

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 957 083**

21 Número de solicitud: 202390159

51 Int. Cl.:

**C01G 53/10** (2006.01)

**H01M 4/58** (2010.01)

12

## SOLICITUD DE PATENTE

A2

22 Fecha de presentación:

**31.05.2022**

30 Prioridad:

**29.07.2021 CN 202110866663**

43 Fecha de publicación de la solicitud:

**09.01.2024**

71 Solicitantes:

**GUANGDONG BRUNP RECYCLING  
TECHNOLOGY CO., LTD. (60.0%)**

**No. 6 Zhixin Avenue, Leping Town, Sanshui  
District**

**528137 Foshan Guangdong CN;**

**HUNAN BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO.,  
LTD. (35.0%) y**

**HUNAN BRUNP EV RECYCLING CO., LTD. (5.0%)**

72 Inventor/es:

**YU, Haijun;**

**ZHONG, Yingsheng;**

**XIE, Yinghao;**

**LI, Aixia;**

**ZHANG, Xuemei y**

**LI, Changdong**

74 Agente/Representante:

**ARIAS SANZ, Juan**

54 Título: **Método para preparar directamente sulfato de níquel a partir de mata de bajo contenido en níquel, sulfato de níquel y aplicación del mismo**

57 Resumen:

Método para preparar directamente sulfato de níquel a partir de mata con bajo contenido de níquel, sulfato de níquel y aplicación del mismo.

La presente invención pertenece al campo técnico de la hidrometalurgia; se dan a conocer un método para preparar directamente sulfato de níquel a partir de mata con bajo contenido de níquel, un sulfato de níquel y una aplicación del mismo, comprendiendo el método las siguientes etapas: a) pretratar una mata con bajo contenido de níquel para obtener polvo de ferroníquel; b) mezclar el polvo de ferroníquel con una disolución de ácido sulfúrico, agitar, disolver, y luego evaporar, para obtener una disolución de sulfato supersaturada; c) enfriar la disolución de sulfato supersaturada hasta  $-5^{\circ}\text{C}$  -  $0^{\circ}\text{C}$ , y realizar filtración con succión para obtener un sólido insoluble; d) lavar el sólido insoluble con agua, y retirar impurezas del filtrado para obtener un precipitado de hidróxido de níquel; retirada de impurezas que comprende retirar sucesivamente hierro, y retirar calcio y magnesio; e) lavar el precipitado de hidróxido de níquel con agua, disolver con ácido y evaporar para obtener sulfato de níquel. La presente invención permite preparar directamente sulfato de níquel, evitando de ese modo el desperdicio de níquel, y simultáneamente permite obtener sulfato de níquel de mayor pureza, y aumentar la cantidad de níquel recuperado, siendo la pureza del sulfato de níquel del 18,10% - 19,24% de níquel, y siendo la tasa de recuperación del 94,8% - 97,1%.

ES 2 957 083 A2

## DESCRIPCIÓN

Método para preparar directamente sulfato de níquel a partir de mata de bajo contenido en níquel, sulfato de níquel y aplicación del mismo

5

### Campo

La presente divulgación se refiere al campo técnico de la hidrometalurgia, específicamente a un método para preparar directamente sulfato de níquel usando mata de bajo contenido de níquel, sulfato de níquel y al uso del mismo.

10

### Antecedentes

Como metal clave en la producción de materiales de electrodo positivo de baterías de litio, el níquel tiene una importancia estratégica importante para promover el desarrollo saludable y sostenible de la nueva industria de la tecnología de automoción de energía. En la actualidad, el níquel procede principalmente de la mena de sulfuro de níquel y la mena de níquel de laterita, y el níquel en la mena de níquel de laterita representa más del 60% del níquel total conocido en el mundo. Debido a la disminución continua en la producción de mena de sulfuro de níquel y la creciente demanda de níquel en la producción industrial, la mena de níquel de laterita se convertirá gradualmente en la fuente principal de níquel.

Hoy en día, el grado promedio de níquel de la mena de níquel de laterita basado en tierra probado es de aproximadamente el 1,3 %, y la mena tiene las características de bajo contenido de níquel, alto contenido de silicio, alta razón hierro-níquel y alta razón magnesio-níquel. La técnica que combina pirometalurgia con hidrometalurgia para extraer níquel de la mena de níquel de laterita es el principal método para recuperar níquel, y tiene una alta tasa de recuperación de níquel, hierro y magnesio. En primer lugar, la mena de níquel de laterita se reduce y se funde a alta temperatura, en la que el óxido de hierro y níquel se reduce a un estado metálico, obteniendo así mata de níquel con bajo contenido de níquel (mata con bajo contenido de níquel), y el porcentaje en masa de níquel en la mata con bajo contenido de níquel es del 5-20 %. Se funde la mata con bajo contenido de níquel para obtener mata de níquel con alto contenido de níquel (mata con alto contenido de níquel) a través de técnicas de fortalecimiento, y el porcentaje en masa de níquel en la mata con alto contenido de níquel es del 45-70 %. La mata con alto contenido de níquel a menudo se somete a lixiviación mediante un método tal como lixiviación con ácido presurizado, lixiviación con ácido atmosférico o lixiviación combinada a alta presión-atmosférica. La sal de níquel, sal de hierro

y sal de calcio lixiviadas se separan y se extraen mediante intercambio iónico o extracción con disolvente. Además, antes de la separación de la sal de níquel, sal de hierro y sal de calcio, es necesario neutralizar el ácido restante. Sin embargo, las etapas anteriores tienen las siguientes deficiencias: 1. El proceso es complicado, y es necesario convertir la mata con bajo contenido de níquel en mata con alto contenido de níquel. En el proceso de fundición de mata con bajo contenido de níquel para obtener mata con alto contenido de níquel, la escoria descargada contiene níquel y hierro, dando como resultado un desperdicio de parte del níquel en la mata con bajo contenido de níquel; 2. Tras la lixiviación de la mata con alto contenido de níquel, parte del níquel y el hierro se oxidan y están contenidos en la escoria de alto contenido de silicio, provocando también pérdida; 3. La separación y extracción no pueden extraer eficazmente metales de ácidos de alta concentración, y en el proceso de neutralización de ácidos, se necesita una cantidad considerable de agentes, y se produce una gran cantidad de sales inorgánicas nocivas que es necesario procesar.

## Sumario

La presente divulgación tiene como objetivo resolver al menos uno de los problemas técnicos existentes en la técnica mencionada anteriormente. Por este motivo, la presente divulgación propone un método para preparar directamente sulfato de níquel usando mata con bajo contenido de níquel. El proceso es simple, y omite el procedimiento de obtención de mata con alto contenido de níquel a partir de mata con bajo contenido de níquel a través de fundición, etc., lo que ahorra muchos costes, y mientras tanto evita el desperdicio de níquel durante este procedimiento, obteniendo sulfato de níquel con alta pureza y aumentando la cantidad de recuperación de níquel.

Un primer aspecto de la presente divulgación proporciona un método para preparar directamente sulfato de níquel usando mata con bajo contenido de níquel, que comprende las siguientes etapas:

- a) pretratar mata con bajo contenido de níquel para obtener polvo de ferroníquel;
- b) mezclar el polvo de ferroníquel con una disolución de ácido sulfúrico, agitar para disolver y luego evaporarla para obtener una disolución de sulfato supersaturada;
- c) enfriar la disolución de sulfato supersaturada hasta de -5 a 0 °C y filtrarla con succión para obtener un sólido insoluble;

d) disolver el sólido insoluble, y retirar impurezas del filtrado para obtener precipitación de hidróxido de níquel; la retirada de impurezas incluye retirar sucesivamente hierro, retirar calcio y magnesio;

5

e) lavar con agua, disolver con ácido y evaporar el precipitado de hidróxido de níquel para obtener sulfato de níquel.

El solicitante de la presente divulgación encontró en la investigación que, después de enfriar la disolución de sulfato supersaturada hasta de -5 a 0 °C, puede comprender aproximadamente tres formas de sustancias, es decir, la disolución de ácido sulfúrico que se ha enfriado en hielo, ácido sulfúrico y parte de la disolución de sulfato que mantiene una forma líquida, y sólidos insolubles (la mayoría de los cristales formados por la disolución de sulfato e impurezas insolubles). Mediante enfriamiento, la disolución de ácido sulfúrico y el agua se enfriarán en hielo, pero la presencia de una cantidad relativamente grande de sulfatos alterará la estructura reticular del agua en la disolución de sulfato, haciendo que no pueda alcanzar un nivel de energía más bajo, y drenará el exceso de sulfatos en la disolución de sulfato no congelado para formar una disolución rica en sulfato. El motivo es: cuando no hay agitación externa y la velocidad de crecimiento cristalino es baja, el flujo en la fase líquida es muy débil. Por lo tanto, puede considerarse que el proceso de transferencia de masa está completamente controlado por difusión. Cuando la disolución comienza a solidificarse a una temperatura determinada, la disolución acuosa tratará de condensarse en forma de agua pura, y el exceso de soluto se difunde en la disolución por encima de la interfaz sólido-líquido formando una capa rica en sulfato. Al enfriarse, pueden incorporarse más cristales de sulfato polimórficos en sólidos insolubles: debido a que el enfriamiento y la cristalización se producen en un entorno ácido, no hay necesidad de diluir con agua y disolver el sulfato para la extracción. Como resultado, en un entorno ácido, se logra el propósito de concentrar la disolución de sulfato, y se mejora la cristalización continua del sulfato en el ácido, lo que puede aumentar la recuperación de níquel y reducir los desechos. Posteriormente, el sólido insoluble se separa de la disolución de ácido por filtración con succión.

Preferiblemente, en la etapa a), la mata con bajo contenido de níquel es una mata con bajo contenido de níquel obtenida por reducción y fundición de mena de níquel de laterita; el pretratamiento incluye: moler la mata con bajo contenido de níquel con un molino de bolas para obtener polvo de ferroníquel con un tamaño de partícula > 200 de malla (200 mesh), y luego colocarlo en un horno de calentamiento para secar a una temperatura alta de 300-650

°C durante 1-2 h. Durante el proceso de secado, el polvo de ferroníquel se mantiene en contacto con aire y se oxida a alta temperatura para obtener un polvo de ferroníquel seco con un tamaño de partícula > 200 de malla.

- 5 Preferiblemente, la etapa b) comprende: añadir el polvo de ferroníquel a un recipiente abierto por arriba, y luego añadir la disolución de ácido sulfúrico para mezclar, agitar para disolver y luego evaporarla para obtener una disolución de sulfato supersaturada; una razón sólido-líquido (p/v) del polvo de ferroníquel con respecto a la disolución de ácido sulfúrico es 1:(3-10), una concentración molar de la disolución de ácido sulfúrico es de 0,01-0,08 mol/l, una
- 10 temperatura de la disolución es de 35-65 °C, una temperatura de la evaporación es de 100-120 °C, un tiempo de agitación es de 20-60 min; la disolución de sulfato supersaturada comprende una disolución de sulfato de níquel supersaturada, disolución de sulfato de hierro supersaturada y disolución de sulfato de magnesio supersaturada.
- 15 El enfriamiento de la disolución de sulfato supersaturada hasta de -5 a 0 °C tiene un impacto sobre el aumento de la recuperación de níquel. Además de esto, el solicitante de la presente divulgación también encontró que el níquel puede lixivarse selectivamente usando una baja concentración molar de disolución de ácido sulfúrico y condiciones de baja temperatura. Según los datos medidos, más del 96,4 % del níquel en el polvo de ferroníquel se disuelve en
- 20 una baja concentración molar de disolución de ácido sulfúrico, y la cantidad de níquel en la mata con bajo contenido de níquel que queda en el residuo insoluble simplemente representa menos del 4 % del níquel en la mata con bajo contenido de níquel. Los metales en el residuo insoluble son principalmente hierro y magnesio. Por lo tanto, se realiza la lixiviación de níquel usando una baja cantidad de ácido sulfúrico. Mientras tanto, la cantidad de lixiviación de
- 25 metales de impurezas tales como hierro, calcio y magnesio también se reducirá, dando como resultado una disminución en la cantidad de reactivos usados en la retirada posterior de impurezas, lo que resuelve el problema del alto consumo de reactivos en el proceso de recuperación de níquel, y reduce el coste del reciclaje de níquel.
- 30 Preferiblemente, la etapa c) comprende: después de que la temperatura de la disolución de sulfato supersaturada en el recipiente abierto por arriba caiga hasta 20-25 °C, enfriar la disolución de sulfato supersaturada en el recipiente abierto por arriba hasta de -5 a 0 °C, a continuación, retirar una capa de hielo en la capa superior, y separar por filtración la disolución no congelada en la capa intermedia con succión para obtener un sólido insoluble en la capa
- 35 inferior; la capa de hielo incluye ácido sulfúrico, y se forma principalmente por congelación de la disolución de ácido sulfúrico; la disolución no congelada en la capa intermedia está

compuesta principalmente por ácido sulfúrico y parte de sulfato; el sólido insoluble incluye cristales de sulfato y algunas impurezas insolubles. La capa de hielo y la disolución filtrada con succión pueden reutilizarse en la etapa b), ahorrando costes.

- 5 La presente divulgación adopta un recipiente abierto por arriba, debido a que el fondo y los lados del recipiente abierto tienen un cierto efecto de conservación del calor durante la congelación del sistema de disolución en hielo. Cuando la temperatura se reduce hasta de -5 a 0 °C, la disolución en la dirección abierta puede sobreenfriarse preferentemente hasta el punto de congelación y nuclearse y congelarse. Por lo tanto, la disolución superior en el  
10 recipiente se congelará preferentemente, y el fondo y los lados del recipiente abierto no están congelados.

Preferiblemente, la etapa d) comprende:

- 15 d1) lavar el sólido insoluble con agua para retirar el residuo insoluble para obtener un filtrado; la razón sólido-líquido (p/v) del sólido insoluble con respecto al agua es de 1:(4-8), una temperatura de lavado es de 60-95 °C; mezclar el filtrado con una disolución alcalina diluida para realizar la reacción, y luego realizar la separación sólido-líquido para obtener una disolución con hierro retirado;

- 20 d2) mezclar la disolución con hierro retirado con una solución alcalina diluida y sal de fluoruro para realizar la reacción, y luego realizar la separación sólido-líquido para obtener una disolución con calcio y magnesio retirados;

- 25 d3) mezclar la disolución con calcio y magnesio retirados con una disolución alcalina diluida para realizar la reacción, y luego realizar la separación sólido-líquido para obtener el precipitado de hidróxido de níquel.

- Preferiblemente, en la etapa d1), la disolución alcalina diluida se selecciona de una disolución  
30 de hidróxido de sodio, disolución de hidróxido de potasio, disolución de hidróxido de litio y disolución de hidróxido de bario, preferiblemente disolución de hidróxido de sodio. Una concentración molar de la disolución alcalina diluida es de 0,01-0,2 mol/l; un pH de la disolución de reacción mezclada es de 2,0-3,5; un potencial del filtrado se controla a 0,25-0,4 V; una temperatura de la reacción es de 60-95 °C.

- 35 Preferiblemente, la etapa d1) comprende además envejecer durante 3-15 h después del

mezclado y la reacción.

Preferiblemente, en la etapa d2), la disolución alcalina diluida se selecciona de disolución de hidróxido de sodio, disolución de hidróxido de potasio, disolución de hidróxido de litio y disolución de hidróxido de bario, preferiblemente disolución de hidróxido de sodio. Una concentración molar de la disolución alcalina diluida es de 0,01-0,2 mol/l; la sal de fluoruro se selecciona de fluoruro de sodio y fluoruro de potasio; un pH de la disolución de reacción mezclada es de 4,8-5,5; una razón de concentración molar de la suma de iones de magnesio e iones de calcio con respecto a los iones de fluoruro en la disolución de reacción mezclada es de 1:1,5-5; una temperatura de la reacción es de 60-95 °C.

Preferiblemente, la etapa d2) comprende además envejecer durante 3-15 h después del mezclado y la reacción.

Preferiblemente, en la etapa d3), la disolución alcalina diluida se selecciona de disolución de hidróxido de sodio, disolución de hidróxido de potasio, disolución de hidróxido de litio y disolución de hidróxido de bario, preferiblemente disolución de hidróxido de sodio. Una concentración molar de la disolución alcalina diluida es de 0,01-0,2 mol/l; un pH de la disolución de reacción mezclada es de 7,0-8,5.

Preferiblemente, la etapa e) comprende: añadir agua con una temperatura de 60-95 °C al precipitado de hidróxido de níquel para lavar las impurezas, disolver el hidróxido de níquel filtrado añadiendo una disolución diluida de ácido sulfúrico 0,01-0,1 mol/l para obtener una disolución de sulfato de níquel, y después evaporar la disolución de sulfato de níquel para obtener sulfato de níquel.

El segundo aspecto de la presente divulgación proporciona un sulfato de níquel preparado mediante el método para preparar directamente sulfato de níquel usando mata con bajo contenido de níquel como se describe en la presente divulgación.

El tercer aspecto de la presente divulgación proporciona el uso del sulfato de níquel en baterías, preferiblemente en baterías de litio.

En comparación con la técnica anterior, los efectos beneficiosos de la presente divulgación son los siguientes:

El método para preparar directamente sulfato de níquel usando mata con bajo contenido de níquel de la presente divulgación tiene un proceso simple, y omite el procedimiento de obtención de mata con alto contenido de níquel a partir de mata con bajo contenido de níquel a través de fundición, etc., lo que ahorra muchos costes, y evita el desperdicio de níquel durante este procedimiento, mientras tanto, obteniendo sulfato de níquel con alta pureza y aumentando la cantidad de recuperación de níquel. La pureza del sulfato de níquel es del 18,10-19,24 % calculado como níquel, y la tasa de recuperación es del 94,8-97,1 %.

### Breve descripción de los dibujos

La figura 1 es un diagrama de flujo esquemático del método para preparar directamente sulfato de níquel usando mata con bajo contenido de níquel en el ejemplo 1 de la presente divulgación.

La figura 2 es una imagen de SEM de mata con bajo contenido de níquel en el ejemplo 1 de la presente divulgación.

### Descripción detallada

Con el fin de hacer que las soluciones técnicas de la presente divulgación se entiendan más claramente por los expertos en la técnica, se enumeran los siguientes ejemplos para su descripción. Debe señalarse que los siguientes ejemplos no limitan el alcance de protección reivindicado en la presente divulgación.

A menos que se especifique lo contrario, los componentes, reactivos o dispositivos usados en los siguientes ejemplos pueden obtenerse de canales comerciales convencionales, o pueden obtenerse mediante métodos conocidos existentes.

#### Ejemplo 1

Podría hacerse referencia a la figura 1 para el flujo del proceso. La figura 1 es un diagrama esquemático de flujo del proceso del método para preparar directamente sulfato de níquel usando mata con bajo contenido de níquel en este ejemplo.

Se proporciona un método para preparar directamente sulfato de níquel usando mata con bajo contenido de níquel, que comprende las siguientes etapas:



a) La mata con bajo contenido de níquel obtenida de la reducción y fundición de mena de níquel de laterita se molió con un molino de bolas para obtener polvo de ferroníquel con un tamaño de partícula  $>200$  de malla, que después se puso en un horno de calentamiento y se secó a una temperatura alta de  $450\text{ }^{\circ}\text{C}$  durante 1,5 h. Durante el proceso de secado, el polvo de ferroníquel se mantuvo en contacto con aire y se oxidó a alta temperatura para obtener 3,5 kg de polvo de ferroníquel seco. Podría hacerse referencia a la figura 2. La figura 2 es una imagen de SEM (microscopio electrónico de barrido) de mata con bajo contenido de níquel, y puede observarse en la figura que la mata con bajo contenido de níquel son gránulos pulverizados, parcialmente en columna.

b) El polvo de ferroníquel se añadió a un recipiente abierto por arriba, y se añadió una disolución de ácido sulfúrico con una concentración molar de  $0,01\text{ mol/l}$  para mezclar según la razón sólido-líquido (p/v) de 1:6. La mezcla se agitó a  $35\text{ }^{\circ}\text{C}$  durante 40 min, y luego se evaporó a  $107\text{ }^{\circ}\text{C}$  después de la disolución para obtener una disolución de sulfato supersaturada que incluye disolución de sulfato de níquel supersaturada, disolución de sulfato de hierro supersaturada y disolución de sulfato de magnesio supersaturada;

c) Después de que la temperatura de la disolución de sulfato supersaturada en el recipiente abierto por arriba caiga hasta  $22\text{ }^{\circ}\text{C}$ , la disolución de sulfato supersaturada en el recipiente abierto por arriba se enfrió hasta  $-3\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Después de eso, se retiró una capa de hielo en la capa superior y la disolución no congelada se separó por filtración para obtener un sólido insoluble; la capa de hielo incluía ácido sulfúrico, y el sólido insoluble incluía cristales de sulfato;

d) Según la razón sólido-líquido (p/v) de 1:5,5, el sólido insoluble se lavó con agua a una temperatura de  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$  para retirar el residuo insoluble para obtener un filtrado. Se añadió una disolución de hidróxido de sodio  $0,1\text{ mol/l}$  al filtrado hasta que el pH fue de 2,7, y el potencial se controló a  $0,36\text{ V}$ . La reacción de precipitación se llevó a cabo a una temperatura de  $84\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Después de 8 h de envejecimiento, se retiraron los materiales precipitados (hidróxido de hierro, y se recicló el hierro) para obtener una disolución con hierro retirado;

Se añadieron una disolución de hidróxido de sodio  $0,1\text{ mol/l}$  y fluoruro de sodio a la disolución con hierro retirado hasta que el pH fue de 5,4, y la razón de concentración molar de la suma de iones de magnesio e iones de calcio con respecto a iones de fluoruro en la disolución mezclada fue de 1:2. La reacción de precipitación se llevó a cabo a una temperatura de  $65\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Después de 8 h de envejecimiento, se retiraron los materiales de precipitación (fluoruro

de calcio y fluoruro de magnesio, y se reciclaron magnesio y calcio) para obtener una disolución con calcio y magnesio retirados;

Se añadió una disolución de hidróxido de sodio 0,1 mol/l a la disolución con calcio y magnesio retirados hasta que el pH fue de 8,4, y la disolución se separó por filtración con succión para obtener un precipitado de hidróxido de níquel.

e) Según la razón sólido-líquido (p/v) de 1:1,5, se añadió agua con una temperatura de 85 °C a la precipitación de hidróxido de níquel, que después se lavó con agua para retirar las impurezas. Se añadió una disolución de ácido sulfúrico diluido 0,01 mol/l al precipitado de hidróxido de níquel filtrado para disolución para obtener una disolución de sulfato de níquel, que después se evaporó para obtener sulfato de níquel.

## Ejemplo 2

Se proporciona un método para preparar directamente sulfato de níquel usando mata con bajo contenido de níquel, que comprende las siguientes etapas:

a) La mata con bajo contenido de níquel obtenida de la reducción y fundición de mena de níquel de laterita se molió con un molino de bolas para obtener polvo de ferroníquel con un tamaño de partícula >200 de malla, que después se puso en un horno de calentamiento y se secó a una temperatura alta de 450 °C durante 1,25 h. Durante el proceso de secado, el polvo de ferroníquel se mantuvo en contacto con aire y se oxidó a una temperatura alta para obtener 4,6 kg de polvo de ferroníquel seco;

b) El polvo de ferroníquel se añadió a un recipiente abierto por arriba, y se añadió una disolución de ácido sulfúrico con una concentración molar de 0,04 mol/l para mezclar según la razón sólido-líquido (p/v) de 1:4,5. La mezcla se agitó a 46 °C durante 20 min, y luego se evaporó a 105 °C después de la disolución para obtener una disolución de sulfato supersaturada que incluye disolución de sulfato de níquel supersaturada, disolución de sulfato de hierro supersaturada y disolución de sulfato de magnesio supersaturada;

c) Después de que la temperatura de la disolución de sulfato supersaturada en el recipiente abierto por arriba caiga hasta 20 °C, la disolución de sulfato supersaturada en el recipiente abierto por arriba se enfrió hasta -5 °C. Después de eso, se retiró una capa de hielo en la capa superior y la disolución no congelada se separó por filtración para obtener un sólido insoluble;

la capa de hielo incluía ácido sulfúrico, y el sólido insoluble incluía cristales de sulfato;

d) Según la razón sólido-líquido (p/v) de 1:6, el sólido insoluble se lavó con agua a una temperatura de 65 °C para retirar el residuo insoluble para obtener un filtrado. Se añadió una  
5 disolución de hidróxido de sodio 0,01 mol/l al filtrado hasta que el pH fue de 3,1, y el potencial se controló a 0,28 V. La reacción de precipitación se llevó a cabo a una temperatura de 80 °C. Después de 3 h de envejecimiento, se retiraron los materiales precipitados (hidróxido de hierro, y se recicló hierro) para obtener una disolución con hierro retirado;

10 Se añadieron una disolución de hidróxido de sodio 0,01 mol/l y fluoruro de sodio a la disolución con hierro retirado hasta que el pH fue de 4,9, y la razón de concentración molar de la suma de iones de magnesio e iones de calcio con respecto a iones de fluoruro en la disolución mezclada fue de 1:2,5. La reacción de precipitación se llevó a cabo a una temperatura de 60 °C. Después de 3 h de envejecimiento, se retiraron los materiales de precipitación (fluoruro  
15 de calcio y fluoruro de magnesio, y se reciclaron magnesio y calcio) para obtener una disolución con calcio y magnesio retirados;

Se añadió una disolución de hidróxido de sodio 0,01 mol/l a la disolución con calcio y magnesio retirados hasta que el pH fue de 7,7, y la disolución se separó por filtración con succión para  
20 obtener un precipitado de hidróxido de níquel.

e) Según la razón sólido-líquido (p/v) de 1:1,5, se añadió agua con una temperatura de 80 °C a la precipitación de hidróxido de níquel, que después se lavó con agua para retirar las impurezas. Se añadió una disolución de ácido sulfúrico diluido 0,04 mol/l al precipitado de  
25 hidróxido de níquel filtrado para disolución para obtener una disolución de sulfato de níquel, que después se evaporó para obtener sulfato de níquel.

### Ejemplo 3

30 Se proporciona un método para preparar directamente sulfato de níquel usando mata con bajo contenido de níquel, que comprende las siguientes etapas:

a) La mata con bajo contenido de níquel obtenida de la reducción y fundición de mena de níquel de laterita se molió con un molino de bolas para obtener polvo de ferroníquel con un  
35 tamaño de partícula >200 de malla, que después se puso en un horno de calentamiento y se secó a una temperatura alta de 450 °C durante 1,5 h. Durante el proceso de secado, el polvo

de ferroníquel se mantuvo en contacto con aire y se oxidó a una temperatura alta para obtener 5,5 kg de polvo de ferroníquel seco;

b) El polvo de ferroníquel se añadió a un recipiente abierto por arriba, y se añadió una disolución de ácido sulfúrico con una concentración molar de 0,05 mol/l para mezclar según la razón sólido-líquido (p/v) de 1:8. La mezcla se agitó a 43 °C durante 60 min, y luego se evaporó a 120 °C después de la disolución para obtener una disolución de sulfato supersaturada que incluye disolución de sulfato de níquel supersaturada, disolución de sulfato de hierro supersaturada y disolución de sulfato de magnesio supersaturada;

c) Después de que la temperatura de la disolución de sulfato supersaturada en el recipiente abierto por arriba caiga hasta 25 °C, la disolución de sulfato supersaturada en el recipiente abierto por arriba se enfrió hasta -1 °C. Después de eso, se retiró una capa de hielo en la capa superior y la disolución no congelada se separó por filtración para obtener un sólido insoluble; la capa de hielo incluía ácido sulfúrico, y el sólido insoluble incluía cristales de sulfato;

d) Según la razón sólido-líquido (p/v) de 1:5,5, el sólido insoluble se lavó con agua a una temperatura de 95 °C para retirar el residuo insoluble para obtener un filtrado. Se añadió una disolución de hidróxido de sodio 0,2 mol/l al filtrado hasta que el pH fue de 3,4, y el potencial se controló a 0,39 V. La reacción de precipitación se llevó a cabo a una temperatura de 84 °C. Después de 12 h de envejecimiento, se retiraron los materiales precipitados (hidróxido de hierro, y se recicló hierro) para obtener una disolución con hierro retirado;

Se añadieron una disolución de hidróxido de sodio 0,2 mol/l y fluoruro de sodio a la disolución con hierro retirado hasta que el pH fue de 5,5, y la razón de concentración molar de la suma de iones de magnesio e iones de calcio con respecto a iones de fluoruro en la disolución mezclada fue de 1:1,8. La reacción de precipitación se llevó a cabo a una temperatura de 95 °C. Después de 12 h de envejecimiento, se retiraron los materiales de precipitación (fluoruro de calcio y fluoruro de magnesio, y se reciclaron magnesio y calcio) para obtener una disolución con calcio y magnesio retirados;

Se añadió una disolución de hidróxido de sodio 0,2 mol/l a la disolución con calcio y magnesio retirados hasta que el pH fue de 8,5, y la disolución se separó por filtración con succión para obtener un precipitado de hidróxido de níquel.

e) Según la razón sólido-líquido (p/v) de 1:1,2, se añadió agua con una temperatura de 78 °C

a la precipitación de hidróxido de níquel, que después se lavó con agua para retirar las impurezas. Se añadió una disolución de ácido sulfúrico diluido 0,05 mol/l al precipitado de hidróxido de níquel filtrado para disolución para obtener una disolución de sulfato de níquel, que después se evaporó para obtener sulfato de níquel.

5

Ejemplo 4 (que es diferente del ejemplo 1 en que la concentración molar de la disolución de ácido sulfúrico en la etapa b) fue mayor)

Se proporciona un método para preparar directamente sulfato de níquel usando mata con bajo contenido de níquel, que comprende las siguientes etapas:

10

a) La mata con bajo contenido de níquel obtenida de la reducción y fundición de mena de níquel de laterita se molió con un molino de bolas para obtener polvo de ferroníquel con un tamaño de partícula  $>200$  de malla, que después se puso en un horno de calentamiento y se secó a una temperatura alta de  $450\text{ }^{\circ}\text{C}$  durante 1,5 h. Durante el proceso de secado, el polvo de ferroníquel se mantuvo en contacto con aire y se oxidó a una temperatura alta para obtener 3,5 kg de polvo de ferroníquel seco;

15

b) El polvo de ferroníquel se añadió a un recipiente abierto por arriba, y se añadió una disolución de ácido sulfúrico con una concentración molar de 0,1 mol/l para mezclar según la razón sólido-líquido (p/v) de 1:6. La mezcla se agitó a  $35\text{ }^{\circ}\text{C}$  durante 40 min, y luego se evaporó a  $107\text{ }^{\circ}\text{C}$  después de la disolución para obtener una disolución de sulfato supersaturada que incluye disolución de sulfato de níquel supersaturada, disolución de sulfato de hierro supersaturada y disolución de sulfato de magnesio supersaturada;

25

c) Después de que la temperatura de la disolución de sulfato supersaturada en el recipiente abierto por arriba caiga hasta  $22\text{ }^{\circ}\text{C}$ , la disolución de sulfato supersaturada en el recipiente abierto por arriba se enfrió hasta  $-3\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Después de eso, se retiró una capa de hielo en la capa superior y la disolución no congelada se separó por filtración para obtener un sólido insoluble; la capa de hielo incluía ácido sulfúrico, y el sólido insoluble incluía cristales de sulfato;

30

d) Según la razón sólido-líquido (p/v) de 1:5,5, el sólido insoluble se lavó con agua a una temperatura de  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$  para retirar el residuo insoluble para obtener un filtrado. Se añadió una disolución de hidróxido de sodio 0,1 mol/l al filtrado hasta que el pH fue de 2,7, y el potencial se controló a 0,36 V. La reacción de precipitación se llevó a cabo a una temperatura de  $84\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Después de 8 h de envejecimiento, se retiraron los materiales precipitados (hidróxido de hierro, y se recicló hierro) para obtener una disolución con hierro retirado;

35

Se añadieron una disolución de hidróxido de sodio 0,1 mol/l y fluoruro de sodio a la disolución con hierro retirado hasta que el pH fue de 5,4, y la razón de concentración molar de la suma de iones de magnesio e iones de calcio con respecto a iones de fluoruro en la disolución mezclada fue de 1:2. La reacción de precipitación se llevó a cabo a una temperatura de 65 °C. Después de 8 h de envejecimiento, se retiraron los materiales de precipitación (fluoruro de calcio y fluoruro de magnesio, y se reciclaron magnesio y calcio) para obtener una disolución con calcio y magnesio retirados;

Se añadió una disolución de hidróxido de sodio 0,1 mol/l a la disolución con calcio y magnesio retirados hasta que el pH fue de 8,4, y la disolución se separó por filtración con succión para obtener un precipitado de hidróxido de níquel.

e) Según la razón sólido-líquido (p/v) de 1:1,5, se añadió agua con una temperatura de 85 °C a la precipitación de hidróxido de níquel, que después se lavó con agua para retirar las impurezas. Se añadió una disolución de ácido sulfúrico diluido 0,01 mol/l al precipitado de hidróxido de níquel filtrado para disolución para obtener una disolución de sulfato de níquel, que después se evaporó para obtener sulfato de níquel.

Ejemplo 5 (que es diferente del ejemplo 1 en que la temperatura de la disolución en la etapa b) fue mayor)

Se proporciona un método para preparar directamente sulfato de níquel usando mata con bajo contenido de níquel, que comprende las siguientes etapas:

a) La mata con bajo contenido de níquel obtenida de la reducción y fundición de mena de níquel de laterita se molió con un molino de bolas para obtener polvo de ferroníquel con un tamaño de partícula >200 de malla, que después se puso en un horno de calentamiento y se secó a una temperatura alta de 450 °C durante 1,5 h. Durante el proceso de secado, el polvo de ferroníquel se mantuvo en contacto con aire y se oxidó a una temperatura alta para obtener 3,5 kg de polvo de ferroníquel seco;

b) El polvo de ferroníquel se añadió a un recipiente abierto por arriba, y se añadió una disolución de ácido sulfúrico con una concentración molar de 0,01 mol/l para mezclar según la razón sólido-líquido (p/v) de 1:6. La mezcla se agitó a 35 °C durante 40 min, y luego se evaporó a 107 °C después de la disolución para obtener una disolución de sulfato

supersaturada que incluye disolución de sulfato de níquel supersaturada, disolución de sulfato de hierro supersaturada y disolución de sulfato de magnesio supersaturada;

c) Después de que la temperatura de la disolución de sulfato supersaturada en el recipiente abierto por arriba caiga hasta 22 °C, la disolución de sulfato supersaturada en el recipiente abierto por arriba se enfrió hasta -3 °C. Después de eso, se retiró una capa de hielo en la capa superior y la disolución no congelada se separó por filtración para obtener un sólido insoluble; la capa de hielo incluía ácido sulfúrico, y el sólido insoluble incluía cristales de sulfato;

d) Según la razón sólido-líquido (p/v) de 1:5,5, el sólido insoluble se lavó con agua a una temperatura de 80 °C para retirar el residuo insoluble para obtener un filtrado. Se añadió una disolución de hidróxido de sodio 0,1 mol/l al filtrado hasta que el pH fue de 2,7, y el potencial se controló a 0,36 V. La reacción de precipitación se llevó a cabo a una temperatura de 84 °C. Después de 8 h de envejecimiento, se retiraron los materiales precipitados (hidróxido de hierro, y se recicló hierro) para obtener una disolución con hierro retirado;

Se añadieron una disolución de hidróxido de sodio 0,1 mol/l y fluoruro de sodio a la disolución con hierro retirado hasta que el pH fue de 5,4, y la razón de concentración molar de la suma de iones de magnesio e iones de calcio con respecto a iones de fluoruro en la disolución mezclada fue de 1:2. La reacción de precipitación se llevó a cabo a una temperatura de 65 °C. Después de 8 h de envejecimiento, se retiraron los materiales de precipitación (fluoruro de calcio y fluoruro de magnesio, y se reciclaron magnesio y calcio) para obtener una disolución con calcio y magnesio retirados;

Se añadió una disolución de hidróxido de sodio 0,1 mol/l a la disolución con calcio y magnesio retirados hasta que el pH fue de 8,4, y la disolución se separó por filtración con succión para obtener un precipitado de hidróxido de níquel.

e) Según la razón sólido-líquido (p/v) de 1:1,5, se añadió agua con una temperatura de 85 °C a la precipitación de hidróxido de níquel, que después se lavó con agua para retirar las impurezas. Se añadió una disolución de ácido sulfúrico diluido 0,01 mol/l al precipitado de hidróxido de níquel filtrado para disolución para obtener una disolución de sulfato de níquel, que después se evaporó para obtener sulfato de níquel.

Ejemplo comparativo 1 (que difiere del ejemplo 1 en que la etapa c) no tuvo tratamiento de enfriamiento)

Se proporciona un método para preparar directamente sulfato de níquel usando mata con bajo contenido de níquel, que comprende las siguientes etapas:

- 5 a) La mata con bajo contenido de níquel obtenida de la reducción y fundición de mena de níquel de laterita se molió con un molino de bolas para obtener polvo de ferroníquel con un tamaño de partícula  $>200$  de malla, que después se puso en un horno de calentamiento y se secó a una temperatura alta de  $450\text{ }^{\circ}\text{C}$  durante 1,5 h. Durante el proceso de secado, el polvo de ferroníquel se mantuvo en contacto con aire y se oxidó a una temperatura alta para obtener  
10 3,5 kg de polvo de ferroníquel seco;
- b) El polvo de ferroníquel se añadió a un recipiente abierto por arriba, y se añadió una disolución de ácido sulfúrico con una concentración molar de 0,01 mol/l para mezclar según la razón sólido-líquido (p/v) de 1:6. La mezcla se agitó a  $35\text{ }^{\circ}\text{C}$  durante 40 min, y luego se  
15 evaporó a  $105\text{ }^{\circ}\text{C}$  después de la disolución para obtener una disolución de sulfato supersaturada que incluye disolución de sulfato de níquel supersaturada, disolución de sulfato de hierro supersaturada y disolución de sulfato de magnesio supersaturada;
- c) Después de que la temperatura de la disolución de sulfato supersaturada en el recipiente  
20 abierto por arriba caiga hasta  $22\text{ }^{\circ}\text{C}$ , la disolución se separó por filtración para obtener un sólido insoluble; el sólido insoluble incluía cristales de sulfato;
- d) Según la razón sólido-líquido (p/v) de 1:5,5, el sólido insoluble se lavó con agua a una temperatura de  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$  para retirar el residuo insoluble para obtener un filtrado. Se añadió una  
25 disolución de hidróxido de sodio 0,1 mol/l al filtrado hasta que el pH fue 2,7, y el potencial se controló a 0,36 V. La reacción de precipitación se llevó a cabo a una temperatura de  $84\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Después de 8 h de envejecimiento, se retiraron los materiales precipitados (hidróxido de hierro, y se recicló hierro) para obtener una disolución con hierro retirado;
- 30 Se añadieron una disolución de hidróxido de sodio 0,1 mol/l y fluoruro de sodio a la disolución con hierro retirado hasta que el pH fue de 8,4, y la razón de concentración molar de la suma de iones de magnesio e iones de calcio con respecto a iones de fluoruro en la disolución mezclada fue de 1:2. La reacción de precipitación se llevó a cabo a una temperatura de  $65\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Después de 8 h de envejecimiento, se retiraron los materiales de precipitación (hidróxido  
35 de magnesio e hidróxido de calcio, y se reciclaron magnesio y calcio) para obtener una disolución con calcio y magnesio retirados;



Se añadió una disolución de hidróxido de sodio 0,1 mol/l a la disolución con calcio y magnesio retirados hasta que el pH fue de 8,4, y la disolución se separó por filtración con succión para obtener un precipitado de hidróxido de níquel.

5

e) Según la razón sólido-líquido (p/v) de 1:1,5, se añadió agua con una temperatura de 85 °C a la precipitación de hidróxido de níquel, que después se lavó con agua para retirar las impurezas. Se añadió una disolución de ácido sulfúrico diluido 0,01 mol/l al precipitado de hidróxido de níquel filtrado para disolución para obtener una disolución de sulfato de níquel, que después se evaporó para obtener sulfato de níquel.

10

Ejemplo comparativo 2 (que es diferente del ejemplo 1 en que la temperatura del tratamiento de enfriamiento en la etapa c) fue demasiado alta)

15 Se proporciona un método para preparar directamente sulfato de níquel usando mata con bajo contenido de níquel, que comprende las siguientes etapas:

a) La mata con bajo contenido de níquel obtenida de la reducción y fundición de mena de níquel de laterita se molió con un molino de bolas para obtener polvo de ferroníquel con un tamaño de partícula >200 de malla, que después se puso en un horno de calentamiento y se secó a una temperatura alta de 450 °C durante 1,5 h. Durante el proceso de secado, el polvo de ferroníquel se mantuvo en contacto con aire y se oxidó a una temperatura alta para obtener 3,5 kg de polvo de ferroníquel seco;

20

b) El polvo de ferroníquel se añadió a un recipiente abierto por arriba, y se añadió una disolución de ácido sulfúrico con una concentración molar de 0,01 mol/l para mezclar según la razón sólido-líquido (p/v) de 1:6. La mezcla se agitó a 35 °C durante 40 min, y luego se evaporó a 107 °C después de la disolución para obtener una disolución de sulfato supersaturada que incluye disolución de sulfato de níquel supersaturada, disolución de sulfato de hierro supersaturada y disolución de sulfato de magnesio supersaturada;

30

c) Después de que la temperatura de la disolución de sulfato supersaturada en el recipiente abierto por arriba caiga hasta 22 °C, la disolución de sulfato supersaturada en el recipiente abierto por arriba se enfrió hasta 1 °C. Después de eso, la disolución se separó por filtración para obtener un sólido insoluble; el sólido insoluble incluía cristales de sulfato;

35

d) Según la razón sólido-líquido (p/v) de 1:5,5, el sólido insoluble se lavó con agua a una temperatura de 80 °C para retirar el residuo insoluble para obtener un filtrado. Se añadió una disolución de hidróxido de sodio 0,1 mol/l al filtrado hasta que el pH fue de 2,8, y el potencial se controló a 0,31 V. La reacción de precipitación se llevó a cabo a una temperatura de 84 °C.

- 5 Después de 8 h de envejecimiento, se retiraron los materiales precipitados (hidróxido de hierro, y se recicló hierro) para obtener una disolución con hierro retirado;

Se añadieron una disolución de hidróxido de sodio 0,1 mol/l y fluoruro de sodio a la disolución con hierro retirado hasta que el pH fue de 5,4, y la razón de concentración molar de la suma de iones de magnesio e iones de calcio con respecto a iones de fluoruro en la disolución mezclada fue de 1:2. La reacción de precipitación se llevó a cabo a una temperatura de 65 °C. Después de 10 h de envejecimiento, se retiraron los materiales de precipitación (fluoruro de magnesio y fluoruro de calcio, y se reciclaron magnesio y calcio) para obtener una disolución con calcio y magnesio retirados;

15

Se añadió una disolución de hidróxido de sodio 0,1 mol/l a la disolución con calcio y magnesio retirados hasta que el pH fue de 8,4, y la disolución se separó por filtración con succión para obtener un precipitado de hidróxido de níquel.

- 20 e) Según la razón sólido-líquido (p/v) de 1:1,5, se añadió agua con una temperatura de 85 °C a la precipitación de hidróxido de níquel, que después se lavó con agua para retirar las impurezas. Se añadió una disolución de ácido sulfúrico diluido 0,01 mol/l al precipitado de hidróxido de níquel filtrado para disolución para obtener una disolución de sulfato de níquel, que después se evaporó para obtener sulfato de níquel.

25

El contenido de masa de elementos y el níquel en el proceso de preparación de los ejemplos 1-5 y el ejemplo comparativo 1-2 se detectaron mediante ICP-OES, y se calculó la tasa de recuperación de níquel. Los resultados se muestran en la tabla 1.

- 30 Tabla 1 Porcentaje de cada elemento y tasa de recuperación de níquel en los ejemplos 1-5 y los ejemplos comparativos 1-2

|  | Muestra | Ni (%) | Fe (%) | Mg (%) | Ca (%) | Tasa de recuperación de níquel (%) |
|--|---------|--------|--------|--------|--------|------------------------------------|
|  |         |        |        |        |        |                                    |

|                                                                         |                       |      |       |      |      |   |
|-------------------------------------------------------------------------|-----------------------|------|-------|------|------|---|
| Disolución de sulfato antes de que la temperatura cayera en la etapa c) | Ejemplo 1             | 3,55 | 13,64 | 3,44 | 0,14 | / |
|                                                                         | Ejemplo 2             | 3,87 | 15,36 | 3,7  | 0,17 | / |
|                                                                         | Ejemplo 3             | 3,56 | 16,41 | 2,74 | 0,21 | / |
|                                                                         | Ejemplo 4             | 3,26 | 18,89 | 3,68 | 0,26 | / |
|                                                                         | Ejemplo 5             | 3,14 | 18,76 | 3,72 | 0,14 | / |
|                                                                         | Ejemplo comparativo 1 | 3,37 | 13,85 | 2,46 | 0,11 | / |
|                                                                         | Ejemplo comparativo 2 | 3,56 | 15,77 | 2,98 | 0,14 | / |
| Capa de hielo después de enfriar en la etapa c)                         | Ejemplo 1             | 0,29 | 4,45  | 0,54 | 0,06 | / |
|                                                                         | Ejemplo 2             | 0,28 | 5,72  | 0,30 | 0,07 | / |
|                                                                         | Ejemplo 3             | 0,32 | 4,65  | 0,47 | 0,10 | / |
|                                                                         | Ejemplo 4             | 0,35 | 5,21  | 0,41 | 0,08 | / |
|                                                                         | Ejemplo 5             | 0,21 | 3,84  | 0,59 | 0,04 | / |
|                                                                         | Ejemplo comparativo 1 | /    | /     | /    | /    | / |
|                                                                         | Ejemplo comparativo 2 | /    | /     | /    | /    | / |
| Disolución no congelada después de enfriar en la etapa c)               | Ejemplo 1             | 0,71 | 8,36  | 1,77 | 0,1  | / |
|                                                                         | Ejemplo 2             | 0,68 | 9,61  | 1,45 | 0,13 | / |
|                                                                         | Ejemplo 3             | 0,82 | 8,74  | 1,63 | 0,09 | / |
|                                                                         | Ejemplo 4             | 0,65 | 11,65 | 1,38 | 0,12 | / |
|                                                                         | Ejemplo 5             | 0,59 | 10,23 | 1,67 | 0,17 | / |

|                                                                        |                       |       |       |        |        |      |
|------------------------------------------------------------------------|-----------------------|-------|-------|--------|--------|------|
|                                                                        | Ejemplo comparativo 1 | 0,46  | 8,33  | 1,22   | 0,07   | /    |
|                                                                        | Ejemplo comparativo 2 | 0,59  | 9,36  | 1,96   | 0,14   | /    |
| Disolución de sulfato de níquel antes de la evaporación en la etapa e) | Ejemplo 1             | 8,61  | 0,011 | 0,008  | 0,001  | /    |
|                                                                        | Ejemplo 2             | 8,94  | 0,017 | 0,011  | 0,0008 | /    |
|                                                                        | Ejemplo 3             | 8,86  | 0,014 | 0,007  | 0,0008 | /    |
|                                                                        | Ejemplo 4             | 8,47  | 0,016 | 0,009  | 0,0007 | /    |
|                                                                        | Ejemplo 5             | 8,31  | 0,008 | 0,0013 | 0,0006 | /    |
|                                                                        | Ejemplo comparativo 1 | 6,86  | 0,014 | 0,017  | 0,0005 | /    |
|                                                                        | Ejemplo comparativo 2 | 7,39  | 0,028 | 0,0031 | 0,0005 | /    |
| Sulfato de níquel obtenido en la etapa e)                              | Ejemplo 1             | 18,76 | 0,026 | 0,003  | 0,0021 | 96,7 |
|                                                                        | Ejemplo 2             | 19,24 | 0,036 | 0,0041 | 0,003  | 96,4 |
|                                                                        | Ejemplo 3             | 18,93 | 0,033 | 0,0033 | 0,0011 | 97,1 |
|                                                                        | Ejemplo 4             | 18,35 | 0,047 | 0,0037 | 0,006  | 95,5 |
|                                                                        | Ejemplo 5             | 18,10 | 0,023 | 0,0045 | 0,0015 | 94,8 |
|                                                                        | Ejemplo comparativo 1 | 16,96 | 0,047 | 0,0017 | 0,0017 | 92,9 |
|                                                                        | Ejemplo comparativo 2 | 17,73 | 0,067 | 0,0073 | 0,0021 | 91,0 |

Puede observarse a partir de la tabla 1 que la pureza del sulfato de níquel preparado en los ejemplos 1-5 de la presente divulgación es del 18,76 %, 19,24 %, 18,93 %, 18,35 % y 18,10 %

calculado como níquel, respectivamente, mientras que la pureza del sulfato de níquel preparado en los ejemplos comparativos 1-2 es del 16,96 % y 17,73 % calculado como níquel, respectivamente. La pureza del sulfato de níquel preparado en los ejemplos 1-5 es significativamente mayor que la de los ejemplos comparativos 1-2. Además, la tasa de recuperación de sulfato de níquel en los ejemplos 1-5 también es significativamente mayor que la de los ejemplos comparativos 1-2. La pureza y la tasa de recuperación de los ejemplos 4-5 son más bajas que las de los ejemplos 1-3, lo que indica que al usar una baja concentración molar de disolución de ácido sulfúrico y condiciones de baja temperatura, la presente divulgación puede lixiviar selectivamente níquel para mejorar adicionalmente la pureza y la tasa de recuperación de sulfato de níquel.

Las realizaciones preferidas de la presente divulgación se describieron en detalle anteriormente, pero la presente divulgación no se limita a las realizaciones descritas. Los expertos en la técnica pueden realizar diversas modificaciones o sustituciones equivalentes sin apartarse del espíritu de la presente divulgación, y estas modificaciones o sustituciones equivalentes están todas incluidas en el alcance definido por las reivindicaciones de esta solicitud.

## REIVINDICACIONES

1. Método para preparar directamente sulfato de níquel usando mata con bajo contenido de níquel, que comprende las siguientes etapas:

5

a) pretratar mata con bajo contenido de níquel para obtener polvo de ferroníquel;

b) mezclar el polvo de ferroníquel con una disolución de ácido sulfúrico, agitar para disolver y luego evaporarla para obtener una disolución de sulfato supersaturada;

10

c) enfriar la disolución de sulfato supersaturada hasta de -5 a 0 °C y filtrarla con succión para obtener un sólido insoluble;

15

d) disolver el sólido insoluble, y retirar impurezas del filtrado para obtener precipitación de hidróxido de níquel; la retirada de impurezas incluye retirar sucesivamente hierro, retirar calcio y magnesio;

e) lavar con agua, disolver con ácido y evaporar el precipitado de hidróxido de níquel para obtener sulfato de níquel.

20

2. Método para preparar directamente sulfato de níquel usando mata con bajo contenido de níquel según la reivindicación 1, en el que en la etapa a), el porcentaje en masa de níquel en la mata con bajo contenido de níquel es del 5-20 %; el pretratamiento incluye: moler y secar la mata con bajo contenido de níquel para obtener polvo de ferroníquel con un tamaño de partícula de >200 de malla.

25

3. Método para preparar directamente sulfato de níquel usando mata con bajo contenido de níquel según la reivindicación 1, en el que la etapa b) comprende: añadir el polvo de ferroníquel a un recipiente abierto, y luego añadir la disolución de ácido sulfúrico para mezclar, agitar para disolver, y luego evaporarla para obtener una disolución de sulfato supersaturada; una razón sólido-líquido (p/v) del polvo de ferroníquel con respecto a la disolución de ácido sulfúrico es de 1:(3-10), una concentración molar de la disolución de ácido sulfúrico es de 0,01-0,08 mol/l, una temperatura de la disolución es de 35-65 °C, una temperatura de la evaporación es de 100-120 °C, un tiempo de agitación es de 20-60 min; la disolución de sulfato supersaturada comprende disolución de sulfato de níquel supersaturada, disolución de sulfato de hierro

30

35

supersaturada y disolución de sulfato de magnesio supersaturada.

4. Método para preparar directamente sulfato de níquel usando mata con bajo contenido de níquel según la reivindicación 3, en el que la etapa c) comprende: después de que la temperatura de la disolución de sulfato supersaturada en el recipiente abierto caiga hasta 20-25 °C, enfriar la disolución de sulfato supersaturada en el recipiente abierto hasta de -5 a 0 °C, a continuación, retirar una capa de hielo, y separar por filtración la disolución con succión para obtener un sólido insoluble; en el que la capa de hielo incluye ácido sulfúrico, y el sólido insoluble incluye cristal de sulfato.

5. Método para preparar directamente sulfato de níquel usando mata con bajo contenido de níquel según la reivindicación 1, en el que la etapa d) comprende:

d1) lavar el sólido insoluble con agua para retirar el residuo insoluble para obtener un filtrado; una razón sólido-líquido (p/v) del sólido insoluble con respecto al agua es de 1:(4-8), una temperatura de lavado es de 60-95 °C; mezclar el filtrado con una disolución alcalina diluida para realizar la reacción, y luego realizar la separación sólido-líquido para obtener una disolución con hierro retirado;

d2) mezclar la disolución con hierro retirado con una disolución alcalina diluida y sal de fluoruro para realizar la reacción, y luego realizar la separación sólido-líquido para obtener una disolución con calcio y magnesio retirados;

d3) mezclar la disolución con calcio y magnesio retirados con una disolución alcalina diluida para realizar la reacción, y luego realizar la separación sólido-líquido para obtener precipitado de hidróxido de níquel.

6. Método para preparar directamente sulfato de níquel usando mata con bajo contenido de níquel según la reivindicación 5, en el que en la etapa d1), la disolución alcalina diluida se selecciona de disolución de hidróxido de sodio, disolución de hidróxido de potasio, disolución de hidróxido de litio y disolución de hidróxido de bario, y una concentración molar de la disolución alcalina diluida es de 0,01-0,2 mol/l; un pH de la disolución de reacción mezclada es de 2,0-3,5; un potencial del filtrado se controla a 0,25-0,4 V; una temperatura de la reacción es de 60-95 °C.

7. Método para preparar directamente sulfato de níquel usando mata con bajo contenido

de níquel según la reivindicación 5, en el que en la etapa d2), la disolución alcalina diluida se selecciona de disolución de hidróxido de sodio, disolución de hidróxido de potasio, disolución de hidróxido de litio y disolución de hidróxido de bario, y una concentración molar de la disolución alcalina diluida es de 0,01-0,2 mol/l; la sal de fluoruro se selecciona de fluoruro de sodio y fluoruro de potasio; un pH de la disolución de reacción mezclada es de 4,8-5,5; una razón de concentración molar de la suma de iones de magnesio e iones de calcio con respecto a los iones de fluoruro en la disolución de reacción mezclada es de 1:1,5-5; una temperatura de la reacción es de 60-95 °C.

8. Método para preparar directamente sulfato de níquel usando mata con bajo contenido de níquel según la reivindicación 5, en el que en la etapa d3), la disolución alcalina diluida se selecciona de disolución de hidróxido de sodio, disolución de hidróxido de potasio, disolución de hidróxido de litio y disolución de hidróxido de bario, y una concentración molar de la disolución alcalina diluida es de 0,01-0,2 mol/l; un pH de la disolución de reacción mezclada es de 7,0-8,5.

9. Sulfato de níquel preparado mediante el método para preparar directamente sulfato de níquel usando mata con bajo contenido de níquel según una cualquiera de las reivindicaciones 1-8.

10. Uso del sulfato de níquel según la reivindicación 9 en baterías.



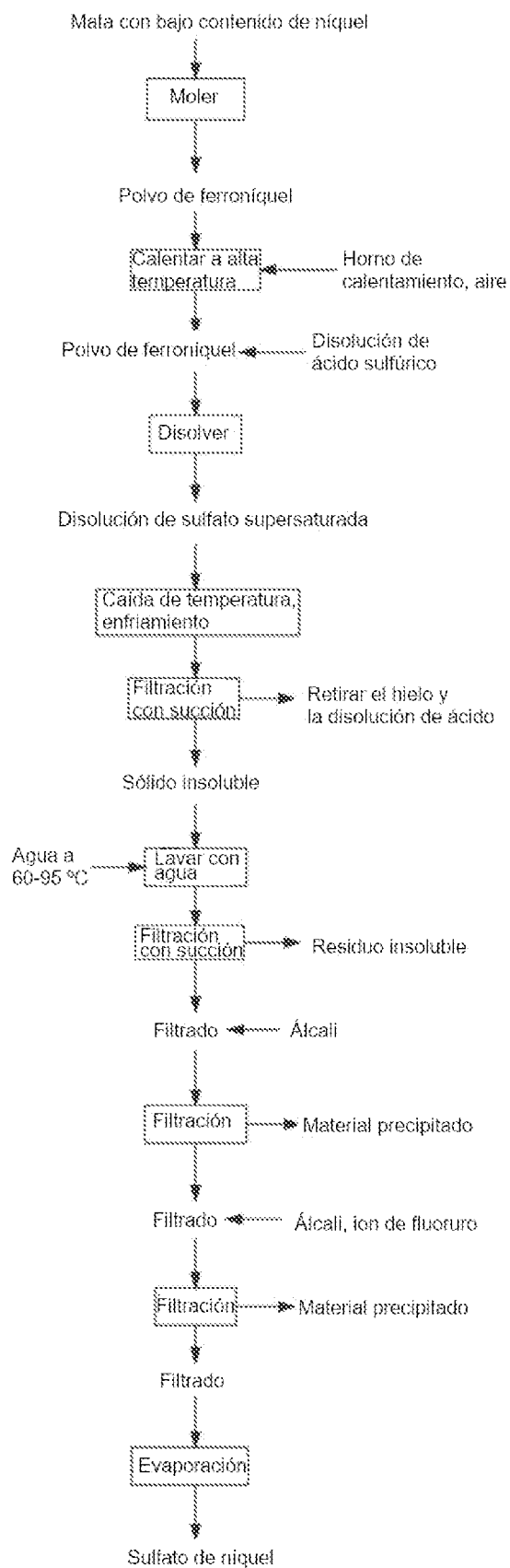


FIG. 1

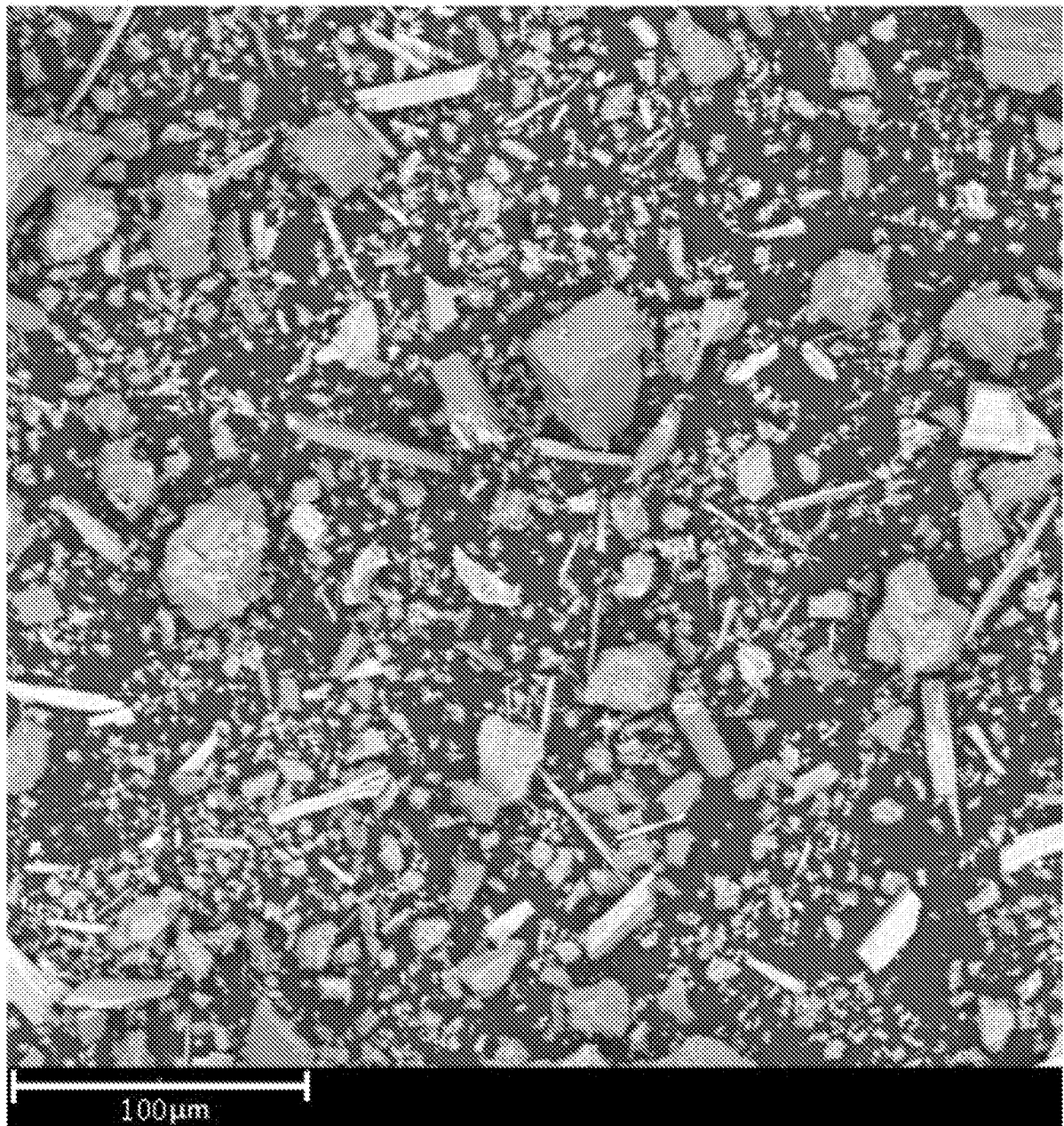


FIG. 2