**清远市科技成果登记公示**

2016-7-13

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 成果拟登记号： | 清科成登字2016027 | 登记日期： | 2016年7月13日 |
| 成果名称： | 一种低氯/硫、大粒氢氧钴及其制备方法 | 成果状态： | 公示中 |
| 完成单位： | 广东佳纳能源科技有取公司 | 研究人员： | 文定强、付海阔、陈秋、张涛、冉建军、钟晖、冯焕村、岳文彬 |
| 研究时间： | 2013年10月-  2014年10月 | 评价方式： | 评价 |
| 评价单位： | 清远市科学技术局 | 评价日期： | 2016年5月11日 |
| 成果应用行业： | 工业 | 高新科技领域： | 工业 |
| 学科分类： |  | 成果登记机构联系人及电话： | 潘燕航 3361682 |
| 一、课题来源与背景：  工业氢氧化钴用途广泛，全球消费量约为 1400t（金属量）/ 年。工业氢氧化钴主 要用于加工其他钴盐的原料，如醋酸钴、环烷酸钴等有机钴 ；可作为添加剂直接或与其他材 料混合后使用，如电子工业用原料，陶瓷工业中用作着色剂，油墨、涂料、油漆领域用作催干 剂，子午线轮胎里用作快速粘结剂，镍氢电池、镍镉电池中增加导电性等 ；同时可煅烧为四 氧化三钴用于钴酸锂的制备，也可以用于超级电容器的电极材料。  根据氢氧化钴用途不同，产品的规格要求也对应有很大差异，对应的生产工艺及 参数也有较大区别。  目前氢氧化钴在制备过程中主要存在以下 3 个问题 ：（1）沉淀过程中易形成絮状 沉淀，颗粒不能生长且过滤困难 ；（2）产品易于氧化，存储一段时间后颜色变深 ；（3）在沉淀 过程中 Cl-和SO42-离子容易络合形成碱式盐杂质在产品中，造成产品中的 Cl/S 超标。  二、课题主要内容：  一种低氯 / 硫、大粒径氢氧化钴，为六方晶型或三角晶型，单晶 D50 为 3~20μm，Cl-、SO42-含量 <0.02% ；其制备方法包括以下步骤 ：  （1）以氨水为底液，加热至 30~70oC 后加入抗氧化剂 ；  （2）将钴液、氨水、液碱、分散剂并流加入反应器，反应过程保持 pH 为 10.5~12.0 ；  （3）溢流后，补入抗氧化剂，随时监控氢氧化钴粒度，当氢氧化钴粒度达到 D50 为  3~20μm 后停加钴液、氨水和分散剂，继续加入液碱至 pH 值 12.0~12.5 后停止反应，在40~80oC 下陈化 1~10h ；  （4）将溢流浆体作为第二个反应器的底液，以溢流浆体中的氢氧化钴作为晶种，采用步骤（2）和步骤（3）制备氢氧化钴 ；  （5）步骤（3）和步骤（4）所得氢氧化钴浆体经过滤、洗涤，70~110oC 烘干后即为低氯 /硫、大粒径氢氧化钴。  三、项目技术原理  以氨水为底液，氨气的挥发排尽反应的空气槽 ；钴液、 氨水、液碱并流加入，在形成钴氨络合物的同时生成氢氧化钴 ；通过反应过程 pH 保持在 10.5~12.0，避免碱式氯化钴（碱式硫酸钴）的生成，晶型可控，粒度均匀，产品中 Cl-、SO42-含 量低 ；溢流浆体中的氢氧化钴可以作为第二个反应器的晶种，溢流得到有效利用，且为下 一槽反应节约了时间。  由于料液加入方式对产品中的 Cl/S 含量、粒度生产速度有很大的影响。不论是否添加络合剂，以钴液为底液沉淀方式的产品中 Cl/S 含量远远超过以液碱为底液的沉淀方 式，以钴液为底液沉淀方式的产品中粒度生长远远超过以液碱为底液的沉淀方式。因此，本发明通过特定的料液加入方式以及对反应过程中 pH 的控制等多方面，确保可以生产出低 氯 / 硫、大粒径氢氧化钴。  本发明合成氢氧化钴主要化学反应方程式为 ：  Co2+ + NH3 = Co(NH3)n2+  Co(NH3)n2+ + 2OH- = Co(OH)2↓ + nNH3  合成氢氧化钴主要化学反应方程式为 ：  NH3? H2O = NH4+ + OH- 溶液中必须保证 3~10g/L 的 NH4+，以便保证溶液中含有适当的 NH3与 Co2+络合。  合成氢氧化钴副反应化学反应方程式为 ：  Co2+ + nOH- +(2-n) Cl- = Co(OH)nCl(2-n)  四、课题的先进性和创造性  （1）本发明反应过程中，钴氨络合与沉淀过程同时进行，保证了氢氧化钴产品中 Cl-或 SO42- <0.02% ；  （2）本发明采用氨水为底液，将钴液、氨水、液碱三种原料并流加入，直接生成-Co(OH)2并在此基础上沉淀结晶，可得到任意单晶粒径的氢氧化钴产品 ；产品单晶粒径 大，容易过滤，跑料损失少 ；  （3）本发明将第一反应器的溢流作为第二反应器的底液，缩短了第二反应器的反应时 间，提高了生产效率 ；  （4）与现有的氢氧化钴制备方法相比，本发明可以根据反应过程中的 pH 值，通过改变 反应速度来调整氢氧化钴产品中 Cl-或 SO42-。  五、项目的应用情况  该项研究成果于2014年11月已经在广东佳纳能源科技有限公司进行了成果转化，建成了年产480吨氢氧化钴的生产线，试生产产品通过JIAYA GROUP LTD等公司验证，产品全部销售至国外市场。 | | | |

成果公示期间，有异议的单位和个人，应以书面方式提出，并提供有效的证明材料，注明联系电话和通讯地址。提出异议的单位、个人应当表明真实身份。个人提出异议的，应当在异议材料上签署真实姓名；单位提出异议的，应当在异议材料上加盖本单位公章。异议的调查处理由登记机构与成果评价（含验收）部门进行。