



MEMORIA DESCRIPTIVA que forma parte integrante de la patente de invención que se solicita en España, á favor de la casa Oesterreichische Chemische Werke, G.m.b.H., domiciliada en Viena IV (Austria) por "PROCEDIMIENTO PARA LA PURIFICACION, ESPECIALMENTE PARA LA DESACIDIFICACION, POR ELECTROLISIS DE SOLUCIONES DE PEROXIDO DE HIDROGENO."

- - - - -

Inventor: Sr. Dr. D. Josef Mueller, residente en Weissenstein (Drau).

- - - - -

La purificación, en especial la desacidificación, de soluciones técnicas de peróxido de hidrógeno, que por su fabricación siempre contienen ácidos en mayor o menor cantidad y por lo regular contienen también impurezas metálicas, origina en la práctica considerables dificultades. Hasta ahora se ha utilizado principalmente la destilación en el vacío para la purificación de las soluciones técnicas de peróxido de hidrógeno. Pero este procedimiento tiene varios inconvenientes: exige costosas instalaciones y resulta caro en su funcionamiento y además jamás da productos con un grado de pureza muy elevado cuando las soluciones iniciales contienen impurezas volátiles, por ejemplo, ácidos volátiles.

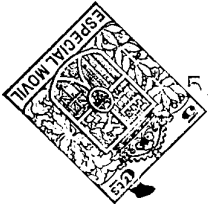
El presente procedimiento para la purificación de soluciones técnicas de peróxido de hidrógeno consiste esencialmente en que la solución que ha de purificarse se somete á la electrolisis como líquido de anodo y de catodo, en un elemento de diafragma. Si se trata de impurezas que van al catodo, como por ej., iones metálicos las soluciones que han de purificarse se tratan anódicamente; si hay que eliminar aniones, como ocurre, por ej.,



en la desacidificación, se somete la solución como líquido de cátodo a electrolisis. Por el tratamiento anódico y catódico consecutivo pueden eliminarse de las soluciones, tanto
25 impurezas de naturaleza electronegativa, como de electropositiva. Además, el procedimiento permite introducir sustancias, cuya presencia sea deseable en la solución purificada electrolíticamente, en el curso de la electrolisis por el paso de iones a la solución.

30 Es sorprendente que no se verifica un retroceso perceptible de la concentración de oxígeno ni en el contacto de las soluciones del peróxido de hidrógeno con el ánodo ni con el cátodo, y esto tampoco ocurre cuando las soluciones están concentradas. Para explicar este comportamiento curioso
35 so pudiera admitirse que se forman en los electrodos acolchados de gas que actúan como capas intermedias protectoras, de modo que hasta empleando electrodos de platino no se producen pérdidas perceptibles por descomposición catalítica.

40 Si la solución de peróxido de hidrógeno que ha de purificarse forma el líquido de cátodo, se puede emplear como líquido de ánodo, por ejemplo, agua destilada acidulada. Pero para evitar pérdidas de concentración por difusión, se elige con preferencia también como líquido de ánodo una
45 solución de peróxido de hidrógeno de una concentración aproximadamente igual. Si la solución de peróxido hay que purificarla anódicamente se puede emplear como líquido de cátodo también agua destilada, que en este caso se hará buena conductora adicionando, por ej., electrolitos alcalinos
50 o una solución de peróxido de hidrógeno de igual concentración. Si se quiere someter después una solución de H_2O_2 desacidificada por tratamiento catódico aun a la purificación por tratamiento anódico, se recomienda emplear como líquido de cátodo ácido fosfórico puro diluido, o la solución de



55 un fosfato o pirofosfato; el electrolito provocado por la capacidad conductora de la solución cumple al mismo tiempo, en este caso, la función de dar á la solución purificada un estabilizador por la caminata de iones.

La tensión del elemento y la intensidad de la
60 corriente dependen grandemente de la clase del equipo y de la constitución de la solución inicial, y deben determinarse por ensayos previos correspondientemente á los efectos deseados.

El procedimiento requiere un pequeño consumo de corriente y lleva consigo menores pérdidas de oxígeno activo
65 que las que se presentan en la purificación por destilación. Por tratamiento catodico de las soluciones H_2O_2 se llega á una completa desacidificación como no se logra de otra manera, por ej., por purificación electroosmótica, según el método de la purificación del agua, en el que la solución que ha de
70 purificarse se encuentra en un elemento intermedio separado del espacio del catodo y del espacio del anodo por diafragmas. En éste las soluciones quedan libres al mismo tiempo de impurezas metálicas, como hierro, precipitándose éstas en el catodo. Igualmente pueden eliminarse ampliamente de la solu-
75 ción por purificación anódica todos los cationes, en especial el hierro que pueda existir.

Se puede ejecutar el procedimiento en un solo elemento, o puede utilizarse un número de elementos conectados en serie. En este último caso la solución de peróxido de
80 hidrógeno fluye con objeto de la purificación anódica en alimentación continua de un espacio de anodo a otro espacio de anodo de los elementos conectados en serie, por el contrario, el catolito se completa preferenetemente solo por difusión y por transporte electrolítico. La solución purificada
85 se recoge del espacio del anodo del último elemento; en el catolito de este último elemento se encuentran acumuladas las impurezas eliminadas por electrolisis. En las purificación catódica se lleva á cabo todo el proceso en sentido contrario. La velocidad de la corriente se gradua preferentemente de



90 modo que la solución tratada abandona el último elemento completamente purificado. La tensión aumenta constantemente de elemento á elemento hasta llegar al último para aumentar de un salto en éste, donde se logra la completa purificación de la solución. Si la tensión no debe aumentar tanto en este
95 elemento último para que se evite el peligro de una retro-difusión de las impurezas en la solución purificada, deberá producirse una correspondiente elevación de tensión por modificación de las condiciones eléctricas, por. ej., desconectando uno de los elementos precedentes de la serie.

100 Si en el caso de la purificación catódica de las soluciones impurificadas por ácidos no hay presentes suficientes cationes de tal clase que éstos pasen de nuevo á la solución después de descarga electrolítica, o en el caso de la purificación anódica de soluciones impurificadas por
105 metales no existen suficientes aniones, tendría esto como consecuencia que la capacidad conductora del electrolito en cuestión debería descender por bajo de la medida necesaria al aumentar la pureza de la solución. Según el invento, en uno de los casos se introducirían cationes adecuados y en el
110 otro aniones adicionales en los electrolitos, y esto, en cantidades muy pequeñas y en forma de combinaciones cuyo ion contrario no impurifique la solución. Así, por ej., si debe quitarse completamente el ácido de una solución ácida de H_2O_2 , que no contenga además ningún ion de álcali o de álcali
115 li terreo, entonces debe atenderse á que por la adición de pequeñas cantidades de iones de álcali o de álcali terreo, por ej., en forma de hidróxidos, á que el catolito permanezca con suficiente capacidad conductora hasta el fin de la electrolisis.

120 EJEMPLOS DE EJECUCION.

1/ Purificación catódica, en especial desacidificación, de una solución de peróxido de hidrógeno con aproximadamente 30% de H_2O_2 y 0.1% de contenido ácido total (ácido sulfúrico y



ácido clorhídrico): para la electrolisis sirve un elemento
125 de diafragma con un espacio de catodo aproximadamente de
400 cm³ y un espacio de anodo de una capacidad aproximada
de 100 cm³. El espacio del catodo se carga con la solución
que ha de purificarse, á la que se añade huellas de NaHO.
En el espacio del anodo se echa una solución aproximada-
130 mente de 1-2% de ácido sulfúrico químicamente puro en agua
destilada o la misma cantidad de una solución de peróxido
de hidrógeno de la concentración de la solución que ha de
purificarse. Como cátodo sirve una barra de grafita y de
anodo una chapa de platina. También pueden utilizarse como
135 catodos el estaño, aluminio, niquel o aceros especiales.
Se hace pasar una corriente de unos 0.25 amperios por el
elemento, que queda conectado hasta que el catolito quede
libre de ácido. La tensión del elemento en las condiciones
indicadas puede ser, por ej., 15 voltios al comenzar la
140 electrolisis y puede subir hasta unos 45 voltios hasta
lograr la completa purificación. Una solución de peróxido
de hidrógeno que antes de la purificación daba un residuo
de incandescencia de unos 0.25%, presentaba después del
tratamiento un residuo de 0.01; en este no era demostrable
145 analíticamente en la solución ni ácido clorhídrico, ni
ácido sulfúrico.

2/ Purificación anódica de una solución de peróxido de
hidrógeno con 15% de H₂O₂, en la que están contenidos como
impurezas iones metálicos de efecto catalítico. Se usa el
150 mismo equipo que en el ejemplo 1, con la única diferencia
de que las chapas de platino sirven, lo mismo de anodo
que de catodo; también la carga de la corriente es la
misma. La solución de H₂O₂ que se ha de purificar se intro-
duce, en este caso, en el espacio del anodo, sirviendo
155 aqui como tal el espacio mayor de electrodos. En el espacio
de catodos se echa agua destilada que contenga un poco de



ácido fosfórico. Los iones de metales se dirigen al catodo y de esta manera se eliminan del anolito. Por la marcha de iones entra al mismo tiempo en el anolito algo de ácido fosfórico, cuya presencia fomenta la durabilidad de la solución. De esta manera se pueden eliminar aun de soluciones iniciales ricas en metal los iones metálicos, de modo que las soluciones obtenidas después poseen una excelente durabilidad.

165 3/ Por el consecutivo tratamiento según los ejemplos 1 y 2 se obtienen soluciones extraordinariamente puras, que son especialmente adecuadas para fines médicos y que tienen una ilimitada durabilidad.

REIVINDICACION .

170 1/ Procedimiento para la purificación de soluciones de peróxido de hidrógeno, caracterizado porque la solución que se ha de purificar se somete en un elemento de diafragma á la electrolisis como líquido de catodo o de anodo.

2/ Procedimiento según 1, caracterizado porque la solución 175 que se ha de purificar se somete á la electrolisis consecutivamente en una serie arbitraria como catolito y anolito.

3/ Forma de ejecución del procedimiento según los números 1 y 2, caracterizado porque las sustancias, cuya presencia es deseable en la solución electrolíticamente purificada, se 180 introduce en el desarrollo de la electrolisis en la solución por caminata de iones.

4/ Forma de ejecución del procedimiento según 1 y 2, caracterizado porque una solución de peróxido de hidrógeno de la concentración de la solución que se ha de purificar es emplea- 185 da como segundo electrolito, para evitar en los posible pérdidas de concentración por difusión.

5/ Procedimiento para la purificación anódica de soluciones de peróxido de hidrógeno (preferentemente de soluciones purificadas de antemano por efecto catódico), según los números 190 1 a 3, caracterizado porque se emplea como líquido de catodo



ácido fosfórico diluido o la solución de un fosfato o pirofosfato.

6/ Procedimiento según los números 1 a 5, caracterizado porque la solución que se ha de purificar se envia á
195 través de varios elementos conectados en serie, vertiendo del espacio de anodo al espacio de catodo, respectivamente del espacio del catodo al del anodo.

7/ Forma de ejecución del procedimiento según 6, caracterizado porque el electrolito que recibe las impurezas es completado únicamente por difusión y transporte electrolítico, de modo que las impurezas eliminadas electrolíticamente se acumulan en este electrolito.
200

8/ Forma de ejecución del procedimiento según los números 6 y 7, caracterizada porque en el último elemento se mantiene una tensión por la que se evita una retrodifusión de impurezas á la solución purificada.
205

9/ Procedimiento según 1 a 8, caracterizado porque en el caso de la purificación catódica de las soluciones impurificadas por ácidos, que no contienen suficientes cationes de tal clase que después de descarga electrolítica pasen á la solución, o en el caso de la purificación anódica de las soluciones impurificadas por metales, en las cuales no hay suficientes aniones, en uno de los casos se introducen en el electrolito cationes adecuadas, en el otro caso aniones adicionales, y esto en cantidades muy pequeñas y en forma de combinaciones cuyo ion contrario no impurifica las soluciones.
210
215

Nota: La presente patente debe recaer sobre "PROCEDIMIENTO PARA LA PURIFICACION, ESPECIALMENTE PARA LA DESACIDIFICACION, POR ELECTROLISIS DE SOLUCIONES DE PEROXIDO DE HIDROGENO, tal como aparece descrito en la presente memoria.

Con arreglo á lo preceptuado en la vigentes Ley de la Propiedad Industrial y Comercial se solicita el dere-



cho de prioridad de la patente austriaca nº A 5705-30 del
24 de Julio de 1931.

Consta esta memoria de ocho hojas foliadas
y escritas por una sola cara.

Madrid, a 1 Abril 1931 Oesterreichische Chemische Werke
G.m.b.H.

PP Juan José Romero
Francisco Muñoz