



(19)中华人民共和国国家知识产权局



## (12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104072645 B

(45)授权公告日 2017.09.29

(21)申请号 201310105172.0

C08F 6/02(2006.01)

(22)申请日 2013.03.28

C08F 297/04(2006.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 104072645 A

(43)申请公布日 2014.10.01

(73)专利权人 中国石油化工股份有限公司

地址 100728 北京市朝阳区朝阳门北大街  
22号

(72)发明人 梁红文 彭红丽 李望明 胡朝阳  
余振银

(74)专利代理机构 长沙市融智专利事务所  
43114

代理人 魏娟

(51)Int.Cl.

C08F 8/04(2006.01)

(56)对比文件

CN 102875702 A, 2013.01.16,

CN 1067898 A, 1993.01.13,

US 4595749 A, 1986.06.17,

US 3780138 A, 1973.12.18,

CN 1233975 A, 1999.11.03,

CN 101618886 A, 2010.01.06,

审查员 王亦秋

(54)发明名称

一种从加氢聚合物胶液中脱除残余金属催  
化剂的方法

(57)摘要

本发明公开了一种从加氢聚合物胶液中脱除残余金属催化剂的方法,该方法是在通过阴离子聚合制得的不饱和聚合物经催化加氢反应后形成的胶液中,先加入氧化剂发生氧化反应,氧化反应完成后加入二氧化碳发生中和反应;或者在上述胶液中加入氧化剂发生氧化反应,同时加入二氧化碳发生中和反应;最后离心分离出沉淀;或者在自由基或阳离子聚合制得的不饱和聚合物经催化加氢反应后形成的胶液中,先加入有机锂后,再加入氧化剂发生氧化反应,氧化反应完成后加入二氧化碳发生中和反应;或者在上述胶液中先加入有机锂后,再加入氧化剂发生氧化反应,同时加入二氧化碳发生中和反应;最后离心分离出沉淀;该方法脱除金属催化剂残渣更彻底、更环保、更安全、更易工业化;特别适用于聚合物中铝离子的脱除。

权利要求书1页 说明书9页

1. 一种从加氢聚合物胶液中脱除残余金属催化剂的方法,其特征在于,

1) 在通过阴离子聚合制得的不饱和聚合物经催化加氢反应后形成的胶液中,先加入氧化剂发生氧化反应,氧化反应完成后加入二氧化碳发生中和反应;或者在上述胶液中加入氧化剂发生氧化反应,同时加入二氧化碳发生中和反应;最后离心分离出沉淀;

2) 或者在自由基或阳离子聚合制得的不饱和聚合物经催化加氢反应后形成的胶液中,先加入有机锂后,再加入氧化剂发生氧化反应,氧化反应完成后加入二氧化碳发生中和反应;或者在上述胶液中先加入有机锂后,再加入氧化剂发生氧化反应,同时加入二氧化碳发生中和反应;最后离心分离出沉淀;

所述的二氧化碳的最小用量为胶液中铝离子摩尔量的0.5倍,最大用量为使水溶液的PH值为中性。

2. 如权利要求1所述的方法,其特征在于,所述的加入二氧化碳可以是通入二氧化碳气体,或加入二氧化碳的饱和水溶液,或者两种同时进行。

3. 如权利要求1所述的方法,其特征在于,所述的氧化剂的摩尔用量为胶液中铁、钴、镍中的一种或几种和铝的总摩尔数的1.0~7.0倍。

4. 如权利要求3所述的方法,其特征在于,所述的氧化剂为氧、过氧化氢或烷基过氧化物中一种或几种。

5. 如权利要求4所述的方法,其特征在于,所述的氧化剂为过氧化氢。

6. 如权利要求1所述的方法,其特征在于,有机锂的加入摩尔量:胶液中铁离子、钴离子、镍离子中一种或几种和铝离子的总摩尔量为1:0.5~5。

7. 如权利要求6所述的方法,其特征在于,所述有机锂包括正丁基锂、仲丁基锂、苯基锂、乙基锂中的一种或几种。

8. 如权利要求1~7任一项所述的方法,其特征在于,所述的氧化反应是在温度为10~150℃,压力为0.01~1MPa的条件下,反应0.1~10h。

9. 如权利要求8所述的方法,其特征在于,所述的氧化反应是在温度为30~90℃时,压力为0.1~0.5MPa的条件下,反应0.1~2h。

## 一种从加氢聚合物胶液中脱除残余金属催化剂的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种从加氢聚合物胶液中脱除残余金属催化剂的方法,属于聚合物纯化领域。

### 背景技术

[0002] 一些聚合物,如共轭二烯的均聚物或共轭二烯与乙烯基芳烃的共聚物,在分子结构中存在不饱和双键,聚合物中的不饱和键对光、热、氧、臭氧等环境因素具有不耐受性,因此常采用加氢的方法使不饱和键饱和,使其具有更好的环境稳定性及热稳定性。聚合物加氢方法的现有技术中,通常在重金属催化剂存在下进行,所用催化剂通常为VIII族金属(钴、镍、铁)的有机金属化合物与还原剂(有机铝、有机锂化合物)。金属催化剂残渣不仅影响聚合物耐候、耐热、耐氧、耐老化性能,而且对人体有一定的危害,因此必须脱除聚合物中少量的金属残渣。

[0003] 在除去催化剂金属残渣的现有技术中使用的一种典型方法是在聚合物的溶液或乳液中,使用氧化剂和有机酸的水溶液。美国专利U.S.3780138公开了一种脱除残余金属催化剂的方法,使用氧化剂和稀的柠檬酸水溶液及低级脂肪醇萃取聚合产物中的金属离子。该方法需要大量萃取剂,萃取时间长,相分离困难,处理工序复杂,流程长,易造成环境污染。

[0004] 美国专利U.S.4595749中公开了一种从聚合物胶液中除去金属催化剂的方法,采用氧化剂和二羧酸,低级脂肪醇(碳原子数小于4)或甲苯作为二羧酸的溶剂。使用氧化剂和预先用溶液溶解的二羧酸溶液处理聚合物胶液,使其中残余金属催化剂形成不溶性金属化合物,将其分离,从而达到脱除残余金属催化剂的目的。使用该方法对聚合物胶液粘度较高时,脱除效果不理想。且该方法引入了其它溶剂,增加了溶剂回收步骤。

[0005] 中国专利92105370.3中公开了一种不饱和聚合物加氢后残余金属催化剂的脱除方法,采用氧化剂和二羧酸,二羧酸用多烷基二醇醚化合物作为增溶剂,多烷基二醇醚化合物的通式为 $R_1-O-[R_2-O]_n-R_3$ 其中n为1,2,3或4; $R_1$ 为H或烷基,为烷基时碳原子数为1-8个; $R_2$ 是碳原子数2-5个的烷基; $R_3$ 是碳原子数1-8个的烷基。该方法中二羧酸的用量与金属离子的摩尔比为1-20,使胶液中的水相呈酸性,长期使用设备腐蚀严重。

[0006] 中国专利201110195915.9公开了一种脱除加氢聚合物中金属的方法,包括以下步骤:向含有金属残渣的加氢聚合物胶液中加入有机碱,再加入氧化剂,反应后加入去离子水洗涤,离心分离。该方法中的有机碱使胶液中的水相呈碱性,特别是在有Al存在的情况下,碱性条件下的Al(OH)<sub>3</sub>呈胶体状态,极难分离。

### 发明内容

[0007] 本发明针对现有技术中加氢催化后聚合物中金属离子脱除过程中金属离子脱除不彻底,相分离困难,处理工序复杂,易造成环境污染,酸碱平衡易失调而腐蚀设备,特别是有铝离子存在时,脱除异常麻烦的缺陷,目的在于提出一种更彻底、更环保、更安全、更易

工业化从聚合物胶液中脱除金属催化剂残渣的方法;特别适用于聚合物中铝离子的脱除。

[0008] 本发明提供了一种从加氢聚合物胶液中脱除残余金属催化剂的方法,该方法是:

[0009] 1)在通过阴离子聚合制得的不饱和聚合物经催化加氢反应后形成的胶液中,先加入氧化剂发生氧化反应,氧化反应完成后加入二氧化碳发生中和反应;或者在上述胶液中加入氧化剂发生氧化反应,同时加入二氧化碳发生中和反应;最后离心分离出沉淀;

[0010] 2)或者在自由基或阳离子聚合制得的不饱和聚合物经催化加氢反应后形成的胶液中,先加入有机锂后,再加入氧化剂发生氧化反应,氧化反应完成后加入二氧化碳发生中和反应;或者在上述胶液中先加入有机锂后,再加入氧化剂发生氧化反应,同时加入二氧化碳发生中和反应;最后离心分离出沉淀;

[0011] 所述的二氧化碳的最小用量为胶液中铝离子摩尔量的0.5倍,最大用量为使水溶液的PH值为中性。

[0012] 所述的催化剂加氢反应中的催化加氢催化剂主要为钴、镍、铁的有机金属化合物中一种或几种与有机铝的组合。

[0013] 所述的加入二氧化碳可以是通入二氧化碳气体,或加入二氧化碳的饱和水溶液,或者两种同时进行。

[0014] 所述的氧化剂的摩尔用量为胶液中铁离子、钴离子、镍离子中的一种或几种和铝离子的总摩尔数的1.0~7.0倍;优选为1.2~3倍。

[0015] 所述的氧化剂为氧、空气、过氧化氢或烷基过氧化物中一种或几种;优选为过氧化氢。

[0016] 本发明的氧化剂加入量太低,金属残渣氧化不充分,难以形成沉淀,金属离子脱除效果不好。

[0017] 本发明方法选用过氧化氢时,如果过氧化氢加入量过高,反应存在安全隐患。

[0018] 本发明方法中,如果是自由基或阳离子引发聚合制得的不饱和聚合物经催化加氢反应后形成的胶液,为了使金属离子,特别是铝离子氧化成高价后,在碱性溶液中形成溶胶,在胶液中加入有机锂,保证胶液成弱碱性;如果是由阴离子引发聚合制得的不饱和聚合物经催化加氢反应后形成的胶液,里面一般存在少量的引发剂和有机金属残基,能保证溶液呈弱碱性;如果不是呈弱碱性,也可以再补加少量有机锂来调节。

[0019] 所述有机锂的加入摩尔量:胶液中铁离子、钴离子、镍离子中一种或几种和铝离子的总摩尔量为1:0.5~5;优选为1:2.0~3.5。

[0020] 本发明所述的胶液中含有的金属离子来源于加氢反应中加入的催化剂残渣;锂离子来源于引发剂有机锂和脱除胶液中金属时加入的有机锂。

[0021] 所述有机锂包括正丁基锂、仲丁基锂、苯基锂、乙基锂中的一种或几种。

[0022] 所述的氧化反应是在温度为10~150℃,压力为0.01~1MPa的条件下,反应0.1~10h;优选为在温度为30~90℃时,压力为0.1~0.5MPa的条件下,反应0.1~2h。

[0023] 所述的中和反应是在温度为10~150℃,压力为0.01~1MPa的条件下,反应0.1~10h;优选为在温度为30~90℃时,压力为0.1~0.5MPa的条件下,反应0.1~2h。

[0024] 本发明采用水作为分离金属离子的介质,使氧化后的金属离子、有机碱在水溶液中进行反应;水包括氧化剂过氧化氢溶液中的水和溶解二氧化碳的水;如果采用其他氧化剂和直接通入二氧化碳中和反应时,需加入水,水的用量为与胶液总量的体积配比为1:

10~100, 优选1:40~60。

[0025] 本发明的技术原理:聚合物的加氢反应形成的胶液中主要存在铁、钴、镍、铝等难除的金属离子;本发明人通过大量的实验发现,聚合物中有铝离子存在的情况下,金属离子脱除困难,而加氢催化剂中通常采用有机铝做为还原剂;铝离子主要被氧化成 $Al^{3+}$ ,在碱性环境中形成凝胶状无定形 $[Al(OH)_4]^-$ ,实际上主要是含水量不定的水合氧化铝 $Al_2O_3 \cdot xH_2O$ ;氢氧化铝胶体吸附其它金属氧化物,形成包含大量水且比水密度小的絮凝体,加氢胶液离心分离后胶液在上层,金属絮凝体在中层,而水在下层,造成与加氢胶液分层困难,为了彻底分离出金属残渣会带出了大量的胶液;脱除含铝元素加氢胶液中残余金属离子时,破坏氢氧化铝胶体是脱除金属离子的关键;通过调节水的PH值可以破坏氢氧化铝凝胶,当水的PH值 $>5.5$ 时,氢氧化铝胶体破坏,但是其它金属离子溶解在水溶液中,难以回收,并造成了排放水体的污染;发明人通过大量的实验,发现通入 $CO_2$ 不但可以破坏氢氧化铝凝胶,沉淀出来氢氧化铝白色晶体,而且同时使其他重金属离子生成金属沉淀物沉淀在水底,经离心机分离后,沉淀层在底层,水在中间层,胶液在上层,可以直接分离出胶液层,胶液层纯度高,分离彻底。

[0026] 本发明的有益效果:本发明方法能很好的去除聚合物胶液中的金属残留物,尤其是存在很难从聚合物中脱除的铝元素,即使在胶液粘度较高的情况下,金属残渣的去除率也达98%以上;同时其他重金属离子以沉淀析出,在排放水中几乎无残留,不会造成污染;同时避免了使用其他酸碱试剂,造成的设备腐蚀;在聚合物胶液脱除金属杂质的过程中没有引入任何的杂质,适用于工业化生产。

## 具体实施方式

[0027] 下面以实施例具体说明本发明,而非限制本发明。

### [0028] 实施例1

[0029] 加氢前基础胶为苯乙烯-异戊二烯-苯乙烯嵌段共聚物,胶液浓度为10%(wt),取其加氢后的胶液3000mL,聚合物中含Ni580mg/Kg,含Al1400mg/Kg,含Li230mg/Kg,胶液温度70℃,胶液粘度为212.8cp,在温度为70℃左右,压力为0.1~0.5MPa的条件下,先加入1% $H_2O_2$ 150mL作为氧化剂,氧化40min后,再通入 $CO_2$ 0.04mol,反应40min后经离心机分离除去沉淀。纯净的胶液经凝胶、干燥,采用原子吸收光谱法测试其中金属离子含量,收集分离水相及残渣。

### [0030] 对比例1

[0031] 加氢前基础胶为苯乙烯-异戊二烯-苯乙烯嵌段共聚物,胶液浓度为10%(wt),取其加氢后的胶液3000mL,聚合物中含Ni580mg/Kg,含Al1400mg/Kg,含Li230mg/Kg,胶液温度70℃,胶液粘度为212.8cp,先加入1% $H_2O_2$ 150mL作为氧化剂,氧化完成后,直接经离心机分离除去沉淀。纯净的胶液经凝胶、干燥,采用原子吸收光谱法测试其中金属离子含量,收集分离水相及残渣。

### [0032] 对比例2

[0033] 加氢前基础胶为苯乙烯-异戊二烯-苯乙烯嵌段共聚物,胶液浓度为10%(wt),取其加氢后的胶液3000mL,聚合物中含Ni580mg/Kg,含Al1400mg/Kg,含Li230mg/Kg,胶液温度70℃,胶液粘度为212.8cp,先加入1% $H_2O_2$ 150mL作为氧化剂,氧化完成后,加入适量的柠檬酸水



溶液,控制水相中PH值为7,经离心机分离除去沉淀。纯净的胶液经凝胶、干燥,采用原子吸收光谱法测试其中金属离子含量,收集分离水相及残渣。

[0034] 对比例3

[0035] 加氢前基础胶为苯乙烯-异戊二烯-苯乙烯嵌段共聚物,胶液浓度为10%(wt),取其加氢后的胶液3000mL,聚合物中含Ni580mg/Kg,含Al1400mg/Kg,含Li230mg/Kg,胶液温度70℃,胶液粘度为212.8cp,先加入1%H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>150mL作为氧化剂,氧化完成后,加入过量的柠檬酸水溶液,控制水相中PH值为5-6,经离心机分离除去沉淀。纯净的胶液经凝胶、干燥,采用原子吸收光谱法测试其中金属离子含量,收集分离水相及残渣。

[0036] 表1不同脱金属离子方法的对比

[0037]

		实施例 1	对比例 1	对比例 2	对比例 3
脱金属离子方法		氧化后 CO <sub>2</sub> 沉降	氧化后直接离心分离	氧化后适量有机酸中和	氧化后过量有机酸中和
聚合物	Ni 含量, mg/Kg	4.01	8.4	11.2	43.8
	Al 含量, mg/Kg	10.8	15.4	25.4	96.4
	Li 含量, mg/Kg	0.8	0.8	4.1	14.7
	聚合物收率, %	99.5	90.4	92.6	95.1
水相	Ni 含量, mg/Kg	未检出	未检出	未检出	106.7
	Al 含量, mg/Kg	未检出	未检出	未检出	342.2
	Li 含量, mg/Kg	未检出	未检出	未检出	56.8
	PH 值	7	13	7	5.5
	COD, mg/L	144	460	680	1340
	分离出水, %	99.0	85.0	88.0	95.0
残渣	残渣量总量, g	10.1	212.8	194.2	50.5
	残渣中的含水量, %	1.2	40	42	5
	残渣中聚合物, %	0.5	5.48	6.22	1.2
	残渣中的油相, %	0.1	48.7	46.2	25.4

[0038] 由表1可知,对比例1、2的方法产生大量含聚合物和溶剂的金属残渣,需要进一步回收。对比例3的方法水相中含有重金属离子,需对水相进行处理。实施例1采用CO<sub>2</sub>沉降法,

聚合物中金属离子脱除彻底,金属残渣量少且含量纯,不需处理可直接回收或掩埋,且水相符合直接排放标准,是一种最简便易行的聚合物中脱除金属的方法。

[0039] 实施例2

[0040] 加氢前基础胶为苯乙烯-异戊二烯-苯乙烯嵌段共聚物,胶液浓度10%(wt),取其加氢后的胶液3000mL,聚合物中含Ni580mg/Kg,含Al1400mg/Kg,含Li230mg/Kg,胶液温度70℃,胶液粘度为212.8cp,在温度为70℃左右,压力为0.1~0.5MPa的条件下,先加入3% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>50mL作为氧化剂,氧化40min后,再加入CO<sub>2</sub>饱和溶液250mL,反应40min后经离心机分离除去沉淀。纯净的胶液经凝胶、干燥,采用原子吸收光谱法测试其中金属离子含量,收集分离水相及残渣。

[0041] 实施例3

[0042] 加氢前基础胶为苯乙烯-异戊二烯-苯乙烯嵌段共聚物,胶液浓度为10%(wt),取其加氢后的胶液3000mL,聚合物中含Ni580mg/Kg,含Al1400mg/Kg,含Li230mg/Kg,胶液温度70℃,胶液粘度为212.8cp,在温度为70℃左右,压力为0.1~0.5MPa的条件下,1%H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>150mL作为氧化剂和0.4mol CO<sub>2</sub>同时加入,反应50min后经离心机分离除去沉淀。纯净的胶液经凝胶、干燥,采用原子吸收光谱法测试其中金属离子含量,收集分离水相及残渣。

[0043] 表2 CO<sub>2</sub>加入方式对脱金属离子的影响

[0044]

		实施例 1	实施例 2	实施例 3
CO <sub>2</sub> 加入方式		先氧化后加入 CO <sub>2</sub> 气体	先氧化后加入 CO <sub>2</sub> 饱和溶液	氧化剂和 CO <sub>2</sub> 同 时加入
聚 合 物	Ni 含量, mg/Kg	4.01	3.88	4.09
	Al 含量, mg/Kg	10.8	10.4	9.8
	Li 含量, mg/Kg	0.8	1.1	0.9
	聚合物收率, %	99.5	99.4	99.6
水 相	Ni 含量, mg/Kg	未检出	未检出	未检出
	Al 含量, mg/Kg	未检出	未检出	未检出
	Li 含量, mg/Kg	未检出	未检出	未检出
	PH 值	7	13	7
	COD, mg/L	144	150	151
	分离出水, %	99.0	99.1	98.7
残	残渣量总量, g	10.1	10.7	10.5

[0045]

渣	残渣中的含水量, %	1.20	1.24	1.22
	残渣中聚合物, %	0.5	0.4	0.4
	残渣中的油相, %	0.1	0.1	0.1

[0046] 由表2可知,CO<sub>2</sub>加入方式对加氢胶液中金属离子的脱除无明显影响。

[0047] 实施例4

[0048] 改变二氧化碳的加入量为0.01mol,其它条件与实施例1相同。

[0049] 实施例5

[0050] 改变二氧化碳的加入量为0.06mol,其它条件与实施例1相同。

[0051] 实施例6

[0052] 改变双氧水浓度为0.3wt%,双氧水水溶液加入量为150mL,其它条件与实施例1相同。

[0053] 实施例7

[0054] 改变双氧水浓度为0.3wt%,双氧水水溶液加入量为300mL,其它条件与实施例1相同。

[0055] 实施例8

[0056] 改变双氧水浓度为0.3wt%,双氧水水溶液加入量为100mL,其它条件与实施例1相同。

[0057] 实施例9

[0058] 改变双氧水浓度为1.0wt%,双氧水水溶液加入量为50mL,其它条件与实施例1相同。

[0059] 实施例10

[0060] 改变双氧水浓度为1.0wt%,双氧水水溶液加入量为150mL,其它条件与实施例1相同。

[0061] 表3不同加入量下加氢胶液脱金属离子情况



		实施例 4	实施例 5	实施例 6	实施例 7	实施例 8	实施例 9	实施例 10
聚 合 物	镍含 量, mg/Kg	9.88	3.22	6.88	2.63	7.04	5.27	3.06
	铝含 量, mg/Kg	15.7	12.4	14.5	10.4	15.2	11.9	9.78
	锂含 量, mg/Kg	5.87	1.22	3.41	1.06	1.55	3.26	1.76
	聚合 物收 率, %	99.1	99.5	99.4	99.5	99.4	99.4	99.5
[0062]  水 相	镍含 量, mg/Kg	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
	铝含 量, mg/Kg	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
	锂含 量, mg/Kg	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
	PH 值	12	7	7	7	7	7	7
	COD, mg/L	148	164	135	141	161	186	172
	分离 出水, %	99.0	99.3	99.1	99.5	99.3	99.3	99.5

[0063] 实施例11

[0064] 改变胶液温度为30℃,其它条件与实施例1相同。

- [0065] 实施例12  
 [0066] 改变胶液温度为90℃,其它条件与实施例1相同。  
 [0067] 实施例13  
 [0068] 改变反应时间为10min,其它条件与实施例7相同。  
 [0069] 实施例14  
 [0070] 改变反应时间为120min,其它条件与实施例7相同。  
 [0071] 表4不同工艺条件下加氢胶液脱金属离子情况  
 [0072]

		实施例 11	实施例 12	实施例 13	实施例 14
聚合物	镍含量, mg/Kg	10.4	4.63	8.62	1.86
	铝含量, mg/Kg	21.8	10.5	15.1	6.79
	锂含量, mg/Kg	6.46	2.16	3.17	1.07
	聚合物收率, %	99.2	99.5	99.4	99.8
水相	镍含量, mg/Kg	未检出	未检出	未检出	未检出
	铝含量, mg/Kg	未检出	未检出	未检出	未检出
	锂含量, mg/Kg	未检出	未检出	未检出	未检出
	PH 值	7	7	7	7
	COD, mg/L	157	129	142	152
	分离出水, %	99.1	99.4	99.5	99.5

- [0073] 实施例15  
 [0074] 加氢前基础胶为苯乙烯-异戊二烯-苯乙烯嵌段共聚物,胶液浓度为15%(wt),取其加氢后的胶液3000mL,聚合物中含Ni870mg/Kg,含Al2100mg/Kg,含Li345mg/Kg,胶液温度70℃,胶液粘度为775.6cp,在温度为70℃左右,压力为0.1~0.5MPa的条件下,1.5%H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>150mL作为氧化剂和CO<sub>2</sub>同时加入,反应40min后经离心机分离除去沉淀。纯净的胶液经凝胶、干燥,采用原子吸收光谱法测试其中金属离子含量。  
 [0075] 表5粘度为775.6cp加氢胶液脱金属离子情况

[0076]

聚合物	Ni 含量, mg/Kg	5.1
	Al 含量, mg/Kg	10.4
	Li 含量, mg/Kg	1.1
	聚合物收率, %	99.5
水相	Ni 含量, mg/Kg	未检出
	Al 含量, mg/Kg	未检出
	Li 含量, mg/Kg	未检出
	PH 值	7
	COD, mg/L	157
	分离出水, %	99.2