

## **Obtención de hidróxido de níquel(II) para baterías recargables a partir de soluciones acuosas multicomponentes: efecto de las condiciones de síntesis**

### **Obtaining nickel(II) hydroxide for rechargeable batteries from multi-component aqueous solutions: effect of synthesis conditions**

Deisy Cisneros-Sánchez<sup>1\*</sup>, Elvira Leyva-Navarro<sup>1</sup>, Luis A. García-Frómeta<sup>1</sup>, Neicis Capote-Flores<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Centro de Investigaciones del Níquel, Moa, Holguín, Cuba.

\*Autor para la correspondencia: [dcisneros@cil.moa.minem.cu](mailto:dcisneros@cil.moa.minem.cu)

---

#### **Resumen**

En las baterías recargables se utiliza ampliamente el hidróxido de níquel(II). Este compuesto puede ser obtenido a partir de la solución de sulfatos resultante de la lixiviación del sulfuro de níquel que se produce al procesar menas lateríticas mediante tecnología Caron. El propósito de este trabajo fue evaluar la influencia de las variables: temperatura, pH, concentración de reactivos e intensidad de agitación, en las características químico-físicas del hidróxido de níquel(II) obtenido por la vía antes descrita. Se empleó la coprecipitación química con hidróxidos de amonio y sodio y se caracterizó el hidróxido, determinando composición química, fases mineralógicas, densidad aparente, así como el área superficial específica. Las técnicas usadas fueron espectrofotometría de absorción atómica, difracción de rayos X y el método de adsorción con nitrógeno (BET). Se encontró que las variables evaluadas tienen un efecto similar a los resultados obtenidos con soluciones de níquel de alta pureza, y que influyen positivamente sobre el contenido de níquel en el hidróxido, el área superficial específica y la densidad aparente. Se obtiene como fase mineralógica principal beta hidróxido de níquel, con valores satisfactorios en las propiedades estudiadas, a excepción de la densidad aparente, para su posible uso en las baterías recargables.

**Palabras clave:** hidróxido de níquel; coprecipitación; proceso Caron; baterías recargables.

### **Abstract**

Nickel(II) hydroxide is used in rechargeable batteries. This compound can be obtained from the sulfate solution resulting from the leaching of nickel sulphide that is obtained by processing lateritic ores by using Caron technology. The purpose of this work is to evaluate the influence of the variables: temperature, concentration of reagents, pH and stirring intensity, on the chemical-physical characteristics of nickel (II) hydroxide obtained by the way previously described. The chemical co-precipitation with ammonium and sodium hydroxides was used and the hydroxide was characterized, determining the chemical composition, the apparent density, the mineralogical phases as well as the specific surface area. Atomic absorption spectrophotometry, X-ray diffraction and the nitrogen adsorption method (BET) were the used techniques. It was determined that the evaluated variables have an similar effect to the results obtained with high purity nickel solutions, and they positively influence the nickel content in the hydroxide, the apparent density, and the specific surface area; It is obtained beta nickel hydroxide as the main mineralogical phase with satisfactory values of the studied properties, except the apparent density, for possible use in rechargeable batteries.

**Keywords:** nickel(II) hydroxide; co-precipitation; Caron process; rechargeable batteries.

---

## **1. INTRODUCCIÓN**

El hidróxido de níquel(II) es un producto que se utiliza ampliamente en sistemas de almacenamiento de energía, entre los cuales pueden mencionarse las baterías recargables del tipo Ni-Fe, Ni-Zn, NiMH e ión litio (Chen *et al.* 1999; Sun *et al.* 2011; Chang *et al.* 2016).

Varios autores (Shin 1996; Benet *et al.* 2002; Fierro 2012) han reportado los requisitos de calidad del hidróxido de níquel(II) para su utilización en baterías recargables, algunos de los cuales se relacionan a continuación:

- Forma de partículas: Esféricas
- Fase mineralógica: Beta hidróxido de níquel
- Densidad aparente: 1 400 kg/m<sup>3</sup> a 1 700 kg/m<sup>3</sup>

- Densidad compactada: 1 800 kg/m<sup>3</sup> a 2 200 kg/m<sup>3</sup>
- Área superficial específica: 20 m<sup>2</sup>/g a 88 m<sup>2</sup>/g

Uno de los métodos más empleados para la producción de hidróxido de níquel(II) a escala comercial es la precipitación química que se realiza a partir de una solución de sulfato de este metal, con el uso de un ión donador de amonio e hidróxido de sodio (Shin 1996; Ito *et al.* 1999; Olbrich *et al.* 2009; Zhang *et al.* 2009).

Con frecuencia se utiliza la solución de sulfato de níquel porque los iones sulfato facilitan la precipitación y reducen la cantidad de impurezas absorbidas en la superficie de las partículas de hidróxido de níquel (Chen *et al.* 1999).

El proceso puede efectuarse mediante coprecipitación del níquel y otras especies metálicas tales como: cobalto, manganeso y zinc, empleando soluciones de alta pureza (Ito *et al.* 2009; Olbrich *et al.* 2009; Van Bommel y Dahn 2009).

El grado de coprecipitación y las características químicas y físicas del producto obtenido dependen de las condiciones de síntesis empleadas: temperatura, pH, régimen hidrodinámico, concentraciones de reactivos, entre otras.

El pH y el tiempo de envejecimiento suelen ser decisivos en la fase mineralógica del compuesto que se obtiene, pudiendo precipitar el hidróxido de níquel(II) en algunos de sus polimorfos más importantes (Freitas *et al.* 2007): alfa, de fórmula química  $3\text{Ni}(\text{OH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  y beta de fórmula  $\text{Ni}(\text{OH})_2$  (Kovalenko, Kotok y Bolotin 2016).

Se ha reportado, además, que la temperatura y la velocidad de agitación influyen en la forma de la superficie, el tamaño de partículas y la densidad compactada del hidróxido obtenido (Ito *et al.* 1999; Weiwei *et al.* 2015) y estas, a su vez, determinan el área superficial específica.

La concentración de amoníaco en el reactor tiene importante influencia en la cristalinidad, la forma y las densidades aparente y compactada del polvo resultante (Fierro *et al.* 2007; Fierro 2012). Con el amoníaco, se logra que la reacción de formación del hidróxido de níquel sea más lenta. Inicialmente se forma un complejo amoniacal de níquel, que luego se descompone gradualmente en la reacción con el hidróxido de sodio.

Las interrelaciones entre las condiciones de síntesis y las características de calidad descritas en los trabajos referidos anteriormente fueron obtenidas empleando reactivos y soluciones de alta pureza. El comportamiento con

otros materiales de menor pureza pudiera ser diferente, en dependencia de sus características específicas.

El uso de materiales generados en etapas intermedias o residuales de procesos metalúrgicos para obtener hidróxido de níquel para baterías recargables no está muy extendido, pero adquiere cada vez más importancia ante la necesidad de contar con materias primas más baratas y reducir el impacto medio ambiental de los procesos.

La composición química de estos materiales puede ser compleja, con altas concentraciones de impurezas, que pudieran modificar las interrelaciones entre las condiciones de síntesis y las características del producto, con potenciales perjuicios para desempeño electroquímico.

Varios estudios reportan la obtención de hidróxido de níquel a partir de soluciones residuales de procesos de electrólisis (Benet *et al.* 2002; Fierro 2012) y utilizando las soluciones generadas a partir de baterías y catalizadores gastados (Yang *et al.* 2016). En estos casos, se realizó la separación de las impurezas hasta los niveles requeridos y luego se aprovecharon métodos de síntesis ya establecidos, tales como la precipitación química a partir de soluciones de sulfato de níquel (II), con la utilización de un ión donador de amonio e hidróxido de sodio (Shin 1996; Ito *et al.* 1999; Nie, Ma y Xi 2014).

El producto obtenido como resultado de estos procesos tuvo un desempeño electroquímico comparable con los alcanzados a partir de materiales de alta pureza, pero las condiciones de síntesis de cada uno de ellos fueron ajustadas en dependencia de las características específicas del material de partida empleado.

Un tratamiento similar pudiera ser aplicado al sulfuro de níquel, obtenido en una etapa intermedia del proceso de lixiviación carbonato amoniacal de minerales lateríticos, realizado en la Fábrica Ernesto Che Guevara, ubicada en Moa, Cuba.

El referido sulfuro es secado y parcialmente oxidado, luego se lixivia a presión atmosférica hasta lograr una solución de sulfato de níquel(II), que contiene menores cantidades de cobalto, hierro, cobre, manganeso, calcio, magnesio y amoníaco.

La solución así obtenida fue empleada por Cisneros, Leyva y Capote (2015) para evaluar, de manera preliminar, la obtención de hidróxido de níquel, con vistas a su posible uso en la producción de baterías recargables. Se determinó la influencia de parámetros tales como: temperatura, tiempo y pH en la

eficiencia de precipitación de níquel, cobalto y manganeso, pero no se estableció la dependencia entre estos parámetros y las características físicas del hidróxido, de modo tal que permitiera seleccionar las relaciones más favorables para efectuar el proceso.

El presente trabajo tuvo el objetivo de evaluar el efecto de la temperatura, el pH, las concentraciones de reactivos y la agitación en algunas características físicas y químicas del hidróxido de níquel(II) obtenido mediante precipitación química, a partir de una solución de sulfato de níquel(II) que se produce durante la lixiviación del sulfuro de níquel resultante del procesamiento de minerales lateríticos con la tecnología Caron.

## 2. MATERIALES Y MÉTODOS

### 2.1. Materiales

Se emplearon soluciones de sulfato de níquel(II), generadas en la lixiviación del sulfuro de níquel de la Empresa Ernesto Che Guevara (Tabla 1), soluciones de hidróxido de amonio (25 %), hidróxido de sodio grado técnico (98 % de pureza). Se utilizó agua destilada para preparar las soluciones con las concentraciones previstas en el diseño de experimentos y para el lavado de las muestras de hidróxido de níquel(II).

Tabla 1. Composición química de las soluciones de sulfato de níquel(II), g/L

Concentración	Ni	Co	Fe	Cu	Mg	Mn	NH <sub>3</sub>
Baja	57,8	1,63	0,11	0,06	0,13	0,19	1,07
Media	94,5	2,67	0,18	0,10	0,25	0,31	1,75
Alta	127,0	3,59	0,24	0,14	0,30	0,41	2,36

### 2.2. Equipos

La instalación empleada para realizar las pruebas de obtención de hidróxido de níquel(II) estuvo compuesta por: un reactor de 8 L de capacidad, provisto de camisa de calentamiento, agitador de velocidad variable, termostato, medidor de pH y dos bombas peristálticas de flujo regulable.

Se utilizó el espectrofotómetro de absorción atómica (EAA), con llama y generador de hidruros, modelo SOLAR 929, UNYCAM, para la determinación de la composición química de los reactivos, materiales y productos obtenidos.

La identificación de las fases presentes en el producto precipitado se realizó por difracción de rayos x, a través del método de polvo en un difractor X'PERT3 de PANalytical con radiación de Cu y filtro de níquel.

Se empleó un equipo ASAP 2020 de la Micromeritics para el estudio de superficies, mediante la determinación de adsorción física (fisisorción) de nitrógeno por el método volumétrico. Se puntualizó la superficie específica por el método BET (Brunauer, Emmett y Teller).

### 2.3. Metodología

Se tomaron las cantidades especificadas de solución de sulfato de níquel y de hidróxido de amonio y se añadieron al reactor, regulando el flujo, de forma tal que se terminen de adicionar al mismo tiempo, formándose un complejo amoniacal de níquel. Tanto el complejo formado, como la solución de hidróxido de sodio, se añadieron continuamente al reactor usando bombas peristálticas, manteniendo constante el flujo del primero y variando el segundo en dependencia del pH. Una vez alcanzado el pH de trabajo se continuó agitando la mezcla durante el tiempo previsto para la prueba. La pulpa de hidróxido de níquel obtenida se filtró, separando el sólido (hidróxido de níquel) del licor remanente. Se lavó el hidróxido de níquel, utilizando agua destilada. El secado se realizó en estufa a 85 °C, durante 24 horas y el producto obtenido fue posteriormente molido en molino de bolas.

### 2.4. Programa de experimentos

Se planificó un diseño de experimentos factorial, de un cuarto de fracción, a dos niveles con seis variables y cinco réplicas en el nivel medio, para un total de 21 pruebas. Los rangos de estudio de cada parámetro del proceso de síntesis se establecieron tomando como referencia el estudio preliminar realizado por Cisneros, Leyva y Capote (2015).

Tabla 2. Variables y niveles del diseño de experimentos

Variable	Niveles		
	Mínimo	Máximo	Medio
Temperatura, °C	30	70	50
pH, u	9	13	11
Concentración de Ni, g/L	57 a 60	120 a 135	90 a 100
Concentración de NH <sub>3</sub> , g/L	185 a 190	235 a 250	210 a 220
Concentración de NaOH, g/L	220 a 230	250 a 270	235 a 240
Velocidad de agitación, rpm	265	500	382

Se mantuvieron constantes los siguientes parámetros, tomando en consideración las condiciones y resultados reportados por Cisneros, Leyva y Capote (2015).

<b>Parámetro</b>	<b>UM</b>	<b>Valor</b>
Tiempo:	min	100
Relación molar NH <sub>3</sub> /Ni	u	0,5

Se determinaron las siguientes propiedades químicas y físicas del hidróxido de níquel: composición química, fases mineralógicas presentes en el compuesto obtenido, área superficial específica, (ASE), por el método BET (ISO 18757: 2003) y densidad aparente, Da (ISO 23145-1(E) 2007).

El análisis estadístico de los resultados se realizó mediante el programa Statgraphics Centurion XV, con el cual se obtuvieron las ecuaciones de regresión que permitieron graficar el comportamiento de las diferentes características químicas y físicas del hidróxido ante los cambios en las condiciones de síntesis.

### 3. RESULTADOS

En la Tabla 3 y las Figuras 1 a 4 se muestran resultados obtenidos para los ensayos programados.

Tabla 3. Condiciones de precipitación y resultados

<b>Prueba</b>	<b>T</b>	<b>pH</b>	<b>cNi</b>	<b>cNH<sub>3</sub></b>	<b>cNaOH</b>	<b>Agit.</b>	<b>Ni</b>	<b>Da. 10<sup>3</sup></b>	<b>ASE</b>
No	°C	u	g/L	g/L	g/L	rpm	%	kg/m <sup>3</sup>	m <sup>2</sup> /g
1	30	13	57	185	260	500	59,13	0,83	134
2	30	9	57	235	220	500	55,19	0,76	32
3	70	13	135	185	260	265	59,10	(...)	114
4	50	11	96	210	240	382	54,61	0,87	76
5	30	9	57	185	220	265	46,77	0,93	(...)
6	70	9	57	185	260	265	57,99	0,18	81
7	70	13	57	185	220	500	60,65	1,16	58
8	30	13	135	185	220	265	53,86	0,77	125
9	50	11	96	210	240	382	54,21	1,03	81
10	70	9	135	235	220	265	55,33	0,40	88
11	30	13	57	235	220	265	51,10	0,88	98
12	50	11	96	210	240	382	53,76	0,69	78
13	70	13	135	235	220	500	55,52	1,01	56
14	30	9	135	235	220	265	57,83	0,66	52
15	50	11	96	210	240	382	51,40	0,87	65

Prueba	T	pH	cNi	cNH <sub>3</sub>	cNaOH	Agit.	Ni	Da. 10 <sup>3</sup>	ASE
16	70	9	57	235	220	500	55,90	0,18	87
17	70	9	135	185	220	500	55,21	0,43	87
18	30	9	135	185	220	500	56,21	0,55	32
19	30	13	135	235	220	500	51,34	0,72	83
20	50	11	96	210	240	382	53,66	0,85	81
21	70	13	57	235	220	265	55,94	0,77	127

T - temperatura; cNi- concentración de níquel; cNH<sub>3</sub>- concentración de hidróxido de amonio; cNaOH- concentración de hidróxido de sodio; Agit.- velocidad de agitación; Ni – contenido de níquel en el hidróxido; Da- densidad aparente; ASE- área superficial específica

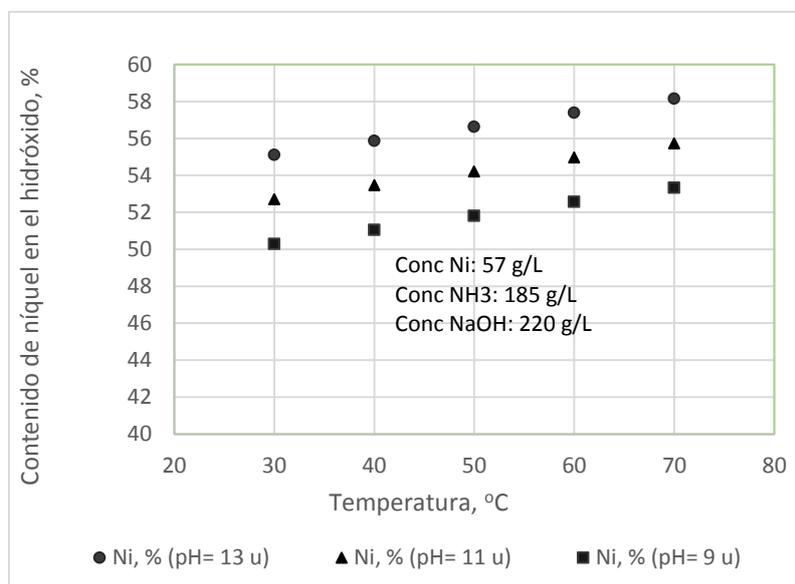


Figura 1a. Relación del pH y la temperatura con el contenido de níquel en el hidróxido.

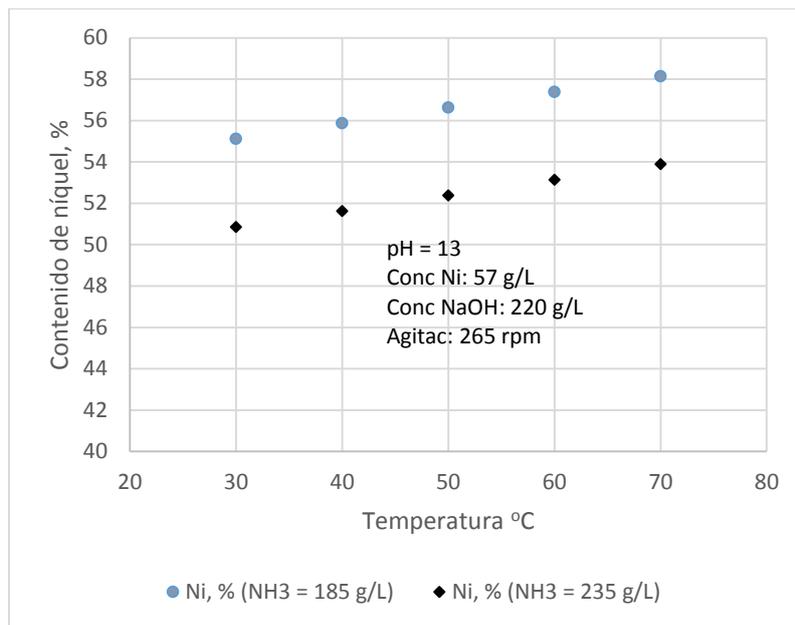


Figura 1b. Relación de la concentración de amoníaco y la temperatura con el contenido de níquel en el hidróxido

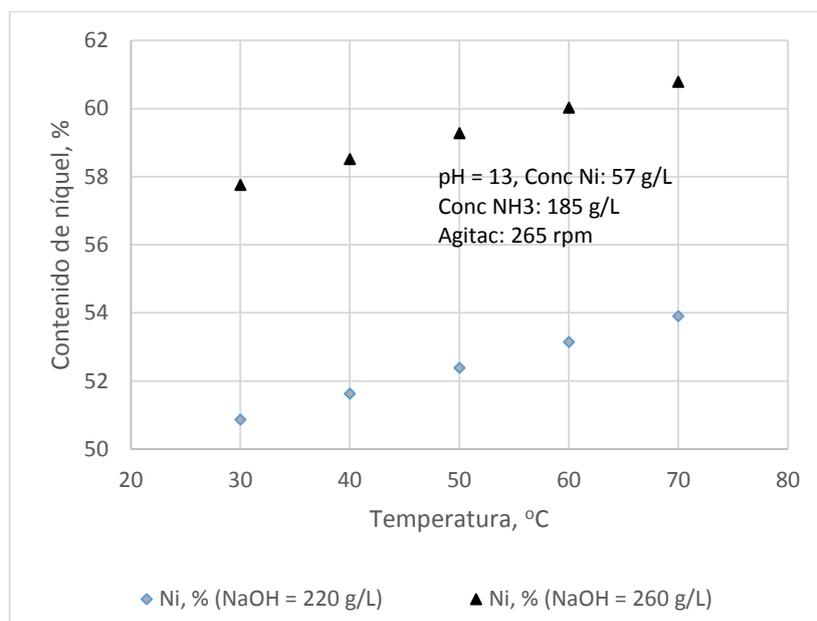


Figura 1c. Relación de la concentración de hidróxido de sodio y la temperatura con el contenido de níquel en el hidróxido

Tabla 4. Resultados del análisis de difracción por rayos X

Grupo	pH	Código Ref.	Nombre del Mineral	Nombre del Compuesto	Fórmula Química
I	11 y 13	00-014-0117	Theophrastite, syn	Nickel Hydroxide	Ni(OH) <sub>2</sub>
		01-079-0189	Nickelhexahydrate	Nickel Sulfate Hydrate	NiSO <sub>4</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>6</sub>
II	9	00-014-0117	Theophrastite, syn	Nickel Hydroxide	Ni (OH) <sub>2</sub>
		00-001-0403	Morenosite, syn	Nickel Sulfate Hydrate	NiSO <sub>4</sub> .7 H <sub>2</sub> O

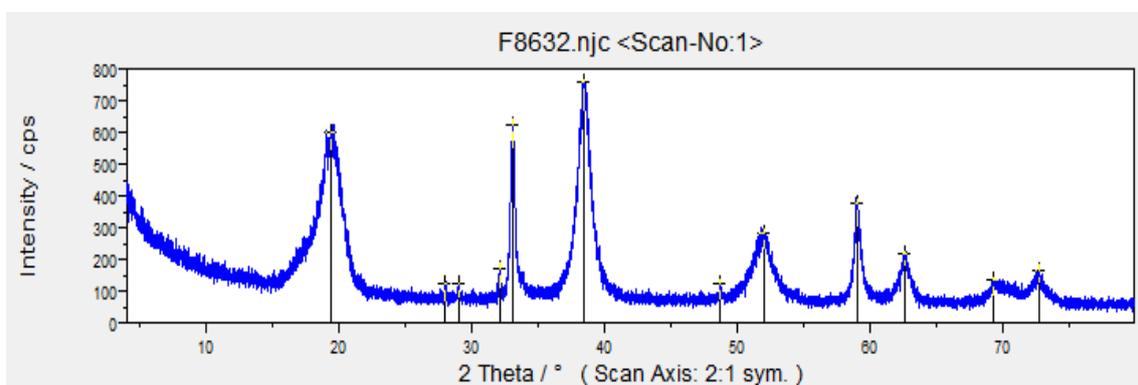


Figura 2 a. Difractograma de las muestras del grupo I

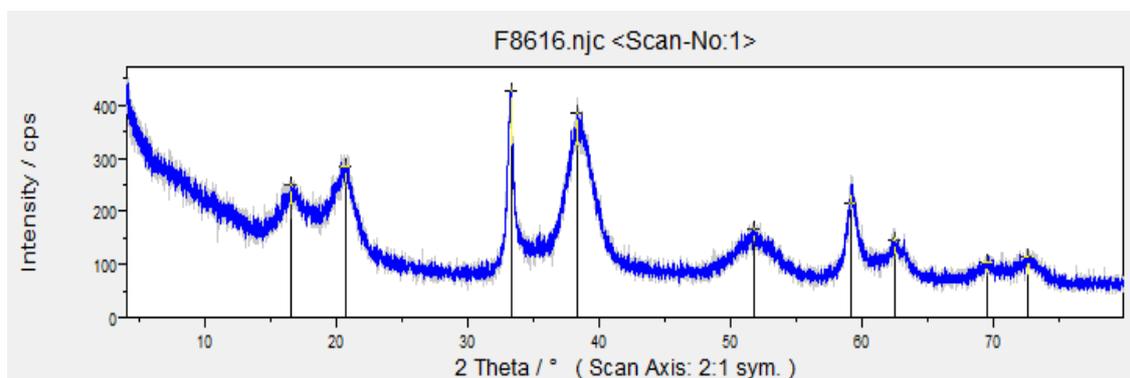


Figura 2 b. Difractograma de las muestras del grupo II.

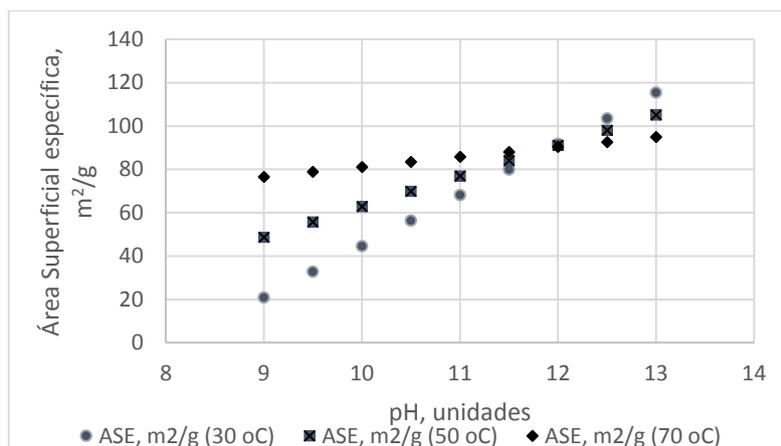


Figura 3. Comportamiento del área superficial específica a diferentes pH y temperaturas de síntesis (pH= 11 y 13).

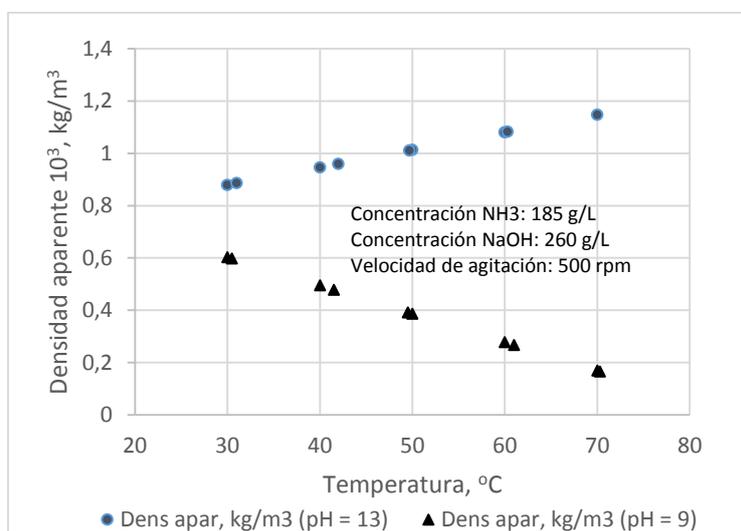


Figura 4. Comportamiento de la densidad aparente a diferentes pH y temperaturas de síntesis. (pH=9)

## 4. DISCUSIÓN

### 4.1. Composición química

Al analizar el comportamiento del contenido de níquel en el hidróxido para las diferentes condiciones de síntesis se pudo constatar que este se incrementó con el aumento de la temperatura, el pH y la concentración de hidróxido de sodio (Figura 1 a, b, y c). Para todos los valores de pH estudiados, el contenido de níquel fue mayor en el producto sintetizado a temperaturas superiores, obteniendo los máximos valores a pH igual a 13, lo que corrobora los resultados obtenidos por y demás colaboradores (2002) para soluciones de sulfato de níquel de alta pureza.

Cuando se trabajó con concentraciones más bajas de amoníaco se obtuvieron contenidos superiores de níquel en el hidróxido, confirmando que se reduce

la velocidad de formación del complejo amoniacal, lo que favorece la generación de hidróxido de níquel por la reacción entre el hidróxido de sodio y el níquel que no ha formado complejo.

La agitación y la concentración de níquel no tuvieron efecto significativo sobre el contenido de níquel en el hidróxido en los niveles estudiados.

#### **4.2. Análisis por difracción de rayos x (DRX)**

Los difractogramas del hidróxido obtenido en las pruebas muestran dos tipos bien definidos de comportamientos, el primero de ellos se ajusta al patrón característico de la teoprastita o beta hidróxido de níquel; el segundo grupo difiere del anterior por la presencia, además, de fases hidratadas de sulfato de níquel, como se muestra en la Figura 2.

Las diferencias esenciales de los dos comportamientos antes mencionados estuvieron vinculadas con el pH de precipitación: el primero de ellos correspondió a las pruebas realizadas con pH iguales a 11 y 13; el segundo grupo, a las pruebas realizadas con pH igual a 9.

Las principales fases detectadas se muestran en la Tabla 4. Se pudo constatar que solo en los niveles de pH igual a 11 y 13 se pudo obtener el polimorfo beta hidróxido de níquel, que es más estable para las baterías recargables.

#### **4.3. Área superficial específica (ASE)**

La Figura 3 muestra que con el incremento del pH de síntesis aumenta el área superficial específica, probablemente porque se acrecienta la velocidad de nucleación, debido al aumento de la sobresaturación producto de la reacción química, con la consiguiente reducción de la velocidad de crecimiento y del tamaño de las partículas (Song *et al.* 2002).

Se observó que, con el incremento de la temperatura, el cambio en el área superficial específica fue menor, obteniendo los valores más altos a 30 °C. En las pruebas realizadas a pH 13 y a temperaturas inferiores se alcanzaron los valores superiores, que fueron iguales o mayores que 100 m<sup>2</sup>/g. El resto de los resultados estuvo en un rango entre 20 m<sup>2</sup>/g y 88 m<sup>2</sup>/g, acorde con lo reportado por otros autores (Krynitz, Naumann y Olbrich 1995; Shin 1996; Cabañas 2012), para un hidróxido de níquel, útil para baterías recargables.

La velocidad de agitación y las concentraciones de níquel, amoníaco e hidróxido de sodio no tuvieron influencia significativa en los rangos evaluados. Se observó, además, que a pH 12 se obtuvo un mismo valor de área superficial específica, lo que puede atribuirse a un compromiso entre las velocidades de nucleación y crecimiento de las partículas.

En general, el área superficial específica mostró una tendencia al incremento con el aumento del pH de síntesis, atenuándose este efecto para los mayores valores de temperatura. A pH igual 12 se logró un hidróxido de níquel(II) con área superficial específica en el rango requerido para su empleo en baterías recargables, independientemente de la temperatura empleada.

#### **4.4. Densidad aparente**

Como se muestra en la Tabla 3, para las diferentes condiciones evaluadas se obtuvieron densidades aparentes entre  $0,18 \cdot 10^3$  y  $1,16 \cdot 10^3$  kg/m<sup>3</sup>, los cuales se encuentran por debajo del valor  $1,4 \cdot 10^3$  kg/m<sup>3</sup>, que es el mínimo requerido para el empleo del hidróxido de níquel en baterías recargables, según lo referido por varios autores (Shin 1996; Benet *et al.* 2002; Fierro 2012).

Al analizar la influencia de las diferentes condiciones de síntesis en la densidad aparente se constata que esta se favoreció con el incremento de la temperatura cuando se trabajó a pH 13, sin embargo, el comportamiento fue contrario cuando se trabajó a pH 9 (Figura 4). En este último caso, según los resultados del análisis de difracción por rayos x, el producto obtenido es una mezcla de hidróxido y sales hidratadas de níquel con menor densidad que el hidróxido, por lo que debe resultar una densidad final de partícula y aparente más pequeña. El mejor resultado se obtuvo en la prueba 7, realizada a 70 °C, pH 13 y velocidad de agitación igual a 500 rpm.

La densidad aparente está condicionada por el tamaño de partícula, distribución, forma, estructura y superficie reactiva. Un incremento en la irregularidad y la porosidad de los polvos disminuye la densidad. Polvos conformados por partículas esféricas son más densos (Milne 2015).

En este trabajo, los bajos valores de densidad aparente pudieran indicar la presencia de partículas de pequeño tamaño con formas irregulares, provocadas por la baja relación amoníaco/níquel empleada y/o insuficiente tiempo de residencia para la cristalización, por lo que será conveniente evaluar el efecto del incremento en estos dos parámetros sobre la densidad.

#### **5. CONCLUSIONES**

- Para el proceso de precipitación de hidróxido de níquel a partir de soluciones acuosas del sulfuro de níquel, generado en la lixiviación carbonato amoniacal de minerales lateríticos, la temperatura, el pH y la agitación tienen un efecto similar a los resultados obtenidos con soluciones de níquel de alta pureza, lo cual influye positivamente sobre el contenido de níquel en el hidróxido, el área superficial específica y la densidad aparente. Asimismo, se obtiene beta hidróxido de níquel como fase mineralógica principal, que muestra valores satisfactorios

en las propiedades estudiadas para su posible uso en las baterías recargables, a excepción de la densidad aparente.

## 6. AGRADECIMIENTOS

Este trabajo fue posible gracias al financiamiento otorgado por Fondo de Ciencia e Innovación Tecnológica, del Ministerio de Ciencia Tecnología y Medio Ambiente de Cuba y la fábrica de níquel Comandante Ernesto Che Guevara (Punta de Gorda), Moa, Cuba. Los autores también desean agradecer la colaboración de los Dr. C. José Falcón Hernández, Benigno Labrada Vázquez, así como al Ing. Julio Frades de la Noval y Lic. Jorge Miranda López, por su contribución en los aspectos relacionados con la revisión del documento, el diseño y análisis de experimentos, y los ensayos de densidad, respectivamente.

## 7. REFERENCIAS

- Benet, G. E.; Walker, C. T.; Fierro, C.; Fetcenko, M. A.; Sommers, B. y Zallen, A. 2002: U.S. Patent No. 6,444,363. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.
- Cabañas, S. 2012: *Síntesis asistida por ultrasonido de nanoestructuras de compuestos de níquel*. Tesis doctoral. Universidad Autónoma de Madrid.
- Chang, S.; Young, K. H.; Nei, J. y Fierro, C. 2016: Reviews on the US Patents regarding nickel/metal hydride batteries. *Batteries*, 2(2): 10.
- Chen, J.; Bradhurst, D. H.; Dou, S. X. y Liu, H. K. 1999: Nickel Hydroxide as an Active Material for the Positive Electrode in Rechargeable Alkaline Batteries. *Journal of The Electrochemical Society*, 146(10): 3606.
- Cisneros, D.; Leyva, E. y Capote, N. 2015: Obtención de hidróxido de níquel a escala de laboratorio. *Tecnología Química*, 35(3): 308-321.
- Fierro, C. 2012: Patente EP1323200 B1 Method of making a nickel hydroxide material.
- Fierro, C.; Fetcenko, M. A.; Young, K.; Ovshinsky, S. R.; Sommers, B. y Harrison, C. 2007: U.S. Patent No. 7,294,434. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.
- Freitas, M. B. J. G.; Silva, R. S.; Anjos, D. M.; Rozario, A. y Manoel, P. G. 2007: Effect of synthesis conditions on characteristics of the precursor material used in NiO·OH/Ni(OH)<sub>2</sub> electrodes of alkaline batteries. *Journal of power sources*, 165(2): 916-921.
- ISO 18757. 2003: Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Determination of specific surface area of ceramic powders by gas adsorption using the BET method.

- ISO 23145-1(E). 2007: Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Determination of bulk density of ceramic powders — Part 2. Suiza.
- Ito, H.; Usui, T.; Shimakawa, M. and Iida, T. 2009: Patente US 7 585 435 B2 High density cobalt-manganese coprecipitated nickel hydroxide and process for its production. Tanaka Chemical Corporation: Japan.
- Ito, T.; Tsuge, H.; Fujita, A. and Fukatani, M. 1999: Reactive crystallization of nickel hydroxide particles in continuous reactive crystallizer. In: 14th International Symposium on Industrial Crystallization. Warwickshire, UK: Institution of Chemical Engineers. ISBN 0 85295 424 7.
- Kovalenko, V.; Kotok, V. and Bolotin, A. 2016: Definition of factors influencing on Ni(OH)<sub>2</sub> electrochemical characteristics for supercapacitors. *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies*, 5-6(83): 17-22. ISSN 1729-3774.
- Krynitz, U.; Naumann, D. y Olbrich, A. 1995: U.S. Patent No. 5,391,265. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.
- Milne, R. 2015: *Recuperación pulvimetalúrgica de aleación de magnesio AZ91D con fines estructurales*. Proyecto Integrador. Universidad Nacional de Córdoba.
- Nie, Z. R.; Ma, L. W. y Xi, X. L. 2014: Complexation-precipitation metal separation method system and its application in secondary resources. *Rare Metals*, 33(4): 369-378.
- Olbrich, A.; Meese-Marktscheffel, J.; Stoller, V.; Erb, M.; Albrecht, S.; Gille, G.; ... y Jahn, M. 2009: U.S. Patent No. 7,563,431. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.
- Shin, D. Y. 1996: Patente US 5,498,403 Method for preparing high density nickel hydroxide used for alkali rechargeable batteries. Estados Unidos.
- Song, Q.; Tang, Z.; Guo, H. y Chan, S. L. I. 2002: Structural characteristics of nickel hydroxide synthesized by a chemical precipitation route under different pH values. *Journal of Power Sources*, 112(2): 428-434.
- Sun, Y. K.; Lee, B. R.; Noh, H. J.; Wu, H.; Myung, S. T. y Amine, K. 2011: A novel concentration-gradient Li (Ni 0.83 Co 0.07 Mn 0.10) O<sub>2</sub> cathode material for high-energy lithium-ion batteries. *Journal of Materials chemistry*, 21(27): 10108-10112.
- Van Bommel, A. and J. Dahn 2009: Synthesis of Spherical and Dense Particles of the Pure Hydroxide Phase Ni<sub>1/3</sub>Mn<sub>1/3</sub>Co<sub>1/3</sub>(OH)<sub>2</sub>. *Journal of the Electrochemical Society*, 156(5): A362-A365.
- Weiwei, E.; Cheng, J.; Yang, C. y Mao, Z. 2015: Experimental study by online measurement of the precipitation of nickel hydroxide: Effects of operating conditions. *Chinese Journal of Chemical Engineering*, 23(5): 860-867.

Yang, Y.; Huang, G.; Xie, M.; Xu, S. y He, Y. 2016: Synthesis and performance of spherical  $\text{LiNi}_x\text{Co}_y\text{Mn}_{1-x-y}\text{O}_2$  regenerated from nickel and cobalt scraps. *Hydrometallurgy*, 165: 358-369.

Zhang, W.; Jiang, W.; Yu, L.; Fu, Z.; Xia, W. y Yang, M. 2009: Effect of nickel hydroxide composition on the electrochemical performance of spherical Ni (OH) 2 positive materials for Ni-MH batteries. *International Journal of Hydrogen Energy*, 34(1): 473-480.

## **Información adicional**

### **Conflicto de intereses**

Los autores declaran que no existe ningún potencial conflicto de interés relacionado con el artículo.

### **Contribución de los autores**

DCS: Concepción del estudio, evaluación de resultados experimentales y de la caracterización física y química, redacción, revisión y aprobación de la versión final; ELN y LAGF: evaluación de resultados experimentales, revisión y aprobación de la versión final; NCF: Evaluación de los resultados de la caracterización química y mineralógica, revisión y aprobación de la versión final.

### **ORCID**

DCS, <https://orcid.org/0000-0001-8664-842X>

ELN, <https://orcid.org/0000-0003-1325-54199>

LAGF, <https://orcid.org/0000-0002-0361-5794>

NCF, <https://orcid.org/0000-0001-7820-241X>

Recibido: 09/11/2019

Aceptado: 09/01/2020