

# PRODUCCION DE H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

Por **AUGUSTO KARPFF LLANOS**

*(Capítulos tercero y sexto de la tesis presentada para optar el título de Ingeniero Químico).*

## **OBTENCION TECNICA DEL ACIDO PERSULFURICO Y SUS SALES**

### **Generalidades**

La creación de los procedimientos electrolíticos en la elaboración del ácido persulfúrico y sus sales sentó la base del progreso en la industria del peróxido de hidrógeno, ya que por estos métodos se hizo posible la obtención de un producto más puro y altamente concentrado.

Teóricamente el proceso electrolítico emplea solo agua y energía; todos los demás compuestos se recuperan haciendo el recorrido denominado circuito cerrado, siendo por consiguiente las pérdidas en materiales casi nulas.

Se conocen tres métodos en la obtención electrolítica del peróxido de hidrógeno.

### **I. — Proceso del H<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>**

Es el método más antiguo de todos y consiste en la electrólisis de una solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> para producir por oxidación anódica el H<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>, el cual queda con un exceso de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> libre.



La solución del ácido persulfúrico se concentra luego actuando el ácido sulfúrico en exceso como hidrolizador.



Durante el curso de la concentración se desprende el peróxido de hidrógeno el cual va mezclado con vapor de agua a las columnas de rectificación, para producir el peróxido de hidrógeno de concentración comercial.

### **II. — Proceso del (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>**

Es el procedimiento más reciente y consiste en la electrólisis de una solución de (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> con exceso de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> así:



La solución de persulfato de amonio es luego concentrada y con el aumento en la concentración del ácido sulfúrico de exceso resulta la hidrólisis del persulfato.



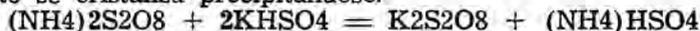
El peróxido de hidrógeno liberado en la concentración se evapora con un exceso de vapor de agua que luego pasa a las columnas de rectificación para producir el peróxido de hidrógeno de concentración comercial.

### III. — Proceso del K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>

Este proceso consiste en la electrólisis de una solución de (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> con un exceso de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y ciertas pequeñas cantidades de K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> así:



Esta solución de persulfato de amonio después de concentrarla a evaporación al vacío se enfría para tratarla con KHSO<sub>4</sub> y se forma el K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> el cual, por ser menos soluble que las demás sales del electrólito se cristaliza precipitándose.



El persulfato de potasio se separa por centrifugación y se trata con ácido sulfúrico y vapor vivo para la hidrólisis.



El peróxido de hidrógeno vaporizado con exceso de vapor de agua se rectifica en columnas empacadas para producir el H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> de concentración comercial.

Todos estos procesos se pueden resumir en una sola reacción:  
 $2\text{H}_2\text{O} + 2e = \text{H}_2\text{O}_2 + \text{H}_2$

Los demás compuestos como el ácido sulfúrico, el sulfato de amonio y el sulfato de potasio, etc. solo actúan como productos intermedarios los cuales se vuelven a recuperar y utilizar.

Hay que considerar en estos procesos todas las reacciones secundarias que ocurren durante la electrólisis, sobretudo la formación del ácido de Caro, el cual, como dije antes, es el más perjudicial de todos.

#### Pureza de materiales

Una de las condiciones básicas es la pureza de los materiales en las soluciones electrolíticas debido a la gran susceptibilidad que tiene el peróxido de hidrógeno a descomponerse en presencia de cuerpos extraños.

Las operaciones deben efectuarse con toda limpieza para obtener buenos rendimientos tanto en ácido persulfúrico como en corriente.

El ácido sulfúrico debe ser de una pureza excepcional, libre de metales pesados, los cuales, en caso de haberlos, tienen que ser eliminados ya sea por concentración, precipitación o destilación. La destilación se efectúa en recipientes de cuarzo.

El agua, que es prácticamente la materia prima del proceso,

tiene que ser destilada y libre de metales pesados y sustancias nocivas en la estabilidad del peróxido de hidrógeno, siendo los más perjudiciales el hierro, el manganeso, el cobre y el platino.

A pesar de todos los cuidados y de un trabajo con toda limpieza es de esperarse que al cabo de un tiempo se presenten impurezas por lo cual el electrólito debe ser purificado de vez en cuando.

La purificación del sulfato de amonio se efectúa por cristalizaciones sucesivas.

Para evitar el desdoblamiento por la acción catalítica de las impurezas se la agregan al electrólito estabilizadores, pero determinando exactamente su cantidad ya que un exceso puede obrar desfavorablemente en los rendimientos.

En toda instalación recién montada los rendimientos al comienzo de las operaciones son bajos y se debe a la acción corrosiva del electrólito en los materiales de construcción de los tanques de almacenamiento, celdas, diafragmas, bombas, válvulas, etc., los cuales ceden en un principio ciertas impurezas solubles en el ácido sulfúrico.

Con el tiempo estas impurezas se van eliminando poco a poco hasta tener materiales estables a la acción corrosiva del electrólito y el rendimiento alcanza entonces valores normales.

El problema principal en toda instalación para producir peróxido de hidrógeno está sobre todo en los materiales de construcción, por lo que le dedico un capítulo aparte estudiando los diversos problemas.

### Electrodos

La elección de los electrodos es de gran importancia ya que el rendimiento del ácido persulfúrico depende en gran parte del material anódico.

En la práctica se emplean ánodos de platino para la elaboración del ácido persulfúrico y sus sales, ya que estos tienen altos potenciales anódicos facilitándose así la formación anódica del oxígeno.

Pequeñas impurezas en el platino, principalmente del iridio, ocasionan pérdidas en corriente.

Sólo debe emplearse platino muy puro siendo como mínimo de un 99% de pureza.

Debido al alto costo del platino se ha tratado de sustituirlo por lo menos parcialmente en aleaciones con níquel o cobre. Con una aleación del 50% en platino y el resto en níquel o cobre se ha encontrado que no es afectado por la acción del oxígeno y tampoco tiene acción catalítica sobre las combinaciones peroxi.

Las aleaciones que más éxito han tenido han sido las de tántalo y de platino. Estos ánodos son de construcción especial sobreponiendo la laminita de tántalo sobre la de platino.

Las altas densidades de corriente en la oxidación electrolítica del ácido persulfúrico permiten usar superficies pequeñas en los ánodos. Se puede trabajar con densidades entre .5 y 5 Amp. por  $\text{cm}^2$ .

Con densidades de corriente más altas la inversión en ánodo de platino será menor; sin embargo esto no puede llevarse muy lejos ya que se pueden producir pérdidas en el rendimiento a causa de la

lenta difusión del ácido persulfúrico formado. Hay por lo tanto una densidad de corriente óptima a la cual se debe trabajar. En la práctica se hace con 0.86 Amp./cm<sup>2</sup>.

El material catódico es por lo general de plomo en las celdas de diafragma, y de grafito en las celdas sin diafragma. Los cátodos de plomo se hacen de tubería sirviendo a la vez como enfriador del catolito.

### Diafragmas

El diafragma ha tenido siempre la desventaja de aumentar los costos de instalación y mantenimiento y ofrecer mayor resistencia a la corriente eléctrica, ocasionando por consiguiente pérdidas en el potencial. También tiene el inconveniente de dividir el electrólito en dos partes: catolito y anolito.

Se construye de porcelana no esmaltada permitiendo así gran porosidad. Las paredes son poco gruesas para evitar pérdidas en la corriente eléctrica.

Los procesos sin diafragma tienen también sus inconvenientes, como el de trabajar a bajas temperaturas de 6º a 8º C. y hay que agregarle además a la solución sales crómicas para formar una película sobre el ánodo evitando así la depolarización de este.

Con densidades de corriente altas se puede trabajar perfectamente sin diafragma pero tiene el inconveniente de producir demasadas pérdidas por concepto de platino. Con una densidad de corriente de 20 Amp./cm<sup>2</sup> se evita la reducción catódica trabajando sin el diafragma.

Ensayos hechos empleando cátodos de grafito cubiertos con tela de asbesto, la que hace las veces de diafragma, han dado buenos resultados.

En el cátodo se pone en libertad hidrógeno el cual debe ser sacado para evitar mezclas explosivas que puedan resultar peligrosas; se hace por medio de ventiladores potentes que continuamente están trabajando, permitiendo poca concentración de hidrógeno en las celdas.

## ELECTROLISIS

Los procedimientos que a continuación describo son los que hoy día se emplean para elaborar el ácido persulfúrico y sus sales en la obtención del peróxido de hidrógeno.

### Proceso H<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>

La producción del ácido persulfúrico a partir del ácido sulfúrico se lleva a cabo en un gran número de celdas colocadas en el sistema de cascada o sea escalonadas. Cada cascada consta de 27 celdas conectadas entre sí por el sistema en serie tanto en el flujo electrolítico como en el circuito eléctrico.

La celda consiste esencialmente de un compartimiento en el cual hay alojadas 10 unidades estando integrada cada una por un diafragma, un juego de ánodos y un enfriador.

La solución que se va a electrolizar entra en la primera celda de la cascada por la parte superior, circulando de celda en celda por gravedad. La gradiente del sistema tiene un ángulo de 30° y el desnivel entre una celda y la inmediatamente anterior o posterior es de 15 centímetros.

El diafragma es de un tubo de porcelana porosa cerrado en el fondo y con un orificio al costado de la parte superior para permitir la circulación del anolito.

Dentro del diafragma se colocan el juego de ánodos y el enfriador. En cada celda hay 10 de estas unidades (diafragma, ánodo, enfriador) y cada unidad recibe solución de la respectiva unidad en la celda anterior. Con esto tenemos también 10 flujos de anolitos. Las conexiones entre cada cámara anódica se hacen con tubería de vidrio.

La caracterización del diafragma es la siguiente: Cinco cm. de diámetro interno, cincuenta cm. de longitud y de dos a cuatro mm. de espesor.

Los ánodos se colocan dentro del diafragma muy cerca a éste. Cada unidad anódica consiste de un collar de plomo en el cual hay soldadas once laminas de platino, las que tienen las siguientes características: en la parte superior son de 10 cm. de largo, 5 mm. de ancho y 0.1 mm. de espesor, en la inferior tiene 20 cm. de largo, 5 mm. de ancho y 0.04 mm. de espesor. El largo total es por consiguiente de 30 cms. de los cuales 26 cms. están sumergidos en el electrolito.

Se han ensayado ánodos de tántalo-platino dando mejores rendimientos que los de platino solo. Las características de dichos ánodos son las siguientes: parte superior de tántalo con 25 cms. de largo, 5 mms. de ancho y 0.5 mm. de espesor; la parte inferior es de platino con 5 mm. de ancho, 0.04 mm. de espesor y 20 cm. de largo, de los cuales 10 cms. están unidos a la lámina de tántalo por medio de soldadura de punto. El ánodo tendrá una longitud total de 35 cms. de los cuales 31-32 están sumergidos en el anolito.

La vida de los ánodos de platino es de 6 a 9 años y de 14 para los de tántalo-platino. La caída de potencial es .05 veces mayor en los de platino solo.

Dentro del collar anódico se aloja el enfriador que llega hasta el fondo de la cámara anódica. Se construye de vidrio.

El agua de refrigeración se introduce por medio de un tubo que va dentro del enfriador y llega hasta el fondo de éste haciendo que el agua circule de abajo hacia arriba en donde se encuentra el orificio de salida. La superficie enfriadora de cada uno de estos enfriadores es de aproximadamente 350 cm<sup>2</sup>.

La entrada del anolito se hace por el centro del enfriador por medio de un tubo de vidrio de 10 mm. de diámetro, recibiendo así el anolito un enfriamiento adicional al entrar. Circula de abajo hacia arriba.

El espacio entre centro y centro de estas 10 unidades es de 85 milímetros.

Cada celda utiliza un solo cátodo el que está construido en forma de serpentina con tubos de plomo, los cuales sirven a la vez para enfriar el catolito. Este tubo de plomo es de 2 cm. de diámetro interno

y 2.6 cm. de diámetro externo, lo cual hace una superficie enfriadora de 2 mts<sup>2</sup>. (Superficie externa).

Este serpentín se construye de tal manera que entre en la celda y a la vez el diafragma pueda ser colocado dentro de este. Para darle mayor rigidez se le sueldan perpendicularmente a los tubos láminas de plomo.

Todo el sistema de enfriamiento de ánodos y cátodos está conectado en paralelo. El agua de refrigeración se toma de una tubería madre y el desagüe se lleva a otro conducto general instalado a lo largo de todo el sistema, tal como el anterior. Las conexiones se hacen de plomo.

Las conexiones eléctricas entre las celdas se hacen con plomo.

La corriente normal en cada cascada es de 950 Amp. de los cuales son 95 para cada unidad de diafragma y ánodo. Su rendimiento depende en gran parte de la temperatura en las celdas, así:

a) — Con 950 Amp. por cascada y refrigerando con agua a 2<sup>o</sup> C la eficiencia es de 80%.

b) — Sobre 15<sup>o</sup> C por cada <sup>o</sup>C de aumento en la temperatura del agua de refrigeración hay que reducir 50 Amp. en la carga; así con un máximo de temperatura a 23<sup>o</sup> C se debe trabajar con 550 Amp.

c) — Con una temperatura de 22<sup>o</sup> C y trabajando en las condiciones reducidas la eficiencia de la corriente disminuye a 68%.

El voltaje total en cada grupo de celda es de 150-154 volts. D. C. correspondiendo 5.55-5.70 volts. por celda. Esto cuando se trabaja con ánodos de platino solo. Con ánodos de tántalo-platino el voltaje es de 141-143 volts. por cascada o sea de 5.2-5.3 por celda.

El voltaje es afectado por el tiempo que hayan trabajado los ánodos, especialmente los de platino solo. Los siguientes datos dan una idea clara sobre el voltaje con cada ánodo según el tiempo que tengan de uso:

	Todo pt.	Ta-Pt
Tiempo de prueba	96 meses	96 meses
N <sup>o</sup> de celdas en serie	27	27
Volt. al comenzar la prueba con 950 Amp.	158 Volt.	143 Volt.
Volt. al finalizar la prueba con 950 Amp.	175 Volt.	145 Volt.

El ánodo de tántalo es por lo tanto más activo y tiene mayor vida que el de platino.

Se trabaja con densidades de corriente de 0.86 Amp./cm<sup>2</sup> y estas no deben ser mayores de 1 Amp./cm. porque las pérdidas de platino son muy grandes con valores mayores.

El volúmen neto de la cámara anódica es de 200 cc. Siendo la concentración de corriente de 475 Amp./Litro.

La solución circula a través del sistema electrolítico de la siguiente manera: del tanque de almacenamiento al electrólito es subida por medio de elevadores automáticos a tanques de 1 m<sup>3</sup> de capa-

cidad y se deja circular primero por el compartimiento catódico; al final de la cascada se recoge en tanques especiales y se vuelve a subir con elevadores automáticos a los tanques que alimentan las cámaras anódicas; una vez que circule por las 27 celdas se almacena y luego se envía a la sección de destilación.

El electrólito circula con una velocidad de 4 litros por minuto o sean 240 litros por hora por cada cascada.

El catolito tiene a la entrada la siguiente composición aproximadamente: 500 grs./litro  $H_2SO_4$  con trazas de ácido de Caro, el cual fue reducido en los cátodos. Un porciento de esta alimentación pasa por difusión al compartimiento anódico por lo cual se mantiene 30 mm. más alta la solución en el compartimiento anódico que en el catódico.

La composición del anolito a la salida de la última celda de la cascada es de 535 grs./litro de  $H_2SO_4$  total incluyendo el  $H_2SO_4$  libre, el  $H_2S_2O_8$  y el  $H_2SO_5$ .

El contenido en  $H_2S_2O_8$  varía entre 240-270 grs./litro y el ácido de Caro entre 15-30 grs./litro, según a las temperaturas a que se trabaje.

Esta solución con 240-270 grs./litro de  $H_2S_2O_8$  se lleva a la parte de la planta donde están instalados los equipos de destilación.

### Proceso $(NH_4)_2S_2O_8$

La obtención de sulfato de amonio se hace en celdas un poco diferentes a las del proceso  $H_2S_2O_8$ . Se emplea también el sistema en cascadas con once celdas escalonadas. El desnivel entre una y otra es de 15 cm. circulando el electrólito por gravedad a través de todas las celdas.

Estos tanques tienen las siguientes dimensiones internas: 512 mm. de ancho, 940 mm. de largo y 500 mm. de profundidad. Cada tanque está dividido en 6 compartimientos por medio de dos tabiques longitudinales y uno lateral, quedando cada celda con las siguientes dimensiones: 290 mm. por 260 mm. por 500 mm. Los tanques tienen a los lados bordes de 15 mm. de ancho por 100 mm. de profundidad.

En cada una de estas celdas hay instalados dos diafragmas, dos grupos de ánodos, dos cátodos y un grupo de enfriadores.

Los diafragmas son rectangulares, fabricados de porcelana porosa y tienen 310 mm. de ancho, 510 mm. de profundidad y 3 mm. de espesor en las paredes. Están distanciados 120 mm. entre sí. De esta manera cada compartimiento o celda consta de dos cámaras catódicas y una anódica, por lo cual se requieren dos flujos catódicos y uno anódico para cada celda.

La superficie anódica se construye de laminitas de platino de 400 mm. de largo, 8 mm. de ancho y 0.04 mm. de espesor; está sujeta por 5 alambres de platino de 30 mm. de largo, 0.6 mm. de diámetro y separados entre sí por 100 mm. La unión entre la lámina y el alambre se hace con soldadura de punto. Estos 5 alambres a su vez están sujetos a una varilla vertical de cobre de 6 mm. de diámetro.

A una distancia de 3 mm. de la varilla de cobre se funde una perla de vidrio al alambre de platino cubriéndose luego toda la varilla

de cobre y el alambre hasta la parla con un plástico polivilflico que funde a 70° C. Esto se hace con el objeto de proteger la varilla de cobre de la acción corrosiva del electrólito.

El peso de cada lámina de platino es de 2.7 grs. y tiene una superficie de 32 cm. El peso de cada alambre es de 0.3 grs. Tenemos por lo tanto la siguiente distribución en el platino de los ánodos:

	Superf. cm <sup>2</sup>	Peso Grs.
por ánodo	32	4.2
por grupo anódico	128	16.8
por celda	256	33.6
por tanque	1536	201.6
por cascada	16896	2217.6

Un grupo anódico consta de 4 ánodos verticalmente colocados contra la superficie del diafragma.

Los cátodos son láminas de plomo de 120 mm. de ancho, 450 mm. de largo y 3 mm. de espesor. Hay dos por celda. Están suspendidos de una varilla de plomo de 10 mm. x 30 mm. de sección. Para darle mayor rigidez a las láminas se le sueldan verticalmente tubos de plomo de 10 mm. de diámetro. La superficie total catódica tiene 1080 cm<sup>2</sup> de los cuales 800 cm<sup>2</sup> están sumergidos en el católito. En cada tanque habrá por consiguiente 12 cátodos.

Los enfriadores del anólito son tubos de vidrio de 30 mm. de diámetro, 450 mm. de largo y 1.5 mm. de espesor. Hacia la parte superior tienen una expansión que les da un diámetro de 40 mm. Su superficie activa tiene solo 380 mm. de largo. Se tapan con tapones de caucho perforados; uno para la entrada del tubo por la cual se hace la alimentación del agua de refrigeración y otro para la salida que viene a constituir el tubo de alimentación del siguiente enfriador. Estos tubos son de plomo y el de alimentación se introduce hasta el fondo para hacer circular el agua de abajo hacia arriba. La circulación del agua de refrigeración se hace en serie por 10 enfriadores, lo cual forma un conjunto de 3600 cm<sup>2</sup> de superficie enfriadora por celda.

El enfriador catódico es un tubo de plomo de 9 mm. de diámetro interno y 12 mm. de diámetro externo, construido en forma de S, teniendo una longitud total de 6.6 m. que equivale a una superficie enfriadora total de 2500 cm<sup>2</sup> por compartimiento catódico o sea 5000 cm<sup>2</sup> por celda.

Todos estos enfriadores están conectados en serie pasando primero el agua por los enfriadores anódicos y luego por los catódicos. La toma de agua para la celda se hace en paralelo de una tubería madre que se tiende a lo largo de todas las celdas, lo mismo que la tubería del desagüe.

Cada cascada tiene once tanques en serie, lo que hace 33 celdas por cascada. Cada una con un par de ánodos y cátodos. El suministro de corriente eléctrica de cada cascada está dividido en cuatro circuitos. Las conexiones entre los electrodos se hacen de plomo, siendo la varilla que soporta los ánodos, de cobre.

Como en cada celda hay dos cámaras catódicas y una anódica,

ésta se conecta de celda en celda y de tanque en tanque en línea recta. Tenemos por lo tanto dos soluciones catódicas y una anódica en cada tanque. La solución entra por la primera celda al comienzo de la cascada y circula por gravedad hasta el tanque final de la cascada. Las interconexiones se hacen de vidrio. El electrólito circula primero por las cámaras catódicas bombeándose luego a los tanques de alimentación del anolito. Se recoge al final de la cascada en tanques de almacenamiento para luego enviarlo a la sección de destilación.

La composición del electrólito es la siguiente:

	Entr. C.	Grs. por litro Sali. C. Entr. A.	Sali. A.
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> libre	260	205	160
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> equiv. de (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>8</sub> sin (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>			100
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> equiv. de (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> total	156	193	156
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> total representado por el radical SO <sub>4</sub> '	416	398	416
(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> libre	210	260	76
(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> eq. (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>8</sub>			134
(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> radical NH <sub>4</sub> '	210	260	210
(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>8</sub>			232

De la tabla anterior se ve que hay una emigración apreciable de iones NH<sub>4</sub>' a través del diafragma del anolito al catolito, siendo menor la de iones SO<sub>4</sub>' del catolito al anolito. Los niveles del anolito y el catolito son los mismos, la rata de flujo es de ½ litro por hora y por amperio, así se tiene para una cascada 220 litros por hora.

220 litros/hr./cascada  
110 litros/hr./celda  
110 litros/hr./anolito  
55 litros/hr./catolito

La distribución de la corriente eléctrica es la siguiente:

440 Amp./cascada  
220 Amp./celda  
110 Amp./circuito

Este flujo de corriente proporciona una caída de voltaje por celda de 5.15 volt. o sean 170 volts. para una serie. Se puede trabajar aún con 200 Amp. por celda.

Con la corriente de 220 Amp. por celda se tiene una densidad

de corriente de 0.86 Amp./cm<sup>2</sup> y una concentración de corriente de 17 Amp./litro.

Se ha determinado que la mayor eficiencia se obtiene con una densidad de corriente de 0.86 Amp./cm. Los siguientes datos son los resultados de las pruebas:

D. C. Amp./cm <sup>2</sup>	Efic. de la corriente %	Caída de volt. Por cascada
0.4	83	164
0.86	83-84	168
1.10	82	173

Estos valores muestran que la eficiencia de la corriente es un poco menor con densidades de corriente baja. El voltaje sin embargo es menor a densidades de corriente bajas. Es factor gobernante para elegir entre el costo económico de instalación por unidad de producto y las pérdidas de platino con otros costos de mantenimiento por unidad de producto.

Al electrólito que está circulando se le agrega 0.3 grs. de NH<sub>4</sub>CNS/litro/hr. de flujo. Este se añade en forma de sal sólida para aumentar el potencial anódico. El agua de refrigeración entra a las celdas a 12° C. y sale a 19-20° C.

#### Proceso K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>

En realidad no es sulfato de potasio el que se electroliza sino una solución de sulfato de amonio que además contiene sulfato de potasio, residuo que necesariamente queda después de fijar el persulfato de amonio en forma de persulfato de potasio.

Este proceso emplea celdas un poco distintas sin diafragma debido a las cristalizaciones que ocurren por causa de las sales potásicas.

Cada circuito de solución consta de siete celdas comunicadas entre sí para formar un circuito en serie; no se emplea el sistema de cascada para la circulación del electrólito. Todas las celdas están a un mismo nivel.

Las características de las celdas son las siguientes: 950 mm. de largo por 700 mm. de ancho y 900 mm. de profundidad en sus divisiones internas. Sobre este tanque se extienden a lo largo 7 bloques de grafito; los 5 centrales soportan los electrodos y enfriadores y los dos de los extremos tienen aberturas para sacar muestras del electrólito, insertar termómetros y un orificio para extraer el hidrógeno formado.

Estos bloques tienen las siguientes dimensiones: 140 mm. de ancho, 800 mm. de largo y 75 mm. de espesor. Sobre cada uno de estos va colocada una lámina de aluminio. Cada uno de los 5 bloques sostiene 30 cátodos que son varillas de grafito de 30 mm. de diámetro y 850 mm. de largo.

Para fijar estos cátodos al bloque de grafito se atornillan a éste y luego se aseguran la parte superior que atraviesa el bloque y la lámina de aluminio con una tuerca, resultando así una unidad muy compacta.

Los 30 cátodos están colocados en dos hileras de 15 cátodos cada una, a una distancia de 50 mm. entre hilera y de 45 mm. entre cátodos de una misma hilera.

Para poder colocar los ánodos y los enfriadores se le hacen perforaciones de 20 mm. de diámetro al bloque de grafito; las perforaciones de los ánodos se hacen en todo el centro del bloque, siendo 14 en total y la de los enfriadores al lado de la hilera de cátodos hacia la parte externa. Son 30 enfriadores distribuidos en dos hileras de a 16 enfriadores cada una.

Cada bloque tendrá por consiguiente, primero una hilera de 16 enfriadores, después una hilera de 15 cátodos y luego la hilera de 14 ánodos; le sigue otra de 15 cátodos y por último la segunda de 16 enfriadores.

La lámina de aluminio solo cubre la parte de los cátodos y ánodos sin extenderse hasta los enfriadores. Esta lámina es de 75 mm. de ancho y se dobla a un extremo, el cual se fija con pernos a la barra principal de la corriente eléctrica, haciendo de esta manera la conexión catódica.

Para evitar la oxidación en la superficie del aluminio aumentando con esto la resistencia eléctrica se coloca una laminita de platino muy fina entre el bloque de grafito y la lámina de aluminio.

Los 14 ánodos por bloque cuelgan a través de los orificios en el grafito sin entrar en contacto con éste ya que de lo contrario se formaría un corto circuito. Estos ánodos están sujetos a una varilla de aluminio de 8 mm. de diámetro, la cual está asegurada por tuercas a una barra horizontal a lo largo de la celda, por encima de los ánodos y perpendicularmente a ellos. Esta barrita se fija a la toma general de corriente por medio de tuercas.

Cada varilla de aluminio tiene 8 alambres de platino insertados horizontalmente que van a servir de soporte a los ánodos verticales contruidos con un alambre de platino muy fino.

Los alambres horizontales que se fijan a la varilla de aluminio tienen 40 mm. de largo y 0.6 mm. de diámetro; a cada lado de la varilla y a una distancia de 2-3 mm. de esta se funde una perla de vidrio sobre el alambre de platino. Toda la varilla y los alambres de soporte hasta la perla se cubren con un plástico polivililico o con caucho duro. De esta manera queda la varilla cubierta como aislante.

De los alambres que sirven de soporte se fijan 8 hilos de platino de 0.15 mm. de diámetro y 685 mm. de largo a cada lado, siendo 16 en total por ánodo.

Se ha puesto especial cuidado en las pérdidas de platino por causa de las densidades de corriente. Los estudios hechos han dado los siguientes resultados:

Dens. de corte Amp./cm <sup>2</sup>	Pérdida de Pt. Grs./Amp. hr.	Dens. de corte Amp./cm <sup>2</sup>	Pérdida de Pt. Grs./Amp. hr.
0.5	3.0 x 10	3.0	0.9 x 10
1.0	1.5 x 10	4.0	0.9 x 10
2.0	0.9 x 10	8.0	3.0 x 10

El promedio es de  $1.30 \times 10^6$  grs./Amp. hr. que equivale a 0.0027 grs. de Pt./kilogramo de  $H_2O_2$ .

Ánodos construídos con aleaciones de iridio y platino han demostrado tener importancia en las pérdidas de platino, trabajando con una densidad de corriente de 2 Amp./ $cm^2$  se obtuvieron los siguientes resultados:

Material anódico	Pérdida de Pt.
Pt. C. P.	$0.9 \times 10^6$
0.1% Ir	$0.5 \times 10^6$
0.3% Ir	$0.6 \times 10^6$
0.5% Ir	$0.6 \times 10^6$
1.0% Ir	$1.4 \times 10^6$
5.0% Ir	$0.9 \times 10^6$

Lo cual demuestra que el contenido en iridio debe ser bajo.

Otro factor que influye mucho en las pérdidas de platino es el ácido de Caro; con los siguientes datos podemos ver su importancia:

Ácido de Caro N	Pérdida de Pt. a 2 Amp./ $cm^2$
0.001	$0.6 \times 10^6$
0.01	$1.0 \times 10^6$
0.1	$6.0 \times 10^6$

En la práctica se trabaja con una concentración de 0.005N.

De los datos anteriores se pueden sacar las siguientes conclusiones:

I. — El ánodo debe ser construído para trabajar con densidad de corriente de 2-4 Amp./ $cm^2$ .

II. — Deben preferirse ánodos que contengan 0.1% de iridio como máximo.

III. — El ácido de Caro debe eliminarse con  $SO_2$ .

Para formar un diafragma muy permeable sin tener que dividir el electrólito en dos soluciones se cubren los cátodos con un asbesto especial denominado azul africano que tiene una fibra de 3 mm. de espesor. Se dice que esta clase de asbesto es la que mejores resultados ha dado. Para evitar que la tela de asbesto se deshaga, en la parte inferior se le fija con una capsulita o con un anillo de porcelana, ajustándolo a la varilla de grafito.

Como los ánodos tienen 30 mm. de diámetro y el asbesto 3 mm. de espesor, quedan aproximadamente 5 mm. de espacio entre el ánodo y el punto más cercano de la circunferencia de la tela y 8 mm. hasta la varilla de grafito. La distancia media de la superficie catódica al ánodo es aproximadamente de 12 mm. debido a la curvatura del cátodo.

Los enfriadores se construyen de vidrio y tienen las siguientes dimensiones: 15 mm. de diámetro interno, 18 mm. de diámetro ex-

terno, con una longitud de 750 mm., de los cuales 650 mm. están sumergidos en el electrólito. La entrada de agua en cada enfriador se hace por medio de un tubo delgado de 11 mm. de diámetro externo, el cual se introduce hasta el fondo del enfriador para hacer circular el agua de abajo hacia arriba.

Los enfriadores están insertados en el bloque de grafito y las conexiones con la entrada y salida de agua se hacen por medio de un conducto especial construido de caucho duro.

Este conducto de caucho duro se extiende a lo largo de cada bloque de grafito sujetando el enfriador y el pequeño tubo de alimentación. Está dividido en dos canales permitiendo así la circulación en paralelo del agua de refrigeración en cada hilera de enfriadores.

El canal de entrada está por encima del canal de salida.

La toma principal de la tubería madre se hace con tubos de caucho conectados al niple que tiene el conducto, lo mismo que se hace con la salida al otro extremo del conducto.

Los 14 enfriadores como vimos están conectados en paralelo, lo mismo que cada conducto con respecto a la toma general.

La superficie enfriadora es por consiguiente:

Por tubo	375 cm <sup>2</sup>
Por conducto	6000 cm <sup>2</sup>
Por bloque	12000 cm <sup>2</sup>
Por celda	60000 cm <sup>2</sup> o sea 6 m <sup>2</sup>

Una vez colocados todos los ánodos, cátodos y enfriadores, los orificios se tapan por medio de una cera blanda de 75% de parafina y 25% de colofonia.

Resumiendo los datos anteriores, sobre la celda electrolítica tenemos:

	Por bloque	Por celda
Nº de bloques		5
Nº de varillas catódicas	30	170
Nº de ánodos	14	70
Nº de enfriadores	32	160
Superficie anódica total cm <sup>2</sup>	720	3600
Superficie enfriadora total m <sup>2</sup>	1.2	6

Los conductores eléctricos están colocados a los lados de la celda. Todos los ánodos y los cátodos, forman circuito en paralelo. La toma principal que transporta la corriente eléctrica está hecha de cobre.

La toma que se conecta con los ánodos de una celda va a los cátodos de la siguiente, haciendo así un circuito en serie entre las celdas.

Por medio de aisladores instalados entre los terminales de cada celda se puede poner en cualquier momento fuera de servicio una de ellas, con solo conectar el switch de transpaso.

El hidrógeno que se forma en las celdas es extraído por medio de sopladores haciendo circular aire humidificado. Hay un solo venti-

lador para todo el sistema que está conectado en paralelo. Los orificios de entrada y de salida de los gases son de 50 mm. de diámetro hechos en los bloques exteriores en esquinas opuestas.

El electrólito en esta celda es uno solo. Circula de celda en celda por canales construídos con niples de vidrio asegurados a las paredes de la celda con tapones de caucho perforados. Hay dos entradas y dos salidas en cada celda. Todos los tanques están al mismo nivel siendo los canales intercomunicadores suficientemente grandes para permitir el mismo nivel del electrólito en todas las celdas. El volumen neto total de cada celda es de 340 litros.

El electrólito tiene la siguiente composición:

	Entrada	Salida
Densidad Grado Bé.	25.5-26.5	25.5-26.5
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> libre grs./litro	60-80	40-45
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> total grs./litro	95-110	95-110
O <sub>2</sub> equiv. en persulf. grs./lit.	5-6	10-12
KNO <sub>3</sub> grs./litro	2.5	2.5
Fe mgrs./litro	70-100	70-100
K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> total	35-40	35-40
(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	290-300	290-300

La cantidad normal de electrólito a través de un circuito es de 1500 litros por hora.

La distribución eléctrica y electrolítica se hace de la siguiente manera:

Amperios de la serie	4500
Caída de voltaje a través del circuito eléctrico	150
Caída de voltaje a través del circuito de solución	37.5
Flujo del electrólito por el circuito eléctrico	6000
Flujo del electrólito por el circuito de solución	1500

Cada circuito eléctrico consta de cuatro circuitos electrolíticos o de solución.

La temperatura de las celdas se mantiene 38-40° C. Cada tanque está equipado con termómetros y termostatos que dan la alarma en caso de que la temperatura pase los 40° C.

Para la refrigeración no se debe emplear agua muy fría puesto que puede causar cristalización del persulfato en los enfriadores y en los cátodos. Se mantiene a 18° C. en la entrada y sale a 22° C.

Para evitar que los enfriadores se dañen o se tapen se debe usar agua pura haciéndola circular en circuito cerrado y en serie con un intercambiador de calor que lo vuelve a enfriar a 18° C.

Las características del circuito eléctrico que operan en las celdas son las siguientes:

Caída de voltaje por celda mínimo	5.6
Caída de voltaje por celda máximo	6.0
Caída de voltaje por celda medio	5.8
Eficiencia de la corriente normal	82-83%

<b>Densidad de la corriente anódica</b>	
Amp por cm. mínima	0.8
Amp. por cm. máxima	2.0
Amp. por cm. media	1.25
<b>Densidad de la corriente catódica</b>	
Amp. por cm <sup>2</sup>	0.5
Conc. de cote. amp. por litro	18

La variación del voltaje se cree que se deba a la cristalización del K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en los cátodos, lo cual impide la perfecta difusión de la solución a través del diafragma de asbesto, aumentando así la película alcalina en la superficie anódica. Por esta razón hay que lavar periódicamente las celdas con agua destilada para disolver el K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> formado y cristalizado.

A la solución electrolítica se le agrega NH<sub>4</sub>CNS en forma de solución del 40% a una rata de 0.1 gr. de NH<sub>4</sub>CNS por litro de solución. Esto se hace con el fin de aumentar el potencial anódico, aumentando también la eficiencia 4-5%.

## PROYECTO DE UNA PLANTA DE PEROXIDO DE HIDROGENO

### Generalidades

Después de las anteriores consideraciones sobre cada uno de los tres principales sistemas electroquímicos de producción de peróxido de hidrógeno, sólo me queda estudiar las posibilidades de una planta de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> para satisfacer la actual demanda de dicho producto en el país.

El consumo en el país ha venido aumentando periódicamente y los datos hasta 1946 se pueden observar por las estadísticas siguientes:

Año	Peso bruto kilos	Peso neto kilos	Precio \$
1940	153.555	121.601	112.310.00
1941	167.045	150.671	116.533.00
1942	164.902	122.742	180.416.00
1943	275.121	201.721	272.376.00
1944	178.227	168.648	140.101.00
1945	95.143	90.031	76.490.00
1946	194.176	158.840	146.526.00

Estudiando estas estadísticas se puede formar una ligera idea sobre el consumo aproximado del peróxido de hidrógeno, y es de advertir que dicho consumo será mayor tan pronto se instalen más sistemas de blanqueo continuo en las empresas textiles, cosa que para 1946 no se había introducido todavía en el país.

Actualmente ese consumo es mayor, ya que algunas empresas textiles (en total tres) tienen el sistema de blanqueo continuo, por lo que es de esperar que el consumo actual sea de 200 kgs./día. Teniendo en cuenta que el promedio hasta 1946 fue de 150 toneladas al 30%. lo que equivale a 125 kgs. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (100%) por día.

También es de esperar que el consumo aumente cuando sea más fácil de conseguir el producto por su elaboración en el país.

Teniendo en cuenta estos factores, la capacidad de la fábrica no debe ser menor de 250 kgs. de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (100%) o sea 725 kgs. de solución al 35% por día.

En cuanto a la elección del sistema que debe emplearse, creo que el más conveniente es el proceso K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>. Este proceso tiene sus ventajas y sus desventajas en relación con los otros dos, que las consideré por partes, sobre todo en lo que se refiere al equipo y sus controles.

Por medio del cuadro económico comparativo de los tres sistemas, insertado adelante, se puede ver que los procesos de persulfato tienen sus ventajas sobre el del ácido persulfúrico. Existen solo gastos mayores en lo que se refiere al personal y a ciertos reactivos indispensables.

Las ventajas que tiene el proceso K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> sobre los otros dos, trabajando en el país, las podemos considerar separadamente de la siguiente manera:

### Electrólisis

Las ventajas de las celdas del proceso K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> sobre las del proceso H<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> son las que siguen:

1ª — Trabaja sin diafragma, por lo consiguiente hay economía en diafragmas y el mantenimiento se hace con poco costo.

2ª — Al no trabajar con diafragma, solo se requiere una solución de electrólito.

3ª — El agua de refrigeración del proceso H<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> debe tener una temperatura de 2º C. La del proceso K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> requiere una temperatura de 18º C., con la cual no es necesario equipo de refrigeración.

4ª — El rendimiento es mayor en las celdas de persulfato. Para el proceso K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> es de 80-85%, y para el proceso H<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> es de 65-80%, siendo el de 80 con agua a 2º C.

5ª — La inversión en platino es menor en el proceso K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>, por lo cual tiene una gran economía.

6ª No se emplea plomo como cátodo, por lo cual se tiene una solución de persulfato libre de la acción catalítica del plomo.

7ª — El espacio es menor puesto que las celdas del proceso K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> se pueden trabajar hasta con 5000 Amps. por celda. Las del proceso H<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> permiten solo 950 Amps. por celda.

8ª — La densidad de corriente eléctrica es mayor en el proceso K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>, permitiendo así una menor cantidad de ánodos.

Las ventajas de las celdas del proceso K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> sobre las del proceso (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> son las que siguen:

- 1ª — Trabaja sin diafragma.
- 2ª — Requiere un solo electrólito.
- 3ª — La temperatura de refrigeración es menor.
- 4ª — La inversión en platino es menor.
- 5ª — La instalación es más complicada.
- 6ª — Las celdas ocupan mayor espacio puesto que trabaja a 440 amperios por celda.

Como se puede observar existen un gran número de ventajas en las celdas del proceso K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> sobre los otros dos procesos.

### Destilación

En la destilación también se presentan ventajas del proceso K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> sobre los otros dos, como veremos seguidamente.

Ventajas sobre el proceso H<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>:

- 1ª — En el proceso H<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> hay que reparar periódicamente los tubos de plomo de los evaporadores; requiere por consiguiente obreros especializados en el cambio de tubería y existencia de la misma.
- 2ª — Hay impurificaciones catalíticas por causa del plomo.
- 3ª — El consumo de vapor es mucho mayor en los procesos del ácido persulfúrico.
- 4ª — El rendimiento del proceso K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> es del 90-92% y en el del H<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> es de 80-85%.

Ventajas sobre el proceso (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>

- 1ª — El proceso (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> requiere reparación de los tubos evaporadores de plomo cada catorce a veinticinco días. Hay que tener por consiguiente obreros especializados, y existencia en tubería de plomo.
- 2ª — La solución de peróxido contiene impurezas catalíticas de plomo en el proceso (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>.
- 3ª — El consumo de vapor es la mitad del que se consume en el proceso de destilación del (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>.
- 4ª — El rendimiento es de 86-88%.

Las ventajas que tienen los procesos del ácido persulfúrico y del persulfato de amonio sobre el proceso de persulfato de potasio, solo están en la mayor inversión del equipo, puesto que se requieren convertidores, centrífugas y un evaporador al vacío. También hay que trabajar con dos soluciones, la del electrólito y la del ácido sulfúrico 50° Bé. Sin embargo el equipo en el proceso K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> no está sometido a reparaciones periódicas, como acontece con los otros dos procesos.

En cuanto al consumo por concepto de reactivos, como se puede ver en la tabla comparativa económica, es prácticamente el mismo que en los dos procesos de persulfatos, llevando una ventaja el proceso del ácido persulfúrico, en donde el gasto de reactivos es prácticamente nulo.

**Cuadro económico comparativo de los tres sistemas electroquímicos**

	Kg. H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (100%) produc. como slus. al 35%		
Potencia eléctrica	P. H <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>8</sub>	P. (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>8</sub>	P. K <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>8</sub>
D. C. Potencia para electrólisis solamente.	16.2 KW-hr.	13.4 KW-hr.	13.0 KW-hr.
A. C. Potencia para electrólisis incluyendo pérdidas por rectificación.	18.0	14.9	14.75
A. C. Purificación de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	1.5	.	1
A. C. Bombas de vacío, motores (sin bombas de agua.	2.0	2.1	2.25
A. C. Total (sin bombas de agua).	21.5	17.0	17.0
<b>Vapor</b>			
Para destilación	27.5 Kg.	48.5 Kg.	12.1 Kg.
Para agotar u otros procesos	2.5	5.0	12.4
Total sin incluir calentamiento	30.0	53.5	24.5
<b>Agua</b>			
Renovada	.	2.75 m. c.	2.0 m. c.
Total más la recirculada	6.3 m. c.	5.0 m. c.	5.0 m. c.
<b>Pérdidas en Pt.</b>			
Con ánodos de Pt. solo	0.0032 Grs.	0.0065 Grs.	0.0027 Grs.
Con ánodos de Pt-Ta.	0.0025	.	.
<b>Inversión en platino</b>			
Anodos de Pt. solo	0.815 Grs.	0.522 Grs.	0.330 Grs.
Anodos de Pt-Ta. En Pt	0.334 Grs.	.	.
Anodos de Pt-Ta. En Ta	3.340 Grs.	.	.
<b>Labor manual expresada en Obrero-Hora/tonelada H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.</b>	100	260	280
<b>Eficiencia en la destilación.</b>	85%	86-88%	90-92%
<b>Eficiencia de la electrólisis</b>			
A 2º C.	80%	—	—
A 18º C.	68%	80-85%	85%

Consumo de reactivos  
químicos. Kg./

NH <sub>4</sub> CNS	_____	0.075 Kgs.	0.075 Kgs.
N <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0.050 Kgs.	0.017 Kgs.	0.08 Kgs.
Fe <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub>	_____	_____	0.08 Kgs.
NH <sub>3</sub>	_____	0.017 Kgs.	0.08 Kgs.
K <sub>4</sub> Fe(CN) <sub>6</sub>	0.01 Kgs.	0.01 Kgs.	0.01 Kgs.
SO <sub>2</sub>	0.05 Kgs.	0.05 Kgs.	0.05 Kgs.

NOTA: Por el presente cuadro se puede ver que el consumo en reactivos es prácticamente el mismo en los dos últimos procesos del persulfato de amonio y del persulfato de potasio, que en el proceso del ácido persulfúrico, pero los rendimientos, tanto en destilación como en electrólisis, son mejores por los sistemas de persulfatos.

El consumo en platino está también por debajo en el proceso de persulfatos que en el del ácido persulfúrico. Lo mismo puede decirse en el consumo de corriente eléctrica y en el consumo de vapor.

## Localización de la planta

En una industria como la del peróxido de hidrógeno, los factores que intervienen en la localización de la planta pueden ser muy diversos, siendo el mercado uno de los más importantes, sobre todo aquí en el país, debido al gran volumen de consumo en un mismo lugar.

Por esto he escogido a Medellín o sus cercanías para la localización de una planta, después de haber considerado otros factores no menos importantes.

Medellín consume el 60% de la producción debido a la gran demanda que tiene el peróxido de hidrógeno en las empresas textiles para los procesos de blanqueo. El 40% restante está repartido entre otras ciudades como Barranquilla, Bogotá, Cali, Manizales, etc.

La energía eléctrica es también un factor importante porque ésta es insuficiente no solo en Medellín sino en las demás ciudades que tienen copada su producción de KW-hr. Habrá que pensar por consiguiente en turbo-generadores o en motores Diesel. Sin embargo hay que tener en cuenta que la planta hidroeléctrica de Riogrande está bastante avanzada, y que suministrará corriente a Medellín y a sus alrededores, ofreciendo por lo tanto energía barata.

Al localizar la planta en Medellín quedaría resuelto el problema de transporte porque el 60% de la producción se consume en la misma ciudad, como ya se dijo, evitándose así la inversión de grandes sumas en envases de vidrio para el envío del producto.

En cuanto a la materia prima, que en su mayor parte es ácido sulfúrico y amoníaco, en Medellín existe una fábrica de ácido sulfúrico que puede abastecer el poco consumo que dicho producto tiene en la manufactura del peróxido de hidrógeno. En lo que se refiere al restante material químico tiene que ser todo importado.

Por lo que se refiere al clima, Medellín tiene una temperatura

media de 25° C., y el agua generalmente está a 18-20° C., lo cual facilita mucho el sistema de refrigeración en las celdas.

No es necesario que la planta esté localizada precisamente en Medellín; bien puede estar en las poblaciones vecinas que tienen fácil acceso al ferrocarril o a las carreteras. De todos modos hacer la instalación en las vecindades de la ciudad es lo más aconsejado por las razones expuestas.

### Cálculo de los materiales y características del equipo empleado

Teniendo ya elegido el proceso que se ha de seguir y considerado el punto de localización de la fábrica, solo quedan por hacer los cálculos del material y las características del equipo para una planta que ha de producir de 200-250 kgs. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (100%) diario, pero obtenidos en solución al 35%.

Estos cálculos se pueden dividir teniendo en cuenta las cuatro etapas del proceso, a saber: electrólisis, evaporación y conversión, destilación, y recuperación y purificación del ácido sulfúrico 50° Bé.

### ELECTROLISIS

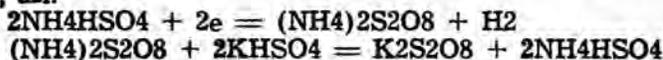
#### I. — Cálculo del consumo de energía eléctrica en las celdas

Teniendo un rendimiento en la destilación de un 90%, el peróxido de hidrógeno que debe llevarse al proceso de destilación debe ser algo mayor a los 250 Kgs. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> que se van a producir diariamente. Esta cantidad tiene que ser elaborada por consiguiente en las celdas.

$$\frac{250 \times 100}{90} = 278 \text{ kgs. H}_2\text{O}_2$$

En las celdas deben producirse diariamente 278 kgs. de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (100%).

El consumo de energía para esta producción será determinado por las ecuaciones fundamentales para producir el peróxido de hidrógeno, así:



Es como si se electrolizara agua, liberándose solo hidrógeno.

Por la ecuación se tiene que se libera una molécula-gramo de hidrógeno para producir una molécula-gramo de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.

La energía para liberar una molécula-gramo de hidrógeno es la misma que se emplea para formar una molécula-gramo de peróxido de hidrógeno.

Así, si se tiene que para liberar un átomo-gramo de hidrógeno,

se requieren 26.5 Amps.-hr. y para producir una molécula-gramo de H2O2 se necesitará el doble, o sea 2 x 26.5 Amps.-hr.

Luego para producir 278 kgs. H2O2 serán:

$$\frac{278000 \times 2 \times 26.5}{34} = 435000 \text{ amps.-hr.}$$

Trabajando con un voltaje máximo de 6 volts. se tendrá:  
 $435000 \times 6 = 2610000 \text{ watts.-hr.}$   
 $= 2610 \text{ Kw.-hr.}$

Siendo la eficiencia de la corriente de 80%, la energía necesaria será:

$$\frac{2610 \times 100}{80} = 3265 \text{ Kw.-hr.}$$

Esto está expresado en D. C. Hay que considerar las pérdidas por rectificación para tener el verdadero valor de Kw.-hr. en A. C. Estas pérdidas pueden considerarse como un 10%; así la potencia requerida en A. C. será de:

$$\frac{3265 \times 100}{90} = 3625 \text{ Kw.-hr.}$$

Por consiguiente tenemos que para la electrólisis se requieren 3625 Kw.-hr. con los cuales se elaboran 278 kgs. de H2O2 (100%), lo que hace 14.5 Kw.-hr./Kgs. H2O2.

Como el trabajo es continuo durante las 24 horas, la potencia requerida solo para la electrólisis es de 151 Kw.

## II. — Cálculo del número de celdas.

El número de celdas depende del amperaje con que se trabaja.

La cantidad de ánodos y cátodos será la misma, solo que se distribuyen entre más o menos celdas según el amperaje permitido a cada una.

Con una eficiencia de 80% en la electrólisis se requieren para los 278 kgs. H2O2 (100%) 544000 Amps.-hr.

Como el trabajo es continuo durante las 24 horas tenemos un amperaje de:

$$\frac{544000 \text{ Amp.-hr.}}{24 \text{ hrs.}} = 22650 \text{ amps.}$$

Hay dos alternativas: trabajar con 4500 amperios o con 2250 amperios.

Considero los dos casos para ver las ventajas según con el amperaje que se trabaje.

a) — Con 4500 amperios.  
El número de celdas será de:

$$\frac{22650 \text{ amperios.}}{4500 \text{ amps./celda}} = 5$$

Por consiguiente trabajando con 4500 amperios se requieren 5 celdas. Como el voltaje máximo es de 6 voltios en cada celda el total a través de la serie será de:  $5 \times 6 = 30$  voltios.

Voltaje a través de la serie: 30 voltios.

b) — Con 2250 amperios.  
El número de celdas será de:

$$\frac{22650 \text{ amps.}}{2250 \text{ amps./celda}} = 10.05 \text{ celdas}$$

Como el voltaje máximo es de 6 voltios en cada celda, el total a través de la serie será de:  $10 \times 6 = 60$  voltios.

Tomando el problema desde el punto de vista práctico, es preferible coger el sistema de 10 celdas, o sea trabajar con 60 voltios y 2250 amperios, puesto que es mucho más fácil y más económico conseguir un equipo de estas características que uno de 4500 amperios y 30 voltios.

### III. — Cálculo de ánodos

Los datos para resolver este problema son los siguientes: corriente total 22650 Amps.; densidad de corriente 1.25 Amps./cm<sup>2</sup>; diámetro del alambre de platino 0.15 mm.; número de alambres de Pt. por ánodo, 16; altura activa, o sea la longitud del ánodo que está sumergido en el electrolito igual a 685 mm.

La superficie total para un ánodo de 16 alambres será de:  
a través de la serie será de:  $10 \times 6 = 60$  voltios.

$$16 \times 0.15 \times 3.14 \times 685 = 5160 \text{ mm}^2 = 51.60 \text{ cm}^2/\text{ánodo}$$

La superficie total que se requiere para los 22650 amps. será de:

$$\frac{22650 \text{ amps.}}{1.25 \text{ amps./cm}^2} = 18100 \text{ cm}^2$$

El número de ánodos será por consiguiente de:

$$\frac{18100 \text{ cm}^2}{51.6 \text{ cm}^2/\text{ánodo}} = 351 \text{ ánodos}$$

Estos 351 ánodos hay que distribuirlos entre las 10 celdas, lo que hace la cantidad de 35.1 ánodo/celda. En la práctica se pueden tomar 35 ánodos por cada celda sin que con esto varíe mucho la densidad de corriente por causa del decimal que se despreció.

Construyendo de una manera similar estas celdas a la que emplea el proceso K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> se pueden distribuir estos 35 ánodos/celda en 5 hileras de 7 ánodos c/u, empleando por consiguiente 5 lotes de grafito.

Como el peso de cada ánodo es de 5.6 grs. el total requerido en ánodos de platino será de:

$$350 \times 5.6 = 1960 \text{ grs. de Pt.}$$

#### IV. — Cálculo de cátodos

Cada hilera de ánodos tiene 2 hileras de cátodos, a cada lado una, por lo que serán 16 cátodos en cada bloque de grafito, haciendo un total de 80 cátodos en cada celda. Como trabajan 10 celdas el total serán 800 cátodos para el sistema electrolítico.

Sus características y dimensiones son iguales considerando como parte activa solo 1/11 de su superficie total. Con los datos de amperios con que trabaja el sistema que son de 22650 amps. y una densidad de corriente de 0.5 amps./cm., con una altura de 685 mm., el diámetro aconsejado se puede calcular de la siguiente manera:

Superficie total catódica:

$$\frac{22650 \text{ amps.}}{0.5 \text{ amps./cm.}} = 45300 \text{ cm.}$$

Para cada cátodo serán:

$$\frac{45300 \text{ cm.}}{800 \text{ cátodos}} = 56.6 \text{ cm}^2/\text{cát.}$$

Diámetro:

$$S = \frac{56.6 \text{ cm}^2/\text{cát.}}{3.14 \times 68.5 \text{ cm}^2/\text{cát.}} = 0.263 \text{ cm.}$$

Como la superficie activa es solo de 1/11 de la total, tenemos que multiplicar por 11 el diámetro para obtener la superficie activa requerida.

$0.263 \times 11 = 2.9 \text{ cm.}$  o sea que prácticamente se pueden usar varillas de grafito que tengan un diámetro de 3 cm.

#### V. — Cálculo de enfriadores

En estas celdas vimos que hay dos hileras de enfriadores por cada bloque de grafito, lo que hace 18 enfriadores por bloque para 7 ánodos, o sean 90 enfriadores por celda o 900 enfriadores a través de todo el sistema.

Los enfriadores tienen las siguientes características: longitud activa 665 mm.; superficie enfriadora 375 cm. por lo cual se requiere un diámetro de:

$$\frac{S}{3.14 h} = \frac{37500}{665 \times 3.14} = 18\text{mm.} = 1.8 \text{ cm.}$$

El diámetro externo de los enfriadores será por consiguiente de 1.8 cm.

### Características de las celdas

Tanque: 950 mm. de largo por 350 mm. de ancho por 900 mm. de profundidad en sus dimensiones internas.

Bloque: 7 bloques de grafito de 140 mm. de ancho por 400 mm. de largo y 75 mm. de espesor. Estos bloques tendrán 5 hileras. En la primera 9 enfriadores, la segunda 8 cátodos, la tercera 7 ánodos, la cuarta 8 cátodos y la quinta 9 enfriadores. Los cátodos estarán distanciados entre sí 45 mm. y cada hilera de la otra tendrá una distancia de 50 mm. Como diafragma se usa asbesto azul. Las conexiones eléctricas se hacen en serie, de tal manera que el cátodo de una celda corresponde al ánodo de la siguiente. Estas conexiones entre cátodos y ánodos son todas hechas con lámina de cobre. El circuito eléctrico funcionará todo en paralelo lo mismo que el agua de refrigeración en cada enfriador. Los dos bloques de grafito de los extremos tendrán orificios para la salida de hidrógeno y para colocar los termóstatos. La manera de colocar los ánodos y los cátodos es idéntica a la empleada en las celdas de diafragma de asbesto en el proceso  $K_2S_2O_8$ . Las interconexiones entre celda y celda se harán con tubería de porcelana o de vidrio.

En la práctica deben instalarse 11 celdas para tener una siempre lista en previsión de un daño. Esta celda se puede poner a funcionar en cualquier momento con un switch de transpaso.

### VI. — Cálculo del electrólito

Con una composición de la solución electrolítica de:

H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> libre	80	45
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> total incluyendo persulfatos	110	110
(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> total	300	300
O <sub>2</sub> equivalente del persulfato	5-6	10-12

La solución tiene que ser electrolizada hasta 12 grs./litro de oxígeno activo, de los cuales 6 grs. de oxígeno activo se transforman en  $K_2S_2O_8$  y los otros 6 grs. vuelven a la celda.

16 gramos/litro de oxígeno equivalen a 34 grs./litro H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, de donde:

$$\frac{12 \times 34}{16} = 25.5 \text{ grs./litro de H}_2\text{O}_2$$

De estos 25 grs./litro se van a utilizar solo la mitad en la conversión, puesto que la otra mitad regresa a la celda. Por consiguiente solo hay 12.25 grs./litro de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> que van a ser convertidos

en persulfato de potasio, para luego recuperarlos como de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> al 35% en la destilación.

Para producir 278000 grs. de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> al día y con una concentración de 12.25 grs./litro se requieren:

$$\frac{278000 \text{ grs.}}{12.25 \text{ grs./litro}} = 22700 \text{ litros}$$

22700 litros es pues la solución que se va a electrolizar durante el día.

Si esta solución tiene 300 grs./litro de (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> serán por lo tanto:

300 grs./litro x 22700 litros = 6810000 grs. (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> o sean 6810 kilogramos.

Con un concentración de 110 grs./litro de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> serán:

110 grs./litro x 22700 litros = 2497000 grs. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> o sean 2497 kgs. de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (100%).

Para esta cantidad de electrólito se requieren por lo menos 3 tanques de almacenamiento cuya capacidad no debe ser menor de 25 m. c. por tanque. El objeto de los tres tanques es: alimentación de las celdas, standarización del electrólito y recolección del electrólito que sale de las centrifugas.

Se requieren 3 soluciones electrolíticas, lo cual implica un gasto de:

$$3 \times 6810 \text{ kgs.} = 20430 \text{ kgs. de (NH}_4\text{)}_2\text{SO}_4$$

$$3 \times 2497 \text{ kgs.} = 7491 \text{ kgs. de H}_2\text{SO}_4 \text{ (100\%)}$$

La bomba que ha de bombear los 22700 litros por día debe tener una capacidad por consiguiente de:

$$\frac{22700 \text{ litros}}{24 \times 60 \text{ minutos}} = 157 \text{ litros/minuto}$$

## EVAPORACION Y CONVERSION

**VII. — Cálculo de la cantidad de H<sub>2</sub>O que debe ser evaporado por hora en el evaporador y enfriador.**

La solución que sale de las celdas tiene 12 grs./litro de oxígeno equivalente en persulfato, o sea, 1.5N y debe ser concentrada por evaporación rápida a 19.2 grs./litro de oxígeno, o sea 2.4N.

Para lograr esta concentración se requiere evaporar la siguiente cantidad por litro de solución:

$$1.5 \times 1000 = 2.4 \times X$$

$$X = 1500/2.4 = 625$$

Un litro de solución de 12 grs./litro de O<sub>2</sub> debe quedar en 625 c. c. para que su concentración sea de 19.2 grs./litro, por consiguiente la cantidad que se evapora es de:

$$1000 - 625 = 375 \text{ c. c.}$$

La cantidad evaporada al día será de:

$0.375 \times 22700 = 8512.5$  litros. Esto para 24 horas; por hora tendremos lo siguiente:

$$\frac{8512.5}{24} = 355 \text{ litros/hr.}$$

La alimentación del evaporador-enfriador es por consiguiente de 950 litros/hr. a  $38^{\circ}$  C. y se evaporarán 355 litros/hr., saliendo la solución restante a  $28^{\circ}$  C.

La bomba para alimentar este evaporador tiene que tener una capacidad de 157 litros/minuto.

### VIII. — Cálculo del convertidor

Al evaporarse 8512.5 litros, el electrólito queda con una concentración de 19.2 grs./litro de oxígeno activo o sea 2.4N. La solución restante del electrólito será de:

$$22700 - 8512.5 = 14187.5 \text{ litros}$$

Estos 14188 litros deben ser tratados con  $\text{KHSO}_4$  para efectuar la conversión a  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ .

Como es imposible hacer la conversión con el total de la solución en una sola operación, en la práctica se pueden hacer 8 conversiones durante las 24 horas, o sea una conversión cada 3 horas. Tendremos por consiguiente:

$$\frac{14188}{8} = 1775 \text{ litros}$$

Es decir, en cada conversión se tratarán 1775 litros del electrólito, por lo que el convertidor debe tener una capacidad mínima de 3000 litros.

Estará alimentado con agua para la refrigeración a  $11^{\circ}$  C., con lo cual se consigue bajar la temperatura de la masa a  $18^{\circ}$  C.

### IX. — Cálculo del $\text{KHSO}_4$

Para calcular la cantidad de  $\text{KHSO}_4$  que se requiere en las operaciones del día debemos partir de las ecuaciones siguientes:



$$\begin{array}{ccc} 228 & 272 & 270 \\ \text{X}'' & \text{Y}' & \text{X}' \end{array}$$



$$\begin{array}{ccc} 270 & 36 & 34 \\ \text{X}' & & 278 \end{array}$$

$$\text{X}' = \frac{278 \times 270}{34} = 2210 \text{ kgs. H}_2\text{S}_2\text{O}_8$$

## Producción de H2O2

$$X'' = \frac{2210 \times 228}{270} = 1862 \text{ kgs. (NH}_4\text{)}_2\text{S}_2\text{O}_8$$

$$Y' = \frac{2210 \times 272}{270} = 2220 \text{ kgs. KHSO}_4$$

De estas tres ecuaciones vemos que se requieren 2200 kgs. de KHSO<sub>4</sub>, lo cual en 8 turnos serán:

$$\frac{2220}{8} = 277.5 \text{ kgs. KHSO}_4 \text{ (100\%)}$$

En cada conversión habrá que agregar por consiguiente 277.5 kgs. de KHSO<sub>4</sub> (100%) a los 1775 litros de solución.

277.5 kgs. de KHSO<sub>4</sub> equivalen a:

$$\frac{270 \times 277.5}{272} = 279 \text{ kgs. de K}_2\text{S}_2\text{O}_8$$

En cada conversión se producirán 287 kgs. de K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>; por consiguiente la centrífuga que va a separar estas masas de cristales debe tener una capacidad mínima de 300 kgs. por jornada.

Sus características aproximadas son las siguientes:

1000 mm. de diámetro por 600 mm. de ancho en la canasta. El descargue debe ser automático.

Estos 279 kgs. de K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> se aglomeran hasta formar un total de 1100 kgs., los cuales son llevados a la retorta de hidrólisis para la operación de destilación.

La solución de sulfato de amonio con algo de persulfato que sale de las centrífugas se almacena en tanques para su purificación, según el proceso K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> y luego se standardiza para electrolizarla de nuevo.

## HIDROLISIS Y DESTILACION

### X. — Cálculos y características del equipo de destilación.

Para efectuar dos destilaciones al día se requiere la mitad del K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> producido en las 24 horas, o sea:

$$\frac{2210}{2} = 1105 \text{ kgs. K}_2\text{S}_2\text{O}_8$$

Esta destilación se hace en dos turnos colocando en la retorta 1105 kgs. de K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> y los 250 litros de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 50° Bé. Con esta carga la capacidad de la retorta debe ser de unos 2000 litros. El vapor se deja entrar por 3 tubos que van hasta el fondo de la retorta a una rata de 300 kgs./hr., durante aproximadamente 4 y ½ horas.



Por consiguiente el vapor total requerido es de:

$$300 \times 4.5 = 1350 \text{ kgs. vapor.}$$

Las características del separador y la columna están dadas según las consideraciones y cálculos que a continuación siguen:

Para el cálculo de la columna de reflujo es mejor seguir los datos y resultados obtenidos en los EE. UU. y Alemania.

Todos estos resultados se deben a ensayos prácticos hechos con diferentes clases de columnas, tanto de platos como empacadas. En estas últimas hay que tener en cuenta la clase del material de relleno.

Son muchos los factores que afectan el buen rendimiento de una columna de relleno. Unos dependen del propio relleno, otros de la columna y sus dimensiones y también de la manera como se lleva a cabo la operación.

Supongamos que se trata siempre de una misma mezcla y a igual presión.

Podríamos traer aquí a colación unas fórmulas obtenidos por investigadores del campo de la ingeniería química con las que se vería la relación matemática precisa que liga los diversos factores. Estas relaciones se obtienen a base de parámetros adimensionales, entre los que figuran los números de Reynolds y de Smith. El comentario de los mismos nos llevaría demasiado lejos, por lo que prefiero concretar las conclusiones que pueden deducirse de su examen junto con otras obtenidas por varios autores experimentalmente y no sujetas todavía al rigor del cálculo.

I. — Cuanto mayor es el diámetro de una columna menor es su poder rectificador (mayor su HETP y su HTU).

II. — Cuanto más alta sea la columna y todas las demás condiciones iguales, mayor es su HETP y su HTU.

III. — Cuanto mayor cantidad de vapores y líquidos circule por la columna, peor será su poder de rectificación. Esta cantidad es función de la cantidad de mezcla que se evapora en la retorta en la unidad de tiempo (Velocidad de vaporización). La velocidad de vaporización puede llegar a ser tan elevada que la acción dinámica de los vapores ascendentes no deje bajar suficiente líquido de reflujo. Entonces la columna se inunda y la operación se malogra. Aumentado el diámetro de la columna se retrasa la aparición de inundación. La velocidad de los vapores aumenta mucho al trabajar en vacío. Esto independientemente de la influencia que el vacío tenga sobre la volatilidad relativa de los compuestos que se destilen, pues dificulta su rectificación y anticipa la velocidad de vaporización a que se produce la inundación.

IV. — Cuanto peor aislada está la columna (cuanto mayores pérdidas de calor por centímetro cuadrado de la superficie de la misma) peor su poder de rectificación.

V. — Las columnas inundadas previamente tienen un poder de rectificación mayor que si no se han sometido a esta práctica.

VI. — La forma en que se carga el relleno tiene gran influencia. Hall y Jonash encontraron para una misma columna y relleno que su número de platos teóricos equivalentes variaba entre 20 y 80 según que la carga del relleno condujera a una disposición del mismo, menor o más compacta y regular. Un relleno dispuesto irregularmente permite la formación de canales por los que pasa el reflujo sin distribuirse bien y sin establecer buen contacto con los vapores ascendentes.

VII. — Mayor cantidad de destilado menor poder de rectificación.

Estudiando todos estos factores se llega a la conclusión de que sería mejor tomar un ejemplo similar para así poder efectuar los cálculos del diámetro de la columna y de la altura del relleno. Para trabajar con 1100 kgs. de K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> de una retorta de hidrólisis de 2000 litros de capacidad alimentada con vapor a 14 atms. a una rata de 300 kgs./hr. y a una velocidad en los vapores de 0.16 m. por segundo, bajando durante 4 horas y media. La fórmula para encontrar el diámetro de la columna es la siguiente:

$$f = \frac{D \times 22.4(273 + t) \times 780}{W \times 3600 \times 273 \times p}$$

$$D = E(b + 1)$$

$$E = \text{moles/hr.}$$

$$W = \text{velocidad de los vapores m./segundo.}$$

$$p = \text{presión}$$

$$f = \text{superficie}$$

Obeniendo un producto del 35% de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> en cada destilación se elaboran 125 kgs. H<sub>2</sub>S<sub>2</sub> que saldrán con 232 kgs. de H<sub>2</sub>O que equivale al 65% restante.

$$125 \text{ kgs. H}_2\text{O}_2 \text{ 35\% en peso}$$

$$232 \text{ kgs. H}_2\text{O 65\% en peso.}$$

Esto expresado en moles da lo siguiente:

$$\frac{125 \text{ kgs.}}{34 \text{ kgs./mol}} = 3.67 \text{ moles H}_2\text{O}_2$$

$$\frac{232 \text{ kgs.}}{18 \text{ kgs./mol}} = 12.9 \text{ moles H}_2\text{O}$$

Con una alimentación de 300 kgs./hr. de vapor durante 4 horas y media tenemos lo siguiente:

$$300 \text{ kgs./hr.} \times 4.5 = 1350 \text{ kgs. de vapor.}$$

En moles equivalen a:

$$\frac{1350 \text{ kgs.}}{18 \text{ kgs./mol.}} = 75 \text{ moles H}_2\text{O}$$

Para averiguar el reflujo v tenemos lo siguiente:  
 75-13 = 62 moles H<sub>2</sub>O que salen al final de la torre como destilado. El reflujo v será entonces:

$$b = \frac{13 \times 3.67}{62} = 0.27$$

De donde D será igual a:

$$D = (0.27 + 1) \times E$$

$$D = 15.5 \times 1.27 = 22.2$$

La superficie se calcula entonces según la fórmula antes vista de:

$$f = \frac{D \times 22.4(273 + t) \times 760}{W \times 3600 \times 273 \times p}$$

$$f = \frac{22.2 \times 22.4 \times 333 \times 760}{0.16 \times 3600 \times 273 \times 800} = 1 \text{ metro cuadrado}$$

La temperatura se tomó la de 60° C. o sea la temperatura de la masa en la retorta y la presión la de 40 mm. de Hg. en la columna.

El diámetro será de:

$$f = \frac{3.14 d^2}{4}$$

$$d = \sqrt{\frac{4 \times f}{3.14}} = \sqrt{4 \times 1/3.14} = \sqrt{1.275} = 1.125 \text{ metros}$$

El diámetro de la columna será por consiguiente de 1.125 ms. La altura del relleno se busca conociendo el diámetro, la velocidad de los vapores y la característica del relleno en una tabla y por medio de la fórmula:

$$H = \frac{nt'}{nt}$$

H = altura del relleno

nt' = número teórico de platos

nt = está dado por la velocidad del vapor y la característica del relleno y está expresada por un equivalente del número de platos teóricos:

nt' por la tabla y empleando anillos Raschig de porcelana de 25 mm. de diámetro tiene un valor de 16.

nt tiene un valor de 4.55, de donde:

$$H = \frac{16}{4,55} = 3.51$$

El separador y la columna operando bajo estas condiciones deben tener un diámetro de 1.125 metros siendo la altura de la columna de 3.51 metros. Esta altura está hecha con anillos Raschig de porcelana de 25 mm. Se debe operar a una presión en la cabeza de la columna de 28-30 mm. de Hg., con lo cual resulta una presión absoluta en la retorta de 45 mm. Hg., lo que permite una temperatura media de 60-70° C. en la retorta.

La altura del relleno en el separador debe ser de unos 400 mm., afectuada también con anillos Raschig de porcelana de 25 mm.

### RECUPERACION DEL KHSO<sub>4</sub> Y DEL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 50° Bé

Una vez terminada la destilación los residuos de KHSO<sub>4</sub> y H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> se sacan por el fondo de la retorta de hidrólisis y se pasan a un enfriador parecido al convertidor. Aquí se enfrían hasta una temperatura de 18-16° C. con agua de refrigeración a 11° C.

La masa que sale de la retorta está a 70° C., por lo cual el enfriamiento es de 52° C.

Estos enfriadores son un poco más pequeños que los convertidores, ya que la carga no excede de 1.5 m. c. Tienen un motor para agitar la solución, permitiendo así la cristalización del KHSO<sub>4</sub>. Del enfriador se bombea a la centrífuga para separar el KHSO<sub>4</sub> del H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. La retorta se lava con 350 litros de ácido sulfúrico al 40% que se sacan de los tanques de purificación.

La capacidad de la centrífuga es igual a la carga que soporta la retorta, o sea de 1100 kgs. de sal.

### PURIFICACION DEL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Hay que recuperar los 250 litros de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 50° Bé que se emplearon en la hidrólisis. Para ello se junta el ácido en dos jornadas, o sean 500 litros y se hace la purificación de una manera continua y en la siguiente forma: el ácido se recoge en recipientes construídos de material resistente a la corrosión y no se debe diluir a más de 34° Bé, lo que hace un volumen de 735 litros; por consiguiente el tanque puede tener una capacidad de 800 litros.

De estos tanques de almacenamiento se bombea primero a otro de 1000 litros de capacidad, situado a un nivel más alto para permitirle que fluya después por gravedad. En este tanque se calienta hasta 105° C. por medio de vapor vivo, con el objeto de quitarle el oxígeno activo que pueda contener.

De este tanque se deja fluír por gravedad a través de un tubo de porcelana relleno con anillos Raschig de tántalo, en el cual se enfría un poco, se almacena luego en un tanque de 1 m. cúbico de capacidad y se le agrega Fe<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>. Aquí el ácido tiene aún una tem-

peratura de 100° C., por lo cual se le enfría en un intercambiador de calor a 60-80° C.

Ya enfriado a 60° C. se diluye hasta 10N con agua, lo cual hace un volumen total de 900 litros. Este tanque puede tener una capacidad de 1500 litros aproximadamente. Se analiza el hierro y se añade la cantidad suficiente de  $K_4Fe(CN)_6$  para precipitar la mayor parte del hierro. La agitación se hace con aire durante media hora y se deja reposar otra media hora para la descantación.

Luego se bombea a través de un filtro de porcelana porosa al concentrador. El  $H_2SO_4$  10N se concentra en este evaporador a 18 N.

El concentrador es una vasija de porcelana o de cerámica con un serpentín de oro; trabaja a una presión de 10 mm. de Hg.; al final tiene un condensador que condensa toda el agua evaporada; se construye de aluminio dentro de una columna de cerámica.

Una vez conseguida la concentración de 18N se enfría pasándolo por un enfriador de cerámica o de cuarzo, llevándolo luego a los tanques de almacenamiento que tienen una capacidad de 500 litros cada uno, es decir la cantidad equivalente de un día de trabajo.

Este tanque de almacenamiento debe ser de material antiácido y debe haber por lo menos unos cuatro.

En el concentrador se deben evaporar 400 litros de los 900 para que la solución 10N de ácido sulfúrico pase a 18N, o sea 50° Bé. Para esta capacidad el concentrador puede ser bastante pequeño, pues se tienen 900 litros diarios para concentrar, o sean 33.3 litros por hora de  $H_2O_2$  evaporados en 12 horas de trabajo.

La rata de alimentación será de:

$$\frac{900}{12} = 75 \text{ litros/hr.}$$

La rata de vaporización será de:

$$\frac{400}{12} = 33.3 \text{ litros/hr.}$$