



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 117083399 A

(43) 申请公布日 2023. 11. 17

(21) 申请号 202380009909.0

(22) 申请日 2023.06.30

(85) PCT国际申请进入国家阶段日  
2023.08.09

(86) PCT国际申请的申请数据  
PCT/CN2023/105015 2023.06.30

(71) 申请人 青美邦新能源材料有限公司  
地址 印度尼西亚雅加达省南雅加达市梅伽  
库宁冈1-6号区10街区梅伽库宁冈西3  
路苏普德尔办公大楼A栋22楼  
申请人 格林美股份有限公司  
格林美(印尼)新能源材料有限公司

(72) 发明人 许开华 万文静 胡意 张坤  
彭亚光 金国泉 刘文泽 许鹏云

(74) 专利代理机构 武汉智嘉联合知识产权代理  
事务所(普通合伙) 42231  
专利代理师 黄君军

(51) Int.Cl.  
C22B 3/38 (2006.01)  
C22B 23/00 (2006.01)  
C22B 47/00 (2006.01)

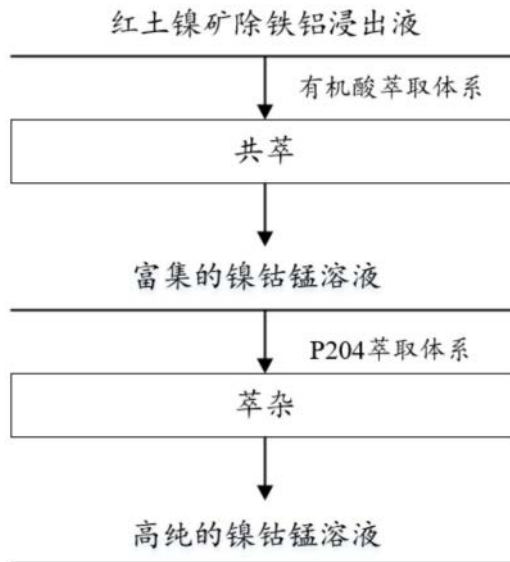
权利要求书2页 说明书7页 附图1页

(54) 发明名称

一种红土镍矿湿法冶金短流程镍钴锰共萃  
工艺

(57) 摘要

本发明公开一种红土镍矿湿法冶金短流程  
镍钴锰共萃工艺,属于湿法冶金技术领域。该工  
艺包括以下步骤:采用有机酸萃取体系对红土镍  
矿除铁铝浸出液进行共萃,得到富集的镍钴锰溶  
液;采用P204萃取体系对富集的镍钴锰溶液进行  
萃杂,得到高纯的镍钴锰溶液。本发明的共萃工  
艺简化了当前从红土镍矿中提取镍钴锰的湿法  
冶金工艺流程,大大减少了提取过程中酸碱和萃  
取剂用量、能耗和水量,降低了镍钴锰提取的成  
本,对三元镍钴锰原料的工业化生产具有重要的  
意义;同时,本发明的工艺能够实现镍钴锰的共  
同提取,镍钴锰纯度高、镍钴损耗低,得到的高  
纯镍钴锰溶液根据三元前驱体产品中镍钴锰金  
属的比例进行含量配比的调整,最终用于制备  
镍钴锰三元正极材料。



1. 一种红土镍矿湿法冶金短流程镍钴锰共萃工艺,其特征在于,包括以下步骤:  
步骤S1、采用有机酸萃取体系对红土镍矿除铁铝浸出液进行共萃,得到富集的镍钴锰溶液;  
步骤S2、采用P204萃取体系对所述富集的镍钴锰溶液进行萃杂,得到高纯的镍钴锰溶液。
2. 根据权利要求1所述红土镍矿湿法冶金短流程镍钴锰共萃工艺,其特征在于,所述红土镍矿除铁铝浸出液通过将红土镍矿依次进行高压浸出、一段中和除铁铝、二段中和除铁铝步骤得到。
3. 根据权利要求1所述红土镍矿湿法冶金短流程镍钴锰共萃工艺,其特征在于,所述红土镍矿除铁铝浸出液包括如下成分: Ni 3.2-4g/L、Co 0.32-0.48g/L、Mn 2.6-3.5g/L、Mg 4-5.2g/L、Ca 0.1-0.3g/L、Fe 0-0.001g/L、Al 0.01-0.03g/L、Cr 0-0.004g/L、Sc 0.012-0.035g/L、Zn 0.015-0.035g/L、Cu 0.007-0.016g/L。
4. 根据权利要求1所述红土镍矿湿法冶金短流程镍钴锰共萃工艺,其特征在于,所述有机酸萃取体系包括:有机酸萃取剂、第一稀释剂和助溶剂。
5. 根据权利要求4所述红土镍矿湿法冶金短流程镍钴锰共萃工艺,其特征在于,所述有机酸萃取体系中,所述有机酸萃取剂为DY319或Versatic10中的至少一种,所述第一稀释剂为磺化煤油,所述助溶剂为TBP、十三醇中的至少一种;所述有机酸萃取剂的稀释率为10-50%,所述助溶剂与第一稀释剂的体积比为1:(3-7)。
6. 根据权利要求1所述红土镍矿湿法冶金短流程镍钴锰共萃工艺,其特征在于,所述P204萃取体系包括:P204和第二稀释剂。
7. 根据权利要求6所述红土镍矿湿法冶金短流程镍钴锰共萃工艺,其特征在于,所述P204萃取体系中,所述第二稀释剂为磺化煤油,所述P204的稀释率为10-50%。
8. 根据权利要求1所述红土镍矿湿法冶金短流程镍钴锰共萃工艺,其特征在于,所述有机酸萃取体系或所述P204萃取体系在萃取前经过皂化处理;皂化剂为氢氧化钠、氢氧化镍或氨水中的任何一种或至少其中两种的组合。
9. 根据权利要求8所述红土镍矿湿法冶金短流程镍钴锰共萃工艺,其特征在于,所述皂化剂为氢氧化钠溶液,且氢氧化钠溶液的质量分数为5-40%,钠皂率为30-70%,皂化级数为1-2级。
10. 根据权利要求1所述红土镍矿湿法冶金短流程镍钴锰共萃工艺,其特征在于,所述步骤S1具体包括:  
步骤S11、采用有机酸萃取体系对红土镍矿除铁铝浸出液进行共萃,得到第一负载镍钴锰的有机相;  
步骤S12、采用第一洗涤液对所述第一负载镍钴锰的有机相进行洗涤,得到第二负载镍钴锰的有机相;  
步骤S13、采用第一反萃液对所述第二负载镍钴锰的有机相进行反萃,得到富集的镍钴锰溶液。
11. 根据权利要求10所述红土镍矿湿法冶金短流程镍钴锰共萃工艺,其特征在于,所述步骤S11中,相比O:A为1:(0.5-5),萃取温度为20-60℃,萃取时间为2-15min,萃取级数为2-10级。

12. 根据权利要求10所述红土镍矿湿法冶金短流程镍钴锰共萃工艺,其特征在于,所述步骤S12中,所述第一洗涤液为浓度0.1-0.5mol/L的硫酸溶液,相比O:A为(3-12):1,洗涤温度为20-60°C,洗涤时间为5-30min,洗涤级数为2-9级。

13. 根据权利要求10所述红土镍矿湿法冶金短流程镍钴锰共萃工艺,其特征在于,所述步骤S12中,将第一洗涤液并到有机酸萃取体系共萃段的红土镍矿除铁铝浸出液中,实现第一洗涤液中镍钴锰的萃取回收。

14. 根据权利要求10所述红土镍矿湿法冶金短流程镍钴锰共萃工艺,其特征在于,所述步骤S13中,第一反萃液为浓度1-3mol/L的硫酸溶液,相比O:A为(1-35):1,反萃温度为20-60°C,反萃时间为3-30min,反萃级数为3-8级。

15. 根据权利要求15所述红土镍矿湿法冶金短流程镍钴锰共萃工艺,其特征在于,所述步骤S2中,相比O:A为1:(0.2-2),萃取温度为20-60°C,萃取时间为2-15min,萃取级数为2-13级。

16. 根据权利要求1所述红土镍矿湿法冶金短流程镍钴锰共萃工艺,其特征在于,所述步骤S2还包括:

采用第二洗涤液对负载有机相进行洗涤。

17. 根据权利要求16所述红土镍矿湿法冶金短流程镍钴锰共萃工艺,其特征在于,所述步骤S2中,第二洗涤液为浓度0.5-2mol/L的盐酸溶液,相比O:A为(3-13):1,洗涤温度为20-60°C,洗涤时间为5-30min,洗涤级数为3-8级。

## 一种红土镍矿湿法冶金短流程镍钴锰共萃工艺

### 技术领域

[0001] 本发明涉及湿法冶金技术领域,尤其是涉及一种红土镍矿湿法冶金短流程镍钴锰共萃工艺。

### 背景技术

[0002] 全球新能源汽车行业的高速增长带动了三元NCM锂电池的发展。然而,锂电池所用的三元NCM正极材料中的镍钴资源很有限。随着硫化镍资源的日益枯竭,红土镍矿越来越成为镍钴资源开采的重要发展方向。我国长期以来主要依赖于向国外进口红土镍矿,显然这增加了镍钴原料提取时的成本。红土镍矿中,褐铁矿型红土镍矿品位低(小于1.3%),且含有大量的铁、铝、铬、锌、钒、钙、铜、锰、镁等杂质。然而,三元锂电池正极材料中的Fe、Cr、Cu和Zn等金属异物的浓度需要管控到1ppb水平,这对镍钴锰原料的纯度提出了很高的要求。如何低成本、高效率地制备电池级的硫酸镍钴锰原料成为三元动力电池进一步市场化的决定性因素。

[0003] 相对沉淀法和树脂法,溶剂萃取法更适合在富含多种杂质的溶液中提取目标金属。当前,国内外主要通过红土镍矿高压浸出—二段中和除铁铝—二段沉淀MHP(氢氧化镍钴)—酸溶—P204萃杂—P507萃钴—P507捞镁或者P507/C272深度除杂—制备电池级硫酸镍钴工艺获得高纯的电池级硫酸镍钴原料。然而,该工艺冗长、繁琐、镍钴的损失率高,且沉淀MHP过程需要消耗大量液碱,这明显增加了镍钴的回收成本。

[0004] 基于此,有研究者建议利用HBL116、HBL110和协萃体系直接从红土镍矿高压酸浸液中通过一步萃取工艺提取镍钴锰,然后通过进一步配比制备NCM三元前驱体。然而对该类非单一成分的复配萃取剂而言,铜锌(尤其是铜)的萃取率明显高于镍钴,且酸浸液中本身存在大量的铁、铝和铬杂质和一些锌,其中铬很容易毒化萃取剂,这些导致最终所获得的硫酸镍钴产品的杂质浓度高于标准值,而且影响萃取体系的正常运行。另外,当前也有研究者尝试先利用P204直接从酸浸液中将铁、铬、铝除去,然后再通过萃取工艺提取镍钴。然而,这两段萃取工艺中的水量都很大,大大降低了生产效率,限制了该工艺的工业化运行。

### 发明内容

[0005] 本发明的目的在于克服上述技术不足,提出一种红土镍矿湿法冶金短流程镍钴锰共萃工艺,解决现有技术中从红土镍矿中提取镍钴时工序繁琐、耗碱和耗水量大以及所提取的镍钴纯度低、镍钴损耗大的技术问题。

[0006] 本发明提供一种红土镍矿湿法冶金短流程镍钴锰共萃工艺,包括以下步骤:

[0007] 步骤S1、采用有机酸萃取体系对红土镍矿除铁铝浸出液进行共萃,得到富集的镍钴锰溶液;

[0008] 步骤S2、采用P204萃取体系对富集的镍钴锰溶液进行萃杂,得到高纯的镍钴锰溶液。

[0009] 与现有技术相比,本发明的有益效果包括:

[0010] 本发明的共萃工艺简化了当前从红土镍矿中提取镍钴锰的湿法冶金工艺流程,大大减少了镍钴锰提取时酸、碱、萃取剂和水的消耗和能耗,降低了镍钴锰提取的成本,对于三元镍钴锰原料的工业化生产应用具有重要的现实意义;同时,本发明的工艺能够实现镍钴锰的共同提取,镍钴锰纯度高、镍钴损耗低,最终得到的高纯的硫酸镍钴锰溶液能够直接用于制备镍钴锰三元正极材料。

## 附图说明

[0011] 图1是本发明提供的红土镍矿湿法冶金短流程镍钴锰共萃工艺一实施方式的工艺流程图。

## 具体实施方式

[0012] 为了使本发明的目的、技术方案及优点更加清楚明白,以下结合附图及实施例,对本发明进行进一步详细说明。应当理解,此处所描述的具体实施例仅仅用以解释本发明,并不用于限定本发明。

[0013] 本发明提供一种红土镍矿湿法冶金短流程镍钴锰共萃工艺,包括以下步骤:

[0014] 步骤S1、采用有机酸萃取体系对红土镍矿除铁铝浸出液进行共萃,得到富集的镍钴锰溶液;

[0015] 步骤S2、采用P204萃取体系对富集的镍钴锰溶液进行萃杂,得到高纯的镍钴锰溶液。

[0016] 本发明首先通过有机酸萃取体系共萃红土镍矿除铁铝浸出液中的镍钴锰和铜、锌以及其中微量的铝、铬等杂质,然后采用P204萃取体系将富集的镍钴锰溶液中的杂质除去,得到电池级的硫酸镍钴锰产品。共萃阶段实现了红土镍矿除铁铝浸出液中镍钴锰和各种杂质的富集,使得P204除杂时的水量缩小了30倍左右(镍钴锰浓度富集到商业化所需要的120g/L时),这对于推动镍钴锰三元原料的工业化生产应用具有重要的现实意义。该工艺流程简短,省掉了目前常规的红土镍矿湿法冶金工艺中沉淀MHP(氢氧化镍钴)和酸溶工序,简化了提取镍钴时的萃取段工艺,不仅节省了大量的试剂消耗、能耗和生产成本,提高了镍钴的回收率,而且大大提高了镍钴锰产品的生产效率。

[0017] 本实施方式中,上述红土镍矿除铁铝浸出液通过将红土镍矿依次进行高压浸出、一段中和除铁铝、二段中和除铁铝步骤得到。

[0018] 在本发明的一些具体实施方式中,上述红土镍矿除铁铝浸出液包括如下成分: Ni 3.2-4g/L、Co 0.32-0.48g/L、Mn 2.6-3.5g/L、Mg 4-5.2g/L、Ca 0.1-0.3g/L、Fe 0-0.001g/L、Al 0.01-0.03g/L、Cr 0-0.005g/L、Sc 0.02-0.04g/L、Zn 0.015-0.04g/L、Cu 0.007-0.016g/L。

[0019] 优选地,有机酸萃取体系包括:有机酸萃取剂、第一稀释剂和助溶剂。

[0020] 优选地,有机酸萃取体系中,有机酸萃取剂为DY319或Versatic 10中的至少一种,优选为DY319。本发明所使用的DY319萃取剂,产品成分为2-己基十一酸( $C_{16}H_{32}O_2$ ),对镍钴锰的选择性高、水溶性低,可以将红土镍矿浸出液中的镍钴完全萃干净、且萃余液的油分值很低,减小了废水处理时的压力。并且,发明人在试验中发现,随着有机酸萃取剂皂化率的减小,油分值逐渐降低。

[0021] 优选地,有机酸萃取体系中,第一稀释剂为磺化煤油,有机酸萃取剂的稀释率为10-50%,包括但不限于10%、20%、30%、40%、50%等。

[0022] 优选地,有机酸萃取体系中,助溶剂为TBP、十三醇中的至少一种。本发明通过加入助溶剂能够增加有机酸萃取剂在第一稀释剂中的溶解性,促进萃取反应时的分相效率。进一步地,助溶剂与第一稀释剂的体积比为1:(3-7),包括但不限于1:3、1:4、1:5、1:6、1:7等。

[0023] 优选地,有机酸萃取体系在萃取前经过皂化处理。皂化剂包括氢氧化钠、氢氧化镍(氢氧化钠+硫酸镍母液转皂)或氨水中的任何一种或至少两种的组合。本专利以目前工业中常用的液碱(氢氧化钠)进行说明。更进一步地,氢氧化钠溶液的质量分数为5-40%,包括但不限于10%、17%、25%、32%、40%等;钠皂时需要搅拌,钠皂率为30-70%,包括但不限于30%、40%、50%、60%、70%等,皂化级数为1-2级。

[0024] 优选地,P204萃取体系包括:P204和第二稀释剂。

[0025] 优选地,P204萃取体系中,第二稀释剂为磺化煤油,P204的稀释率为10-50%,包括但不限于10%、20%、30%、40%、50%等。

[0026] 优选地,P204萃取体系在萃取前经过皂化处理。进一步地,皂化剂包括氢氧化钠、氢氧化镍(氢氧化钠+硫酸镍母液转皂)或氨水中的任何一种或两种。更进一步地,采用氢氧化钠溶液进行钠皂,氢氧化钠溶液的质量分数为5-40%,包括但不限于10%、17%、25%、32%、40%等;钠皂时需要搅拌,控制钠皂率为30-70%,包括但不限于30%、40%、50%、60%、70%等,皂化级数为1-2级等。

[0027] 本实施方式中,上述步骤S1具体包括:

[0028] 步骤S11、采用有机酸萃取体系对红土镍矿除铁铝浸出液进行共萃,得到负载镍钴锰的有机相;

[0029] 步骤S12、采用第一洗涤液对负载镍钴锰的有机相进行洗涤,使负载镍钴锰的有机相中的钙、镁和部分铁、铝、铬、钨等杂质被洗下来,得到负载镍钴锰和铜、锌、铝等杂质的有机相;

[0030] 步骤S13、采用第一反萃液对负载镍钴锰和铜、锌、铝等杂质的有机相进行反萃,使负载镍钴锰和铜、锌、铝等杂质的有机相中的镍钴锰和杂质被反萃下来,得到富集的镍钴锰溶液。

[0031] 优选地,步骤S11中,相比(O/A)为1:(0.5-5),包括但不限于1:0.5、1:1、1:2、1:3、1:4、1:5等;萃取温度为20-60℃,包括但不限于20℃、30℃、40℃、50℃、60℃等,萃取时间为2-15min,包括但不限于2min、4min、6min、8min、10min、12min、15min等,萃取级数为2-10级,例如可以为2级、3级、4级、5级、6级、7级、8级、9级、10级等。

[0032] 优选地,步骤S12中,第一洗涤液为浓度0.1-0.5mol/L的硫酸溶液,包括但不限于0.1mol/L、0.2mol/L、0.3mol/L、0.4mol/L、0.5mol/L等;相比(O/A)为(3-12):1,包括但不限于3:1、4:1、5:1、6:1、7:1、8:1、9:1、10:1、11:1、12:1等;洗涤温度为20-60℃,包括但不限于20℃、30℃、40℃、50℃、60℃等,洗涤时间为5-30min,包括但不限于5min、10min、15min、20min、25min、30min等,洗涤级数为2-9级,例如可以为2级、3级、4级、5级、6级、7级、8级、9级等。

[0033] 优选地,步骤S12中,将第一洗涤液并到有机酸萃取体系共萃段的红土镍矿除铁铝浸出液中,实现第一洗涤液中镍钴锰的萃取回收。

[0034] 优选地,步骤S13中,第一反萃液为浓度1-3mol/L的硫酸溶液,包括但不限于1mol/L、2mol/L、3mol/L等;相比(O/A)为(1-35):1,包括但不限于1:1、5:1、10:1、15:1、20:1、25:1、30:1、35:1等;反萃温度为20-60℃,包括但不限于20℃、30℃、40℃、50℃、60℃等,反萃时间为3-30min,包括但不限于3min、5min、10min、15min、20min、25min、30min等;反萃级数为3-8级,例如可以为3级、4级、5级、6级、7级、8级等。

[0035] 本实施方式中,上述步骤S2具体包括:

[0036] 步骤S21、采用P204萃取体系对富集的镍钴锰溶液进行萃杂,萃取除去铜、锌、铬、钙、铁、铝和部分锰杂质,得到高纯的镍钴锰溶液。

[0037] 优选地,步骤S21中,相比(O/A)为1:(0.2-2),包括但不限于1:0.2、1:0.5、1:1.5、1:2等;萃取温度为20-60℃,包括但不限于20℃、30℃、40℃、50℃、60℃等,萃取时间为2-15min,包括但不限于2min、4min、6min、8min、10min、15min等,萃取级数为2-13级,例如可以为2级、3级、4级、5级、6级、7级、8级、9级、10级、11级、12级、13级等。

[0038] 在本发明的一些优选实施方式中,上述步骤S2还包括:

[0039] 步骤S22、采用第二洗涤液对负载有机相进行洗涤,使负载有机相中的Fe、Cr等杂质被洗下来,实现P204萃取剂的循环利用。

[0040] 优选地,步骤S22中,第二洗涤液为浓度0.5-2mol/L的盐酸溶液,包括但不限于0.5mol/L、1mol/L、1.5mol/L、2mol/L等;相比(O/A)为(3-13):1,包括但不限于3:1、4:1、5:1、6:1、7:1、8:1、9:1、10:1、11:1、12:1、13:1等;洗涤温度为20-60℃,包括但不限于20℃、30℃、40℃、50℃、60℃等;洗涤时间为5-30min,包括但不限于5min、10min、15min、20min、25min、30min等,洗涤级数为3-8级,例如可以为3级、4级、5级、6级、7级、8级等。

[0041] 为避免赘述,本发明以下各实施例中,红土镍矿二段除铁铝浸出液的成分见表1。

[0042] 表1

元素	Ni	Co	Mn	Mg	Ca	Fe	Al	Cr	Sc	Zn	Cu
含量(g/L)	3.48	0.41	2.9	5.1	0.2	0.0005	0.02	0.003	0.014	0.03	0.01

[0044] 实施例1

[0045] (1) 配制DY319萃取有机相:将DY319、十三醇与磺化煤油按4:1:5的体积比混合搅拌均匀,即DY319的稀释率为40%,然后采用质量分数32%的氢氧化钠溶液进行钠皂,钠皂率为60%,皂化级数为1级。

[0046] (2) DY319共萃镍钴锰:

[0047] ①红土镍矿二段除铁铝浸出液不需要经过任何处理,将皂化后的DY319萃取有机相与红土镍矿二段除铁铝浸出液按1:3体积比混合,萃取温度为45℃,萃取时间为8min,萃取级数为4级,萃余液成分和油份如下表2所示,其中油份值为萃取槽连续运行一个月的数据测试结果。工业上对于油份的要求是<100mg/L,可以看到该萃余液的油份值很低,明显降低了废水处理时的压力。

[0048] 表2萃余液成分和油份

元素	Ni	Co	Mn	Mg	Ca	Fe	Al	Cr	Sc	Zn	Cu	油份
[0049] 含量 (g/L)	0.000 8	0.000 1	1.45	4.6	0.157	0.000 1	0.007	0.001 3	0.01	0.000 1	0.000 1	0.012 -0.04 6

[0050] ②用0.4mol/L硫酸溶液对负载镍钴锰的DY319有机相进行洗涤,洗涤时有机相与硫酸溶液的体积比为3:1,洗涤温度为45℃,洗涤时间为20min,洗涤级数为5级。同时,将洗涤液并入萃取段的红土镍矿二段除铁铝浸出液中,上述萃余液的成分为将洗涤液并入萃取段后的成分测试结果。

[0051] ③用2.25mol/L硫酸溶液将有机相中的镍钴锰与杂质反萃出来,控制有机相与硫酸溶液的体积比为8:1,反萃温度为45℃,反萃时间为14min,反萃级数为6级。反萃得到的富集的硫酸镍钴锰溶液成分如下表3所示。

[0052] 表3富集的硫酸镍钴锰溶液成分

元素	Ni	Co	Mn	Mg	Ca	Fe	Al	Cr	Sc	Zn	Cu
[0053] 含量 (g/L)	79.1	9.3	16	<0.00 07	0.009	0.001 2	0.29	0.032	0.04	0.638	0.227

[0054] (3) 配制P204萃取有机相:将P204与磺化煤油按1:3体积比混合搅拌均匀,也即P204的稀释率为25%,然后采用32%的氢氧化钠溶液进行钠皂,钠皂率为60%,皂化级数为1级。

[0055] (4) P204萃杂:

[0056] ①将皂化后的P204萃取有机相与富集的硫酸镍钴锰溶液以按体积比1:1混合,萃取温度为45℃,萃取时间为8min,萃取级数为3级,萃取除去硫酸镍钴锰溶液中的Fe、Al、Ca、Cu、Sc、Zn、Cr和部分Mn,除杂后的硫酸镍钴锰溶液产品的成分如下表4所示。

[0057] ②用1.5mol/L盐酸洗涤负载有机相中的Cu、Zn、Al等所有杂质,控制有机相与盐酸溶液的的体积比为11:1,洗涤温度为45℃,洗涤时间为20min,洗涤级数为6级,洗涤后的萃取剂皂化后重新进槽循环使用。

[0058] 表4除杂后的硫酸镍钴锰溶液成分

元素	Ni	Co	Mn	Mg	Ca	Fe	Al	Cr	Sc	Zn	Cu
[0059] 含量 g/L	74.9	8.16	11	<0.001							

[0060] 实施例2

[0061] 三元镍钴锰正极材料中,镍钴的比例越高,三元电池的能量、功率密度越大。三元锂电已经从5系、6系发展到了现在的9系列。因此,为了降低硫酸镍钴锰溶液中锰的比例,制备镍钴锰比例接近9:1:1的硫酸镍钴锰溶液,在实施例1的基础上,可以将皂化后的P204萃取有机相与富集的硫酸镍钴锰溶液的体积比调整提升至1.4:1,其他参数不变,所获得的硫酸镍钴锰溶液产品的成分如下表5所示。

[0062] 表5富集的硫酸镍钴锰溶液成分

[0063]	元素	Ni	Co	Mn	Mg	Ca	Fe	Al	Cr	Sc	Zn	Cu
	含量 (g/L)	73.6	7.7	8.7	<0.001							

## [0064] 实施例3

[0065] 为了降低硫酸镍钴锰溶液中锰的比例,在实施例1的基础上,还可以调整DY319共萃段的工艺。现将共萃段的DY319的稀释率降低至34%。由于稀释率降低幅度较小,为了使得DY319将二段浸出液中的镍、钴萃干净,DY319的皂化率、DY319萃取有机相与红土镍矿二段除铁铝浸出液的体积比和萃取级数均保持不变,DY319萃取后的萃余液(二段浸出液)的成分和油份如下表6所示。

## [0066] 表6萃余液成分和油份

[0067]	元素	Ni	Co	Mn	Mg	Ca	Fe	Al	Cr	Sc	Zn	Cu	油份
	含量 (g/L)	0.0006	0.0001	1.83	4.75	0.17	0	0.005	0.001	0.008	0.0001	0.0001	0.018

[0068] 从萃余液的成分可以推断出,负载有机中的Mn含量降低了,其中Ca和Mg杂质的浓度也有所减少,为了防止洗涤段Mn的洗脱率太高,将洗涤段有机相与酸的比例调整为4:1,其他参数不变,所获得的富集的硫酸镍钴锰溶液成分如下表7所示。由于除杂阶段镍钴的损失相对较少,因此富集到的硫酸溶液中的镍钴浓度有所提升。

## [0069] 表7富集的硫酸镍钴锰溶液成分

[0070]	元素	Ni	Co	Mn	Mg	Ca	Fe	Al	Cr	Sc	Zn	Cu
	含量 (g/L)	82.6	9.8	13.8	<0.0009	0.01	0.0013	0.306	0.034	0.042	0.637	0.236

[0071] 后续P204除杂阶段,为了减少萃取时镍钴锰的损失,将负载硫酸镍钴锰的有机相与皂化后的萃取剂的体积比降低至0.7:1,其他条件不变,所获得的除杂后的硫酸镍钴锰溶液的成分如下表8所示。

## [0072] 表8除杂后的硫酸镍钴锰溶液成分

[0073]	元素	Ni	Co	Mn	Mg	Ca	Fe	Al	Cr	Sc	Zn	Cu
	含量 (g/L)	76.9	8.52	7.2	<0.001							

[0074] 综上,采用本发明的共萃工艺通过联合控制有机酸共萃阶段和P204萃杂阶段的工艺条件可以有效调节电池级三元硫酸镍钴锰溶液中锰的比例。具体地,在共萃阶段,通过选择降低DY319的稀释率、皂化率、皂化后的DY319萃取有机相与二段浸出液的体积比或者至少两者的任意组合可以降低DY319相同条件下对锰的萃取率,进而减少富集的镍钴锰溶液中锰的比例。如果Mn的萃取率有所下降,萃取段的级数可以适当减少,同时负载镍钴锰的DY319有机相中的Zn、Al、Ca、Cr、Fe等杂质的浓度就会减少,这时可以适当减小洗涤段硫酸的浓度、相对有机相的体积比和洗涤级数或者至少其中两者的组合。在后续P204除杂阶段,

提高P204的稀释率、皂化率、皂化后的P204萃取有机相与富集硫酸镍钴锰的体积比可以提高P204对锰的萃取率,同样达到减少最终的镍钴锰溶液中锰比例的目的。

[0075] 以上所述本发明的具体实施方式,并不构成对本发明保护范围的限定。任何根据本发明的技术构思所做出的各种其他相应的改变与变形,均应包含在本发明权利要求的保护范围内。

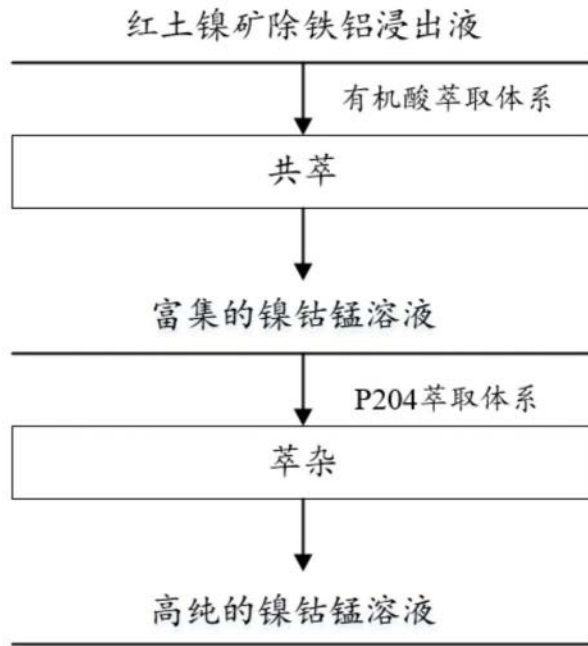


图1