

PATENTE DE INVENCION

=====



183654

183654

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre :

"Procedimiento para la obtención de soluciones de  
"persulfato amónico".

=====

Solicitantes:

LAPORTE CHEMICALS LIMITED,  
domiciliados en Kingsway, LUTON,  
Bedfordshire, Inglaterra.

=====

La presente invención se refiere a un procedimiento para la obtención de soluciones ácidas de persulfato amónico por electrolisis empleando baños electrolíticos que tienen un catolito estacionario. Tales soluciones pueden ser hidrolizadas y destiladas para producir peróxido de hidrógeno o tratadas para dar cristales de persulfato amónico.

En la conversión electrolítica de soluciones ácidas de sulfato amónico en persulfato amónico, es corriente rodear el catodo con un diafragma para impedir que el



183054

- persulfato amónico formado llegue a descomponerse y obtener la máxima eficacia de corriente. Tales diafragmas se construyen de un material cerámico poroso, de amianto de ebonita microporosa o cualquier otro material apropiado.
15. Se pueden emplear en esta electrolisis baños que tengan cámaras separadas para el anolito y el catolito, ambos de los cuales fluyen continuamente a través del baño. Con una disposición semejante el catolito tiene siempre reacción ácida, pero esto obliga a controlar y manejar
20. dos flujos separados de electrolito a través del baño con la consiguiente multiplicidad de instalación y controles. Por consiguiente es beneficioso emplear un baño de una sola cámara en el que el catolito es estacionario mientras que solamente el anolito vá descargando continuamente.
- 25.

En el procedimiento de la clase que se usa un catolito estacionario, se emplea un diafragma cerámico poroso y, como queda dicho anteriormente, el anolito fluye continuamente a través del baño, siendo descargado a veces con una solución ácida

30. de persulfato amónico, mientras que el catolito permanece en la cámara del diafragma y es por consiguiente estacionario. El diafragma empleado hasta ahora iba colocado con mucha holgura, de modo que siempre habia un considerable volumen de catolito estacionario en el diafragma. A medida que vá progresando la electro-

35. lisis la concentraciones de iones de amoniaco en este catolito estacionario aumenta y este aumento de iones de amoniaco dá lugar a veces a una condición alcalina en el catolito. Este catolito alcalino tiene una resistencia eléctrica aumentada, aumentando de este modo la diferencia de potencial a través

40. del baño. Tambien la condición alcalina del catolito



183654

dá lugar a la precipitación de óxidos de impurezas metálicas presentes en la solución. Esta precipitación tiene lugar en el cuerpo del diafragma en su cara interna ácido-alcalina y dá lugar a la obstrucción de los poros del diafragma con el consiguiente aumento en la resistencia del mismo. Otro inconveniente adicional que resulta de este catolito alcalino es que esta solución alcalina ataca el material del diafragma de cerámica dando lugar a que se rompa de modo que los poros llegan a obstruirse lo cual conduce tambien a un aumento de resistencia. Este problema de ataque no ha podido solucionarse hasta ahora cambiando la composición del material cerámico, pues todavía no ha sido posible construir un diafragma de material cerámico que resista simultáneamente a ambas soluciones ácida y alcalina. Este aumento de resistencia de catolito y diafragma produce un aumento en la diferencia de potencial a través del baño que conduce a un aumento en el consumo de energía eléctrica por unidad de persulfato anódico producido, así como un aumento en la refrigeración requerida para mantener el baño a su temperatura de trabajo eficaz. Otra consecuencia mas es la pérdida de amoniaco del sistema debido a su formación desde el catolito alcalino.

Se ha descubierto ahora ,segun la presente invención , que los antedichos inconvenientes de emplear diafragmas de cerámica con un catolito estacionario pueden evitarse si el líquido dentro del diafragma se mantiene siempre en reacción ácida y si se emplea un diafragma cerámico poroso estrechamente ajustado.

Con este objeto, la presente invención establece un procedimiento para la obtención de soluciones ácidas



19

8

183654

75. de persulfato amónico mediante la electrolisis de soluciones ácidas de sulfato amónico empleando un baño electrolítico que tiene un catolito estacionario en el que el catolito se mantiene en reacción ácida durante toda la electrolisis y en el que el catodo vá rodeado por un diafragma cerámico poroso estrechamente ajustado.

Preferentemente se emplean anodos de platino y catodos de grafito.

80. Se ha descubierto que se obtienen los mejores resultados cuando la distancia entre el catodo y la superficie interior del diafragma no excede de 3 mm. en cualquier punto.

85. Para obtener las condiciones deseadas de acidez continúa en el diafragma junto con una diferencia de potencial baja a través del baño a la vez que con la eficacia de energía máxima, se ha descubierto que la filtración de electrolito a través del diafragma de material poroso, debía tener lugar dentro de ciertos límites para que hubiera suficiente fluido de electrolito ácido dentro del diafragma para mantener el catolito en reacción ácida. Los factores

90. que afectan a esta filtración son la permeabilidad del material cerámico del diafragma, y la profundidad de electrolito fuera del citado diafragma. La profundidad de líquido por el exterior del diafragma cuando está colocado en el baño se designará de aquí en adelante como " el

95. nivel de trabajo del diafragma" . Un aumento en la permeabilidad del material cerámico o un aumento en el nivel de trabajo del diafragma con permeabilidad fija, conducirán a un aumento de filtración de electrolito a través del diafragma y estos dos factores deben

100. variarse para obtener la filtración deseada.



del diafragma,

Nosotros medimos la permeabilidad/del modo siguiente: la filtración se expresa como la cantidad de agua que puede salir a la atmósfera a través de unidad de superficie del diafragma por minuto. Se ha descubierto que los límites de filtración para un diafragma cerámico poroso apropiado oscilan entre 10 y 40 mls. de agua por  $\text{dm.}^2$  por minuto cuando está lleno de agua a su nivel de trabajo.

105.

Para obtener las condiciones de electrolisis deseada se ha visto que es preferible limitar la densidad de corriente en el diafragma cerámico poroso a una cifra entre 3 y 12  $\text{amps. por dm.}^2$  de superficie de diafragma.

110.

Una disposición preferente de este invento, para la obtención de soluciones ácidas de persulfato amónico comprende la electrolisis de una solución ácida de sulfato amónico entre un anodo de platino y un catodo que vá encerrado en un diafragma cerámico poroso de tales dimensiones que la distancia entre el cátodo y la superficie interior del diafragma no exceda de 3 mm. en ningun punto, empleando una densidad de corriente de 3 a 12  $\text{amps. por dm.}^2$  de superficie de diafragma, estando constituido el diafragma cerámico de un material poroso tal que la filtración de agua por  $\text{dm.}^2$  del diafragma sea entre 10 y 40 mls. por minuto cuando está lleno al nivel de trabajo (medido en la forma que se ha expresado anteriormente).

115.

120.

125.

En estas condiciones el catolito estacionario permanece continuamente ácido y las soluciones de persulfato amónico se obtienen con una eficaz energía perfeccionada, no experimentándose pérdida alguna de amoniaco en

130.

183654



183654

135. el sistema y mejorándose notablemente la condición y vida del diafragma. También semejante disposición de colocar los diafragmas de cerámica estrechamente ajustados, economiza mucho espacio para el ensamblado general del electrodo que puede multiplicarse con facilidad para la construcción de grandes unidades.

140. Como se indica anteriormente la solución ácida de persulfato amónico obtenida puede hidrolizarse y destilarse para dar peróxido de hidrógeno o puede convertirse en **cristales** de persulfato amónico por modos bien conocidos a todos aquellos que sean peritos en la materia.

145. Como queda expuesto anteriormente, se desprenden numerosas ventajas del empleo de un catolito que está continuamente en reacción ácida. Así, pues, la resistencia ohmica de catolito y diafragma y con ello la diferencia de potencial a través del baño se reduce. Se obtiene una elevada eficacia de corriente junto con un elevado rendimiento por unidad de energía eléctrica, no se forma álcali en el catolito y por lo tanto no se obstruyen los poros del diafragma con la consiguiente desintegración.

155. El ejemplo siguiente ilustra el modo en que el procedimiento objeto de la presente invención puede llevarse a efecto:

160. Una solución ácida de sulfato amónico que tenga la siguiente composición 200 gms./litro  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  y 300 gms./litro  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , se electrolizó en un baño que tenía anodos de platino y un catodo de carbono rodeado por un diafragma cerámico poroso, de 36 mm. de diámetro



183654

165. exterior, 1.5 mm. de espesor en sus paredes y con una filtración a la atmósfera de 80 cc/min. de agua cuando estaba lleno de este líquido a su nivel de trabajo de 50 cms. y la distancia entre el diafragma cerámico y el cátodo de carbono era de 2 mm. La corriente era 30 amps. en el cátodo. Durante el curso de toda la electrolisis se comprobó que el catolito presentaba continuamente una reacción ácida. La diferencia de potencial a través del baño era 4.9 voltios. La eficacia de energía era de
170. 0.85 Kwh/lb de persulfato amónico cuando la concentración de la solución de persulfato amónico obtenida era 260 gms/litro. Después de haber trabajado el baño continuamente durante 12 meses el diafragma permanecía fuerte y en buenas condiciones y la filtración original era inalterable.
175. demostrando que los poros no habían sufrido obstrucción alguna.

N O T A

180. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no altere su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una patente presentada en Inglaterra con fecha 12 de mayo de 1947,
185. nº 12827/47, acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de invención, por 20 años en España : "Procedimiento para la obtención de
190. soluciones de persulfato amónico"; caracterizándose



19 MAY

183654

por lo siguiente:

195. 1ª.= Procedimiento para la obtención de soluciones de persulfato amónico, mediante electrolisis de soluciones/ácidas de sulfato amónico, caracterizado porque se emplea un baño electrolitico que tiene un catolito estacionario en el que dicho catolito se mantiene en reacción ácida durante toda la electrolisis y en el que el catodo vá rodeado por un diafragma cerámico poroso colocado en estrecha proximidad.
200. 2ª.= Procedimiento para la obtención de soluciones de persulfato amónico, segun reivindicación 1ª, caracterizado porque la distancia entre el catodo y la superficie interior del diafragma no excede de 3 mm. en ningun punto.
205. 3ª.= Procedimiento para la obtención de soluciones de persulfato amónico, segun reivindicaciones 1ª o 2ª, caracterizado porque la densidad de corriente en el diafragma cerámico poroso oscila entre 3 y 12 amps. por dm.cuadrado de la superficie del diafragma.
210. 4ª.= Procedimiento para la obtención de soluciones de persulfato amónico, caracterizado porque se electroliza una solución ácida de sulfato amónico entre un anodo de platino y un catodo que vá encerrado en un diafragma cerámico poroso de tales dimensiones que la distancia
215. entre el catodo y la superficie interior del diafragma no excede de 3 mm. en ningun punto, empleando una densidad de corriente de 3 a 12 amps. por dm.cuadrado de superficie de diafragma estando el diafragma cerámico construido de un material poroso tal que la filtración de agua por
220. dm.cuadrado del diafragma oscila entre 10 y 40 mls. por



minuto cuando está lleno al nivel de trabajo (medido del modo explicado anteriormente).

52.= Procedimiento segun lo especificado en una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque se emplea un catodo de grafito.

62.= Procedimiento para la obtención de soluciones de persulfato sódico; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, que consta de nueve hojas escritas por una sola cara.

Madrid, 11 de mayo de 1948.

LAPORTE CHEMICALS LIMITED.

Por Poder de J. GÓMEZ ACEBO

183654