



(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<br>申请公布号 CN 110195161 A                    | CN 101631598 A, 2010.01.20<br>CN 104232902 A, 2014.12.24<br>CN 106916974 A, 2017.07.04<br>CN 109385531 A, 2019.02.26<br>KR 20080032057 A, 2008.04.14<br>CN 106884090 A, 2017.06.23<br>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<br>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<br>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<br>代理人 曾上                        |  |
| (51) Int. Cl.<br>G22B 7/00 (2006.01)<br>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%,并加温至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,开启电动搅拌机,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。