RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication : **2 467 822**
(A n'utiliser que pour les commandes de reproduction).

A1

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

(21) N° **80 22844**

(54) **Procédé de fabrication d'hydroxyde de nickel.**

(51) Classification internationale (Int. Cl.³). **C 01 G 53/04; H 01 M 4/32.**

(22) Date de dépôt..... 24 octobre 1980.
(33) (32) (31) Priorité revendiquée : *RFA, 25 octobre 1979, n° P 29 43 102.5.*

(41) Date de la mise à la disposition du public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 18 du 30-4-1981.

(71) Déposant : Société dite : VARTA BATTERIE AG, résidant en RFA.

(72) Invention de : Helmut Hälbig.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Cabinet Z. Weinstein,
20, av. de Friedland, 75008 Paris.

La présente invention se rapporte à un procédé de fabrication d'hydroxyde de nickel servant de matière active pour les électrodes positives utilisées dans les accumulateurs alcalins, la fabrication de masse active pour les éléments du type en bouton constituant un domaine d'application du procédé conforme à l'invention.

Deux critères importants pour la qualité des électrodes positives de masse sont leurs comportements de capacité et de gonflement. Sous la notion de gonflement, il faut comprendre dans ce cas l'augmentation d'épaisseur de l'électrode au cours de l'absorption de l'électrolyte, qui s'installe pendant le fonctionnement électrique, indépendamment des variations de volume ultérieures. Toutefois, lorsque le premier gonflement provenant du mouillage par l'électrolyte dépasse une certaine valeur, on rencontre des difficultés lors de l'assemblage de l'élément. Certaines phases des procédés appliquées pour la préparation de masses ont une influence marquée sur la capacité de l'électrode ainsi que sur son aptitude au gonflement. Le séchage fait partie de ces opérations.

Le précipité d'hydroxyde de nickel réalisé à partir de solutions de sels de nickel est lavé après filtrage ou centrifugation puis mis à sécher dans une étuve. La boue épaisse qui forme le dépot dans le filtre contient au début du séchage encore 50 à 90% en poids d'eau. Le séchage était réalisé jusqu'à présent en une seule opération à des températures atteignant au maximum 80°C, le fait connu que des températures de séchage élevées altèrent la capacité, étant déterminant dans ce cas.

Le but de la présente invention est de réaliser la poursuite du traitement du produit de précipitation $Ni(OH)_2$ de telle façon qu'il en résulte une électrode présentant pour sa capacité et son aptitude au gonflement les meilleurs valeurs possibles.

Conformément à l'invention, ce but est obtenu par le fait que le $Ni(OH)_2$ précipité à partir de solutions de sels de niclel est préalablement séché, au cours d'une première opération, à basse température, jusqu'à présenter

une certaine humidité restante puis séché définitivement dans une seconde opération à une température plus élevée.

Il s'est avéré particulièrement avantageux de maintenir, dans la première opération de séchage une température relativement basse qui ne s'élève qu'à 40 à 60°C et ne dépasse jamais 80°C jusqu'à ce que la teneur en eau soit ramenée à une humidité restante déterminée. Cette humidité restante doit être comprise entre 5 et 20% en poids, et se situer avantageusement au environ de 10% en poids.

Ensuite le séchage qui peut être réalisé dans une seule et même étuve, est parachevé à une température comprise entre 100 et 160°C.

Le produit obtenu traité ensuite pour former une électrode comprimée à base de poudre se caractérise par une grande capacité et un faible gonflement.

Grace au procédé conforme à l'invention, on réalise entre ces deux caractéristiques de qualité, qui sont antagonistes dans leurs tendances au fur et à mesure que la température augmente , un compromis, qui, de manière surprenante, permet d'obtenir de bons résultats. Le séchage préalable semble jouer dans ce cas un role décisif.

Une explication peut résider dans le fait que pour la basse température de séchage de la première opération de séchage précité, il n'y a pas la place, à l'intérieur de la masse encore humide, pour qu'une recristallisation notoire puisse s'installer, bien que la lessive-mère soit donnée en quantité suffisante au début et serve de fluide de recristallisation. Pour une transformation accélérée du produit de précipitation frais qui au départ est ammorphe vis à vis des rayons X, en une matière bien cristallisée, il faut appliquer une température plus élevée, ce qui n'est cependant pas souhaitable puisque la recristallisation entraine une diminution de surface et par conséquent une réduction de l'activité de la masse d'hydroxyde de nickel. Cet inconvénient se remarque dans les procédés de séchage qui appliquent dès le départ une température élevée.

L'invention sera mieux comprise, et d'autres buts,

caractéristiques détails et avantages de celles-ci apparaitront plus clairement au cours de la description explicative qu va suivre donnée uniquement à titre d'exemple .

Comme précédement dit, on réalise selon la présente invention à partir du $Ni(OH)_2$ précipité à partir de solutions de sels de nickel, un pré-séchage au cours d'une première opération, à basse température, jusqu'à ce que l'on obtienne une certaine humidité restante. Si dans la première phase de séchage conforme à l'invention, la masse humide à rejeté sa teneur en eau à l'exception d'une humidité restante d'environ 10%, on ne dispose plus des conditions nécessaires pour une recristallisation par absence de lessive-mère et par conséquent par absence de voies pour le transport des ions. Une température supérieur à 100°C est par conséquent sans aucun risque et peut être augmentée même jusqu'à 160°C au cours de la seconde opération de séchange.

Comme des contrôles expérimentaux l'ont montré , on ne diminue pas de manière sensible la capacité d'une masse préalablement séchée suivant le procédé conforme à l'invention, lorsqu'on réalise la seconde opération de séchage à 160°C. Par contre, au point de vue du gonflement, le second séchage se caractérise par une diminution du gonflement pouvant atteindre 50%.

Bien entendu, l'invention n'est nullement limitée au mode de réalisation décrit et représenté qui n'a été donné qu'à titre d' exemple. En particulier, elle comprend tous les moyens constituant des équivalents techniques des moyens décrits, ainsi que leurs combinaisons, si celles-ci sont exécutées suivant son esprit et mises en oeuvre dans le cadre de la protection comme revendiquée.

REVENDICATIONS

1. Procédé de fabrication d'hydroxyde de nickel comme matière active pour des électrodes positives utilisées dans des accumulateurs alcalins, caractérisé en ce que le $Ni(OH)_2$ précité à partir de solutions de sels de nickel est séché préalablement au cours d'une première opération de séchage à basse température jusqu'à présenter une humidité restante déterminée et en ce qu'ensuite, au cours d'une seconde opération, on réalise le séchage définitif à une température plus élevée.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la température de séchage au cours de la première opération de séchage, est inférieur à 80°C et est comprise entre 40 et 60°C tandis que la température de séchage dans la seconde opération de séchage est comprise entre 100 et 160°C.

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que l'humidité restante après réalisation de la première opération de séchage, est comprise entre 5 et 20% en poids et s'élève à environ 10% en poids.