

ICS 71.060.50

CCS G 12



# 团体标准

T/CEATEC XXX—2026

## 硫酸镍溶液净化技术规范

Technical specification for purification of nickel sulfate solution

(征求意见稿)

2026-X-XX 发布

2026-X-XX 实施

中国欧洲经济技术合作协会 发布

# 目 次

前言 .....	II
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 原料预处理 .....	2
4.1 粗制液准入指标 .....	2
4.2 预处理工序操作规范 .....	2
5 工艺分类与选型 .....	2
5.1 工艺分类 .....	2
5.2 工艺选型原则 .....	3
6 各净化单元要求 .....	3
6.1 氧化除铁单元 .....	3
6.2 化学沉淀除杂单元 .....	3
6.3 溶剂萃取单元 .....	3
6.4 离子交换深度净化单元 .....	4
6.5 精密过滤单元 .....	4
7 质量监控要求 .....	4
7.1 监控点位设置 .....	4
7.2 检测方法要求 .....	5
7.3 过程异常处置 .....	5
8 净化设备要求 .....	5
8.1 设备材质选型 .....	5
8.2 设备安装与调试 .....	5
8.3 设备运维与保养 .....	5
9 安全与环保 .....	6
9.1 生产安全要求 .....	6
9.2 环保要求 .....	6
10 工艺验收与持续改进 .....	6
10.1 工艺验收条件 .....	6
10.2 持续改进要求 .....	6

## 前言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国欧洲经济技术合作协会提出并归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

本文件为首次编制。

# 硫酸镍溶液净化技术规范

## 1 范围

本文件规定了硫酸镍溶液净化的原料预处理、工艺分类与选型、各净化单元要求、质量监控要求、净化设备要求、安全与环保。

本文件适用于以镍精矿、废镍催化剂、废旧锂电池正极材料、电镀污泥等为原料制备的硫酸镍溶液的净化处理，适用于工业级、电镀级、电池级硫酸镍溶液的净化全过程管控。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 15603 危险化学品仓库储存通则

GB/T 23942 化学试剂 电感耦合等离子体原子发射光谱法通则

GB/T 26524 精制硫酸镍

HG/T 20570.1 设备和管道系统设计压力和设计温度的确定

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

#### 硫酸镍溶液 nickel sulfate solution

以硫酸为浸出剂，与含镍原料反应制得的，主要成分为 $\text{NiSO}_4$ ，同时含有铜、铁、钴、钙、镁、锌、铅等杂质离子的水溶液。

### 3.2

#### 溶液净化 solution purification

通过化学沉淀、溶剂萃取、离子交换、吸附等单元工艺组合，去除粗制硫酸镍溶液中有害杂质离子，调控溶液理化指标，使其满足下游产品生产要求的连续工艺过程。

### 3.3

#### 深度净化 deep purification

在常规净化基础上，采用高精度分离技术进一步脱除微量杂质离子，使硫酸镍溶液中单一杂质含量 $\leq 1\text{mg/L}$ 、总杂质含量 $\leq 10\text{mg/L}$ 的精细化净化工艺，主要适配电池级硫酸镍制备。

### 3.4

#### 净化效率 purification efficiency

净化前后溶液中目标杂质含量的差值与净化前杂质含量的比值，以百分数（%）表示，是评价净化单元及整体工艺效果的核心技术指标。

## 3.5

**粗制液 crude solution**

未经预处理及深度净化，杂质含量高、理化指标波动大，无法直接进入主净化工序的硫酸镍水溶液。

## 4 原料预处理

## 4.1 粗制液准入指标

粗制硫酸镍溶液应经预处理达标后方可进入主净化工序，未达标原料严禁直接进料，基础准入指标及预处理要求见表1。

表1 粗制液基础准入指标及预处理要求

检测项目	准入指标要求	不合格预处理方式	检测方法
镍离子(Ni <sup>2+</sup> )质量浓度/(g/L)	≥80	蒸发浓缩/稀释调配	EDTA络合滴定法(GB/T 26524)
pH值	1.0~3.0	液碱/硫酸微调	酸度计法
悬浮物含量/(mg/L)	≤500	静置沉降+预过滤	重量法(GB/T 26524)
游离硫酸含量/(g/L)	≤20	中和调控	酸碱滴定法
油类杂质含量/(mg/L)	≤10	活性炭吸附	红外分光光度法(GB/T 26524)
氯离子含量/(mg/L)	≤50	树脂吸附除氯	离子色谱法
砷(As)含量/(mg/L)	≤50	预氧化共沉淀去除	ICP-OES法(GB/T 23942)

## 4.2 预处理工序操作规范

## 4.2.1 静置沉降

采用密闭沉降槽，操作温度25℃~35℃，沉降时间≥4h，沉降后上清液溢流至中转槽，底泥定期清理、密闭收集，按危险废物处置。

## 4.2.2 预过滤

选用50 μm袋式过滤器串联10 μm精密过滤器二级过滤，操作压力0.2MPa~0.4MPa，单台过滤器压差≥0.2MPa时及时更换滤袋，过滤后悬浮物含量≤50mg/L，无肉眼可见机械杂质。

## 4.2.3 除油脱色

投加粉状活性炭(投加量0.5g/L~1.0g/L)，搅拌转速100r/min~150r/min，吸附时间30min，吸附后过滤分离活性炭，过滤后油分去除率≥95%，溶液无明显异色。

## 4.2.4 氯离子、砷含量预处理

针对高氯、高砷粗制液，采用专用除氯树脂、氧化沉淀剂动态处理，除氯流速3BV/h~5BV/h，预除砷采用双氧水氧化+絮凝沉降，处理后氯离子、砷含量达标后方可进入下一工序。

## 4.2.5 预处理均质管控

预处理合格液转入密闭缓冲罐，连续搅拌均匀质，暂存时间不超过8h，确保进料浓度、pH稳定，适配主净化线连续生产节奏；不合格液回流至预处理前段重新处理。

## 5 工艺分类与选型

## 5.1 工艺分类

根据下游应用场景及杂质管控精度，硫酸镍溶液净化工艺分为常规净化工艺和深度净化工艺两类，适用范围及核心技术路线见表2。

表2 工艺分类

工艺类型	适用场景	核心技术路线	净化效率要求
常规净化工艺	工业级、电镀级硫酸镍制备	预处理→氧化除铁→化学沉淀除重金属→过滤	主要杂质去除率≥95%，镍回收率≥98%
深度净化工艺	电池级硫酸镍制备	预处理→氧化除铁→化学沉淀→溶剂萃取→离子交换→精密过滤	微量杂质去除率≥99%，镍回收率≥97%

## 5.2 工艺选型原则

应满足以下要求：

- 适配原料杂质组分：铁、铜、铅为主的粗制液，宜选用氧化-化学沉淀工艺，钴、锌、锰杂质含量高时，配套溶剂萃取单元；
- 满足产品纯度要求：电池级溶液应采用深度净化工艺，增设离子交换和精密过滤单元，工业级溶液可采用常规净化工艺简化流程；
- 兼顾节能降耗：宜选用常温、低试剂消耗工艺，合理匹配连续化生产设备，减少废渣、废水产生量；
- 符合环保要求：不得使用高毒、难降解试剂，沉淀渣、萃取废液应配套资源化处置环节。

## 6 各净化单元要求

### 6.1 氧化除铁单元

针对溶液中 $\text{Fe}^{2+}$ 、 $\text{Fe}^{3+}$ 杂质，采用双氧水氧化-水解沉淀法去除铁离子，避免后续工序二次污染，技术参数应符合下列要求：

- 氧化剂：选用30%工业级双氧水，投加量为 $\text{Fe}^{2+}$ 完全氧化理论用量的1.2倍~1.5倍，采用计量泵连续滴加；
- 反应条件：反应温度控制 $80^{\circ}\text{C}$ ~ $90^{\circ}\text{C}$ ，搅拌转速 $150\text{r}/\text{min}$ ~ $200\text{r}/\text{min}$ ，采用蒸汽间接加热；
- pH调控：用20%氢氧化钠溶液调节体系pH至4.5~5.0，全程监测pH波动，偏差不超过 $\pm 0.1$ ，保温反应1.5h~2.0h；
- 固液分离：采用板框压滤机分离氢氧化铁沉渣，滤液铁含量 $\leq 0.5\text{mg}/\text{L}$ ，沉渣含水率 $\leq 60\%$ ，集中收集处置。

### 6.2 化学沉淀除杂单元

分阶段去除铜、铅、钙、镁等重金属杂质，选用环保型沉淀剂，严控沉淀条件，减少镍离子共沉损失，分阶段技术参数见表3。

表3 分阶段技术参数

沉淀阶段	目标杂质	沉淀剂规格	核心操作参数	净化后杂质限值/(mg/L)	净化效率/%
第一阶段	$\text{Cu}^{2+}$ 、 $\text{Pb}^{2+}$	10%工业硫化钠溶液	pH=3.5~4.0，温度 $60^{\circ}\text{C}$ ~ $70^{\circ}\text{C}$ ，反应60min，搅拌转速 $120\text{r}/\text{min}$	$\text{Cu} \leq 0.3$ ， $\text{Pb} \leq 0.2$	≥98
第二阶段	$\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$	15%氟化钠溶液	pH=5.0~5.5，温度 $70^{\circ}\text{C}$ ~ $80^{\circ}\text{C}$ ，反应90min，搅拌转速 $100\text{r}/\text{min}$	$\text{Ca} \leq 1.0$ ， $\text{Mg} \leq 1.0$	≥95

### 6.3 溶剂萃取单元

选用酸性磷类萃取剂，实现镍与钴、锌、锰等杂质的高效分离，适用于深度净化工艺，操作参数应符合下列要求：

- a) 萃取体系：有机相由P507萃取剂+磺化煤油组成，体积比1:3~1:5，有机相应经皂化处理，皂化率60%~70%；
- b) 操作参数：相比（O/A）1:1~2:1，萃取级数4级~6级，反萃级数3级~4级，体系pH控制3.0~3.5，操作温度40℃~50℃，单级搅拌时间5min~8min；
- c) 分相要求：澄清时间10min~15min，有机相和水相界面清晰，无乳化、夹带现象，负载有机相镍含量 $\leq 0.1\text{g/L}$ ；
- d) 净化效果：钴含量 $\leq 0.5\text{mg/L}$ ，锌含量 $\leq 0.3\text{mg/L}$ ，锰含量 $\leq 0.4\text{mg/L}$ ，杂质萃取率 $\geq 99\%$ ；
- e) 有机相维护：定期检测有机相黏度、分相时间，每3个月~6个月对有机相进行再生处理，去除降解产物与杂质。

#### 6.4 离子交换深度净化单元

采用螯合型离子交换树脂，脱除溶液中微量残留杂质，进一步提升溶液纯度，技术要求应符合下列规定：

- a) 树脂选型：选用D403、D418型螯合树脂，交换容量 $\geq 2.0\text{mmol/g}$ ，粒径范围0.3mm~1.2mm，机械强度 $\geq 95\%$ ；
- b) 运行参数：吸附流速5BV/h~10BV/h，操作温度25℃~35℃，进料液pH=4.0~4.5，树脂柱高径比 $\geq 8:1$ ；
- c) 再生规范：采用2mol/L硫酸+5%氯化钠混合液作为再生剂，再生流速3BV/h~5BV/h，再生后用纯水冲洗至出水pH=4.0~5.0，树脂再生率 $\geq 95\%$ ；
- d) 失效判定：出水杂质含量超标时立即切换树脂柱，失效树脂集中再生，不得带病运行；
- e) 树脂更换：树脂使用周期不宜超过2年，出现破碎、交换能力骤降时应及时更换。

#### 6.5 精密过滤单元

深度净化后溶液经终端精密过滤，去除微量胶体、悬浮物及树脂碎屑，保障溶液澄清度，技术要求如下：

- a) 过滤设备：选用0.2 $\mu\text{m}$ 折叠式精密过滤器，材质为聚丙烯或316L不锈钢，耐受压力0.1MPa~0.4MPa；
- b) 操作要求：进料流速稳定，过滤器压差 $\geq 0.3\text{MPa}$ 时更换滤芯，过滤后溶液澄清透明，无可见杂质，水不溶物含量 $\leq 5\text{mg/L}$ ；
- c) 滤芯管理：新滤芯使用前应用纯水冲洗活化，废弃滤芯按危险废物处置，不得随意丢弃。

### 7 质量监控要求

#### 7.1 监控点位设置

净化全流程应设置关键监控点位，实时把控工艺稳定性，监控点位及检测频次见表4。

表4 监测点位及监测频次

监控点位	检测项目	检测频次	判定依据
预处理出料口	悬浮物、pH、镍浓度	1次/2h	表1 准入指标
氧化除铁出料口	铁离子含量、pH	1次/1h	$\text{Fe} \leq 0.5\text{mg/L}$
化学沉淀出料口	铜、铅、钙、镁含量	1次/批次	表3 限值
萃取出料口	钴、锌、锰含量	1次/4h	单元净化指标
离子交换出料口	全杂质离子、镍浓度	1次/批次	对应等级纯度要求
终端过滤出料口	澄清度、水不溶物	全程在线监测	无可见杂质

## 7.2 检测方法要求

### 7.2.1 镍离子浓度

采用EDTA络合滴定法，按照GB/T 26524执行，平行测定两次，绝对差值不大于算术平均值的0.5%。

### 7.2.2 杂质离子含量

铁、铜、锌、钴、铅、砷、钙、镁等杂质，采用电感耦合等离子体原子发射光谱法（ICP-OES），按照GB/T 23942执行，仪器参数：射频功率1300W，雾化器流量0.8L/min，观测高度15mm，重复测定3次取平均值，检出限 $\leq 0.01\text{mg/L}$ 。

### 7.2.3 理化指标

pH值采用酸度计25℃恒温测定，平行测定3次，误差 $\leq \pm 0.05$ ，水不溶物采用0.2  $\mu\text{m}$ 滤膜过滤重量法测定，悬浮物按照GB/T 26524规定方法检测。

## 7.3 过程异常处置

监控发现指标超标时，应立即启动应急预案：暂停进料，将不合格液回流至对应前序单元重新净化，排查工艺参数偏差，调整合格后恢复生产，不合格液不得流入下一单元，常见异常及处置方式见表5。

表5 常见异常及处置方法

异常类型	主要产生原因	应急处置措施
氧化除铁不彻底	双氧水投加不足、温度偏低、反应时间短、pH偏差	补加氧化剂、提升温度、延长保温时间、微调pH，复检合格后放行
萃取乳化夹带	pH失衡、搅拌过快、有机相老化、进料含渣	微调pH、降低转速、破乳再生有机相、加强前段过滤
离子交换出水超标	树脂失效、流速过快、进料pH异常、树脂床层偏流	切换树脂柱、降低流速、校准进料pH、反冲树脂床层
精密过滤压差过高	滤芯堵塞、进料悬浮物超标	立即更换滤芯、回流前段重新过滤、排查预处理工序
镍回收率偏低	沉淀剂过量、萃取夹带、树脂吸附过量	优化药剂投加量、改善分相效果、回收再生液镍资源

## 8 净化设备要求

### 8.1 设备材质选型

#### 8.1.1 核心设备

包括但不限于反应釜、萃取槽、离子交换柱、储槽等设备，宜选用316L不锈钢、聚四氟乙烯、玻璃钢等耐酸性腐蚀材质，不应使用碳钢、普通不锈钢。

#### 8.1.2 管路及阀门

采用PPR、PVDF或316L不锈钢材质，密封件选用氟橡胶，耐受温度 $-20^{\circ}\text{C} \sim 120^{\circ}\text{C}$ ，耐酸浓度0%~30%。

#### 8.1.3 仪表配件

包括但不限于pH计、密度计、流量计、压力表等，选用防腐型探头，定期校准精度，适配酸性溶液工况。

### 8.2 设备安装与调试

应满足以下要求：

a) 设备安装：应符合HG/T 20570.1规定，水平度、垂直度达标，管路连接无泄漏，支撑牢固。

b) 调试阶段：空载运行24h，负载运行72h，检测温度、pH、流量、压力等参数控制精度，搅拌、萃取、过滤等功能正常后方可投产。

### 8.3 设备运维与保养

#### 8.3.1 日常运维

每班检查设备运行状态、密封性能、仪表精度，清理过滤器残渣，记录运行参数。

### 8.3.2 定期保养

每月对反应釜、萃取槽进行酸洗钝化；每季度校准在线监测仪表；每年对离子交换柱、压滤机进行全面检修。

### 8.3.3 设备台账

建立完整运维档案，记录安装、调试、保养、维修、更换信息，档案留存期限不少于3年。

## 9 安全与环保

### 9.1 生产安全要求

#### 9.1.1 工艺安全

严格控制氧化剂、沉淀剂投加速率，防止反应过激喷溅，萃取车间严禁明火，设置可燃气体报警装置，通风换气次数 $\geq 6$ 次/h。

#### 9.1.2 个体防护

操作人员应佩戴耐酸手套、防护眼镜、防化服、防毒口罩，严禁皮肤直接接触溶液和试剂。

#### 9.1.3 应急处置

车间配备应急洗眼器、喷淋装置、酸碱性灭火器，设置泄漏收集池，溶液泄漏应及时稀释中和，转入废水站处置，严禁直排。

#### 9.1.4 危化品管理

沉淀剂、萃取剂、酸液分区存放，标识清晰，符合GB 15603要求，实行专人管理、限量领用。

#### 9.1.5 安全培训

操作人员上岗前应接受工艺、安全、应急培训，考核合格后方可上岗，每三个月开展应急演练。

### 9.2 环保要求

#### 9.2.1 废水处理

净化废水、设备清洗水经中和、沉降、过滤处理，达到GB 8978一级排放标准后方可排放，鼓励废水循环利用，回用率 $\geq 80\%$ 。

#### 9.2.2 固废处置

化学沉淀渣、废树脂、废滤芯属于危险废物，分类收集、密闭贮存，交由具备资质单位处置。

#### 9.2.3 废气治理

反应釜、储槽设置密闭排气系统，废气经酸雾吸收塔处理后达标排放，无组织废气浓度符合行业限值。

#### 9.2.4 清洁生产

优化试剂投加量，减少副产物产生；回收萃取余液、过滤清液中镍资源，提升整体回收率。

## 10 工艺验收与持续改进

### 10.1 工艺验收条件

应满足以下要求：

a) 工艺连续稳定运行72h，各单元净化效率、杂质限值、镍回收率均达标，过程监控数据完整可追溯；

b) 设备运行无故障、无泄漏，安全环保设施同步投用，操作人员经培训考核合格；

c) 提交完整工艺验证报告、检测数据、设备运维记录，经专家组审核通过后完成验收。

### 10.2 持续改进要求

生产企业应建立工艺优化长效机制，定期分析净化效率、能耗、物耗数据，针对原料杂质波动、设备老化等问题及时调整工艺参数；鼓励采用新型萃取剂、高效树脂等绿色技术，提升净化水平，降低生产成本。