



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 290 917**

51 Int. Cl.:
C25B 1/28 (2006.01)
C25B 9/20 (2006.01)
C25B 9/06 (2006.01)
C25B 11/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **05756088 .0**
86 Fecha de presentación : **03.06.2005**
87 Número de publicación de la solicitud: **1753894**
87 Fecha de publicación de la solicitud: **21.02.2007**

54 Título: **Procedimiento para la preparación de peroxodisulfatos en solución acuosa.**

30 Prioridad: **05.06.2004 DE 10 2004 027 623**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.02.2008

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.02.2008

73 Titular/es: **Degussa Initiators GmbH & Co. KG.**
Dr.-Gustav-Adolph-Strasse 3
82049 Pullach, DE

72 Inventor/es: **Thiele, Wolfgang;**
Kramer, Hans-Jürgen y
Förster, Hans-Jürgen

74 Agente: **Lehmann Novo, María Isabel**

ES 2 290 917 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

ES 2 290 917 T3

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la preparación de peroxodisulfatos en solución acuosa.

5 El invento se refiere a un procedimiento para la preparación o respectivamente la regeneración de ácido peroxo-
disulfúrico y de sus sales mediante una electrólisis de una solución acuosa que contiene ácido sulfúrico y/o sulfatos
metálicos. Tal como se utiliza aquí, el concepto de "sulfatos metálicos" abarca, junto a sulfatos de metales tales como,
por ejemplo, zinc, níquel o hierro, también sulfatos de metales alcalinos, de metales alcalino-térreos o sulfato de amonio. Así, como sulfatos metálicos se pueden utilizar, por ejemplo, sulfatos de metales alcalinos o sulfatos de metales
10 alcalino-térreos, y preferiblemente se utilizan sulfatos de metales alcalinos o sulfato de amonio. También se pueden
emplear mezclas de diferentes sulfatos metálicos, tales como por ejemplo sulfato de magnesio, sulfato de zinc o tam-
bién sulfato de níquel o respectivamente de hierro, de manera preferida, en el caso de la regeneración de soluciones de
ataque químico y de desinfección.

15 Dentro del estado de la técnica es conocido que para la preparación de peroxodisulfatos de los metales alcalinos y
de amonio se pueden emplear electrodos revestidos con diamante a base de metales válvulas, preferiblemente a base
de niobio, o a base de materiales cerámicos, preferiblemente a base de silicio [véanse los documentos de patentes
alemanas DE 199.48.184.9 y DE 100.19.683]. La capa de diamante se hace capaz de conducir (= conductora) en este
caso mediante dopaje con un elemento tri- o pentavalente, preferiblemente con boro. En comparación con los ánodos
20 a base de platino liso, empleados exclusivamente hasta ese momento en el caso de la preparación de peroxodisulfatos,
resultan ciertas ventajas del hecho de que, como consecuencia del alto potencial que se puede conseguir junto a la
superficie del diamante, no es necesario añadir al electrolito unos aditivos aumentadores del potencial con el fin de
conseguir unos rendimientos de corriente suficientemente altos, tal como es imprescindible en el caso de ánodos de
platino. En el caso de la utilización preferida de tiocianatos como polarizadores se llega, no obstante, a unos gases
25 anódicos contaminados con cianuros, que hacen necesarias unas costosas medidas de purificación de los gases. En el
caso de la utilización de ánodos revestidos con diamante, se puede prescindir de ellas.

Una ventaja adicional de los ánodos revestidos con diamante en el caso de la preparación de los peroxodisulfatos,
consiste en que también en el caso de un bajo contenido de sulfatos en el anólito se pueden conseguir todavía unos
30 rendimientos de corriente manifiestamente más altos que en el caso de la utilización de ánodos de platino.

A pesar de la buena estabilidad, en particular de los electrodos de silicio revestidos con diamante, en el caso de su
empleo resultaron, sin embargo, una serie de desventajas. Así, subsistía el problema de una alimentación adecuada de
la corriente eléctrica. Debido a la conductividad eléctrica, relativamente baja, del entramado fundamental de silicio, la
35 puesta en contacto se tenía que llevar a cabo a lo largo de toda la superficie de la cara trasera de los electrodos, de tal
manera que el transporte de corriente sólo necesita fluir desde la cara trasera puesta en contacto, a través del pequeño
espesor del electrodo de silicio de aproximadamente 1 a 2 mm, hasta el revestimiento de diamante. Este problema se
pudo resolver ciertamente en principio mediante pegamiento de las caras traseras, metalizadas de manera preferente
para esto, de las placas de silicio sobre un substrato metálico, bien capaz de conducir (buen conductor), por medio de
40 un pegamento conductor de la electricidad, pero el esfuerzo que se ha de realizar en este caso es relativamente grande.

Una desventaja adicional de los electrodos de silicio revestidos con diamante del estado de la técnica consiste en
sus dimensiones limitadas, que actualmente son como máximo de 200 x 250 mm. A fin de poder poner a disposición
para su empleo a pesar de todo unos ánodos de gran superficie en celdas técnicas de electrólisis, en el documento de
45 patente europea EP 1.229.149 se propuso pegar un número mayor de tales electrodos de silicio y diamante por medio
de un pegamento conductor de la electricidad sobre una plancha de base metálica, p.ej. a base de un metal válvula, y
sellar las aristas por medio de una resina estable frente a la corrosión, p.ej. una resina epoxídica. El esfuerzo que se
ha de realizar, por ejemplo para la puesta a disposición del pegamento conductor, p.ej. a base de una resina epoxídica
con partículas de plata, y para la eliminación total de las capas de óxidos sobre las superficies que se han de unir es,
50 sin embargo, muy alto. Además, una construcción de electrodos de este tipo para la preparación de peroxodisulfato
se ha manifestado como insuficientemente estable frente a la corrosión, de tal manera que con ella sólo se pudieron
conseguir unos cortos períodos de tiempo en estado útil, situados en la mayoría de los casos por debajo de un año.

Otra posibilidad del estado de la técnica, de construir celdas para electrolisis con una capacidad de corriente
suficientemente grande, consiste en la conexión en serie de un elevado número de electrodos bipolares de silicio y dia-
55 mante. En el documento de patente francesa FR 2.790.268 B1 se propone una celda de electrólisis bipolar de este tipo,
en la que los electrodos bipolares se componen de un substrato cerámico, que está envuelto totalmente con una película
de diamante. No obstante, esta celda no es propuesta especialmente para la preparación de peroxodisulfatos, sino para
aplicaciones destinadas a la descomposición de sustancias contaminantes o respectivamente para la desinfección de
60 aguas.

El documento DE 200.05.681 describe también la utilización de electrodos bipolares revestidos con diamante por
ambas caras.

65 En el documento de patente europea EP 1.254.972 se propone una construcción de celda de electrólisis adecuada
para diferentes aplicaciones, que se puede realizar, en una forma monopolar o bipolar, como una celda no dividida
o dividida. En el caso de la forma de realización bipolar se emplean de nuevo unos electrodos de discos de silicio
exclusivamente revestidos con diamante por ambas caras. Para la preparación de peroxodisulfatos, estas celdas, que

ES 2 290 917 T3

5 tienen unos electrodos de silicio revestidos por ambas caras con diamante, y con la construcción relativamente costosa de la celda, sólo se pueden emplear eficazmente para unos pequeños rendimientos de caudal de paso de persulfatos. Si se quisiera aumentar el rendimiento de caudal de paso mediante un número mayor de celdas bipolares individuales hasta llegar a sectores técnicamente relevantes, en el caso de esta construcción se llega a unas disminuciones del rendimiento provocadas por las corrientes de pérdidas que aumentan grandemente con la tensión eléctrica total en las conducciones de entrada y salida.

10 La misión que constituye el fundamento del presente invento consistía, por consiguiente, en la puesta a disposición de un procedimiento para la preparación o respectivamente para la regeneración de ácido peroxodisulfúrico y/o de sus sales, pudiéndose evitar, por lo menos parcialmente, las desventajas expuestas de los procedimientos y de las celdas de electrólisis actuales. Se encontró que se pueden preparar peroxodisulfatos ventajosamente en celdas para electrólisis no divididas o divididas, de una manera sencilla, mediando utilización de electrodos de silicio bipolares, revestidos por una sola cara con diamante dopado, pudiendo actuar directamente como cátodos las caras traseras no revestida de silicios.

15 El revestimiento del electrodo de silicio tiene conforme al invento un espesor de aproximadamente 1 a aproximadamente 20 μm , de manera preferida de aproximadamente 5 μm .

20 Resultó sorprendente en alto grado el hecho que sólo se necesitase el revestimiento del lado de ánodo del electrodo bipolar, con el fin de conseguir unos resultados satisfactorios con la cara trasera no revestida de silicio, que funciona entonces como cátodo. En el caso de una celda bipolar no dividida se encontró sorprendentemente, además de esto, que con un cátodo de silicio conforme al invento, resultan unas pérdidas menores de persulfatos mediante una reducción catódica, en comparación con los cátodos metálicos empleados usualmente en el estado de la técnica en el caso de la preparación de persulfatos.

25 Se encontró adicionalmente que, con los electrodos bipolares conformes al invento, no sólo se pueden conseguir unos altos regímenes de formación de persulfatos, sino que esto se puede realizar también con las tensiones eléctricas más pequeñas que sean posibles de las celdas y, por consiguiente, con unos bajos consumos específicos de energía. Esto está basado, por un lado, en el reconocimiento de que las superficies de los cátodos de silicio son liberadas por medio de la carga catódica de capas de óxidos que conducen mal (son malas conductoras) y que están presentes al principio, y de que en el transcurso de la electrólisis éstas se pueden seguir manteniendo totalmente libres. Por ejemplo, en un ensayo permanente (compárese el Ejemplo 1) se pudo comprobar que, con un período de tiempo de funcionamiento creciente, incluso disminuye adicionalmente la tensión eléctrica de la celda, mientras que en el caso de unos electrodos de silicio revestidos con diamante, pegados sobre un sustrato metálico, del estado de la técnica, como consecuencia de la creciente corrosión se puede observar una tendencia inversa.

30 Por consiguiente, el procedimiento conforme al invento hace posible ventajosamente la preparación de ácido peroxodisulfúrico y/o de sus sales junto a un electrodo bipolar auténtico con un alto rendimiento de corriente y un pequeño consumo de energía eléctrica, a pesar de que se utiliza como cátodo solamente el silicio, que es escasamente capaz de conducir. Además, no resulta ningún costo para el revestimiento de los cátodos.

35 Otra ventaja adicional de los electrodos de silicio bipolares, revestidos con diamante por una sola cara, consiste en la actividad catalítica más pequeña de la cara trasera de silicio, en comparación con una cara trasera metalizada de un electrodo, p.ej. a base de platino o acero inoxidable. Se ha encontrado que de esta manera resultan menores pérdidas de peroxodisulfato por reducción, cuando se electroliza en una celda de electrólisis no dividida. Esto conduce, en el caso de celdas no divididas a que el aumento de la concentración de peroxodisulfato con la duración de la electrólisis discorra de un modo un poco más empinado y la concentración final que se puede conseguir sea más alta que en el caso de la utilización de un cátodo metalizado en unas condiciones de electrólisis por lo demás idénticas.

40 Frente a los electrodos bipolares revestidos por ambas caras con diamante dopado, del estado de la técnica, resultan, por lo tanto, de manera ventajosa, tanto unos ahorros de costos para los electrodos por sí mismos y para las celdas de electrólisis equipadas con ellos, así como también por medio de los consumos de energía más bajos que se pueden conseguir.

45 El procedimiento conforme al invento para la preparación de ácido peroxodisulfúrico y/o de sus sales, se puede llevar a cabo tanto en celdas de electrólisis no divididas como también en celdas de electrólisis, que están divididas, por ejemplo por membranas intercambiadoras de iones o diafragmas porosos.

50 Los electrodos de silicio bipolares, revestidos por una sola cara con diamante, conformes al invento, son adecuados en particular para celdas de electrólisis no divididas, estructuradas de una manera relativamente sencilla, tales como las que se describen p.ej. en el documento de modelo de utilidad alemán DE G 200.05.681.6 para la desinfección de aguas. En este caso, para la introducción de corriente eléctrica es ventajoso que los ánodos de borde mopolares se compongan de un metal válvula revestido con diamante. El concepto de "metal válvula" designa a un metal que, en el caso de una disposición anódica de polos, se reviste con una capa de óxido, que tampoco en el caso de altas tensiones se vuelve conductora. Conectada como un ánodo, ésta bloquea al metal. Conectada como un cátodo, la capa de óxido se disuelve y la corriente fluye de una forma de algún modo desinhibida. Los metales válvulas se comportan en el caso de una disposición diferente de los polos, por consiguiente, como un rectificador. Ejemplos de adecuados

ES 2 290 917 T3

metales válvulas son p.ej. tántalo, titanio, niobio y zirconio. Dentro del marco del presente invento se utiliza el niobio de manera preferida.

Los cátodos de borde monopolares se componen preferiblemente de un material adecuado, bien capaz de conducir, tal como p.ej. acero inoxidable, Hastelloy, platino y grafito impregnado. Dentro del marco del presente invento se utilizan preferiblemente aceros inoxidables altamente aleados o Hastelloy. También se puede utilizar un cátodo de borde de silicio con una cara trasera metalizada, puesta en contacto con una placa de alimentación de corriente a base de un material bien capaz de conducir, p.ej. cobre, debido a la buena estabilidad permanente en celdas no divididas. En particular en el caso del empleo de electrodos de borde a base de materiales metálicos, debido a la buena conductividad, la introducción de la corriente eléctrica se puede realizar óptimamente de una manera sencilla y sin mayores caídas de tensión eléctrica.

En una celda de electrólisis se pueden conectar eléctricamente en paralelo también varios apilamientos de electrodos, que se componen de electrodos bipolares y de electrodos de borde con alimentación de corriente. En el caso de que sea necesario, la distancia entre los electrodos bipolares se puede ajustar o respectivamente fijar por medio de elementos distanciadores o respectivamente elementos espaciadores. Mediante tales apilamientos de electrodos conectados en paralelo, es posible alojar unas mayores capacidades de corriente en una celda de electrólisis, sin que sea necesaria una tensión eléctrica total insoportablemente alta. De esta manera, la tensión eléctrica se puede adaptar también óptimamente a la tensión eléctrica disponible en el rectificador. Además, de esta manera se pueden minimizar adicionalmente las corrientes de cortocircuito en las conducciones de entrada y salida comunes para las soluciones de electrólitos, lo que puede ser apoyado además de una manera conocida mediante la disposición de tramos adicionales de resistencia eléctrica en estas conducciones.

Las celdas bipolares no divididas, estructuradas conforme al invento, se pueden emplear, de manera especialmente ventajosa, cuando la concentración de peroxodisulfato no tenga que ser demasiado alta para el respectivo caso de aplicación, tal como p.ej. para la descomposición oxidativa de las sustancias contaminantes en soluciones de procesos y en aguas residuales. Como puede observarse en el Ejemplo 2, en una celda no dividida con los electrodos bipolares conformes al invento se pueden preparar muy eficazmente en un funcionamiento discontinuo unas soluciones de reacción de peroxodisulfato de sodio con un contenido de 50 a 100 g/l todavía con unos rendimientos de corriente comprendidos entre 75 y 50% y con unos consumos específicos de energía eléctrica comprendidos entre 1,3 y 1,9 kWh/kg.

Unos rendimientos de corriente todavía mejores, o respectivamente los mismos rendimientos con unas concentraciones finales más altas de peroxodisulfato, se pueden conseguir mediante una protección del cátodo con ayuda de unos materiales adecuados, que inhiben el transporte de sustancias hacia la superficie del cátodo, tal como se puede observar en el Ejemplo 3. Unos materiales adecuados para estas finalidades son, por ejemplo, gasas de PVC (poli (cloruro de vinilo)). En celdas no divididas se pueden preparar por consiguiente, con el procedimiento conforme al invento, todavía unas concentraciones de peroxodisulfato de sodio de 150 a 200 g/l con unos rendimientos soportables de corriente situados en alrededor del 50%, si bien con unas tensiones eléctricas más altas de la celda.

En el caso de que sean deseables unas concentraciones finales más altas de peroxodisulfatos, p.ej. situadas en el intervalo de 200 a 400 g/l de peroxodisulfato de sodio, se prefiere la utilización de celdas de electrólisis divididas con los electrodos de silicio bipolares conformes al invento. Como se puede observar en el Ejemplo 4, de esta manera se pueden conseguir unos rendimientos de corriente comprendidos entre aproximadamente 75 y 85%, pero no obstante con una estructura más complicada de la celda y con unas tensiones eléctricas más altas de la celda, de aproximadamente 5,5 a 6 V. De esta manera, se pueden conseguir no obstante todavía unos consumos específicos de energía eléctrica comparativamente muy favorables de por debajo de 2,0 kWh/kg.

Un efecto sorprendente adicional del procedimiento conforme al invento son las tasas muy pequeñas de desgaste junto a los cátodos de silicio, que se han comprobado en un ensayo permanente con un electrólito ácido, que contiene persulfatos, en celdas de electrólisis no divididas. Así, en el caso de un ensayo permanente durante aproximadamente 7 meses (compárese el Ejemplo 1), en una celda no dividida, con un contenido estacionario de peroxodisulfato de sodio de aproximadamente 150 g/l, se comprobaron unas tasas de desgaste sorprendentemente pequeñas de sólo 2 a 3 μm . Esto resultaba especialmente sorprendente, por cuanto que en estas condiciones muy fuertemente corrosivas, incluso junto a los cátodos de platino del estado de la técnica, se podía observar un desgaste de 10 a 100 veces más fuerte. También los cátodos a base de grafito o de aceros inoxidables altamente aleados se han manifestado como inapropiados en tales soluciones de electrólitos en ácido sulfúrico, que contienen un peroxodisulfato, puesto que no son suficientemente estables frente a la corrosión.

60 Ejemplos

Ejemplo 1

Una celda de electrólisis bipolar, no dividida, estructurada análogamente al documento DE G 200.05.681.6, contenía 9 electrodos bipolares de silicio, revestidos por una sola cara con aproximadamente 3 μm de diamante dopado con boro (en promedio aproximadamente 3.000 ppm de boro). Como ánodo de borde servía un electrodo de niobio revestido por una sola cara con diamante, equipado con una alimentación de corriente. El cátodo de borde con una alimentación de corriente se componía de Hastelloy. Los electrodos bipolares tenían unas dimensiones de 10 x 33 mm

ES 2 290 917 T3

(33 cm²). La distancia media entre los electrodos bipolares con un espesor de aproximadamente 1 mm se ajustó, por medio de unos elementos distanciadores, a aproximadamente 2 mm. La corriente de electrólisis se reguló de manera constante a 16,5 A, correspondientemente a unas densidades de corriente anódica y catódica de 0,5 A/cm². La capacidad total de corriente de la celda de electrólisis se estableció a partir de esto como de 10 x 16,5 = 165 A. Como electrólito sirvieron 2 l de una solución acuosa que contenía 300 g/l de sulfato de sodio y 200 g/l de ácido sulfúrico. Ésta se bombeaba desde un recipiente de circulación con una velocidad de aproximadamente 600 l/h en circuito a través de un intercambiador de calor y a través de la celda (funcionamiento discontinuo). El funcionamiento de electrólisis se mantuvo durante más de 5.000 h, reponiéndose solamente el agua que se había evaporado o respectivamente descompuesto. En el estado estacionario se ajustó una concentración comprendida entre 170 y 190 g/l de peroxodisulfato de sodio a una temperatura estacionaria de aproximadamente 35°C. La tensión eléctrica total en el momento de la puesta en marcha estaba situada en 50 V. La tensión eléctrica media de la celda se desarrolló en el transcurso del funcionamiento permanente de la siguiente manera:

Tiempo de funcionamiento de	5 h	50 h	500 h	5.000 h
Tensión eléctrica media de la celda	4,95 V	4,60 V	4,35 V	4,18 V

Después de 5.000 horas en funcionamiento, se desmontaron los electrodos y se determinó la pérdida de peso. A partir de ella se calculó que la disminución media del espesor de los electrodos de silicio era en promedio de 3 µm. El espesor del cátodo de silicio disminuye por lo tanto sólo en aproximadamente 10 µm por año.

Ejemplo 2

Con la celda de electrólisis no dividida del Ejemplo 1 se determinó en las mismas condiciones de electrólisis (densidad de corriente, temperatura, funcionamiento discontinuo, composición del electrólito) la dependencia del rendimiento de corriente con respecto de la concentración final conseguida de peroxodisulfato de sodio (NaPS). Se obtuvieron los siguientes resultados:

Concentración final de NaPS en g/l	25	50	75	100	125	150
Rendimiento de corriente de la formación de NaPS en %	84	77	64	50	40	34

En el caso de la tensión eléctrica más ventajosa de la celda, de aproximadamente 4,2 V, que se ajusta después de un período de tiempo de funcionamiento más largo, para la concentración final de 50 g/l de NaPS se estableció un consumo específico de energía eléctrica de 1,23 kWh/kg, y para la concentración final de 100 g/l de NaPS, a pesar de que el rendimiento de corriente había disminuido en un 50%, todavía resultó un valor de 1,89 kWh/kg.

Ejemplo 3

La misma celda de electrólisis no dividida que en los Ejemplos 1 y 2 se equipó con una gasa de PVC situada encima de los cátodos de las placas de electrodos bipolares así como encima del cátodo de borde, la cual se apretaba contra la superficie por medio de un elemento espaciador de material sintético. En las mismas condiciones de electrólisis que en el Ejemplo 2 se electrolizó de nuevo. Se obtuvieron los siguientes rendimientos de corriente, referidos a la concentración final de NaPS conseguida.

Concentración final de NaPS en g/l	50	75	100	125	150	175	200
Rendimiento de corriente de la formación de NaPS en %	84	77	73	68	61	54	49

Incluso en el intervalo de concentraciones comprendidas entre 100 y 200 g/l se consiguieron unos rendimientos de corriente todavía relativamente favorables, que en promedio eran más altos en aproximadamente un 20% que sin la protección de las superficies de los cátodos. No obstante, las tensiones eléctricas de las celdas eran más altas en aproximadamente 0,8 V debido a la resistencia eléctrica adicional de la protección con la gasa. A pesar de todo, p.ej. en el caso de la concentración final de NaPS de 150 g/l resultó todavía un consumo específico muy favorable de energía eléctrica, de aproximadamente 1,85 kWh/kg.

Ejemplo 4

Los nueve electrodos bipolares así como los dos electrodos de borde monopolares de la celda de electrólisis no dividida utilizada en los Ejemplos 1 hasta 3, se emplearon en una celda bipolar dividida. Para la separación del anolito y del catolito se emplearon membranas intercambiadoras de cationes, fijadas por ambas caras mediante elementos espaciadores para ánodos y cátodos a base de un material sintético. Los ánodos y los recintos catódicos delimitados por marcos estancos, tenían un espesor de en cada caso 2 - 3 mm. El anolito y el catolito se transportaron en circuitos separados mediando intercalación de un intercambiador de calor. Como catolito sirvió un ácido sulfúrico con una

ES 2 290 917 T3

concentración de 500 g/l. El anolito se componía de nuevo de una solución acuosa que contenía 200 g/l de ácido sulfúrico y 300 g/l de sulfato de sodio. Con el fin de evitar, con las altas concentraciones finales pretendidas de NaPS, un empobrecimiento demasiado grande en sulfato de sodio, tanto mediante el consumo para la formación de peroxodisulfato, como también mediante la transferencia de iones de Na^+ , a través de la membrana intercambiadora de cationes, al catolito, durante la electrólisis se disolvieron posteriormente en el anolito 100 g/l de sulfato de sodio (en total, por lo tanto, 400 g/l de sulfato de sodio). Las densidades de corriente anódica y catódica se ajustaron en cada caso a $0,5 \text{ A/cm}^2$.

En unas condiciones de electrólisis por lo demás comparables se obtuvieron los siguientes rendimientos de corriente para diferentes concentraciones finales de NaPS:

con una concentración final de NaPS de 200 g/l, un rendimiento de corriente de 86%

con una concentración final de NaPS de 300 g/l, un rendimiento de corriente de 82%

con una concentración final de NaPS de 400 g/l, un rendimiento de corriente de 74%

Las tensiones medias de la celda estaban situadas en el intervalo de 5,5 y 6 V. Para la concentración final de 400 g/l se pudo conseguir, por consiguiente, un consumo específico de energía eléctrica, que era todavía muy bajo, de aproximadamente $1,8 \text{ kWh/kg}$.

REIVINDICACIONES

5 1. Procedimiento para la preparación de ácido peroxodisulfúrico y/o de sus sales mediante una electrólisis de soluciones acuosas de ácido sulfúrico y/o sulfatos metálicos junto a electrodos revestidos con diamante sin ninguna adición de promotores, **caracterizado** porque se emplean unos electrodos bipolares de silicio, que están revestidos por una sola cara con diamante dopado y cuya cara trasera no revestida de silicio sirve como cátodo.

10 2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado** porque la electrólisis se lleva a cabo en celdas de electrólisis no divididas.

3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado** porque la electrólisis se lleva a cabo en celdas de electrólisis, que están divididas por membranas intercambiadoras de iones o diafragmas porosos.

15 4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado** porque como ánodo de borde se emplea un ánodo revestido con diamante a base de un metal válvula, p.ej. niobio, que está equipado con una alimentación de corriente.

20 5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado** porque para el cátodo de borde equipado con una alimentación de corriente se emplea acero inoxidable, Hastelloy, platino, grafito impregnado o silicio metalizado por una sola cara.

25 6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado** porque dentro de una celda de electrólisis se conectan eléctricamente en paralelo varios apilamientos de electrodos provistos de electrodos bipolares y de electrodos de borde con alimentación de corriente.

30 7. Celdas de electrólisis bipolares, no divididas o divididas, equipadas con electrodos bipolares revestidos por una sola cara con diamante, para su utilización en un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6.

35

40

45

50

55

60

65