous stream (2), which preferably is a tube and more preferably is a straight tube with a circular cross section.

5 The device of the invention further comprises a mixing tube (3) located inside the conduit for the aqueous stream. In the preferred embodiment of the conduit being a tube, the mixing tube is preferably arranged coaxially inside the conduit. The mixing tube is preferably lined with a
10 corrosion resistant material, more preferably with a fluorocarbon polymer and most preferably with polytetrafluoroethylene.

The mixing tube has a static mixer (4) arranged inside, which preferably fills the entire cross section of the
15 mixing tube. Any kind of static mixer can be used in the mixing tube, static mixers having repeating mixing elements being preferred. Most preferably, a static mixer having from 2 to 20 mixing elements is used. The static mixer is preferably made of a corrosion resistant material, more
20 preferably of a fluorocarbon polymer and most preferably of polytetrafluoroethylene. In a preferred embodiment, the mixing tube is arranged exchangeably inside the conduit in order to easily adapt the device to different throughput ranges by exchanging mixing tubes of different size and
25 volume.

The outlet of the mixing tube (3) is open to the conduit (1), so any liquid leaving the mixing tube through the outlet will flow into the conduit for the aqueous stream. The outlet of the mixing tube is preferably in the flow
30 direction of the aqueous stream, that is liquid flowing through the outlet into the aqueous stream is directed in the direction of the aqueous stream.

Arranging the mixing tube inside the conduit for the aqueous stream with the outlet open to the conduit provides

efficient cooling of the mixture formed from sulphuric acid and hydrogen peroxide by heat transfer to the aqueous stream and effects rapid dilution of the resulting concentrated peroxomonosulphuric acid in the aqueous stream, which leads to reduced hydrogen peroxide decomposition and high yields of peroxomonosulphuric acid. The arrangement also avoids any exposition of operating personnel to concentrated peroxomonosulphuric acid, because the peroxomonosulphuric acid is formed and diluted inside the conduit for the aqueous stream.

The device of the invention further comprises a sulphuric acid supply tube (5) that is connected to the inlet of the mixing tube (3), the inlet of the mixing tube being the end of the mixing tube that is opposite to the outlet. In the preferred embodiment of the mixing tube being arranged coaxially inside the conduit, the sulphuric acid supply tube is preferably also arranged coaxially inside the conduit. The sulphuric acid supply tube is preferably lined with a corrosion resistant material, more preferably with a fluorocarbon polymer and most preferably with polytetrafluoroethylene.

The device of the invention further comprises a hydrogen peroxide supply tube (6) that is arranged inside the sulphuric acid supply tube (5) and has an outlet for hydrogen peroxide at the inlet of the mixing tube. This way of arranging the hydrogen peroxide supply tube has the advantage of providing efficient mixing of hydrogen peroxide with sulphuric acid as soon as the hydrogen peroxide leaves the hydrogen peroxide supply tube, which reduces hydrogen peroxide decomposition and provides high yields of peroxomonosulphuric acid.

In a preferred embodiment, the device of the invention further comprises a sulphuric acid feed line (7) that is connected to the sulphuric acid supply tube and has a non-return valve (8), and a hydrogen peroxide feed line that is

connected to the hydrogen peroxide supply tube and has a non-return valve (10). The non-return valves ensure that peroxomonosulphuric acid formed in the mixing tube cannot be pushed back into storage vessels for hydrogen peroxide and sulphuric acid. Preferably, the non-return valves are arranged inside the conduit for the aqueous stream. This ensures that peroxomonosulphuric acid formed in the mixing tube will be retained inside the conduit and cannot leak from flanges outside the conduit. Preferably, the sulphuric acid feed line and the hydrogen peroxide feed line pass through a common flange cover on the conduit for the aqueous stream, which allows to exchange the complete assembly of flange cover, sulphuric acid feed line, hydrogen peroxide feed line, sulphuric acid supply tube, hydrogen peroxide supply tube and mixing tube in one piece. This embodiment allows a quick exchange of the assembly in order to adapt the device to different throughput ranges.

In another preferred embodiment, the device of the invention further comprises devices for stopping supply of sulphuric acid to the sulphuric acid supply tube and of hydrogen peroxide to the hydrogen peroxide supply tube. These devices are controlled by a flow indicator for the aqueous stream. Any known device for detecting or measuring the flow of an aqueous stream may be used as the flow indicator, such as commercial flow monitors and flow meters. The devices for stopping supply of sulphuric acid and hydrogen peroxide may be for example shut-off valves or circuits for stopping delivery pumps. Preferably, the flow indicator for the aqueous stream stops the supply of sulphuric acid and hydrogen peroxide to the mixing tube when the flow rate of the aqueous stream in the conduit falls below a pre-determined value in order to avoid any accumulation of concentrated peroxomonosulphuric acid in the conduit.

In yet another preferred embodiment, the device of the invention further comprises an additional static mixer located in the conduit for the aqueous stream downstream from the outlet of the mixing tube. The additional static
5 mixer provides a more rapid and even dilution of the concentrated peroxomonosulphuric acid in the aqueous stream and provides a dilute aqueous solution of peroxomonosulphuric acid with a homogeneous concentration of peroxomonosulphuric acid.

10 In the method of the invention for making a dilute aqueous solution of peroxomonosulphuric acid, an aqueous stream (2) is passed through the conduit (1) of a device of the invention as described above, 85 to 98 % by weight sulphuric acid is introduced to the sulphuric acid supply
15 tube (5) of the device and 50 to 80 % by weight aqueous hydrogen peroxide solution is introduced to the hydrogen peroxide supply tube (6) of the device in order to provide a dilute aqueous solution (11) of peroxomonosulphuric acid.

The aqueous stream is preferably a stream of water.

20 Sulphuric acid and hydrogen peroxide are preferably introduced at a molar ratio of from 0.5 to 10 and more preferably at a molar ratio of from 1 to 4. A molar ratio at the upper end of the ranges is preferred if high conversion of hydrogen peroxide is desired. A molar ratio
25 at the lower end of the ranges is preferred if the dilute aqueous solution of peroxomonosulphuric acid will be neutralized with a base before use.

Sulphuric acid and hydrogen peroxide are preferably introduced at rates to provide a weight ratio of the
30 aqueous stream relative to the combined amount of sulphuric acid and hydrogen peroxide within the range from 1 to 10 in order to achieve the desired concentration of peroxomonosulphuric acid in the dilute aqueous solution of peroxomonosulphuric acid.

Sulphuric acid and hydrogen peroxide are preferably introduced at flow rates providing an average residence time in the mixing tube of from 1 to 10 seconds, more preferably from 1 to 7 seconds and most preferably from 1 to 5 seconds, the average residence time being calculated as the ratio between the volume of mixing tube and the combined flow rates of sulphuric acid and hydrogen peroxide. Adjusting the residence time within the preferred range provides high yields of peroxomonosulphuric acid with little peroxide decomposition. In order to achieve a residence time within the preferred range for a given flow of the aqueous stream and a given concentration of peroxomonosulphuric acid in the dilute aqueous solution of peroxomonosulphuric acid, the volume of the mixing tube may be adjusted by exchanging the mixing tube for a smaller or larger mixing tube.

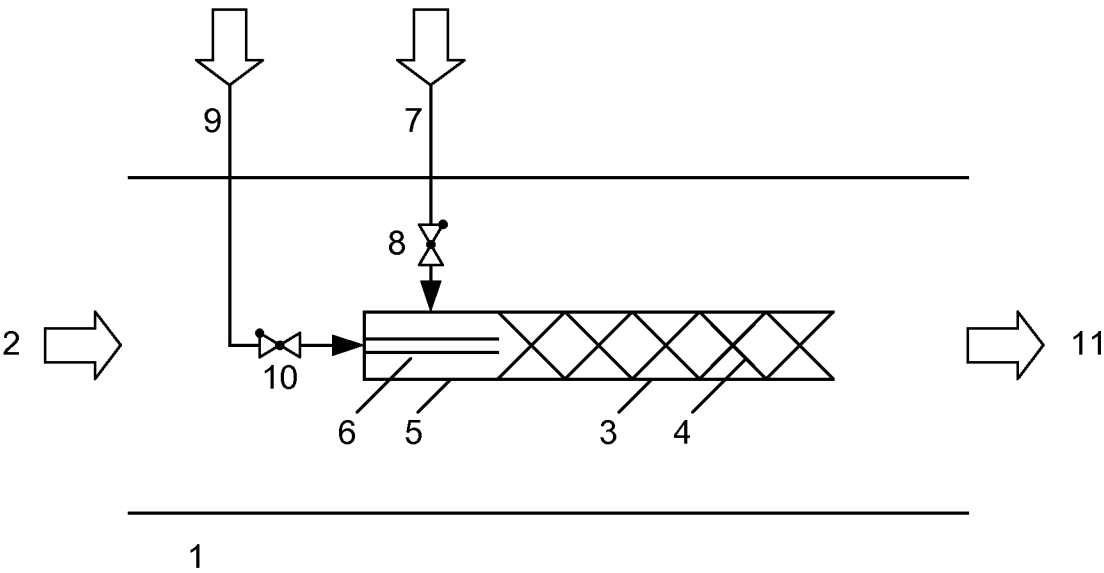
The device and the method of the invention allow the safe production of a dilute aqueous solution of peroxomonosulphuric acid at low cost and in large volumes without a risk of exposing operating personnel to concentrated peroxomonosulphuric acid. The heat transfer from the mixture of sulphuric acid and hydrogen peroxide to the surrounding aqueous stream which occurs during formation of peroxomonosulphuric acid in the mixing tube also provides for safe operation of the process and avoids thermal peroxide decomposition.

Claims:

1. A device for making a dilute aqueous solution of peroxomonosulphuric acid, comprising
 - a) a conduit (1) for an aqueous stream (2),
 - 5 b) a mixing tube (3) located inside said conduit, having a static mixer (4) inside the mixing tube, an outlet open to said conduit and an inlet,
 - c) a sulphuric acid supply tube (5) connected to the inlet of said mixing tube and
 - 10 d) a hydrogen peroxide supply tube (6), arranged inside the sulphuric acid supply tube and having an outlet for hydrogen peroxide at the inlet of said mixing tube.
2. The device of claim 1,
15 wherein said mixing tube and said sulphuric acid supply tube are arranged coaxially inside said conduit.
3. The device of claim 3,
20 wherein the outlet of said mixing tube is in the flow direction of said aqueous stream.
4. The device of any one of claims 1 to 4,
25 further comprising a sulphuric acid feed line (7) to said sulphuric acid supply tube, the sulphuric acid feed line having a non-return valve (8), and a hydrogen peroxide feed line (9) to said hydrogen peroxide supply tube, the hydrogen peroxide feed line having a non-return valve (10).
5. The device of any one of claims 1 to 5,
30 further comprising flow interrupting devices, controlled by a flow indicator for said aqueous stream, for stopping supply of sulphuric acid to said sulphuric acid supply tube and of hydrogen peroxide to said hydrogen peroxide supply tube.

6. The device of any one of claims 1 to 6,
further comprising an additional static mixer located
in said conduit downstream from the outlet of said
mixing tube.
- 5 7. A method for making a dilute aqueous solution (11) of
peroxomonosulphuric acid, wherein an aqueous stream
(2) is passed through the conduit (1) of a device
according to any one of claims 1 to 7, 85 to 98 % by
weight sulphuric acid is introduced to the sulphuric
10 acid supply tube (5) of said device and 50 to 80 % by
weight aqueous hydrogen peroxide solution is
introduced to the hydrogen peroxide supply tube (6) of
said device.
- 15 8. The method of claim 7,
wherein sulphuric acid and hydrogen peroxide are
introduced at a molar ratio of from 0.5 to 10.
- 20 9. The method of claim 7 or 8,
wherein the sulphuric acid and hydrogen peroxide are
introduced at rates to provide a weight ratio of the
aqueous stream relative to the combined amount of
sulphuric acid and hydrogen peroxide within the range
from 1 to 10.

Fig. 1



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2012/068391

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER INV. B01J19/24 B01J14/00 C01B15/06 ADD.		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) B01J C01B		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) EPO-Internal, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 5 439 663 A (MANGANARO JAMES L [US] ET AL) 8 August 1995 (1995-08-08) column 1, lines 5-7 column 2, lines 47-64 column 5, line 52 - column 6, line 47; figure 1 -----	1-9
A	US 5 304 360 A (LANE JOHN R G [GB] ET AL) 19 April 1994 (1994-04-19) cited in the application column 1, lines 4-6 column 3, lines 9-65 column 4, lines 26-36 column 6, lines 49-55 column 8, lines 31-57; figure 1 -----	1-9
☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.		
* Special categories of cited documents : "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 14 November 2012	Date of mailing of the international search report 29/11/2012	
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Authorized officer Veronesi, Sergio	

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2012/068391

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 5439663	A	08-08-1995	NONE

US 5304360	A	19-04-1994	AR 243849 A1 30-09-1993
		AT 146442 T 15-01-1997	
		AU 654971 B2 01-12-1994	
		AU 8540791 A 26-05-1992	
		BR 9107011 A 21-09-1993	
		CA 2094918 A1 28-04-1992	
		CZ 9300724 A3 19-01-1994	
		DE 69123753 D1 30-01-1997	
		DE 69123753 T2 12-06-1997	
		EC SP910784 A 03-06-1992	
		EP 0554271 A1 11-08-1993	
		ES 2098373 T3 01-05-1997	
		FI 931879 A 27-04-1993	
		HU 214148 B 28-01-1998	
		IE 913333 A1 22-05-1992	
		JP H06501672 A 24-02-1994	
		NZ 240338 A 27-01-1993	
		PT 99335 A 31-12-1993	
		US 5304360 A 19-04-1994	
		WO 9207791 A1 14-05-1992	
		ZA 9108520 A 29-07-1992	

**DISPOSITIVO Y MÉTODO PARA PREPARAR UNA SOLUCIÓN ACUOSA
DILUIDA DE ÁCIDO PEROXIMONOSULFÚRICO**

La invención se refiere a un dispositivo para preparar una solución acuosa diluida de ácido peroximonosulfúrico.

El ácido peroximonosulfúrico es un oxidante fuerte que reacciona más rápidamente que el peróxido de hidrógeno y se puede preparar fácilmente a partir de ácido sulfúrico concentrado y peróxido de hidrógeno acuoso, según lo divulgado por US 2.789.954. La solución concentrada de ácido peroximonosulfúrico que se obtiene del ácido sulfúrico concentrado y el peróxido de hidrógeno acuoso es un producto químico peligroso y presenta un riesgo ocupacional para el personal de la operación poco calificado para manipular productos químicos peligrosos. En muchas aplicaciones, como por ejemplo en minería y purificación de agua, el ácido peroximonosulfúrico no se utiliza en forma concentrada, sino como una solución acuosa diluida.

En US 2.789.954 se describe un método para preparar ácido peroximonosulfúrico concentrado haciendo fluir juntas una corriente de ácido sulfúrico concentrado y una corriente de peróxido de hidrógeno por la boca de un condensador enfriado con agua, de manera tal que la mezcla que se obtiene como resultado se enfría dentro de un período de varios segundos. La mezcla enfriada se diluye luego al 6 % en peso de ácido peroximonosulfúrico mezclándola con una corriente de agua y haciendo pasar la

mezcla que se obtiene como resultado a través de un segundo condensador. El dispositivo que se utiliza en US 2.789.954 es útil solo a escala de laboratorio, pero no se puede llevar hasta una escala industrial de manera segura.

En WO 92/07791 se describe un método para preparar ácido peroximonosulfúrico en un reactor adiabático, donde se inyecta peróxido de hidrógeno en una corriente de ácido sulfúrico, que fluye a través de una cámara de reacción anular, a través de una admisión que dirige al peróxido de hidrógeno, transversalmente al flujo de ácido sulfúrico. El documento propone dejar que el ácido peroximonosulfúrico concentrado caliente fluya directamente dentro de un tanque o recipiente dentro del cual se lo desea usar, o como alternativa, hacerlo fluir a través de un caño sumergido en un tanque de tratamiento para enfriarlo.

Sin embargo, aún persiste la necesidad de disponer de un dispositivo y un método que provean una solución acuosa diluida de ácido peroximonosulfúrico que no presente el riesgo de exponer al personal de la operación a una solución concentrada de ácido peroximonosulfúrico. Los inventores de la presente han desarrollado un dispositivo y un método que satisfacen dicha necesidad.

Un objeto de la invención consiste en un dispositivo para preparar una solución acuosa diluida de ácido peroximonosulfúrico, que comprende un conducto (1) para una corriente acuosa (2), un tubo mezclador (3) situado en el interior de dicho conducto, con un mezclador estático (4)

en el interior del tubo mezclador, una salida abierta hacia dicho conducto y una admisión, un tubo de suministro de ácido sulfúrico (5) conectado a la admisión de dicho tubo mezclador y un tubo de suministro de peróxido de hidrógeno (6), dispuesto dentro del tubo de suministro de ácido sulfúrico y con una salida para el peróxido de hidrógeno en la admisión de dicho tubo mezclador.

Un objeto adicional de la invención es un método para preparar una solución acuosa diluida de ácido peroximonosulfúrico (11), donde se sigue el procedimiento de: pasar una corriente acuosa (2) a través del conducto (1) de un dispositivo de acuerdo con la invención, introducir entre 85 y 98 % en peso de ácido sulfúrico al tubo de suministro de ácido sulfúrico (5) de dicho dispositivo e introducir una solución acuosa de entre 50 y 80 % en peso de peróxido de hidrógeno al tubo de suministro de peróxido de hidrógeno (6) de dicho dispositivo.

La Figura 1 muestra una forma de realización preferida del dispositivo de la invención con el tubo mezclador (3) y el tubo de suministro de ácido sulfúrico (5) dispuestos coaxialmente dentro del conducto (1) y adicional válvulas de retención (8, 10) en las líneas de alimentación de ácido sulfúrico y peróxido de hidrógeno (7, 9).

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

El dispositivo de la invención comprende además un tubo mezclador (3) situado dentro del conducto para la corriente acuosa. Allí donde la forma de realización preferida del conducto es un tubo, el tubo mezclador preferiblemente está dispuesto coaxialmente dentro del conducto. El tubo mezclador preferiblemente está forrado con un material resistente a la corrosión, más preferiblemente con un polímero de fluorocarburo y aún más preferiblemente con politetrafluoroetileno.

El tubo mezclador tiene un mezclador estático (4) dispuesto dentro del tubo mezclador, que preferiblemente ocupa toda su sección transversal. En el tubo mezclador se puede utilizar cualquier clase de mezclador estático, donde los preferidos son los mezcladores estáticos con elementos mezcladores repetidos. Aún más preferiblemente, se utiliza un mezclador estático con entre 2 y 20 elementos mezcladores. El mezclador estático preferiblemente se elabora con un material resistente a la corrosión, más preferiblemente de un polímero de fluorocarburo y aún más preferiblemente de politetrafluoroetileno. En una forma de realización preferida, el tubo mezclador está dispuesto de manera que se puede intercambiar dentro del conducto para adaptar fácilmente el dispositivo a diferentes rangos de producción intercambiando tubos mezcladores de diferentes tamaños y volúmenes.

La salida del tubo mezclador (3) se abre hacia el conducto (1), de manera que todo el líquido que sale del

tubo mezclador a través de la salida fluirá dentro del conducto para la corriente acuosa. La salida del tubo mezclador preferiblemente está en la dirección del flujo de la corriente acuosa, es decir que el líquido que fluye a través de la salida entrando en la corriente acuosa se dirige en la dirección de la corriente acuosa.

Al disponer el tubo mezclador dentro del conducto para la corriente acuosa con la salida abierta hacia el conducto, se provee un enfriamiento eficiente de la mezcla que se forma a partir de ácido sulfúrico y peróxido de hidrógeno por transferencia de calor a la corriente acuosa y se realiza una rápida dilución en la corriente acuosa del ácido peroximonosulfúrico concentrado que se obtiene como resultado, lo que permite obtener una menor descomposición del peróxido de hidrógeno y altos rendimientos de ácido peroximonosulfúrico. La disposición también evita cualquier exposición del personal de la operación al ácido peroximonosulfúrico concentrado, porque el ácido peroximonosulfúrico se forma y diluye dentro del conducto para la corriente acuosa.

El dispositivo de la invención comprende además un tubo de suministro de ácido sulfúrico (5) que se conecta a la admisión del tubo mezclador (3), donde la admisión del tubo mezclador es el extremo del tubo mezclador opuesto a la salida. En la forma de realización preferida en que el tubo mezclador está dispuesto coaxialmente dentro del conducto, el tubo de suministro de ácido sulfúrico

preferiblemente también se dispone coaxialmente dentro del conducto. El tubo de suministro de ácido sulfúrico preferiblemente está forrado con un material resistente a la corrosión, más preferiblemente con un polímero de fluorocarburo y aún más preferiblemente con politetrafluoroetileno.

El dispositivo de la invención además comprende un tubo de suministro de peróxido de hidrógeno (6) que está dispuesto dentro del tubo de suministro de ácido sulfúrico (5) y tiene una salida para el peróxido de hidrógeno en la admisión del tubo mezclador. Esta manera de disponer el tubo de suministro de peróxido de hidrógeno tiene la ventaja de que provee una eficiente mezcla de peróxido de hidrógeno con el ácido sulfúrico apenas el peróxido de hidrógeno sale del tubo de suministro de peróxido de hidrógeno, lo que reduce la descomposición del peróxido de hidrógeno y provee altos rendimientos de ácido peroximonosulfúrico.

En una forma de realización preferida, el dispositivo de la invención comprende además una línea de alimentación de ácido sulfúrico (7) que se conecta al tubo de suministro de ácido sulfúrico y tiene una válvula de retención (8), y una línea de alimentación de peróxido de hidrógeno que se conecta al tubo de suministro de peróxido de hidrógeno y tiene una válvula de retención (10). Las válvulas de retención aseguran que el ácido peroximonosulfúrico que se forma en el tubo mezclador no sea empujado de retorno a los

recipientes de almacenamiento de peróxido de hidrógeno y ácido sulfúrico. Preferiblemente, las válvulas de retención están dispuestas dentro del conducto para la corriente acuosa. Esto asegura que el ácido peroximonosulfúrico que se forma en el tubo mezclador quede retenido dentro del conducto y no se pueda filtrar fuera del conducto por las bridas. Preferiblemente, la línea de alimentación de ácido sulfúrico y la línea de alimentación de peróxido de hidrógeno pasan a través de una cubierta de la brida en común que hay sobre el conducto para la corriente acuosa, que permite cambiar el conjunto completo formado por la cubierta de la brida, la línea de alimentación de ácido sulfúrico, la línea de alimentación de peróxido de hidrógeno, el tubo de suministro de ácido sulfúrico, el tubo de suministro de peróxido de hidrógeno y el tubo mezclador en una sola pieza. Esta forma de realización permite cambiar rápidamente el conjunto para adaptar el dispositivo a diferentes rangos de producción.

En otra forma de realización preferida, el dispositivo de la invención además comprende dispositivos para detener el suministro de ácido sulfúrico al tubo de suministro de ácido sulfúrico y de peróxido de hidrógeno al tubo de suministro de peróxido de hidrógeno. Dichos dispositivos son controlados por un indicador del flujo de la corriente acuosa. Como indicador de flujo se puede utilizar cualquier dispositivo conocido para detectar o medir el flujo de una corriente acuosa, como por ejemplo monitores de flujo y

medidores de flujo comerciales. Los dispositivos para detener el suministro de ácido sulfúrico y peróxido de hidrógeno pueden ser por ejemplo válvulas de cierre o circuitos para detener las bombas de suministro. Preferiblemente, el indicador de flujo para la corriente acuosa detiene el suministro de ácido sulfúrico y peróxido de hidrógeno al tubo mezclador cuando el caudal de la corriente acuosa en el conducto cae por debajo de un valor predeterminado para evitar cualquier acumulación de ácido peroximonosulfúrico concentrado en el conducto.

En aún otra forma de realización preferida, el dispositivo de la invención comprende además un mezclador estático adicional situado en el conducto para la corriente acuosa, corriente abajo de la salida del tubo mezclador. El mezclador estático adicional provee una dilución más rápida y pareja del ácido peroximonosulfúrico concentrado en la corriente acuosa y provee una solución acuosa diluida de ácido peroximonosulfúrico con una concentración homogénea de ácido peroximonosulfúrico.

En el método de la invención para preparar una solución acuosa diluida de ácido peroximonosulfúrico, se sigue el procedimiento de: pasar una corriente acuosa (2) a través del conducto (1) de un dispositivo de la invención según se describió anteriormente, introducir entre 85 y 98 % en peso de ácido sulfúrico al tubo de suministro de ácido sulfúrico (5) del dispositivo e introducir una solución acuosa de entre 50 y 80 % en peso de peróxido de hidrógeno

al tubo de suministro de peróxido de hidrógeno (6) del dispositivo para proveer una solución acuosa diluida (11) de ácido peroximonosulfúrico.

La corriente acuosa es preferiblemente una corriente de agua.

Preferiblemente, el ácido sulfúrico y el peróxido de hidrógeno se introducen en una proporción molar de entre 0,5 y 10 y más preferiblemente en una proporción molar de entre 1 y 4. Si se desea una alta conversión de peróxido de hidrógeno es preferible una proporción molar en el extremo superior de los rangos. Si la solución acuosa diluida de ácido peroximonosulfúrico se neutralizará con una base antes del uso, es preferible una proporción molar en el extremo inferior de los rangos.

Preferiblemente, el ácido sulfúrico y el peróxido de hidrógeno se introducen con caudales que provean una proporción en peso de la corriente acuosa con relación a las cantidades combinadas de ácido sulfúrico y peróxido de hidrógeno dentro del rango entre 1 y 10 para obtener la concentración de ácido peroximonosulfúrico que se desea en la solución acuosa diluida de ácido peroximonosulfúrico.

Preferiblemente, el ácido sulfúrico y el peróxido de hidrógeno se introducen con caudales que proveen un tiempo de residencia promedio en el tubo mezclador de entre 1 y 10 segundos, más preferiblemente entre 1 y 7 segundos y aún más preferiblemente entre 1 y 5 segundos, donde el tiempo de residencia promedio se calcula como la proporción entre

el volumen del tubo mezclador y los caudales combinados de ácido sulfúrico y peróxido de hidrógeno. Al ajustar el tiempo de residencia dentro del rango preferido se obtienen altos rendimientos de ácido peroximonosulfúrico con poca descomposición del peróxido. Para obtener un tiempo de residencia dentro del rango preferido para un determinado flujo de la corriente acuosa y una determinada concentración de ácido peroximonosulfúrico en la solución acuosa diluida de ácido peroximonosulfúrico, el volumen del tubo mezclador se puede ajustar intercambiando el tubo mezclador por un tubo mezclador más pequeño o más grande.

El dispositivo y el método de la invención permiten producir de manera segura una solución acuosa diluida de ácido peroximonosulfúrico a bajo costo y en grandes volúmenes sin riesgo de exponer al personal de la operación al ácido peroximonosulfúrico concentrado. La transferencia de calor de la mezcla de ácido sulfúrico y el peróxido de hidrógeno hacia la corriente acuosa circundante que ocurre durante la formación de ácido peroximonosulfúrico en el tubo mezclador también provee una operación segura del proceso y evita la descomposición térmica del peróxido.

Reivindicaciones

1. Un dispositivo para preparar una solución acuosa diluida de ácido peroximonosulfúrico, CARACTERIZADO porque comprende

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

b) un tubo mezclador (3) situado en el interior de dicho conducto, con un mezclador estático (4) en el interior del tubo mezclador, una salida abierta hacia dicho conducto y una admisión,

c) un tubo de suministro de ácido sulfúrico (5) conectado a la admisión de dicho tubo mezclador y

d) un tubo de suministro de peróxido de hidrógeno (6), dispuestos dentro del tubo de suministro de ácido sulfúrico y con una salida para el peróxido de hidrógeno en la admisión de dicho tubo mezclador.

2. El dispositivo de la reivindicación 1, CARACTERIZADO porque dicho tubo mezclador y dicho tubo de suministro de ácido sulfúrico están dispuestos coaxialmente en el interior de dicho conducto.

3. El dispositivo de la reivindicación 3, CARACTERIZADO porque la salida de dicho tubo mezclador se encuentra en la dirección del flujo de dicha corriente acuosa.

4. El dispositivo de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, CARACTERIZADO porque además comprende una línea de alimentación de ácido sulfúrico (7) que alimenta a dicho tubo de suministro de ácido sulfúrico,

donde la línea de alimentación de ácido sulfúrico tiene una válvula de retención (8), y una línea de alimentación de peróxido de hidrógeno (9) que alimenta a dicho tubo de suministro de peróxido de hidrógeno, donde la línea de alimentación de peróxido de hidrógeno tiene una válvula de retención (10).

5. El dispositivo de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, CARACTERIZADO porque además comprende dispositivos para interrumpir el flujo, controlados por un indicador de flujo para dicha corriente acuosa, para detener el suministro de ácido sulfúrico a dicho tubo de suministro de ácido sulfúrico y de peróxido de hidrógeno a dicho tubo de suministro de peróxido de hidrógeno.

6. El dispositivo de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, CARACTERIZADO porque además comprende un mezclador estático adicional situado en dicho conducto corriente abajo de la salida de dicho tubo mezclador.

7. Un método para preparar una solución acuosa diluida (11) de ácido peroximonosulfúrico, CARACTERIZADO porque comprende los pasos de: pasar una corriente acuosa (2) a través del conducto (1) de un dispositivo de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, introducir entre 85 y 98 % en peso de ácido sulfúrico al tubo de suministro de ácido sulfúrico (5) de dicho dispositivo e introducir una solución acuosa de entre 50 y 80 % en peso de peróxido

de hidrógeno al tubo de suministro de peróxido de hidrógeno (6) de dicho dispositivo.

8. El método de la reivindicación 7, CARACTERIZADO porque el ácido sulfúrico y el peróxido de hidrógeno se introducen en una proporción molar de entre 0,5 y 10.

9. El método de la reivindicación 7 u 8, CARACTERIZADO porque el ácido sulfúrico y el peróxido de hidrógeno se introducen con caudales que permiten proveer una proporción en peso de la corriente acuosa con relación a las cantidades combinadas de ácido sulfúrico y peróxido de hidrógeno dentro del rango entre 1 y 10.

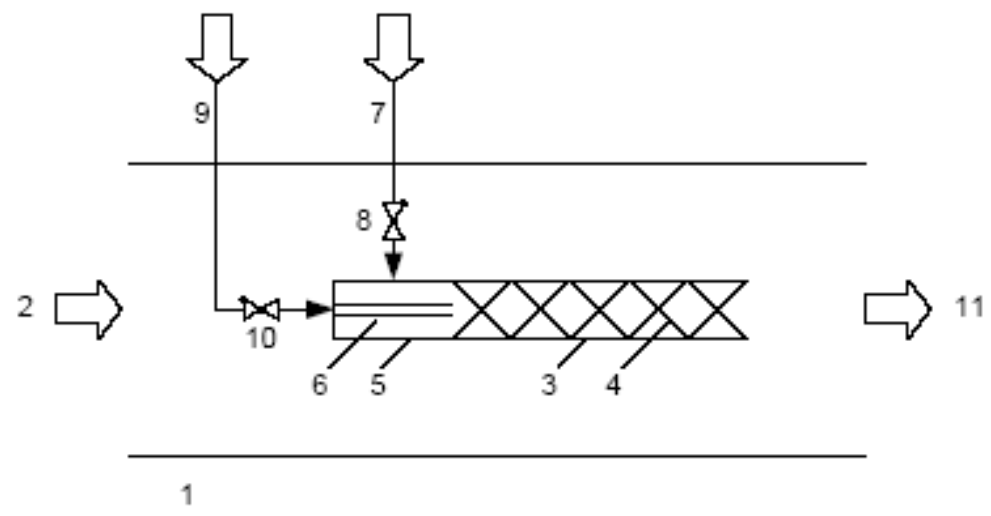
10.

DISPOSITIVO Y MÉTODO PARA PREPARAR UNA SOLUCIÓN ACUOSA
DILUIDA DE ÁCIDO PEROXIMONOSULFÚRICO

RESUMEN

Un dispositivo que comprende un conducto para una corriente acuosa, un tubo mezclador situados dentro del conducto, con un mezclador estático en el interior del tubo mezclador, una salida abierta al conducto y una admisión, un tubo de suministro de ácido sulfúrico conectado a la admisión del tubo mezclador y un tubo de suministro de peróxido de hidrógeno, dispuestos dentro del tubo de suministro de ácido sulfúrico y con una salida para el peróxido de hidrógeno en la admisión de dicho tubo mezclador, y un método que comprende los pasos de: pasar una corriente acuosa a través del conducto del dispositivo, introducir entre 85 y 98 % en peso de ácido sulfúrico al tubo de suministro de ácido sulfúrico del dispositivo e introducir una solución acuosa de entre 50 y 80 % en peso de peróxido de hidrógeno al tubo de suministro de peróxido de hidrógeno del dispositivo, para proveer una solución acuosa diluida de ácido peroximonosulfúrico sin riesgo de exponer al personal de la operación al ácido peroximonosulfúrico concentrado.

Fig. 1



PATENT COOPERATION TREATY

PCT

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

(PCT Article 18 and Rules 43 and 44)

Applicant's or agent's file reference 2010P00435WO	FOR FURTHER ACTION see Form PCT/ISA/220 as well as, where applicable, item 5 below.	
International application No. PCT/EP2012/068391	International filing date (<i>day/month/year</i>) 19/09/2012	(Earliest) Priority Date (<i>day/month/year</i>) 21/09/2011
Applicant EVONIK DEGUSSA GMBH		

This international search report has been prepared by this International Searching Authority and is transmitted to the applicant according to Article 18. A copy is being transmitted to the International Bureau.

This international search report consists of a total of 3 sheets.

☒ It is also accompanied by a copy of each prior art document cited in this report.

1. Basis of the report

a. With regard to the **language**, the international search was carried out on the basis of:

- ☒ the international application in the language in which it was filed
- ☐ a translation of the international application into _____, which is the language of a translation furnished for the purposes of international search (Rules 12.3(a) and 23.1(b))

b. ☐ This international search report has been established taking into account the **rectification of an obvious mistake** authorized by or notified to this Authority under Rule 91 (Rule 43.6**bis**(a)).

c. ☐ With regard to any **nucleotide and/or amino acid sequence** disclosed in the international application, see Box No. I.

2. ☐ **Certain claims were found unsearchable** (See Box No. II)

3. ☐ **Unity of invention is lacking** (see Box No III)

4. With regard to the **title**,

- ☒ the text is approved as submitted by the applicant
- ☐ the text has been established by this Authority to read as follows:

5. With regard to the **abstract**,

- ☒ the text is approved as submitted by the applicant
- ☐ the text has been established, according to Rule 38.2, by this Authority as it appears in Box No. IV. The applicant may, within one month from the date of mailing of this international search report, submit comments to this Authority

6. With regard to the **drawings**,

- a. the figure of the **drawings** to be published with the abstract is Figure No. 1
- ☒ as suggested by the applicant
- ☐ as selected by this Authority, because the applicant failed to suggest a figure
- ☐ as selected by this Authority, because this figure better characterizes the invention
- b. ☐ none of the figures is to be published with the abstract

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2012/068391

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

INV. B01J19/24 B01J14/00 C01B15/06
ADD.

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

B01J C01B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 5 439 663 A (MANGANARO JAMES L [US] ET AL) 8 August 1995 (1995-08-08) column 1, lines 5-7 column 2, lines 47-64 column 5, line 52 - column 6, line 47; figure 1	1-9
A	----- US 5 304 360 A (LANE JOHN R G [GB] ET AL) 19 April 1994 (1994-04-19) cited in the application column 1, lines 4-6 column 3, lines 9-65 column 4, lines 26-36 column 6, lines 49-55 column 8, lines 31-57; figure 1 -----	1-9



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

14 November 2012

Date of mailing of the international search report

29/11/2012

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Veronesi, Sergio

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2012/068391

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 5439663	A	08-08-1995	NONE

US 5304360	A	19-04-1994	AR 243849 A1 30-09-1993
		AT 146442 T 15-01-1997	
		AU 654971 B2 01-12-1994	
		AU 8540791 A 26-05-1992	
		BR 9107011 A 21-09-1993	
		CA 2094918 A1 28-04-1992	
		CZ 9300724 A3 19-01-1994	
		DE 69123753 D1 30-01-1997	
		DE 69123753 T2 12-06-1997	
		EC SP910784 A 03-06-1992	
		EP 0554271 A1 11-08-1993	
		ES 2098373 T3 01-05-1997	
		FI 931879 A 27-04-1993	
		HU 214148 B 28-01-1998	
		IE 913333 A1 22-05-1992	
		JP H06501672 A 24-02-1994	
		NZ 240338 A 27-01-1993	
		PT 99335 A 31-12-1993	
		US 5304360 A 19-04-1994	
		WO 9207791 A1 14-05-1992	
		ZA 9108520 A 29-07-1992	
