



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 112813264 A

(43) 申请公布日 2021.05.18

(21) 申请号 202011591909.0

(22) 申请日 2020.12.29

(71) 申请人 中国科学院江西稀土研究院

地址 341003 江西省赣州市赣州经济技术  
开发区黄金大道36号

(72) 发明人 肖吉昌 安华英 宗国强 余东海

(74) 专利代理机构 北京品源专利代理有限公司  
11332

代理人 巩克栋

(51) Int. Cl.

G22B 7/00 (2006.01)

G22B 3/04 (2006.01)

G22B 59/00 (2006.01)

G22B 3/38 (2006.01)

权利要求书2页 说明书7页

(54) 发明名称

一种钽铁硼废料中有价元素的萃取回收方法

(57) 摘要

本发明涉及一种钽铁硼废料中有价元素的萃取回收方法,所述回收方法包括如下步骤:(1)将钽铁硼废料的浸出液进行第一萃取得到,第一有机相和第一水相,所述第一有机相经第一反萃得到含铁溶液;(2)将步骤(1)得到的所述第一水相进行第二萃取,得到第二水相和第二有机相,所述第二有机相经第二反萃得到含钽溶液。通过对回收流程的合理设计,采用分步的萃取流程实现了钽铁硼废料中有价组分的回收,除铁效果好,钽的回收率和纯度高,对有价金属进行了全回收;有机相可循环使用,生产成本低,环境友好。

1. 一种钽铁硼废料中有价元素的萃取回收方法,其特征在于,所述回收方法包括如下步骤:

(1) 将钽铁硼废料的浸出液进行第一萃取得到,第一有机相和第一水相,所述第一有机相经第一反萃得到含铁溶液;

(2) 将步骤(1)得到的所述第一水相进行第二萃取,得到第二水相和第二有机相,所述第二有机相经第二反萃得到含钽溶液。

2. 如权利要求1所述的回收方法,其特征在于,步骤(1)所述第一萃取中所用的萃取剂包括二(2-乙基己基)次磷酸;

优选地,步骤(1)所述第一萃取中萃取剂的体积浓度为10-50%。

3. 如权利要求1或2所述的回收方法,其特征在于,步骤(1)所述第一萃取中有机相和水相的体积比为(0.1-10):1;

优选地,步骤(1)所述第一萃取后得到的第一水相的pH值为1.2-2.4。

4. 如权利要求1-3任一项所述的回收方法,其特征在于,步骤(2)所述第二萃取中所用的萃取剂包括二(2-乙基己基)次磷酸;

优选地,步骤(2)所述第二萃取中萃取剂的体积浓度为10-50%。

5. 如权利要求1-4任一项所述的回收方法,其特征在于,步骤(2)所述第二萃取中有机相和水相的体积比为(0.1-10):1;

优选地,步骤(2)所述第二萃取后所得的第二水相的pH值为2.5-3.6。

6. 如权利要求1-5所述的回收方法,其特征在于,若所述浸出液中含有钴元素,还包括将步骤(2)得到的所述第二水相进行第三萃取,得到第三有机相经第三反萃得到含钴溶液。

7. 如权利要求1-6任一项所述的回收方法,其特征在于,所述第三萃取中所用的萃取剂包括二(2-乙基己基)次磷酸;

优选地,所述第三萃取中萃取剂的体积浓度为10-50%。

8. 如权利要求7所述的回收方法,其特征在于,所述第三萃取中有机相和水相的体积比为1:(0.1-10);

优选地,所述第三萃取后所得的水相的pH值为3.7-6.5。

9. 如权利要求7所述的回收方法,其特征在于,步骤(1)所述第一萃取的萃取级数1-10级;

优选地,步骤(2)所述第二萃取的萃取级数1-10级;

优选地,所述第三萃取的萃取级数1-10级。

10. 如权利要求1-9任一项所述的回收方法,其特征在于,所述回收方法包括如下步骤:

(1) 将钽铁硼废料的浸出液进行第一萃取得到,第一有机相和第一水相,所述第一有机相经第一反萃得到含铁溶液;

(2) 将步骤(1)得到的所述第一水相进行第二萃取,得到第二水相和第二有机相,所述第二有机相经第二反萃得到含钽溶液;

(3) 将步骤(2)得到的所述第二水相进行第三萃取,得到第三有机相经第三反萃得到含钴溶液;

步骤(1)所述第一萃取中所用的萃取剂包括二(2-乙基己基)次磷酸,所述第一萃取中萃取剂的体积浓度为10-50%,所述第一萃取中有机相和水相的体积比为(0.1-10):1,所述

第一萃取后得到的第一水相的pH值为1.2-2.4;

步骤(2)所述第二萃取中所用的萃取剂包括二(2-乙基己基)次磷酸,所述第二萃取中萃取剂的体积浓度为10-50%,所述第二萃取中有机相和水相的体积比为(0.1-10):1,所述第二萃取后所得的第二水相的pH值为2.5-3.6;

步骤(3)所述第三萃取中所用的萃取剂包括二(2-乙基己基)次磷酸,所述第三萃取中萃取剂的体积浓度为10-50%,所述第三萃取中有机相和水相的体积比为1:(0.1-10),所述第三萃取后所得的水相的pH值为3.7-6.5。

## 一种钕铁硼废料中有价元素的萃取回收方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及资源回收和冶金技术领域,具体涉及一种钕铁硼废料中有价元素的萃取回收方法。

### 背景技术

[0002] 目前,随着新能源汽车、风力发电、电子设备、医疗器械、航空工业、国防军工、永磁电机等工业的迅速发展,稀土永磁材料用量在逐年增加,尤其是钕铁硼磁体,其中,烧结钕铁硼生产过程是磁性材料的主要来源。在烧结钕铁硼生产过程中,约产生30%的废料,其中含有约30%的稀土元素,约60%的铁,约1%的硼,及其它添加的钴、镨、镱等金属;另外,在永磁材料的使用过程中也会因为各种原因导致材料磁性失效,其回收潜在价值巨大。钕铁硼废料的回收利用,不仅合理利用了资源,而且减少了环境的污染。

[0003] 回收钕铁硼废料的方法主要包括湿法与火法,例如盐酸优溶法、全萃取法、硫酸—复盐法、直接还原—渣金熔分法与电还原—萃取法。

[0004] 1) 盐酸优溶法(工毅军等,用盐酸优溶法从NdFeB废料中回收稀土,湿法冶金,2006(4):195-197.)是在控制溶液的pH和稀土浓度的条件下使钕铁硼废料中稀土优先溶解,通过氧化焙烧、酸溶除杂、萃取分离、沉淀灼烧等工艺获得稀土产品。但是,此方法需要通过高温氧化焙烧将钕和铁等金属氧化为金属氧化物,能耗较高。

[0005] 2) 全萃取法(陈云锦,全萃取法回收钕铁硼废渣中的稀土与钴,中国资源综合利用,2004:10-12.)利用盐酸将废料中的稀土元素、钴、铁等全部溶解,通过氧化除铁、萃取分离、沉淀回收钴等工艺得到产品。具体的,全萃取法利用盐酸进行全溶,然后将 $Fe^{2+}$ 氧化为 $Fe^{3+}$ ,用N503进行萃取除 $Fe^{3+}$ 。然后用P507经过多级萃取得到氧化钕和氧化镨,除铁与稀土元素后的溶液利用碳酸盐回收钴,从而实现了稀土金属与钴的回收。但N503萃取除铁,分相较慢,可操作pH范围窄,工艺控制不好分相界面会有白色絮状物,即三相的生成。

[0006] 类似的,硫酸—复盐法沉淀步骤多,沉淀不完全,夹带损失大,环保成本高;直接还原—渣金熔分法设备投资高、能耗高,熔渣含稀土氧化物需进一步处理;电还原—萃取法复反应多、操作费用高、设备投资大。

[0007] 因此,发展钕铁硼废料的简单、综合回收仍是一个迫切需要解决的问题。

### 发明内容

[0008] 鉴于现有技术中存在的问题,本发明的目的在于提供一种钕铁硼废料中有价元素的萃取回收方法,工艺简单,除铁效果好,钕的回收率和纯度高,对有价金属进行了全回收;有机相可循环使用,生产成本低,环境友好。克服了现有钕铁硼废料的回收工艺复杂、能耗较高、设备投资大、收率较低等现有不足。

[0009] 为达此目的,本发明采用以下技术方案:

[0010] 本发明提供了一种钕铁硼废料中有价元素的萃取回收方法,所述回收方法包括如下步骤:

[0011] (1) 将钹铁硼废料的浸出液进行第一萃取得到, 第一有机相和第一水相, 所述第一有机相经第一反萃得到含铁溶液;

[0012] (2) 将步骤(1)得到的所述第一水相进行第二萃取, 得到第二水相和第二有机相, 所述第二有机相经第二反萃得到含钹溶液。

[0013] 为了克服现有钹铁硼废料的回收工艺复杂、能耗较高、设备投资大、收率较低等现有不足, 本发明通过对回收流程的合理设计, 采用分步的萃取流程实现了钹铁硼废料中有价组分的回收, 除铁效果好, 钹的回收率和纯度高, 对有价金属进行了全回收; 有机相可循环使用, 生产成本低, 环境友好。

[0014] 作为本发明优选的技术方案, 步骤(1)所述第一萃取中所用的萃取剂包括二(2-乙基己基)次膦酸。

[0015] 优选地, 步骤(1)所述第一萃取中萃取剂的体积浓度为10-50%, 例如可以是10%、12%、14%、16%、18%、20%、22%、24%、26%、28%、30%、32%、34%、36%、38%、40%、42%、44%、46%、48%或50%等, 但不限于所列举的数值, 该范围内其他未列举的数值同样适用。

[0016] 作为本发明优选的技术方案, 步骤(1)所述第一萃取中有机相和水相的体积比为(0.1-10):1, 例如可以是0.1:1、0.2:1、0.3:1、0.4:1、0.5:1、0.6:1、0.7:1、0.8:1、0.9:1、1:1、2:1、3:1、4:1、5:1、6:1、7:1、8:1、9:1或10:1等, 但不限于所列举的数值, 该范围内其他未列举的数值同样适用。

[0017] 优选地, 步骤(1)所述第一萃取后得到的第一水相的pH值为1.2-2.4, 例如可以是1.2、1.3、1.4、1.5、1.6、1.7、1.8、1.9、2.1、2.2、2.21、2.22、2.23、2.24、2.25、2.26、2.27、2.28、2.29、2.3、2.31、2.32、2.33、2.34、2.35、2.36、2.37、2.38、2.39或2.4等, 但不限于所列举的数值, 该范围内其他未列举的数值同样适用。

[0018] 作为本发明优选的技术方案, 步骤(2)所述第二萃取中所用的萃取剂包括二(2-乙基己基)次膦酸。

[0019] 优选地, 步骤(2)所述第二萃取中萃取剂的体积浓度为10-50%, 例如可以是10%、12%、14%、16%、18%、20%、22%、24%、26%、28%、30%、32%、34%、36%、38%、40%、42%、44%、46%、48%或50%等, 但不限于所列举的数值, 该范围内其他未列举的数值同样适用。

[0020] 作为本发明优选的技术方案, 步骤(2)所述第二萃取中有机相和水相的体积比为(0.1-10):1, 例如可以是0.1:1、0.2:1、0.3:1、0.4:1、0.5:1、0.6:1、0.7:1、0.8:1、0.9:1、1:1、2:1、3:1、4:1、5:1、6:1、7:1、8:1、9:1或10:1等, 但不限于所列举的数值, 该范围内其他未列举的数值同样适用。

[0021] 优选地, 步骤(2)所述第二萃取后所得的第二水相的pH值为2.5-3.6, 例如可以是2.5、2.6、2.7、2.8、2.9、3、3.1、3.2、3.3、3.4、3.41、3.42、3.43、3.44、3.45、3.46、3.47、3.48、3.49、3.5、3.51、3.52、3.53、3.54、3.55、3.56、3.57、3.58、3.59或3.6等, 但不限于所列举的数值, 该范围内其他未列举的数值同样适用。

[0022] 作为本发明优选的技术方案, 若所述浸出液中含有钴元素, 还包括将步骤(2)得到的所述第二水相进行第三萃取, 得到第三有机相经第三反萃得到含钴溶液。

[0023] 作为本发明优选的技术方案, 所述第三萃取中所用的萃取剂包括二(2-乙基己基)

次磷酸。

[0024] 优选地,所述第三萃取中萃取剂的体积浓度为10-50%,例如可以是10%、12%、14%、16%、18%、20%、22%、24%、26%、28%、30%、32%、34%、36%、38%、40%、42%、44%、46%、48%或50%等,但不限于所列举的数值,该范围内其他未列举的数值同样适用。

[0025] 作为本发明优选的技术方案,所述第三萃取中有机相和水相的体积比为1:(0.1-10),例如可以是1:0.1、1:0.2、1:0.3、1:0.4、1:0.5、1:0.6、1:0.7、1:0.8、1:0.9、1:1、1:2、1:3、1:4、1:5、1:6、1:7、1:8、1:9或1:10等,但不限于所列举的数值,该范围内其他未列举的数值同样适用。

[0026] 优选地,所述第三萃取后所得的水相的pH值为3.7-6.5,例如可以是3.7、3.8、3.9、4、4.1、4.2、4.3、4.4、4.5、4.6、4.7、4.8、4.9、5、5.1、5.1、5.2、5.3、5.4、5.5、5.6、5.7、5.8、5.9、6、6.1、6.2、6.3、6.4或6.5等,但不限于所列举的数值,该范围内其他未列举的数值同样适用。

[0027] 作为本发明优选的技术方案,步骤(1)所述第一萃取的萃取级数为1-10级,例如可以是1级、2级、3级、4级、5级、6级、7级、8级、9级、或10级等,但不限于所列举的数值,该范围内其他未列举的数值同样适用。

[0028] 优选地,步骤(2)所述第二萃取的萃取级数为1-10级,例如可以是1级、2级、3级、4级、5级、6级、7级、8级、9级、或10级等,但不限于所列举的数值,该范围内其他未列举的数值同样适用。

[0029] 优选地,所述第三萃取的萃取级数为1-10级,例如可以是1级、2级、3级、4级、5级、6级、7级、8级、9级、或10级等,但不限于所列举的数值,该范围内其他未列举的数值同样适用。

[0030] 作为本发明优选的技术方案,所述回收方法包括如下步骤:

[0031] 所述回收方法包括如下步骤:

[0032] (1) 将钕铁硼废料的浸出液进行第一萃取得到,第一有机相和第一水相,所述第一有机相经第一反萃得到含铁溶液;

[0033] (2) 将步骤(1)得到的所述第一水相进行第二萃取,得到第二水相和第二有机相,所述第二有机相经第二反萃得到含钕溶液;

[0034] (3) 将步骤(2)得到的所述第二水相进行第三萃取,得到第三有机相经第三反萃得到含钴溶液;

[0035] 步骤(1)所述第一萃取中所用的萃取剂包括二(2-乙基己基)次磷酸,所述第一萃取中萃取剂的体积浓度为10-50%,所述第一萃取中有机相和水相的体积比为(0.1-10):1,所述第一萃取后得到的第一水相的pH值为1.2-2.4;

[0036] 步骤(2)所述第二萃取中所用的萃取剂包括二(2-乙基己基)次磷酸,所述第二萃取中萃取剂的体积浓度为10-50%,所述第二萃取中有机相和水相的体积比为(0.1-10):1,所述第二萃取后所得的第二水相的pH值为2.5-3.6;

[0037] 步骤(3)所述第三萃取中所用的萃取剂包括二(2-乙基己基)次磷酸,所述第三萃取中萃取剂的体积浓度为10-50%,所述第三萃取中有机相和水相的体积比为1:(0.1-10),所述第三萃取后所得的水相的pH值为3.7-6.5。

[0038] 本发明中,萃取剂的稀释剂为本领域常规的稀释剂,例如煤油、溶剂油、己烷、庚烷

和十二烷中的一种或多种。所述的溶剂油可为溶剂萃取领域常规的溶剂油,例如为260号溶剂油,即磺化煤油和/或其它商用溶剂油,例如Escaid110。所述的十二烷可为正十二烷。

[0039] 本发明中,萃取前萃取剂经过皂化处理,所述的皂化的方法和条件可为本领域常规的方法和条件,例如采用碱对所述的萃取组合物进行皂化,所述的碱优选氢氧化钠水溶液、氨水、或氨气中的一种或多种。

[0040] 所述的氢氧化钠水溶液的摩尔浓度可为10-13mol/L;

[0041] 所述的氨水可为含氨25%-28%的水溶液,所述的百分比是指氨的质量占氨水总质量的百分比。

[0042] 所述的碱的用量一般可根据所述的皂化后的萃取组合物中,所述的萃取剂的皂化率来确定。

[0043] 本发明中,萃取结束后可对萃取得到的有机相进行洗涤,洗涤剂为浓度为0-0.1mol/L无机酸的水溶液,所述的洗涤剂中,所述的无机酸可为萃取领域常规的无机酸,优选盐酸、硫酸和硝酸中的一种或多种。

[0044] 所述的无机酸浓度优选0-0.05mol/L;所述的无机酸的用量和洗涤级数可根据实际萃取体系调节,例如使用0.05mol/L,在萃取相与无机酸体积比2:1的条件下洗涤2级。

[0045] 本发明中,萃取后得到的有机相进行反萃处理,所述的反萃处理可为本领域常规的反萃处理,本发明特别优选下述步骤:将酸的水溶液与所述的洗涤后的负载 $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{Nd}^{3+}$ 或 $\text{Co}^{2+}$ 的有机相接触,得到富含 $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{Nd}^{3+}$ 或 $\text{Co}^{2+}$ 的酸的水溶液和空白有机相即可。所述的酸可为本领域常规的酸,例如无机酸;所述的无机酸可为本领域常规的无机酸,例如盐酸、硫酸和硝酸中的一种或多种。

[0046] 所述的酸的水溶液中, $\text{H}^+$ 的浓度可为溶剂萃取领域常规的 $\text{H}^+$ 的浓度,例如0.2-4mol/L(又例如2mol/L)。所述的酸的水溶液与所述的负载 $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{Nd}^{3+}$ 或 $\text{Co}^{2+}$ 的有机相的体积比可为本领域常规的体积比,例如(1-3):1(又例如2:1)。反萃取级数可为1-6级,例如3级。

[0047] 本发明中,负载 $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{Nd}^{3+}$ 或 $\text{Co}^{2+}$ 的溶液可用于制备含铁、钕或钴的产品。

[0048] 本发明中,反萃后的有机相可作为萃取组合物用于所述的在所述的钕铁硼废料的萃取回收方法中,也即返回萃取工序循环使用。

[0049] 与现有技术方案相比,本发明至少具有以下有益效果:

[0050] (1) 所述方法使用特定的萃取剂对钕铁硼废料中的有价金属进行了全回收,工艺操作简单,除铁干净,钕的回收率高。除铁后溶液中的铁含量在20ppm以下,钕的回收率大于99%。

[0051] (2) 萃取剂反萃酸度低,减少了酸碱的消耗,可循环使用,成本低,回收方法中无沉淀夹带损失,适用于其它含稀土和铁的体系。

## 具体实施方式

[0052] 为更好地说明本发明,便于理解本发明的技术方案,本发明的典型但非限制性的实施例如下:

[0053] 实施例1

[0054] 本实施例提供一种钕铁硼废料中有价元素的萃取回收方法,钕铁硼废料经盐酸-过氧化氢浸出料液组成分析见表1。

[0055] 表1钕铁硼废料浸出料液组成

组分	Nd <sup>3+</sup>	Dy <sup>3+</sup>	Fe <sup>3+</sup>	Co <sup>2+</sup>
含量(g/L)	72.15	8.78	72.3	11.91

[0057] 萃取组合物1为稀释剂Escaid 110,萃取剂二(2-乙基己基)次膦酸浓度为50%,采用13mol/L的NaOH溶液进行皂化50%。

[0058] 萃取组合物2为稀释剂Escaid 110,萃取剂二(2-乙基己基)次膦酸浓度为15%,采用13mol/L的NaOH溶液进行皂化30%。

[0059] 第一步:萃取组合物1与浸出液的流比为2:1,萃取级数为4级,得到萃取相,萃取后溶液平衡pH为2.3,萃余液含Fe<sup>3+</sup>为0.009g/L;萃取相用浓度为0.05mol/L的稀盐酸进行洗涤,洗涤后的有机相中Fe<sup>3+</sup>采用浓度为3mol/L的盐酸溶液进行反萃取,反萃酸溶液与有机相的体积比为2:1,反萃取级数为4级。反萃后的有机相可返回萃取工序循环使用,反萃得到的含铁水相进一步处理可制备得到含铁产品。

[0060] 第二步:萃取组合物1与第一步的萃余液的流比为2:1,萃取级数为4级,得到萃取相,萃取后溶液平衡pH为3.4;萃取相用浓度为0.01mol/L的稀盐酸进行洗涤,洗涤后的有机相中Nd<sup>3+</sup>和Dy<sup>3+</sup>采用浓度为2.0mol/L的盐酸溶液分级反萃,反萃酸溶液与有机相的体积比为2:1。反萃后的有机相可返回萃取工序循环使用,反萃得到的含Nd<sup>3+</sup>或Dy<sup>3+</sup>的水相进一步处理可制备得到含钕或镝的产品,其中钕的回收率99.5%。

[0061] 第三步:萃取组合物2与第二步的萃余液的流比为1:3,萃取级数为3级,得到萃取相;萃取相用浓度为0.001mol/L的稀盐酸进行洗涤,洗涤后的有机相中Co<sup>2+</sup>采用浓度为0.5mol/L的盐酸溶液进行反萃取,反萃酸溶液与有机相的体积比为1:3,反萃取级数为2级。反萃后的有机相可返回萃取工序循环使用,反萃得到的含Co<sup>2+</sup>水相进一步处理可制备得到含钴产品。钴的回收率为99.7%。

[0062] 实施例2

[0063] 本实施例提供一种钕铁硼废料中有价元素的萃取回收方法,料液组成分析见表2,不含有Co,该料液经配置得到,直接萃取即可,以说明该回收方法使用不同的溶液体系。

[0064] 表2料液组成

组分	Fe <sup>3+</sup>	La <sup>3+</sup>	Sm <sup>3+</sup>	Gd <sup>3+</sup>	Yb <sup>3+</sup>
含量(g/L)	30	3.08	5.22	7.65	4.56

[0066] 萃取组合物1为稀释剂磺化煤油,萃取剂二(2-乙基己基)次膦酸浓度为30%,采用10mol/L的NaOH溶液进行皂化40%。

[0067] 第一步:萃取组合物1与浸出液的流比为2:1,萃取级数为3级,得到萃取相,萃取后溶液平衡pH为2.3,萃余液含Fe<sup>3+</sup>0.006g/L;萃取相用浓度为0.05mol/L的稀盐酸进行洗涤,洗涤后的有机相中Fe<sup>3+</sup>采用浓度为3mol/L的盐酸溶液进行反萃取,反萃酸溶液与有机相的体积比为2:1,反萃取级数为3级。反萃后的有机相可返回萃取工序循环使用,反萃得到的含铁水相进一步处理可制备得到含铁产品。

[0068] 第二步:萃取组合物1与第一步的萃余液的流比为2:1,萃取级数为3级,得到萃取

相,萃取后溶液平衡pH为3.8;萃取相用浓度为0.01mol/L的稀盐酸进行洗涤,洗涤后的有机相中 $RE^{3+}$ 采用不同浓度的盐酸溶液分级反萃,反萃酸溶液与有机相的体积比为2:1。反萃后的有机相可返回萃取工序循环使用,反萃得到的含 $La^{3+}$ 或 $Sm^{3+}$ 或 $Gd^{3+}$ 或 $Yb^{3+}$ 的水相进一步处理可制备得到含稀土的产品,其中稀土的回收率99.6%。

[0069] 实施例3

[0070] 本实施例提供一种钕铁硼废料中有价元素的萃取回收方法,钕铁硼废料经硫酸-过氧化氢浸出料液组成分析见表3。

[0071] 表3钕铁硼废料浸出料液组成

组分	$Nd^{3+}$	$Dy^{3+}$	$Fe^{3+}$	$Co^{2+}$
含量(g/L)	91.78	4.32	83.1	6.73

[0073] 萃取组合物1为稀释剂Escaid 110,萃取剂二(2-乙基己基)次膦酸浓度为40%,采用13mol/L的NaOH溶液进行皂化40%。

[0074] 萃取组合物2为稀释剂Escaid 110,萃取剂二(2-乙基己基)次膦酸浓度为15%,采用13mol/L的NaOH溶液进行皂化30%。

[0075] 第一步:萃取组合物1与浸出液的流比为2.2:1,萃取级数为5级,得到萃取相,萃取后溶液平衡pH为2.4,萃余液含 $Fe^{3+}$ 为0.009g/L;萃取相用浓度为0.05mol/L的稀盐酸进行洗涤,洗涤后的有机相中 $Fe^{3+}$ 采用浓度为3mol/L的盐酸溶液进行反萃取,反萃酸溶液与有机相的体积比为2:1,反萃取级数为4级。反萃后的有机相可返回萃取工序循环使用,反萃得到的含铁水相进一步处理可制备得到含铁产品。

[0076] 第二步:萃取组合物1与第一步的萃余液的流比为1.8:1,萃取级数为5级,得到萃取相,萃取后溶液平衡pH为3.6;萃取相用浓度为0.01mol/L的稀盐酸进行洗涤,洗涤后的有机相中 $Nd^{3+}$ 和 $Dy^{3+}$ 采用浓度为2.0mol/L的盐酸溶液分级反萃,反萃酸溶液与有机相的体积比为2:1。反萃后的有机相可返回萃取工序循环使用,反萃得到的含 $Nd^{3+}$ 或 $Dy^{3+}$ 的水相进一步处理可制备得到含钕或镝的产品,其中钕的回收率99.8%。

[0077] 第三步:萃取组合物2与第二步的萃余液的流比为1:3.2,萃取级数为3级,得到萃取相;萃取相用浓度为0.001mol/L的稀盐酸进行洗涤,洗涤后的有机相中 $Co^{2+}$ 采用浓度为0.5mol/L的盐酸溶液进行反萃取,反萃酸溶液与有机相的体积比为1:3,反萃取级数为2级。反萃后的有机相可返回萃取工序循环使用,反萃得到的含 $Co^{2+}$ 水相进一步处理可制备得到含钴产品。钴的回收率为99.2%。

[0078] 对比例1

[0079] 与实施例1的区别仅在于第一萃取后得到的第一水相的pH值为1,第一水相中铁含量为0.210g/L,除铁不干净,影响后续稀土产品的纯度。

[0080] 对比例2

[0081] 与实施例1的区别仅在于第二萃取后所得的第二水相的pH值为2.4,第一水相中铁含量为0.180g/L,除稀土不干净,稀土回收率98%,影响后续钴产品的纯度。

[0082] 对比例3

[0083] 与实施例1的区别仅在于将二(2-乙基己基)次膦酸替换为P507,第一步萃取使用

P507萃取 $\text{Fe}^{3+}$ ,有乳化现象;P507萃取 $\text{Fe}^{3+}$ 后的有机相需要用5mol/L盐酸进行反萃取,而且反萃不完全。第二步萃取完成后钽回收率95%,第三步萃取完成后钴回收率93%。

[0084] 通过上述实施例和对比例的结果可知,本发明提供的方法使用特定的萃取剂对钽铁硼废料中的有价金属进行了全回收,工艺操作简单,除铁干净,钽的回收率高。除铁后溶液中的铁含量在20ppm以下,钽的回收率大于99%。

[0085] 申请人声明,本发明通过上述实施例来说明本发明的详细结构特征,但本发明并不局限于上述详细结构特征,即不意味着本发明必须依赖上述详细结构特征才能实施。所属技术领域的技术人员应该明了,对本发明的任何改进,对本发明所选用部件的等效替换以及辅助部件的增加、具体方式的选择等,均落在本发明的保护范围和公开范围之内。

[0086] 以上详细描述了本发明的优选实施方式,但是,本发明并不限于上述实施方式中的具体细节,在本发明的技术构思范围内,可以对本发明的技术方案进行多种简单变型,这些简单变型均属于本发明的保护范围。

[0087] 另外需要说明的是,在上述具体实施方式中所描述的各个具体技术特征,在不矛盾的情况下,可以通过任何合适的方式进行组合,为了避免不必要的重复,本发明对各种可能的组合方式不再另行说明。

[0088] 此外,本发明的各种不同的实施方式之间也可以进行任意组合,只要其不违背本发明的思想,其同样应当视为本发明所公开的内容。