

(12) BREVET D'INVENTION

- (11) N° de publication : **MA 61514 A1** (51) Cl. internationale : **C01F 7/02; C01G 49/02; C01G 49/02; C01F 7/02; C01G 37/00; C22B 7/00**
- (43) Date de publication : **29.12.2023**

-
- (21) N° Dépôt : **61514**
- (22) Date de Dépôt : **27.05.2022**
- (30) Données de Priorité : **13.08.2021 CN 202110929403.4**
- (86) Données relatives à la demande internationale selon le PCT: **PCT/CN2022/095673 27.05.2022**
- (71) Demandeur(s) :
- **GUANGDONG BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD., No.6, Zhixin Avenue, Leping Town, Sanshui District, Foshan City, Guangdong 528137 (CN)**
 - **HUNAN BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD., No. 508, East Jinning Road, Hi-Tech Zone Ningxiang Changsha, Hunan 410600 (CN)**
 - **HUNAN BRUNP EV RECYCLING CO., LTD., No. 018 Jinsha East Road, Jinzhou New District Changsha, Hunan 410600 (CN)**
- (72) Inventeur(s) : **YU, Haijun ; XIE, Yinghao ; ZHANG, Xuemei ; LI, Changdong ; ZHONG, Yingsheng ; LI, Aixia**
- (74) Mandataire : **H&H IP LAW**

(54) Titre : **PROCÉDÉ DE RÉCUPÉRATION ET DE PURIFICATION DE NICKEL À PARTIR DE FERRONICKEL**

(57) Abrégé : La présente invention se rapporte au domaine technique de la récupération de ferronickel, et divulgue un procédé de récupération et de purification de nickel à partir de ferronickel, le procédé comprenant les étapes consistant à : ajouter du ferronickel à de l'acide chlorhydrique, mélanger, chauffer et dissoudre ce dernier, le soumettre à une séparation solide-liquide, prendre la phase liquide, et ajouter un agent oxydant pour obtenir une solution lavée à l'eau de sel de chlorure ; évaporer la solution lavée à l'eau de sel de chlorure, ajouter un précipitant à des fins de réaction, séparer la phase liquide, puis ajouter de l'ammoniac aqueux pour ajuster le pH, ajouter une solution alcoolique, et refroidir et précipiter cette dernière pour générer un cristal complexe de nickel ; et dissoudre le cristal

complexe de nickel, ajouter un agent oxydant, le soumettre à un traitement d'exposition à un rayonnement, et ajouter de l'acide pour ajuster le pH de façon à obtenir la solution de chlorure de nickel. Selon la présente invention, le ferronickel est lixivié au moyen de l'acide à une pression normale ; celui-ci est oxydé par un ajout d'oxydant, puis un précipitant y est ajouté pour séparer différents ions métalliques au moyen d'une précipitation synchrone ; et le nickel est sélectivement complexé, de sorte qu'un seul complexe de nickel soit présent dans la solution.

ABRÉGÉ

La présente divulgation relève du domaine technique du recyclage du ferronickel et divulgue un procédé de récupération et de purification du nickel à partir du ferronickel. Le procédé comprend les étapes suivantes : (1) le mélange du ferronickel avec de l'acide chlorhydrique et le chauffage pour dissolution ; la soumission de la boue résultante à une séparation solide-liquide (SLS) pour obtenir une phase liquide ; et l'ajout d'un oxydant à la phase liquide pour obtenir une liqueur de lixiviation à l'acide chlorhydrique ; (2) la soumission de la liqueur de lixiviation de l'acide chlorhydrique à une évaporation et l'ajout d'un agent précipitant pour permettre une réaction ; la séparation de la phase liquide, l'ajout de l'ammoniaque pour ajuster le pH et l'ajout d'une solution d'alcool soluble dans l'eau ; et le refroidissement pour précipitation afin d'obtenir un cristal de complexe de nickel ; et (3) la dissolution du cristal de complexe de nickel et l'ajout d'un oxydant ; et la soumission du mélange résultant à un traitement à la lumière et l'ajustement du pH avec un acide afin d'obtenir une solution de chlorure de nickel. Dans la présente divulgation, le ferronickel est soumis à une lixiviation acide sous pression atmosphérique, un oxydant est ajouté pour oxydation, et ensuite, un agent précipitant est ajouté pour séparer les différents ions métalliques par précipitation synchrone, et ensuite le nickel est complexé de manière sélective, de sorte que seul un complexe de nickel existe dans la solution.

PROCÉDÉ DE RÉCUPÉRATION ET DE PURIFICATION DE NICKEL À PARTIR DE FERRONICKEL

DOMAINE TECHNIQUE

[0001] La présente divulgation relève du domaine technique du recyclage de ferronickel et concerne spécifiquement un procédé de récupération et de purification du nickel à partir du ferronickel.

CONTEXTE

[0002] En fonction des différentes compositions minérales du minerai de latérite de nickel, un gisement de latérite de nickel est divisé en trois couches de minerai : une couche de minerai de limonite, une couche de minerai de saprolitique et une couche de minerai de transition. Le minerai de latérite de nickel dans la couche de minerai de limonite est un minerai de latérite de nickel à faible teneur en nickel, et le ferronickel fondu à partir du minerai de latérite de nickel à faible teneur en nickel a une faible teneur en nickel, mais a des teneurs élevées en d'autres métaux tels que le silicium, le fer, le magnésium et l'aluminium, où les teneurs en éléments chimiques varient considérablement et où la composition minérale est complexe et changeante. Par conséquent, le liquide primaire de sulfate de nickel obtenu après la soumission du ferronickel à une lixiviation acide et à une purification a une faible teneur en nickel et des teneurs élevées en fer, cobalt, magnésium et autres impuretés. De manière à garantir la qualité d'un produit de sulfate de nickel, la matte de nickel doit être soumise à plusieurs reprises à la fusion et à l'enrichissement en nickel pour obtenir une matte de nickel à haute teneur en nickel. Le fer, le cobalt, le magnésium, le calcium, l'aluminium et d'autres impuretés dans le sulfate de nickel obtenu par lixiviation acide doivent être éliminés par étapes, ce qui entraîne de nombreuses étapes d'élimination des impuretés et un processus compliqué, consomme de nombreux réactifs et introduit des impuretés dans le nickel. Par conséquent, Il existe un besoin urgent d'un processus permettant de récupérer plusieurs impuretés à la fois et de purifier le nickel en réduisant les étapes d'élimination des impuretés et avec une faible consommation d'énergie.

RÉSUMÉ

[0003] La présente divulgation vise à résoudre au moins un des problèmes techniques existant dans l'état de la technique. Compte tenu de cela, la présente divulgation fournit un procédé de récupération et de purification du nickel à partir du ferronickel. Dans ce procédé, le ferronickel est soumis à une lixiviation acide sous pression atmosphérique, puis les ions métalliques affectant une réaction de complexation sont séparés par précipitation synchrone, puis le nickel est complexé de

manière sélective, et une grande quantité de cristaux de complexe de nickel est obtenue en utilisant une solution d'alcool soluble dans l'eau (parce que le complexe de nickel a une très faible solubilité dans la solution d'alcool soluble dans l'eau), ce qui améliore le taux de récupération du nickel.

[0004] Pour atteindre les objectifs susmentionnés, la présente divulgation adopte les solutions techniques suivantes :

[0005] Un procédé de récupération et de purification du nickel à partir du ferronickel est fourni, comprenant les étapes suivantes :

[0006] (1) le mélange du ferronickel avec de l'acide chlorhydrique et le chauffage pour le dissoudre ; la soumission d'une boue résultante à une séparation solide-liquide (SLS) pour obtenir une phase liquide ; et l'ajout d'un oxydant à la phase liquide pour obtenir une liqueur de lixiviation de l'acide chlorhydrique ;

[0007] (2) la soumission de la liqueur de lixiviation à l'acide chlorhydrique à une évaporation et l'ajout d'un agent précipitant pour permettre une réaction ; la séparation de la phase liquide, l'ajout d'ammoniaque pour ajuster le pH et l'ajout d'une solution d'alcool soluble dans l'eau ; et le refroidissement pour précipitation afin d'obtenir un cristal de complexe de nickel ; et

[0008] (3) la dissolution du cristal de complexe de nickel et l'ajout d'un oxydant ; et la soumission du mélange résultant à un traitement à la lumière et l'ajustement du pH avec un acide pour obtenir une solution de chlorure de nickel.

[0009] De préférence, avant le mélange du ferronickel avec l'acide chlorhydrique, l'étape (1) comprend en outre le broyage et le séchage du ferronickel ; et le séchage est réalisé de 100 °C à 150 °C pendant 1 h à 2 h.

[0010] De préférence, à l'étape (1), le rapport liquide/solide entre l'acide chlorhydrique et le ferronickel est de 100:(400-800) ml/g.

[0011] De préférence, à l'étape (1), le chlorure d'hydrogène a une concentration > 5 mol/L dans l'acide chlorhydrique.

[0012] De préférence, à l'étape (1), le chauffage pour la dissolution peut être réalisé à une température de 200 °C à 350 °C pendant 30 à 60 minutes.

[0013] De préférence, avant la SLS, l'étape (1) comprend en outre le lavage de la boue obtenue après le chauffage pour la dissolution 1 à 2 fois avec de l'eau de 50 °C à 95 °C.

[0014] De préférence, le rapport de volume entre la boue de ferronickel et l'eau chaude durant le processus de lavage à l'eau est de 10:(30-60).

[0015] De préférence, à l'étape (1), l'oxydant fait partie du groupe constitué du peroxyde d'hydrogène et du chlore.

[0016] La précipitation du fer à haute valence nécessite un pH faible. Le pH de précipitation du

fer divalent et le pH de précipitation du nickel se chevauchent, tous deux ayant un pH élevé. Par conséquent, l'oxydant est ajouté pour oxydation du fer divalent afin d'éviter une coprécipitation de fer et de nickel.

[0017] De préférence, à l'étape (2), l'évaporation est réalisée entre 70 °C et 90 °C jusqu'à ce que la liqueur de lixiviation à l'acide chlorhydrique soit réduite de 200 ml/L à 400 ml/L.

[0018] De préférence, à l'étape (2), l'agent précipitant est de l'ammoniaque.

[0019] De préférence, en outre, l'ammoniac dans l'ammoniaque a une concentration massique de 0,01 % à 0,5 %.

[0020] Un agent précipitant est ajouté à la liqueur de lixiviation à l'acide chlorhydrique et le pH de la liqueur de lixiviation à l'acide chlorhydrique est ajusté pour générer un précipité par précipitation par hydrolyse, et le précipité est filtré et récupéré. Lorsque le pH de la liqueur de lixiviation à l'acide chlorhydrique est entre 1,2 et 2,8, l'hydroxyde de fer est récupéré ; lorsque le pH est entre 3,0 et 4,8, l'hydroxyde d'aluminium est récupéré ; et lorsque le pH est entre 5,0 et 5,5, l'hydroxyde de chrome est récupéré.

[0021] De préférence, à l'étape (2), la réaction est réalisée à une température entre 40 °C et 80 °C.

[0022] De préférence, à l'étape (2), l'ammoniac contenu dans l'ammoniaque a une concentration massique de 1 % à 10 %.

[0023] De préférence, à l'étape (2), l'ammoniaque est ajoutée pour ajuster le pH de la phase liquide entre 7,8 et 8,8.

[0024] De préférence, à l'étape (2), la solution d'alcool soluble dans l'eau est au moins une solution sélectionnée parmi le groupe constitué du méthanol, l'éthanol, du *n*-propanol et du *i*-propanol.

[0025] De préférence, à l'étape (2), le refroidissement pour la précipitation est réalisé par un refroidissement de 30 °C à 40 °C.

[0026] De préférence, à l'étape (2), le cristal de complexe de nickel est au moins un sélectionné parmi le groupe constitué de $\text{Ni}(\text{NH}_3)_2\text{Cl}_2$, $\text{Ni}(\text{NH}_3)_3\text{Cl}_2$, $\text{Ni}(\text{NH}_3)_4\text{Cl}_2$, $\text{Ni}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}_2$, et $\text{Ni}(\text{NH}_3)_6\text{Cl}_2$.

[0027] De préférence, à l'étape (3), la dissolution est réalisée à une température entre 40 °C et 70 °C.

[0028] De préférence, à l'étape (3), le rapport solide/liquide entre le cristal de complexe de nickel et l'eau de dissolution est entre 1 et 20 g/ml.

[0029] De préférence, à l'étape (3), l'oxydant fait partie du groupe constitué par le peroxyde d'hydrogène et le chlore.

[0030] De préférence, à l'étape (3), le traitement à la lumière est réalisé pendant 30 à 90 minutes.

[0031] Encore de préférence, le traitement à la lumière est réalisé à une longueur d'onde de 450

nm.

[0032] De préférence, à l'étape (3), l'acide est de l'acide chlorhydrique.

[0033] De préférence, en outre, l'acide a une concentration de 0,01 mol/L à 0,40 mol/L.

[0034] De préférence, à l'étape (3), le pH est ajusté entre 6 et 6,5.

[0035] L'ajout de l'acide pour réduire le pH est réalisé pour empêcher la précipitation du chlorure de nickel.

[0036] De préférence, l'étape (3) comprend en outre la soumission de la solution de chlorure de nickel à une évaporation pour obtenir un cristal de chlorure de nickel.

[0037] Par rapport à l'état de la technique, la présente divulgation a les effets bénéfiques suivants.

[0038] 1. Dans la présente divulgation, une poudre de ferronickel est soumise à une lixiviation acide sous pression atmosphérique, un oxydant est ajouté pour oxyder le fer à faible valence et le cobalt à faible valence en fer à haute valence et en cobalt à haute valence (ce qui facilite la séparation du fer, du cobalt et d'autres ions métalliques affectant la réaction de complexation ultérieure par précipitation synchrone), et ensuite, le nickel est complexé de manière sélective, de sorte que seul un complexe de nickel existe dans une solution (les métaux alcalins Mg et Ca ne seront pas complexés) ; et ensuite, une solution d'alcool soluble dans l'eau est ajoutée au complexe de nickel pour précipiter une grande quantité de cristaux de complexe de nickel tels que $\text{Ni}(\text{NH}_3)_2\text{Cl}_2$, $\text{Ni}(\text{NH}_3)_3\text{Cl}_2$, $\text{Ni}(\text{NH}_3)_4\text{Cl}_2$, $\text{Ni}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}_2$, ou $\text{Ni}(\text{NH}_3)_6\text{Cl}_2$. La distance entre une molécule d'eau et l'hydroxyle de l'alcool diminue pour former une liaison hydrogène, et sous l'action de la liaison hydrogène, de plus en plus de molécules d'eau sont miscibles avec l'alcool, et la teneur en eau dans le complexe de nickel diminue, réduisant ainsi la solubilité du complexe de nickel.

[0039] 2. La présente divulgation renforce la décomplexation et réduit le dosage et les types d'agents d'élimination des impuretés. $\text{Ni}(\text{NH}_3)_4\text{Cl}_2$, $\text{Ni}(\text{NH}_3)_2\text{Cl}_2$ et d'autres complexes sont soumis à un traitement à la lumière dans une solution aqueuse fortement oxydante. Le rayonnement généré par la lumière peut renforcer la décomplexation pour générer davantage de radicaux libres, qui peuvent rapidement dégrader $\text{Ni}(\text{NH}_3)_4\text{Cl}_2$ and $\text{Ni}(\text{NH}_3)_2\text{Cl}_2$ pour produire NiCl_2 . Dans la présente divulgation, seule l'ammoniaque est utilisée pour l'élimination des impuretés et aucun autre agent n'est utilisé, ce qui permet d'éviter l'introduction de nouvelles impuretés.

[0040] 3. La présente divulgation adopte la précipitation synchrone pour séparer les différents ions métalliques, qui peuvent être recyclés. Après le traitement d'oxydation, durant le processus d'ajout d'ammoniaque diluée, lorsque le pH de la liqueur de lixiviation à l'acide chlorhydrique est entre 1,2 et 2,8, de l'hydroxyde de fer est obtenu ; lorsque le pH est entre 3,0 et 4,8, de l'hydroxyde d'aluminium est obtenu ; et lorsque le pH est entre 5,0 et 5,5, de l'hydroxyde de chrome est obtenu. Les précipités peuvent être recyclés.

BRÈVE DESCRIPTION DES DESSINS

[0041] La figure 1 est un diagramme de processus de l'exemple 1 de la présente divulgation.

DESCRIPTION DÉTAILLÉE

[0042] Les concepts et les effets techniques de la présente divulgation sont décrits clairement et complètement ci-dessous, en conjonction avec des exemples, de manière à permettre que les objectifs, caractéristiques et effets de la présente divulgation soient pleinement compris. Apparemment, les exemples décrits ne sont que quelques-uns plutôt que tous les exemples de la présente divulgation. Tous les autres exemples obtenus par l'homme du métier sur la base des exemples de la présente divulgation sans efforts créatifs doivent relever de la portée de protection de la présente divulgation.

[0043] Exemple 1

[0044] Un procédé de récupération et de purification du nickel à partir du ferronickel a été fourni dans cet exemple, comprenant les étapes suivantes :

[0045] (1) le ferronickel a été broyé en déchets de ferronickel avec une teneur en nickel mesurée de 31,7 %, et ensuite, les déchets de ferronickel ont été broyés et tamisés pour obtenir 4,60 kg de poudre de ferronickel ; la poudre de ferronickel a été placée dans un récipient fermé, puis séchée à 115 °C dans un four pendant 1,2 h, et ensuite transférée dans un récipient ; 23 L d'acide chlorhydrique avec une concentration de 9,5 mol/L ont été ajoutés, et le mélange résultant a été soigneusement mélangé, chauffé à 230 °C pour permettre une réaction pendant 50 minutes, et ensuite refroidi à température ambiante ; une boue de ferronickel résultante a été lavée 2 fois avec de l'eau chaude à 69 °C, et ensuite soumise à une SLS pour éliminer les résidus insolubles ; et 1,5 L de peroxyde d'hydrogène avec une fraction massique de 15,3 % a été ajouté pour obtenir 41,8 L d'une liqueur de lixiviation à l'acide chlorhydrique.

[0046] (2) les 41,8 L de liqueur de lixiviation à l'acide chlorhydrique ont été soumis à une évaporation à 87 °C pour obtenir 35,5 L, et un résidu a été refroidi à une température constante ; et de l'ammoniaque dilué avec une fraction massique de 0,17 % a été ajouté pour ajuster le pH à 2,53, 4,38, et 5,44 séparément pour récupérer les précipités, où les mélanges résultants ont été filtrés séparément pour obtenir un filtrat final.

[0047] (3) de l'ammoniaque avec une fraction massique de 2,54 % a été ajouté au filtrat final, le pH du filtrat a été ajusté à 8,34 et le mélange résultant a été agité pour permettre une réaction à 76 °C ; 9,1 L d'une solution d'éthanol ont été ajoutés et le mélange résultant a été refroidi à 35 °C pour obtenir un cristal de complexe de nickel ; le cristal de complexe de nickel a été séparé et séché

pour obtenir 6,97 kg de cristal.

[0048] (4) le cristal de complexe de nickel a été dissous avec 55,7 L d'eau, et la solution résultante a été transférée dans un récipient ouvert ; 3,8 L de peroxyde d'hydrogène avec une fraction massique de 15,3 % ont été ajoutés, le mélange résultant a été agité, et une lumière de < 450 nm et 800 W a été appliquée au-dessus du récipient ouvert pour réaliser un traitement à la lumière pendant 60 min ; et ensuite, 0,063 mol/L d'acide chlorhydrique dilué a été ajouté pour ajuster le pH à 6,27 afin d'obtenir une solution de chlorure de nickel, et la solution de chlorure de nickel a été soumise à une évaporation à 125 °C pour obtenir 3,17 kg de chlorure de nickel.

[0049] La figure 1 est un organigramme de l'exemple 1, où le ferronickel est concassé et broyé en poudre de ferronickel, et la poudre de ferronickel est séchée et dissoute dans de l'acide chlorhydrique ; le mélange résultant est chauffé et ensuite refroidi, et la boue de ferronickel résultante est lavée avec de l'eau chaude et ensuite soumise à une filtration par aspiration pour éliminer les résidus de déchets insolubles ; un oxydant est ajouté au filtrat résultant pour obtenir une liqueur de lixiviation à l'acide chlorhydrique ; la liqueur de lixiviation à l'acide chlorhydrique est soumise à une évaporation pour éliminer le chlorure d'hydrogène et une partie de l'eau, et ensuite de l'ammoniaque dilué est ajouté pour ajuster le pH de la liqueur de lixiviation à l'acide chlorhydrique afin de générer différents précipités, où les mélanges résultants sont filtrés séparément pour récupérer les précipités ; de l'ammoniaque est ajouté au filtrat final pour ajuster le pH, une solution d'alcool soluble dans l'eau est ajoutée et le mélange résultant est refroidi pour générer un cristal de complexe de nickel ; le cristal de complexe de nickel est dissous, un oxydant est ajouté et le mélange résultant est soumis à un traitement à la lumière ; et ensuite, le pH est ajusté avec de l'acide chlorhydrique pour obtenir une solution de chlorure de nickel et la solution de chlorure de nickel est soumise à l'évaporation pour obtenir du chlorure de nickel.

[0050] Exemple 2

[0051] Un procédé de récupération et de purification du nickel à partir du ferronickel a été fourni dans cet exemple, comprenant les étapes suivantes :

[0052] (1) Le ferronickel a été broyé en déchets de ferronickel avec une teneur en nickel mesurée de 31,7 %, et ensuite, les déchets de ferronickel ont été broyés et tamisés pour obtenir 3,57 kg de poudre de ferronickel ; la poudre de ferronickel a été placée dans un récipient fermé, puis séchée à 115 °C dans un four pendant 1,2 h, et ensuite transférée dans un récipient ; 21 L d'acide chlorhydrique avec une concentration de 9,5 mol/L ont été ajoutés, et le mélange résultant a été soigneusement mélangé, chauffé à 220 °C pour permettre une réaction pendant 55 minutes, et ensuite refroidi à température ambiante ; une boue de ferronickel résultante a été lavée 2 fois avec de l'eau chaude à 65 °C, et ensuite soumise à une SLS pour éliminer les résidus insolubles ; et 1,3

L de peroxyde d'hydrogène avec une fraction massique de 15,3 % a été ajouté pour obtenir 36,9 L d'une liqueur de lixiviation à l'acide chlorhydrique.

[0053] (2) Les 36,9 L de liqueur de lixiviation à l'acide chlorhydrique ont été soumis à une évaporation à 85 °C pour obtenir 28,2 L, et un résidu a été refroidi à une température constante ; et de l'ammoniaque dilué avec une fraction massique de 0,17 % a été ajouté pour ajuster le pH à 2,74, 4,66, et 5,35 séparément pour récupérer les précipités, où les mélanges résultants ont été filtrés séparément pour obtenir un filtrat final.

[0054] (3) De l'ammoniaque avec une fraction massique de 2,54 % a été ajouté au filtrat final, le pH du filtrat a été ajusté à 8,53 et le mélange résultant a été agité pour permettre une réaction à 75 °C ; 8,5 L d'une solution d'éthanol ont été ajoutés et le mélange résultant a été refroidi à 33 °C pour obtenir un cristal de complexe de nickel ; le cristal de complexe de nickel a été séparé et séché pour obtenir 5,53 kg de cristal.

[0055] (4) Le cristal de complexe de nickel a été dissous avec 47,0 L d'eau, et la solution résultante a été transférée dans un récipient ouvert ; 3,2 L de peroxyde d'hydrogène avec une fraction massique de 15,3 % ont été ajoutés, le mélange résultant a été agité, et une lumière de < 450 nm et 800 W a été appliquée au-dessus du récipient ouvert pour réaliser un traitement à la lumière pendant 60 min ; et ensuite, 0,063 mol/L d'acide chlorhydrique dilué a été ajouté pour ajuster le pH à 6,21 afin d'obtenir une solution de chlorure de nickel, et la solution de chlorure de nickel a été soumise à une évaporation à 125 °C pour obtenir 2,44 kg de chlorure de nickel.

[0056] Exemple 3

[0057] Un procédé de récupération et de purification du nickel à partir du ferronickel a été fourni dans cet exemple, comprenant les étapes suivantes :

[0058] (1) Le ferronickel a été broyé en déchets de ferronickel avec une teneur en nickel mesurée de 31,7 %, et ensuite, les déchets de ferronickel ont été broyés et tamisés pour obtenir 2,32 kg de poudre de ferronickel ; la poudre de ferronickel a été placée dans un récipient fermé, puis séchée à 115 °C dans un four pendant 1,2 h, et ensuite transférée dans un récipient ; 16 L d'acide chlorhydrique avec une concentration de 9,5 mol/L ont été ajoutés, et le mélange résultant a été soigneusement mélangé, chauffé à 208 °C pour permettre une réaction pendant 64 minutes, et ensuite refroidi à température ambiante ; une boue de ferronickel résultante a été lavée 2 fois avec de l'eau chaude à 61 °C, et ensuite soumise à une filtration à aspiration pour éliminer les résidus insolubles ; et 0,85 L de peroxyde d'hydrogène avec une fraction massique de 15,3 % a été ajouté pour obtenir 32,7 L d'une liqueur de lixiviation à l'acide chlorhydrique.

[0059] (2) Les 32,7 L de liqueur de lixiviation à l'acide chlorhydrique ont été soumis à une évaporation à 90 °C pour obtenir 24,5 L, et un résidu a été refroidi à une température constante ; et

de l'ammoniaque dilué avec une fraction massique de 0,17 % a été ajouté pour ajuster le pH à 2,41, 4,58, et 5,37 séparément pour récupérer les précipités, où les mélanges résultants ont été filtrés séparément pour obtenir un filtrat final.

[0060] (3) De l'ammoniaque avec une fraction massique de 2,54 % a été ajouté au filtrat final, le pH du filtrat a été ajusté à 8,51 et le mélange résultant a été agité pour permettre une réaction à 75 °C ; 7,4 L d'une solution d'éthanol ont été ajoutés et le mélange résultant a été refroidi à 30 °C pour obtenir un cristal de complexe de nickel ; le cristal de complexe de nickel a été séparé et séché pour obtenir 4,12 kg de cristal.

[0061] (4) Le cristal de complexe de nickel a été dissous avec 33,0 L d'eau, et la solution résultante a été transférée dans un récipient ouvert ; 2,6 L de peroxyde d'hydrogène avec une fraction massique de 15,3 % ont été ajoutés, le mélange résultant a été agité, et une lumière de < 450 nm et 800 W a été appliquée au-dessus du récipient ouvert pour réaliser un traitement à la lumière pendant 60 min ; et ensuite, 0,063 mol/L d'acide chlorhydrique dilué a été ajouté pour ajuster le pH à 6,07 afin d'obtenir une solution de chlorure de nickel, et la solution de chlorure de nickel a été soumise à une évaporation à 125 °C pour obtenir 1,58 kg de chlorure de nickel.

[0062] Exemple 4

[0063] Un procédé de récupération et de purification du nickel à partir du ferronickel a été fourni dans cet exemple, comprenant les étapes suivantes :

[0064] (1) Le ferronickel a été broyé en déchets de ferronickel avec une teneur en nickel mesurée de 31,7 %, et ensuite, les déchets de ferronickel ont été broyés et tamisés pour obtenir 3,45 kg de poudre de ferronickel ; la poudre de ferronickel a été placée dans un récipient fermé, puis séchée à 115 °C dans un four pendant 1,2 h, et ensuite transférée dans un récipient ; 21,5 L d'acide chlorhydrique avec une concentration de 9,5 mol/L ont été ajoutés, et le mélange résultant a été soigneusement mélangé, chauffé à 230 °C pour permettre une réaction pendant 60 minutes, et ensuite refroidi à température ambiante ; une boue de ferronickel résultante a été lavée 2 fois avec de l'eau chaude à 65 °C, et ensuite soumise à une filtration à aspiration pour éliminer les résidus insolubles ; et 1,2 L de peroxyde d'hydrogène avec une fraction massique de 15,3 % a été ajouté pour obtenir 31,1 L d'une liqueur de lixiviation à l'acide chlorhydrique.

[0065] (2) Les 31,1 L de liqueur de lixiviation à l'acide chlorhydrique ont été soumis à une évaporation à 90 °C pour obtenir 26,4 L, et un résidu a été refroidi à une température constante ; et de l'ammoniaque dilué avec une fraction massique de 0,17 % a été ajouté pour ajuster le pH à 2,73, 4,50, et 5,49 séparément pour récupérer les précipités, où les mélanges résultants ont été filtrés séparément pour obtenir un filtrat final.

[0066] (3) De l'ammoniaque avec une fraction massique de 2,54 % a été ajouté au filtrat final, le

pH du filtrat a été ajusté à 8,74 et le mélange résultant a été agité pour permettre une réaction à 75 °C ; 8,3 L d'une solution d'éthanol ont été ajoutés et le mélange résultant a été refroidi à 38 °C pour obtenir un cristal de complexe de nickel ; le cristal de complexe de nickel a été séparé et séché pour obtenir 5,44 kg de cristal.

[0067] (4) Le cristal de complexe de nickel a été dissous avec 32,6 L d'eau, et la solution résultante a été transférée dans un récipient ouvert ; 3,0 L de peroxyde d'hydrogène avec une fraction massique de 15,3 % ont été ajoutés, le mélange résultant a été agité, et une lumière de < 450 nm et 800 W a été appliquée au-dessus du récipient ouvert pour réaliser un traitement à la lumière pendant 60 min ; et ensuite, 0,063 mol/L d'acide chlorhydrique dilué a été ajouté pour ajuster le pH à 6,35 afin d'obtenir une solution de chlorure de nickel, et la solution de chlorure de nickel a été soumise à une évaporation à 125 °C pour obtenir 2,29 kg de chlorure de nickel.

[0068] Tableau 1 Taux de récupération du nickel dans les exemples 1 à 4

	Masse de ferronickel (kg)	Masse totale de nickel dans le ferronickel (kg)	Masse de chlorure de nickel après évaporation (kg)	Masse de nickel dans le chlorure de nickel après évaporation (kg)	Pureté du chlorure de nickel après évaporation (%)	Taux de récupération du nickel (%)
Exemple 1	4,60	1,46	3,17	1,41	98,2 %	96,7 %
Exemple 2	3,57	1,13	2,44	1,08	97,6 %	95,4 %
Exemple 3	2,32	0,74	1,58	0,70	97,9 %	95,2 %
Exemple 4	3,45	1,09	2,29	1,03	99,3 %	94,2 %

[0069] 0,200 g de ferronickel et 0,200 g de chlorure de nickel ont été pesés et dissous dans un acide séparément, les solutions de ferronickel et de chlorure de nickel résultantes ont été diluées 2000 fois chacune, et un spectromètre d'émission optique à plasma inductif (ICP-OES) (ICAP-7200, Thermo Fisher Scientific) a été utilisé pour déterminer les concentrations en nickel dans les solutions de ferronickel et de chlorure de nickel. Les indices du tableau 1 ont été calculés selon les formules de calcul suivantes :

[0070] masse totale de nickel dans le ferronickel (kg) = concentration en nickel dans un échantillon de 0,200 g de ferronickel déterminé par ICAP × facteur de dilution × masse totale (g) de ferronickel × 5/1000 ;

[0071] masse de nickel dans le chlorure de nickel après évaporation (kg) = concentration de nickel dans un échantillon de 0,200 g de chlorure de nickel déterminé par ICAP × facteur de dilution ×

masse totale (g) de chlorure de nickel $\times 5/1000$;

[0072] pureté du chlorure de nickel après évaporation (%) = (concentration molaire de nickel dans le chlorure de nickel après évaporation $\times 129,6$ /masse de chlorure de nickel après évaporation) $\times 100$ % ; et

[0073] taux de récupération du nickel (%) = masse de nickel dans le chlorure de nickel après évaporation/masse totale de nickel dans le ferronickel $\times 100$ %.

[0074] Les cristaux de complexe de nickel des exemples 1 à 4 ont été oxydés pour décomplexation. En ce qui concerne la masse de nickel dans le chlorure de nickel après évaporation, les produits des exemples 1 à 4 avaient respectivement 1,41 kg, 1,08 kg, 0,70 kg et 1,03 kg ; selon la formule de calcul de la pureté du chlorure de nickel après évaporation (%), les produits de chlorure de nickel préparés dans les exemples 1 à 4 avaient des puretés de 98,2 %, 97,6 %, 97,9 % et 99,3 %, respectivement, qui étaient tous > 97 % et atteignaient la norme industrielle du nickel ; et les taux de récupération du nickel dans les exemples 1 à 4 étaient de 96,7 %, 95,4 %, 95,2 % et 94,2 %, respectivement, qui étaient tous > 94 %.

[0075] Les exemples de la présente divulgation sont décrits en détail en référence aux dessins qui l'accompagnent, mais la présente divulgation n'est pas limitée aux exemples susmentionnés. Dans la portée des connaissances possédées par l'homme du métier, diverses modifications peuvent également être apportées sans s'écarter de l'objectif de la présente invention. En outre, les exemples de la présente divulgation ou les caractéristiques des exemples peuvent être combinés les uns avec les autres dans une situation non conflictuelle.

REVENDICATIONS :

1. Procédé de récupération et de purification de nickel à partir de ferronickel, comprenant les étapes suivantes :

(1) le mélange du ferronickel avec de l'acide chlorhydrique et la dissolution sous chauffage pour obtenir une boue ; la soumission à une séparation solide-liquide de la boue pour obtenir une phase liquide ; et l'ajout d'un oxydant à la phase liquide pour obtenir une liqueur de lixiviation à l'acide chlorhydrique ;

(2) l'évaporation de la liqueur de lixiviation à l'acide chlorhydrique et l'ajout d'un agent précipitant pour permettre une réaction ; la séparation pour obtenir une phase liquide, l'ajout d'ammoniaque pour ajuster le pH et l'ajout d'une solution d'alcool soluble dans l'eau ; le refroidissement pour précipitation afin d'obtenir un cristal de complexe de nickel ; et

(3) la dissolution du cristal de complexe de nickel et l'ajout d'un oxydant ; la soumission du mélange résultant à un traitement à la lumière et l'ajustement du pH à l'aide d'un acide pour obtenir une solution de chlorure de nickel.

2. Procédé selon la revendication 1, dans laquelle, à l'étape (1), la dissolution sous chauffage est réalisée à 200-350 °C pendant 30-60 minutes.

3. Procédé selon la revendication 1, dans laquelle, avant la séparation solide-liquide, l'étape (1) comprend en outre le lavage de la boue obtenue après la dissolution sous chauffage 1-2 fois avec de l'eau à 50-95 °C.

4. Procédé selon la revendication 1, dans laquelle, à l'étape (2), l'agent précipitant est de l'ammoniaque.

5. Procédé selon la revendication 1, dans laquelle, à l'étape (2), la réaction après l'ajout de l'agent précipitant est réalisée à 40-80 °C.

6. Procédé selon la revendication 1, dans laquelle, à l'étape (2), l'ammoniaque a une concentration massique d'ammoniac de 1 à 10 %.

7. Procédé selon la revendication 1, dans laquelle, à l'étape (2), la solution d'alcool soluble dans l'eau est au moins une sélectionnée parmi le groupe constitué du méthanol, de l'éthanol, du *n*-propanol et *i*-propanol.

8. Procédé selon la revendication 1, dans laquelle à l'étape (2), le cristal de complexe de nickel est au moins un sélectionné parmi le groupe constitué de $\text{Ni}(\text{NH}_3)_2\text{Cl}_2$, $\text{Ni}(\text{NH}_3)_3\text{Cl}_2$, $\text{Ni}(\text{NH}_3)_4\text{Cl}_2$, $\text{Ni}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}_2$ et $\text{Ni}(\text{NH}_3)_6\text{Cl}_2$.

9. Procédé selon la revendication 1, dans laquelle aux étapes (1) et (3), l'oxydant est sélectionné parmi le groupe constitué par le peroxyde d'hydrogène et le chlore.

10. Procédé selon la revendication 1, dans laquelle, à l'étape (3), le traitement à la lumière est réalisé pendant 30 à 90 minutes.

1/1

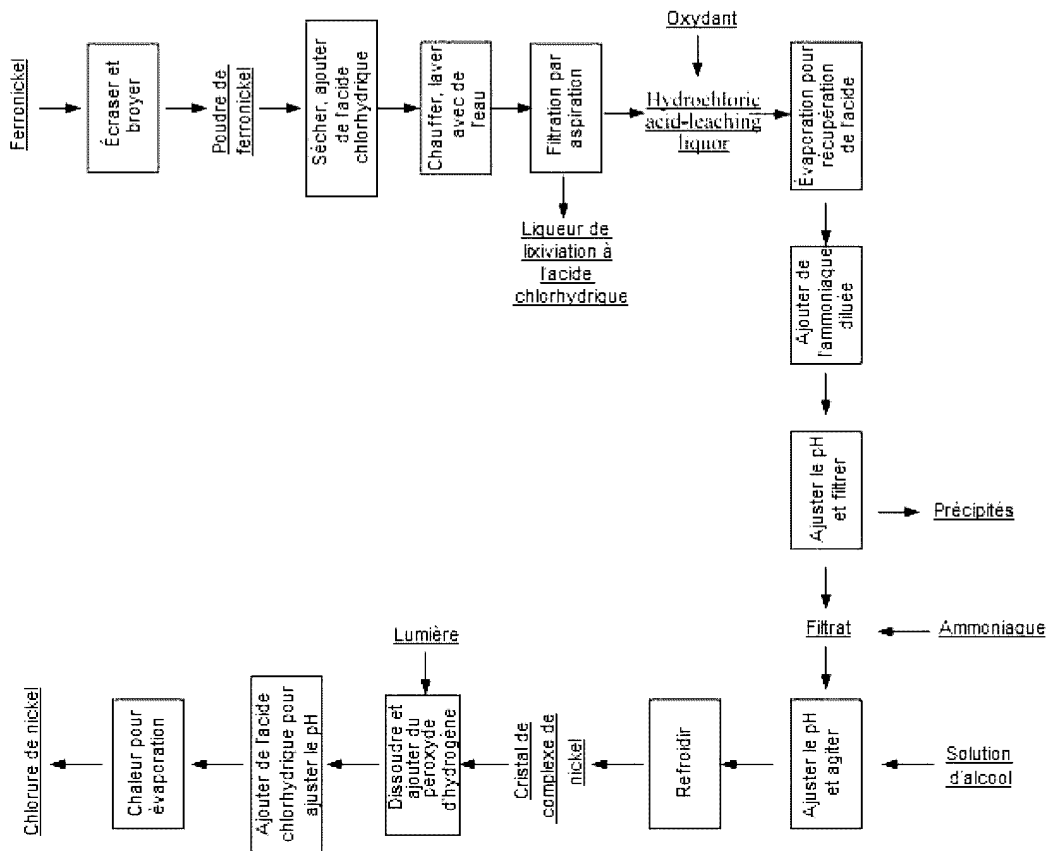


FIG. 1

**RAPPORT DE RECHERCHE
AVEC OPINION SUR LA BREVETABILITE**
(Conformément aux articles 43 et 43.2 de la loi 17-97 relative à la
protection de la propriété industrielle telle que modifiée et complétée
par la loi 23-13)

Renseignements relatifs à la demande	
N° de la demande : 61514	Date de dépôt : 27/05/2022
Déposant : GUANGDONG BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD.; HUNAN BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD. & HUNAN BRUNP EV RECYCLING CO., LTD.	Date d'entrée en phase nationale : 27/06/2023
	Date de priorité: 13/08/2021
Intitulé de l'invention : PROCÉDÉ DE RÉCUPÉRATION ET DE PURIFICATION DE NICKEL À PARTIR DE FERRONICKEL	
Le présent document est le rapport de recherche avec opinion sur la brevetabilité établi par l'OMPIC conformément aux articles 43 et 43.2, et notifié au déposant conformément à l'article 43.1 de la loi 17-97 relative à la protection de la propriété industrielle telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.	
Les documents brevets cités dans le rapport de recherche sont téléchargeables à partir du site http://worldwide.espacenet.com , et les documents non brevets sont joints au présent document, s'il y en a lieu.	
Le présent rapport contient des indications relatives aux éléments suivants :	
Partie 1 : Considérations générales	
<input checked="" type="checkbox"/> Cadre 1 : Base du présent rapport	
<input type="checkbox"/> Cadre 2 : Priorité	
<input type="checkbox"/> Cadre 3 : Titre et/ou Abrégé tel qu'ils sont définitivement arrêtés	
Partie 2 : Rapport de recherche	
Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité	
<input type="checkbox"/> Cadre 4 : Remarques de forme et de clarté	
<input type="checkbox"/> Cadre 5 : Défaut d'unité d'invention	
<input type="checkbox"/> Cadre 6 : Observations à propos de certaines revendications exclues de la brevetabilité	
<input checked="" type="checkbox"/> Cadre 7 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle	
Examineur: Abdelfettah EL KADIRI	Date d'établissement du rapport : 07/12/2023
Téléphone: 212 5 22 58 64 14/00	

Partie 1 : Considérations générales**Cadre 1 : base du présent rapport**

Les pièces suivantes de la demande servent de base à l'établissement du présent rapport :

- Description
10 Pages
- Revendications
1-10
- Planches de dessin
1 Page

Partie 2 : Rapport de recherche

Classement de l'objet de la demande :

CIB : C22B7/00, C22B21/00, C22B34/3, C01F7/02, C01G37/00, C01G49/02

CPC : C01F7/02, C01G37/00, C01G49/02, C01G53/00, C01G53/09, C22B21/0023

Plateformes et bases de données électroniques de recherche :

EPOQUENET, WPI, ScienceDirect, IEEE, ORBIT

Catégorie*	Documents cités avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	N° des revendications visées
X	CN 109142664 A (ANHUI HANRUI NEW MATERIAL CO., LTD.) 04 janvier 2019 (2019-01-04) revendication 1	1-10
A	CN 101328548 A (CENTRAL SOUTH UNIVERSITY) 24 décembre 2008 (2008-12-24) document entier	1-10
A	CN 101403035 A (CENTRAL SOUTH UNIVERSITY) 08 avril 2009 (2009-04-08) document entier	1-10

***Catégories spéciales de documents cités :**

-« X » document particulièrement pertinent ; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
 -« Y » document particulièrement pertinent ; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
 -« A » document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
 -« P » documents intercalaires ; Les documents dont la date de publication est située entre la date de dépôt de la demande examinée et la date de priorité revendiquée ou la priorité la plus ancienne s'il y en a plusieurs
 -« E » Éventuelles demandes de brevet interférentes. Tout document de brevet ayant une date de dépôt ou de priorité antérieure à la date de dépôt de la demande faisant l'objet de la recherche (et non à la date de priorité), mais publié postérieurement à cette date et dont le contenu constituerait un état de la technique pertinent pour la nouveauté

Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité**Cadre 7 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle**

Nouveauté	Revendications 1-10 Revendications aucune	Oui Non
Activité inventive	Revendications aucune Revendications 1-10	Oui Non
Application Industrielle	Revendications 1-10 Revendications aucune	Oui Non

Il est fait référence aux documents suivants. Les numéros d'ordre qui leur sont attribués ci-après seront utilisés dans toute la suite de la procédure

D1 : CN109142664 A

1. Nouveauté

Aucun document de l'état de l'art ne divulgue les mêmes caractéristiques techniques des revendications 1-10. Ainsi l'objet des revendications 1-10 est nouveau conformément à l'article 26 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

2. Activité inventive

Le document D1, considéré comme l'état de la technique le plus proche de l'objet de la revendication 1, divulgue une méthode pour détecter la teneur en éléments de nickel dans un alliage de ferronickel à haute teneur en fer. La méthode comprend les étapes suivantes (1) peser une quantité appropriée d'alliage nickel-fer comme échantillon et dissoudre l'alliage nickel-fer avec de l'acide salin, de l'acide nitrique et de l'acide perchlorique (équivalent à un agent oxydant) pour former une solution mélangée (c.-à-d. le liquide de lavage de saumure de sel de chlore). (2) ajouter de l'eau ammoniacquée à la solution mixte pour former un précipité, et filtrer pour obtenir un précipité contenant du fer et un filtrat contenant du nickel ; (3) dissoudre le précipité contenant du fer avec de l'acide chlorhydrique pour préparer une solution de détection ; (4) ajouter une solution de butanedione oxime et d'éthanol au filtrat contenant du nickel, précipiter les ions nickel, filtrer, sécher et peser pour obtenir la teneur en nickel du filtrat contenant du nickel, la quantité totale de nickel dans le précipité contenant du fer et la teneur en nickel du filtrat contenant du nickel étant la teneur en nickel de l'échantillon

L'objet de la revendication 1 diffère de D1 en ce qu'après la réaction avec l'acide chlorhydrique, une séparation solide-liquide est effectuée et le liquide de lavage de la saumure de chlorure est évaporé. Après l'ajout de la solution d'alcool, le refroidissement et la précipitation sont effectués, et l'étape (3) du complexe de nickel pour obtenir la solution de chlorure de nickel est également incluse.

Le problème technique objectif est la fourniture d'une méthode alternative à celle de D1.

La séparation solide-liquide après la réaction avec l'acide chlorhydrique est un moyen technique conventionnel utilisé par l'homme du métier pour éliminer avec plus de précision les impuretés telles que le Si. Le liquide de lavage de la saumure de chlorure est évaporé dans un dispositif de déchloration conventionnel, et le refroidissement et la précipitation sont effectués après l'ajout de la solution d'alcool, de sorte que l'homme du métier dispose d'un moyen technique conventionnel utilisé afin d'obtenir rapidement des cristaux complexes. L'étape (3) est un moyen technique conventionnel dans l'art qui consiste à ajouter de l'acide à partir d'un complexe de nickel (ammoniac) pour obtenir du chlorure de nickel. Par conséquent, sur la base de D1 combiné à des moyens techniques conventionnels de l'état de la technique, il aurait été évident pour l'homme du métier d'arriver à la solution technique de la revendication 1 sans l'exercice d'une activité inventive.

L'objet de la revendication 1 n'implique pas d'activité inventive conformément à l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

Les revendications 2-10 ne contiennent aucune caractéristique qui, en combinaison avec celles de l'une quelconque des revendications à laquelle elle se réfère, définisse un objet satisfaisant aux exigences concernant l'activité inventive au vu de D1 et D2, conformément à l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

3. Application industrielle

L'objet de la présente invention est susceptible d'application industrielle au sens de l'article 29 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13, parce qu'il présente une utilité déterminée, probante et crédible.