



MINISTERO DELLO SVILUPPO ECONOMICO
DIREZIONE GENERALE PER LA LOTTA ALLA CONTRAFFAZIONE
UFFICIO ITALIANO BREVETTI E MARCHI

DOMANDA NUMERO	102000900824392
Data Deposito	24/02/2000
Data Pubblicazione	24/08/2001

Priorità	11-45810
Nazione Priorità	JP
Data Deposito Priorità	

Sezione	Classe	Sottoclasse	Gruppo	Sottogruppo
C	25	B		

Titolo

CATODO ATTIVATO E PROCEDIMENTO PER LA SUA PREPARAZIONE.

RM2000 A 000089

SIB 92177

PO6-120436C/HO

Descrizione dell'invenzione industriale dal titolo:
"CATODO ATTIVATO E PROCEDIMENTO PER LA SUA
PREPARAZIONE"

della ditta giapponese PERMELEC ELECTRODE LTD.
con sede in FUJISAWA-SHI, KANAGAWA (GIAPPONE)

ffffffffffffff

DESCRIZIONE

CAMPO DELL'INVENZIONE

La presente invenzione riguarda un catodo
attivato avente una buona adesività e una durata
prolungata la quale consente l'elettrolisi stabile,
particolarmente di salamoia, e un procedimento per
la preparazione della stessa.

FONDAMENTO DELL'INVENZIONE

Nell'industria elettrolitica, la riduzione del
consumo di energia è di grande importanza. In
particolare, una grande quantità di attenzione è
stata orientata sull'abbassamento della tensione
del bagno.

Combinato con la industrializzazione di
elettrolisi di salamoia impiegando una membrana a
scambio ionico, l'impiego di un elettrodo di

metallo insolubile fatto da un ossido di metallo nobile come anodo, può eliminare quasi completamente i fattori primari responsabili per l'aumento della tensione di bagno. D'altro canto, acciaio a basso tenore di carbonio, che è stato finora impiegato come materiale catodico, dà come risultato una sovratensione di idrogeno considerevolmente elevata quanto 300 fino a 400 mV. Sostituti di questo acciaio al carbonio che sono stati recentemente impiegati comprendono acciaio inossidabile, nichel e un materiale placcato in nichel. Tuttavia questi sostituti lasciano un po' a desiderare per raggiungere lo scopo dell'abbassamento della sovratensione di idrogeno.

Allo scopo di abbassare la sovratensione aumentando l'area superficiale, sono stati effettuati alcuni tentativi quali un metodo che coinvolge l'eluizione di certi componenti da un deposito di lega, un metodo che coinvolge lo spruzzamento a plasma di un materiale in particelle e un metodo che coinvolge la placcatura in sospensione. Tuttavia, il catodo ottenuto mediante questi metodi è svantaggioso nel fatto che esso ha una ruvidezza superficiale che può danneggiare la membrana a scambio ionico e lascia un po' a

desiderare nell'effetto di abbassare la tensione di bagno.

Un metodo per abbassare la sovratensione catodico che è stato recentemente di preferenza impiegato coinvolge il rivestire un sostrato di nichel con un metallo del platino oppure suo ossido come componente di catalizzatore. Esempi noti di rivestimento con un ossido di metallo del platino includono un metodo che comprende l'applicare una soluzione contenente un ossido di metallo del platino ad un sostrato di metallo riscaldato, e poi il calcinare il materiale rivestito per formare un ossido di rutenio oppure simile sulla sua superficie (JP-B-55-22556 (il termine "JP-B" come qui impiegato significa una "domanda di Brevetto giapponese esaminata")), un metodo che comprende l'attaccare una polvere di un ossido di rutenio oppure simile alla superficie di un sostrato con nichel mediante placcatura in sospensione (JP-B-48872, JP-B-60-13074), e un metodo che coinvolge la formazione di un ossido composito di metalli quale nichel e rutenio (JP-A-59-232284 (il termine "JP-A" come qui impiegato significa una "domanda di Brevetto giapponese pubblicata non esaminata")). Il catodo preparato mediante questi metodi fornisce

una sovratensione di idrogeno bassa che è fortemente influenzata da impurezze quali ferro nell'elettrolita. Tuttavia, poiché questi metodi coinvolgono l'impiego di un ossido instabile come catodo, il catodo risultante ha durevolezza insufficiente e così è svantaggioso nel fatto che esso funziona spesso per un periodo di tempo ridotto.

D'altro canto, è noto un catodo che comprende un metallo del platino, in particolare platino oppure una sua lega, depositato chimicamente su un sostrato fatto di nichel oppure simile (JP-A-57-23083). Questo catodo fornisce una sovratensione di idrogeno bassa ed ha una elevata durevolezza, ma è svantaggioso nel fatto che esso tende a diventare avvelenato dalle impurezze quali ferro nell'elettrolita. In altre parole, un tale catodo rivestito con platino è molto sensibile alle impurezze nell'elettrolita, particolarmente ione ferro. Di conseguenza, il catodo rivestito con platino può sciogliere la sua attività di sovratensione di idrogeno bassa anche in presenza di ione ferro in una quantità piccola quando non più di 1 ppm. Tuttavia, poiché la massima parte dell'apparecchio di elettrolisi e le sue tubazioni

sono formate da un materiale contenente ferro, è estremamente difficile evitare la presenza di ione ferro dell'elettrolita, provocando inevitabilmente il deterioramento del catodo.

Allo scopo di superare queste difficoltà, per la elettrolisi è stato proposto un catodo che contiene uno strato di catalizzatore che riveste il catodo, contenente almeno uno di un metallo del platino, un ossido di metallo del platino e un idrossido di metallo del platino ed almeno uno di cerio, ossido di cerio ed idrossido di cerio (JP-B-6-33492). In generale, il cerio è chimicamente attivo e così può essere fortemente presente in una soluzione di soda caustica. Inoltre, poiché il cerio ha una scarsa conduttività elettrica, esso può facilmente aggiungersi alla resistenza dello strato di rivestimento precedente. Così, si dice che il cerio sia non pratico come un catalizzatore catodico per la elettrolisi di salamoia. Tuttavia, quando mescolato con i precedenti componenti di metallo e del platino per fornire uno strato di rivestimento composito, il componente di cerio può essere estremamente stabile in un alcali di elevata concentrazione per ottenere un rivestimento catodico di sovratensione di idrogeno bassa avente

sia eccellente durevolezza e resistenza all'avvelenamento e sufficiente conduttività elettrica. Questo è presumibilmente perché il componente di cerio nello strato di rivestimento forma un idrossido di cerio difficilmente solubile in un alcali di elevata concentrazione e si aggiunge alla sovratensione per la reazione di deposizione di ferro sul componente di metallo del platino.

Tuttavia, poiché il catodo di cui sopra avente elevata attività e resistenza ad avvelenamento dal ferro, viene rivestito soltanto con uno strato di catalizzatore poroso sul suo sostrato, esso lascia un po' a desiderare nell'adesività tra il rivestimento di catalizzatore e il sostrato. Di conseguenza, il rivestimento di catalizzatore contenente un componente di metallo del platino e un componente di cerio può venir pelato via dal sostrato oppure può parzialmente venir distaccato dal sostrato. Quando hanno luogo questi difetti, il sostrato può venire esposto alla soluzione di alcali acquosa di elevata concentrazione per essere sottoposto a corrosione, riducendo in maniera considerevole la durata dell'elettrodo. Inoltre, il sostrato può venire disciolto nella soluzione di

alcali acquosa di elevata concentrazione, addizionandosi al contenuto di contaminanti nel prodotto.

SOMMARIO DELL'INVENZIONE

E' perciò uno scopo della presente invenzione il fornire un catodo attivato che sia meno tendente a pelatura oppure sfaldatura del rivestimento di catalizzatore per fare uso efficace di elevata attività intrinseca e resistenza all'avvelenamento e un procedimento per la preparazione dello stesso.

Lo scopo di cui sopra della presente invenzione diverrà evidente dalla descrizione dettagliata che segue e dagli esempi.

Lo scopo di cui sopra della presente invenzione è stato realizzato fornendo un catodo attivato contenente un sostrato elettricamente conduttivo avente una superficie, un interstrato che contiene un ossido di nichel formato sulla superficie del sostrato elettricamente conduttivo, e uno strato di catalizzatore contenente almeno un componente di lantanio prescelto tra il gruppo costituito da ossidi ed idrossidi di metalli del lantanio ed almeno un componente di platino prescelto dal gruppo costituito da metalli del platino ed argento e loro ossidi ed idrossidi

formati sull'interstrato.

Lo scopo di cui sopra della presente invenzione è stato anche realizzato mediante un procedimento per preparare un catodo attivato che comprende il formare un interstrato contenente un ossido di nichel su una superficie di un sostrato elettricamente conduttivo, e poi il formare uno strato di catalizzatore contenente almeno un componente di lantanio prescelto dal gruppo costituito da ossidi ed idrossidi di metalli del lantanio e da almeno un componente di platino prescelto dal gruppo costituito da metalli del platino ed argento e loro ossidi ed idrossidi sulla superficie dell'interstrato.

DESCRIZIONE DETTAGLIATA DELL'INVENZIONE

La presente invenzione verrà ulteriormente descritta in appresso.

Nella presente invenzione, un interstrato contenente un ossido di nichel viene interposto tra un sostrato elettricamente conduttivo e uno strato di catalizzatore. L'interstrato impedisce che soda caustica di elevata concentrazione come un alcali forte prodotto mediante l'elettrolisi dell'elettrolita quale salamoia, penetri nel sostrato per corrodere il sostrato ed eluire da

questo le impurezze. Inoltre, se l'interstrato contenente un ossido di nichel è formato mediante l'ossidazione della superficie del sostrato elettricamente conduttivo prodotto da nichel sulla sua superficie, l'interstrato risultante manifesta il massimo di adesività perché l'interstrato e il sostrato sono originariamente uno con qualsiasi altro. Così l'interstrato così formatosi non tende a pelatura oppure a sfaldatura.

Il sostrato elettricamente conduttivo viene preferibilmente prodotto da acciaio inossidabile, titanio, nichel e materiale di carbonio dal punto di vista della conduttività elettrica e della stabilità chimica. E' particolarmente preferito impiegare un sostrato elettricamente conduttivo fatto di nichel almeno sulla sua superficie perché esso può venire calcinato integralmente sulla sua superficie per formare uno strato di ossido di nichel come un interstrato. Anche se il sostrato e l'interstrato non sono integralmente formati, il nichel sulla superficie del sostrato e il nichel nell'interstrato hanno buona affinità l'uno con l'altro per accrescere con ciò l'adesività tra i due strati. Lo spessore e i vuoti del sostrato elettricamente conduttivo non sono specificatamente

limitati. Nell'esercizio tuttavia lo spessore e la porosità del sostrato elettricamente conduttivo sono preferibilmente da circa 0.05 a 5 mm e da circa 10 a 95% rispettivamente.

Nel caso in cui il sostrato elettricamente conduttivo viene calcinato per ossidare la sua superficie e quindi forma un ossido di nichel come un interstrato, il sostrato elettricamente conduttivo deve venire fatto di nichel almeno sulla sua superficie. E' necessario soltanto che il sostrato venga riscaldato e calcinato all'aria per formare l'interstrato. L'ossigeno nell'aria e il nichel nello strato di superficie del sostrato reagiscono l'uno con l'altro per produrre un ossido di nichel $Ni_{(1-x)}O$. Sebbene in dipendenza dalle condizioni di produzione, questo ossido di nichel normalmente ha ossigeno in difetto e così manifesta semiconduttività di tipo p. La temperatura di calcinazione sta da 350 a 550°C. Il tempo di calcinazione è preferibilmente da 5 a 60 minuti.

D'altro canto, dove un interstrato viene indipendentemente formato sulla superficie del sostrato elettricamente conduttivo, la superficie del sostrato elettricamente conduttivo viene preferibilmente irruvidita per aumentare la sua

adesività all'interstrato. Come metodo per irruvidimento può venire impiegato un metodo di abbattimento che coinvolge lo spruzzamento con una polvere, un metodo di attacco chimico impiegando un acido solubile oppure un metodo di rivestimento per spruzzamento a plasma. Allo scopo di asportare contaminanti in particelle quali metallo e materiale organico dalla superficie del sostrato, viene preferibilmente impiegato un metodo di attacco chimico. In questo caso, il sostrato elettricamente conduttivo viene preferibilmente consumato in una quantità da 50 a 500 g/m².

Successivamente viene formato uno strato di ossido di nichel come un interstrato sulla superficie irruvidita del sostrato elettricamente conduttivo. Lo strato di ossido di nichel può venire formato, ad esempio, mediante un procedimento che comprende l'applicazione alla superficie del sostrato di una soluzione di rivestimento contenente ione nichel ottenuto sciogliendo nitrato di nichel oppure solfato di nichel in acido nitrico oppure in acido solforico, diluendo la soluzione con acqua, essiccando il materiale di rivestimento e poi sottoponendo il materiale rivestito a decomposizione termica. Se

come soluzione di rivestimento viene impiegata una soluzione che contiene cloruro di nichel e acido cloridrico in combinazione, il sostrato viene corrosivo eccessivamente in corrispondenza del rivestimento, degli stadi di essiccamento e calcinazione per abbassare l'adesione della superficie del sostrato. Questo rende difficile ottenere un interstrato avente uno spessore sufficiente. In altre parole, è importante che la soluzione di rivestimento sia acida e formi e mantenga un ossido di nichel stabile sulla superficie del sostrato. Inoltre, è necessario che la soluzione di rivestimento sia fatta di un composto e di un solvente che non corrodano eccessivamente il sostrato.

Quando l'interstrato formato riscaldando direttamente il sostrato oppure applicando una soluzione di rivestimento al sostrato e poi calcinando il materiale rivestito è troppo spesso, questo dà come risultato una considerevole perdita di resistività. Al contrario, quando l'interstrato così formato è troppo sottile, il sostrato non può essere protetto con sufficienza. Di conseguenza, l'interstrato viene preferibilmente formato ad uno spessore ottimale da 0,1 a 100 μm .

Successivamente, la superficie dell'interstrato così formata viene coperta mediante uno strato di catalizzatore. Lo strato di catalizzatore viene formato come uno strato di rivestimento misto contenente almeno uno di ossidi ed idrossidi dei metalli del lantanio (qui di seguito riportati come un "componente di lantanio") ed almeno uno dei metalli del platino ed argento e loro ossidi ed idrossidi (qui di seguito riportati come un "componente del platino"). Il componente di platino e il componente di lantanio nello strato di catalizzatore sono sufficientemente resistenti all'avvelenamento da parte di ioni ferro o simili che sono molto tendenti alla contaminazione dell'elettrolita quale soda caustica, consentendo anche nel contempo che il componente di platino mantenga il suo effetto di abbassamento della sovratensione di idrogeno. Lo strato di catalizzatore viene preferibilmente formato mediante un procedimento che comprende l'applicare una soluzione di rivestimento avente qualsiasi di un nitrato, solfato, complesso di ammina e complesso nitro di metalli del lantanio, metalli del platino e, oppure argento disciolti in essi per formare la superficie dell'interstrato, e poi il

sottoporre il rivestimento a decomposizione termica.

Il metallo di lantanio è un termine generale per elementi aventi un numero atomico da 57 a 71, vale a dire, lantanio, cerio, praseodimio, neodimio, prometio, samario, europio, gadolinio, terbio, disprosio, olmio, erbio, tulio, itterbio e lutezio. Nella presente invenzione, viene più preferibilmente impiegato il cerio. In qualche dettaglio, il cerio può venir disciolto nella soluzione di rivestimento nella forma di nitrato di cerio oppure solfato di cerio. Nel catodo attivato dell'invenzione, il cerio è presente nella forma di ossido di cerio oppure idrossido di cerio.

I metalli del platino includono platino, palladio, rutenio e iridio. Oltre a questi metalli del platino, come catalizzatore metallico può venire impiegato argento. Questi metalli possono venire impiegati in forma elementare, oppure come un ossido oppure idrossido. Il platino, se impiegato, viene preferibilmente disciolto nella soluzione di rivestimento in forma di un dinitrodiamminato. Rutenio, se impiegato, viene preferibilmente disciolto nella soluzione di rivestimento come nitrato di rutenio.

Il rapporto di miscelazione di metallo del platino a metallo del lantanio è preferibilmente da 40 : 60 fino a 80 : 20% in moli. La soluzione di rivestimento avente vari sali di catalizzatori metallici disciolti in essa viene applicata alla superficie del sostrato sul quale è stato formato un interstrato, essiccata e poi calcinata per formare uno strato di catalizzatore. L'essiccamento può venire effettuato ad una temperatura da 40 fino a 80°C per 5 fino a 20 minuti. La calcinazione può venire effettuata ad una temperatura da 350 a 550°C per 5 fino a 60 minuti. Lo strato di catalizzatore così formatosi può essere spesso. Tuttavia, poiché vengono impiegati metalli nobili costosi, lo spessore ottimale dello strato di catalizzatore sta da circa 0,1 a 10 μm , e la quantità ottimale di copertura del catalizzatore sta da circa 0,5 a 5 g/m^2 della superficie del catodo.

Dove il catodo dell'invenzione viene impiegato nell'elettrolisi di salamoia, la membrana di scambio ionico per l'impiego come una membrana di separazione è il più opportunamente una membrana a base di resina fluorurata resistente a corrosione. Il catodo viene preferibilmente portato in stretto contatto con la precedente membrana a scambio

ionico per abbassare la tensione del bagno. In questa disposizione, necessita che il sostrato catodico sia poroso per facilitare la fuoriuscita di gas generata dalla elettrolisi. Inoltre l'anodo per l'impiego come un elettrodo in opposizione è preferibilmente un elettrodo insolubile (DSE, DSA) rivestito con un ossido di metallo nobile. Nella massima parte dei casi, l'anodo viene anche posto a contatto con una membrana a scambio ionico. Così, l'anodo è preferibilmente poroso similmente al catodo. I vari elementi possono venir legati meccanicamente l'uno all'altro prima dell'inizio dell'elettrolisi. In alternativa, queste membrane possono venir legate l'una all'altra sotto pressione di circa 0,1 fino a 30 kgf/cm² durante l'elettrolisi. L'elettrolisi di salamoia può venire effettuata, ad esempio, ad una temperatura da 60 a 90°C e ad una densità di corrente da 10 a 100 A/dm².

Nella presente invenzione sulla superficie del sostrato viene formato un interstrato. L'interstrato rende possibile impedire che la soluzione salina raggiunga e corroda il sostrato prevenendo nel contempo il nichel metallico nel sostrato dalla contaminazione dello strato di

catalizzatore come ione nichel. Nella massima parte dei casi, il catodo dell'invenzione viene impiegato in contatto con la membrana a scambio ionico durante l'elettrolisi. Quando il nichel contamina lo strato di catalizzatore, esso migra dal catodo alla membrana a scambio ionico, all'anodo in qualche caso, influenzando possibilmente in maniera avversa la membrana a scambio ionico oppure l'anodo. Come descritto sopra, impedendo che lo ione nichel contami l'interno dello strato di catalizzatore, sono così indirettamente protetti la membrana a scambio ionico e l'anodo.

La presente invenzione verrà ulteriormente descritta in maggior dettaglio con riferimento agli esempi che seguono, ma la presente invenzione non dovrebbe essere costruita per essere limitata a questi.

ESEMPIO 1

Un bagno elettrolitico avente un'area di elettrolisi di 100 cm^2 (larghezza: 5 cm; altezza: 20 cm) è stato preparato come segue.

Come sostrato catodico, è stata impiegata una rete di nichel (diametro dei pori: 8 mm (principale) e 6 mm (secondaria); spessore: 1 mm), la quale è stata completamente irruvidita con

allumina in particelle (#60), e poi chimicamente attaccata con un acido cloridrico al 20% bollente. Il sostrato catodico è stato poi calcinato in atmosfera di aria a 500°C in un forno di calcinazione per 20 minuti, per formare sulla sua superficie un interstrato di ossido di nichel.

Il nitrato di cerio e il dinitrodiamminato di platino sono stati poi disciolti in acido nitrico all'8% in peso come solvente ad un rapporto molare di 1 : 1 per preparare una soluzione di rivestimento avente una concentrazione totale di 5% in peso. La soluzione di rivestimento così preparata è stata applicata ad ambedue le superfici della rete di nichel impiegando una spazzola, essiccata ad una temperatura di 60°C e poi calcinata ad una temperatura di 500°C in un forno elettrico per 20 minuti. Questa procedura è stata ripetuta per tre volte. In ultima analisi, è stato preparato un catodo attivato avente una copertura di catalizzatore di 4 g/m². Un tratto del sostrato di nichel sul quale è stato formato uno strato di catalizzatore, è stato poi analizzato mediante un analizzatore di massa a fascio di elettroni. Come risultato, lo strato di catalizzatore è stato trovato essere esente dal componente di nichel,

dimostrando che l'ossido di nichel che costituisce l'interstrato impedisce che il sostrato venga eluito.

Il catodo di cui sopra e un anodo poroso di titanio DSE sono stati poi portati a contatto con facce opposte di una membrana a scambio ionico Nafion 981 (prodotta da Du Pont) per formare un bagno elettrolitico. L'elettrolisi è stata poi effettuata ad una temperatura di 90°C e ad una corrente di 50 A, mentre la salamoia satura è stata fornita come anolita alla camera anodica ad una velocità di 4 ml al minuto e alla camera catodica è stata fornita acqua depurata ad una velocità di 0,4 ml al minuto. Come risultato, la tensione del bagno era 3,35 V. Dalla uscita della camera catodica, con un'efficacia di corrente del 97%, è stata ottenuta soda caustica al 33%. Dopo 10 giorni di elettrolisi (la messa sotto tensione è stata sospesa per uno dei dieci giorni), la tensione del bagno aumentava del 10 mV, ma la efficacia di corrente rimaneva a 97%. Il bagno di elettrolisi è stato poi smontato per l'analisi della membrana a scambio ionico. Come risultato, la membrana a scambio ionico è stata trovata non avere nichel depositato su di essa.

ESEMPIO 2

Una soluzione di rivestimento preparata sciogliendo nitrato di nichel in un acido nitrico all'8% in peso come solvente fino ad una concentrazione di 5% in peso, è stata applicata allo stesso sostrato catodico come impiegato nell'Esempio 1. Il materiale rivestito è stato poi calcinato in un forno di calcinazione alla temperatura di aria di 500°C per formare un ossido di nichel sulla sua superficie. Il nitrato di cerio e il dinitrodiamminato di platino (rapporto molare: 1 : 1) sono stati disciolti in acido nitrico all'8% in peso come solvente per preparare una soluzione di rivestimento avente una concentrazione totale di 5% in peso. La soluzione di rivestimento così preparata è stata applicata ad ambedue le facce del sostrato in porzioni, essiccata ad una temperatura di 60°C, e poi calcinata ad una temperatura di 500°C in un forno elettrico per 20 minuti. Questa operazione è stata ripetuta per tre volte per preparare un catodo attivato avente una copertura di catalizzatore finale di 4 g/m². Un tratto del sostrato di nichel sul quale è stato formato uno strato di catalizzatore, è stato poi analizzato per mezzo di un analizzatore di massa a fascio di

elettroni. Come risultato, lo strato di catalizzatore è stato trovato essere esente dal componente di nichel, dimostrando che l'ossido di nichel che costituisce l'interstrato impedisce l'eluizione del sostrato.

E' stato montato lo stesso bagno di elettrolisi come impiegato nell'Esempio 1 con l'eccezione che è stato impiegato il catodo di cui sopra. La elettrolisi è stata poi effettuata nelle stesse condizioni come descritto sopra. Come risultato, la tensione di bagno era 3.30 V. Dall'uscita della camera catodica ad una efficacia di corrente di 97% è stata ottenuta soda caustica al 33%. Dopo 10 giorni di elettrolisi (la messa sotto tensione è stata sospesa per un giorno dei dieci giorni), la tensione di bagno aumentava per 10 mV ma l'efficacia di corrente rimaneva a 97%. Il bagno di elettrolisi è stato poi smontato per l'analisi della membrana a scambio ionico. Come risultato, la membrana a scambio ionico è stata trovata non avere nichel depositato su di essa.

ESEMPIO DI CONFRONTO 1

Un elettrodo è stato preparato nello stesso modo come nell'Esempio 1 con l'eccezione che non è stato formato interstrato. Un tratto dell'elettrodo

così preparato è stato poi analizzato. Come risultato, è stato trovato che un componente di nichel dal sostrato aveva contaminato lo strato di catalizzatore. L'elettrodo è stato poi impiegato per formare un bagno di elettrolisi. L'elettrolisi è stata poi effettuata nelle stesse condizioni come nell'Esempio 1. Nello stadio iniziale dell'elettrolisi, la tensione di bagno raggiungeva 3.30 V. Dall'uscita della camera catodica ad un'efficacia di corrente di 96% è stata ottenuta soda caustica al 32%. Dopo 10 giorni di elettrolisi (la messa sotto tensione è stata sospesa per un giorno dei dieci giorni), la tensione di bagno aumentava per 50 mV, e l'efficacia di corrente era ridotta a 94%. Il bagno di elettrolisi è stato poi smontato per l'analisi della membrana a scambio ionico. Come risultato, è stato trovato che la membrana a scambio ionico era stata colorata parzialmente in marrone sulla sua superficie. Così sulla membrana a scambio ionico è stato trovato nichel depositato.

ESEMPIO DI CONFRONTO 2

E' stato preparato lo stesso elettrodo come impiegato nell'Esempio 1, con l'eccezione che come materiale di partenza del catalizzatore è stato

impiegato un cloroplatinato al posto di nitrato di cerio e di nitrodiamminato di platino. E' stato poi osservato un tratto dell'elettrodo così preparato. Come risultato, si è trovato che un componente di nichel dall'interstrato aveva contaminato lo strato di catalizzatore. L'elettrodo è stato poi impiegato per formare un bagno di elettrolisi. L'elettrolisi è stata poi effettuata nelle stesse condizioni come nell'Esempio 1. Nello stadio iniziale di elettrolisi, la tensione di bagno raggiungeva 3,30 V. Dall'uscita della camera catodica ad un'efficacia di corrente di 96% è stata ottenuta soda caustica al 32%. Dopo 10 giorni di elettrolisi (la messa sotto tensione è stata sospesa per un giorno dei dieci giorni), la tensione di bagno aumentava per 50 mV, e l'efficacia di corrente era ridotta a 95%. Il bagno di elettrolisi è stato poi smontato per l'analisi della membrana a scambio ionico. Come risultato, è stato trovato che la membrana a scambio ionico era stata colorata parzialmente in marrone sulla sua superficie. Così si è trovato nichel depositato sulla membrana a scambio ionico.

Il catodo attivato secondo la presente invenzione comprende un sostrato elettricamente

conduttivo, un interstrato contenente un ossido di nichel formato sulla superficie del sostrato elettricamente conduttivo, ed uno strato di catalizzatore contenente almeno uno di ossidi ed idrossidi dei metalli del lantanio ed almeno un metallo prescelto dal gruppo costituito da metalli del platino ed argento, e loro ossidi ed idrossidi formati sull'interstrato.

Il catodo comprende un interstrato che contiene un ossido di nichel formato su di esso. In questa disposizione, il sostrato può venire protetto contro rigorose condizioni quali riscaldamento e calcinazione durante la sua preparazione. Inoltre, gli ingredienti quali nichel contenuti nel sostrato non possono contaminare l'interno dello strato di catalizzatore. Mantenendo nel tempo stesso il componente di platino e il componente di lantanio in grado di esercitare un effetto di abbassare sovratensione di idrogeno e un effetto di proteggere contro l'avvelenamento da ferro oppure simile, il dispositivo di cui sopra protegge il sostrato e impedisce lo strato di catalizzatore della contaminazione da prodotto estraneo, prolungando così la durata del catodo.

Inoltre, formando un sostrato avente nichel

almeno sulla sua superficie, il nichel è contenuto sia sul sostrato che sull'interstrato, rendendo possibile aumentare ulteriormente l'adesività tra i due strati. Il metallo di lantanio da incorporare nello strato di catalizzatore e preferibilmente cerio, il quale può completamente mantenere il metallo di platino resistente all'avvelenamento.

La presente invenzione riguarda anche un procedimento per la preparazione di un catodo attivato, che comprende il formare un interstrato contenente un ossido di nichel sulla superficie di un sostrato elettricamente conduttivo, e poi formare uno strato di catalizzatore contenente almeno uno di ossidi ed idrossidi dei metalli del lantanio ed almeno un metallo prescelto dal gruppo costituito dai metalli del platino e argento e loro ossidi ed idrossidi sulla superficie dell'interstrato.

Nella presente invenzione, un interstrato fatto di un ossido di nichel può venire formato come parte del sostrato calcinando il sostrato. Questa realizzazione fornisce un catodo avente elevata resistenza e prolungata durata in assenza da pelatura oppure sfaldatura dell'interstrato.

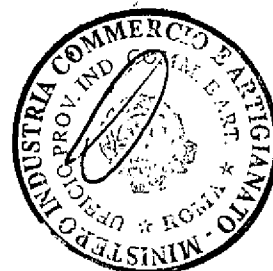
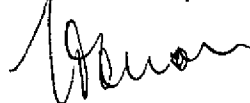
Il sale metallico da venire impiegato nella

soluzione di rivestimento è preferibilmente un nitrato oppure solfato piuttosto che un cloruro. Diversamente, il sostrato può venire eccessivamente corrosivo per abbassare la resistenza dell'elettrodo. Questo inconveniente può venire evitato impiegando un nitrato oppure solfato.

Lo strato di catalizzatore viene preferibilmente formato mediante un procedimento che contiene l'applicare una soluzione di rivestimento contenente qualsiasi di un nitrato, solfato, complesso amminico oppure complesso nitro di metalli del lantanio, metalli del platino e, oppure argento disciolti in esso alla superficie dell'interstrato, e poi sottoponendo il rivestimento a decomposizione termica. In questo modo, può venire ottenuto un catodo avente elevata attività.

Mentre l'invenzione è stata descritta in dettaglio e con riferimento alle realizzazioni specifiche di essa, sarà evidente ad un esperto nella tecnica che in essa possono venire fatte diverse variazioni e modifiche senza scostarsi dal suo spirito e campo.

Gilberto Tonore
(Iscr. Albo n. 83 BM)



S.I.B.
ROMA

RM2000 A 000089

RIVENDICAZIONI

1. Catodo attivato contenente un sostrato elettricamente conduttivo avente una superficie, un interstrato contenente principalmente un ossido di nichel formato sulla superficie di detto sostrato elettricamente conduttivo, e uno strato di catalizzatore contenente almeno un componente di lantanio prescelto dal gruppo costituito da ossidi ed idrossidi di metalli del lantanio e almeno un componente di platino prescelto dal gruppo costituito da metalli del platino ed argento e loro ossidi ed idrossidi formati su detto interstrato.

2. Catodo attivato come rivendicato nella rivendicazione 1, in cui la superficie di detto sostrato elettricamente conduttivo contiene nichel, e detto componente di lantanio contiene almeno uno di ossido di cerio e idrossido di cerio.

3. Procedimento per la preparazione di un catodo attivato che comprende il formare un interstrato contenente un ossido di nichel sulla superficie di un sostrato elettricamente conduttivo, e poi il formare uno strato di catalizzatore contenente almeno un componente di lantanio prescelto dal gruppo costituito da ossidi ed idrossidi di metalli del lantanio e da almeno un

componente di platino prescelto dal gruppo costituito dai metalli di platino e argento e loro ossidi ed idrossidi sulla superficie di detto interstrato.

4. Procedimento come rivendicato nella rivendicazione 3, il quale comprende il fornire un sostrato elettricamente conduttivo avente una superficie fatta di nichel, e il riscaldare e il calcinare il sostrato elettricamente conduttivo per formare un interstrato contenente su di esso un ossido di nichel.

5. Procedimento come rivendicato nella rivendicazione 3, il quale comprende l'applicare una soluzione di rivestimento avente un nitrato oppure un solfato di nichel disciolto in essa per formare detto sostrato elettricamente conduttivo, e poi il sottoporre il rivestimento a decomposizione termica per formare un interstrato che comprende un ossido di nichel su di esso.

6. Procedimento come rivendicato nella rivendicazione 3, il quale comprende l'applicare alla superficie di detto interstrato una soluzione di rivestimento avente almeno uno di un nitrato, solfato, complesso amminico e complesso nitro di metalli di lantanio, metalli di platino e, oppure

argento disciolti in essa, e poi il sottoporre il rivestimento a decomposizione termica per formare su di esso uno strato di catalizzatore.

7. Procedimento come rivendicato nella rivendicazione 3, il quale comprende l'applicare alla superficie di detto interstrato una soluzione di rivestimento avente almeno uno di un nitrato, solfato, complesso amminico e complesso nitro di metalli del lantanio ed almeno uno di un nitrato, solfato, complesso amminico e complesso nitro di metalli del platino e, oppure argento disciolti in essa, e poi il sottoporre il rivestimento a decomposizione termica per formare su di esso uno strato di catalizzatore.

8. Procedimento come rivendicato nella rivendicazione 3, il quale comprende l'applicare alla superficie di detto interstrato una soluzione di rivestimento avente almeno uno di un nitrato oppure solfato di metalli del lantanio ed almeno uno di un nitrato e solfato di metalli del platino e, oppure argento disciolti in esso, e poi il sottoporre il rivestimento a decomposizione termica per formare su di esso uno strato di catalizzatore.

9. Metodo attivato come rivendicato nella rivendicazione 1, in cui il sostrato elettricamente

conduttivo ha uno spessore di circa 0,5 a 5 mm e una porosità da circa 10 a 95%.

10. Catodo attivato come rivendicato nella rivendicazione 1, in cui l'interstrato ha uno spessore da 0,1 a 100 μm .

11. Catodo attivato come rivendicato nella rivendicazione 1, in cui lo strato di catalizzatore ha uno spessore da circa 0,1 a 10 μm .

12. Catodo attivato come rivendicato nella rivendicazione 1, in cui lo strato di catalizzatore ha una copertura da circa 0,5 fino a 5 g/m^2 della superficie catodica.

p.p. PERMELEC ELECTRODE LTD.

Gilberto Tonon
(Iscr. Albo n. 83 BM)



S.I.B.
ROMA