

# LIM Wing Long

## Étude cinétique et caractérisation des produits de précipitation avec transformation de phase : application à la synthèse de l'hydroxyde de cobalt (II) $\beta$ .

---

### Résumé

La précipitation de l'hydroxyde de cobalt (II)  $\beta$  est réalisée par mélange d'une solution de sel de cobalt (II) et la soude dans un réacteur agité standard de 1 litre. Elle conduit à un précipité  $\alpha$  bleu (amorphe), qui se transforme en  $\beta$  rose (type brucite). Le précipité obtenu à 1 minute est caractérisé par sa vitesse de dissolution à pH 5. L'avancement de la transformation de phase est relié à la diminution du pH correspondant à l'échange des anions associés aux solides avec les ions hydroxyles libres, au cours de la transformation. Ceci valide un mécanisme de transformation du type dissolution-précipitation. La distribution granulométrique du précipité final à 100 minutes mesurée par DQEL, et recoupée avec les observations MEB, présente deux populations : germination initiale de  $\beta$ , et nucléation ultérieure qui perdure. Une investigation systématique a permis d'identifier les paramètres pertinents du procédé : nature de l'anion, force ionique, pH et température. Enfin, deux modèles cinétiques ont été développés pour représenter : avancement de la transformation, taille moyenne (modèle dissolution-croissance), et distribution granulométrique (modèle avec prise en compte de la nucléation de  $\beta$ ).

---

### Summary

Precipitation of cobalt (II) hydroxide is achieved by mixing cobalt (II) and NaOH solutions into an 1 liter standard stirred reactor. It leads to blue  $\alpha$  precipitate (amorphous), which transforms into pink precipitate (brucite type). The precipitate obtained at 1 minute is characterized by its dissolution rate at pH 5. The progress of the phase transformation is related to pH decrease due to the exchange between anions from solids and free hydroxyl ions throughout the phase transformation. It agrees with a mechanism through dissolution-reprecipitation. Particle size distribution measurements by means of QELS technique are confirmed by minutes presents two populations : an initial germination of  $\beta$  phase, and a subsequent continuing nucleation. A systematical investigation has allowed to identify relevant process parameters : type of anion, ionic strength, pH and temperature. Finally, two kinetic models have been developed to represent : phase transformation progress, mean size (dissolution-growth modelling), or size distribution (modelling taking nucleation of  $\beta$  phase into account).

---

**Mots-clés** : Cobalt (II) hydroxide, phase transformation, precipitation, hydroxyde de cobalt (II), transformation de phase, précipitation