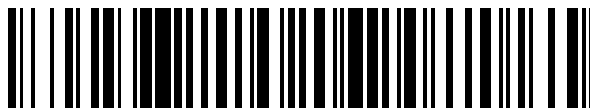


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 956 183**

21 Número de solicitud: 202390131

51 Int. Cl.:

C22B 23/00 (2006.01)

C22B 21/00 (2006.01)

C22B 7/00 (2006.01)

H01M 10/54 (2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A2

22 Fecha de presentación:

12.05.2022

30 Prioridad:

31.08.2021 CN 202111013492

43 Fecha de publicación de la solicitud:

14.12.2023

71 Solicitantes:

**GUANGDONG BRUNP RECYCLING
TECHNOLOGY CO., LTD. (60.0%)**

**No. 6 Zhixin Avenue, Leping Town, Sanshui
District**

528137 Foshan Guangdong CN;

**HUNAN BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO.,
LTD. (35.0%) y**

HUNAN BRUNP EV RECYCLING CO., LTD. (5.0%)

72 Inventor/es:

YU, Haijun;

ZHONG, Yingsheng;

LI, Aixia;

XIE, Yinghao;

ZHANG, Xuemei y

LI, Changdong

74 Agente/Representante:

ARIAS SANZ, Juan

54 Título: **MÉTODO PARA RECUPERAR NÍQUEL A PARTIR DE ESCORIA DE HIERRO-ALUMINIO
OBTENIDA MEDIANTE LIXIVIACIÓN DE POLVO DE BATERÍA**

57 Resumen:

Método para recuperar níquel a partir de escoria de hierro-aluminio obtenida mediante lixiviación de polvo de batería.

En la presente invención se da a conocer un método para recuperar níquel a partir de escoria de hierro-aluminio obtenida mediante lixiviación de polvo de batería. El método comprende las siguientes etapas: añadir una disolución de ácido sulfúrico a una escoria de hierro-aluminio para disolverla, para obtener una disolución de sulfato; después añadir un agente oxidante; añadir agua amoniacal y carbonato a la disolución de sulfato oxidada; ajustar el pH a 1,0-3,2 para la reacción; separar hidróxido férrico para precipitar para obtener una disolución con hierro retirado; añadir carbonato a la disolución con hierro retirado, ajustar el pH a 3,2-5,5 para la reacción; separar hidróxido de aluminio para precipitar para obtener una disolución con aluminio retirado; añadir agua amoniacal a la disolución con aluminio retirado, ajustar el pH a 7,0-8,8 para la reacción; lavar y retirar impurezas para obtener un complejo de níquel; añadir un agente oxidante al complejo de níquel para romper el complejo, para obtener una disolución que contiene níquel. Por medio del presente método, se logra de manera eficiente una separación eficiente de hierro, aluminio y níquel en la escoria de hierro-aluminio, se mejora el efecto de separación de hierro, aluminio y níquel, se reduce la pérdida de níquel y se mejora la tasa de recuperación de níquel.

ES 2 956 183 A2

DESCRIPCIÓN

Método para recuperar níquel a partir de escoria de hierro-aluminio obtenida mediante lixiviación de polvo de batería

5

Campo

La invención pertenece al campo técnico de la recuperación de recursos de baterías de desecho, específicamente a un método para recuperar níquel en residuo de hierro-aluminio obtenido mediante lixiviación de polvo de batería.

10

Antecedentes

En este momento, la tecnología de reciclaje convencional para baterías de energía de desecho es una combinación de métodos por fuego-en húmedo. Las etapas técnicas comprenden: (1) dismantelar y descargar las baterías de energía de desecho; (2) pirólisis en seco; (3) trituración y tamizado; (4) realizar lixiviación en polvo de electrodo con ácido; (5) retirar cobre, hierro y aluminio; (6) extracción y separación de múltiples etapas; (7) añadir álcali para envejecimiento; (8) sintetizar material de cátodo. Las etapas anteriores (1)-(8) se usan para reciclar productos tales como níquel, cobalto, manganeso y litio a partir de baterías de energía de desecho, así como subproductos tales como aluminio, cobre, hierro y grafito.

15

20

El níquel metálico es el elemento clave del material de cátodo en baterías de litio, especialmente en baterías de energía. Cuanto mayor es el contenido de níquel, mejor es la estabilidad de descarga de ciclo y mayor es la densidad de energía. Por tanto, el desarrollo de baterías de energía de alto contenido de níquel es el método convencional del desarrollo de baterías de energía actuales, tal como batería de energía de tipo 622 ($\text{LiNi}_{0.6}\text{Co}_{0.2}\text{Mn}_{0.2}\text{O}_2$), batería de energía de tipo 811 ($\text{LiNi}_{0.8}\text{Co}_{0.1}\text{Mn}_{0.1}\text{O}_2$).

25

30

En las etapas de recuperación existentes, queda una proporción considerable de níquel en el residuo de hierro-aluminio obtenido tras retirar cobre, hierro y aluminio, lo cual provoca la pérdida de níquel metálico y reduce la tasa de recuperación de níquel.

Sumario

La presente invención tiene como objetivo resolver al menos uno de los problemas técnicos existentes en la técnica anterior mencionada anteriormente. Por este motivo, la presente invención propone un método para recuperar níquel a partir de residuo de hierro-aluminio obtenido mediante lixiviación de polvo de batería.

5

Según un aspecto de la presente invención, se propone un método para recuperar níquel a partir de residuo de hierro-aluminio obtenido mediante lixiviación de polvo de batería, que comprende las siguientes etapas:

10 S1: añadir disolución de ácido sulfúrico al residuo de hierro-aluminio para disolver el mismo para obtener una disolución de sulfato, después añadir un agente oxidante;

S2: añadir agua amoniacal y carbonato a la disolución de sulfato oxidada, ajustar el pH a 1,0-3,2 para la reacción y separar precipitado de hidróxido de hierro para obtener líquido
15 con hierro retirado;

S3: añadir carbonato al líquido con hierro retirado, ajustar el pH a 3,2-5,5 para la reacción y separar precipitado de hidróxido de aluminio para obtener líquido con aluminio retirado;

20 S4: añadir agua amoniacal al líquido con aluminio retirado, ajustar el pH a 7,0-8,8 para la reacción y obtener complejo de níquel después de lavar y retirar impurezas;

S5: añadir un agente oxidante al complejo de níquel para romper la complejación para obtener una disolución que contiene níquel. La disolución que contiene níquel comprende
25 sulfato de níquel y sulfato de sodio.

En algunas realizaciones de la presente invención, en la etapa S1, el agente oxidante es peróxido de hidrógeno; preferiblemente, la relación en volumen de la disolución de sulfato con respecto al peróxido de hidrógeno es de 1:(0,01-0,5), y el porcentaje en masa del
30 peróxido de hidrógeno es del 1- 35%.

En algunas realizaciones de la presente invención, en la etapa S1, la concentración de la disolución de ácido sulfúrico es de 0,01-8 mol/l, y la relación de sólido-líquido del residuo de hierro-aluminio con respecto a la disolución de ácido sulfúrico es de 1:(6-15) kg/l.

35

En algunas realizaciones de la presente invención, en la etapa S2, la relación molar de

Fe^{3+} y CO_3^{2-} en el sistema de reacción es de 1:(1-8), más preferiblemente 1:(1-3).

En algunas realizaciones de la presente invención, en la etapa S2, la relación de cantidad molar de elemento de níquel con respecto a NH_3 en el sistema de reacción es de 1:(1-10).

5

En algunas realizaciones de la presente invención, en la etapa S3, la relación molar de Al^{3+} y CO_3^{2-} en el sistema de reacción es de 10:(5-50), más preferiblemente 10:(5-30).

En algunas realizaciones preferidas de la presente invención, en la etapa S3, el pH se ajusta a 3,5-4,2.

10

En algunas realizaciones preferidas de la presente invención, en la etapa S4, el pH se ajusta a 7,5-8,1.

En algunas realizaciones de la presente invención, en la etapa S4, la razón de cantidad molar de elemento de níquel con respecto a NH_3 en el sistema de reacción es de 1:(4-20).

15

En algunas realizaciones de la presente invención, en la etapa S2 y/o la etapa S4, la concentración de agua amoniacal es de 0,1-5 mol/l.

20

En algunas realizaciones de la presente invención, en la etapa S2 y/o la etapa S3, el carbonato es uno o más de carbonato de amonio, carbonato de sodio o bicarbonato de sodio; preferiblemente, la concentración del carbonato es de 0,01-5 mol/l.

En algunas realizaciones de la presente invención, en la etapa S5, el agente oxidante es uno o dos de peróxido de hidrógeno o hipoclorito de sodio.

25

En algunas realizaciones de la presente invención, en la etapa S5, el complejo de níquel se somete además a tratamiento con luz ultravioleta cuando se rompe la complejación. Se usa luz ultravioleta para potenciar la oxidación y romper la complejación, fomentar la producción de más radicales libres de -OH para reforzar la capacidad de degradación del agente oxidante, acelerar la formación de sulfato de níquel y no arrastrará de nuevo impurezas.

30

En algunas realizaciones de la presente invención, la etapa S5 comprende además: añadir hidróxido de sodio a la disolución que contiene níquel para ajustar el pH a 7,0-8,0, realizar

35

una separación de sólido-líquido para obtener precipitado de hidróxido de níquel y disolución de sulfato de sodio, evaporar la disolución de sulfato de sodio para obtener sulfato de sodio bruto. Preferiblemente, se añade hidróxido de sodio para ajustar el pH a 7,0-7,5.

5

Según una realización preferida de la presente invención, tiene al menos los siguientes efectos beneficiosos:

1. La presente invención mejora el efecto de separación de hierro, aluminio y níquel y aumenta la tasa de recuperación de níquel mediante el uso sinérgico de agente complejante y precipitante. El inventor ha encontrado que, aunque la adición directa de amoníaco y/o otros álcalis a la disolución de sulfato obtenida a partir de la disolución de residuo de hierro y aluminio puede separar hierro, aluminio y níquel en forma de precipitado de hidróxido, pero teniendo en cuenta que la hidrólisis de hierro y aluminio produce coloide de hidróxido de hierro y aluminio, que absorberá una gran cantidad de iones de níquel y el coloide no se separará de la disolución de manera evidente, esto conducirá a un alto contenido de níquel en el coloide de hierro y aluminio recuperado, baja recuperación de níquel y mal efecto de separación entre coloide de hidróxido de hierro y aluminio y la disolución de fase superior. Por tanto, los inventores han usado la capacidad de la molécula de amoníaco (NH_3) para complejar níquel, que es más fuerte que la capacidad de CO_3^{2-} /OH para precipitar, lo cual fomenta la formación de complejos ($\text{Ni}(\text{NH}_3)_2\text{SO}_4$, $\text{Ni}(\text{NH}_3)_3\text{SO}_4$, $\text{Ni}(\text{NH}_3)_4\text{SO}_4$, $\text{Ni}(\text{NH}_3)_5\text{SO}_4$, etc.) a partir de níquel después de la adición de agua amoniacal en la etapa S2 de precipitación de hierro, y después la adición de carbonato para formar carbonato de hierro, en este momento, el carbonato de níquel/hidróxido de níquel no ha alcanzado el pH de precipitación, por tanto no se producirá la precipitación conjunta. Durante la reacción, la mayor parte del carbonato de hierro producido se hidroliza para dar coloide de hidróxido férrico, y una pequeña parte del carbonato de hierro se hundirá sobre el coloide de hidróxido férrico, cambiando las propiedades del coloide de hidróxido férrico y mejorando el efecto de estratificación del coloide de hidróxido férrico. La adición posterior de carbonato fomenta la formación de producto de hidrólisis, precipitado de hidróxido de aluminio. De manera similar, una pequeña parte del carbonato de aluminio precipitará sobre el coloide de hidróxido de aluminio, lo cual mejora el efecto de estratificación del coloide de hidróxido de aluminio. Los coloides de hidróxido férrico y de hidróxido de aluminio producidos están ambos claramente estratificados, lo cual es fácil de separar. El método realiza correctamente la separación de alta eficiencia de hierro, aluminio y níquel en el residuo de hierro-aluminio, mejora el efecto de separación de hierro, aluminio y níquel,

reduce la pérdida de níquel, y mejora la tasa de recuperación de níquel.

2. En la disolución de sulfato obtenida disolviendo residuo de hierro-aluminio, el pH (5,5-8,0) de la precipitación ferrosa mediante hidrólisis de hierro divalente coincide con el pH (7,0-8,0) requerido para la formación de complejos de níquel. Por tanto, es mejor oxidar hierro para dar hierro férrico lo más posible, ya que el compuesto férrico de alta valencia tiene un pH inferior ($\text{pH} < 3,2$) para la precipitación, lo cual puede fomentar la separación de hierro, aluminio y níquel más exhaustivamente, y lograr mejor el propósito de recuperación de hierro, aluminio y níquel. Tras retirar aluminio, la disolución contiene algunas otras impurezas, por tanto es mejor generar complejos de níquel ($\text{Ni}(\text{NH}_3)_2\text{SO}_4$, $\text{Ni}(\text{NH}_3)_3\text{SO}_4$, $\text{Ni}(\text{NH}_3)_4\text{SO}_4$, $\text{Ni}(\text{NH}_3)_5\text{SO}_4$, etc.). A los complejos de níquel separados se les añade agente oxidante para destruir la complejación sin arrastrar impurezas, y finalmente puede obtenerse sulfato de níquel de alta pureza.

Breve descripción de los dibujos

A continuación se describirá adicionalmente la presente invención junto con los dibujos adjuntos y realizaciones, en los que:

la figura 1 es un diagrama de flujo de procedimiento de la presente invención.

Descripción detallada

A continuación en el presente documento, se describirán de manera clara y completa el concepto y los efectos técnicos de la invención a continuación en combinación con realizaciones, de modo que puedan entenderse completamente el propósito, características y efectos de la invención. Evidentemente, los ejemplos descritos sólo forman parte de los ejemplos de la invención, no son todos los ejemplos. Basándose en las realizaciones de la invención, otros ejemplos obtenidos por los expertos en la técnica sin esfuerzo creativo pertenecen al alcance de protección de la invención.

Ejemplo 1

Un método para recuperar níquel en residuo de hierro-aluminio obtenido mediante lixiviación de polvo de batería, haciendo referencia a la figura 1, el procedimiento específico fue:

(1) Tratamiento previo de residuo de hierro-aluminio: se disolvieron 200 g de residuo de hierro-aluminio en 1400 ml de ácido sulfúrico con una concentración de 0,46 mol/l para obtener una disolución de sulfato y, después, se añadieron 70 ml de peróxido de hidrógeno al 30% en peso.

(2) Disolución de sulfato: se determinó que los moles de hierro, aluminio y níquel en la disolución de sulfato eran 0,233 mol, 0,165 mol, 0,094 mol respectivamente. Se añadieron 320 ml de agua amoniacal 0,55 mol/l como agente complejante por adelantado a la disolución de sulfato y, después, se añadieron 355 ml de carbonato de sodio 1,50 mol/l como precipitante, se agitó. Se ajustó el pH a 2,8 y se generó precipitado de hidróxido de hierro y se separó. Se añadieron adicionalmente 130 ml de carbonato de sodio a la disolución de sulfato y se agitó. Se ajustó el pH a 3,5 y se generó precipitado de hidróxido de aluminio y se separó. Se añadieron 685 ml de agua amoniacal a la disolución de sulfato y se agitó. Se ajustó el pH a 7,6 y se generó una disolución de complejo que contenía níquel. Se lavó la disolución de complejo que contenía níquel con agua, se centrifugó y se dejó reposar, se retiró el líquido sobrenadante y se separó el complejo de níquel.

(3) Separación de níquel a partir de complejo de níquel: se añadieron 45 ml de peróxido de hidrógeno al 30% en peso al complejo de níquel. Se aplicaron 400 W de luz ultravioleta a la parte superior de la disolución durante 15 min. Se obtuvo una disolución de sulfato de níquel y se agitó. Se añadió hidróxido de sodio 1,0 mol/l para ajustar el pH a 7,4 y se obtuvo precipitado de hidróxido de níquel. Se realizó una separación de sólido-líquido para obtener hidróxido de níquel y disolución de sulfato de sodio. Se evaporó la disolución de sulfato de sodio a 110°C para obtener sulfato de sodio bruto.

Ejemplo 2

Un método para recuperar níquel en residuo de hierro-aluminio obtenido mediante lixiviación de polvo de batería, el procedimiento específico fue:

(1) Tratamiento previo de residuo de hierro-aluminio: se disolvieron 200 g de residuo de hierro-aluminio en 1500 ml de ácido sulfúrico con una concentración de 0,74 mol/l para obtener una disolución de sulfato y, después, se añadieron 70 ml de peróxido de hidrógeno al 30% en peso.

(2) Disolución de sulfato: se determinó que los moles de hierro, aluminio y níquel en la disolución de sulfato eran 0,233 mol, 0,165 mol, 0,094 mol respectivamente. Se añadieron 340 ml de agua amoniacal 0,55 mol/l como agente complejante por adelantado a la disolución de sulfato y, después, se añadieron 360 ml de carbonato de sodio 1,50 mol/l como precipitante, se agitó. Se ajustó el pH a 2,9 y se generó precipitado de hidróxido de hierro y se separó. Se añadieron adicionalmente 115 ml de carbonato de sodio a la disolución de sulfato y se agitó. Se ajustó el pH a 3,4 y se generó precipitado de hidróxido de aluminio y se separó. Se añadieron 725 ml de agua amoniacal a la disolución de sulfato y se agitó. Se ajustó el pH a 7,6 y se generó una disolución de complejo que contenía níquel. Se lavó la disolución de complejo que contenía níquel con agua, se centrifugó y se dejó reposar, se retiró el líquido sobrenadante y se separó el complejo de níquel.

(3) Separación de níquel a partir de complejo de níquel: se añadieron 50 ml de peróxido de hidrógeno al 30% en peso al complejo de níquel. Se aplicaron 400 W de luz ultravioleta a la parte superior de la disolución durante 15 min. Se obtuvo una disolución de sulfato de níquel y se agitó. Se añadió hidróxido de sodio 1,0 mol/l para ajustar el pH a 7,4 y se obtuvo precipitado de hidróxido de níquel. Se realizó una separación de sólido-líquido para obtener hidróxido de níquel y disolución de sulfato de sodio. Se evaporó la disolución de sulfato de sodio a 110°C para obtener sulfato de sodio bruto.

Ejemplo 3

Un método para recuperar níquel en residuo de hierro-aluminio obtenido mediante lixiviación de polvo de batería, el procedimiento específico fue:

(1) Tratamiento previo de residuo de hierro-aluminio: se disolvieron 200 g de residuo de hierro-aluminio en 1100 ml de ácido sulfúrico con una concentración de 0,87 mol/l para obtener una disolución de sulfato y, después, se añadieron 70 ml de peróxido de hidrógeno al 30% en peso.

(2) Disolución de sulfato: se determinó que los moles de hierro, aluminio y níquel en la disolución de sulfato eran 0,237 mol, 0,166 mol, 0,092 mol respectivamente. Se añadieron 330 ml de agua amoniacal 0,55 mol/l como agente complejante por adelantado a la disolución de sulfato y, después, se añadieron 370 ml de carbonato de sodio 1,50 mol/l como precipitante, se agitó. Se ajustó el pH a 2,8 y se generó precipitado de hidróxido de hierro y se separó. Se añadieron adicionalmente 130 ml de carbonato de sodio a la

disolución de sulfato y se agitó. Se ajustó el pH a 3,5 y se generó precipitado de hidróxido de aluminio y se separó. Se añadieron 685 ml de agua amoniacal a la disolución de sulfato y se agitó. Se ajustó el pH a 7,6 y se generó una disolución de complejo que contenía níquel. Se lavó la disolución de complejo que contenía níquel con agua, se centrifugó y se dejó reposar, se retiró el líquido sobrenadante y se separó el complejo de níquel.

(3) Separación de níquel a partir de complejo de níquel: se añadieron 40 ml de peróxido de hidrógeno al 30% en peso al complejo de níquel. Se aplicaron 400 W de luz ultravioleta a la parte superior de la disolución durante 15 min. Se obtuvo una disolución de sulfato de níquel y se agitó. Se añadió hidróxido de sodio 1,0 mol/l para ajustar el pH a 7,4 y se obtuvo precipitado de hidróxido de níquel. Se realizó una separación de sólido-líquido para obtener hidróxido de níquel y disolución de sulfato de sodio. Se evaporó la disolución de sulfato de sodio a 110°C para obtener sulfato de sodio bruto.

Ejemplo 4

Un método para recuperar níquel en residuo de hierro-aluminio obtenido mediante lixiviación de polvo de batería, el procedimiento específico fue:

(1) Tratamiento previo de residuo de hierro-aluminio: se disolvieron 200 g de residuo de hierro-aluminio en 2000 ml de ácido sulfúrico con una concentración de 0,24 mol/l para obtener una disolución de sulfato y, después, se añadieron 75 ml de peróxido de hidrógeno al 30% en peso.

(2) Disolución de sulfato: se determinó que los moles de hierro, aluminio y níquel en la disolución de sulfato eran 0,233 mol, 0,163 mol, 0,094 mol respectivamente. Se añadieron 330 ml de agua amoniacal 0,55 mol/l como agente complejante por adelantado a la disolución de sulfato y, después, se añadieron 355 ml de carbonato de sodio 1,50 mol/l como precipitante, se agitó. Se ajustó el pH a 2,8 y se generó precipitado de hidróxido de hierro y se separó. Se añadieron adicionalmente 130 ml de carbonato de sodio a la disolución de sulfato y se agitó. Se ajustó el pH a 3,5 y se generó precipitado de hidróxido de aluminio y se separó. Se añadieron 710 ml de agua amoniacal a la disolución de sulfato y se agitó. Se ajustó el pH a 7,6 y se generó una disolución de complejo que contenía níquel. Se lavó la disolución de complejo que contenía níquel con agua, se centrifugó y se dejó reposar, se retiró el líquido sobrenadante y se separó el complejo de níquel.

(3) Separación de níquel a partir de complejo de níquel: se añadieron 60 ml de peróxido de hidrógeno al 30% en peso al complejo de níquel. Se aplicaron 400 W de luz ultravioleta a la parte superior de la disolución durante 12 min. Se obtuvo una disolución de sulfato de níquel y se agitó. Se añadió hidróxido de sodio 1,0 mol/l para ajustar el pH a 7,4 y se obtuvo precipitado de hidróxido de níquel. Se realizó una separación de sólido-líquido para obtener hidróxido de níquel y disolución de sulfato de sodio. Se evaporó la disolución de sulfato de sodio a 110°C para obtener sulfato de sodio bruto.

Ejemplo 5

Un método para recuperar níquel en residuo de hierro-aluminio obtenido mediante lixiviación de polvo de batería, el procedimiento específico fue:

(1) Tratamiento previo de residuo de hierro-aluminio: se disolvieron 200 g de residuo de hierro-aluminio en 2200 ml de ácido sulfúrico con una concentración de 0,35 mol/l para obtener una disolución de sulfato y, después, se añadieron 80 ml de peróxido de hidrógeno al 30% en peso.

(2) Disolución de sulfato: se determinó que los moles de hierro, aluminio y níquel en la disolución de sulfato eran 0,234 mol, 0,165 mol, 0,094 mol respectivamente. Se añadieron 320 ml de agua amoniacal 0,55 mol/l como agente complejante por adelantado a la disolución de sulfato y, después, se añadieron 355 ml de carbonato de sodio 1,50 mol/l como precipitante, se agitó. Se ajustó el pH a 2,8 y se generó precipitado de hidróxido de hierro y se separó. Se añadieron adicionalmente 130 ml de carbonato de sodio a la disolución de sulfato y se agitó. Se ajustó el pH a 3,5 y se generó precipitado de hidróxido de aluminio y se separó. Se añadieron 690 ml de agua amoniacal a la disolución de sulfato y se agitó. Se ajustó el pH a 7,6 y se generó una disolución de complejo que contenía níquel. Se lavó la disolución de complejo que contenía níquel con agua, se centrifugó y se dejó reposar, se retiró el líquido sobrenadante y se separó el complejo de níquel.

(3) Separación de níquel a partir de complejo de níquel: se añadieron 50 ml de peróxido de hidrógeno al 30% en peso al complejo de níquel. Se aplicaron 400 W de luz ultravioleta a la parte superior de la disolución durante 15 min. Se obtuvo una disolución de sulfato de níquel y se agitó. Se añadió hidróxido de sodio 1,0 mol/l para ajustar el pH a 7,4 y se obtuvo precipitado de hidróxido de níquel. Se realizó una separación de sólido-líquido para obtener hidróxido de níquel y disolución de sulfato de sodio. Se evaporó la disolución de sulfato de

sodio a 110°C para obtener sulfato de sodio bruto.

Ejemplo comparativo 1

5 Un método para recuperar níquel en el residuo de hierro-aluminio obtenido mediante lixiviación de polvo de batería, que difiere de los ejemplos en que no se añadió carbonato de sodio. El procedimiento específico fue:

10 (1) Tratamiento previo de residuo de hierro-aluminio: se disolvieron 200 g de residuo de hierro-aluminio en 1400 ml de ácido sulfúrico con una concentración de 0,64 mol/l para obtener una disolución de sulfato y, después, se añadieron 70 ml de peróxido de hidrógeno al 30% en peso.

15 (2) Disolución de sulfato: se determinó que los moles de hierro, aluminio y níquel en la disolución de sulfato eran 0,233 mol, 0,165 mol, 0,094 mol. Se añadieron 320 ml de agua amoniacal 0,55 mol/l a la disolución de sulfato y se agitó. Se ajustó el pH a 2,8 y se generó precipitado de hidróxido de hierro, se separó y se agitó. Se añadieron adicionalmente 195 ml de agua amoniacal a la disolución de sulfato para ajustar el pH a 3,8 y se generó precipitado de hidróxido de aluminio, se separó y se agitó. Se añadieron 675 ml de agua
20 amoniacal a la disolución de sulfato. Se ajustó el pH a 7,6 y se generó una disolución de complejo que contenía níquel. Se lavó la disolución de complejo que contenía níquel con agua, se centrifugó y se dejó reposar, se retiró el líquido sobrenadante y se separó el complejo de níquel.

25 (3) Separación de níquel a partir de complejo de níquel: se añadieron 45 ml de peróxido de hidrógeno al 30% en peso al complejo de níquel. Se aplicaron 400 W de luz ultravioleta a la parte superior de la disolución durante 15 min, se obtuvo una disolución de sulfato de níquel y se agitó. Se añadió hidróxido de sodio 1,0 mol/l para ajustar el pH a 7,7 y se obtuvo precipitado de hidróxido de níquel. Se realizó una separación de sólido-líquido para obtener
30 hidróxido de níquel y disolución de sulfato de sodio. Se evaporó la disolución de sulfato de sodio a 110°C para obtener sulfato de sodio bruto.

Ejemplo comparativo 2

35 Un método para recuperar níquel en el residuo de hierro-aluminio obtenido mediante lixiviación de polvo de batería, que difiere de los ejemplos en que no se añadió carbonato

de sodio. El procedimiento específico fue:

(1) Tratamiento previo de residuo de hierro-aluminio: se disolvieron 200 g de residuo de hierro-aluminio en 1600 ml de ácido sulfúrico con una concentración de 0,55 mol/l para
5 obtener una disolución de sulfato y, después, se añadieron 80 ml de peróxido de hidrógeno al 30% en peso.

(2) Disolución de sulfato: se determinó que los moles de hierro, aluminio y níquel en la disolución de sulfato eran 0,234 mol, 0,164 mol, 0,094 mol. Se añadieron 750 ml de
10 hidróxido de sodio 0,50 mol/l a la disolución de sulfato y se agitó. Se ajustó el pH a 2,5 y se generó precipitado de hidróxido de hierro, se separó y se agitó. Se añadieron adicionalmente 130 ml de hidróxido de sodio a la disolución de sulfato para ajustar el pH a 3,7 y se generó precipitado de hidróxido de aluminio, se separó y se agitó. Se añadieron 195 ml de hidróxido de sodio a la disolución de sulfato. Se ajustó el pH a 7,8 y se generó
15 precipitado de hidróxido de níquel.

Ejemplo comparativo 3

Un método para recuperar níquel en el residuo de hierro-aluminio obtenido mediante
20 lixiviación de polvo de batería, que difiere del ejemplo 1 en que no se añadió carbonato de sodio. El procedimiento específico fue:

(1) Tratamiento previo de residuo de hierro-aluminio: se disolvieron 200 g de residuo de hierro-aluminio en 1400 ml de ácido sulfúrico con una concentración de 0,55 mol/l para
25 obtener una disolución de sulfato.

(2) Disolución de sulfato: se determinó que los moles de hierro, aluminio y níquel en la disolución de sulfato eran 0,233 mol, 0,165 mol, 0,094 mol respectivamente. Se añadieron 320 ml de agua amoniacal 0,55 mol/l a la disolución de sulfato por adelantado y, después,
30 se añadieron 355 ml de carbonato de sodio 1,50 mol/l y se agitó. Se ajustó el pH a 2,8 y se generó precipitado de hidróxido de hierro y se separó. Se añadieron adicionalmente 130 ml de carbonato de sodio a la disolución de sulfato y se agitó. Se ajustó el pH a 3,5 y se generó precipitado de hidróxido de aluminio y se separó. Se añadieron 685 ml de agua amoniacal a la disolución de sulfato y se agitó. Se ajustó el pH a 7,6 y se generó una
35 disolución de complejo que contenía níquel. Se lavó la disolución de complejo que contenía níquel para retirar impurezas y se obtuvo un complejo de níquel.

- (3) Separación de níquel a partir de complejo de níquel: se añadieron 45 ml de peróxido de hidrógeno al 30% en peso al complejo de níquel. Se aplicaron 400 W de luz ultravioleta a la parte superior de la disolución durante 15 min y se obtuvo una disolución de sulfato de níquel y se agitó. Se añadió hidróxido de sodio 1,0 mol/l para ajustar el pH a 7,4 y se obtuvo precipitado de hidróxido de níquel. Se realizó una separación de sólido-líquido para obtener hidróxido de níquel y disolución de sulfato de sodio. Se evaporó la disolución de sulfato de sodio a 110°C para obtener sulfato de sodio bruto.
- 10 Se calcinaron la totalidad del hidróxido de hierro, hidróxido de aluminio y sulfato de níquel obtenidos en los ejemplos 1-5 y los ejemplos comparativos 1-3 hasta obtener un peso constante a 160°C (el hidróxido de hierro y el hidróxido de aluminio se deshidrataron y se descompusieron para dar de óxido de hierro, óxido de aluminio y sulfato de níquel respectivamente deshidratados del agua de cristalización). Los datos de las pruebas se
- 15 muestran en la tabla 1.

Tabla 1. Datos de los ejemplos 1-5 y los ejemplos comparativos 1-2.

	Producto separado	Níquel (%)	Hierro (%)	Aluminio (%)
Ejemplo 1	óxido de hierro	1,06	67,83	0,11
	óxido de aluminio	0,63	0,76	51,36
	sulfato de níquel	36,14	0,07	<0,01
Ejemplo 2	óxido de hierro	1,14	68,36	0,17
	óxido de aluminio	0,89	0,71	51,36
	sulfato de níquel	35,86	0,06	<0,01
Ejemplo 3	óxido de hierro	1,36	68,02	0,20
	óxido de aluminio	0,75	0,50	51,36
	sulfato de níquel	35,79	0,05	<0,01
Ejemplo 4	óxido de hierro	1,30	68,17	0,12
	óxido de aluminio	0,41	0,76	51,36
	sulfato de níquel	36,02	0,03	<0,01
Ejemplo 5	óxido de hierro	1,22	68,26	0,13
	óxido de aluminio	0,57	0,98	51,36
	sulfato de níquel	36,23	0,08	<0,01
Ejemplo	óxido de hierro	4,36	68,83	0,10

comparativo 1	óxido de aluminio	7,33	3,66	51,36
	sulfato de níquel	35,14	7,85	<0,01
Ejemplo comparativo 2	óxido de hierro	5,58	62,65	0,19
	óxido de aluminio	7,98	3,46	51,36
	sulfato de níquel	35,28	6,03	<0,01
Ejemplo comparativo 3	óxido de hierro	4,36	62,40	0,33
	óxido de aluminio	13,34	3,46	51,36
	sulfato de níquel	35,43	5,86	<0,01

A partir de la tabla 1 puede observarse que, mediante medición, todos los contenidos de níquel en óxido de hierro y óxido de aluminio obtenidos mediante deshidratación en los ejemplos eran de menos del 1,4%, el contenido de hierro en sulfato de níquel era de menos del 0,10%, y el contenido de aluminio en sulfato de níquel era de menos del 0,01%. Los datos son mejores que el método de separar directamente hierro, aluminio y níquel mediante precipitación alcalina en los ejemplos comparativos 1 y 2 (el contenido de níquel en óxido de hierro era de más del 4,36%, el contenido de níquel en óxido de aluminio era de más del 7,33%). Esto muestra que la presente invención ha realizado correctamente una separación de alta eficiencia de hierro, aluminio y níquel en residuo de hierro-aluminio, ha mejorado el efecto de separación de hierro, aluminio y níquel, ha reducido la pérdida de níquel y ha aumentado la tasa de recuperación de níquel.

Anteriormente se han descrito en detalle los ejemplos preferidos de la presente divulgación con referencia a los dibujos adjuntos, pero la presente divulgación no se limita a los ejemplos descritos. Dentro del alcance de conocimiento del que dispone el experto habitual en la técnica, pueden realizarse diversas modificaciones sin alejarse del propósito de la presente invención. Además, en el caso de que no se produzcan conflictos, los ejemplos de la presente invención y las características en los ejemplos pueden combinarse entre sí.

REIVINDICACIONES

1. Método para recuperar níquel a partir de residuo de hierro-aluminio obtenido mediante lixiviación de polvo de batería, que comprende las siguientes etapas:

5

S1: añadir disolución de ácido sulfúrico al residuo de hierro-aluminio para disolver el mismo para obtener una disolución de sulfato, después añadir un agente oxidante;

10

S2: añadir agua amoniacal y carbonato a la disolución de sulfato oxidada, ajustar el pH a 1,0-3,2 para la reacción y separar precipitado de hidróxido de hierro para obtener líquido con hierro retirado;

15

S3: añadir carbonato al líquido con hierro retirado, ajustar el pH a 3,2-5,5 para la reacción y separar precipitado de hidróxido de aluminio para obtener líquido con aluminio retirado;

20

S4: añadir agua amoniacal al líquido con aluminio retirado, ajustar el pH a 7,0-8,8 para la reacción y obtener complejo de níquel después de lavar y retirar impurezas;

S5: añadir un agente oxidante al complejo de níquel para romper la complejación para obtener una disolución que contiene níquel.

2. Método según la reivindicación 1, en el que, en la etapa S1, el agente oxidante es peróxido de hidrógeno; preferiblemente, la relación en volumen de la disolución de sulfato con respecto al peróxido de hidrógeno es de 1:(0,01-0,5) y el porcentaje en masa del peróxido de hidrógeno es del 1-35%.

25

3. Método según la reivindicación 1, en el que, en la etapa S2, la relación molar de Fe^{3+} y CO_3^{2-} en el sistema de reacción es de 1:(1-8).

30

4. Método según la reivindicación 1, en el que, en la etapa S2, la relación de cantidad molar de elemento de níquel con respecto a NH_3 en el sistema de reacción es de 1:(1-10).

35

5. Método según la reivindicación 1, en el que, en la etapa S3, la relación molar de

Al^{3+} y CO_3^{2-} en el sistema de reacción es de 10:(5-50).

- 5 6. Método según la reivindicación 1, en el que, en la etapa S4, la relación de cantidad molar de elemento de níquel con respecto a NH_3 en el sistema de reacción es de 1:(4-20).
7. Método según la reivindicación 1, en el que, en la etapa S2 y/o la etapa S4, la concentración del agua amoniacal es de 0,1-5 mol/l.
- 10 8. Método según la reivindicación 1, en el que, en la etapa S2 y/o la etapa S3, el carbonato es uno o más de carbonato de amonio, carbonato de sodio o bicarbonato de sodio; preferiblemente, la concentración del carbonato es de 0,01-5 mol/l.
- 15 9. Método según la reivindicación 1, en el que, en la etapa S5, el agente oxidante es uno o dos de peróxido de hidrógeno o hipoclorito de sodio.
10. Método según la reivindicación 1, en el que, en la etapa S5, el complejo de níquel se somete además a tratamiento con luz ultravioleta cuando se rompe la complejación.

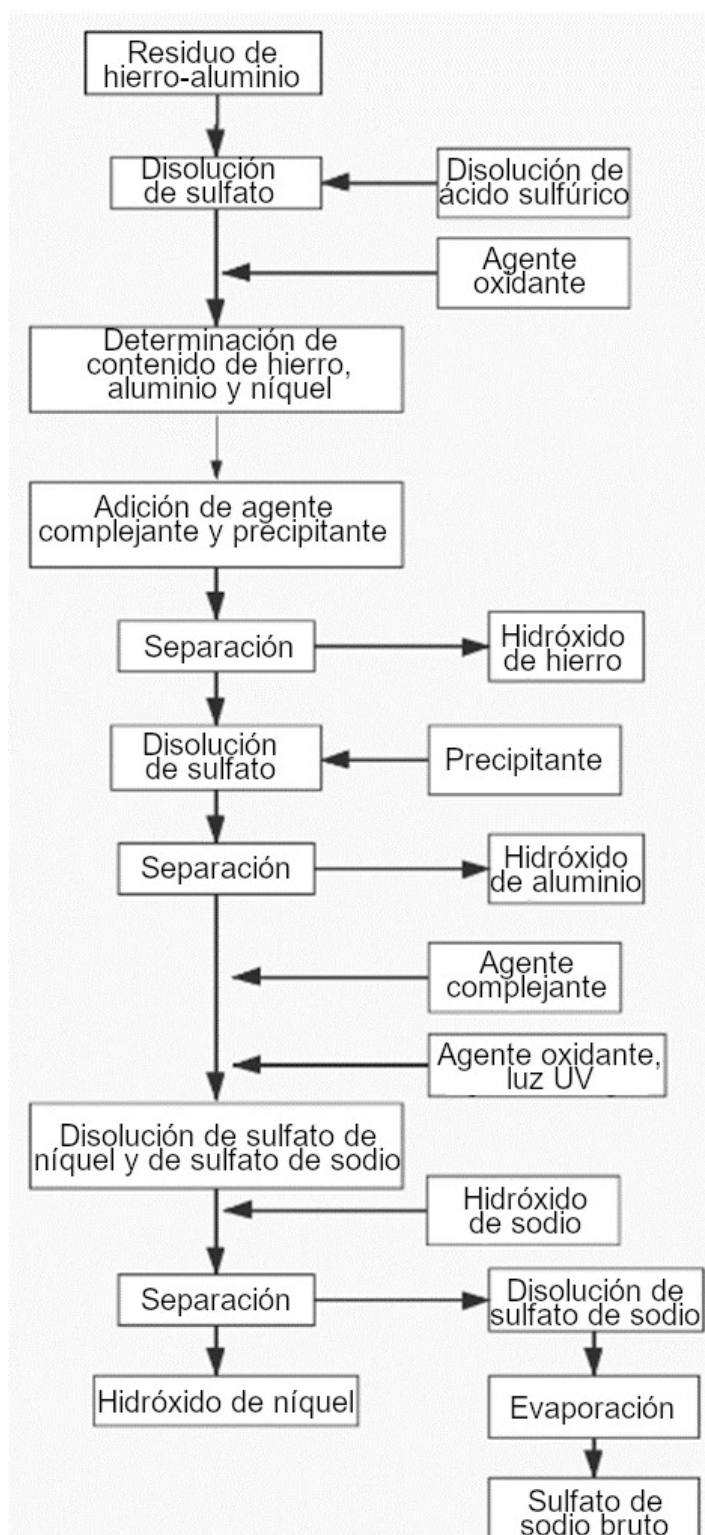


FIG. 1