

EX-F --
15.327

321567

29 DIC. 1965



P A T E N T E D E I N V E N C I O N

por VEINTE años

cuyo privilegio se solicita para España,
sus territorios y plazas de soberanía,
a favor de:

LE NICKEL

sociedad anónima francesa, domiciliada
en 92, rue de Courcelles, PARIS, Francia,
relativa a:

"PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE HIDRATO
DE NIQUEL PURO"

=====

Inventor: Charles Cuenot

Prioridad: Solicitud de Patente en Francia
nº PV 15.327 del 30 abril 1965.

321567

29 D



MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un nuevo procedimiento de fabricación de hidrato de níquel por vía electroquímica que permite obtener directamente esta substancia a

5. partir de mata de níquel (previamente refinada por vía metalúrgica y liberada de todas las impurezas perjudiciales para su utilización, especialmente como material de aportación a los baños de niquelado). - - - - -

Según las técnicas habitualmente empleadas, el hidrato

10. de níquel de gran pureza se obtiene a partir de sulfato o cloruro de níquel por desplazamiento con cal o con sosa, habiéndose obtenido previamente, a su vez, las sales, sulfato o cloruro, según las técnicas clásicas, partiendo especialmente de níquel puro o de óxido de níquel. Estos últimos se

15. pueden preparar por diferentes procesos de refinado, en seco o en húmedo, a partir de mata de níquel. - - - - -

La presente invención permite obtener un hidrato de níquel de gran pureza directamente a partir de mata, lo que presenta la ventaja económica, sobre los procedimientos habitualmente empleados, de simplificar de una manera muy importante el proceso de fabricación. - - - - -

20.

La invención tiene por objeto un procedimiento que per-

29 DIO



321567

mite eliminar de los hidratos de níquel la mayor parte de los productos residuales a base de cloro u otros elementos aniónicos (sulfato, etc.), en las proporciones indicadas posteriormente. - - - - -

5. Además, la invención tiene por objeto un procedimiento que permite obtener hidratos de níquel que contienen los menores residuos posibles de productos a base de metales alcalinos o alcalinotérreos. - - - - -

10. Otros objetos y ventajas se harán más evidentes con la descripción siguiente. - - - - -

De una manera general, la presente invención se refiere a un procedimiento para la producción de hidrato de níquel, por vía electrolítica, que comprende las etapas siguientes: - - - - -

15. 1ª - Una corrosión anódica de ánodos de mata de níquel por acción electrolítica directa en los compartimientos anódicos de una célula de electrólisis compartimentada que contiene como electrólito una solución acuosa de un cloruro o sulfato, soluble en agua, de un metal alcalino o alcalinotérreo, tal como, particularmente, el sodio, el potasio, el magnesio y el calcio, para formar un anólito rico en cloruro de níquel o sulfato de níquel, en medio ácido de pH desde 2 a 4. - - - - -

25. 2ª - Una difusión del anólito hacia los compartimientos catódicos de la célula de electrólisis a través de las telas

321567 20



que separan los compartimientos anódicos y catódicos. - - -

3º - Una precipitación del níquel en los compartimien-
tos catódicos bajo forma de hidrato de níquel, en medio bá-
sico de pH de 8 a 10. - - - - -

5. 4º - Una extracción continua, fuera de la célula de e-
lectrólisis, de la suspensión de hidrato de níquel en el e-
lectrólito. - - - - -

10. 5º - Una decantación de esta suspensión en decantador
estático que permite concentrar la suspensión desde 4 a 6
g/l de níquel hasta 25 a 30 g/l de níquel. - - - - -

15. 6º - Una serie de filtrados de la suspensión concentra-
da con lavados con agua del hidrato de níquel sobre filtros
y por agitación en repulpado, que comprende tres etapas de
filtrado y de lavado con agua sobre filtro y dos repulpados
intermedios. - - - - -

Este procedimiento se realiza ventajosamente de forma
continua. - - - - -

20. Los ánodos de mata de níquel comprenden principalmente
níquel y azufre, de 76% a 83% en peso de níquel y de 23% a
16% en peso de azufre. Los contenidos de elementos distin-
tos que el níquel y que el azufre están comprendidos entre
los límites siguientes, en peso:

- Co: 0,30% a 0,40%
- Fe: 0,04% a 0,08%
- 25. Cu: 0,050% a 0,065%

321567 29 D



Al₂O₃: 0,01% a 0,02%

SiO₂: 0,020% a 0,025%

MgO: trazas

Diversos: según el origen de la mata

5. Insolubles: 0,004% aproximadamente.

La corrosión de la parte inmersa de los ánodos es regular y uniforme. La disolución se para cuando se eleva la tensión. Queda entonces un deshecho de ánodo (mata no disuelta) y una esponja de azufre. Esta última contiene de 2 a 3% del níquel total empleado. Estos dos deshechos pueden tratarse para formar, por una parte, nuevos ánodos por fusión y, por otra parte, eventualmente, recuperar el azufre y el níquel por separado. - - - - -

15. Un proceso completo de fabricación continua del hidrato de níquel según la invención se describe, a continuación, simplemente a título de ejemplo, a partir de un electrólito de sulfato de sodio. - - - - -

20. Los ánodos de mata de níquel son corroídos anódicamente en compartimientos anódicos llenos de un electrólito de sulfato de sodio SO₄Na₂ a la concentración de 100 a 150 g/l de SO₄Na₂. Este electrólito se carga de Ni de modo que forme una mezcla de sulfato de níquel y de sulfato de sodio. La concentración de níquel, mantenida por circulación continua, es de 4 a 8 g/l de níquel. El pH de los compartimientos anódicos se mantiene entre 2 y 4. - - - - -

25. La disolución electrolítica se efectúa entre 100 y 150 A/m², de densidad de corriente anódica compatible con un rendimiento anódico aceptable y con la ausencia de desprendi-

321567

29



miento de oxígeno. Se mantiene una diferencia de nivel de 4 a 6 cm. entre los compartimientos anódicos y catódicos, por medio de una compartimentación y de telas de separación, de forma que se permita un flujo continuo del anólito hacia

5. los compartimientos catódicos. - - - - -

El compartimiento catódico está mantenido a un pH de 8 a 10 y el sulfato de níquel se precipita en él bajo forma de hidrato de níquel en estos límites de pH. - - - - -

Los cátodos están constituidos por una plancha de acero inoxidable o de níquel y en ellos tiene lugar un desprendimiento de hidrógeno. - - - - -

10.

El baño se mantiene a temperatura entre 45°C y 55°C, y el compartimiento catódico se agita por medio de aire comprimido para mantener el hidrato en suspensión y realizar un barrido de los cátodos que evite cualquier depósito parasitario. - - - - -

15.

La suspensión de hidrato sale de forma continua de las cubas de electrólisis y se decanta en un decantador estático de forma que la concentración de níquel se lleve hasta entre 25 y 30 g/l. - - - - -

20.

Esta suspensión se filtra entonces en filtro rotativo de tambor, y se lava sobre filtro. Para obtener un hidrato liberado al máximo de sodio procedente del electrólito, se realizan tres filtrados seguidos por un lavado y de dos repulpados intermedios en agua con 8 a 10 volúmenes de agua por 1 volumen de hidrato. Los repulpados deben efectuarse en un tiempo mínimo del orden de una media hora a una hora

25.

321567

29 DIC.



para permitir un lavado eficaz del hidrato, y, como los filtrados, deben ejecutarse en medio tibio. - - - - -

Una temperatura de 45 a 55°C es perfectamente apropiada para estas operaciones. - - - - -

5. El análisis del hidrato fabricado según este procedimiento, con un electrólito de SO_4Na_2 y a partir de ánodos de mata que tienen la composición indicada anteriormente, se establece entre los límites siguientes, en peso: - - - - -

	Ni	:	58%
10.	Co	:	0,15 a 0,20%
	Fe	:	0,030 a 0,050%
	Cu	:	0,015 a 0,025%
	Cr	:	nada
	Pb	:	<0,002%
15.	Zn	:	<0,003%
	Na	:	<0,05%
	S		
	(sulfura)	:	<0,002%
	Cl	:	<0,003%

20. La presente invención se ha descrito particularmente con referencia a la electrólisis de ánodos de mata en un electrólito de sulfato de sodio, pero se aplica a toda electrólisis de ánodos de mata en cualquier tipo de electrólito a base de sales alcalinas o alcalinotérreas que proporcionen un medio básico catódico de pH comprendido entre 8 y 10.-

25. Aunque la presente invención se haya descrito precisando las condiciones favorables u óptimas, debe comprenderse

321567

29 DIC.



que pueden estudiarse variaciones o modificaciones sin salir por ello del marco de la invención. Debe considerarse que tales modificaciones o variaciones forman parte de la presente invención. - - - - -

N O T A

5.

Se declaran de novedad y propiedad para España, sus territorios y plazas de soberanía, las siguientes: - - - - -

R E I V I N D I C A C I O N E S

- 1.- Procedimiento de fabricación de hidrato de níquel
- 10. puro, caracterizado porque comprende las etapas de: una corrosión anódica de ánodos de mata de níquel que tienen, en peso, un contenido de níquel de 76% a 83%, de azufre de 23% a 16%, de cobalto de 0,30% a 0,40%, de hierro de 0,04% a 0,08%, de cobre de 0,050% a 0,065%, por acción electrolítica
- 15. directa en los compartimientos anódicos de una célula de electrólisis compartimentada que contiene como electrólito una solución acuosa de un cloruro o sulfato, soluble en agua, de un metal alcalino o alcalinotérreo, tal como, particularmente el sodio, el potasio, el magnesio y el calcio, para
- 20. formar un anólito rico en cloruro de níquel o en sulfato de níquel, en medio ácido de pH de 2 a 4; una difusión del anólito hacia los compartimientos catódicos de la célula de electrólisis a través de las telas que separan los compartimientos anódicos y catódicos; una precipitación del níquel
- 25. en los compartimientos catódicos bajo forma de hidrato de níquel, en medio básico de pH de 8 a 10; una extracción conti-

321567



- nua, fuera de la célula de electrólisis de la suspensión de hidrato de níquel en el electrólito; una decantación de esta suspensión en decantador estático que permite concentrar la suspensión desde 4 a 6 gramos de níquel por litro hasta
5. 25 a 30 gramos de níquel por litro; y una serie de filtrados de la suspensión concentrada con lavados con agua del hidrato de níquel sobre filtros y por agitación en repulpado, que comprende tres etapas de filtrado, y de lavado con agua sobre filtro y dos repulpados intermedios. - - - - -
10. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho anólito es una solución acuosa de sulfato de sodio que contienen de 100 a 150 gramos de SO_4Na_2 por litro y que está cargada con 4 a 8 gramos de níquel por litro, conteniendo, el hidrato de níquel obtenido, en peso, 58% de
15. níquel, menos de 0,05% de sodio y menos de 0,002% de azufre.-
- 3.- Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque se realiza de forma continua. - - - - -
- 4.- "PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE HIDRATO DE NIQUEL PURO". - - - - -
20. Todo ello conforme se describe y reivindica en la presente memoria que consta de nueve hojas, foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras.

BARCELONA, 29 DIC. 1965
P. A. M. CURELL SUÑOL

Carbonell

Por Poder
Firmado: J. Carbonell