



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106904654 A

(43)申请公布日 2017. 06. 30

(21)申请号 201710130487.9

H01M 10/0525(2010.01)

(22)申请日 2017.03.07

(71)申请人 张家港江苏科技大学产业技术研究院

地址 215600 江苏省苏州市张家港城北科技新城沙洲湖科创园

(72)发明人 白妮 徐玉松 金云学 王淑艳
居殿春 张艳

(74)专利代理机构 北京远大卓悦知识产权代理
事务所(普通合伙) 11369

代理人 韩飞

(51)Int. Cl.

C01G 37/00(2006.01)

H01M 4/48(2010.01)

H01M 10/42(2006.01)

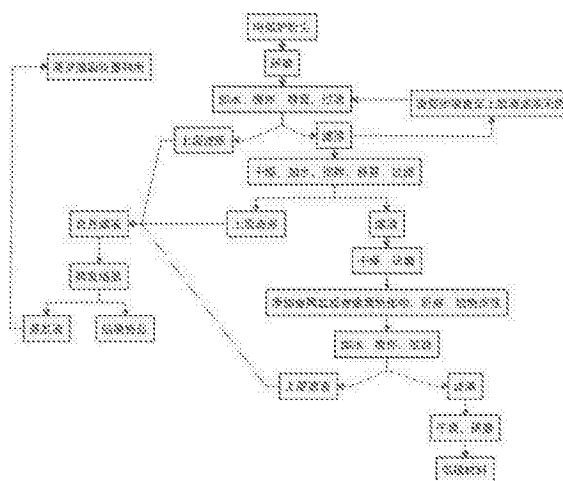
权利要求书2页 说明书6页 附图3页

(54)发明名称

电弧炉粉尘联产铬盐及电极材料的方法

(57)摘要

本发明公开了一种电弧炉粉尘联产铬盐及电极材料的方法,包括以下步骤:第一步研磨,第二步搅拌、静置、过滤分离滤液和粉尘滤渣,第三步将粉尘滤渣干燥后继续加水搅拌分离,第四步添加过渡金属氧化物、过渡金属盐、稀土元素氧化物或者稀土元素盐中的一种继续研磨,第五步加热焙烧改性,第六步改性粉尘继续水洗干燥研磨得到电极材料,第七步合并滤液得到铬盐提取液,蒸发结晶,得到产品铬盐与可重复利用的蒸发液。本发明以工业废弃物电弧炉粉尘为原料,通过简单可行的工艺,实现资源高效全利用,变废为宝、废弃物零排放,极大地缓解甚至消除了二次污染,有巨大的经济效益和市场前景。



1. 电弧炉粉尘联产铬盐及电极材料的方法,其特征在于:

包括以下步骤:

第一步:用球磨机对电弧炉粉尘研磨1-24小时;

第二步:将研磨后的粉尘加水剧烈搅拌后静置,过滤分离上层滤液和粉尘滤渣,向粉尘滤渣中继续加水,重复上述操作,直至上层滤液无色,分离上层滤液和滤渣;

第三步:将粉尘滤渣干燥,向干燥后的粉尘滤渣中继续加水,剧烈搅拌后静置,分离滤液与滤渣;

第四步:将粉尘滤渣干燥、研磨、加入过渡金属氧化物、过渡金属盐、稀土元素氧化物或者稀土元素盐中的一种,充分混匀,继续研磨;

第五步:研磨完成后的粉尘置于加热炉中,焙烧改性;

第六步:将焙烧改性后的粉尘置于水中,搅拌、过滤、干燥、研磨,得到电极材料;

第七步:合并第二步、第三步及第六步中的上层滤液得到铬盐提取液,将铬盐提取液蒸发结晶,得到产品铬盐。

2. 根据权利要求1所述的电弧炉粉尘联产铬盐及电极材料的方法,其特征在于:

所述电弧炉粉尘包括以下质量百分数的元素组分:

铬0-10%、锌0-3%、铁0-30%、锰0-2%、钙0-10%、硅0-3%、铝0-3%、氟0-9%、钾0-3%、镁0-5%。

3. 根据权利要求1所述的电弧炉粉尘联产铬盐及电极材料的方法,其特征在于:

所述第三步、第四步及第六步中干燥处理的温度为室温至160℃;

所述第五步中焙烧改性的温度为200-1400℃;

所述第七步中蒸发结晶处理的温度为室温至120℃。

4. 根据权利要求3所述的电弧炉粉尘联产铬盐及电极材料的方法,其特征在于:

所述干燥处理的温度为120℃至160℃;

所述焙烧改性的温度为600-800℃;

所述蒸发结晶处理的温度为100℃。

5. 根据权利要求1所述的电弧炉粉尘联产铬盐及电极材料的方法,其特征在于:

第四步中所述过渡金属盐为过渡金属的乙酸盐、氯化盐、碱式碳酸盐、硝酸盐中的一种或者几种;

所述稀土元素盐为稀土元素的乙酸盐、氯化盐、碱式碳酸盐、硝酸盐中的一种或者几种。

6. 根据权利要求1所述的电弧炉粉尘联产铬盐及电极材料的方法,其特征在于:

所述第四步中添加的过渡金属氧化物、过渡金属盐、稀土元素氧化物或者稀土元素盐中过渡金属元素或者稀土元素加上原料粉尘中同种元素后与原料粉尘中铁元素的摩尔比为0-1。

7. 根据权利要求6所述的电弧炉粉尘联产铬盐及电极材料的方法,其特征在于:

所述添加的过渡金属氧化物、过渡金属盐、稀土元素氧化物或者稀土元素盐中过渡金属元素或者稀土元素加上原料粉尘中同种元素后与原料粉尘中铁元素的摩尔比为0-0.5。

8. 根据权利要求7所述的电弧炉粉尘联产铬盐及电极材料的方法,其特征在于:

所述添加的过渡金属氧化物、过渡金属盐、稀土元素氧化物或者稀土元素盐中过渡金

属元素或者稀土元素加上原料粉尘中同种元素后与原料粉尘中铁元素的摩尔比为0.3。

9. 根据权利要求1所述的电弧炉粉尘联产铬盐及电极材料的方法,其特征在于:

收集所述第七步中铬盐提取液蒸发结晶处理的蒸发液再用于所述第二步、第三步及第六步步骤中。

电弧炉粉尘联产铬盐及电极材料的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及粉尘综合利用技术领域,具体是一种以电弧炉粉尘为原料制备铬盐及电极材料的方法。

背景技术

[0002] 随着工业生产的迅速发展,工业固体废弃物的种类和数量不断增加。钢铁产业作为我国国家建设支柱性产业,在其生产过程中产生大量废渣、废水、烟尘。然而国内对钢铁固废的处理手段尚未完全成熟,加之废弃物成分复杂,因此处理量少之又少,大部分固废露天堆放或填埋处理,既占用土地资源,又对环境造成严重污染,危害人民健康。近年来,随着国家对环保的日益重视,管理法规日益完善,对各种冶金废弃物实施资源再利用已成为我国冶金工业合理产能、可持续发展和环境保护的必经途径。

[0003] 根据粉尘的成分及处理后的功用,目前粉尘处理可以概括为二条路线。其一,直接回用或提取粉尘中有价金属(如锌)后回用于生产,但是由于粉尘粒径细小、品质差别较大,易使烧结机风机挂泥,含有的锌等元素易在高炉内富集,造成结瘤,会影响高炉的稳定顺行;同时粉尘回用量也受到工艺约束。其二,以粉尘为原材料,经化学处理或合金化,使其转化为新型合金材料或在颜料、废水处理、工业催化、磁性材料领域具有应用价值的新型功能材料。但上述路线一般通过采取物理法、火法、湿法、化学萃取法、微波法、等离子法、固化或玻化方法实施,工艺复杂,经济成本高。因此低成本高效率的处理大量含有微量锌、锰、铬、铅等元素的粉尘处理,是当前粉尘处理的主要难题。以此类型粉尘做原料,进行具有新用途的新型材料的开发,将是对粉尘予以充分利用的有效途径,将冶金工业废弃物——粉尘制备成具有潜在应用价值的原材料。

[0004] 我国钢铁生产工艺流程主要有:铁矿石直接还原成为生铁后在电弧炉炼钢;利用废钢进行电弧炉冶炼;以天然矿石为原料的高炉炼铁和转炉(电炉)炼钢联合工艺流程。目前对钢铁冶金过程废渣的综合利用已有研究资料和应用开发,例如用于水泥混凝土工业、微晶玻璃生产、水处理絮凝剂的开发、制备分子筛材料等。而对于钢铁工业的另一大固废——粉尘,人们仍一直在寻求技术可行、经济可行且适合于我国国情的综合利用方法。粉尘处理不能照搬钢铁冶金生产废渣的处理方法,这是因为粉尘成分相对更加复杂,特别是其中含有大量的重金属,是国家严令禁止随意填埋的危险废弃物,也使其用途开发受到限制。高炉粉尘中主要有铁矿粉、胶粉和煤粉,并含有Si、Al、Ca、Mg等元素,电弧炉粉尘中除含Fe外,还含有Pb、Zn、Mn、Cr、Ni等对水环境和土壤环境具有严重危害的金属元素,其治理更加迫在眉睫。

[0005] 中国发明专利CN201410377523.8公开了一种制备铬盐的方法,将含铬氧化物的原料(铬矿或者铬渣)和碳酸钠充分均匀混合,在含氧量大于20%的气氛下,采用微波作为热源进行氧化焙烧,焙烧温度为900℃到1100℃,保温时间为0.5-2.5h,利用水浸焙烧产物,从浸出液中制备铬盐,化学分析熟料及浸渣,不溶性废渣含铬(按三氧化二铬计)小于5%。本发明不仅减少了外排铬渣中的铬含量,提高了铬盐生产过程中的铬的利用率,有效节约了

铬矿资源,但是制备方法复杂,不能对铬矿或者铬渣实现全面的利用,不能充分利用铬渣。

[0006] 中国发明专利CN201410528778.X公开了一种多孔纳米复合电极材料及其制备方法,属于电极材料的制备领域;通过将金属离子溶于水中,加入多元有机酸进行反应,离心、洗涤、烘干,在空气中煅烧,得到多孔纳米复合电极材料;通过简单的方法,少量化学试剂,即可得到具有高的比电容性和优良的稳定性的电极材料;用作超级电容器电极材料。该方法采用固定的金属离子进行电极材料制备,虽然原料组成可控制但成本高。

[0007] 电弧炉烟尘是电弧炉冶炼废钢过程中回收得到的烟尘,除含锌、铁等主要金属外,还可能含有铅、镉、铬等有毒物质。早期,电弧炉烟尘主要是采用玻璃固化法处理后进行填埋处理,通过将电弧炉烟尘与粘土或二氧化硅、三氧化二铝等熔剂混合后在1100~1200℃进行熔炼,产出满足环境保护标准的致密而稳定的固化渣,不能够实现粉尘的全利用,将有价金属回收后仍然存在大量工业废渣。

[0008] 同时粉尘处理不能照搬钢铁冶金生产废渣的处理方法,这是因为粉尘成分相对更加复杂,特别是其中含有大量的重金属,是国家严令禁止随意填埋的危险废弃物,也使其用途开发受到限制,开发一种方法对粉尘进行综合处理,对冶金废弃物资源化再利用、开发高附加值产品、提高粉尘的综合利用率、探索新的应用领域乃至规模化生产具有重要的理论和实际意义。

发明内容

[0009] 本发明的一个目的是解决至少上述问题,并提供至少后面将说明的优点。

[0010] 本发明提供以下技术方案:

[0011] 一种电弧炉粉尘联产铬盐及电极材料的方法,包括以下步骤:

[0012] 第一步:用球磨机对电弧炉粉尘研磨1-24小时;

[0013] 第二步:将研磨后的粉尘加水剧烈搅拌后静置,过滤分离上层滤液和粉尘滤渣,向粉尘滤渣中继续加水,重复上述操作,直至上层滤液无色,分离上层滤液和滤渣;

[0014] 第三步:将粉尘滤渣干燥,向干燥后的粉尘滤渣中继续加水,剧烈搅拌后静置,分离滤液与滤渣;

[0015] 第四步:将粉尘滤渣干燥、研磨、加入过渡金属氧化物、过渡金属盐、稀土元素氧化物或者稀土元素盐中的一种,充分混匀,继续研磨;

[0016] 第五步:研磨完成后的粉尘置于加热炉中,焙烧改性;

[0017] 第六步:将焙烧改性后的粉尘置于水中,搅拌、过滤、干燥、研磨,得到电极材料,

[0018] 第七步:合并第二步、第三步及第六步中的上层滤液得到铬盐提取液,将铬盐提取液蒸发结晶,得到产品铬盐。

[0019] 优选的,所述电弧炉粉尘包括以下质量百分数的元素组分:

[0020] 铬0-10%、锌0-3%、铁0-30%、锰0-2%、钙0-10%、硅0-3%、铝0-3%、氟0-9%、钾0-3%、镁0-5%。

[0021] 电弧炉粉尘是电弧炉冶炼废钢过程中回收得到的烟尘,除含锌、铁等主要金属外,还可能含有铅、镉、铬等有毒物质,本发明所采用的原料是含有金属铬、锌、铁、锰、钙、硅、铝、氟、钾、镁及氧等多种元素的混合粉尘,既含有可溶性元素铬及钾等,又含有不溶性金属铁、锰等,既含有对环境有巨大危害的元素,又含有可以重复利用的贵重重金属,以此为原

料进行综合高效利用,实现粉尘废渣的全利用。同时相对于现有技术中单纯氧化铁做负极的电极材料,具有更加广阔的应用空间,不但可以提高原料的来源范围,降低成本,还可以提高应用效果。

[0022] 优选的,所述第三步及第六步中干燥处理的温度为室温至160℃;

[0023] 所述第五步中焙烧改性的温度为200-1400℃;

[0024] 所述第七步中蒸发结晶处理的温度为室温至120℃。

[0025] 优选的,所述第三步及第六步中干燥处理的温度为120℃至160℃;

[0026] 所述第五步中焙烧改性的温度为600-800℃;

[0027] 所述第七步中蒸发结晶处理的温度为100℃。

[0028] 优选的,第四步中所述过渡金属盐为过渡金属的乙酸盐、氯化盐、碱式碳酸盐、硝酸盐中的一种或者几种;

[0029] 所述稀土元素盐为稀土元素的乙酸盐、氯化盐、碱式碳酸盐、硝酸盐中的一种或者几种。

[0030] 优选的,所述第四步中添加的过渡金属氧化物、过渡金属盐、稀土元素氧化物或者稀土元素盐中过渡金属元素或者稀土元素加上原料粉尘中同种元素后与原料粉尘中铁元素的摩尔比为0-1。

[0031] 更优选的,所述添加的过渡金属氧化物、过渡金属盐、稀土元素氧化物或者稀土元素盐中过渡金属元素或者稀土元素加上原料粉尘中同种元素后与原料粉尘中铁元素的摩尔比为0-0.5。

[0032] 金属盐与金属氧化物的添加,能够提高制备电极材料的电化学性能,提高电极材料首次放电比容量,使得电极材料多次循环后放电比容量为仍稳定在较高水平,这主要是通过调整金属盐或金属氧化物中的金属元素加上粉尘中同种元素与粉尘中铁元素的摩尔比实现的,过渡元素添加,并进行煅烧,既可以改变铁氧化物的结构,又可能与铁氧化物发生反应生成铁酸盐,进而改变了电化学性能,当添加金属盐或金属氧化物中的金属元素加上粉尘中同种元素与粉尘中铁元素的摩尔比为0-0.5时,效果更优,当摩尔比为0.3时效果最优,所述电极材料具有最高的放电比容量,50次循环后放电比容量为仍稳定在首次放点容量30%左右的水平。当添加金属盐或金属氧化物中的金属元素加上粉尘中同种元素与粉尘中铁元素的摩尔比为0.3时不仅优化了电荷传导路径,有效地降低了复合电极的内阻及与集电极的接触电阻,显著地改善了电极的循环稳定性,配合焙烧改性可以使得铁酸盐及过渡金属盐或者稀土元素盐在复合电极材料内部充分混合并形成疏松多孔的结构,提高材料比表面积,利于电解液与电极材料的充分接触,为电荷积累形成更多的场所,提高电极材料的电容储能能力。

[0033] 通过焙烧改性实现粉尘的功能性转化,解决了传统湿法生产过程产生大量废水,造成二次污染的问题,改性效果显著,当焙烧改性温度为600-800℃时,效果更优。

[0034] 优选的,收集所述第七步中铬盐提取液蒸发结晶处理的蒸发液再利用于所述第一步、第二步及第六步步骤中。

[0035] 将蒸发结晶后的蒸汽水直接用于铬盐提取步骤中,重复利用,实现制备工艺零排放,原料全利用的工艺特征,具有较高的经济及环保意义。

[0036] 电弧炉粉尘是电弧炉炼钢各冶炼工段收集来的废弃物,其中含有主量元素是Fe和

微量元素Pb、Zn、Mn、Cr、Ni,并且主要以其氧化物形式存在,铬是以水溶性铬酸盐形式存在,相对于其他氧化物,可以通过水洗方法、以铬酸盐形式分离出铬盐,而其余元素氧化则相对完全的保留在余渣中。剩余粉尘滤渣通过焙烧及助剂添加对其电化学性能做进一步提升,制备得到具有广阔应用前景的电极材料,对冶金废弃物资源化再利用、开发高附加值产品、提高粉尘的综合利用率、探索新的应用领域乃至规模化生产具有重要的理论和实际意义。电弧炉粉尘中的Pb、Zn、Mn、Cr、Ni等对水环境和土壤环境具有严重危害,对其进行资源化再利用,具有重要的意义。

[0037] 氧化锌作为一种功能材料,已广泛应用在太阳能电池、光电器件和锌镍电池中,作为锂离子电池负极材料时 also 具有很高的理论容量 978mAhg^{-1} ,这个数值远远高于如今商业化使用的石墨类负极材料,放电电压平台较高,制备方法简单多样,原料价格低廉,具有很好的前景和潜力。但是由于ZnO在用作锂离子电池负极材料时存在非常严重的体积效应,导致容量的急速衰减和电池失效。目前对ZnO负极材料电化学性能的改善主要包括碳的包覆以及ZnO基复合材料的制备,乙酸锌为有光泽的六面体鳞片或片晶体,有乙酸气味,由氧化锌与乙酸作用而得,一般用于制锌盐、也用作媒染剂、木材防腐剂、试剂等。本发明添加乙酸锌固体在电弧炉粉尘滤渣中,通过调整摩尔配比及配合高温煅烧改性,可以明显改善电极材料的电化学性能,克服氧化锌在用作锂电池电极材料应用过程中集体效应而导致电容量急速衰减和电池失效的问题,添加乙酸锌固体而不是乙酸锌液体,固态操作,无废液产生,高效绿色。

[0038] 本发明与现有技术相比,其有益效果是:

[0039] 1. 本发明以钢铁工业废弃物为原料,量大易得,成本低廉,变废为宝,实现资源高效再利用,减少了粉尘及有害重金属对环境和人类健康的危害。

[0040] 2. 本发明实施工艺简单可行,适于工业化生产,制备得到的铬盐纯度高,回收效率高;制备得到的电极材料具有良好电化学性能,首次放电比容量高,多次循环后放电比容量为仍稳定在较高水平,具有极大的经济效益和巨大的市场空间。

[0041] 3. 本发明制备方法通过焙烧改性实现粉尘的功能性转化,解决了传统湿法生产过程产生大量废水,造成二次污染的问题,提取液中的水资源可以循环再利用,实现废弃物零排放,极大地缓解甚至消除了二次污染。

[0042] 4. 本发明添加过渡元素及稀土元素,并进行煅烧,改变铁氧化物的结构,改变电极材料的电化学性能,得到具有稳定效果的电极材料。

附图说明

[0043] 图1为本发明方法流程示意图。

[0044] 图2为本发明实施例四电弧炉粉尘原料的SEM图。

[0045] 图3为本发明实施例四电弧炉粉尘原料的EDS图。

[0046] 图4为本发明实施例四铬盐产品的SEM图。

[0047] 图5为本发明实施例四铬盐产品的EDS图。

具体实施方式

[0048] 下面结合实施例对本发明做进一步的详细说明,本发明的前述和其它目的、特征、

方面和优点将变得更加明显,以令本领域技术人员参照说明书文字能够据以实施。

[0049] 实施例一:

[0050] 取20g粉尘,用研磨机研磨4h;将粉尘置于1L烧杯中,并加水剧烈搅拌,静置2h后倾出的上清液置于另一容器中,再加入新鲜水于粉尘中,重复上述操作,直到上清液无色,过滤,保存滤饼和滤液;将滤饼放置于烘箱中并于室温下干燥;将干燥后的粉尘再次置于新鲜水中,加水剧烈搅拌后静置,过滤后的滤液倒入上述滤液中,并再次将滤饼在室温下干燥;将上述所有滤液置于蒸发器中,温度设置在100℃,蒸干水后,所得结晶为产品铬盐,所得结晶为铬酸钾及铬酸钠,铬提取率80%以上,铬盐主要为铬酸钾及铬酸钠,纯度72%以上;将上述干燥后的滤饼置于研磨机中研磨2h;将研磨后粉尘置于马弗炉中,于200℃焙烧改性;待粉尘冷却后,将其倒入装有新鲜水的烧杯中,剧烈搅拌后过滤,于室温下干燥滤饼,研磨后即电极材料。将其作为电极正极材料进行锂电测试,充放电比容量为230mAh/g。

[0051] 实施例二

[0052] 取20g粉尘,用研磨机研磨4h;将研磨后的粉尘置于烧杯中,加水剧烈搅拌后静置,倾出上层滤液置于另一烧杯中,再将新鲜水加入粉尘中,重复上述操作,直到上层滤液无色;过滤,保存滤饼和滤液,混合上述所有滤液,将滤饼于120℃干燥处理;将干燥后的粉尘再次置于新鲜水中,加水剧烈搅拌后静置,过滤后的滤液倒入上述滤液中,再次于120℃干燥滤饼;将上述所有滤液置于蒸发器中,温度设置在120℃,使其中的水蒸发,所得结晶为产品铬酸钾与铬酸钠的混合物,纯度75%以上,铬提取率78%以上;将上述干燥后的滤饼置于研磨机中研磨2h,再加入氧化镍,其中镍元素与粉尘中铁元素的摩尔比为1,充分混匀并研磨4h;将研磨后粉尘置于马弗炉中,于1400℃焙烧改性;待粉尘冷却后,将其倒入装有新鲜水的烧杯中,剧烈搅拌后过滤,于120℃干燥滤饼,研磨后即电极材料。将其作为电极正极材料进行锂电测试,放电比容量为370mAh/g。

[0053] 实施例三

[0054] 取20g粉尘,用研磨机研磨4h;将粉尘置于1L烧杯中,并加水剧烈搅拌,静置2h后倾出的上层滤液置于另一容器中,再加入新鲜水于粉尘中,重复上述操作,直到上层滤液无色,过滤,保存滤饼和滤液;将滤饼室温干燥;将干燥后的粉尘再次置于新鲜水中,加水剧烈搅拌后静置,过滤后的滤液倒入上述滤液中,并再次将滤饼于室温干燥;将上述所有滤液置于蒸发器中,温度设置在50℃,蒸干水后,所得结晶为铬酸钾及铬酸钠,铬提取率80%以上,铬盐主要为铬酸钾及铬酸钠,纯度72%以上;将上述干燥后的滤饼置于研磨机中研磨2h,再加入碱式碳酸锌,其中锌元素与粉尘中铁元素的摩尔比为0.8,充分混匀并研磨4h;将研磨后粉尘置于马弗炉中,于400℃焙烧改性;待粉尘冷却后,将其倒入装有新鲜水的烧杯中,剧烈搅拌后过滤,于120℃干燥滤饼,研磨后即电极材料。将其作为电极正极材料进行锂电测试,充放电比容量为330mAh/g。

[0055] 实施例四:

[0056] 取20g粉尘,用研磨机研磨4h;将粉尘置于1L烧杯中,并加水剧烈搅拌,静置2h后倾出的上层滤液置于另一容器中,再加入新鲜水于粉尘中,重复上述操作,直到上层滤液无色,过滤,保存滤饼和滤液;将滤饼放置于烘箱中并于160℃干燥;将干燥后的粉尘再次置于新鲜水中,加水剧烈搅拌后静置,过滤后的滤液倒入上述滤液中,并再次将滤饼于120℃干燥;将上述所有滤液置于蒸发器中,温度设置在100℃,蒸干水后,所得结晶为产品铬盐,铬

提取率85%以上,铬盐主要为铬酸钾及铬酸钠,纯度79%以上;将上述干燥后的滤饼置于研磨机中研磨2h,再加入二氧化锰,其中锰元素与粉尘中铁元素的摩尔比为0.4,充分混匀并研磨4h;将研磨后粉尘置于马弗炉中,于600℃焙烧改性;待粉尘冷却后,将其倒入装有新鲜水的烧杯中,剧烈搅拌后过滤,于140℃干燥滤饼,研磨后即成为电极材料。将其作为电极正极材料进行锂电测试,首次放电比容量为715mAh/g,35次循环后放电比容量为仍稳定在350mAh/g。

[0057] 实施例五

[0058] 取20g粉尘,用研磨机研磨4h;将研磨后的粉尘置于烧杯中,加水剧烈搅拌后静置,倾出上层滤液置于另一烧杯中,再将新鲜水加入粉尘中,重复上述操作,直到上层滤液无色;过滤,保存滤饼和滤液,混合上述所有滤液,将滤饼于120℃干燥处理;将干燥后的粉尘再次置于新鲜水中,加水剧烈搅拌后静置,过滤后的滤液倒入上述滤液中,再次于120℃干燥滤饼;将上述所有滤液置于蒸发器中,温度设置在100℃,使其中的水蒸发,蒸发出的结晶为产品铬盐,铬提取率80%以上,铬盐主要为铬酸钾及铬酸钠,纯度79%以上;将上述干燥后的滤饼置于研磨机中研磨2h,再加入乙酸钴,其中钴元素与粉尘中铁元素的摩尔比为0.3,充分混匀并研磨4h;将研磨后粉尘置于马弗炉中,于600℃焙烧改性;待粉尘冷却后,将其倒入装有新鲜水的烧杯中,剧烈搅拌后过滤,于120℃干燥滤饼,研磨后即成为电极材料。将其作为电极正极材料进行锂电测试,首次放电比容量为797mAh/g,31次循环后放电比容量为仍稳定在450mAh/g。

[0059] 实施例六

[0060] 取20g粉尘,用研磨机研磨4h;将粉尘置于1L烧杯中,并加水剧烈搅拌,静置2h后倾出的上层滤液置于另一容器中,再加入新鲜水于粉尘中,重复上述操作,直到上层滤液无色,过滤,保存滤饼和滤液;将滤饼放置于烘箱中并于120℃干燥;将干燥后的粉尘再次置于新鲜水中,加水剧烈搅拌后静置,过滤后的滤液倒入上述滤液中,并再次将滤饼于120℃干燥;将上述所有滤液置于蒸发器中,温度设置在100℃,蒸干水后,所得结晶为产品铬盐,铬提取率84%以上,铬盐主要为铬酸钾及铬酸钠,纯度80%以上;将上述干燥后的滤饼置于研磨机中研磨2h,再加入硝酸镍,其中镍元素与粉尘中铁元素的摩尔比为0.5,充分混匀并研磨4h;将研磨后粉尘置于马弗炉中,于800℃焙烧改性;待粉尘冷却后,将其倒入装有新鲜水的烧杯中,剧烈搅拌后过滤,于120℃干燥滤饼,研磨后即成为电极材料。将其作为电极正极材料进行锂电测试,首次放电比容量为797mAh/g,35次循环后放电比容量为仍稳定在383mAh/g。

[0061] 上述实施例中蒸发结晶处理后的蒸发液回收重复用于各个需要添加水对废渣进行洗涤的步骤,实现污水零排放。

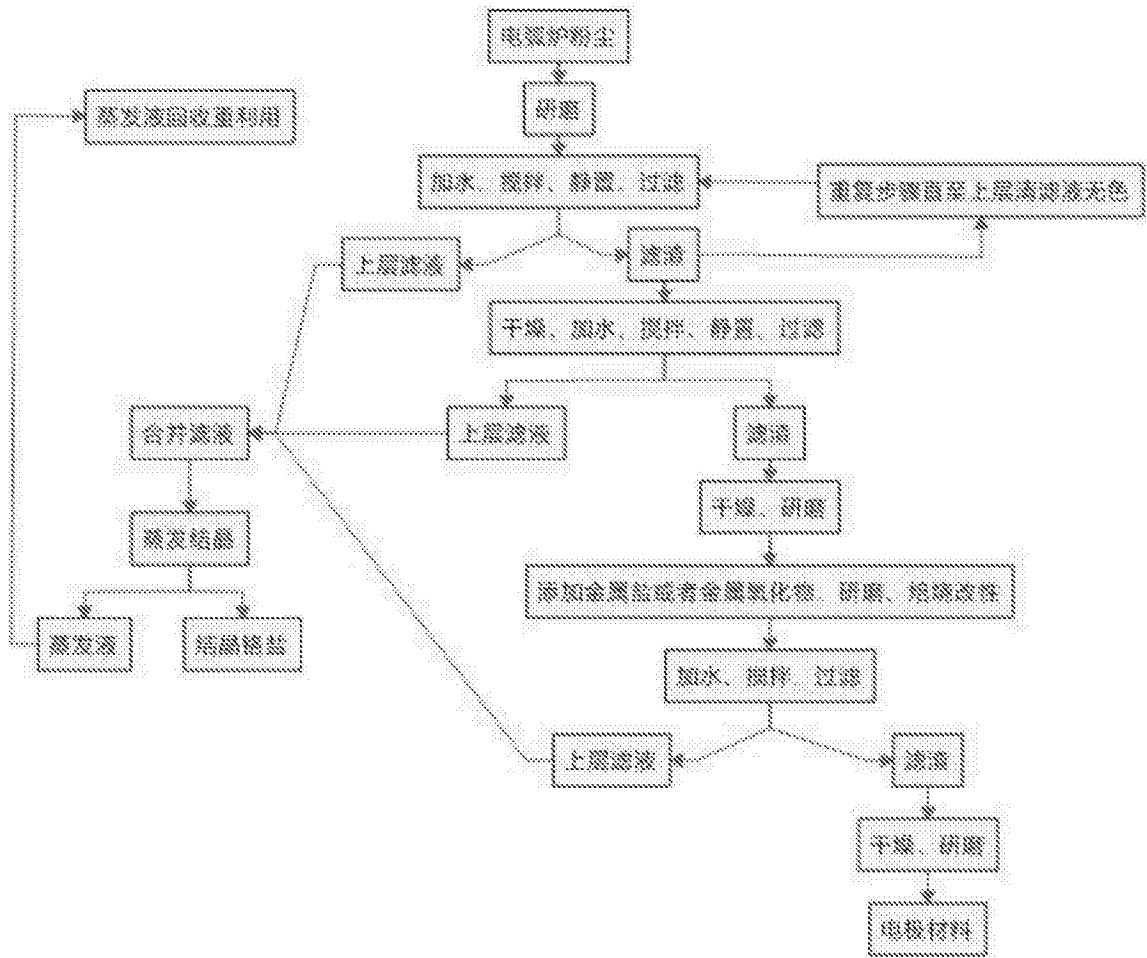


图1

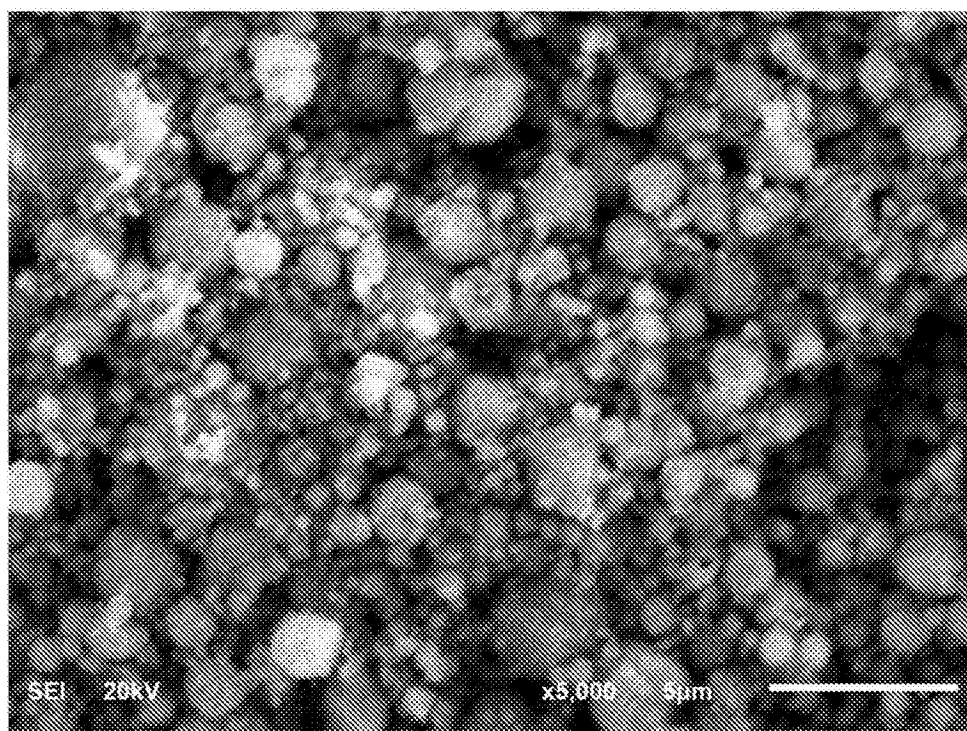


图2

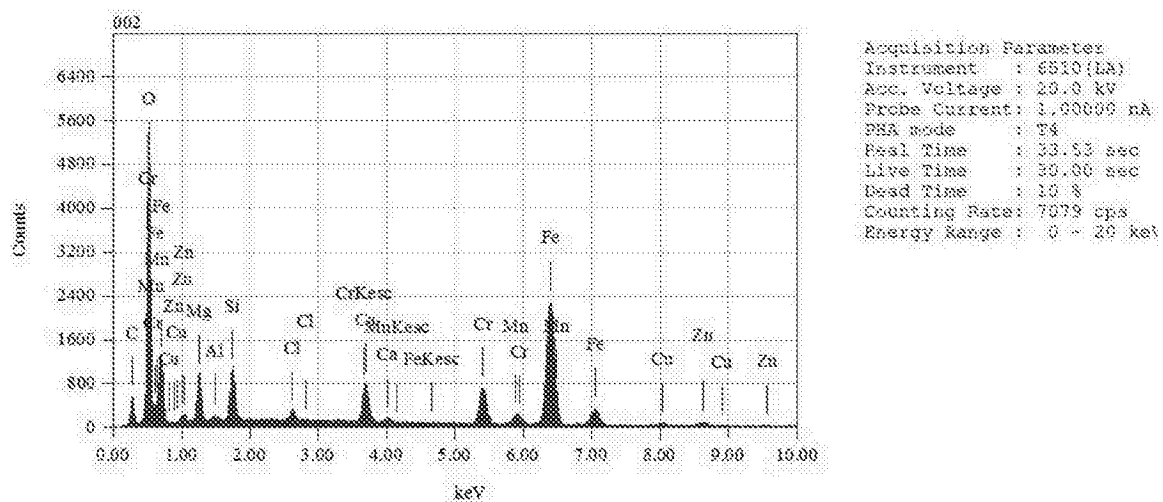


图3

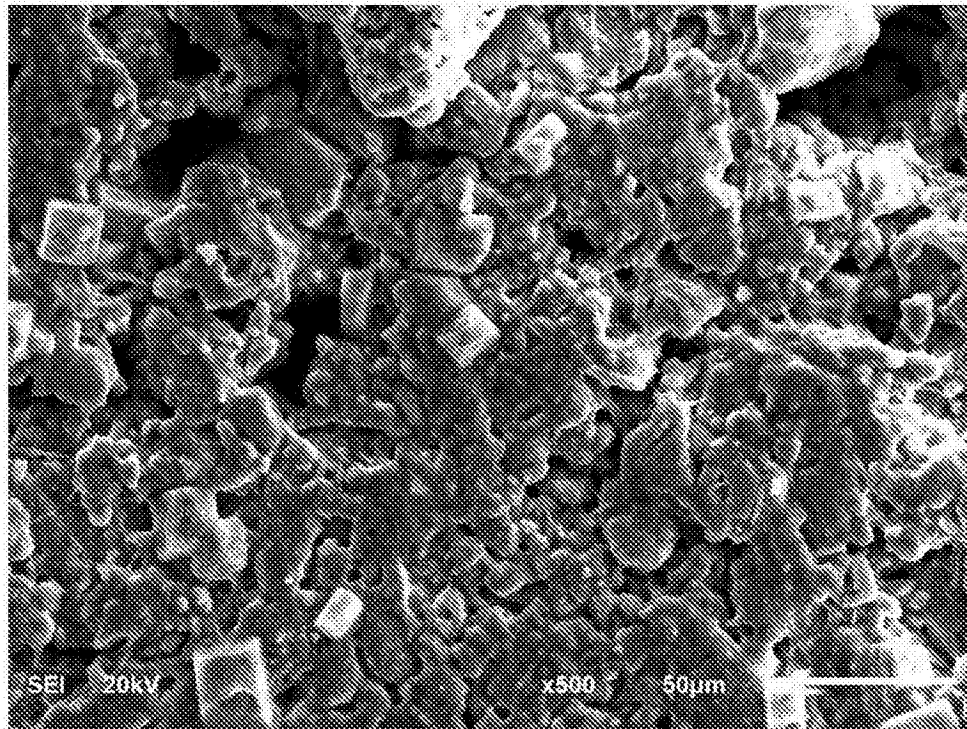


图4

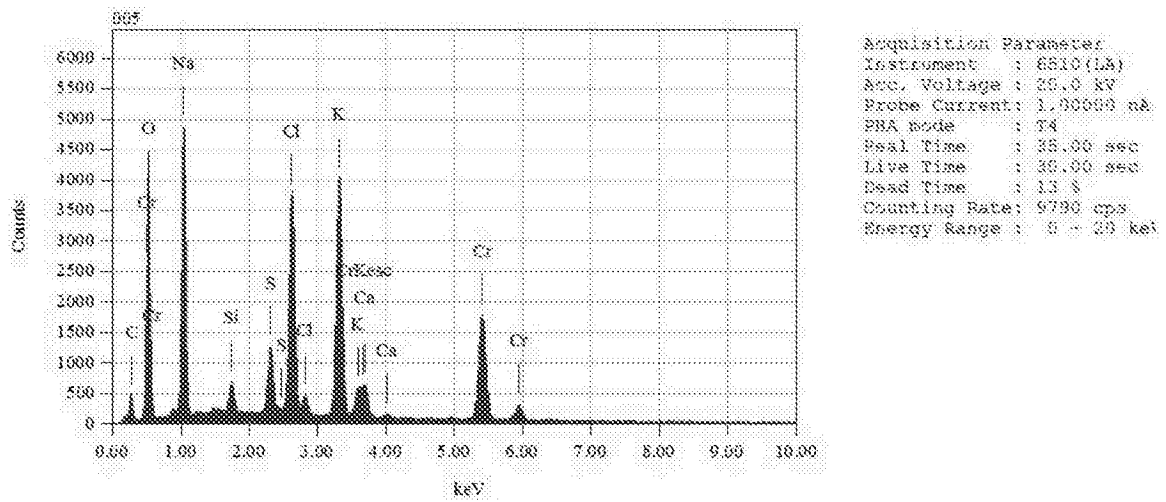


图5