

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 14-059449- -00000-0000

Fecha: 2014-03-19 16:34:38
Tra. 11 PATENTEIYII
Act. 411 PRESENTACION

Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Eve: 378 FASENACIONALI
Folios: 6

Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA

DELEGATURA DE PROPIEDAD INDUSTRIAL
DIRECCIÓN DE NUEVAS CREACIONES

SOLICITUD DIVISIONAL
DE PATENTE DE
INVENCION

TITULO: DISPOSITIVO PARA MEZCLAR Y ENFRIAR DOS LÍQUIDOS REACTIVOS Y MÉTODO PARA HACER ÁCIDO PEROXIMONOSULFÚRICO CON EL MISMO

SOLICITANTE: EVONIK DEGUSSA GmbH

DIRECCIÓN: Rellinghauser Straße 1-11, 45128 Essen, Alemania

APODERADO: CARLOS R. OLARTE

BOGOTÁ 19 de marzo de 2014

P2014/000044



PETITORIO - FORMULARIO ÚNICO DE SOLICITUD

PATENTE PCT

ENTRADA EN FASE NACIONAL

P2014/000044

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/EP2012/068387 Fecha Septiembre 19, 2012

Publicación Internacional No. WO 2013/041544 Fecha Marzo 28, 2013

6

Título(54) DISPOSITIVO PARA MEZCLAR Y ENFRIAR DOS LÍQUIDOS REACTIVOS
Y MÉTODO PARA HACER ÁCIDO PEROXIMONOSULFÚRICO CON EL MISMO

Clasificación Internacional (51) B01F 3/08, B01F 15/06, B01F 5/06, B01F 5/04, B01J
19/24

Prioridad
SI ☒ NO ☐

(33) País de Origen

EP

(32) Fecha

Septiembre 21, 2011

(31) Número de Solicitud

11182096.5

9

Comprobante de pago No. 14-

Fecha _____

10

ANEXOS

2

☒

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.

☒

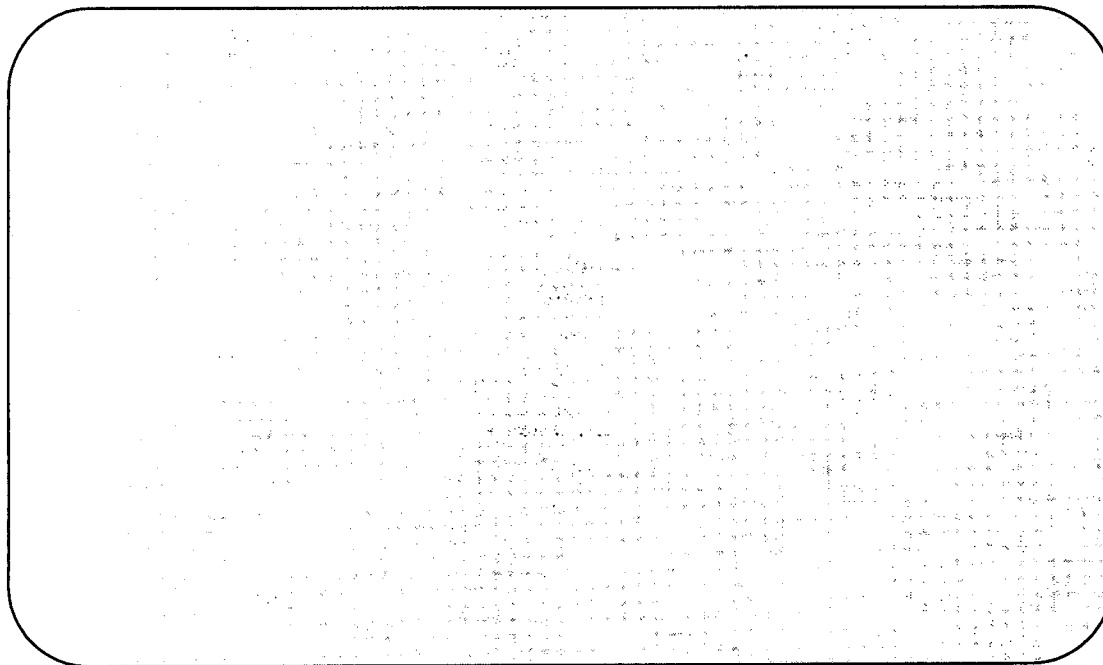
De ser el caso, modificaciones efectuadas a la solicitud internacional.

☒

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/EP2012/068387

Terry BROWN

5373 Canal Boulevard,
US-New Orleans, LA 701 24,
Estados Unidos de America
Nacionalidad: Britannica

Peter STESEL

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

Alan HITCHINER

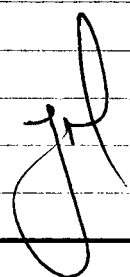
22 North Street,
Morrinsville, 3300
Nueva Zelanda
Nacionalidad: Neozelandés

 Industria y Comercio SUPERINTENDENCIA		PLANILLA DE RADICACIÓN - DIGITALIZACIÓN DIARIA RELACIÓN DE ANEXOS	
Dependencia: 2020		Fecha: <u>2014</u> / <u>03</u> / <u>19</u> / AAAA MM DD	
Tipo de Radicación: Entrada: ☒ Salida: ☐ Traslado: ☐ Convenio: ☐		Recorrido: 4	
Radicador:		Planilla:	

ID	No. Radicación	Consecutivo	Item
1	14-59449	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
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 8 ARCHIVOS: 8 EN FORMATO PDF, LOS CUALES FUERON PROCESADOS. EL CD SE ENCUENTRA EN EL FOLIO 4



SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800.176.089-2

- / -



Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA

RECIBO DE CAJA

No. 14 - 0029532

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. 14-059449- -00000-0000

Fecha: 2014-03-19 16:34:38 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

PATENTE DE INVENCION ☐ **MODELO DE UTILIDAD** ☐ **Art 33 Decisión 486/00**

☒	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

P2014/000044

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/EP2012/068387 Fecha Septiembre 19, 2012

Publicación Internacional No. WO 2013/041544 Fecha Marzo 28, 2013

6

Título(54) **DISPOSITIVO PARA MEZCLAR Y ENFRIAR DOS LÍQUIDOS REACTIVOS
Y MÉTODO PARA HACER ÁCIDO PEROXIMONOSULFÚRICO CON EL MISMO**

Clasificación Internacional (51) B01F 3/08, B01F 15/06, B01F 5/06, B01F 5/04, B01J
19/24

Prioridad

SI ☒ NO ☐

(33) País de Origen

EP

(32) Fecha

Septiembre 21, 2011

(31) Número de Solicitud

11182096.5

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/EP2012/068387

Terry BROWN

5373 Canal Boulevard,
US-New Orleans, LA 701 24,
Estados Unidos de America
Nacionalidad: Britannica

Peter STESEL

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

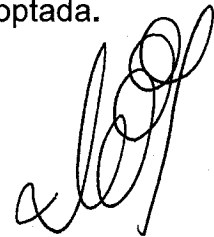
Alan HITCHINER

22 North Street,
Morrinsville, 3300
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:

B01F 3/08 (2006.01) *B01F 5/04* (2006.01)
B01F 15/06 (2006.01) *B01J 19/24* (2006.01)
B01F 5/06 (2006.01)

(21) International Application Number:

PCT/EP2012/068387

(22) International Filing Date:

19 September 2012 (19.09.2012)

(25) Filing Language:

English

(26) Publication Language:

English

(30) Priority Data:

11182096.5 21 September 2011 (21.09.2011) EP

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

(72) Inventors: **BROWN, Terry**; Unit17E (RT1), 2118 Hua
Shan Road, Shanghai, Xui Hui district 200052 (CN).
STESSEL, Peter; 98 Mountbatten Place, Dinsdale,
Hamilton, 3204 (NZ). **HITCHINER, Alan**; 22 North
Street, Morrinsville, 3300 (NZ).

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

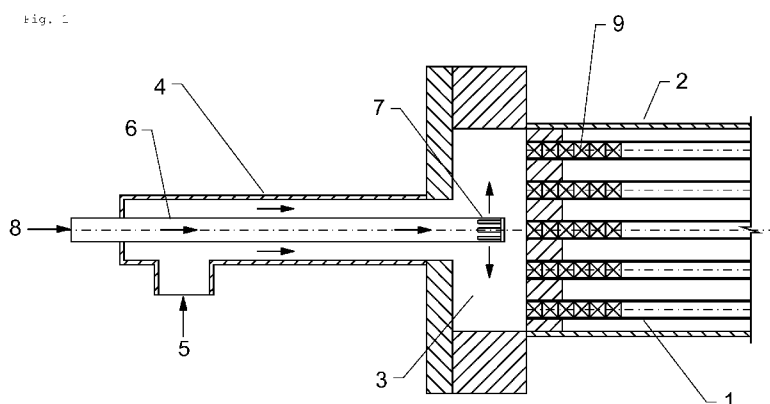
AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY,
BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM,
DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT,
HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP,
KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD,
ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI,
NO, NZ, OM, 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 FOR MIXING AND COOLING TWO REACTIVE LIQUIDS AND METHOD OF MAKING PEROX-
OMONOSULPHURIC ACID WITH THE DEVICE



(57) Abstract: A device for mixing and cooling two reactive liquids, comprising a bundle type heat exchanger with parallel tubes, a head space open to one end of all tubes, a first inlet to the head space for introducing a first liquid and a second inlet to the head space with a multitude of nozzles for introducing a second liquid, the nozzles being located within the head space and oriented to direct the introduced liquid transverse to the axis of the tubes of the tube bundle, is useful for making peroxomonosulphuric acid from 85 to 98 % by weight sulphuric acid introduced into the first inlet of the device and 50 to 80 % by weight aqueous hydrogen peroxide introduced into the second inlet of the device.

Device for mixing and cooling two reactive liquids and method of making peroxomonosulphuric acid with the device

The invention relates to a device for mixing and cooling two reactive liquids and to a method of making peroxomonosulphuric acid with the device.

When two reactive liquids, such as sulphuric acid and hydrogen peroxide, are mixed to give a heat sensitive reaction product, such as peroxomonosulphuric acid, by an exothermic chemical reaction, a device is needed that efficiently mixes the reactive liquids and rapidly cools the resulting mixture.

US 2,789,954 describes a method of making peroxomonosulphuric acid by flowing together a stream of concentrated sulphuric acid and a stream of hydrogen peroxide at the mouth of a water-cooled condenser, so that the resulting mixture is cooled within several seconds. 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.

US 5,141,731 describes a method of making peroxomonosulphuric acid by adding a concentrated hydrogen peroxide to concentrated sulphuric acid in several portions using ejector/mixers for adding hydrogen peroxide streams to a stream of sulphuric acid. The mixture is cooled after every ejector/mixer in a heat exchanger, which can be of a shell and tube, a coil or a plate and frame design.

WO 92/07791 describes a method of making peroxomonosulphuric acid in an adiabatic reactor, where 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 further describes cooling the mixture, which exits the adiabatic reactor with a temperature of 80 to 110 °C, to about 60 °C by passing it through a cooling unit.

However, there is still a need for a method of making peroxomonosulphuric acid that can be practiced on an industrial

scale, uses less equipment than the method disclosed in US 5,141,731 and avoids the exposure of peroxomonosulphuric acid to high temperatures where decomposition of peroxomonosulphuric acid may become so fast as to lead to a runaway reaction.

The instant inventors have found that the disadvantages of the prior art methods can be overcome by using a novel device for mixing and cooling two reactive liquids, which mixes the two liquids in the head space of a tube bundle type heat exchanger with suitably designed nozzles.

One object of the invention is a device for mixing and cooling two reactive liquids, comprising a bundle type heat exchanger which comprises a multitude of parallel tubes arranged in a common enclosure, a head space open to one end of all tubes of the tube bundle, a first inlet to the head space for introducing a first liquid and a second inlet to the head space with a multitude of nozzles for introducing a second liquid, said nozzles being located within the head space and oriented to direct the introduced liquid transverse to the axis of the tubes of the tube bundle.

A further object of the invention is a method for making peroxomonosulphuric acid, where 85 to 98 % by weight sulphuric acid is introduced into the first inlet of a device according to the invention, 50 to 80 % by weight aqueous hydrogen peroxide is introduced into the second inlet of said device and the resulting mixture is cooled in the tube bundle of said device.

Fig. 1 shows a preferred embodiment of the device of the invention having slot nozzles and additional static mixers located inside the tubes of the tube bundle.

The device of the invention comprises a tube bundle type heat exchanger which comprises a multitude of parallel tubes (1) arranged in a common enclosure (2). The tubes can be cooled by passing a cooling liquid through the space between the tubes and the common enclosure.

The device also comprises a head space (3) open to one end of all tubes of the tube bundle, which serves to distribute liquid to be cooled to the tubes of the tube bundle.

5 The device further comprises a first inlet (4) to the head space for introducing a first liquid (5) and a second inlet (6) to the head space with a multitude of nozzles (7) for introducing a second liquid (8). The nozzles (7) are located within the head space (3) and are oriented to direct the introduced liquid
10 transverse to the axis of the tubes of the tube bundle. The nozzles (7) are preferably oriented to direct the introduced liquid at an angle essentially perpendicular to the axis of the tubes of the tube bundle. Introducing the second liquid through nozzles located within the head space (3) minimizes the time
15 between mixing the liquids and cooling the liquids in tubes (1) of the heat exchanger. The specified orientation of the nozzles distributes the second liquid to all tubes (1) of the tube bundle.

The first and the second inlet are preferably coaxial with the
20 tube bundle, the first inlet being an outer tube (4) connected to the head space and the second inlet being an inner tube (6) arranged within the outer tube and protruding into the head space (3). More preferably, the tube (6) of the second inlet is closed at the end located within the head space and the nozzles
25 are slot nozzles (7) in the tube walls. Most preferably, the slots of the slot nozzles are in the direction of the tube of the second inlet. If slot nozzles are used, the total area of the slots of the slot nozzles (7) is preferably from 0.5 to 2.0 times the cross section area of the tube (6) of the second
30 inlet. The coaxial arrangement of inlets and the use of slot nozzles provide even distribution of both reactive liquids to all tubes (1) of the tube bundle with a simple construction that can be manufactured from corrosion resistant materials at low cost.

35 In a preferred embodiment of the device of the invention additional static mixers (9) are located inside the tubes of the tube bundle at the end of the tubes open to the head space. In

principle, all types of static mixers can be used. The additional static mixers improve mixing of the two reactive liquids and heat transfer from the mixture to the walls of the tubes (1) of the tube bundle.

The device of the invention is a modification of a standard tube bundle type heat exchanger that can be manufactured at low cost and is easy to maintain, as it contains no moving parts. The device of the invention can mix and cool two reactive liquids on a large scale with low residence time before cooling. The arrangement of nozzles in the device of the invention provides an even distribution of both reactive liquids to all tubes of the tube bundle without the need of a manifold for liquid distribution.

In the method of the invention for making peroxomonosulphuric acid, 85 to 98 % by weight sulphuric acid is introduced into the first inlet of a device of the invention, as described above, 50 to 80 % by weight aqueous hydrogen peroxide is introduced into the second inlet of said device and the resulting mixture is cooled in the tube bundle of said device. Sulphuric acid and hydrogen peroxide are preferably introduced at a molar ratio of from 0.5 to 10, more preferably at a molar ratio of from 0.5 to 5 and most 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 at the lower end of the ranges is preferred if the resulting peroxomonosulphuric acid solution will be neutralized with a base before use.

Sulphuric acid and hydrogen peroxide are preferably introduced at flow rates providing an average residence time in the head space of less than 10 seconds, more preferably less than 7 seconds and most preferably less than 5 seconds, the average residence time being calculated as the ratio between the volume of the head space and the combined flow rates of sulphuric acid and hydrogen peroxide. The average residence time in the head space is preferably more than 1 second. A low residence time in the head space of the heat exchangers can lower the maximum

temperature reached by the reaction mixture and leads to less peroxide decomposition in the process.

- 5 The mixture resulting from mixing sulphuric acid and hydrogen peroxide in the head space of the heat exchanger is preferably cooled in the tube bundle to a temperature of less than 80 °C, preferably less than 50 °C and most preferably less than 40 °C. The mixture is preferably cooled to a temperature of at least 27 °C, more preferably at least 35 °C. Low temperatures are
- 10 preferred if the peroxomonosulphuric acid solution is to be stored, whereas higher temperatures can be used to lower coolant consumption if the peroxomonosulphuric acid solution is used within a short time. The mixture is preferably cooled using cooling water as the coolant.
- 15 The method of the invention for making peroxomonosulphuric acid requires less complicated equipment than prior art methods and can be operated safely on a large scale with high yields, because it avoids exposing peroxomonosulphuric acid and non-reacted hydrogen peroxide to high temperatures that lead to
- 20 peroxide decomposition.

Claims:

1. A device for mixing and cooling two reactive liquids,
comprising a bundle type heat exchanger, said heat exchanger
5 comprising a multitude of parallel tubes (1) arranged in a
common enclosure (2), a head space (3) open to one end of all
tubes of the tube bundle, and a first inlet (4) to the head
space for introducing a first liquid (5), wherein the device
comprises a second inlet (6) to the head space with a
10 multitude of nozzles (7) for introducing a second liquid (8),
said nozzles being located within the head space and oriented
to direct the introduced liquid transverse to the axis of the
tubes of the tube bundle.
2. The device of claim 1, wherein said nozzles are oriented to
15 direct the introduced liquid at an angle essentially
perpendicular to the axis of the tubes of the tube bundle.
3. The device of claim 1 or 2, wherein the first and the second
inlet are coaxial with the tube bundle, the first inlet is an
outer tube (4) connected to the head space and the second
20 inlet is an inner tube (6) arranged within the outer tube and
protruding into the head space.
4. The device of any one of claims 1 to 3, wherein the second
inlet is a tube protruding into the head space, the tube being
closed at the end located within the head space, and the
25 nozzles are slot nozzles (7) in the tube walls.
5. The device of claim 4, wherein the slots of said slot nozzles
are in the direction of the tube of the second inlet.
6. The device of claim 4 or 5, wherein the total area of the
slots of said slot nozzles is from 0.5 to 2.0 times the cross
30 section area of the tube of the second inlet.
7. The device of any one of claims 1 to 6, wherein static mixers
(9) are located inside the tubes of the tube bundle at the end
of the tubes open to the head space.

8. A method for making peroxomonosulphuric acid, wherein 85 to 98
% by weight sulphuric acid is introduced into the first inlet
5 of a device according to any one of claims 1 to 6, 50 to 80 %
by weight aqueous hydrogen peroxide is introduced into the
second inlet of said device and the resulting mixture is
cooled in the tube bundle of said device.

9. The method of claim 8, wherein sulphuric acid and hydrogen
10 peroxide are introduced at a molar ratio of from 0.5 to 10.

10. The method of claim 8 or 9, wherein sulphuric acid and
hydrogen peroxide are introduced at flow rates providing an
average residence time in the head space of less than 10
seconds, the average residence time being calculated as the
15 ratio between the volume of the head space and the combined
flow rates of sulphuric acid and hydrogen peroxide.

11. The method of any one of claims 8 to 10, wherein said
resulting mixture is cooled to a temperature of less than 80
°C.

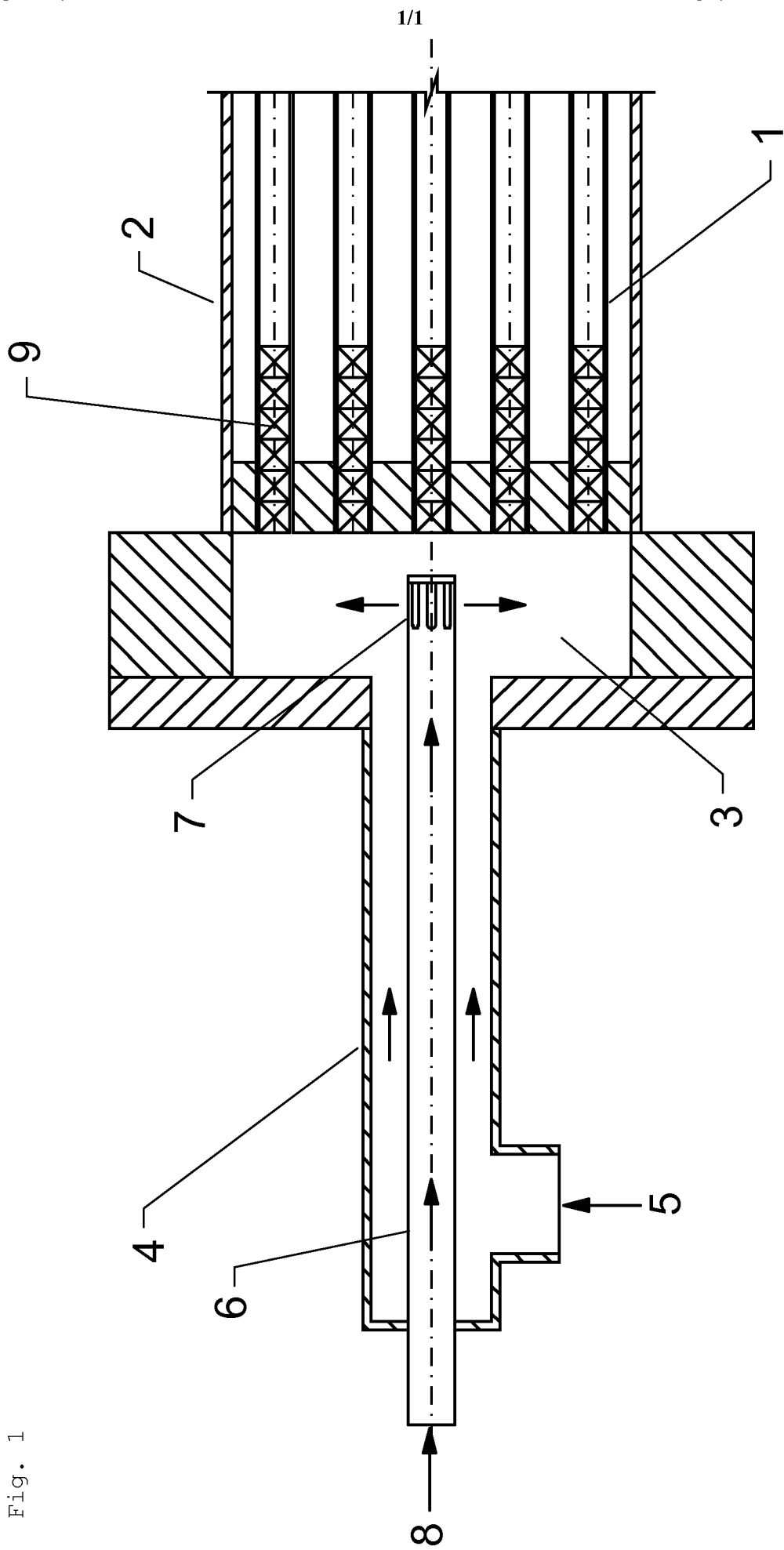


Fig. 1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2012/068387

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER INV. B01F3/08 B01F15/06 B01F5/06 B01F5/04 B01J19/24 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) B01F B01J 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														
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT <table border="1"> <thead> <tr> <th>Category*</th> <th>Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages</th> <th>Relevant to claim No.</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>A</td> <td>US 3 644 296 A (BOSCH HENDRIK) 22 February 1972 (1972-02-22) claim 1; figure 2 -----</td> <td>1-7</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>WO 97/26215 A1 (FMC CORP [US]) 24 July 1997 (1997-07-24) abstract; claim 1; figure 1 -----</td> <td>8-11</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>EP 2 075 230 A1 (MITSUBISHI GAS CHEMICAL CO [JP]) 1 July 2009 (2009-07-01) abstract; claim 1; figures 1-3 -----</td> <td>8-11</td> </tr> </tbody> </table>			Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.	A	US 3 644 296 A (BOSCH HENDRIK) 22 February 1972 (1972-02-22) claim 1; figure 2 -----	1-7	A	WO 97/26215 A1 (FMC CORP [US]) 24 July 1997 (1997-07-24) abstract; claim 1; figure 1 -----	8-11	A	EP 2 075 230 A1 (MITSUBISHI GAS CHEMICAL CO [JP]) 1 July 2009 (2009-07-01) abstract; claim 1; figures 1-3 -----	8-11
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.												
A	US 3 644 296 A (BOSCH HENDRIK) 22 February 1972 (1972-02-22) claim 1; figure 2 -----	1-7												
A	WO 97/26215 A1 (FMC CORP [US]) 24 July 1997 (1997-07-24) abstract; claim 1; figure 1 -----	8-11												
A	EP 2 075 230 A1 (MITSUBISHI GAS CHEMICAL CO [JP]) 1 July 2009 (2009-07-01) abstract; claim 1; figures 1-3 -----	8-11												
☐ 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		Date of mailing of the international search report												
11 October 2012		24/10/2012												
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 Muller, Gérard												

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2012/068387

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 3644296	A	22-02-1972	BE 725881 A	20-06-1969
			DE 1815060 A1	24-07-1969
			FR 1597968 A	29-06-1970
			GB 1215179 A	09-12-1970
			NL 6717621 A	24-06-1969
			US 3644296 A	22-02-1972

WO 9726215	A1	24-07-1997	AU 1700197 A	11-08-1997
			CA 2244223 A1	24-07-1997
			US 6368570 B1	09-04-2002
			WO 9726215 A1	24-07-1997

EP 2075230	A1	01-07-2009	AU 2007312061 A1	24-04-2008
			CA 2666413 A1	24-04-2008
			EP 2075230 A1	01-07-2009
			EP 2495215 A2	05-09-2012
			KR 20090066277 A	23-06-2009
			NZ 575784 A	24-02-2012
			US 2010112094 A1	06-05-2010
			WO 2008047864 A1	24-04-2008

**DISPOSITIVO PARA MEZCLAR Y ENFRIAR DOS LÍQUIDOS REACTIVOS Y
MÉTODO PARA HACER ÁCIDO PEROXIMONOSULFÚRICO CON EL MISMO**

La invención se refiere a un dispositivo para mezclar y enfriar dos líquidos reactivos y a un método para hacer ácido peroximonosulfúrico con el dispositivo.

Cuando se mezclan dos líquidos reactivos, como por ejemplo ácido sulfúrico y peróxido de hidrógeno, para dar un producto de reacción sensible al calor, como por ejemplo ácido peroximonosulfúrico, por una reacción química exotérmica, es necesario un dispositivo que mezcle eficientemente los líquidos reactivos y enfríe rápidamente la mezcla que se obtiene como resultado.

US 2.789.954 describe un método para hacer ácido peroximonosulfúrico haciendo fluir juntas una corriente de ácido sulfúrico concentrado y una corriente de peróxido de hidrógeno en 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. El dispositivo que se utiliza en US 2.789.954 es útil solo a escala de laboratorio, pero no se puede aumentar de escala de manera segura hasta una escala industrial.

US 5.141.731 describe un método para hacer ácido peroximonosulfúrico por agregado de peróxido de hidrógeno concentrado al ácido sulfúrico concentrado en varias partes usando eyector/mezcladores para agregar corrientes de peróxido de hidrógeno a una corriente de ácido sulfúrico. La mezcla se enfría luego de cada eyector/mezclador en un

intercambiador de calor, que puede responder a un diseño de tubo y calandria, de serpentín o de placa y armazón.

WO 92/07791 describe un método para hacer 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 también describe enfriar la mezcla, que sale del reactor adiabático con una temperatura de entre 80 y 110 °C, hasta aproximadamente 60 °C haciéndola pasar a través de una unidad enfriadora.

Sin embargo, aún existe la necesidad de un método para hacer ácido peroximonosulfúrico que se puede llevar a la práctica a escala industrial, utiliza menos equipo que el método que se divulga en US 5.141.731 y evita la exposición del ácido peroximonosulfúrico a altas temperaturas, a las que la descomposición del ácido peroximonosulfúrico puede ser tan rápida como para llevar a una reacción fuera de control.

Los inventores de la presente han descubierto que las desventajas de los métodos del arte anterior se pueden resolver usando un novedoso dispositivo para mezclar y enfriar dos líquidos reactivos, que mezcla los dos líquidos en el espacio de cabeza de un intercambiador de calor del tipo de haz de tubos con boquillas del diseño apropiado.

Un objeto de la invención consiste en un dispositivo

para mezclar y enfriar dos líquidos reactivos, que comprende un intercambiador de calor del tipo de haz de tubos que comprende una multiplicidad de tubos paralelos dispuestos dentro de un mismo recinto, un espacio de cabeza que se abre a un extremo de todos los tubos del haz de tubos, una primera admisión que da al espacio de cabeza para introducir un primer líquido y una segunda admisión al espacio de cabeza con una multiplicidad de boquillas para introducir un segundo líquido, donde dichas boquillas están situadas dentro del espacio de cabeza y se las orienta para dirigir al líquido que se introduce en dirección transversal al eje de los tubos del haz de tubos.

Un objeto adicional de la invención es un método para hacer ácido peroximonosulfúrico, donde se sigue el procedimiento de: introducir entre 85 y 98 % en peso de ácido sulfúrico por la primera admisión de un dispositivo de acuerdo con la invención, introducir entre 50 y 80 % en peso de peróxido de hidrógeno acuoso por la segunda admisión de dicho dispositivo y enfriar la mezcla que se obtiene como resultado en el haz de tubos de dicho dispositivo.

La Figura 1 muestra una forma de realización preferida del dispositivo de la invención con boquillas en forma de ranura y mezcladores estáticos adicionales situados en el interior de los tubos del haz de tubos.

El dispositivo de la invención comprende un intercambiador de calor del tipo de haz de tubos que

comprende una multiplicidad de tubos paralelos (1) dispuestos dentro de un mismo recinto (2). Los tubos se pueden enfriar haciendo pasar un líquido refrigerante a través del espacio entre los tubos y el recinto que los contiene a todos.

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

El dispositivo además comprende una primera admisión (4) que da hacia el espacio de cabeza para introducir un primer líquido (5) y una segunda admisión (6) que da hacia el espacio de cabeza con una multiplicidad de boquillas (7) para introducir un segundo líquido (8). Las boquillas (7) están situadas dentro del espacio de cabeza (3) y se orientan para dirigir al líquido que se introduce en dirección transversal al eje de los tubos del haz de tubos. Las boquillas (7) preferiblemente se orientan para dirigir al líquido que se introduce con un ángulo esencialmente perpendicular al eje de los tubos del haz de tubos. Al introducir el segundo líquido a través de boquillas situadas dentro del espacio de cabeza (3) se minimiza el tiempo entre la mezcla de los líquidos y su enfriamiento en los tubos (1) del intercambiador de calor. La orientación de las boquillas que se especifica distribuye el segundo líquido por todos los tubos (1) del haz de tubos.

La primera y la segunda admisión preferiblemente son

coaxiales con el haz de tubos, donde la primera admisión es un tubo exterior (4) conectado con el espacio de cabeza y donde la segunda admisión es un tubo interior (6) dispuesto dentro del tubo exterior y que sobresale hacia el interior del espacio de cabeza (3). Más preferiblemente, el tubo (6) de la segunda admisión está cerrado por el extremo situado dentro del espacio de cabeza y las boquillas son boquillas en forma de ranura (7) en las paredes del tubo. Aún más preferiblemente, las ranuras de las boquillas en forma de ranura se encuentran en la dirección del tubo de la segunda admisión. Si se utilizan boquillas en forma de ranura, el área total de las ranuras de las boquillas en forma de ranura (7) es preferiblemente de entre 0,5 y 2,0 veces el área en sección transversal del tubo (6) de la segunda admisión. La disposición coaxial de las admisiones y el uso de boquillas en forma de ranura proveen una distribución pareja de ambos líquidos reactivos a todos los tubos (1) del haz de tubos con una construcción simple que se puede fabricar con materiales resistentes a la corrosión con bajo costo.

En una forma de realización preferida del dispositivo de la invención hay mezcladores estáticos adicionales (9) situados en el interior de los tubos del haz de tubos por el extremo de los tubos que se abre al espacio de cabeza. En principio, se pueden utilizar todos los tipos de mezcladores estáticos. Los mezcladores estáticos adicionales mejoran la mezcla de los dos líquidos reactivos

y la transferencia de calor de la mezcla a las paredes de los tubos (1) del haz de tubos.

El dispositivo de la invención es una modificación de un intercambiador de calor estándar del tipo de haz de tubos que se puede fabricar a bajo costo y darle mantenimiento es fácil, ya que no contiene partes móviles. El dispositivo de la invención puede mezclar y enfriar dos líquidos reactivos a gran escala con tiempos de residencia cortos antes del enfriamiento. La disposición de boquillas en el dispositivo de la invención provee una distribución pareja de ambos líquidos reactivos a todos los tubos del haz de tubos sin necesidad de un múltiple para la distribución del líquido.

En el método de la invención para hacer ácido peroximonosulfúrico, se introduce entre 85 y 98 % en peso de ácido sulfúrico por la primera admisión de un dispositivo de la invención, según se describió anteriormente, se introduce entre 50 y 80 % en peso de peróxido de hidrógeno acuoso por la segunda admisión de dicho dispositivo y la mezcla que se obtiene como resultado se enfría en el haz de tubos de dicho dispositivo. Preferiblemente, se introducen ácido sulfúrico y peróxido de hidrógeno en una proporción molar de entre 0,5 y 10, más preferiblemente en una proporción molar de entre 0,5 y 5 y aún 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 de ácido peroximonosulfúrico que se obtiene como resultado se neutralizará con una base antes del uso se prefiere una proporción molar en el extremo inferior de los rangos.

El ácido sulfúrico y el peróxido de hidrógeno preferiblemente se introducen con caudales que proveen un tiempo de residencia promedio en el espacio de cabeza menores de 10 segundos, más preferiblemente menores de 7 segundos y aún más preferiblemente menores de 5 segundos, donde el tiempo de residencia promedio se calcula como la proporción entre el volumen del espacio de cabeza y los caudales combinados de ácido sulfúrico y peróxido de hidrógeno. El tiempo de residencia promedio en el espacio de cabeza preferiblemente es mayor de 1 segundo. Un tiempo de residencia corto en el espacio de cabeza de los intercambiadores de calor puede hacer que descienda la máxima temperatura que alcanza la mezcla de reacción y puede llevar a una menor descomposición del peróxido durante el proceso.

La mezcla que se obtiene como resultado de la mezcla de ácido sulfúrico y peróxido de hidrógeno en el espacio de cabeza del intercambiador de calor preferiblemente se enfría en el haz de tubos hasta una temperatura menor que 80 °C, preferiblemente menor que 50 °C y aún más preferiblemente menor que 40 °C. La mezcla preferiblemente se enfría a una temperatura de por lo menos 27 °C, más preferiblemente por lo menos 35 °C. Las bajas temperaturas

se prefieren si la solución de ácido peroximonosulfúrico se desea almacenar, mientras que se pueden utilizar mayores temperaturas para reducir el consumo de refrigerante si la solución de ácido peroximonosulfúrico se utiliza dentro de un corto tiempo. La mezcla preferiblemente se enfría usando agua fría como refrigerante.

El método de la invención para hacer ácido peroximonosulfúrico requiere un equipo menos complicado que los métodos del arte anterior y se puede operar de manera segura a gran escala con altos rendimientos, porque evita la exposición al ácido peroximonosulfúrico y al peróxido de hidrógeno sin reaccionar a las altas temperaturas que causan la descomposición del peróxido.

Reivindicaciones

1. Un dispositivo para mezclar y enfriar dos líquidos reactivos, CARACTERIZADO porque comprende un intercambiador de calor del tipo de haz de tubos, donde dicho intercambiador de calor comprende una multiplicidad de tubos paralelos (1) dispuestos dentro de un mismo recinto (2), un espacio de cabeza (3) que se abre a un extremo de todos los tubos del haz de tubos, y una primera admisión (4) que da hacia el espacio de cabeza para introducir un primer líquido (5), donde el dispositivo comprende una segunda admisión (6) que da hacia el espacio de cabeza con una multiplicidad de boquillas (7) para introducir un segundo líquido (8), donde dichas boquillas están situadas dentro del espacio de cabeza y se las orienta para dirigir al líquido que se introduce en dirección transversal al eje de los tubos del haz de tubos.

2. El dispositivo de la reivindicación 1, CARACTERIZADO porque dichas boquillas se orientan para dirigir al líquido que se introduce con un ángulo esencialmente perpendicular al eje de los tubos del haz de tubos.

3. El dispositivo de la reivindicación 1 ó 2, CARACTERIZADO porque la primera y la segunda admisión son coaxiales con el haz de tubos, la primera admisión es un tubo exterior (4) conectado con el espacio de cabeza y la segunda admisión es un tubo interior (6) dispuesto dentro del tubo exterior y que sobresale hacia el interior del

espacio de cabeza.

4. El dispositivo de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, CARACTERIZADO porque la segunda admisión es un tubo que sobresale hacia el interior del espacio de cabeza, donde el tubo está cerrado por el extremo situado dentro del espacio de cabeza, y las boquillas son boquillas en forma de ranura (7) en las paredes del tubo.

5. El dispositivo de la reivindicación 4, CARACTERIZADO porque las ranuras de dichas boquillas en forma de ranura se encuentran en la dirección del tubo de la segunda admisión.

6. El dispositivo de la reivindicación 4 ó 5, CARACTERIZADO porque el área total de las ranuras de dichas boquillas en forma de ranura es de entre 0,5 y 2,0 veces el área en sección transversal del tubo de la segunda admisión.

7. El dispositivo de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, CARACTERIZADO porque tiene mezcladores estáticos (9) situados en el interior de los tubos del haz de tubos por el extremo que se abre al espacio de cabeza.

8. Un método para hacer ácido peroximonosulfúrico, CARACTERIZADO porque se sigue el procedimiento de: introducir entre 85 y 98 % en peso de ácido sulfúrico por la primera admisión de un dispositivo de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, introducir entre

50 y 80 % en peso de peróxido de hidrógeno acuoso por la segunda admisión de dicho dispositivo y enfriar la mezcla que se obtiene como resultado en el haz de tubos de dicho dispositivo.

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

10. El método de la reivindicación 8 ó 9, CARACTERIZADO porque se introducen ácido sulfúrico y peróxido de hidrógeno con caudales que proveen un tiempo de residencia promedio en el espacio de cabeza menor de 10 segundos, donde el tiempo de residencia promedio se calcula como la proporción entre el volumen del espacio de cabeza y los caudales combinados de ácido sulfúrico y peróxido de hidrógeno.

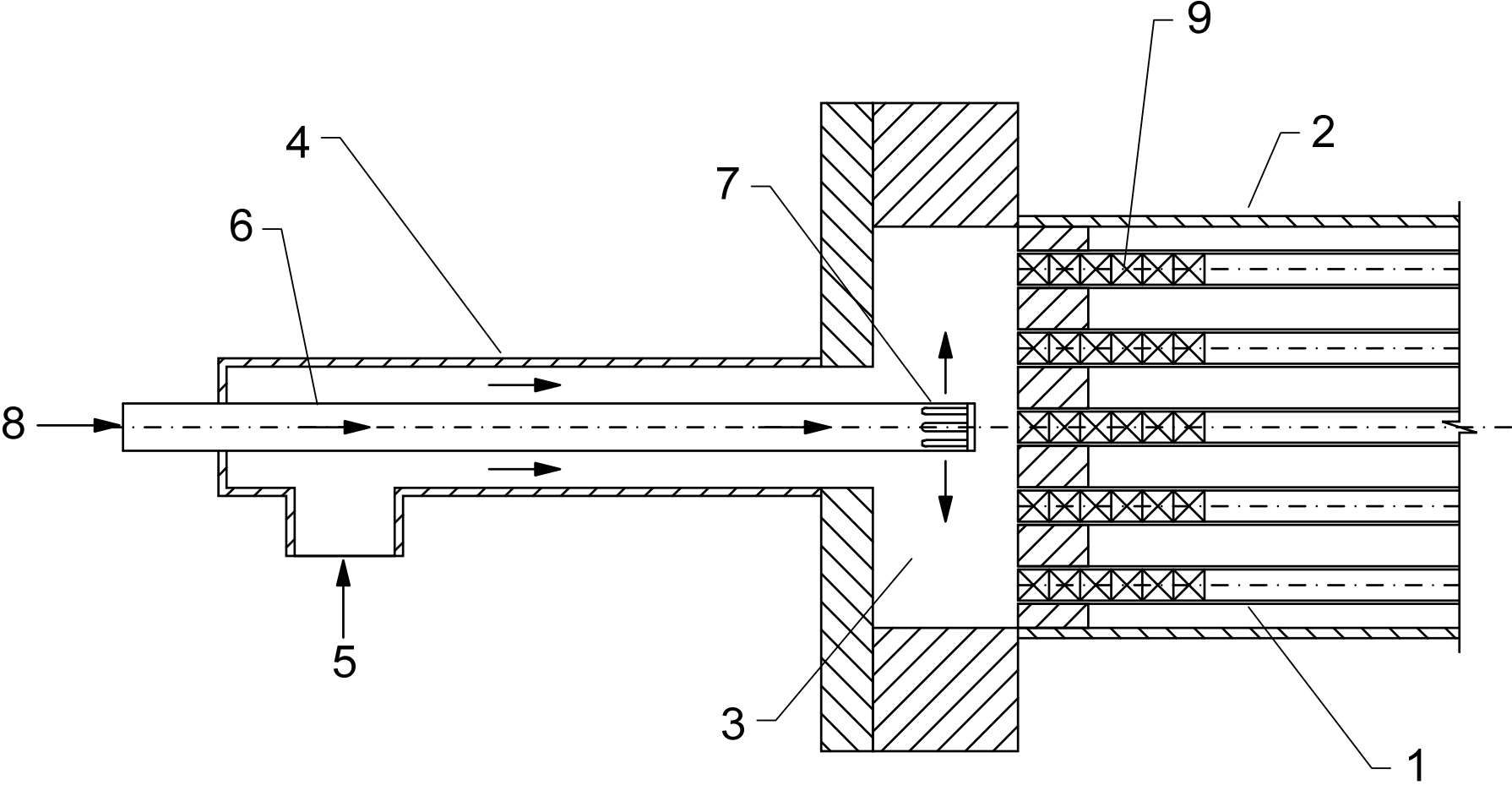
11. El método de cualquiera de las reivindicaciones 8 a 10, CARACTERIZADO porque dicha mezcla que se obtiene como resultado se enfría a una temperatura menor de 80 °C.

**DISPOSITIVO PARA MEZCLAR Y ENFRIAR DOS LÍQUIDOS REACTIVOS Y
MÉTODO PARA HACER ÁCIDO PEROXIMONOSULFÚRICO CON EL MISMO**

RESUMEN

Un dispositivo para mezclar y enfriar dos líquidos reactivos, que comprende un intercambiador de calor del tipo de haz de tubos con tubos paralelos, un espacio de cabeza que se abre a un extremo de todos los tubos, una primera admisión que da hacia el espacio de cabeza para introducir un primer líquido y una segunda admisión que da hacia el espacio de cabeza, que tiene una multiplicidad de boquillas para introducir un segundo líquido, donde las boquillas están situados dentro del espacio de cabeza y están orientadas para dirigir al líquido que se introduce en dirección transversal al eje de los tubos del haz de tubos, es útil para hacer ácido peroximonosulfúrico introduciendo entre 85 y 98 % en peso de ácido sulfúrico por la primera admisión del dispositivo e introduciendo entre 50 y 80 % en peso de peróxido de hidrógeno acuoso por la segunda admisión del dispositivo.

Figura 1



From the INTERNATIONAL BUREAU

PCTNOTIFICATION OF THE RECORDING
OF A CHANGE(PCT Rule 92bis.1 and
Administrative Instructions, Section 422)

To:

EVONIK DEGUSSA GMBH
CI-IPM-PAT
Postcode 84/339
Rodenbacher Chaussee 4
63457 Hanau
ALLEMAGNE

Date of mailing (day/month/year) 05 December 2013 (05.12.2013)	IMPORTANT NOTIFICATION
Applicant's or agent's file reference 2010P00371WO	
International application No. PCT/EP2012/068387	International filing date (day/month/year) 19 September 2012 (19.09.2012)

1. The following indications appeared on record concerning:		
☐ the applicant	☒ the inventor	☐ the agent
☐ the common representative		
Name and Address BROWN, Terry Unit17E (RT1), 2118 Hua Shan Road Shanghai, Xui Hui district 200052 China	State of Nationality	State of Residence
	Telephone No.	
	Facsimile No.	
	E-mail address	
2. The International Bureau hereby notifies the applicant that the following change has been recorded concerning:		
☐ the person	☐ the name	☒ the address
☐ the nationality		
☐ the residence		
Name and Address BROWN, Terry 5373 Canal Boulevard US-New Orleans, LA 701 24 United States of America	State of Nationality	State of Residence
	Telephone No.	
	Facsimile No.	
	E-mail address ☐ Notifications by e-mail authorized	
3. Further observations, if necessary:		
4. A copy of this notification has been sent to:		
☒ the receiving Office	☐ the International Preliminary Examining Authority	
☐ the International Searching Authority	☒ the designated Offices concerned	
☐ the Authority(ies) specified for supplementary search	☐ the elected Offices concerned	
	☐ other:	

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland	Authorized officer Bentobbal Ryad
Facsimile No. +41 22 338 89 70	e-mail pt06.pct@wipo.int
	Telephone No. +41 22 338 74 06

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

(PCT Article 18 and Rules 43 and 44)

Applicant's or agent's file reference 2010P00371WO	FOR FURTHER ACTION see Form PCT/ISA/220 as well as, where applicable, item 5 below.	
International application No. PCT/EP2012/068387	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/EP2012/068387

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

INV. B01F3/08 B01F15/06 B01F5/06 B01F5/04 B01J19/24
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)

B01F B01J

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

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 3 644 296 A (BOSCH HENDRIK) 22 February 1972 (1972-02-22) claim 1; figure 2	1-7
A	----- WO 97/26215 A1 (FMC CORP [US]) 24 July 1997 (1997-07-24) abstract; claim 1; figure 1	8-11
A	----- EP 2 075 230 A1 (MITSUBISHI GAS CHEMICAL CO [JP]) 1 July 2009 (2009-07-01) abstract; claim 1; figures 1-3	8-11



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

11 October 2012

Date of mailing of the international search report

24/10/2012

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

Muller, Gérard

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2012/068387

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 3644296	A	22-02-1972	BE 725881 A 20-06-1969 DE 1815060 A1 24-07-1969 FR 1597968 A 29-06-1970 GB 1215179 A 09-12-1970 NL 6717621 A 24-06-1969 US 3644296 A 22-02-1972
WO 9726215	A1	24-07-1997	AU 1700197 A 11-08-1997 CA 2244223 A1 24-07-1997 US 6368570 B1 09-04-2002 WO 9726215 A1 24-07-1997
EP 2075230	A1	01-07-2009	AU 2007312061 A1 24-04-2008 CA 2666413 A1 24-04-2008 EP 2075230 A1 01-07-2009 EP 2495215 A2 05-09-2012 KR 20090066277 A 23-06-2009 NZ 575784 A 24-02-2012 US 2010112094 A1 06-05-2010 WO 2008047864 A1 24-04-2008