

Nota Técnica

**RESULTADOS PRELIMINARES SOBRE
ELECTRODEPOSICION DE COBALTO A NIVEL DE
LABORATORIO**

N. Cornejo

**FINES-GID, Centro Nuclear RACSO de Huarangal, IPEN
Apartado 1687, Lima - Perú.**

RESUMEN

Como parte del objetivo de la fabricación de una fuente radiactiva sellada, con vistas a la construcción de un prototipo de medidor de densidad /1/, se ha desarrollado un método de extracción y electrodeposición de Co a partir de un compuesto orgánico. Se realizaron pruebas preliminares de electrodeposición a nivel de laboratorio en una celda simple. El electrólito usado ha sido una solución de sulfato que fue obtenida por extracción de una solución orgánica. Se obtuvo una película de Co por electrodeposición a la temperatura de 55°C y con una concentración aproximada de cobalto en 70 g/lit.

INTRODUCCION

La fuente sellada de cobalto es muy usada en el control de procesos. Por ello, dada la necesidad de su uso para la medición de densidades /1/, se ha elaborado un procedimiento para la recuperación de cobalto a partir de un compuesto orgánico de nafteniato de cobalto.

Actualmente el cobalto es recuperado usando el método de lixiviación, extracción por solvente y electrodeposición de cobalto. Los extractantes promisorios de cobalto son el ácido carboxílico, ácido nafténico, ácido oleico y el ácido carboxílico fosfino.

En nuestro país no se produce cobalto, por lo que se ha tomado como fuente preliminar de este metal el naftato, compuesto orgánico utilizado como catalizador, en la técnica de plástico con fibra de vidrio. Para el presente estudio se ha tomado como base las condiciones y parámetros de proceso reportados por otros investigadores /2 y 3/. Su producción ayudaría a obtener una cantidad razonable de este metal.

El procedimiento consta de los siguientes pasos:

- i) extracción de cobalto del orgánico cargado con ácido sulfúrico en operaciones de mezcla-sedimentación,
- ii) precipitación de Co^{++} y Co^{+++} , con hidróxido de sodio,
- iii) disolución del precipitado de cobalto Co^{++} con ácido sulfúrico y reducción con agua oxigenada en el caso de Co^{+++} .
- iv) recuperación de cobalto por electrodeposición.

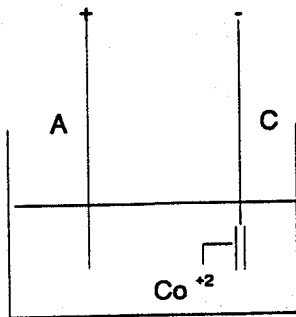
La deposición óptima de cobalto de electrólitos de sulfato requiere una extracción límite de sólo 1,2 g/lit de cobalto e incluye un electrólito de alimentación de 50 g/lit con aproximadamente 2 g/lit de ácido sulfúrico, 20 g/lit de sulfato de sodio y una temperatura de 50° a 60°C /1/ y /2/. Esto conduce a una eficiencia de corriente de 90% y un requerimiento de energía de 1,5 Kwh/lb Co.

EQUIPO EXPERIMENTAL Y PROCEDIMIENTO

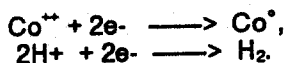
La extracción de cobalto del compuesto orgánico fue realizada en un recipiente de plástico. Después de la agitación, separación de fases y filtración, la fase acuosa fue utilizada para la obtención de sulfato de cobalto por precipitación con hidróxido de sodio y posterior disolución en ácido sulfúrico.

Las pruebas de electrodeposición fueron conducidas en un vaso de precipitación de 500 ml., con un solo cátodo, 10x20 mm. de acero inoxidable tratado con ácido fosfórico para facilitar la remoción del depósito metálico y un ánodo de plomo que contiene 5% de antimonio, de 25x10 mm. La distancia entre electrodos fué de 4 cm. (fig. 1). La solución cargada fue calentada a 55°C. Durante la prueba la agitación fue manual y el vaso se cubrió con luna de reloj para disminuir las pérdidas por evaporación.

El calentamiento auxiliar fue obtenido con un calentador eléctrico, el que se podía controlar la potencia eléctrica entregada. Los ánodos fueron removidos de la celda entre pruebas para su lavado. El pH del electrolito se ajustó con ácido sulfúrico.



En el cátodo (C):



En el ánodo (A):

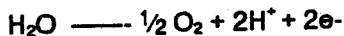


Fig. 1. Celda para la electrodeposición de cobalto.

Durante la electrodeposición, los iones de metal que son depositados resulta en la generación de ácido sulfúrico. Las condiciones iniciales para la electrodeposición fueron:

- i) electrólito de alimentación de aproximadamente 70 g/lit de cobalto, presente como sulfato de cobalto,
- ii) pH 5,0,
- iii) temperatura de 55°C,
- iv) densidad de corriente de 0,2 A/cm².

RESULTADOS Y DISCUSION

Preparación del sulfato de cobalto

La prueba de extracción consistió de la mezcla de naitenato de cobalto y ácido sulfúrico (al 15%) en una relación acuoso/orgánico de 1, conducida a temperatura ambiente 23°C, y un tiempo de contacto de 15 minutos.

La fase acuosa que contiene sulfato de cobalto arrastra parte de la solución orgánica degradada y puesto que el exceso de ácido utilizado disminuye la eficiencia de electrodeposición debido a la gran cantidad de hidrógeno involucrada, se procedió a precipitar los iones cobalto de la fase acuosa con hidróxido de sodio (al 10%). El precipitado obtenido de coloración azul tomó luego una coloración rosada a un exceso de reactivo.



Dicho precipitado fue filtrado y lavado con agua destilada, procediéndose luego a su disolución con ácido sulfúrico (al 15%), solución que fue utilizada como electrólito en la electrodeposición.

Electrodeposición de cobalto

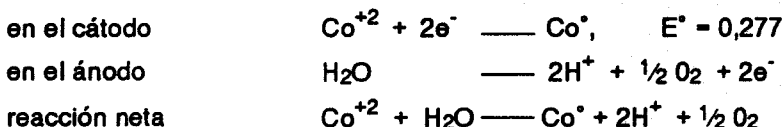
Concentración de cobalto

Investigadores reportan que a mayor concentración de cobalto en el electrólito mayor será la eficiencia de corriente, mientras que hay

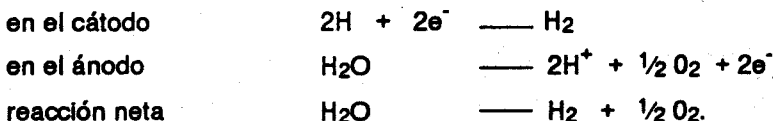
disminución del consumo de energía. Pero a altas concentraciones podría dar lugar a problemas en la formación del cristal o atrapamiento de fase orgánica durante el descargado en caso de recirculación del electrólito.

Extracción de cobalto y concentración del ión de hidrógeno

El efecto de la remoción de cobalto por electrodeposición está inherentemente asociado a la concentración del ión hidrógeno, debido a las reacciones electroquímicas que toma lugar, como sigue:



El potencial de electrodo requerido para descomponer los iones sulfato es mayor que para descomponer el agua; por consiguiente, la reacción de descomposición del sulfato no procede. Los iones hidrógeno generados por la reacción en el ánodo son más fácilmente reducidos en el cátodo que aquellos de cobalto y, a pesar de su concentración comparativamente baja, compite por ocurrir:



Esta reacción es simplemente la electrólisis del agua y es la causa de pérdida en la eficiencia de corriente para la deposición de cobalto. Puede verse que por desaparición de los iones hidrógeno en la reacción neta, la reacción no altera la concentración del ión hidrógeno, el cuál es dependiente de la deposición de cobalto. El ratio de corriente de reducción de hidrógeno a aquel de reducción de cobalto es linealmente relacionado a la concentración relativa de eq-gr de los iones hidrógeno. La fuerza de estos iones en el electrólito, o la acidez, es igual a los eq-gr del depósito de cobalto dividido por el volumen del electrólito, más la concentración inicial, y puede ser determinado por cálculo o, preferiblemente, por simple titulación.

La eficiencia de corriente varía inversamente con la extracción

debido al incremento en iones hidrógeno, más aún si consideramos la falta de circulación del electrólito y de realimentación en iones cobalto. De este modo la cantidad de energía eléctrica para la deposición se incrementa.

Densidad de corriente

El efecto de incrementar la densidad de corriente del cátodo, por supuesto con un correspondiente flujo del electrólito, es que la eficiencia de corriente se incrementa ligeramente, de este modo el consumo de energía se incrementa debido al incremento en el voltaje de celda de 3.5 a 5 voltios.

Temperatura

Resultados reportados muestran que a mayor temperatura (rango reportado 43°-85°C) la eficiencia de corriente se incrementa con una disminución del consumo de energía. Esta disminución del consumo de energía es debido a los efectos de temperatura y buffer en la solución, los que incrementa la conductividad del electrólito y disminuye la polarización del electrodo.

Aditivos al electrólito

Se usa el aditivo sulfato de sodio: (70 g/lit). El efecto beneficioso de la adición de esta sal comprende una disminución de la resistividad del conglomerado y un incremento en el pH lo suficiente para causar una reducción en la actividad de los iones hidrógeno, aumentando la eficiencia de corriente y ayudando a mantener la calidad del depósito, importante cuando sólo hay una agitación convectiva del baño. En los baños del plateado se piensa que permite densidades de corriente más altas con una mejor distribución de la corriente al deprimir la ionización de la solución de sulfato de cobalto. De este modo inhibe la formación de protuberancia y picos sobre el cátodo.

Otro aditivo es el ácido bórico: (35 g/lit). Según estudios este aditivo incrementa la polarización del cátodo y reduce la tensión en el metal depositado al prevenir la absorción de partículas coloidales que se forman en la región de pH alto cerca a la interfase. En general debido a su pH bajo (<2,0), si existe recirculación interna del electrólito, el uso de ácido bórico puede considerarse no necesario.

Electrodeposición de cobalto

La electrodeposición de cobalto fue realizado en una celda simple usando electrólito de sulfato de cobalto. El trabajo se realizó a 55°C. La concentración de cobalto fue aproximadamente 70 g/lt.

El blanco usando fue acero inoxidable 316, con insulador de resina plástica ubicado en los bordes del blanco para que el depósito de cobalto sea fácilmente removido. Los tiempos de electrodeposición fueron de hasta 3 h.

Una pequeña cantidad de óxido de cobalto trivalente hidratado insoluble es depositado sobre el ánodo. Esto aparece como un material negro moderadamente compacto que tiende a escamarse.

Debido al número limitado de pruebas en este estudio preliminar, no se ha establecido las tendencias de los resultados por las condiciones de operación, poca muestra, y a la interdependencia con la extracción por solventes. El óxido es esencialmente insoluble el electrólito y tuvo que ser removido periódicamente del fondo de la celda por operación de filtrado o por retención con los ánodos embolsados.

La lámina de cobalto es rígida y quebradiza, metal magnético de color gris acerado.

Tabla 1. Electrodeposición de cobalto

Cobalto en el electrólito,	g/lt	70
Temperatura de la celda,	°C	55
Espacio entre electrodos,	cm	4
Voltios,	V	4-4,5
Densidad de corriente,	Amp/cm ²	0,175-0,2
Duración de la prueba,	min	60-180
Eficiencia de corriente,	%	25-64
Agitación	manual	suave

CONCLUSIONES

Se pudo notar que la presencia de sulfato de sodio mejoró la calidad del depósito obtenido.

No se evaluaron los parámetros en este estudio preliminar, debido a la interdependencia con la extracción por solvente, poca cantidad de solución de cobalto y a la no cuantificación del contenido de cobalto en la solución ni en el producto.

BIBLIOGRAFIA

- [1] Sergio Benites, este informe.
- [2] R.E. Mussler. Electrowinning Nickel and Cobalt from Domestic Laterite Processing. Bureau of Mines, 1982, 20 pp.
- [3] L.R. Penner. Neodecanoil Acid as a Co^{+3} Solvent Extractant. Bureau of Mines, 1983, 10 pp.