



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 110195161 B

(45) 授权公告日 2021.02.12

---

(21) 申请号 201910496566.0	G22B 23/00 (2006.01)
(22) 申请日 2019.06.10	(56) 对比文件
(65) 同一申请的已公布的文献号 申请公布号 CN 110195161 A	CN 101631598 A, 2010.01.20 CN 104232902 A, 2014.12.24 CN 106916974 A, 2017.07.04 CN 109385531 A, 2019.02.26 KR 20080032057 A, 2008.04.14 CN 106884090 A, 2017.06.23 CN 101395288 A, 2009.03.25
(43) 申请公布日 2019.09.03	
(73) 专利权人 江西理工大学 地址 341000 江西省赣州市章贡区红旗大道86号	审查员 王天天
(72) 发明人 廖春发 谢岁 曾颜亮 邹耕 王旭 姜平国 焦芸芬	
(74) 专利代理机构 赣州凌云专利事务所 36116 代理人 曾上	
(51) Int. Cl. G22B 7/00 (2006.01) G22B 21/00 (2006.01)	

---

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称  
    从废铝基催化剂钠化焙烧水浸渣中回收Al、Co的方法

(57) 摘要  
    本发明涉及一种从废铝基催化剂钠化焙烧水浸渣中回收Al、Co的方法,将水浸渣中主要成分的有价金属Al、Co高效回收,降低废渣对环境造成的污染。本发明中水浸渣的反应温度由现行的1000-1200℃降低至150-200℃,降温显著,实现了铝的低温回收,大幅降低了能耗;反应介质氢氧化钠实现循环利用,减少了废水排放;设备要求低,无须高压设备,投资少;在低温下实现了CoMoO<sub>4</sub>尖晶石结构的破坏,进而有效地促进了后续元素Co的浸出回收,Al和Co的浸出率最高可达95%以上。

1. 一种从废铝基催化剂钠化焙烧水浸渣中回收Al、Co的方法,其特征是,包括以下步骤:

步骤1,研磨水浸渣原料;

步骤2,将氢氧化钠溶液加入至常压反应釜中,氢氧化钠溶液质量浓度为70-90%,并升温至150-200℃;

步骤3,将步骤1研磨好的水浸渣原料加入至步骤2中的反应釜中,碱矿比为2-5,保持温度在150-200℃范围,并在不断搅拌下进行亚熔盐浸出反应;

步骤4,将步骤3中所得的反应产物进行稀释、液固分离,得含钴浸出渣及含铝浸出液;

步骤5,将步骤4中的含钴浸出渣用硫酸浸出、液固分离,得残渣和含钴浸出液,残渣返回步骤3的亚熔盐浸出反应;

所述水浸渣原料质量成分如下:Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>为77.86%、CoO为2.51%、Na<sub>2</sub>O为2.06%、MgO为1.39%、SiO<sub>2</sub>为1.30%、FeO为0.87%、MoO<sub>3</sub>为0.78%、其它为13.23%。

2. 根据权利要求1所述的一种从废铝基催化剂钠化焙烧水浸渣中回收Al、Co的方法,其特征是:步骤1中的水浸渣原料研磨至200目以上。

3. 根据权利要求1所述的一种从废铝基催化剂钠化焙烧水浸渣中回收Al、Co的方法,其特征是:步骤3中搅拌速度为600-800r/min,反应时间为30-180min。

4. 根据权利要求1所述的一种从废铝基催化剂钠化焙烧水浸渣中回收Al、Co的方法,其特征是:步骤5中硫酸浓度为2-4mol/L,液固比8-10:1,温度为80℃,浸出时间为30-150min,搅拌速度为100-500r/min。

5. 根据权利要求1所述的一种从废铝基催化剂钠化焙烧水浸渣中回收Al、Co的方法,其特征是,具体实施步骤:

步骤1,将水浸渣原料研磨至200目以上;

步骤2,将质量浓度为80%的氢氧化钠溶液加入常压反应釜中,并加热至190℃;

步骤3,将步骤1研磨好的水浸渣原料加入至步骤2的反应釜中,碱矿比为4,开启电动搅拌器,在600r/min的搅拌速度、恒温搅拌1.5h的条件下进行亚熔盐浸出反应;

步骤4,将步骤3所得的反应产物用水进行稀释、液固分离,得含钴浸出渣和含铝浸出液,铝浸出率为92.28%;含铝浸出液经过结晶析出,得结晶母液和粗铝酸钠结晶,结晶母液返回亚熔盐浸出反应中,粗铝酸钠结晶经过重溶、种分得氢氧化铝产品;

步骤5,将步骤4中的含钴浸出渣加入到浓度为2mol/L的硫酸溶液中,在液固比9:1,温度为80℃,200r/min的条件下浸出2h后进行液固分离,得残渣和含钴浸出液,残渣返回亚熔盐浸出反应,钴的浸出率高达95.7%,含钴浸出液经过水解除铁、净化除杂得硫酸钴盐和氧化钴产品。

## 从废铝基催化剂钠化焙烧水浸渣中回收Al、Co的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种从废铝基催化剂钠化焙烧水浸渣中回收Al、Co的方法,将水浸渣中主要成分的有价金属Al、Co高效回收,降低废渣对环境造成的污染。

### 背景技术

[0002] 钠化焙烧-水浸技术是现行应用最广的废催化剂回收方法,该方法是将废催化剂与碳酸钠混合,放入回转窑中在600-900℃下焙烧,焙烧产物经过水浸溶解,使焙烧过程生成的可溶性的钼酸盐、钒酸盐而使钼、钒等进入溶液中,铝、钴等有价金属留在水浸渣中。铝、钴不溶是因为600-900℃温度下钠化焙烧废催化剂中的钴和铝容易形成铝酸钴。铝酸钴是具有尖晶石结构的稳定化合物,常规酸浸、碱浸,铝、钴浸出率较低,采用湿法方法钴、铝难以回收。若要通过钠化焙烧法实现Al的回收,则需将焙烧温度提升至1000-1200℃,碳酸钠才能和氧化铝较好的形成可溶性的铝酸钠,这样不仅增加了能耗,而且钴仍然没有得到回收,所得水浸渣中因含有钴等重金属元素,被国家列为危废物料。目前,处理废催化剂生产企业所得含钴水浸渣中只能建危废渣场进行堆放,其并非长久之计。

[0003] 因此,如何将低温条件下钠化焙烧后经水浸得到的水浸渣中铝、钴高效回收,化废渣为资源,同时解决钴等重金属污染问题是亟待解决的技术难题。亚熔盐法具有反应活性大、高沸点、低蒸气压等特点,可破坏铝酸钴的结构,实现在常压下对铝的高效浸出,并实现对钴的高效回收。

### 发明内容

[0004] 本发明的目的是提供一种从废铝基催化剂钠化焙烧水浸渣中回收Al、Co的方法,通过在较低温度的焙烧,再从水浸渣中高效回收Al、Co,最大限度地回收水浸渣中的有价金属。

[0005] 本发明包括以下步骤:

[0006] 步骤1,研磨水浸渣原料;

[0007] 步骤2,将氢氧化钠溶液加入至常压反应釜中,并加热至150-200℃;

[0008] 步骤3,将步骤1研磨好的水浸渣原料加入至步骤2中的反应釜中,碱矿比为2-5,保持温度在150-200℃范围,并在不断搅拌下进行亚熔盐浸出反应;

[0009] 步骤4,将步骤3中所得的反应产物进行稀释、液固分离,得含钴浸出渣及含铝浸出液;

[0010] 步骤5,将步骤4中的含钴残渣用硫酸浸出、液固分离,得残渣和含钴浸出液,残渣返回亚熔盐浸出反应;

[0011] 步骤1中的水浸渣原料研磨至200目以上。

[0012] 步骤2中氢氧化钠溶液质量浓度为70-90%,浸出温度为150-200℃。

[0013] 步骤3中搅拌速度为600-800r/min,反应时间为30-180min,碱矿比为2-5。

[0014] 步骤5中硫酸浓度为2-4mol/L,液固比8-10:1,温度为80℃,浸出时间为30-

150min, 搅拌速度为100-500r/min。

[0015] 本发明中水浸渣的反应温度由现行的1000-1200℃降低至150-200℃, 降温显著, 实现了铝的低温回收, 大幅降低了能耗; 反应介质氢氧化钠实现循环利用, 减少了废水排放; 设备要求低, 无须高压设备, 投资少; 在低温下实现了CoMoO<sub>4</sub>尖晶石结构的破坏, 进而有效地促进了后续元素Co的浸出回收, Al和Co的浸出率最高可达95%以上。

### 具体实施方式

[0016] 下面结合具体实施例对本发明作进一步的详细说明。

[0017] 原料成分如下表1所示:

[0018] 表1水浸渣原料成分表

名称	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CoO	Na <sub>2</sub> O	MgO	SiO <sub>2</sub>	FeO	MoO <sub>3</sub>	其他	合计
含量/%	77.86	2.51	2.06	1.39	1.30	0.87	0.78	13.23	100

[0020] 实施例1:

[0021] 步骤1, 将原料研磨至200目以上。

[0022] 步骤2, 将质量浓度为75%的氢氧化钠溶液加入常压反应釜中, 加热至150℃。

[0023] 步骤3, 将步骤1中的原料加入步骤2的反应釜中, 其碱矿比为3 (溶液中NaOH质量: 原料质量=3)。开启电动搅拌器, 在600r/min的搅拌速度、恒温搅拌2h的条件下进行亚熔盐浸出反应。

[0024] 步骤4, 将步骤3所得的反应产物进行稀释、液固分离, 得含钴浸出渣和含铝浸出液, 铝浸出率为74.02%, 含铝浸出液可经过结晶析出, 得结晶母液和粗铝酸钠结晶, 结晶母液可返回亚熔盐浸出反应中, 粗铝酸钠结晶经过重溶、种分可得各种氢氧化铝产品;

[0025] 步骤5, 将步骤4中的含钴浸出渣加入到2mol/L的硫酸溶液中, 在液固比8-10:1, 温度为80℃, 200r/min的条件下浸出2h后进行液固分离, 得残渣和含钴浸出液, 钴的浸出率为64.6%, 残渣返回亚熔盐浸出反应, 含钴浸出液经过水解除铁、净化除杂可得硫酸钴钴盐和氧化钴产品;

[0026] 实施例2:

[0027] 步骤1, 将水浸渣原料研磨至200目以上;

[0028] 步骤2, 将质量浓度为80%的氢氧化钠溶液加入常压反应釜中, 并加热至190℃;

[0029] 步骤3, 将步骤1研磨好的水浸渣原料加入至步骤2的反应釜中, 碱矿比为4, 开启电动搅拌器, 在600r/min的搅拌速度、恒温搅拌1.5h的条件下进行亚熔盐浸出反应;

[0030] 步骤4, 将步骤3所得的反应产物用水进行稀释、液固分离, 得含钴浸出渣和含铝浸出液, 铝浸出率为92.28%, 含铝浸出液可经过结晶析出, 得结晶母液和粗铝酸钠结晶, 结晶母液可返回亚熔盐浸出反应中, 粗铝酸钠结晶经过重溶、种分可得各种氢氧化铝产品;

[0031] 步骤5, 将步骤4中的含钴浸出渣加入到2mol/L的硫酸溶液中, 在液固比9:1, 温度为80℃, 200r/min的条件下浸出2h后进行液固分离, 得残渣和含钴浸出液, 钴的浸出率为95.7%, 残渣返回亚熔盐浸出反应, 含钴浸出液经过水解除铁、净化除杂可得硫酸钴钴盐和氧化钴产品;

[0032] 实施例3:

[0033] 步骤1, 将原料研磨至200目以上。

[0034] 步骤2,将质量浓度为85%的氢氧化钠溶液加入常压反应釜中,加热至180℃。

[0035] 步骤3,将步骤1研磨好的水浸渣原料加入至步骤2的反应釜中,碱矿比为5。开启电动搅拌器,在600r/min的搅拌速度、恒温搅拌2h的条件下进行亚熔盐浸出反应。

[0036] 步骤4,将步骤3所得的反应产物进行稀释、液固分离,得含钴浸出渣和含铝浸出液,铝浸出率为93.80%,含铝浸出液可经过结晶析出,得结晶母液和粗铝酸钠结晶,结晶母液可返回亚熔盐浸出反应中,粗铝酸钠结晶经过重溶、种分可得各种氢氧化铝产品;

[0037] 步骤5,将步骤4中的含钴浸出渣加入到2mol/L的硫酸溶液中,在液固比8-10:1,温度为80℃,200r/min的条件下浸出2h后进行液固分离。得残渣和含钴浸出液,钴的浸出率为94.4%,残渣返回亚熔盐浸出反应,含钴浸出液经过水解除铁、净化除杂可得硫酸钴钴盐和氧化钴产品;

[0038] 实施例4:

[0039] 步骤1,将原料研磨至200目以上。

[0040] 步骤2,将质量浓度为90%的氢氧化钠溶液加入常压反应釜中,加热至170℃。

[0041] 步骤3,将步骤1研磨好的水浸渣原料加入至步骤2的反应釜中,碱矿比为4,5。开启电动搅拌器,在600r/min的搅拌速度、恒温搅拌2.5h的条件下进行亚熔盐浸出反应。

[0042] 步骤4,将步骤3所得的反应产物进行稀释、液固分离,得含钴浸出渣和含铝浸出液,铝浸出率为95.5%,含铝浸出液可经过结晶析出,得结晶母液和粗铝酸钠结晶,结晶母液可返回亚熔盐浸出反应中,粗铝酸钠结晶经过重溶、种分可得各种氢氧化铝产品;

[0043] 步骤5,将步骤4中的含钴浸出渣加入到2mol/L的硫酸溶液中,在液固比8-10:1,温度为80℃,200r/min的条件下浸出2h后进行液固分离。得残渣和含钴浸出液,钴的浸出率为93.3%,残渣返回亚熔盐浸出反应,含钴浸出液经过水解除铁、净化除杂可得硫酸钴钴盐和氧化钴产品。

[0044] 实施例5:

[0045] 步骤1,将原料研磨至200目以上。

[0046] 步骤2,将质量浓度为80%的氢氧化钠溶液加入常压反应釜中,加热至160℃。

[0047] 步骤3,将步骤1研磨好的水浸渣原料加入至步骤2的反应釜中,碱矿比为3.8。开启电动搅拌器,在600r/min的搅拌速度、恒温搅拌2h的条件下进行亚熔盐浸出反应。

[0048] 步骤4,将步骤3所得的反应产物进行稀释、液固分离,得含钴浸出渣和含铝浸出液,铝浸出率为79.88%,含铝浸出液可经过结晶析出,得结晶母液和粗铝酸钠结晶,结晶母液可返回亚熔盐浸出反应中,粗铝酸钠结晶经过重溶、种分可得各种氢氧化铝产品;

[0049] 步骤5,将步骤4中的含钴浸出渣加入到2mol/L的硫酸溶液中,在液固比8-10:1,温度为80℃,200r/min的条件下浸出1h后进行液固分离,得残渣和含钴浸出液,钴的浸出率为88.52%,残渣返回亚熔盐浸出反应,含钴浸出液经过水解除铁、净化除杂可得硫酸钴钴盐和氧化钴产品。