



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 114561557 B

(45) 授权公告日 2023.06.30

(21) 申请号 202210047082.X

C22B 3/08 (2006.01)

(22) 申请日 2022.01.15

C22B 3/44 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

审查员 谢怡彬

申请公布号 CN 114561557 A

(43) 申请公布日 2022.05.31

(73) 专利权人 南城广德新材料科技有限公司

地址 344700 江西省抚州市南城县金山口  
工业园区

(72) 发明人 杨隆辉 胥小敏 曾佑振 甘力南  
罗天贵

(74) 专利代理机构 南昌科德知识产权代理事务  
所(普通合伙) 36143

专利代理师 刘福来

(51) Int. Cl.

C22B 23/00 (2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种快速溶解镍豆的工艺

(57) 摘要

本发明公开了一种快速溶解镍豆的工艺,其通过在溶解镍豆时,添加偶合剂和硅酸铝凝胶颗粒,以吸附 $Fe^{3+}$ ,防止其与水、阴离子形成配合物附着在镍豆表面阻碍镍豆的溶解;此工艺加大的提升了镍豆的溶解速度,同时也能降低硫酸的用量,并减少后续含镍产品中硫酸根离子的含量。

1. 一种快速溶解镍豆的工艺,其特征在于:所述工艺具体如下:

(1) 将硅酸钠溶解与热水中,制成5%-6%的硅酸钠水溶液,然后以质量分数0.5%-1%的稀硫酸滴加至呈酸性,持续搅拌至溶液变稠时,加入硅酸钠质量1-2倍的微硅粉,以及硅酸钠质量3%-5%的硅烷偶联剂,分散均匀后,静置形成溶胶;

(2) 以同体积的0.5%-1%稀硫酸洗涤2-3次后,加热使溶胶失水30%-40%,然后加入30%的双氧水,使凝胶中含有10%-12%的双氧水,切割成块状,制成硅酸铝凝胶颗粒;

(3) 在反应槽中加入镍豆,然后加入镍豆质量分数1‰-3‰的硅酸铝凝胶颗粒,然后按照液固比 $2.9-3.0\text{m}^3/\text{t}$ 加入当量浓度4.0N-4.2N的硫酸溶液;反应0.2-0.3h后,分3次加入10%-15%的双氧水,每次间隔时间为0.3h,加入的双氧水总量为硫酸溶液体积的5%-8%;

(4) 反应完成后,用压滤的方式去除固形杂质,即得到高含镍溶液。

2. 根据权利要求1所述的快速溶解镍豆的工艺,其特征在于:所述硅酸钠的模数2-3。

3. 根据权利要求1所述的快速溶解镍豆的工艺,其特征在于:所述微硅粉粒径为8-10 $\mu\text{m}$ 。

4. 根据权利要求1所述的快速溶解镍豆的工艺,其特征在于:所述硅烷偶联剂为KH560或KH570。

5. 根据权利要求1所述的快速溶解镍豆的工艺,其特征在于:所述硅酸铝凝胶颗粒的粒径为3-5mm。

## 一种快速溶解镍豆的工艺

### 技术领域

[0001] 本发明涉及镍的溶解回收技术领域,更具体地说,本发明涉及一种快速溶解镍豆的工艺。

### 背景技术

[0002] 随着镍在三元聚合物锂电池、化工催化剂中得到越来越多的应用,高效回收镍、制备高纯镍产品成为目前镍回收产业的关键技术。

[0003] 目前,回收镍的来源主要包括电镀污泥、回收三元聚合物锂电池等,但随着镍的需求量增大,回收镍的来源目前主要依靠购入或进口的镍豆。

[0004] 镍豆是一种高含镍的金属块状物,其一般单粒重达70g-100g,块形较大,以浓硫酸溶解时,反应较慢,所以溶解体系中浓硫酸一般需要超量,以提高镍豆的溶解速度;但这也导致较多的硫酸进入后续的纯化萃取工艺,不仅影响萃取效率,而且额外引入了硫酸根离子,影响后续制备碱性碳酸镍或其他含镍产品的质量。

### 发明内容

[0005] 本发明公开了一种快速溶解镍豆的工艺,其通过在溶解镍豆时,添加偶合剂和硅酸铝凝胶颗粒,以吸附 $\text{Fe}^{3+}$ ,防止其与水、阴离子形成配合物附着在镍豆表面阻碍镍豆的溶解;此工艺极大的提升了镍豆的溶解速度,同时也能降低硫酸的用量,并减少后续含镍产品中硫酸根离子的含量。

[0006] 一种快速溶解镍豆的工艺,所述工艺具体如下:

[0007] (1) 在反应槽中加入镍豆,然后加入镍豆质量分数0.5%-0.8%的偶合剂,然后按照液固比2.8-3.0 $\text{m}^3/\text{t}$ 加入当量浓度4.5N-4.6N的硫酸溶液,反应0.5-0.6h后,分3次加入10%-15%的双氧水,每次间隔时间为0.5h,加入的双氧水总量为硫酸溶液体积的5%-8%;

[0008] (2) 反应完成后,用压滤的方式去除固形杂质,即得到高含镍溶液。

[0009] 所述偶合剂为焦磷酸钠或聚偏磷酸钠。

[0010] 上述工艺由于会引入磷酸根离子,对后续含镍产品的质量产生影响,所以本发明开发了另一种快速溶解镍豆的工艺,其具体如下:

[0011] 一种快速溶解镍豆的工艺,所述工艺具体如下:

[0012] (1) 将硅酸钠溶解与热水中,制成5%-6%的硅酸钠水溶液,然后以质量分数0.5%-1%的稀硫酸滴加至呈酸性,持续搅拌至溶液变稠时,加入硅酸钠质量1-2倍的微硅粉,以及硅酸钠质量3%-5%的硅烷偶联剂,分散均匀后,静置形成溶胶;

[0013] (2) 以同体积的0.5%-1%稀硫酸洗涤2-3次后,加热使溶胶失水30%-40%,然后加入30%的双氧水,使凝胶中含有10%-12%的双氧水,切割成块状,制成硅酸铝凝胶颗粒;

[0014] (3) 在反应槽中加入镍豆,然后加入镍豆质量分数1%-3%的硅酸铝凝胶颗粒,然后按照液固比2.9-3.0 $\text{m}^3/\text{t}$ 加入当量浓度4.0N-4.2N的硫酸溶液;反应0.2-0.3h后,分3次加入10%-15%的双氧水,每次间隔时间为0.3h,加入的双氧水总量为硫酸溶液体积的5%-

8%；

[0015] (4)反应完成后,用压滤的方式去除固形杂质,即得到高含镍溶液。

[0016] 进一步的,所述硅酸钠的模数2-3。

[0017] 进一步的,所述微硅粉粒径为8-10 $\mu\text{m}$ 。

[0018] 进一步的,所述硅烷偶联剂为KH560或KH570。

[0019] 进一步的,所述硅酸铝凝胶颗粒的粒径为3-5mm。

[0020] 本发明的优点:

[0021] 1、本发明通过在溶解镍豆时,添加偶合剂和硅酸铝凝胶颗粒,以吸附 $\text{Fe}^{3+}$ ,防止其与水、阴离子形成配合物附着在镍豆表面阻碍镍豆的溶解;此工艺加大的提升了镍豆的溶解速度,同时也能降低硫酸的用量,并减少后续含镍产品中硫酸根离子的含量;

[0022] 2、硅酸铝凝胶颗粒吸附少量双氧水后,可将溶出的 $\text{Fe}^{2+}$ 氧化成 $\text{Fe}^{3+}$ 并以硅酸铁铝的形式固定,避免了使用偶合剂而引入磷酸根离子杂质。

## 具体实施方式

[0023] 实施例1

[0024] 一种快速溶解镍豆的工艺,所述工艺具体如下:

[0025] (1)在反应槽中加入镍豆,然后加入镍豆质量分数0.6%的偶合剂聚偏磷酸钠,然后按照液固比2.9 $\text{m}^3/\text{t}$ 加入当量浓度4.6N的硫酸溶液,反应0.5h后,分3次加入15%的双氧水,每次间隔时间为0.5h,加入的双氧水总量为硫酸溶液体积的7%;

[0026] (2)反应完成后,用压滤的方式去除固形杂质,即得到高含镍溶液。

[0027] 实施例2

[0028] 一种快速溶解镍豆的工艺,所述工艺具体如下:

[0029] (1)将模数2.3的硅酸钠溶解与热水中,制成6%的硅酸钠水溶液,然后以质量分数1%的稀硫酸滴加至呈酸性,持续搅拌至溶液变稠时,加入硅酸钠质量2倍的粒径10 $\mu\text{m}$ 的微硅粉,以及硅酸钠质量5%的硅烷偶联剂KH560,分散均匀后,静置形成溶胶;

[0030] (2)以同体积的1%稀硫酸洗涤2次后,加热使溶胶失水40%,然后加入30%的双氧水,使凝胶中含有12%的双氧水,切割成块状,制成粒径为3mm的硅酸铝凝胶颗粒;

[0031] (3)在反应槽中加入镍豆,然后加入镍豆质量分数3%的硅酸铝凝胶颗粒,然后按照液固比3.0 $\text{m}^3/\text{t}$ 加入当量浓度4.0N的硫酸溶液;反应0.2h后,分3次加入15%的双氧水,每次间隔时间为0.3h,加入的双氧水总量为硫酸溶液体积的5%;

[0032] (4)反应完成后,用压滤的方式去除固形杂质,即得到高含镍溶液。

[0033] 实施例3

[0034] 一种快速溶解镍豆的工艺,所述工艺具体如下:

[0035] (1)将模数2.9的硅酸钠溶解与热水中,制成5%的硅酸钠水溶液,然后以质量分数0.5%的稀硫酸滴加至呈酸性,持续搅拌至溶液变稠时,加入硅酸钠质量1倍的粒径8 $\mu\text{m}$ 的微硅粉,以及硅酸钠质量3%的硅烷偶联剂KH570,分散均匀后,静置形成溶胶;

[0036] (2)以同体积的0.5%稀硫酸洗涤3次后,加热使溶胶失水30%,然后加入30%的双氧水,使凝胶中含有10%的双氧水,切割成块状,制成粒径为5mm的硅酸铝凝胶颗粒;

[0037] (3)在反应槽中加入镍豆,然后加入镍豆质量分数1%的硅酸铝凝胶颗粒,然后按

照液固比 $2.9\text{m}^3/\text{t}$ 加入当量浓度 $4.2\text{N}$ 的硫酸溶液；反应 $0.3\text{h}$ 后，分3次加入 $10\%$ 的双氧水，每次间隔时间为 $0.3\text{h}$ ，加入的双氧水总量为硫酸溶液体积的 $8\%$ ；

[0038] (4)反应完成后，用压滤的方式去除固形杂质，即得到高含镍溶液。

[0039] 对比例1

[0040] 一种溶解镍豆的工艺，所述工艺未添加偶合剂聚偏磷酸钠，其余同实施例1。

[0041] 对比例2

[0042] 一种溶解镍豆的工艺，所述工艺未添加微硅粉，其余同实施例2。

[0043] 对比例3

[0044] 一种溶解镍豆的工艺，所述工艺未添加硅烷偶联剂KH560，其余同实施例2。

[0045] 对比例4

[0046] 一种溶解镍豆的工艺，所述工艺第(2)步中未以稀硫酸洗涤，其余同实施例2。

[0047] 对比例5

[0048] 一种溶解镍豆的工艺，所述工艺第(2)步中未以双氧水置换凝胶中的水，其余同实施例2。

[0049] 测试：

[0050] 以同一批次镍豆按照上述实施例和对比例的溶解工艺进行中试测试，每次实验使用 $100\text{kg}$ 镍豆，在同样的反应槽中进行溶解并控制相同的搅拌速度，记录镍豆完全溶解所用时间，并检测制得的高含镍溶液中残余的硫酸当量浓度；

[0051] 同时观察溶解完全后，硅酸铝凝胶颗粒的形态完整性，以及压滤时过滤是否顺畅。

中试	完全溶解时间 (h)	残余硫酸当量浓 度(N)	硅酸铝凝胶颗粒 形态完整性	压滤顺畅程度
实施例 1	2.9	0.62	/	顺畅
实施例 2	2.8	0.13	完好	顺畅
实施例 3	2.8	0.19	完好	顺畅
[0052] 对比例 1	6.1	0.62	/	顺畅
对比例 2	3.5	0.14	过滤得胶状物	堵塞
对比例 3	2.6	0.14	颗粒破碎	堵塞
对比例 4	3.3	0.13	完好	顺畅
对比例 5	3.9	0.13	完好	顺畅

[0053] 上述对比例2中硅酸铝凝胶颗粒难以保持固定形态，在镍豆完全溶解后，形成絮状不溶物，过滤时堵塞过滤器，很难过滤；而对比例3中硅酸铝凝胶颗粒碎裂成微小固形颗粒，容易造成过滤阻力上升，也很难过滤。

[0054] 最后：以上所述仅为本发明的优选实施例而已，并不用于限制本发明，凡在本发明的精神和原则之内，所作的任何修改、等同替换、改进等，均应包含在本发明的保护范围之内。