



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 110616331 B

(45) 授权公告日 2021.11.30

(21) 申请号 201910983930.6

(22) 申请日 2019.10.16

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 110616331 A

(43) 申请公布日 2019.12.27

(73) 专利权人 衢州华友资源再生科技有限公司

地址 324012 浙江省衢州市柯城区廿新路
18号8幢3层

(72) 发明人 沈建中 孙灿 王青山 冯炎飞

(74) 专利代理机构 浙江翔隆专利事务所(普通
合伙) 33206

代理人 张建青

(51) Int. Cl.

C22B 7/00 (2006.01)

C22B 1/02 (2006.01)

C22B 47/00 (2006.01)

C22B 23/00 (2006.01)

C22B 26/12 (2006.01)

C22B 3/38 (2006.01)

H01M 10/54 (2006.01)

C01G 53/10 (2006.01)

C01G 51/10 (2006.01)

C01G 45/10 (2006.01)

C01D 15/08 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 108517409 A, 2018.09.11

JP 特開2004-300490 A, 2004.10.28

CN 105958148 A, 2016.09.21

审查员 王宏亮

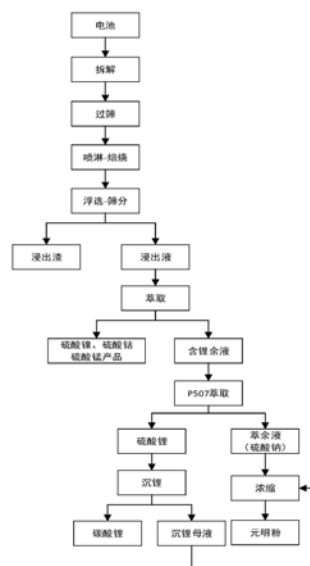
权利要求书2页 说明书6页 附图1页

(54) 发明名称

一种动力锂离子电池全金属回收循环利用
的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种动力锂离子电池全金属回收循环利用的方法。本发明以废旧锂离子电池为原料,采用拆解-筛分-焙烧工序将电池极粉从电池中与其它部分分离出来,然后经过酸浸得到含钴、镍、锰、锂的浸出液,经过萃取实现钴、镍、锰、锂的分离提纯,得到电池级硫酸钴、硫酸镍、硫酸锰,再进行锂钠分离,沉锂-浓缩得到碳酸锂和硫酸钠产品。本发明绿色、高效,无危废生成,可实现规模化生产。从废旧动力锂电池中系统地回收各有价金属,回收率分别是 $\text{Co} > 95\%$ 、 $\text{Ni} > 95\%$ 、 $\text{Mn} > 98\%$ 、 $\text{Li} \geq 94\%$,水循环利用率 $> 95\%$ 。本发明得到的硫酸镍液、硫酸钴液、硫酸锰液、碳酸锂均达到电池级产品标准。



1. 一种动力锂离子电池全金属回收循环利用的方法,其特征在于,包括步骤:

1) 拆解-筛分,将电池放入破碎机进行初步破碎,形成粉料;将破碎后得到的粉料两次过筛,第一次过筛,筛分出筛下物和筛上物,筛上物为隔膜纸和外壳,筛下物为电池极粉、碳粉、铝粒和铜箔;第二次过筛,将电池极粉、碳粉、铝粒和铜箔分离,筛上物为铜箔,筛下物为电池极粉、碳粉和铝粒;

2) 喷淋-焙烧,将第二次过筛后的筛下物用水喷淋,然后在加热设备中焙烧,在降解有机物质的同时除氟;

3) 浮选-筛分,将焙烧后的物质浮选除去部分含铝物质,然后再次过筛,分别得到电池极粉和含铝物质;

4) 将焙烧及筛分后得到的电池极粉浸出,得到浸出液和浸出渣;

5) 浸出液除铁和氟,得到除铁氟液;

6) 对除铁氟液萃取,进行钴、镍和锰分离提纯,分别得到硫酸镍、硫酸钴和硫酸锰产品;

7) 对步骤6)得到的萃镍余液进行锂、钠分离提纯;

步骤4)采用两步浸出,第一步浸出后得到浸出液和浸出渣,浸出渣进入第二步浸出,浸出液用于步骤5)的操作;第二步得到的浸出液进入第一步浸出,第二步得到的浸出渣外排;

步骤4)中,第一步浸出采用的浸出剂为硫酸或盐酸,第一步浸出时pH为0.5~1.5,温度70~80℃,反应时间为1~10h,液固比为3:1~5:1,得到酸浸出液和浸出渣;第二步浸出用的酸为硫酸、盐酸或两种混合物,液固比为3:1~5:1,浸出后溶液的 H^+ 浓度为3~14mol/L,浸出温度为40~80℃;

步骤5)分为两步,第一步加入沉淀剂调pH至3.0~4.0,控制温度为40~80℃,反应时间为2~4h,得到沉淀液和沉淀渣,将沉淀渣外排;第二步用碱液调第一步得到的沉淀液的pH为4.0~6.0,得到溶液和渣,调pH时温度为40~90℃,反应时间为2~4h,所述的溶液用于步骤6)的操作,渣回到第一步;

步骤6)中的钴、镍、锰分离包括C272萃取锰和P507萃取钴、萃取镍:用C272萃取剂萃取锰,得到电池级的硫酸锰;用P507萃取钴、P204净化得到电池级的硫酸钴;用P507萃取镍,用硫酸反萃,C272净化,得到电池级的硫酸镍,萃镍余液中含有硫酸锂和硫酸钠;

C272萃取锰进行10~12级萃取,9级洗涤逆流萃取除杂,硫酸反萃得到电池级硫酸锰,萃取剂C272混合溶剂油,萃取剂C272的体积占比为15~25%,萃取有机皂化所用原料为氢氧化钠,皂化率为30~50%;

用P507萃取剂进行9~12级萃取,6级洗涤逆流萃取除杂,硫酸反萃得到硫酸钴,硫酸钴溶液用P204净化,得到电池级硫酸钴,萃取剂P507混合溶剂油,萃取剂P507的体积占比为20~25%,萃取有机皂化所用原料为氢氧化钠,皂化率为40~70%;

用P507萃取剂进行9~12级萃取,6~9级洗涤逆流萃取除杂,硫酸反萃得到硫酸镍,硫酸镍溶液用C272净化,得到电池级硫酸镍,萃取剂P507混合溶剂油,萃取剂P507的体积占比为20~25%,萃取有机皂化所用原料为氢氧化钠,皂化率为40~70%;

步骤7)中的锂、钠分离包括P507萃取锂、碳酸钠沉淀制备碳酸锂和硫酸钠浓缩蒸发;用P507萃取剂进行12~15级萃取,6~9级洗涤逆流萃取除杂,硫酸反萃得到硫酸锂;萃取余液中的锂用碳酸钠沉淀,得到粗制碳酸锂沉淀和沉淀后母液,将沉淀后母液浓缩,得到结晶的硫酸钠产品;

将粗制碳酸锂通入二氧化碳得到碳化后液,二次除杂,经加热分解,离心过滤、干燥、气流磨分选、自动混料、自动包装步骤,得到电池级碳酸锂产品;

碳化后液二次除杂用螯合树脂深度除钙镁,除杂后的碳化后液中钙镁含量分别为Ca含量 $<0.1\text{mg/L}$,Mg含量 $<0.1\text{mg/L}$ 。

2.根据权利要求1所述的一种动力锂离子电池全金属回收循环利用的方法,其特征在于,步骤2)中,焙烧温度 $510\sim 550^{\circ}\text{C}$,焙烧时间为 $0.5\sim 1.5\text{h}$ 。

3.根据权利要求1所述的一种动力锂离子电池全金属回收循环利用的方法,其特征在于,步骤3)得到的电池极粉中Co含量为 $4\sim 15\%$ 、Ni含量为 $1\sim 23.15\%$ 、Mn含量为 $1\sim 12\%$ 、Cu含量为 $0.1\sim 2\%$ 、Zn含量为 $0.1\sim 2\%$ 。

4.根据权利要求1所述的一种动力锂离子电池全金属回收循环利用的方法,其特征在于,第二步得到的浸出渣中Ni的百分含量 $\leq 0.3\%$ 、Co的百分含量 $\leq 0.3\%$ 、Mn的百分含量 $\leq 0.3\%$ 、Li的百分含量 $\leq 0.3\%$ 。

5.根据权利要求1所述的一种动力锂离子电池全金属回收循环利用的方法,其特征在于,步骤5)第一步所用的沉淀剂为氢氧化钙、碳酸钙、碳酸镁、氢氧化镁中一种或几种的混合物,沉淀剂的浓度为 $10\sim 35\%$ 。

一种动力锂离子电池全金属回收循环利用的方法

技术领域

[0001] 本发明属于资源回收领域,涉及动力锂离子电池材料回收,具体地说是一种动力锂离子电池全金属回收循环利用的方法。

背景技术

[0002] 近年锂离子电池的使用数量成倍增加,伴随而来的是被淘汰电池数量的同步增长。锂离子电池中含有钴、镍、锰、锂等高附加值的金属。如果不加以回收,不仅浪费资源,而且电池中含有的电解质等物质极易造成环境污染。因此需要对电池进行有效的回收,实现资源的循环利用。

[0003] 在锂离子电池中各有价元素提纯分离的过程中,常常存在铝箔、铜箔和电池极粉不能分离完全、电解液中的氟随着浸出而进入浸出液,造成后续产品中氟含量高。除铁、铝过程中先氧化后沉淀除铁,氧化剂对环境造成污染。钴、镍、锰分离时,锰与其它杂质一起萃取,生成的锰产品达不到电池级锰的标准。锂、钠分离过程中,锂沉淀不完全等问题。

[0004] 现有回收技术难以实现锂离子电池中钴、镍、锰、锂的全面回收,回收制备的产品也无法达到电池级标准,进而回到锂电池粉体制备的源头,实现资源封闭循环利用的目的。

发明内容

[0005] 本发明所要解决的技术问题是克服上述现有技术存在的缺陷,提供一种动力锂离子电池全金属回收循环利用的方法,以实现锂离子电池中的各种成分,包括外壳、铝箔、铜箔、钴、镍、锰、锂的全回收循环利用工艺,回收过程无三废污染排放。

[0006] 为此,本发明采用如下的技术方案:一种动力锂离子电池全金属回收循环利用的方法,其包括步骤:

[0007] 1) 拆解-筛分,将电池放入破碎机进行初步破碎,形成粉料;将破碎后得到的粉料两次过筛,第一次过筛,筛分出筛下物和筛上物,筛上物为隔膜纸和外壳,筛下物为电池极粉、碳粉、铝粒和铜箔;第二次过筛,将电池极粉、碳粉、铝粒和铜箔分离,筛上物为铜箔,筛下物为电池极粉、碳粉和铝粒;

[0008] 2) 喷淋-焙烧,将第二次过筛后的筛下物用水喷淋,然后在加热设备中焙烧,在降解有机物质的同时除氟;

[0009] 3) 浮选-筛分,将焙烧后的物质浮选除去部分含铝物质,然后再次过筛,分别得到电池极粉和含铝物质;

[0010] 4) 将焙烧及筛分后得到的电池极粉浸出,得到浸出液和浸出渣;

[0011] 5) 浸出液除铁和氟,得到除铁氟液;

[0012] 6) 对除铁氟液萃取,进行钴、镍和锰分离提纯,分别得到硫酸镍、硫酸钴和硫酸锰产品;

[0013] 7) 对步骤6)得到的萃镍余液进行锂、钠分离提纯。

[0014] 步骤2)中,电池极粉上含有电解液和粘结剂,为了将电解液中的氟除去,同时为了

将铝粒和电池极粉分离,采用水喷淋使筛下物的含水量增加,然后采用焙烧的方式达到除氟、除粘结剂(即有机物质)的目的。

[0015] 步骤3)中,破碎焙烧后的铝粒的比重和粒度与电池极粉的比重粒度不同,利用这种差异,将焙烧后的物质浮选除去部分含铝物质,然后再次过筛,得到电池极粉和含铝物质。含铝物质为铝粒和氧化铝,铝粒含量 $\geq 95\%$,氧化铝含量 $\leq 5\%$ 。

[0016] 本发明解决了动力锂电池回收过程中产生的一系列问题,实现从废旧锂电池中分离提纯出电池级的钴、镍、锰、锂产品,并且实现电池中外壳、铜箔的回收,同时将生产过程中产生的硫酸钠以产品的形式回收利用,且回收过程中流程短,回收率高。

[0017] 作为上述方法的补充,步骤2)中,焙烧温度 $510\sim 550^{\circ}\text{C}$,焙烧时间为 $0.5\sim 1.5\text{h}$ 。

[0018] 作为上述方法的补充,步骤3)得到的电池极粉中Co含量为 $4\sim 15\%$ 、Ni含量为 $1\sim 23.15\%$ 、Mn含量为 $1\sim 12\%$ 、Cu含量为 $0.1\sim 2\%$ 、Zn含量为 $0.1\sim 2\%$ 。

[0019] 作为上述方法的补充,步骤4)采用两步浸出,第一步浸出后得到浸出液和浸出渣,浸出渣进入第二步浸出,浸出液用于步骤5)的操作;第二步得到的浸出液进入第一步浸出,第二步得到的浸出渣外排。

[0020] 作为上述方法的补充,步骤4)中,第一步浸出采用的浸出剂为硫酸或盐酸,第一步浸出时pH为 $0.5\sim 1.5$,温度 $70\sim 80^{\circ}\text{C}$,反应时间为 $1\sim 10\text{h}$,液固比为 $3:1\sim 5:1$,得到酸浸出液和浸出渣;第二步浸出用的酸为硫酸、盐酸或两种混合物,液固比为 $3:1\sim 5:1$,浸出后溶液的 H^{+} 浓度为 $3\sim 14\text{mol/L}$,浸出温度为 $40\sim 80^{\circ}\text{C}$ 。

[0021] 作为上述方法的补充,第二步得到的浸出渣中Ni的百分含量 $\leq 0.3\%$ 、Co的百分含量 $\leq 0.3\%$ 、Mn的百分含量 $\leq 0.3\%$ 、Li的百分含量 $\leq 0.3\%$ 。

[0022] 作为上述方法的补充,步骤5)分为两步,第一步加入沉淀剂调pH至 $3.0\sim 4.0$,控制温度为 $40\sim 80^{\circ}\text{C}$,反应时间为 $2\sim 4\text{h}$,得到沉淀液和沉淀渣,将沉淀渣外排;第二步用碱液调第一步得到的沉淀液的pH为 $4.0\sim 6.0$,得到溶液和渣,调pH时温度为 $40\sim 90^{\circ}\text{C}$,反应时间为 $2\sim 4\text{h}$,所述的溶液用于步骤6)的操作;

[0023] 步骤5)第一步所用的沉淀剂为氢氧化钙、碳酸钙、碳酸镁、氢氧化镁中一种或几种的混合物,沉淀剂的浓度为 $10\sim 35\%$ 。

[0024] 作为上述方法的补充,步骤6)中的钴、镍、锰分离包括C272萃取锰和P507萃取钴、萃取镍:用C272萃取剂萃取锰,得到电池级的硫酸锰;用P507萃取钴、P204净化得到电池级的硫酸钴;用P507萃取镍,用硫酸反萃,C272净化,得到电池级的硫酸镍,萃镍余液中含有硫酸锂和硫酸钠。

[0025] 作为上述方法的补充,C272萃取锰进行 $10\sim 12$ 级萃取,9级洗涤逆流萃取除杂,硫酸反萃得到电池级硫酸锰,萃取剂C272混合溶剂油,萃取剂C272的体积占比为 $15\sim 25\%$,萃取有机皂化所用原料为氢氧化钠,皂化率为 $30\sim 50\%$;

[0026] 用P507萃取剂进行 $9\sim 12$ 级萃取,6级洗涤逆流萃取除杂,硫酸反萃得到硫酸钴,硫酸钴溶液用P204净化,得到电池级硫酸钴,萃取剂P507混合溶剂油,萃取剂P507的体积占比为 $20\sim 25\%$,萃取有机皂化所用原料为氢氧化钠,皂化率为 $40\sim 70\%$;

[0027] 用P507萃取剂进行 $9\sim 12$ 级萃取,6~9级洗涤逆流萃取除杂,硫酸反萃得到硫酸镍,硫酸镍溶液用C272净化,得到电池级硫酸镍,萃取剂P507混合溶剂油,萃取剂P507的体积占比为 $20\sim 25\%$,萃取有机皂化所用原料为氢氧化钠,皂化率为 $40\sim 70\%$ 。

[0028] 本发明对除铁、氟后的溶液采用萃取的方式实现钴镍、锰和锂的分离,用于制备电池级硫酸锰、电池级硫酸钴和电池级硫酸镍溶液。用C272萃取剂萃取锰,得到电池级的硫酸锰;用P507萃取钴,得到电池级的硫酸钴;用P507萃取镍,用硫酸反萃,得到电池级的硫酸镍,萃余液中含有硫酸锂和硫酸钠。

[0029] 作为上述方法的补充,步骤7)中的锂、钠分离包括P507萃取锂、碳酸钠沉淀制备碳酸锂和硫酸钠浓缩蒸发;

[0030] 用P507萃取剂进行12~15级萃取,6~9级洗涤逆流萃取除杂,硫酸反萃得到硫酸锂;

[0031] 萃取余液中的锂用碳酸钠沉淀,得到粗制碳酸锂沉淀和沉淀后母液,将沉淀后母液浓缩,得到结晶的硫酸钠产品;

[0032] 将粗制碳酸锂通入二氧化碳得到碳化后液,二次除杂,经加热分解,离心过滤、干燥、气流磨分选、自动混料、自动包装步骤,得到电池级碳酸锂产品;

[0033] 碳化后液二次除杂用螯合树脂深度除钙镁,除杂后的碳化后液中钙镁含量分别为Ca含量 $<0.1\text{mg/L}$,Mg含量 $<0.1\text{mg/L}$ 。

[0034] 作为进一步的技术方案,除杂后的碳化后液加热分解,得到电池级碳酸锂粉体,分解温度为 $60\sim 100^{\circ}\text{C}$,分解时间为 $2\sim 10\text{h}$;干燥温度为 $200\sim 500^{\circ}\text{C}$,干燥时间为 $1\sim 6\text{h}$ 。

[0035] 本发明与现有技术比具有如下优势:(1)本发明提供了一种针对废旧锂离子电池全金属综合回收工艺,该工艺使锂离子电池中的各元素得到高效回收,达到了规模化回收废旧锂离子电池的目的,各有价金属回收率分别为 $\text{Co}>95\%$ 、 $\text{Ni}>95\%$ 、 $\text{Mn}>95\%$ 、 $\text{Li}>88\%$,水的循环利用率 $>95\%$ 。(2)工艺无危废生成,产生的废水中的硫酸钠以产品的形式外卖,工艺绿色环保。(3)该工艺得到的硫酸镍液、硫酸钴液、硫酸锰液、碳酸锂均达到电池级产品标准,可用于锂电池的生产,实现了钴、镍、锰、锂资源从废旧电池到新电池间的循环。

附图说明

[0036] 图1为本发明一种动力锂离子电池全金属回收循环利用工艺流程图。

具体实施方式

[0037] 下面通过具体实施方式对发明进行详细说明。

[0038] 实施例1

[0039] 取废旧锂离子电池,用升降机和传送带将电池投入到破碎机中,将电池破碎至 $1\sim 2.5\text{mm}$,然后用100目震动筛筛分,筛上物为隔膜纸和外壳,筛下物为包含电池极粉料、碳粉、铜箔和铝粒。破碎后的筛下物再次用过200目筛,将电池极粉、碳粉、铝粒和铜箔分离,筛上物为铜箔,筛下物为电池极粉、碳粉、铝粒。筛下物用水喷淋,喷淋后的物料含水量为 5% ,然后在碳化炉焙烧,焙烧温度为 550°C ,焙烧时间为 0.5h ,浮选,过筛,得到筛上物和筛下物。筛上物为含铝物质,筛下物为电池极粉。

[0040] 取电池极粉料调浆,固液比为 $1:3$,调浆后浆料打入浸出槽,浸出槽中加入硫酸,控制温度为 60°C ,pH为 1.0 ,浸出液进入除铁氟段,还原浸出渣用硫酸再次浸出,浸出后用板框过滤,浸出液返回用于再次浸出粉料,浸出渣中Ni的百分含量为 0.3% 、Co的百分含量

0.21%、Mn的百分含量0.19%、Li的百分含量0.10%。

[0041] 将浸出液和30%的碳酸钙乳液,用并流加入的方式除去浸出液中的铁、氟,控制温度为40~80℃,除铁时间为2~4h,终点pH为3.5,然后用34%的碱液调pH为4.5,控制温度为60℃,时间为4h,反应完成后板框过滤,滤液的成分为:Co含量为:22g/L,Ni含量为40g/L,锰含量为27g/L,铁含量为:0.001g/L,钙含量为0.3g/L,镁含量为0.1g/L,锌含量为0.05g/L,铝含量为0.03g/L,氟含量为50mg/L。

[0042] 得到的除铁氟液,经过精滤,浸出液进入萃取分离提纯段。在萃取段,以C272萃取提纯锰,进行10~12级萃取,9级洗涤逆流萃取除杂,硫酸反萃得到电池级硫酸锰;萃取剂C272混合溶剂油,萃取剂C272的体积占比为15~25%;萃取有机皂化所用原料为氢氧化钠,皂化率为30%。以P507萃取剂进行12级萃取,6级洗涤逆流萃取除杂,硫酸反萃得到硫酸钴;硫酸钴溶液用P204净化,得到电池级硫酸钴;萃取剂P507混合溶剂油,萃取剂P507的体积占比为25%;萃取有机皂化所用原料为氢氧化钠,皂化率为60%。用P507萃取剂进行9级萃取,6级洗涤逆流萃取除杂,硫酸反萃得到硫酸镍;硫酸镍溶液用C272净化,得到电池级硫酸镍;萃取剂P507混合溶剂油,萃取剂P507的体积占比为25%;萃取有机皂化所用原料为氢氧化钠,皂化率为70%。

[0043] 萃镍余液用P507萃取剂进行15级萃取,9级洗涤逆流萃取除杂,硫酸反萃得到硫酸锂和萃取锂后的余液,余液中为硫酸钠。硫酸锂反萃液进行碳酸钠沉淀,得到粗制碳酸锂和沉锂后的母液。沉淀后的碳酸钠母液与萃锂余液混合,然后浓缩蒸发,得到硫酸钠产品,达到国家一级品质。

[0044] 将粗制碳酸锂通入二氧化碳得到碳化后液,用螯合树脂除去Ca和Mg,除杂后的碳化液中Ca含量0.07mg/L,Mg含量0.05mg/L。

[0045] 然后除杂后的碳化液加热到90℃,得到碳酸锂固体。将碳酸锂固体离心过滤、250℃干燥、气流磨分选、自动混料、自动包装步骤,得到电池级碳酸锂产品。

[0046] 分选出的电池极粉的成分为:

[0047]	含量	Co/%	Ni/%	Cu/%	Mn/%	Li/%
	电池极粉	14.04	23.15	0.06	9.28	5.30

[0048] 浸出液成分:

[0049]	含量	Co/g/L	Ni/g/L	Cu/g/L	Mn/g/	Li/g/
	浸出液	30.29	27.71	2.74	25	10.7

[0050] 电池中各元素回收率为:

[0051]	内容	Co/%	Ni/%	Mn/%	Li/%
	回收率	96	97	99	94

[0052] 实施例2

[0053] 取废旧锂离子电池,用升降机和传送带将电池投入到破碎机中,将电池破碎至4~9mm,然后用80目震动筛筛分,筛上物为隔膜纸和外壳,筛下物为包含电池极粉料、碳粉、铜箔和铝粒。破碎后的筛下物再次过筛,将电池极粉、碳粉、铝粒和铜箔分离,筛上物为铜箔,筛下物为电池极粉、碳粉、铝粒。筛下物用水喷淋,喷淋后的物料含水量为5%,然后在碳化炉焙烧,焙烧温度为520℃,焙烧时间为1.5h,浮选,过筛,得到筛上物和筛下物。筛上物为含

铝物质,筛下物为电池极粉。

[0054] 取电池极粉料调浆,固液比为1:4,调浆后浆料打入浸出槽,浸出槽中加入硫酸,控制温度为80℃,pH为1.5,浸出液进入除铁氟段,还原浸出渣用硫酸再次浸出,浸出后用板框过滤,浸出液返回用于再次浸出粉料,浸出渣外排,浸出渣中Ni的百分含量为0.25%、Co的百分含量0.17%、Mn的百分含量0.15%、Li的百分含量0.09%。

[0055] 将浸出液和25%的碳酸钙乳液,用并流加入的方式除去浸出液中的铁、氟,控制温度为60℃,除铁氟时间为2h,终点pH为3.9,然后用32%的碱液调pH为4.8,控制温度为80℃,时间为4h,反应完成后板框过滤,滤液的成分为:Co含量为:25g/L,Ni含量为50g/L,锰含量为27g/L,铁含量为0.001g/L,钙含量为0.4g/L,镁含量为0.1g/L,锌含量为0.05g/L,铝含量为0.03g/L,,氟含量为70mg/L。

[0056] 得到的除铁氟液,经过精滤,浸出液进入萃取分离提纯段。在萃取段,以C272萃取提纯锰,进行12级萃取,9级洗涤逆流萃取除杂,硫酸反萃得到电池级硫酸锰;萃取剂C272混合溶剂油,萃取剂C272的体积占比为20%;萃取有机皂化所用原料为氢氧化钠,皂化率为35%。以P507萃取剂进行12级萃取,6级洗涤逆流萃取除杂,硫酸反萃得到硫酸钴;硫酸钴溶液用P204净化,得到电池级硫酸钴;萃取剂P507混合溶剂油,萃取剂P507的体积占比为25%;萃取有机皂化所用原料为氢氧化钠,皂化率为50%。用P507萃取剂进行9级萃取,6级洗涤逆流萃取除杂,硫酸反萃得到硫酸镍;硫酸镍溶液用C272净化,得到电池级硫酸镍;萃取剂P507混合溶剂油,萃取剂P507的体积占比为25%;萃取有机皂化所用原料为氢氧化钠,皂化率为60%。

[0057] 萃镍余液用P507萃取剂进行14级萃取,9级洗涤逆流萃取除杂,硫酸反萃得到硫酸锂和萃取锂后的余液,余液中为硫酸钠。硫酸锂反萃液进行碳酸钠沉淀,得到粗制碳酸锂和沉锂后的母液。沉淀后的碳酸钠母液与萃锂余液混合,然后浓缩蒸发,得到硫酸钠产品,达到国家一级品质。

[0058] 将粗制碳酸锂通入二氧化碳得到碳化后液,用螯合树脂除去Ca和Mg,除杂后的碳化液中Ca含量0.04mg/L,Mg含量0.09mg/L。

[0059] 然后除杂后的碳化液加热到90℃,得到碳酸锂固体。将碳酸锂固体离心过滤、350℃干燥、气流磨分选、自动混料、自动包装步骤,得到电池级碳酸锂产品。

[0060] 电池极粉的成分为:

含量	Co/%	Ni/%	Cu/%	Mn/%	Li/%
电池极粉	11.04	23.15	1.56	11.28	5.30

[0062] 浸出液成分:

含量	Co/g/L	Ni/g/L	Cu/g/L	Mn/g/	Li/g/
浸出液	44.49	30.2	3.17	30	11.1

[0064] 电池中各元素回收率为:

内容	Co/%	Ni/%	Mn/%	Li/%
回收率	97	98	98.3	95

[0066] 上述实施方式已经对本发明的一些细节进行了描述,但是不能理解为对本发明的限制,本领域的技术人员在不脱离本发明的原理和宗旨的情况下在本发明的范围内可以对

其进行变化、修改、替换和变型。

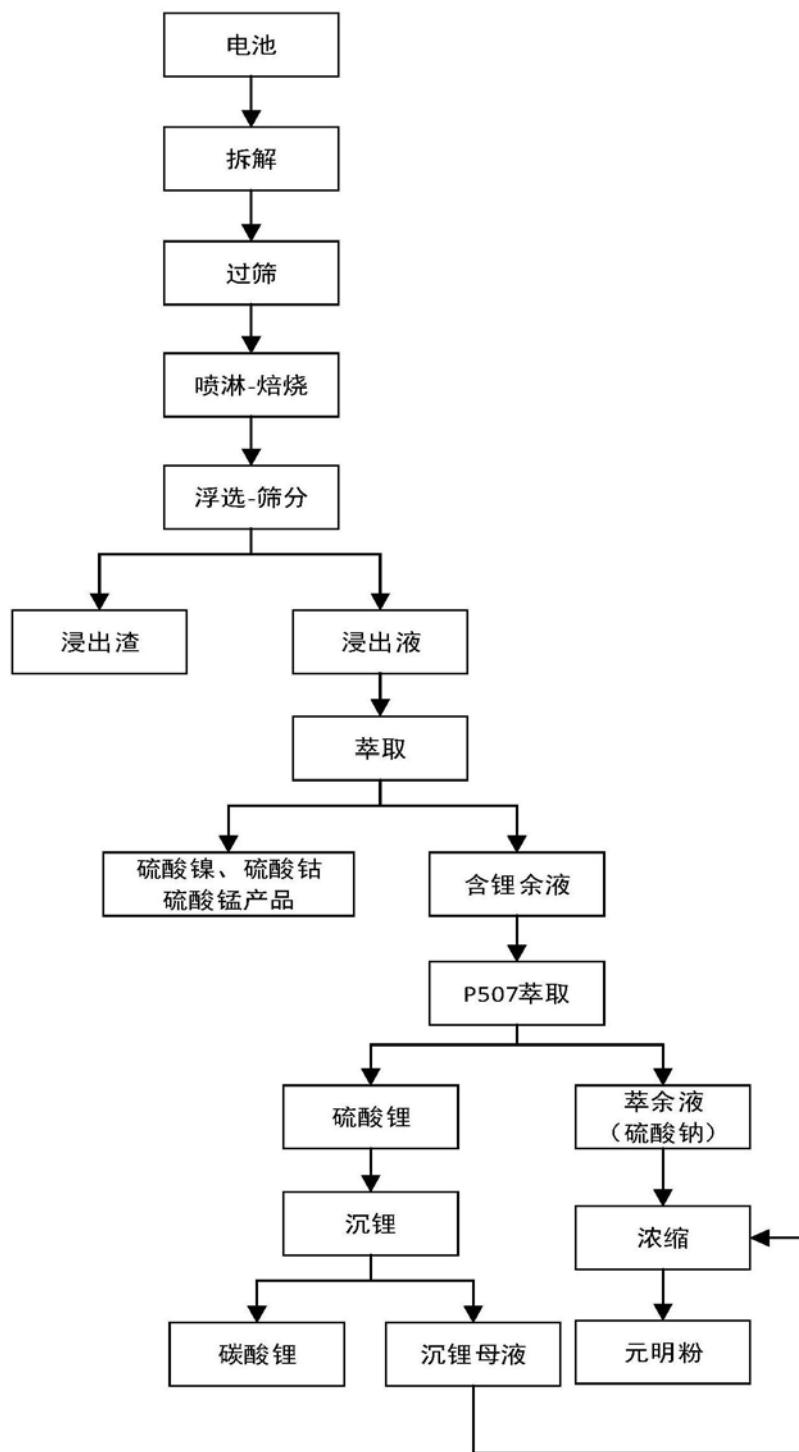


图1