



(12) **BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ**

(19) **Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)**
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11) 
1-0022430

(51)⁷ **C25B 11/04**

(13) **B**

(21)	1-2013-01923	(22)	25.11.2011		
(86)	PCT/EP2011/071079	25.11.2011	(87)	WO2012/069653	31.05.2012
(30)	MI2010A002193	26.11.2010	IT		
(45)	25.12.2019	381	(43)	25.10.2013	307
(73)	Industrie De Nora S.p.A. (IT) Via Bistolfi 35, I-20134 Milano, Italy				
(72)	URGEGHE, Christian (IT), PEZZONI, Chiara (IT), ANTOZZI, Antonio Lorenzo (IT)				
(74)	Công ty TNHH Tâm nhìn và Liên danh (VISION & ASSOCIATES CO.LTD.)				

(54) **ĐIỆN CỰC ĐỂ GIẢI PHÓNG CÁC SẢN PHẨM KHÍ VÀ PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT ĐIỆN CỰC NÀY**

(57) Sáng chế đề xuất điện cực thích hợp để giải phóng clo trong các bình điện phân bao gồm nền kim loại được phủ hai chế phẩm riêng biệt được phủ thành các lớp xen kẽ, chế phẩm đầu bao gồm các oxit của iridi, ruteni và các kim loại van, ví dụ tantan, và chế phẩm sau bao gồm các oxit của iridi, ruteni và thiếc. Điện cực thu được theo đó kết hợp các đặc tính rất tốt của điện áp anôt và tính chọn lọc đối với phản ứng giải phóng clo.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến điện cực thích hợp để đóng vai trò làm anốt trong các bình điện phân, ví dụ làm anốt để giải phóng clo trong các bình clo-kiềm.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Quá trình điện phân nước muối kiềm clorua, ví dụ nước muối natri clorua để sản xuất clo và natri hydroxit, có thể được thực hiện bởi các anốt có gốc titan hoặc gốc kim loại van (valve metal) khác được hoạt hóa bởi lớp trên mặt của ruteni đioxit (RuO_2), nó có đặc tính làm giảm sự quá điện áp của phản ứng giải phóng clo ở anốt. Chế phẩm xúc tác điển hình để giải phóng clo ví dụ bao gồm hỗn hợp của RuO_2 và TiO_2 , tùy ý bổ sung IrO_2 , khác biệt bởi sự quá điện áp khi giải phóng clo ở anốt giảm tương đối, mặc dù chưa phải là tối ưu. Sự cải thiện một phần sự quá điện áp của clo và theo đó là điện áp toàn bộ quá trình, và mức tiêu thụ năng lượng có thể đạt được nhờ bổ sung một lượng nhất định của kim loại quý thứ hai được chọn giữa iridi và platin vào chế phẩm có gốc RuO_2 được trộn với SnO_2 , ví dụ như được bộc lộ trong patent châu Âu số EP 0 153 586; tuy nhiên chế phẩm này và các chế phẩm khác có chứa thiếc gặp vấn đề về là làm giảm đồng thời cả sự quá điện áp của phản ứng giải phóng oxy xảy ra đồng thời, dẫn đến clo được tạo ra bởi phản ứng ở anốt bị nhiễm một lượng oxy dư. Ảnh hưởng tiêu cực của sự nhiễm tạp oxy, kéo theo các rủi ro trong giai đoạn hóa lỏng clo ngăn việc sử dụng nó trong một số ứng dụng quan trọng trong ngành công nghiệp polyme, chỉ được giảm nhẹ một phần nhờ chế phẩm được đề xuất trong WO 2005/014885, đề xuất việc bổ sung các lượng giới hạn của paladi và niobi. Đặc biệt ở mật độ dòng điện cao, biểu thị trên 3 kA/m^2 , mức độ tinh khiết của sản phẩm clo vẫn còn cách xa mục tiêu tối thiểu được đặt ra trong ngành công nghiệp. EP479423 bộc lộ điện cực bao gồm nền kim loại van và lớp phủ trên đó gồm nhiều lớp. WO 2005/033367 bộc lộ điện cực bao gồm nền Ti, lớp phủ xúc tác oxit kim loại thứ nhất và lớp phủ xúc tác thứ hai.

Theo đó, cần xác định chế phẩm xúc tác cho điện cực thích hợp để đóng vai trò làm anốt giải phóng clo trong các bình điện phân công nghiệp có các đặc tính của điện

áp anôt được cải thiện khi giải phóng clo cùng với độ tinh khiết thích hợp của sản phẩm clo.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất điện cực thích hợp để giải phóng clo trong các bình điện phân bao gồm nền kim loại được phủ bằng hai chế phẩm riêng biệt được phủ thành các lớp xen kẽ, chế phẩm đầu bao gồm các oxit của iriđi, ruteni và các kim loại van, ví dụ tantan, và chế phẩm sau bao gồm các oxit của iriđi, ruteni và thiếc. Điện cực thu được theo đó kết hợp các đặc tính rất tốt của điện áp anôt và tính chọn lọc đối với phản ứng giải phóng clo.

Mô tả chi tiết sáng chế

Các khía cạnh khác nhau của sáng chế được bộc lộ trong các điểm yêu cầu bảo hộ kèm theo đây.

Theo khía cạnh thứ nhất, sáng chế đề cập đến điện cực để giải phóng các sản phẩm khí trong các bình điện phân, ví dụ để giải phóng clo trong các bình điện phân nước muối kiềm, bao gồm nền kim loại được phủ bởi hai chế phẩm xúc tác riêng biệt được phủ thành các lớp xen kẽ, chế phẩm xúc tác thứ nhất bao gồm hỗn hợp của các oxit iriđi, oxit ruteni và ít nhất một kim loại van và không có thiếc, chế phẩm xúc tác thứ hai bao gồm hỗn hợp của các oxit iriđi, oxit ruteni và oxit thiếc. Bằng cách phủ thành các lớp xen kẽ, được dự định theo sáng chế là theo một phương án thực hiện, điện cực có thể bao gồm hai lớp xúc tác xếp chồng, mỗi trong số hai lớp xúc tác này được đặt trong một hoặc nhiều lớp phủ, lớp trong cùng của chúng, tiếp xúc trực tiếp với nền, tương ứng với một trong hai chế phẩm xúc tác, ví dụ chế phẩm thứ nhất, và lớp ngoài cùng của chúng tương ứng với chế phẩm xúc tác còn lại; hoặc, theo một phương án thực hiện khác, điện cực có thể bao gồm số lượng các lớp xúc tác xếp chồng lớn hơn, xen kẽ nhau tương ứng với chế phẩm thứ nhất và thứ hai. Bất ngờ là, các tác giả sáng chế đã quan sát được là điện cực được sản xuất có sự xen kẽ các lớp như được mô tả trên đây thể hiện sự quá điện áp của clo giảm đi rõ rệt, điển hình của các lớp xúc tác chứa thiếc tốt nhất, tuy vậy lại không giảm sự quá điện áp của oxy làm nhiễm tạp sản phẩm clo, như được mong đợi một cách hợp lý.

Theo một phương án thực hiện, kim loại van của chế phẩm xúc tác thứ nhất là titan; mặc dù trong giai đoạn thử nghiệm cũng thu được các kết quả rất tốt với các kim loại van khác trong chế phẩm xúc tác thứ nhất như tantan, niobi và ziricon, nhưng quan sát được rằng titan cho phép kết hợp hoạt tính xúc tác và tính chọn lọc rất tốt trong khoảng thành phần rộng hơn (biểu thị khoảng từ 20 đến 80% thành phần nguyên tử đối với các kim loại). Theo một phương án thực hiện, chế phẩm xúc tác thứ nhất bao gồm các oxit của iriđi, ruteni và titan trong đó phần trăm nguyên tử $Ru = 10-40\%$, $Ir = 5-25\%$, $Ti = 35-80\%$ đối với các kim loại. Tùy ý, chế phẩm xúc tác thứ nhất có thể được bổ sung lượng nhỏ platin, ở phần trăm nguyên tử nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5% đối với các kim loại; điều này có thể có ưu điểm là làm giảm hơn nữa sự quá điện áp của phản ứng giải phóng clo, dù giá thành cao hơn một chút.

Theo một phương án thực hiện, chế phẩm xúc tác thứ hai bao gồm các oxit của iriđi, ruteni và thiếc ở phần trăm nguyên tử $Ru = 20-60\%$, $Ir = 1-20\%$, $Sn = 35-65\%$ đối với các kim loại. Tùy ý, chế phẩm xúc tác thứ hai có thể được bổ sung lượng platin và/hoặc paladi ở tổng phần trăm nguyên tử nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10% đối với các kim loại; chế phẩm xúc tác thứ hai cũng có thể được bổ sung lượng niobi hoặc tantan ở phần trăm nguyên tử nằm trong khoảng từ 0,1 đến 3% đối với các kim loại. Các bổ sung tùy ý này có thể có ưu điểm làm tăng tuổi thọ hoạt động của điện cực và cho phép đạt được sự cân bằng tốt hơn giữa hoạt tính xúc tác với tính chọn lọc của phản ứng giải phóng clo.

Theo một khía cạnh khác, sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất điện cực bao gồm các bước tuần tự sau:

- phủ dung dịch thứ nhất chứa các tiền chất, ví dụ các muối có thể phân hủy nhiệt, có các thành phần của chế phẩm xúc tác thứ nhất, kèm theo bước làm khô tùy ý sau đó ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 200°C trong khoảng từ 5 đến 60 phút và phân hủy nhiệt ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 400 đến 850°C trong thời gian không ngắn hơn 3 phút có mặt không khí; bước phủ có thể được thực hiện thành nhiều lớp phủ, nghĩa là lặp lại các công đoạn trên nhiều lần;
- phủ dung dịch thứ hai chứa các tiền chất, ví dụ các muối có thể phân hủy nhiệt, có các thành phần của chế phẩm xúc tác thứ hai, kèm theo bước làm khô tùy ý

sau đó ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 200°C trong khoảng từ 5 đến 60 phút và phân hủy nhiệt ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 400 đến 850°C trong thời gian không ngắn hơn 3 phút có mặt không khí; trong trường hợp này, bước phủ cũng có thể được thực hiện thành nhiều lớp phủ, nghĩa là lặp lại các công đoạn trên nhiều lần; và

- tùy ý lặp lại bước phủ, công đoạn làm khô tùy ý và công đoạn phân hủy nhiệt của chỉ dung dịch thứ nhất hoặc của cả hai dung dịch một cách liên tục, với sự lặp lại tùy ý của toàn bộ chu trình.

Quy trình thực hiện hai bước đầu tiên có thể được đảo ngược, bằng cách trước tiên phủ dung dịch chứa các tiền chất của chế phẩm xúc tác thứ hai chứa thiếc.

Theo một khía cạnh khác, sáng chế đề cập đến bình điện phân các dung dịch kiềm clo, ví dụ bình điện phân nước muối natri clorua để sản xuất clo và natri hydroxit, thực hiện việc giải phóng clo ở anốt trên điện cực như được mô tả ở trên đây.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ sau đây được bao gồm để minh họa các phương án thực hiện cụ thể của sáng chế, khả năng áp dụng của chúng đã được xác nhận theo nghĩa rộng trong khoảng giá trị được yêu cầu bảo hộ. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này hiểu rõ rằng các chế phẩm và kỹ thuật được bộc lộ trong các ví dụ sau đây thể hiện các chế phẩm và kỹ thuật được phát hiện bởi tác giả sáng chế có chức năng tốt khi thực hiện sáng chế; tuy nhiên, người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này, từ phần mô tả này, hiểu rõ rằng có thể thực hiện các thay đổi đối với các phương án thực hiện cụ thể được bộc lộ và vẫn thu được kết quả giống hoặc tương tự mà không nằm ngoài phạm vi bảo hộ của sáng chế.

Ví dụ 1

Mảnh lưới titan có kích thước 10 cm x 10 cm được phun corundum, làm sạch các phần dư nhờ vòi phun khí nén. Sau đó mảnh được tẩy nhờn bằng cách sử dụng axeton trong bể siêu âm trong khoảng 10 phút. Sau khi làm khô, mảnh được nhúng vào dung dịch nước chứa 250 g/l NaOH và 50 g/l KNO₃ ở nhiệt độ khoảng 100°C trong khoảng 1 giờ. Sau khi xử lý kiềm, mảnh được rửa ba lần trong nước khử ion ở nhiệt độ 60°C, thay chất lỏng mỗi lần. Lần rửa cuối cùng được thực hiện có bổ sung một lượng

nhỏ HCl (khoảng 1 ml cho mỗi lít dung dịch). Sau đó, thực hiện làm khô nhờ không khí và quan sát được sự xuất hiện màu nâu, do sự phát triển của màng TiO_x mỏng.

100 ml dung dịch thủy cồn (hydroalcoholic) thứ nhất, chứa $\text{RuCl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{H}_2\text{IrCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, TiCl_3 trong hỗn hợp nước và 2-propanol được axit hóa bằng HCl, có thành phần mol là 30% Ru, 20% Ir, 50% Ti đối với các kim loại được điều chế.

100 ml dung dịch thủy cồn thứ hai chứa $\text{RuCl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{H}_2\text{IrCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, NbCl_5 , PdCl_2 và thiếc hydroxyacetoclorua thu được theo quy trình được bộc lộ trong Ví dụ 3 của WO 2005/014885, trong hỗn hợp nước và etanol được axit hóa bằng HCl, có thành phần mol là 20% Ru, 10% Ir, 10% Pd, 59% Sn, 1% Nb đối với các kim loại cũng được điều chế.

Dung dịch thứ nhất được phủ lên mảnh lưới titan bằng cách quét thành ba lớp phủ; sau mỗi lớp phủ, tiến hành làm khô ở nhiệt độ trong khoảng từ 100 đến 110°C trong khoảng 10 phút, sau đó xử lý nhiệt trong 15 phút ở nhiệt độ 450°C. Mảnh lưới được làm nguội trong không khí mỗi lần trước khi phủ lớp phủ tiếp theo.

Sau đó, dung dịch thứ hai được phủ lên lưới titan bằng cách quét thành ba lớp phủ, làm khô và cuối cùng xử lý nhiệt như cho dung dịch thứ nhất.

Ở cuối toàn bộ quy trình, thu được toàn bộ lượng nạp kim loại quý là 9 g/m², được biểu diễn theo tổng của Ru, Ir và Pd đối với các kim loại.

Điện cực thu được theo đó được xác định là mẫu #1.

Ví dụ 2

Mảnh lưới titan có kích thước 10 cm x 10 cm được phun corundum, làm sạch các phần dư nhờ vòi phun khí nén. Sau đó mảnh được tẩy nhờn bằng cách sử dụng axeton trong bể siêu âm trong khoảng 10 phút. Sau khi làm khô, mảnh được nhúng vào dung dịch nước chứa 250 g/l NaOH và 50 g/l KNO_3 ở nhiệt độ khoảng 100°C trong khoảng 1 giờ. Sau khi xử lý kiềm, mảnh được rửa ba lần trong nước khử ion ở nhiệt độ 60°C, thay chất lỏng mỗi lần. Lần rửa cuối cùng được thực hiện có bổ sung một lượng nhỏ HCl (khoảng 1 ml cho mỗi lít dung dịch). Sau đó, thực hiện làm khô nhờ không khí và quan sát được sự xuất hiện màu nâu, do sự phát triển của màng TiO_x mỏng.

100 ml dung dịch thủy cồn thứ nhất, chứa $\text{RuCl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{H}_2\text{IrCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, Ti(III) ortho-butyl titanat, H_2PtCl_6 trong hỗn hợp nước và 2-propanol được axit hóa bằng HCl , có thành phần mol là 16,5% Ru, 9% Ir, 1,5% Pt, 73% Ti đối với các kim loại được điều chế.

100 ml dung dịch thủy cồn thứ hai như dung dịch thủy cồn thứ hai của ví dụ 1 cũng được điều chế.

Dung dịch thứ nhất được phủ lên mảnh lưới titan bằng cách quét thành ba lớp phủ; sau mỗi lớp phủ, tiến hành làm khô ở nhiệt độ trong khoảng từ 100 đến 110°C trong khoảng 10 phút, sau đó xử lý nhiệt trong 15 phút ở nhiệt độ 450°C. Mảnh được làm nguội trong không khí mỗi lần trước khi phủ lớp phủ tiếp theo.

Sau đó, dung dịch thứ hai được phủ lên lưới titan bằng cách quét thành ba lớp phủ, làm khô và cuối cùng xử lý nhiệt như cho dung dịch thứ nhất.

Ở cuối toàn bộ quy trình, thu được toàn bộ lượng nạp kim loại quý là 9 g/m², được biểu diễn theo tổng của Ru, Ir và Pt đối với các kim loại.

Điện cực thu được theo đó được xác định là mẫu #2.

Ví dụ 3

Mảnh lưới titan có kích thước 10 cm x 10 cm được phun corundum, làm sạch các phần dư nhờ vòi phun khí nén. Sau đó, mảnh được tẩy nhờn bằng cách sử dụng axeton trong bể siêu âm trong khoảng 10 phút. Sau khi làm khô, mảnh được nhúng vào dung dịch nước chứa 250 g/l NaOH và 50 g/l KNO_3 ở nhiệt độ khoảng 100°C trong khoảng 1 giờ. Sau khi xử lý kiềm, mảnh được rửa ba lần trong nước khử ion ở nhiệt độ 60°C, thay chất lỏng mỗi lần. Lần rửa cuối cùng được thực hiện có bổ sung một lượng nhỏ HCl (khoảng 1 ml cho mỗi lít dung dịch). Sau đó thực hiện làm khô nhờ không khí và quan sát được sự xuất hiện màu nâu, do sự phát triển của màng TiO_x mỏng.

Sau đó, 100 ml dung dịch thủy cồn thứ nhất, chứa $\text{RuCl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{H}_2\text{IrCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, TiOCl_2 trong hỗn hợp nước và 1-butanol được axit hóa bằng HCl , có thành phần mol là 17% Ru, 10% Ir, 73% Ti đối với các kim loại được điều chế.

Ngoài ra điều chế 100 ml dung dịch thủy cồn thứ hai chứa $\text{RuCl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{H}_2\text{IrCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, NbCl_5 , H_2PtCl_6 và thiếc hydroxyaxetoclorua thu được theo quy trình

được bọc lộ trong Ví dụ 3 của WO 2005/014885, trong hỗn hợp nước và etanol được axit hóa bằng axit axetic, có thành phần mol là 30% Ru, 3% Ir, 5% Pt, 59% Sn, 3% Nb đối với các kim loại.

Dung dịch thứ nhất được phủ lên mảnh lưới titan bằng cách quét thành ba lớp phủ; sau mỗi lớp phủ, tiến hành làm khô ở nhiệt độ trong khoảng từ 100 đến 110°C trong khoảng 10 phút, sau đó xử lý nhiệt trong 15 phút ở nhiệt độ 450°C. Mảnh được làm nguội trong không khí mỗi lần trước khi phủ lớp phủ tiếp theo.

Sau đó, dung dịch thứ hai được phủ lên lưới titan bằng cách quét thành ba lớp phủ, làm khô và cuối cùng xử lý nhiệt như cho dung dịch thứ nhất.

Ở cuối toàn bộ quy trình, thu được toàn bộ lượng nạp kim loại quý là 9 g/m², được biểu diễn theo tổng của Ru, Ir và Pt đối với các kim loại.

Điện cực thu được theo đó được xác định là mẫu #3.

Ví dụ 4

Mảnh lưới titan có kích thước 10 cm x 10 cm được phun corundum, làm sạch các phần dư nhờ vòi phun khí nén. Sau đó, mảnh được tẩy nhờn bằng cách sử dụng axeton trong bể siêu âm trong khoảng 10 phút. Sau khi làm khô, mảnh được nhúng vào dung dịch ngâm nước chứa 250 g/l NaOH và 50 g/l KNO₃ ở nhiệt độ khoảng 100°C trong khoảng 1 giờ. Sau khi xử lý kiềm, mảnh được rửa ba lần trong nước khử ion ở nhiệt độ 60°C, thay chất lỏng mỗi lần. Lần rửa cuối cùng được thực hiện có bổ sung một lượng nhỏ HCl (khoảng 1 ml cho mỗi lít dung dịch). Sau đó thực hiện làm khô nhờ không khí và quan sát được sự xuất hiện màu nâu, do sự phát triển của màng TiO_x mỏng.

Sau đó, điều chế 100 ml dung dịch thủy cón thứ nhất, chứa RuCl₃*3H₂O, H₂IrCl₆*6H₂O, H₂PtCl₆ và TiCl₃ trong hỗn hợp nước và 2-propanol được axit hóa bằng HCl, có thành phần mol là 16,5% Ru, 9% Ir, 1,5% Pt, 73% Ti đối với các kim loại được.

Ngoài ra điều chế 100 ml dung dịch thủy cón thứ hai chứa RuCl₃*3H₂O, H₂IrCl₆*6H₂O, NbCl₅, H₂PtCl₆ và thiếc hydroxyaxetoclorua thu được theo quy trình được bọc lộ trong Ví dụ 3 của WO 2005/014885, trong hỗn hợp nước và 2-propanol

được axit hóa bằng axit axetic, có thành phần mol là 30% Ru, 3% Ir, 5% Pt, 59% Sn, 3% Nb đối với các kim loại.

Dung dịch thứ nhất được phủ lên mảnh lưới titan bằng cách quét thành hai lớp phủ; sau mỗi lớp phủ, tiến hành làm khô ở nhiệt độ trong khoảng từ 100 đến 110°C trong khoảng 10 phút, sau đó xử lý nhiệt trong 15 phút ở nhiệt độ 450°C. Mảnh được làm nguội trong không khí mỗi lần trước khi phủ lớp phủ tiếp theo.

Sau đó, dung dịch thứ hai được phủ lên lưới titan bằng cách quét thành ba lớp phủ, làm khô và xử lý nhiệt sau cùng như cho dung dịch thứ nhất.

Sau cùng, dung dịch thứ nhất được phủ một lần nữa nhờ quét thành hai lớp phủ, làm khô và xử lý nhiệt sau cùng như trên.

Ở cuối toàn bộ quy trình, thu được toàn bộ lượng nạp kim loại quý là 9 g/m², được biểu diễn theo tổng của Ru, Ir và Pt đối với các kim loại.

Điện cực thu được theo đó được xác định là mẫu #4.

Ví dụ ngược lại 1

Mảnh lưới titan có kích thước 10 cm x 10 cm được phun corundum, làm sạch các phần dư nhờ vòi phun khí nén. Sau đó mảnh được tẩy nhờn bằng cách sử dụng axeton trong bể siêu âm trong khoảng 10 phút. Sau khi làm khô, mảnh được nhúng vào dung dịch nước chứa 250 g/l NaOH và 50 g/l KNO₃ ở nhiệt độ khoảng 100°C trong khoảng 1 giờ. Sau khi xử lý kiềm, mảnh được rửa ba lần trong nước khử ion ở nhiệt độ 60°C, thay chất lỏng mỗi lần. Lần rửa cuối cùng được thực hiện có bổ sung một lượng nhỏ HCl (khoảng 1 ml cho mỗi lít dung dịch). Sau đó thực hiện làm khô nhờ không khí và quan sát được sự xuất hiện màu nâu, do sự phát triển của màng TiO_x mỏng.

Điều chế 100 ml dung dịch thủy cộn thứ nhất, chứa RuCl₃*3H₂O, H₂IrCl₆*6H₂O, TiCl₃ trong hỗn hợp nước và 2-propanol được axit hóa bằng HCl, có thành phần mol là 30% Ru, 20% Ir, 50% Ti đối với các kim loại.

Dung dịch được phủ lên mảnh lưới titan bằng cách quét thành năm lớp; sau mỗi lớp phủ, tiến hành làm khô ở nhiệt độ trong khoảng từ 100 đến 110°C trong khoảng 10 phút, sau đó xử lý nhiệt trong 15 phút ở nhiệt độ 450°C. Mảnh được làm nguội trong không khí mỗi lần trước khi phủ lớp phủ tiếp theo.

Ở cuối toàn bộ quy trình, thu được toàn bộ lượng nạp kim loại quý là 9 g/m², được biểu diễn theo tổng của Ru và Ir đối với các kim loại.

Điện cực thu được theo đó được xác định là mẫu #C1.

Ví dụ ngược lại 2

Mảnh lưới titan có kích thước 10 cm x 10 cm được phun corundum, làm sạch các phần dư nhờ vòi phun khí nén. Sau đó, mảnh được tẩy nhờn bằng cách sử dụng axeton trong bể siêu âm trong khoảng 10 phút. Sau khi làm khô, mảnh được nhúng vào dung dịch nước chứa 250 g/l NaOH và 50 g/l KNO₃ ở nhiệt độ khoảng 100°C trong khoảng 1 giờ. Sau khi xử lý kiềm, mảnh được rửa ba lần trong nước khử ion ở nhiệt độ 60°C, thay chất lỏng mỗi lần. Lần rửa cuối cùng được thực hiện có bổ sung một lượng nhỏ HCl (khoảng 1 ml cho mỗi lít dung dịch). Sau đó thực hiện làm khô nhờ không khí và quan sát được sự xuất hiện màu nâu, do sự phát triển của màng TiO_x mỏng.

Điều chế 100 ml dung dịch thủy cồn chứa RuCl₃*3H₂O, H₂IrCl₆*6H₂O, NbCl₅, H₂PtCl₆ và thiếc hydroxyaxetoclorua thu được theo quy trình được bộc lộ trong Ví dụ 3 của WO 2005/014885, trong hỗn hợp nước và 2-propanol được axit hóa bằng axit axetic, có thành phần mol là 30% Ru, 3% Ir, 5% Pt, 59% Sn, 3% Nb đối với các kim loại.

Dung dịch được phủ lên mảnh lưới titan nhờ quét thành năm lớp; sau mỗi lớp phủ, tiến hành làm khô ở nhiệt độ trong khoảng từ 100 đến 110°C trong khoảng 10 phút, sau đó xử lý nhiệt trong 15 phút ở nhiệt độ 450°C. Mảnh được làm nguội trong không khí mỗi lần trước khi phủ lớp phủ tiếp theo.

Ở cuối toàn bộ quy trình, thu được toàn bộ lượng nạp kim loại quý là 9 g/m², được biểu diễn theo tổng của Ru, Ir và Pt đối với các kim loại.

Điện cực thu được theo đó được xác định là mẫu #C2.

Ví dụ 5

Các mẫu của các ví dụ trước được mô tả đặc điểm dưới dạng các anốt để giải phóng clo trong bình của phòng thí nghiệm được cấp nước muối natri clorua ở nồng độ 200 g/l, kiểm soát chặt chẽ độ pH ở 3. Bảng 1 ghi lại sự quá điện áp của clo được đo ở mật độ dòng điện bằng 4 kA/m² và phần trăm thể tích của oxy trong sản phẩm clo.

Bảng 1

ID mẫu	η_{Cl_2} (mV)	O ₂ (%)
1	50	0,25
2	50	0,18
3	49	0,20
4	47	0,17
C1	72	0,25
C2	53	0,80

Phần mô tả trên không nhằm giới hạn sáng chế, nó có thể được sử dụng theo các phương án thực hiện khác nhau mà không vượt ra ngoài phạm vi bảo hộ của sáng chế, và phạm vi của sáng chế được xác định duy nhất bởi các điểm yêu cầu bảo hộ kèm theo.

Trong toàn bộ phần mô tả và yêu cầu bảo hộ của sáng chế, thuật ngữ “bao gồm” và các biến thể của nó như “gồm” và “gồm có” không nhằm loại trừ sự có mặt của các thành phần hoặc chất phụ gia khác.

Việc đề cập đến các tài liệu, hoạt động, vật liệu, thiết bị, vật phẩm và dạng tương tự được bao gồm trong bản mô tả này chỉ nhằm mục đích đưa ra ngữ cảnh cho sáng chế.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Điện cực để giải phóng các sản phẩm khí trong các bình điện phân bao gồm nền kim loại được phủ ít nhất một chế phẩm xúc tác thứ nhất và ít nhất chế phẩm xúc tác thứ hai, chế phẩm xúc tác thứ nhất bao gồm hỗn hợp của các oxit iriđi, oxit ruteni và oxit của ít nhất một kim loại van và không có thiếc, chế phẩm xúc tác thứ hai bao gồm hỗn hợp của các oxit iriđi, oxit ruteni và oxit thiếc, chế phẩm xúc tác thứ nhất và thứ hai này được phủ thành nhiều lớp xen kẽ.
2. Điện cực theo điểm 1, trong đó kim loại van của chế phẩm xúc tác thứ nhất là titan và các oxit của iriđi, ruteni và titan có mặt trong chế phẩm xúc tác thứ nhất ở phần trăm nguyên tử Ru = 10-40%, Ir = 5-25%, Ti = 35-80% đối với các kim loại.
3. Điện cực theo điểm 1 hoặc 2, trong đó các oxit của iriđi, ruteni và thiếc có mặt trong chế phẩm xúc tác thứ hai ở phần trăm nguyên tử Ru = 20-60%, Ir = 1-20%, Sn = 35-65% đối với các kim loại.
4. Điện cực theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chế phẩm xúc tác thứ nhất còn chứa một lượng platin ở phần trăm nguyên tử nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5% đối với các kim loại.
5. Điện cực theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chế phẩm xúc tác thứ hai còn chứa một lượng platin và/hoặc paladi ở tổng phần trăm nguyên tử nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10% đối với các kim loại.
6. Điện cực theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chế phẩm xúc tác thứ hai còn chứa một lượng niobi hoặc tantan ở phần trăm nguyên tử nằm trong khoảng từ 0,1 đến 3% đối với các kim loại.
7. Phương pháp sản xuất điện cực theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, bao gồm việc thực hiện các bước tuần tự sau đây trên nền kim loại:
 - a. phủ dung dịch thứ nhất chứa các tiền chất có các thành phần của chế phẩm xúc tác thứ nhất;
 - b. tùy ý làm khô ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 200°C trong thời gian từ 5 đến 60 phút;
 - c. phân hủy dung dịch thứ nhất nhờ xử lý nhiệt ở nhiệt độ trong khoảng từ 400 đến 850°C trong thời gian không ngắn hơn 3 phút có mặt không khí;

d. phủ dung dịch thứ hai chứa các tiền chất có các thành phần của chế phẩm xúc tác thứ hai;

e. tùy ý làm khô ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 200°C trong thời gian từ 5 đến 60 phút;

f. phân hủy dung dịch thứ hai nhờ xử lý nhiệt ở nhiệt độ trong khoảng từ 400 đến 850°C trong thời gian không ngắn hơn 3 phút có mặt không khí; và

g. tùy ý lặp lại các bước từ a đến c hoặc toàn bộ trình tự các bước từ a đến f một hoặc nhiều lần.

8. Phương pháp theo điểm 7, trong đó trình tự các bước từ a đến c và trình tự các bước từ d đến f được đảo ngược.

9. Phương pháp theo điểm 7 hoặc 8, trong đó trình tự các bước từ a đến c được lặp lại nhiều hơn một lần trước bước d, và trình tự các bước từ d đến f được lặp lại nhiều hơn một lần trước bước g.

10. Bình điện phân dung dịch kiềm clo bao gồm điện cực theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6 làm anốt giải phóng clo.