



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 115927857 A

(43) 申请公布日 2023. 04. 07

(21) 申请号 202211617200.2

C01G 53/10 (2006.01)

(22) 申请日 2022.12.15

C23C 18/34 (2006.01)

(71) 申请人 广东臻鼎环境科技有限公司

地址 516000 广东省惠州市东江高新区东  
兴片区东新大道106号东江创新大厦  
内16楼1602室

(72) 发明人 冯伟 黄佳辉 黄坚勃

(74) 专利代理机构 广东信诚国昊知识产权代理  
有限公司 44925

专利代理师 薛婷

(51) Int. Cl.

G22B 7/00 (2006.01)

G22B 3/38 (2006.01)

G22B 23/00 (2006.01)

C01B 25/37 (2006.01)

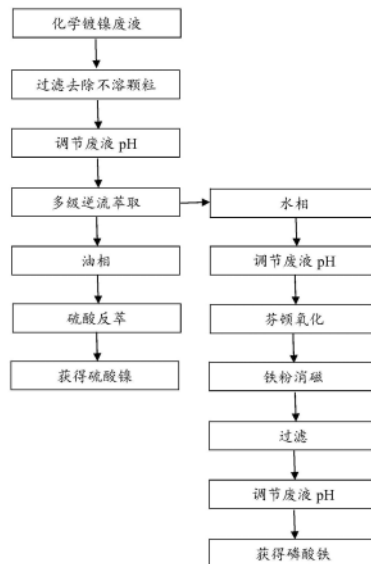
权利要求书2页 说明书7页 附图2页

(54) 发明名称

一种从化学镀镍废液中回收镍和磷的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种从化学镀镍废液中回收镍和磷的方法,通过萃取和反萃制备硫酸镍,再通过芬顿氧化和沉淀制备磷酸铁,相比较现有技术,本发明对废液预处理,通过去除废液中不溶性固体颗粒防止后续萃取过程颗粒物引起萃取剂乳化,避免破坏萃取油,保证了萃取效率,此外本发明采用的萃取剂可以循环使用,避免二次污染且经济实惠;本发明方法将废水中的主要污染物质均转化为重要化工原料,实现循环利用,使用的硫酸和芬顿药剂均转化为终端产品,不会增加末端废水处理难度,符合清洁生产,处理成本低,产品附加值高,具有较强的实用性。



1. 一种从化学镀镍废液中回收镍和磷的方法,通过萃取和反萃制备硫酸镍,再通过芬顿氧化和沉淀制备磷酸铁,其特征在于,所述方法通过以下步骤实现:

废液预处理:过滤镀镍废液,去除废液中不溶性固体颗粒;

废液镍回收:将过滤后的废液pH值调至5~6,与萃取剂混合,通过多级萃取使废液中的镍转移到萃取剂中,萃取后的油相与硫酸混合反萃得到硫酸镍溶液,硫酸镍通过浓缩、重结晶得到硫酸镍固体,萃取后的废液加入重金属捕捉剂和分子沉淀剂过滤,完全去除镍离子;

废液磷回收:用70vt%硫酸将去除镍离子的废液pH值调至3~4后,加入硫酸亚铁和过氧化氢,通过芬顿氧化反应产生的强氧化性基团将磷氧化为磷酸根,加入铁粉消磁过滤后,再加入过氧化氢,在35~45℃下搅拌,使废液中的亚铁离子全部氧化成铁离子,再加入硫酸铁固体,搅拌溶解,使废液中磷与铁的摩尔比为1:1后过滤,再用70vt%硫酸将溶液pH值调至1~2,加热并陈化、压滤分离和干燥,得到磷酸铁。

2. 根据权利要求1所述一种从化学镀镍废液中回收镍和磷的方法,其特征在于,在废液预处理过程中,采用精密滤袋过滤废液,去除废液中不溶性固体颗粒,防止后续萃取过程颗粒物引起萃取剂乳化。

3. 根据权利要求1所述一种从化学镀镍废液中回收镍和磷的方法,其特征在于,在废液镍回收过程中,用70vt%硫酸和氢氧化镍将过滤后的废液pH值调至5~6。

4. 根据权利要求1所述一种从化学镀镍废液中回收镍和磷的方法,其特征在于,在废液镍回收过程中,废液与萃取剂按照体积比(1:2)~(1:1)混合,所述萃取剂由萃取油和稀释剂按照体积比(1:4)~(1:1)混合配制而成,所述萃取油为磷酸二异辛酯P204和/或2-乙基己基磷酸2-乙基己基酯P507,所述稀释剂为磺化煤油。

5. 根据权利要求1所述一种从化学镀镍废液中回收镍和磷的方法,其特征在于,在废液镍回收过程中,废液与萃取剂按照多级逆流方式进行萃取,当萃取油采用磷酸二异辛酯P204时,多级逆流萃取级数 $n=(3\sim 4)$ ,当萃取油采用2-乙基己基磷酸2-乙基己基酯P507时,多级逆流萃取级数 $n=(3\sim 4)$ 。

6. 根据权利要求1所述一种从化学镀镍废液中回收镍和磷的方法,其特征在于,在废液镍回收过程中,废液与萃取剂按照多级逆流方式进行萃取,当萃取油同时采用磷酸二异辛酯P204和2-乙基己基磷酸2-乙基己基酯P507时,多级逆流萃取级数 $n=(2\sim 4)$ 。

7. 根据权利要求1所述一种从化学镀镍废液中回收镍和磷的方法,其特征在于,在废液镍回收过程中,萃取后的油相与硫酸按照体积比(2:1)~(1:1)混合,反萃得到硫酸镍溶液,所述硫酸浓度为20-40vt%。

8. 根据权利要求1所述一种从化学镀镍废液中回收镍和磷的方法,其特征在于,在废液镍回收过程中,所采用的重金属捕捉剂为HMC-M<sub>2</sub>,所采用的高分子沉淀剂为聚丙烯酰胺PAM。

9. 根据权利要求1所述一种从化学镀镍废液中回收镍和磷的方法,其特征在于,在废液磷回收过程中,用70vt%硫酸将去除镍离子的废液pH值调至3~4后,先加入30-50wt%硫酸亚铁,再加20-30wt%过氧化氢,在35-45℃下搅拌反应1~3h,所述硫酸亚铁和所述过氧化氢质量浓度比为(4:1)~(3:1),根据废液中的化学需氧量COD总量,按照质量浓度比COD:过氧化氢=(1:1)~(1:2)确定过氧化氢投加量。

10. 根据权利要求1所述一种从化学镀镍废液中回收镍和磷的方法,其特征在于,在废液磷回收过程中,芬顿氧化反应后,加入铁粉消磁过滤,再加入20-40vt%过氧化氢,搅拌,直至溶液中的亚铁全部氧化成铁离子,再加入硫酸铁固体搅拌溶解直至溶液中磷与铁的摩尔比为1:1后,在35~45℃下搅拌,再用70vt%硫酸将溶液pH值调至1~2,加热至70℃,陈化、压滤,洗涤,干燥,得到磷酸铁固体。

## 一种从化学镀镍废液中回收镍和磷的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及化学镀镍废液资源化利用领域,具体为一种从化学镀镍废液中回收镍和磷的方法。

### 背景技术

[0002] 表面处理是随着工业发展兴起的一项重要技术,通过表面处理改变基材的机械、物理和化学性质,实现耐蚀性、耐磨性、导电性、高温抗氧化性和装饰等重要功能,尤其在钢铁防腐蚀领域展现了重要功能,大大延长金属使用年限,具有重要意义。化学镀是表面处理行业的一项重要技术,不同于电镀技术,化学镀不仅可以在导电材料表面镀上一层金属表层,还可在非不导电材料表面形成一层镀层,这种技术依据氧化还原反应,利用强还原剂使溶液中金属离子沉积得到致密镀层,可以在复杂形状基材表面均镀,因工艺简单而得到广泛使用,目前化学镀锌和化学镀镍应用最广泛。化学镀镍使用的镍是一种可以引起致癌、致畸、致突变的重金属,同时溶液中还包含多种环境污染因子,包括大量的磷元素和有机物,这些物质可以引起严重的水体污染(包括富营养化),需要科学地处理处置。

[0003] 施银燕(《化学镀镍废液处理工业研究》)研究提出利用硼氢化钠换元法,回收废液中金属镍,去除回收率达到94.2%,该方法采用化学镀镍原理,使用更多的还原剂处理废液中的镍,方法简单,但处理成本较高,回收率低。专利CN202210535061提出了一种回收镍的方法,利用电化学沉积技术,在泡沫镍阴极上回收金属镍,得到具有催化性能的泡沫镍,可以用作催化产氢的电极,该专利采用电解法回收得到泡沫镍,操作简单,较为清洁环保,具有一定的参考价值。专利CN202110836834提出一种从化学镀镍废液中回收镍和磷的方法,采用电渗析方法分别得到磷浓缩液和镍浓缩液;磷浓缩液通过电芬顿方法,转化为磷酸铁回收;镍浓缩液通过电沉积法回收金属镍,所采用的方法同样操作简单,较为清洁环保,但投资较大,具有一定的参考价值。专利CN202011600969提出了一种完整处理工艺,首先利用负载非均相芬顿催化氧化技术预处理镀镍废液,控制反应条件,通过加入过量镍盐回收磷酸镍产品,再调节pH回收氢氧化镍产品,最后的溶液通过双膜电渗析法制备酸液和氢氧化钠溶液,实现废液系统处理,清洁环保,但投资较大,具有一定的参考价值。

[0004] 化学镀镍废液中含有镍和大量的磷元素,在当下电池储能技术迅速发展阶段,将废液中的镍回收作为含镍电池合成原料,将废液中的磷回收作为磷酸铁锂电池合成的原料,具有重要经济价值。但是上述这些方法需要投加大量的污水处理药剂,成本高,同时废液中的重金属、磷资源回收困难,造成资源浪费,产生大量污泥,容易造成二次污染。

### 发明内容

[0005] 本发明的目的是提供一种新的途径从化学镀镍废液中回收镍和磷,分别合成硫酸镍和磷酸铁,实现资源循环利用。为实现以上目的,本发明采用的技术方案是:一种从化学镀镍废液中回收镍和磷的方法,通过萃取和反萃制备硫酸镍,再通过芬顿氧化和沉淀制备磷酸铁,所述方法通过以下步骤实现:

[0006] 废液预处理:过滤镀镍废液,去除废液中不溶性固体颗粒;

[0007] 废液镍回收:将过滤后的废液pH值调至5~6,与萃取剂混合,通过多级萃取使废液中的镍转移到萃取剂中,萃取后的油相与硫酸混合反萃得到硫酸镍溶液,硫酸镍通过浓缩、重结晶得到硫酸镍固体,萃取后的废液加入重金属捕捉剂和高分子沉淀剂过滤,完全去除镍离子;

[0008] 废液磷回收:用70vt%硫酸将去除镍离子的废液pH值调至3~4后,加入硫酸亚铁和过氧化氢,通过芬顿氧化反应产生的强氧化性基团将磷氧化为磷酸根,加入铁粉消磁过滤后,再加入过氧化氢,在35~45℃下搅拌,使废液中的亚铁离子全部氧化成铁离子,再加入硫酸铁固体,搅拌溶解,使废液中磷与铁的摩尔比为1:1后过滤,再用70vt%硫酸将溶液pH值调至1~2,加热并陈化、压滤分离和干燥,得到磷酸铁。

[0009] 进一步的,在废液预处理过程中,采用精密滤袋过滤废液,去除废液中不溶性固体颗粒,防止后续萃取过程颗粒物引起萃取剂乳化。

[0010] 进一步的,在废液镍回收过程中,用70vt%硫酸和氢氧化镍将过滤后的废液pH值调至5~6。

[0011] 进一步的,在废液镍回收过程中,废液与萃取剂按照体积比(1:2)~(1:1)混合,所述萃取剂由萃取油和稀释剂按照体积比(1:4)~(1:1)混合配制而成,所述萃取油为磷酸二异辛酯P204和/或2-乙基己基磷酸2-乙基己基酯P507,所述稀释剂为磺化煤油。

[0012] 进一步的,在废液镍回收过程中,废液与萃取剂按照多级逆流方式进行萃取,当萃取油采用磷酸二异辛酯P204时,多级逆流萃取级数 $n=(3\sim4)$ ,当萃取油采用2-乙基己基磷酸2-乙基己基酯P507时,多级逆流萃取级数 $n=(3\sim4)$ 。

[0013] 进一步的,在废液镍回收过程中,废液与萃取剂按照多级逆流方式进行萃取,当萃取油同时采用磷酸二异辛酯P204和2-乙基己基磷酸2-乙基己基酯P507时,多级逆流萃取级数 $n=(2\sim4)$ 。

[0014] 进一步的,在废液镍回收过程中,萃取后的油相与硫酸按照体积比(2:1)~(1:1)混合,反萃得到硫酸镍溶液,所述硫酸浓度为20-40vt%。

[0015] 进一步的,在废液镍回收过程中,所采用的重金属捕捉剂为HMC-M<sub>2</sub>,所采用的高分子沉淀剂为聚丙烯酰胺PAM。

[0016] 进一步的,在废液磷回收过程中,用70vt%硫酸将去除镍离子的废液pH值调至3~4后,先加入30-50wt%硫酸亚铁,再加20-30wt%过氧化氢,在35-45℃下搅拌反应1~3h,所述硫酸亚铁和所述过氧化氢质量浓度比为(4:1)~(3:1),根据废液中的化学需氧量COD总量,按照质量浓度比COD:过氧化氢=(1:1)~(1:2)确定过氧化氢投加量。

[0017] 进一步的,在废液磷回收过程中,芬顿氧化反应后,加入铁粉消磁过滤,再加入20-40vt%过氧化氢,搅拌,直至溶液中的亚铁全部氧化成铁离子,再加入硫酸铁固体搅拌溶解直至溶液中磷与铁的摩尔比为1:1后,在35~45℃下搅拌,再用70vt%硫酸将溶液pH值调至1~2,加热至70℃,陈化、压滤,洗涤,干燥,得到磷酸铁固体。

[0018] 本申请的有益效果在于:相比较现有技术,本发明对废液预处理,通过去除废液中不溶性固体颗粒防止后续萃取过程颗粒物引起萃取剂乳化,避免破坏萃取油,保证了萃取效率,此外本发明采用的萃取剂可以循环使用,避免二次污染且经济实惠;本发明方法将废水中的主要污染物均转化为重要化工原料,实现循环利用,使用的硫酸和芬顿药剂均转

化为终端产品,不会增加末端废水处理难度,符合清洁生产,处理成本低,产品附加值高,具有较强的实用性。

### 附图说明

[0019] 此处所说明的附图用来提供对本申请的进一步理解,构成本申请的一部分,本申请的示意性实施例及其说明用于解释本申请,并不构成对本申请的不当限定。在附图中:

[0020] 图1是本发明的工艺流程图;

[0021] 图2是本发明的多级逆流萃取工艺流程示意图。

### 具体实施方式

[0022] 下面将对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本发明的一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有作出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

#### [0023] 实施例1

[0024] 一种从化学镀镍废液中回收镍和磷的方法,通过萃取和反萃制备硫酸镍,再通过芬顿氧化和沉淀制备磷酸铁。

[0025] 本实施例中镍离子含量为3300mg/L,总磷含量为9300mg/L,COD含量为83300mg/L,初始pH值为4.58。

[0026] 废液预处理:将镀镍废液采用精密滤袋过滤废液,去除废液中黑色不溶性固体颗粒。然后对过滤后的废液进行检测,发现废液中镍离子含量为3300mg/L,总磷含量为9300mg/L,COD含量为82900mg/L,pH值为4.58,表明废液中不溶性固体颗粒为有机物,去除溶液中不溶性固体颗粒,可以防止后续萃取过程不溶性物质引起萃取剂乳化,破坏萃取剂的萃取功能。

[0027] 废液镍回收:用70vt%硫酸和氢氧化镍将过滤后的废液pH值调至6,取1000mL废液与萃取剂混合,废液与萃取剂按照体积比1:1混合搅拌,通过3级逆流的方式进行萃取。所述萃取剂由萃取油和稀释剂按照体积比1:4混合配制而成,所述萃取油为磷酸二异辛酯P204,所述稀释剂为磺化煤油。萃取后的油相与20vt%硫酸按照体积比2:1混合反萃得到硫酸镍溶液,萃取后测定溶液中镍离子含量为48.3mg/L,镍的去除率达到98.54%,萃取后的废液加入重金属捕捉剂HMC-M<sub>2</sub>和分子沉淀剂聚丙烯酰胺PAM过滤,完全去除镍离子。

[0028] 废液磷回收:用70vt%硫酸将去除镍离子的废液pH值调至4后,根据废液中COD总量,先加入的155克质量浓度为30%硫酸亚铁溶液(按照硫酸亚铁:过氧化氢=3:1比例),再加入553克质量浓度为30%的过氧化氢溶液(按照COD:过氧化氢=1:2的比例),在35℃下搅拌反应3h。通过芬顿氧化反应产生的强氧化性基团将磷氧化为磷酸根,加入5克铁粉消磁过滤后,再加入130克30%的过氧化氢溶液,搅拌反应0.5h,使溶液中的亚铁全部氧化成铁离子,再加入1080克硫酸铁固体使全部磷酸根沉淀,过滤,再用70vt%硫酸将溶液pH值调至2,加热至70℃,陈化、压滤,洗涤,干燥,得到磷酸铁固体。

#### [0029] 实施例2

[0030] 一种从化学镀镍废液中回收镍和磷的方法,通过萃取和反萃制备硫酸镍,再通过

芬顿氧化和沉淀制备磷酸铁。

[0031] 本实施例中镍离子含量为3300mg/L,总磷含量为9300mg/L,COD含量为83300mg/L,初始pH值为4.58。

[0032] 废液预处理:将镀镍废液采用精密滤袋过滤废液,去除废液中黑色不溶性固体颗粒。然后对过滤后的废液进行检测,发现废液中镍离子含量为3300mg/L,总磷含量为9300mg/L,COD含量为82900mg/L,pH值为4.58,表明废液中不溶性固体颗粒为有机物,去除溶液中不溶性固体颗粒,可以防止后续萃取过程不溶性物质引起萃取剂乳化,破坏萃取剂的萃取功能。

[0033] 废液镍回收:用70vt%硫酸和氢氧化镍将过滤后的废液pH值调至5,取1000mL废液与萃取剂混合,废液与萃取剂按照体积比1:2混合搅拌,通过3级逆流的方式进行萃取。所述萃取剂由萃取油和稀释剂按照体积比1:1混合配制而成,所述萃取油为2-乙基己基磷酸2-乙基己基酯P507,所述稀释剂为磺化煤油。萃取后的油相与40vt%硫酸按照体积比1:1混合反萃得到硫酸镍溶液,萃取后测定溶液中镍离子含量为28.5mg/L,镍的去除率达到99.07%,萃取后的废液加入重金属捕捉剂HMC-M2和高分子沉淀剂聚丙烯酰胺PAM过滤,完全去除镍离子。

[0034] 废液磷回收:用70vt%硫酸将去除镍离子的废液pH值调至3后,根据废液中COD总量,先加入的95克质量浓度为50%硫酸亚铁溶液(按照过氧化氢:硫酸亚铁=4:1比例),再加入593克质量浓度为20%的过氧化氢溶液(按照COD:过氧化氢=1:1的比例),在45℃下搅拌反应1h。通过芬顿氧化反应产生的强氧化性基团将磷氧化为磷酸根,加入5克铁粉消磁过滤后,再加入100克40%的过氧化氢溶液,搅拌反应0.5h,使溶液中的亚铁全部氧化成铁离子,再加入1212克硫酸铁固体使全部磷酸根沉淀,过滤,再用70vt%硫酸将溶液pH值调至1,加热至70℃,陈化、压滤,洗涤,干燥,得到磷酸铁固体。

[0035] 实施例3

[0036] 一种从化学镀镍废液中回收镍和磷的方法,通过萃取和反萃制备硫酸镍,再通过芬顿氧化和沉淀制备磷酸铁。

[0037] 本实施例中镍离子含量为3300mg/L,总磷含量为9300mg/L,COD含量为83300mg/L,初始pH值为4.58。

[0038] 废液预处理:将镀镍废液采用精密滤袋过滤废液,去除废液中黑色不溶性固体颗粒。然后对过滤后的废液进行检测,发现废液中镍离子含量为3300mg/L,总磷含量为9300mg/L,COD含量为82900mg/L,pH值为4.58,表明废液中不溶性固体颗粒为有机物,去除溶液中不溶性固体颗粒,可以防止后续萃取过程不溶性物质引起萃取剂乳化,破坏萃取剂的萃取功能。

[0039] 废液镍回收:用70vt%硫酸和氢氧化镍将过滤后的废液pH值调至5,取1000mL废液与萃取剂混合,废液与萃取剂按照体积比1:1.5混合搅拌,1级采用磷酸二异辛酯P204萃取油,2级采用2-乙基己基磷酸2-乙基己基酯P507萃取油,萃取剂由萃取油与稀释剂磺化煤油按照1:3体积比混合而成,通过2级逆流的方式进行萃取,萃取后的油相与40vt%硫酸按照体积比1.5:1混合反萃得到硫酸镍溶液,萃取后测定溶液中镍离子含量为20.9mg/L,镍的去除率达到99.22%,萃取后的废液加入重金属捕捉剂HMC-M2和高分子沉淀剂聚丙烯酰胺PAM过滤,完全去除镍离子。

[0040] 废液磷回收：用70vt%硫酸将去除镍离子的废液pH值调至3后，根据废液中COD总量，先加入的100克质量浓度为40%硫酸亚铁溶液（按照过氧化氢：硫酸亚铁=3.5:1比例），再加入565克质量浓度为25%的过氧化氢溶液（按照COD：过氧化氢=1:1.5的比例），在40℃下搅拌反应2h。通过芬顿氧化反应产生的强氧化性基团将磷氧化为磷酸根，加入5克铁粉消磁过滤后，再加入150克20%的过氧化氢溶液，搅拌反应0.5h，使溶液中的亚铁全部氧化成铁离子，再加入1160克硫酸铁固体使全部磷酸根沉淀，过滤，再用70vt%硫酸将溶液pH值调至1，加热至70℃，陈化、压滤，洗涤，干燥，得到磷酸铁固体。

[0041] 实施例4

[0042] 一种从化学镀镍废液中回收镍和磷的方法，通过萃取和反萃制备硫酸镍，再通过芬顿氧化和沉淀制备磷酸铁。

[0043] 本实施例中镍离子含量为3300mg/L，总磷含量为9300mg/L，COD含量为83300mg/L，初始pH值为4.58。

[0044] 废液预处理：将镀镍废液采用精密滤袋过滤废液，去除废液中黑色不溶性固体颗粒。然后对过滤后的废液进行检测，发现废液中镍离子含量为3300mg/L，总磷含量为9300mg/L，COD含量为82900mg/L，pH值为4.58，表明废液中不溶性固体颗粒为有机物，去除溶液中不溶性固体颗粒，可以防止后续萃取过程不溶性物质引起萃取剂乳化，破坏萃取剂的萃取功能。

[0045] 废液镍回收：用70vt%硫酸和氢氧化镍将过滤后的废液pH值调至6，取1000mL废液与萃取剂混合，废液与萃取剂按照体积比1:2混合搅拌，通过4级逆流的方式进行萃取。所述萃取剂由萃取油和稀释剂按照体积比1:3混合配制而成，所述萃取油为磷酸二异辛酯P204，所述稀释剂为磺化煤油。萃取后的油相与30vt%硫酸按照体积比1.5:1混合，反萃得到硫酸镍溶液，萃取后测定溶液中镍离子含量为26.1mg/L，镍的去除率达到99.14%，萃取后的废液加入重金属捕捉剂HMC-M2和高分子沉淀剂聚丙烯酰胺PAM过滤，完全去除镍离子。

[0046] 废液磷回收：用70vt%硫酸将去除镍离子的废液pH值调至3后，根据废液中COD总量，先加入的155克质量浓度为40%硫酸亚铁溶液（按照硫酸亚铁：过氧化氢=3:1比例），再加入524克质量浓度为25%的过氧化氢溶液（按照COD：过氧化氢=1:2的比例），在40℃下搅拌反应2h。通过芬顿氧化反应产生的强氧化性基团将磷氧化为磷酸根，加入5克铁粉消磁过滤后，再加入142克20%的过氧化氢溶液，搅拌反应0.5h，使溶液中的亚铁全部氧化成铁离子，再加入1117克硫酸铁固体使全部磷酸根沉淀，过滤，再用30vt%硫酸将溶液pH值调至2，加热至70℃，陈化、压滤，洗涤，干燥，得到磷酸铁固体。

[0047] 实施例5

[0048] 一种从化学镀镍废液中回收镍和磷的方法，通过萃取和反萃制备硫酸镍，再通过芬顿氧化和沉淀制备磷酸铁。

[0049] 本实施例中镍离子含量为3300mg/L，总磷含量为9300mg/L，COD含量为83300mg/L，初始pH值为4.58。

[0050] 废液预处理：将镀镍废液采用精密滤袋过滤废液，去除废液中黑色不溶性固体颗粒。然后对过滤后的废液进行检测，发现废液中镍离子含量为3300mg/L，总磷含量为9300mg/L，COD含量为82900mg/L，pH值为4.58，表明废液中不溶性固体颗粒为有机物，去除溶液中不溶性固体颗粒，可以防止后续萃取过程不溶性物质引起萃取剂乳化，破坏萃取剂



的萃取功能。

[0051] 废液镍回收：用70vt%硫酸和氢氧化镍将过滤后的废液pH值调至5，取1000mL废液与萃取剂混合，废液与萃取剂按照体积比1:1.5混合搅拌，通过4级逆流的方式进行萃取。所述萃取剂由萃取油和稀释剂按照体积比1:2混合配制而成，所述萃取油为2-乙基己基磷酸2-乙基己基酯P507，所述稀释剂为磺化煤油。萃取后的油相与30vt%硫酸按照体积比1.5:1混合，反萃得到硫酸镍溶液，萃取后测定溶液中镍离子含量为25.8mg/L，镍的去除率达到99.36%，萃取后的废液加入重金属捕捉剂HMC-M<sub>2</sub>和高分子沉淀剂聚丙烯酰胺PAM过滤，完全去除镍离子。

[0052] 废液磷回收：用70vt%硫酸将去除镍离子的废液pH值调至3后，根据废液中COD总量，先加入的115克质量浓度为40%硫酸亚铁溶液（按照过氧化氢：硫酸亚铁=4:1比例），再加入602克质量浓度为30%的过氧化氢溶液（按照COD：过氧化氢=1:2的比例），在45℃下搅拌反应1h。通过芬顿氧化反应产生的强氧化性基团将磷氧化为磷酸根，加入5克铁粉消磁过滤后，再加入120克30%的过氧化氢溶液，搅拌反应0.5h，使溶液中的亚铁全部氧化成铁离子，再加入1145克硫酸铁固体使全部磷酸根沉淀，过滤，再用70vt%硫酸将溶液pH值调至1，加热至70℃，陈化、压滤，洗涤，干燥，得到磷酸铁固体。

[0053] 实施例6

[0054] 一种从化学镀镍废液中回收镍和磷的方法，通过萃取和反萃制备硫酸镍，再通过芬顿氧化和沉淀制备磷酸铁。

[0055] 本实施例中镍离子含量为3300mg/L，总磷含量为9300mg/L，COD含量为83300mg/L，初始pH值为4.58。

[0056] 废液预处理：将镀镍废液采用精密滤袋过滤废液，去除废液中黑色不溶性固体颗粒。然后对过滤后的废液进行检测，发现废液中镍离子含量为3300mg/L，总磷含量为9300mg/L，COD含量为82900mg/L，pH值为4.58，表明废液中不溶性固体颗粒为有机物，去除溶液中不溶性固体颗粒，可以防止后续萃取过程不溶性物质引起萃取剂乳化，破坏萃取剂的萃取功能。

[0057] 废液镍回收：用70vt%硫酸和氢氧化镍将过滤后的废液pH值调至5，取1000mL废液与萃取剂混合，废液与萃取剂按照体积比1:2混合搅拌，1级和2级采用磷酸二异辛酯P204萃取油，3级和4级采用2-乙基己基磷酸2-乙基己基酯P507萃取油，萃取剂由萃取油与稀释剂磺化煤油按照1:4体积比混合而成，通过4级逆流的方式进行萃取，萃取后的油相与40vt%硫酸按照体积比1:1混合反萃得到硫酸镍溶液，萃取后测定溶液中镍离子含量为19.8mg/L，镍的去除率达到99.37%，萃取后的废液加入重金属捕捉剂HMC-M<sub>2</sub>和高分子沉淀剂聚丙烯酰胺PAM过滤，完全去除镍离子。

[0058] 废液磷回收：用70vt%硫酸将去除镍离子的废液pH值调至3后，根据废液中COD总量，先加入的120克质量浓度为30%硫酸亚铁溶液（按照过氧化氢：硫酸亚铁=3:1比例），再加入555克质量浓度为30%的过氧化氢溶液（按照COD：过氧化氢=1:1的比例），在35℃下搅拌反应3h。通过芬顿氧化反应产生的强氧化性基团将磷氧化为磷酸根，加入5克铁粉消磁过滤后，再加入158克20%的过氧化氢溶液，搅拌反应0.5h，使溶液中的亚铁全部氧化成铁离子，再加入1160克硫酸铁固体使全部磷酸根沉淀，过滤，再用70vt%硫酸将溶液pH值调至1，加热至70℃，陈化、压滤，洗涤，干燥，得到磷酸铁固体。

[0059] 以上仅为本发明的实施方式而已,并不用于限制本发明。对于本领域技术人员来说,本发明可以有各种更改和变化。凡在本发明的精神和原理的内所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包括在本发明的权利要求范围之内。

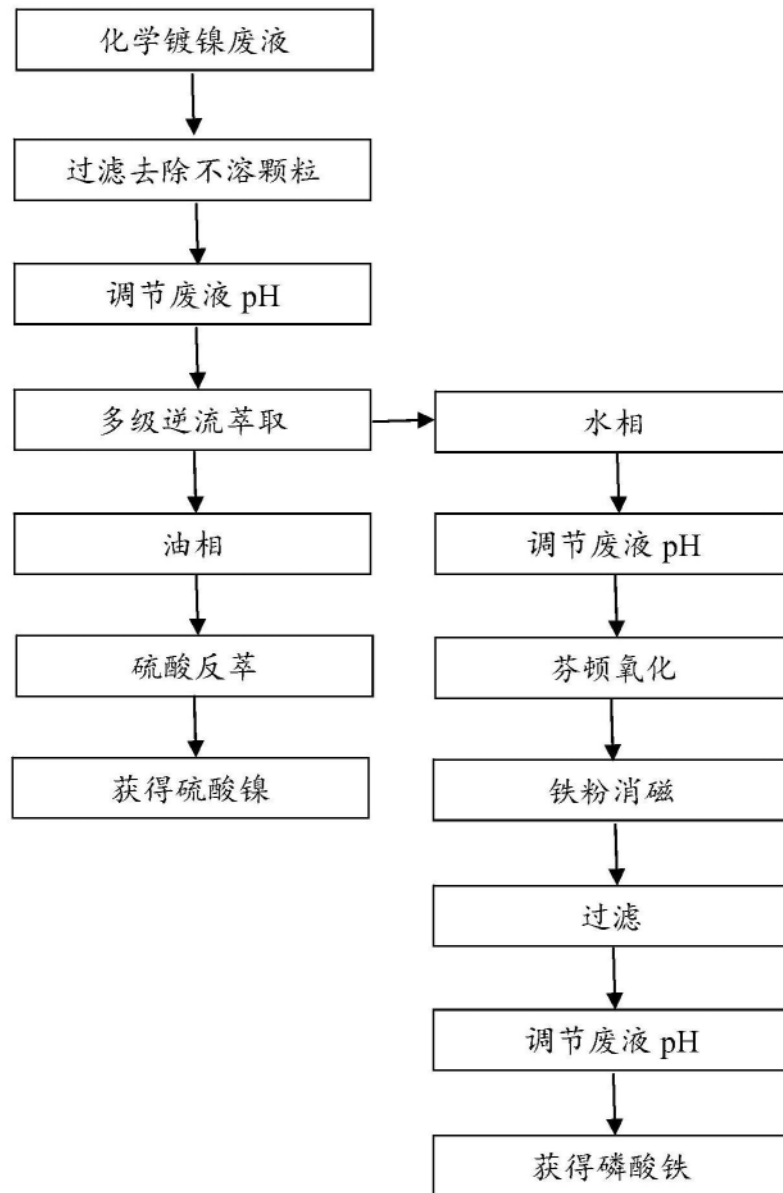


图1

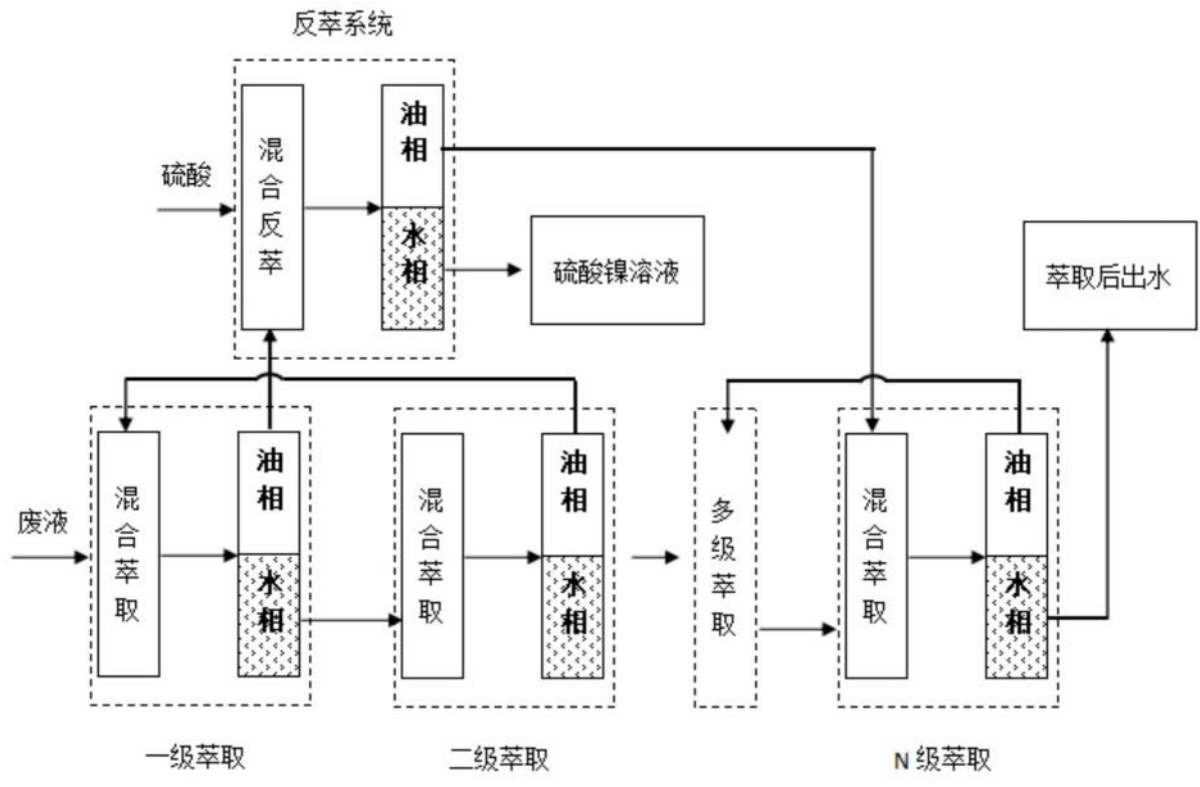


图2