

ICS 13.030.20
Z 05
备案号: 60578—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5207—2017

化学镀镍废液处理处置方法

Treatment and disposal method for spend electroless nickel-plating baths

2017-11-07 发布

2018-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国废弃化学品处置标准化技术委员会 (SAC/TC294) 归口。

本标准起草单位：深圳市危险废物处理站有限公司、四川省中明环境治理有限公司、广州市环境保护技术设备公司、深圳市中润水工业技术发展有限公司、江西核工业环境保护中心、深圳慧欣环境技术有限公司、天津理工大学、浙江海翔净水科技有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司。

本标准主要起草人：陈昌铭、何中明、汪晖、李润生、王红海、李杨、李梅彤、李峰、吉飞、徐晓江、梁展星、安晓英。

化学镀镍废液处理处置方法

1 范围

本标准规定了化学镀镍废液处理处置的术语和定义、处理处置方法、环境保护与安全。

本标准适用于化学镀镍废液的处理处置。化学镀镍生产中因存放、被污染等原因失效或者废弃使用的镀镍液的处理处置参考适用。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB 8978 污水综合排放标准

GB/T 11893 水质 总磷的测定 钼酸铵分光光度法

GB 11912 水质 镍的测定 火焰原子吸收分光光度法

GB/T 15555.10 固体废物 镍的测定 丁二酮肟分光光度法

GB 16297 大气污染物综合排放标准

GB 18597 危险废物贮存污染控制标准

HG/T 4551.4 废弃化学品中镍的测定 第4部分：电感耦合等离子体发射光谱法

HJ 2025 危险废物收集、贮存、运输技术规范

JB/T 6326.1 镍铬及镍铬铁合金化学分析方法 第1部分：镍的测定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

化学镀镍废液 spend electroless nickel-plating baths

也称化学镀镍老化液。是指在化学镀镍生产工艺过程中失去原有性能，不能够达到镀镍工艺要求的镀槽液。

3.2

保安过滤 cartridge filtration

废液从微滤滤芯的外侧进入滤芯内部，微量悬浮物或细小杂质颗粒物被截留在滤芯外部的过程。

4 处理处置方法

4.1 离子交换-芬顿+紫外催化湿式氧化联合法

4.1.1 离子交换工段

4.1.1.1 原理

离子交换法借助固体离子交换剂中的离子与稀溶液中的离子进行交换，以达到提取废液中镍离子的目的。吸附、反冲洗再生后得到硫酸镍溶液。

4.1.1.2 工艺流程

化学镀镍废液从废液槽进入 pH 调节槽，调节废液 pH，进行一次过滤与保安过滤后，进入离子交换工序。收集滤渣，交由有资质单位处理。离子交换工序通过吸附、脱附过程用酸（稀硫酸）进行反冲洗再生得到硫酸镍溶液。工艺流程见图 1。



图 1 离子交换工段工艺流程图

4.1.1.3 工艺控制条件

离子交换工段工艺控制条件如下：

- a) pH 控制 4~6；
- b) 反洗酸浓度约 10 %。

4.1.2 芬顿+紫外催化湿式氧化工段

4.1.2.1 原理

用芬顿（Fenton）氧化法氧化次磷酸根、亚磷酸根等，并利用铁盐除去大部分磷；利用紫外催化湿式氧化法（UVCWOP）氧化其他难降解有机物。

4.1.2.2 工艺流程

除镍后废液进入氧化工段，调节废液 pH 后进入芬顿氧化设备，加入氧化剂、铁盐。过滤后，废液进入紫外催化湿式氧化设备继续氧化。出氧化设备，调节上清液 pH。过滤后，清液进入污水处理系统处理达标排放，滤渣交由有资质单位处理。工艺流程见图 2。

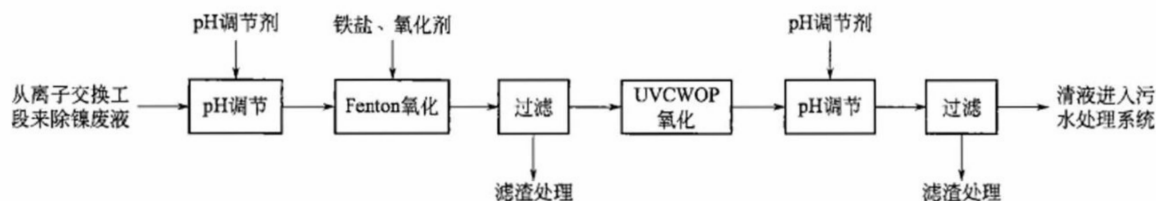


图2 芬顿+紫外催化湿式氧化工段工艺流程图

4.1.2.3 工艺控制条件

芬顿+紫外催化湿式氧化工段工艺控制条件如下：

- 温度控制为常温 $\sim 80^{\circ}\text{C}$ ；
- 芬顿反应时间约3 h；
- 紫外催化湿式氧化反应时间约3 h；
- 进入氧化工段 pH 调节为 3.5 \sim 5；
- 废液经处理后上清液 pH 调节为 6 \sim 7。

4.1.3 主要设备

储罐储槽、成套过滤设备、保安过滤器、成套离子交换设备、芬顿反应罐、紫外催化湿式氧化核心反应器、搅拌设备、pH 在线控制设备、环保处理设备等。

4.1.4 处理结果

- 出离子交换工段废液镍 (Ni) 离子含量应不大于 5 mg/L。
- 化学镀镍废液经过上述工艺处理后镍 (Ni) 离子含量应不大于 1 mg/L，总磷不大于 0.4 mg/L。
- 废液中镍离子、总磷含量的检测方法参见附录 A。

4.2 离子交换-机械式蒸汽再压缩分离+焚烧处理法

4.2.1 离子交换工段

同 4.1.1。

4.2.2 机械式蒸汽再压缩分离+焚烧处理工段

4.2.2.1 原理

利用高效机械式蒸汽再压缩技术 (MVR) 对离子交换工段来的废液进行蒸发浓缩，浓缩废液进行蒸发结晶后焚烧及稳定化处理。

4.2.2.2 工艺流程

从离子交换工段来的废液加入过量氧化剂 (宜选过氧化氢等) 并搅拌充分，加入沉淀剂 (宜选硫化钠等) 沉淀微量镍离子与其他重金属离子。过滤后，滤渣回收，废液进行 pH 调节后进入 MVR 蒸发设备对废液进行浓缩，冷凝液进入污水处理系统，浓缩液进行蒸发结晶。结晶后浓缩残液拌料 (宜选锯末) 进入焚烧炉焚烧，焚烧尾气进入尾气处理系统，达标排放；结晶体与焚烧残渣交由有资质单位处理。工艺流程见图 3。

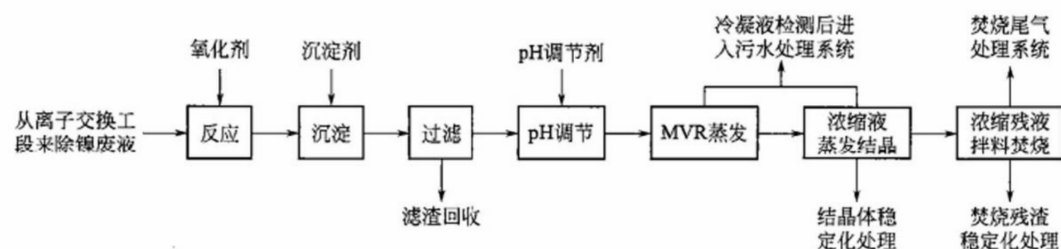


图3 机械式蒸汽再压缩分离+焚烧处理工段工艺流程图

4.2.2.3 工艺控制条件

机械式蒸汽再压缩分离+焚烧处理工段工艺控制条件如下：

- 氧化剂过量系数为 1.05~1.1；
- pH 控制为 6~9。

4.2.3 主要设备

储罐储槽、废液暂存池、搅拌器、沉淀池、过滤设备、MVR 系统（MVR 热交换器、蒸汽压缩机、强制循环系统、电控系统等）、蒸发结晶系统、焚烧炉及尾气处理系统等。

4.2.4 处理结果

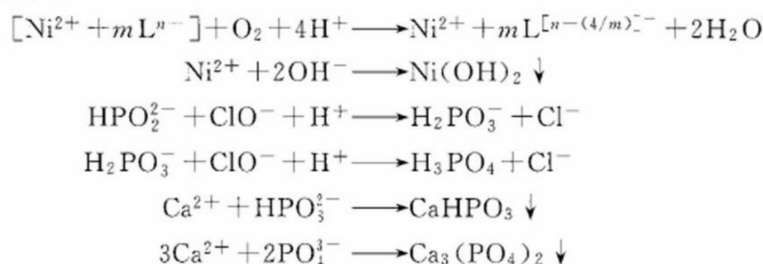
4.2.4.1 冷凝液进入污水处理系统前 $\text{COD} \leq 50 \text{ mg/L}$ ，重金属离子浓度达到环保要求。

4.2.4.2 冷凝液中镍离子含量的检测方法参见附录 A。

4.3 化学氧化-沉淀法

4.3.1 原理

对化学镀镍废液进行氧化破络合（以次氯酸钠为例），加碱形成氢氧化镍沉淀，加钙盐沉淀废液中磷。反应方程式如下：



注： $[\text{Ni}^{2+} + m\text{L}^{n-}]$ 表示镍离子络合物。

4.3.2 工艺流程

化学镀镍废液加入氧化破络合剂（宜选次氯酸钠、过氧化氢等）进行破络合处理后加碱（宜选氢氧化钠）一次沉淀，沉淀为氢氧化镍污泥；一次沉淀后液相通过加沉淀剂（宜选硫化钠等）二次沉淀除镍。两次沉淀含镍污泥回收利用。滤液加入除磷沉淀剂（宜选钙盐、铝盐等），过滤后滤渣交由有资质单位处理，废液进入污水处理系统处理达标排放。工艺流程见图 4。

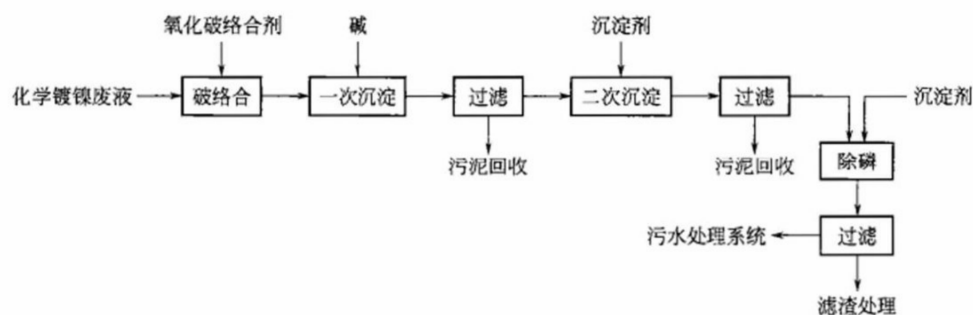


图4 化学氧化-沉淀法工艺流程图

4.3.3 工艺控制条件

化学氧化-沉淀法工艺控制条件如下：

- a) 氧化破络合温度为常温 $\sim 60^{\circ}\text{C}$ ；
- b) 氧化破络合调节 $\text{pH} \leq 3$ ；
- c) 氧化破络合时间为 $1.5\text{ h} \sim 3.0\text{ h}$ ；
- d) 一次沉淀调节 $\text{pH} \geq 11$ ；
- e) 除磷反应时间为 $2.0\text{ h} \sim 2.5\text{ h}$ ；
- f) 除磷反应调节 $\text{pH} 6 \sim 7$ 。

4.3.4 主要设备

废液池、破络槽、沉淀槽、过滤设备、搅拌设备、防腐蚀泵等。

4.3.5 处理结果

4.3.5.1 二次沉淀处理后废液中镍（Ni）离子含量应不大于 1 mg/L 。

4.3.5.2 废液中镍离子含量的检测方法参见附录 A。

5 环境保护与安全

5.1 化学镀镍废液在处理处置过程中产生的废气，经处理后应符合 GB 16297 废气排放要求。

5.2 化学镀镍废液在处理处置过程中产生的废水，经处理后应符合 GB 8978 废水排放要求。

5.3 化学镀镍废液处理处置过程中产生的废渣，应按 GB 18597 和 HJ 2025 的要求进行收集、贮存、运输，并交由有资质单位进行处理。

5.4 化学镀镍废液处理设备设施应具有安全防护措施。

附 录 A
(资料性附录)
检 测 方 法

化学镀镍废液处理处置方法中镍、总磷含量测定方法见表 A.1。

表 A.1 镍、总磷含量测定方法

序号	标准编号	测定方法的标准名称
1	GB 11912	水质 镍的测定 火焰原子吸收分光光度法
2	JB/T 6326.1	镍铬及镍铬铁合金化学分析方法 第1部分：镍的测定
3	GB/T 15555.10	固体废物 镍的测定 丁二酮肟分光光度法
4	HG/T 4551.4	废弃化学品中镍的测定 第4部分：电感耦合等离子体发射光谱法
5	GB/T 11893	水质 总磷的测定 钼酸铵分光光度法

中华人民共和国
化工行业标准
氟硅酸钠生产废液、化学镀镍废液、
黄磷生产废渣和黄磷生产尾气
处理处置方法
(2017)

HG/T 5206~5209—2017

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张3¼ 字数70.0千字

2018年3月北京第1版第1次印刷

书号：155025·2424

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：50.00元

版权所有 违者必究