

شناسایی فازهای موجود در کیک فیلتر نیکل و کادمیم به دست آمده از فرآیند تولید

الکترولیتی روی و تعیین عوامل مؤثر در فرایند اسیدشویی آن

نوشته: دکتر محمود عبداللهی* و شاهرخ شهسواری*

The determination of effective parameters on acid leaching of filter cake generated during the electrolytic production of zinc and phase identification of nickel and cadmium

By: Sh. Shahsavari* and Dr. M. Abdollahi*

چکیده

نیکل و کادمیم که در مرحله اسیدشویی اکسید روی به منظور تولید الکترولیتی روی، وارد محلول سولفات روی می‌شوند، فرایند الکترولیز را با مشکلات بسیار رو به رو می‌سازند. لذا این فلزها در کارخانه‌های تولید روی، در فرایند سیمانی شدن از محلول سولفات روی جدا می‌شوند. در کارخانه ذوب روی اصفهان، یونهای نیکل و کادمیم در فرایندی به نام به تصفیه سرد یا تصفیه نهایی در دمای ۵۰ الی ۷۰ درجه سانتی‌گراد، با افزودن مقادیر کافی پودر روی و سولفات مس نهشته می‌شوند که این رسوب، توسط فیلترهای تحت فشار، به صورت کیک فیلتر نیکل و کادمیم از محلول جدا می‌شود. هدف از انجام این تحقیق، اسیدشویی کیک فیلتر مذکور، برای استخراج نیکل و کادمیم آن است. این کیک، ۳۰ درصد کادمیم و ۳/۲ درصد نیکل دارد. در مرحله شناسایی نمونه، احتمال وجود نیکل و کادمیم به صورت فازهای Cd_5Ni ، $Cd_2SO_4(OH)_2$ و $(Cu,Zn)SO_4(OH)_2$ مطرح شده است. همچنین احتمال وجود فازهای $(NiSO_4 \cdot 7H_2O)$ ، NiS و CdO به وسیله مطالعات میکروسکوپی و دیگر فرایندها شناسایی شده است. آزمایشهای آبشویی نیز نشان می‌دهد که ۱۰ درصد از نمونه کیک فیلتر در آب قابل حل است و مقداری از نیکل و کادمیم نیز در آب حل می‌شود و در نهایت، عملیات اسیدشویی با اسیدسولفوریک انجام گرفت که تاثیر پارامترهای مختلف مانند دما، زمان، غلظت حلال و نسبت جامد به مایع، در چندین آزمایش بررسی شد و شرایط بهینه اسیدشویی به صورت زیر به دست آمد:

- دما : ۶۰ درجه سانتیگراد
- زمان : ۲-۱/۵ ساعت
- غلظت اسید : ۲۰ درصد
- وزن مخصوص پالپ : ۶۰ گرم بر لیتر

کلید واژه‌ها : اسیدشویی - کیک فیلتر - روی الکترولیتی - استخراج - نیکل و کادمیم - عوامل مؤثر

Abstract

Nickel and cadmium compounds are important impurities in zinc electrolyte. In the electrolytic production of zinc, these impurities must be removed from the zinc-bearing solution prior to electrolysis. At the Isfahan Zinc Smelting Factory, nickel and cadmium have been precipitated by sufficient amount of zinc powder and copper sulfate at 50-70 °C. The resulting precipitate was known as nickel and cadmium filter cake and contains 30% Cd, 22.7 Zn, 3.2 Ni and 1.95 Cu.

A sample of filter cake was first identified by XRD analysis and microscopic studies. The major XRD peak was matched to Braunitz ($3Mn_2O_3 \cdot MnSiO_3$) and to probable existing of Cd_5Ni , $Cd_2SO_4(OH)_2$, $(Zn,Cu)SO_4(OH)$ and synthetic CdS . Microscopic studies proved the existence of sulfate phases, native copper and metallic zinc. Nickel sulfate ($NiSO_4 \cdot 7H_2O$) was also observed in the thin section.

Leaching results showed that 10% of filter cake was soluble in water, in which 10, 16 and 18 percent of total nickel, zinc and cadmium were dissolved in water, respectively.

Results obtained from different methods showed that nickel was present as NiS and cadmium existed in the oxide form.

Finally leaching process was carried out with sulfuric acid at different conditions. The effect of temperature, acid concentration, reaction time and pulp density were investigated and the results indicated that about 93% of nickel and cadmium were extracted under the following conditions: $T=60^{\circ}\text{C}$, $t=1.5-2$ hr, $C=20\%$, Pulp density(S:L)=60 g/l.

Keywords : Leaching, Filter Cake, Electrolytic Zinc, Nickel, Cadmium

۱- مقدمه

از دیگر منابع اولیه نیکل، گرهگ‌های دریایی هستند که برای بازیابی نیکل از آنها، ابتدا فراوری مقدماتی شامل خشک کردن، احیای انتخابی و تبدیل به کار گرفته می‌شود و سپس مات حاصل از این فرایند، تحت فشار اکسیژن توسط اسیدسولفوریک شستشوی اسیدی می‌شود (Sridhar et al, 1976).

در سالهای گذشته تلاشهای بسیاری برای تولید نیکل از منابع ثانویه صورت گرفته که از جمله مهم‌ترین آنها می‌توان به بازیابی نیکل از کاتالیستهای نیکل مستعمل اشاره کرد. در این فرایند، نیکل موجود در کاتالیست نیکل با استفاده از محلول آبی SO_2 به طور سریع و انتخابی در دما و فشار محیط شسته می‌شود (Youzbashi, 1991).

کیک فیلتر حاصل از تولید الکترولیتی روی نیز از دیگر منابع ثانویه مناسب برای بازیابی نیکل است. نیکل موجود در این محصول را می‌توان با حلالهایی مانند اسیدسولفوریک، آمونیاک یا اسیدنیتریک اسید شویی کرد.

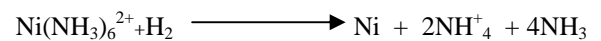
اسیدشویی مستقیم کیک فیلتر مذکور، با استفاده از اسیدنیتریک رقیق در دمای محیط و زمان کوتاه انجام می‌گیرد (تقی‌لو، ۱۳۷۵). همچنین با حذف روی موجود در آن و اکسید کردن آن، می‌توان نیکل موجود را توسط اسیدسولفوریک حل کرد. از آنجاکه منابع اولیه کادمیم اقتصادی نیستند، سابقه‌ای از تولید این فلز از این منابع در دست نیست و کانه‌های روی با کادمیم ۰/۰۵ الی ۰/۸ درصد، برای استخراج کادمیم مناسب تشخیص داده شده‌اند. به طور کلی کادمیم همواره به عنوان یک محصول جانبی از صنایع سرب و روی تولید می‌شود (طباطبایی کوپایی، ۱۳۷۸ و کفلو، ۱۳۷۷). برای تولید کادمیم در کارخانه‌ها، قرع روی مواد اولیه کنسانتره (سولفیدروی) به درون یک کوره تشویه فرستاده می‌شود تا گوگردزدایی شود. مواد حاصل به همراه گردوغبار کاترل (Cottrel) (اکسید کادمیم و اکسید سرب) با محلول کلریدروی، سوخت و باقیمانده تقطیر حاصل از قرع کادمیم مخلوط شده به بخش کلوخه‌سازی (Sintering) هدایت می‌شود. غبارهای جمع‌آوری شده در مرحله کلوخه‌سازی، در اسیدسولفوریک رقیق (۱۰٪) حل شده و کادمیم موجود در محلول با افزودن پودر روی و هم‌زدن تدریجی به صورت اسفنج (Sponge) رسوب می‌کند (طباطبایی کوپایی، ۱۳۷۸).

نیکل و کادمیم از فلزهای مهم مورد استفاده در صنایع مختلف، از جمله صنایع آلیاژسازی، آبکاری، صنایع فلزی، صنایع نظامی و باتری‌سازی هستند (Ulmann's, 1991).

محدود بودن منابع اولیه نیکل و اقتصادی نبودن منابع کادمیم، تلاش بی‌وقفه پژوهشگران را برای روشهای اقتصادی جهت استحصال این فلزها از منابع ثانویه در پی داشته است. از منابع مهم ثانویه حاوی مقادیر زیادی فلزهای مذکور، کیک فیلتر، حاصل تصفیه محلول سولفات روی در فرایند تولید الکترولیتی روی است. روشهای بسیاری برای بازیابی نیکل و کادمیم از منابع گوناگون به کار رفته که در اینجا مرور می‌شوند:

به‌طور کلی تولید نیکل و کادمیم در جهان، سابقه‌ای طولانی دارد. از منابع اولیه تولید فلز نیکل می‌توان به کانسنکهای اکسیدی و لاتریتی (Lateritic Ores)، کانی‌های سولفیدی و گرهگ‌های دریایی Sea Nodules اشاره کرد. در حدود ۶۰-۷۰ درصد نیکل موجود در جهان از کانسنکهای سولفیدی پنتلانیدیت تهیه می‌شود (Ulmann's, 1991). در گذشته از فرایندهای پیرومتالورژیکی نیز در تولید نیکل استفاده می‌شد ولی امروزه با گسترش فرایندهای هیدرومتالورژی، تولید نیکل بیشتر به روش تر صورت می‌گیرد که از آن جمله می‌توان به فرایند شریتر - گوردون (Sherritt - Gordon) برای تولید نیکل اشاره کرد که بر شستشوی تحت فشار و تجمعی کانسنکهای سولفیدی با آمونیاک استوار است (دینند خسروی، ۱۳۷۹).

در مرحله بازیابی این فرایند نیکل در یک اتوکلاو در دمای ۲۰۰ درجه سانتی‌گراد و حضور گاز هیدروژن با فشار ۲۵ اتمسفر در واکنش زیر نهشته می‌شود:



از دیگر فرایندهای تهیه نیکل از منابع اولیه، می‌توان به روش اسیدشویی تحت فشار که برای فراوری لاتریت موآ در کوبا به کار رفته اشاره کرد که این لاتریت لیمونیت‌دار، مستقیماً در اسیدسولفوریک و در دما و فشار بالا اسیدشویی شده و در پایان نیکل با روش استخراج حلالی با الکتروپینگ بازیابی می‌شود. برای فراوری لاتریتها، روش احیای انتخابی فلز با تشویه و شستشوی آمونیاکی و سرانجام استریپینگ بخار یا استخراج با حلال نیز پیشنهاد شده است (دینند خسروی، ۱۳۷۹).

منیزیم که مقادیر آنها به همراه افت حرارت در جدول ۲ آورده شده است. مجموع مقادیر جدولهای ۱ و ۲، معادل ۱۰۰ درصد است.

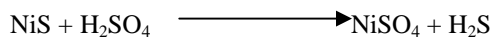
همچنین نتایج حاصل از تجزیه سرندیتر، نمونه نشانگر آن است که ۶۱ درصد از ذرات موجود در کیک فیلتر ابعادی کوچکتر از ۳۸ میکرون دارند.

در مطالعات میکروسکوپی، فاز سولفات نیکل یا مورنوزیت تشخیص داده شد (شکل ۱). در این مطالعات، وجود روی و مس فلزی در نمونه کیک فیلتر قابل تشخیص است (شکل ۲). فازهای اصلی تشخیص داده شده توسط تجزیه XRD مربوط به کانیهای منگنز و عمدتاً برونیت $(3Mn_2O_3 \cdot SiO_2)$ است. ضمن آنکه احتمال وجود فازهایی مانند Cd_3Ni ، $Cd_2SO_4(OH)_2$ ، $(Zn,Cu)SO_4(OH)$ و CdS به صورت مصنوعی (Synthetic) وجود دارد (طباطبایی کوپایی، ۱۳۷۸).

به طور کلی، با توجه به مطالب گفته شده در بخش شناسایی نمونه، در مورد فازهای نیکل و کادمیم می توان به موارد زیر اشاره کرد:

الف) نیکل

با توجه به اینکه مقداری از نیکل موجود در نمونه در آب انحلال پذیر بوده (در فرایند آبشویی با آب توضیح داده خواهد شد) و مطالعات میکروسکوپی انجام شده نیز نشان از وجود سولفات نیکل $(NiSO_4 \cdot 7H_2O)$ در نمونه دارد، می توان گفت که این فاز، یکی از فازهای نیکل موجود در نمونه است. از طرفی، چون سولفید نیکل دو ظرفیتی (NiS) در نبود عامل اکسنده، براساس واکنش زیر در اسیدسولفوریک رقیق حل می شود (Gupta, 1990):



و نظر به اینکه قسمت اعظم نیکل با اسید سولفوریک رقیق حل شده است، لذا، احتمالاً NiS فاز غالب نیکل در نمونه کیک فیلتر است.

ب) کادمیم

با توجه به نتایج حاصل از آزمایشهای XRD، مطالعات میکروسکوپی و آبشویی، وجود کادمیم در فاز سولفاتی در نمونه قطعی به نظر می رسد. از طرفی، چون درصد بالایی از کادمیم موجود در نمونه در نبود عامل اکسنده در اسیدسولفوریک رقیق حل شده است، لذا امکان وجود کادمیم در فاز سولفیدی منفی بوده و احتمال قوی، کادمیم موجود در نمونه، در فاز اکسیدی است (طباطبایی کوپایی، ۱۳۷۸).

لازم به یادآوری است که به علت کمپلکس بودن نمونه نمی توان به طور قطعی در باره فازهای نیکل و کادمیم اظهار نظر کرد.

برای استخراج کادمیم از دوده های (Fume) کارخانه کلوخه سازی روی نیز، ابتدا دوده ها به صورت انتخابی به سولفات کادمیم تشویه می شوند. دوده های تشویه شده با آب شسته می شوند و به این ترتیب در حدود ۸۰ درصد کادمیم بازیابی می شود. جامد باقیمانده از عمل آبشویی، با اسیدسولفوریک خیلی رقیق شسته شده و بقیه کادمیم وارد فاز محلول می شود (1973-). از دیگر موارد تولید کادمیم به صورت محصول جانبی، می توان به تولید آن از کیک فیلتر کادمیم حاصل از مرحله تصفیه در عملیات تولید الکترولیتی روی اشاره کرد. در این فرایند، پس از اکسید کردن کیک کادمیم آن را در دمای ۷۰ درجه سانتی گراد با اسیدسولفوریک ۱۰ درصد حل کرده و کادمیم موجود در محلول با استفاده از مقدار معینی گرد روی، به صورت کادمیم اسفنجی رسوب داده می شود (Alf, 1985).

در ایران نیز کادمیم از کیک فیلتر حاصل از تصفیه محلول سولفات روی استخراج شده است که برای این منظور، ابتدا کیک مذکور به مدت یک هفته در محیط خشک و اکسیده می شود. سپس کیک حاصل، در دمای ۶۰ درجه سانتی گراد و زمان ۱/۵ ساعت با اسیدسولفوریک ۱۵ درصد تحت یک انحلال تجمعی قرار می گیرد و پس از تصفیه (Purification) محلول از ناخالصیها، کادمیم موجود را توسط گرد روی به صورت کادمیم اسفنجی رسوب می دهند (طباطبایی کوپایی، ۱۳۷۸).

۲- تهیه نمونه و شناسایی

نمونه تهیه شده از کارخانه باید خشک و سپس پودر شود تا بتوان از آن نمونه معرف تهیه کرد. لذا نمونه در دمای ۹۰ درجه سانتیگراد برای مدت یک شبانه روز حرارت داده می شود تا کاملاً خشک گردد. به علت وجود کلوخه، نمونه طی یک مرحله پودر کردن، به صورت دانه ریز و نرمه در آمد. برای تهیه نمونه معرف، ۱۵ کیلوگرم از کل نمونه پودر شده توسط تقسیم کننده آزمایشگاهی کاهش وزن داده شد و نمونه های ۴۰۰ گرمی از آن تهیه گردید تا در انجام آزمایشها از آنها استفاده شود.

برای شناسایی کامل کیک فیلتر حاصل از تصفیه محلول سولفات روی، در فرایند تولید الکترولیتی روی روشهای متعددی مانند جذب اتمی، XRF، XRD و مطالعات میکروسکوپی به کار گرفته شد. برای تعیین میزان عناصر موجود در کیک فیلتر، یک نمونه معرف از کیک فیلتر به روش جذب اتمی تجزیه شیمیایی شده که نتایج زیر برای عناصر اصلی در جدول ۱ به دست آمده است.

دیگر عناصر تشکیل دهنده کیک فیلتر که به روش XRF شناسایی شده اند، عبارتند از آهن، سرب، کلسیم، کربن، آلومینیم، سیلیسیم و

۳- فرایند آبشویی و اسید شویی

۳-۱- مواد و تجهیزات لازم

برای انجام آزمایشهای اسید شویی، از اسیدسولفوریک ساخت شرکت مرک (Merck) با درجه خلوص ۹۵-۹۸ درصد و یک دستگاه صفحه داغ (Hot Plate) مجهز به همزن مغناطیسی (Magnet Stirrer) و یک رآکتور شیشه‌ای مقاوم در برابر دما استفاده شد.

۳-۲- آبشویی

برای تعیین درصد عناصر و ترکیب‌های محلول در آب، ۱۰۰ گرم نمونه معرف با ۵۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر به مدت ۶۰ دقیقه در دمای معمولی شستشو شد. نتایج حاصل از شستشوی نمونه با آب نشان داد که ۱۰/۵ درصد از نمونه در آب انحلال پذیر است. میزان انحلال نیکل، روی و کادمیم در فاز محلول پس از آبشویی، به ترتیب ۱۰، ۱۶ و ۱۸ درصد بود. احتمالاً نیکل به صورت سولفات بازی رسوب کرده که پس از آبشویی به علت تغییر pH، دوباره حل شده است. فرض دیگر این است که سولفات نیکل پس از اشباع شدن الکترولیت روی از آن، رسوب کرده که بار دیگر بر اثر آبشویی به صورت محلول در آمده است.

۳-۳- اسید شویی

پارامترهای مؤثر در فرآیند اسیدشویی نیکل و کادمیم، دما، زمان، غلظت اسید (اسیدیته)، نسبت جامد به مایع، دانه‌بندی و سرعت همزنی است. در این تحقیق، به بررسی تاثیر دما، زمان، اسیدیته و نسبت جامد به مایع بر شستشوی نیکل و کادمیم پرداخته شده است که بدین منظور در مرحله اول تأثیر سه عامل دما، زمان و اسیدیته و همچنین اثرات متقابل مربوط به آنها بر بازیابی نیکل و کادمیم با استفاده از روش طراحی آزمایش عاملی

(Factorial Experimental Design) (طرح ۲^۳) محاسبه و در مرحله بعد با انجام آزمایشهای کامل تر، شرایط بهینه فرآیند اسید شویی به منظور بازیابی نیکل و کادمیم تعیین شد. در این حالت، نسبت جامد به مایع و دور همزن ثابت و به ترتیب برابر با ۸۰ گرم بر لیتر و ۸۰۰ دور در دقیقه در نظر گرفته شد.

۳-۳-۱- طراحی آزمایشها

به منظور تعیین میزان تاثیر پارامترهای دما، زمان و اسیدیته و اثر متقابل آنها بر بازیابی نیکل و کادمیم از روش طراحی آزمایش عاملی (طرح ۲^۳) استفاده شد. طرح عاملی ۲^۳ طرحی است مشتمل بر k عامل که هر یک

در دو سطح تغییر می‌کنند. این طرح به دلیل چگونگی محاسبه و تحلیل اثرهای متقابل بالقوه، مهم و قابل توجه است.

بدین منظور، هشت آزمایش به گونه‌ای انجام شد که پارامترهای دما (T)، زمان (t) و اسیدیته (C) هر یک در دو سطح تغییر می‌کنند و نتایج آن در جدول ۳ آورده شده است. از طریق این طرح، و با استفاده از روابط مربوط اثر عوامل اصلی دما، زمان، اسیدیته و اثرات متقابل آنها بر بازیابی نیکل و کادمیم محاسبه شدند که نتایج آن در جدول ۴ آمده است (رسول نورالنساء ۱۳۷۶).

با بررسی این موارد مشخص شد که اثر دما و اسیدیته بر بازیابی نیکل بیشتر بوده، ولی در مورد کادمیم، تاثیر زمان و اسیدیته در مقایسه با دما بیشتر است. بر این اساس، هر سه پارامتر فوق در چهار سطح تغییر داده شدند که در ادامه به بررسی آنها پرداخته شده است.

۳-۳-۲- بهینه‌سازی

برای بازیابی نیکل و کادمیم از کیک فیلتر حاصل از تصفیه محلول سولفات روی در فرایند تولید روی الکترولیتی با توجه به فازهای شناسایی شده مربوط به نیکل و کادمیم، کیک فیلتر مذکور با اسید سولفوریک در شرایط مختلف اسید شویی گردید که در بهترین شرایط، مقادیر ۹۳/۶۵ و ۹۲/۶ به ترتیب به‌عنوان بازیابی نیکل و کادمیم به دست آمد.

۴- نتایج و بحث

همان‌گونه که اشاره شد، اثر عوامل مختلف شامل دما، غلظت اسید، زمان و وزن مخصوص پالپ بر بازیابی نیکل و کادمیم مورد بررسی قرار گرفت که در زیر به نتایج آن اشاره می‌شود:

۴-۱- تاثیر دما بر بازیابی نیکل و کادمیم

در آزمایشهای این مرحله، برای دما ۴ مقدار ۴۰، ۶۰، ۸۰ و ۹۰ درجه سانتیگراد منظور شد.

شکل‌های ۳ تا ۶ تغییرات بازیابی نیکل را در صورت تغییر دما در زمانهای مختلف نشان می‌دهد. (واحد زمان بر حسب ساعت است). همان‌طور که دیده می‌شود در همه منحنیها، با افزایش دما، بازیابی بیشتر می‌شود. این افزایش بازیابی از دمای ۴۰ تا ۶۰ درجه سانتیگراد قابل توجه بوده و می‌توان دمای ۶۰ درجه سانتیگراد را به عنوان دمای بهینه بازیابی نیکل منظور کرد.

شکل‌های ۷ الی ۱۰ نیز تغییرات بازیابی کادمیم نسبت به دما را در زمانهای مختلف نشان می‌دهند.

بر اساس آنچه در نمودار دیده می‌شود، بازیابی دو فلز نیکل و کادمیم با افزایش نسبت جامد به مایع کاهش می‌یابد از آنجا که شستشوی تجمعی دو فلز نیکل و کادمیم مدنظر است، میزان نسبت جامد به مایع بهینه، ۶۰ گرم بر لیتر منظور می‌شود.

۵- نتیجه‌گیری

الف) شناسایی نمونه

در این مرحله یک نمونه معرف از کیک فیلتر به روش جذب اتمی تجزیه شیمیایی شده و نتایج زیر برای عناصر اصلی به دست آمد:
 $Cd=3.0\%$ ، $Zn=22.7\%$ ، $Ni=3.2\%$ ، $Cu=1.95\%$
مطالعات میکروسکوپی تقاطع نازک و صیقلی نشان دهنده وجود نیکل به صورت سولفات نیکل است. همچنین در این مطالعات، یک فاز سولفاتی مشکوک بارنگ پلاریزاسیون خاکستری روشن شناسایی گردید. در مقاطع صیقلی نیز روی و مس فلزی شناسایی شد.
فازهای اصلی تشخیص داده شده توسط XRD، کانپهای منگنز و بیشتر برونیت ($3Mn_2O_3 \cdot MnSiO_3$) هستند. ضمن آنکه احتمال وجود فازهایی مانند (Cd_5Ni) ، $(Cd_2SO_4(OH)_2)$ ، $(Zn,Cu)SO_4(OH)$ و (CdS) به صورت ساختگی نیز وجود دارد. به طور کلی، در مورد فازهای نیکل و کادمیم موجود در نمونه، می‌توان گفت که فاز غالب نیکل در نمونه، سولفیدی است و فازهای سولفاتی نیز به مقدار اندک در نمونه وجود دارد و بیشتر کادمیم موجود در نمونه، به صورت اکسیدی بوده و سولفات کادمیم قابل حل در آب نیز در نمونه وجود دارد.
تجزیه سرندهی تر نمونه کیک فیلتر نشان داد که حدود ۶۱ درصد از ذرات موجود در کیک، دارای ابعادی کمتر از ۳۸ میکرون دارد.

ب) آبشویی و اسید شویی

در مرحله شستشو، ابتدا آبشویی انجام شد که نشان داد که در حدود ۱۰ درصد از کل نمونه در آب قابل حل است. در این فرآیند همچنین مشخص شد که ۱۰ درصد از کل نیکل، ۱۶ درصد از روی موجود در نمونه و ۱۸ درصد از کادمیم آن پس از آبشویی، وارد فاز آبگین می‌شود.

بررسی عوامل مؤثر بر فرآیند شستشو مانند دما، زمان، غلظت حلال و نسبت جامد، به مایع نشان داد که مهم‌ترین پارامترها در بازیابی نیکل و کادمیم دما و اسیدیته هستند. در ضمن شرایط بهینه بازیابی بیشینه نیکل و کادمیم به شرح زیر به دست آمد:

- دما : ۶۰ درجه سانتیگراد
- اسیدیته : ۲۰ درصد
- زمان : ۲-۱/۵ ساعت
- نسبت جامد به مایع : ۶۰ گرم بر لیتر

نتایج ارائه شده در نمودارها نشان می‌دهد که در مورد کادمیم نیز دمای ۶۰ درجه سانتی‌گراد، بهینه است.

۴-۲- تأثیر اسیدیته بر میزان بازیابی نیکل و کادمیم

در این بخش برای اسیدیته، ۴ مقدار ۱۰، ۱۵، ۲۰ و ۲۶ درصد در نظر گرفته شد.

در شکل‌های ۱۱ تا ۱۴ تغییرات بازیابی نیکل بر حسب اسیدیته در زمان‌های مختلف نشان داده شده است. با توجه به نمودارهای مربوط، اسیدیته معادل ۲۰ درصد به عنوان غلظت بهینه اسید برای بازیابی نیکل در نظر گرفته شد.

در مورد کادمیم نیز تغییرات بازیابی بر حسب تغییر اسیدیته در شکل‌های ۱۵ تا ۱۸ نشان داده شده است. تغییر اسیدیته از ۱۰ تا ۲۰ درصد با افزایش بازیابی همراه است. البته این افزایش در محدوده ۱۵ الی ۲۰ درصد چندان محسوس نیست ولی از آنجا که انحلال توام نیکل و کادمیم مدنظر است، لذا اسیدیته معادل ۲۰ درصد به عنوان غلظت بهینه حلال منظور می‌شود.

۴-۳- تأثیر زمان بر بازیابی نیکل و کادمیم

در آزمایش‌های اسیدشویی برای زمان ۴ سطح ۰/۵، ۱، ۱/۵ و ۲ ساعت در نظر گرفته شد.

نمودارهای شکل‌های ۱۹ تا ۲۲، نشانگر تغییرات بازیابی نیکل بر حسب زمان در دماهای مختلف است. از آنجا که دمای بهینه بازیابی نیکل، ۶۰ درجه سانتی‌گراد است، در این دما افزایش زمان تا ۱/۵ ساعت منجر به افزایش بازیابی شده و پس از آن میزان بازیابی تقریباً ثابت می‌ماند، لذا زمان بهینه برای بازیابی نیکل به مدت ۱/۵ ساعت تعیین شد.

تغییرات بازیابی کادمیم نیز بر حسب زمان در دماهای متفاوت در شکل‌های ۲۳ تا ۲۶ نشان داده شده است. نتایج نشان می‌دهد که برای انحلال کادمیم، زمان ۲ ساعت، زمان بهینه است. ولی از آنجا که در این تحقیق انحلال همزمان نیکل و کادمیم مدنظر است، لذا زمان ۱/۵ الی ۲ ساعت به عنوان زمان بهینه اسیدشویی در نظر گرفته شد.

۴-۴- تأثیر نسبت جامد به مایع بر میزان بازیابی نیکل و کادمیم

برای بررسی اثر وزن مخصوص پالپ بر میزان بازیابی، ۴ آزمایش در شرایط بهینه به دست آمده برای زمان، دما و اسیدیته با نسبت‌های جامد به مایع ۶۰، ۸۰، ۱۰۰ و ۱۲۰ گرم بر لیتر انجام شد که نتایج به دست آمده شکل ۲۷ ارائه شده است.

تشکر و قدردانی

بدین وسیله مراتب سپاس و امتنان خود را از دانشگاه تربیت مدرس به خاطر فراهم آوردن تسهیلات لازم برای انجام تحقیق فوق ابراز می‌داریم. همچنین از شرکت ذوب روی اصفهان برای انجام هماهنگیهای لازم جهت تهیه نمونه تقدیر و تشکر می‌شود.

در این شرایط، بازیابی نیکل ۹۳/۶۵ و بازیابی کادمیم ۹۲/۶ درصد به دست آمد. در این شرایط غلظت نیکل و کادمیم در محلول، به ترتیب حدود ۱ و ۹ گرم بر لیتر است.

جدول ۱- مقدار عناصر اصلی موجود در فیلتر کیک

جدول ۲- مقدار عناصر دیگر موجود در فیلتر کیک

عبار (درصد)	عنصر - اکسید
۷/۷۲۰	Na ₂ O
۲/۴۰۲	MgO
۰/۰۸۹	Al ₂ O ₃
۰/۲۰۵	SiO ₂
۰/۳۰۸	CaO
۰/۱۸۸	Cl
۰/۹۳۰	Pb
۲۹/۶۰۸	L.O.I.

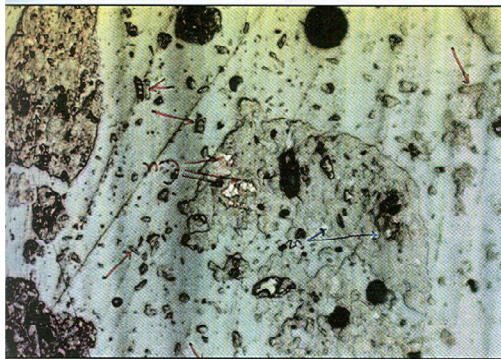
عبار (درصد)	عنصر
۳۰/۰۰	Cd
۳/۲۰	Ni
۲۲/۷۰	Zn
۱/۹۵	Cu
۰/۷۰	Mn

جدول ۳- نتایج آزمایشهای مورد نیاز برای طرح ۲^k

شماره آزمایش	۱	۲	۳	۴	۵	۶	۷	۸
دما (°C)	۴۰	۴۰	۴۰	۴۰	۹۰	۹۰	۹۰	۹۰
زمان (ساعت)	۰/۵	۰/۵	۲	۲	۰/۵	۰/۵	۲	۲
اسیدیته (%)	۱۰	۲۶	۱۰	۲۶	۱۰	۲۶	۱۰	۲۶
بازیابی نیکل (%)	۷۶/۶	۸۲/۱	۸۰/۵	۸۴/۹	۸۳	۸۹	۸۳/۷	۸۹/۷۵
بازیابی کادمیم (%)	۸۰	۸۴	۸۵/۵	۸۸/۹۵	۸۲/۵	۸۸/۵	۸۷/۰۵	۹۳/۱

جدول ۴- میزان تأثیر عوامل اصلی و اثرات متقابل آنها بر بازیابی نیکل و کادمیم

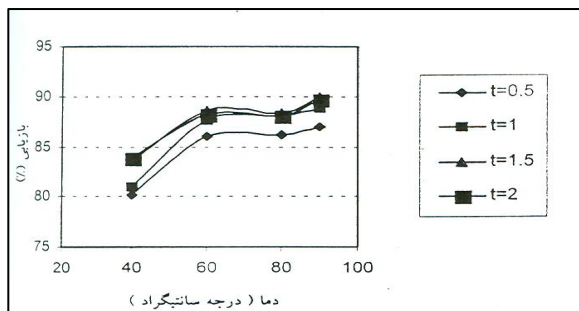
عوامل	درصد تأثیر برای نیکل	درصد تأثیر برای کادمیم
دما	۵/۳۴	۳/۱۷
زمان	۲/۰۴	۴/۹
اسیدیته	۵/۴۹	۴/۸۸
اثر متقابل دما و زمان	-۱/۳۱	-۰/۳۲
اثر متقابل دما و اسیدیته	۰/۵۴	۱/۱۵
اثر متقابل دما، زمان و اسیدیته	۰/۲۹	۰/۱۵
اثر متقابل زمان و اسیدیته	-۰/۲۶	-۰/۱۲۵



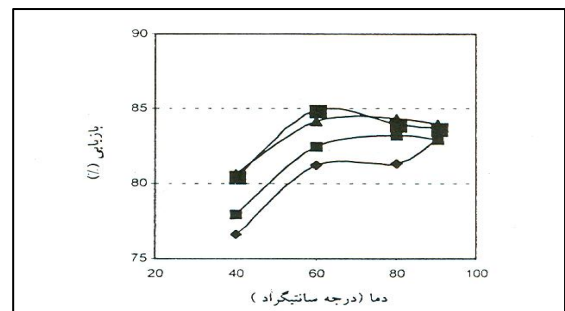
شکل ۲- قطعات مس طبیعی و روی فلزی در نمونه (۲۰۰×)



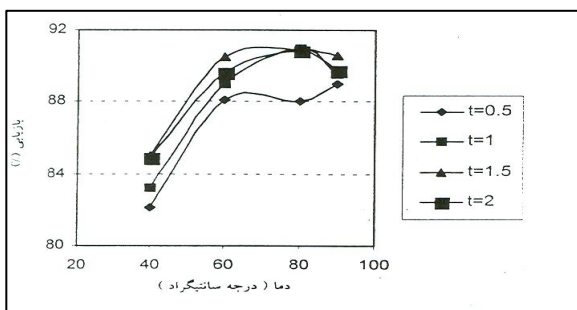
شکل ۱- قطعات سولفات نیکل موجود در نمونه (۲۰۰×)



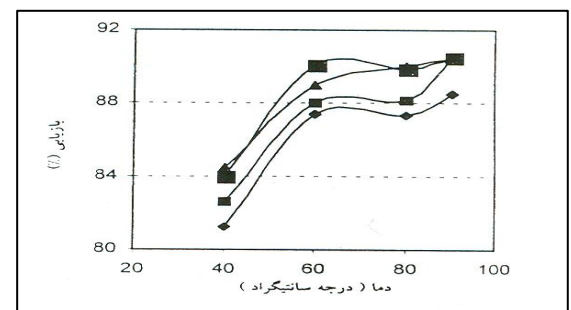
شکل ۴- تغییرات بازیابی نیکل بر حسب دما C=15%



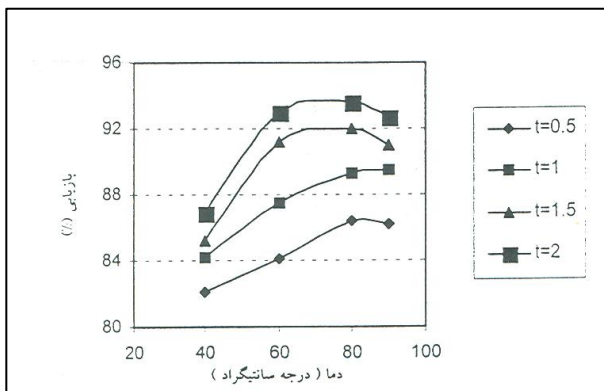
شکل ۳- تغییرات بازیابی نیکل بر حسب دما C=10%



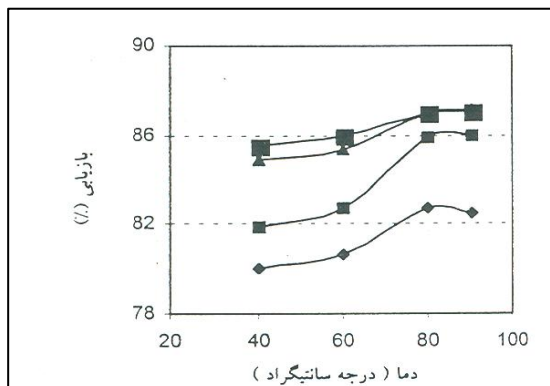
شکل ۶- تغییرات بازیابی نیکل بر حسب دما C=26%



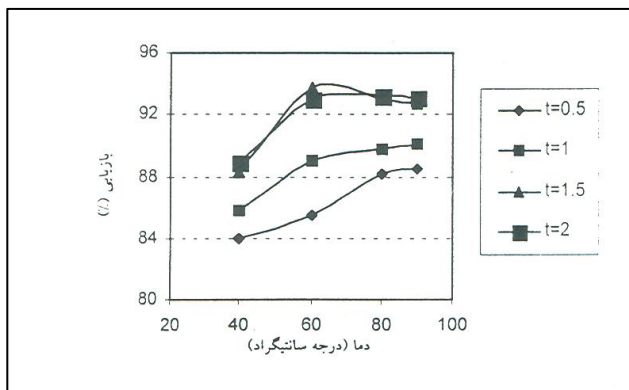
شکل ۵- تغییرات بازیابی نیکل بر حسب دما C=20%



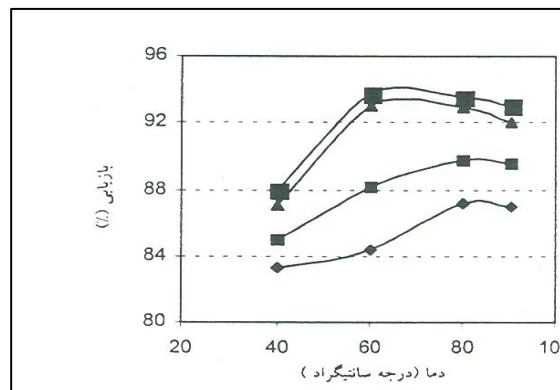
شکل ۸- تغییرات بازیابی کادمیم بر حسب دما C=15%



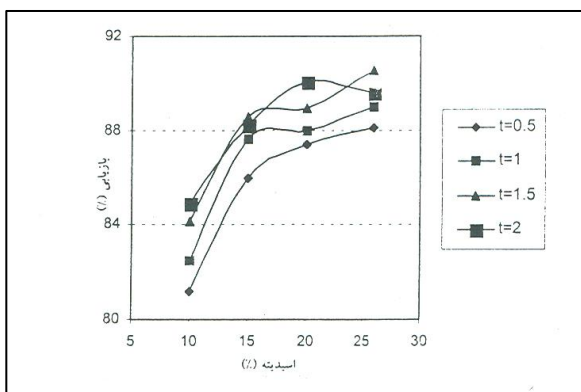
شکل ۷- تغییرات بازیابی کادمیم بر حسب دما C=10%



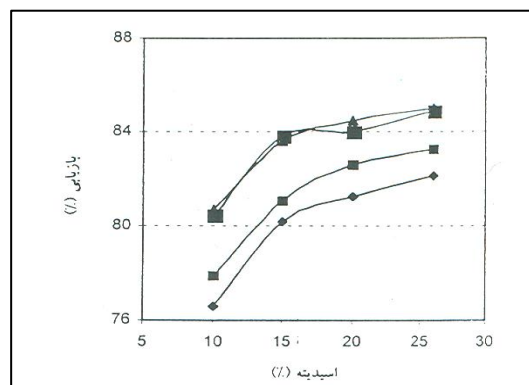
شکل ۱۰- تغییرات بازیابی کادمیم بر حسب دما C=26%



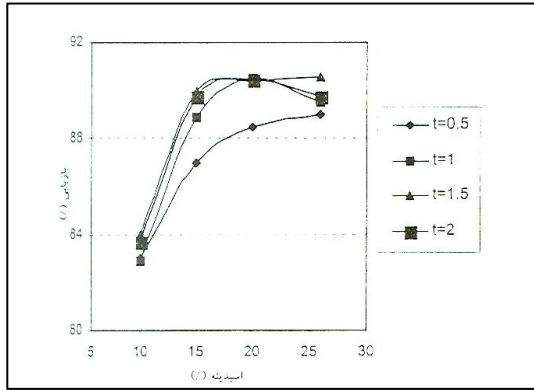
شکل ۹- تغییرات بازیابی کادمیم بر حسب دما C=20%



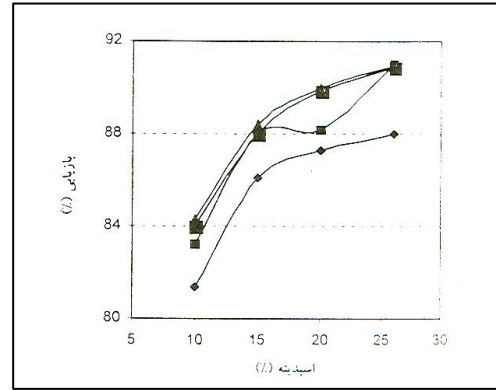
شکل ۱۲- تغییرات بازیابی نیکل بر حسب اسیدینه T=60°C



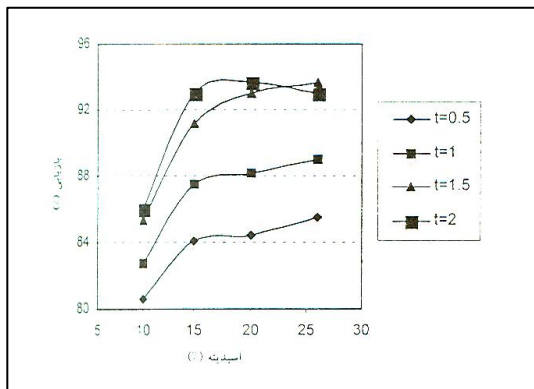
شکل ۱۱- تغییرات بازیابی نیکل بر حسب اسیدینه T=40°C



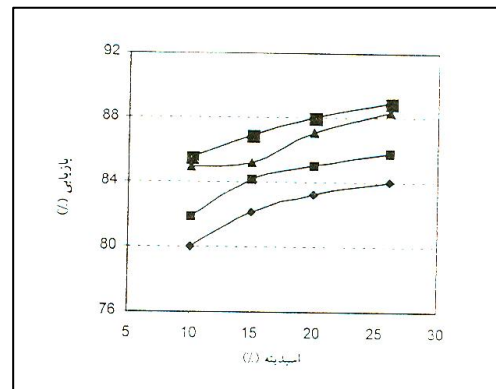
شکل ۱۴- تغییرات بازیابی نیکل بر حسب اسیدینه $T=90^{\circ}\text{C}$



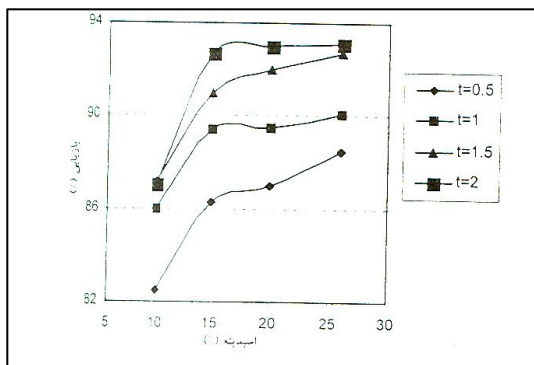
شکل ۱۳- تغییرات بازیابی نیکل بر حسب اسیدینه $T=80^{\circ}\text{C}$



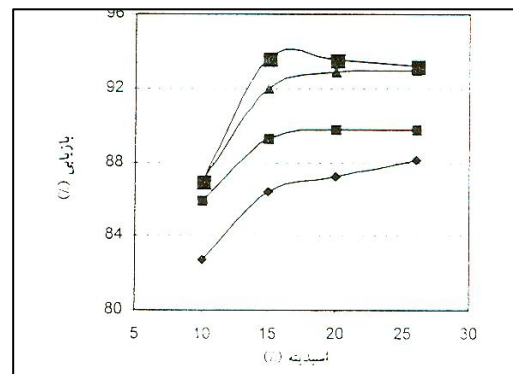
شکل ۱۶- تغییرات بازیابی کادمیم بر حسب اسیدینه $T=60^{\circ}\text{C}$



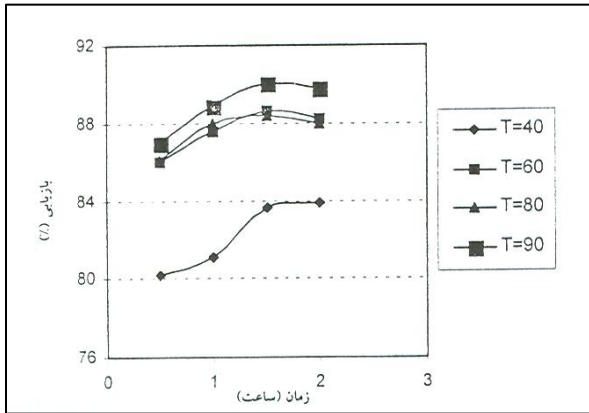
شکل ۱۵- تغییرات بازیابی کادمیم بر حسب اسیدینه $T=40^{\circ}\text{C}$



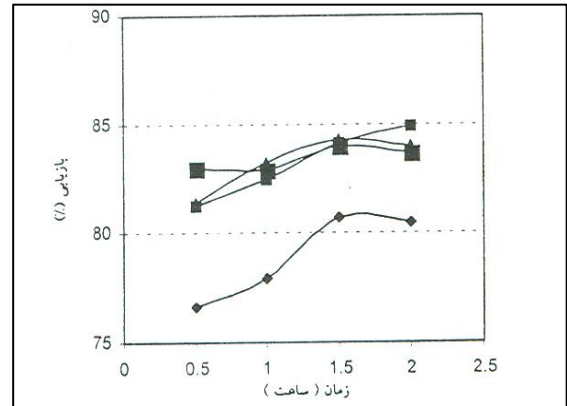
شکل ۱۸- تغییرات بازیابی کادمیم بر حسب تغییر اسیدینه $T=90^{\circ}\text{C}$



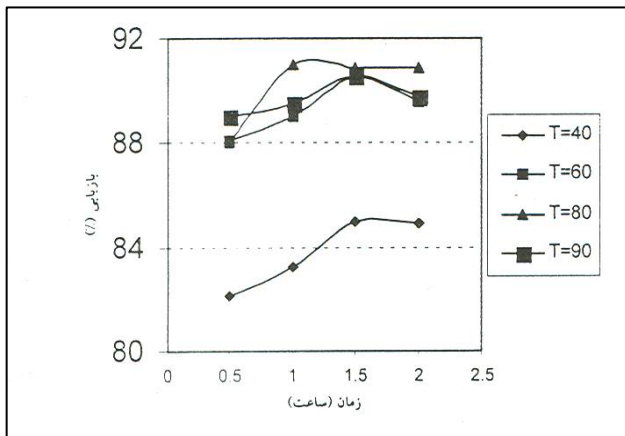
شکل ۱۷- تغییرات بازیابی کادمیم بر حسب اسیدینه $T=80^{\circ}\text{C}$



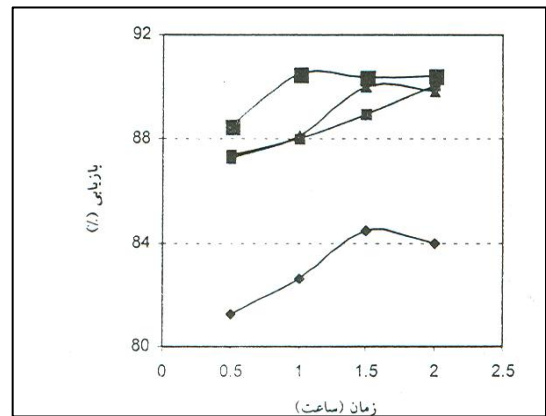
شکل ۲۰- تغییرات بازیابی نیکل بر حسب زمان C=15%



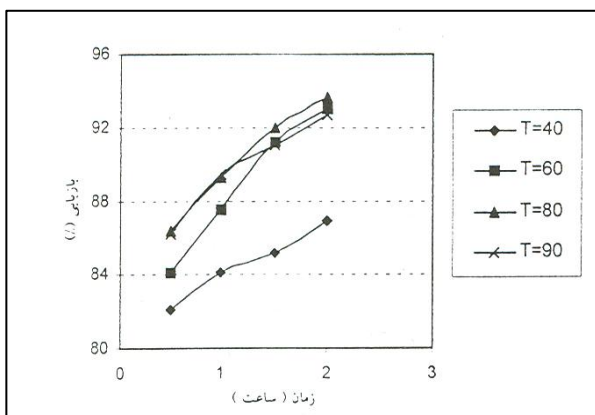
شکل ۱۹- تغییرات بازیابی نیکل بر حسب زمان C=10%



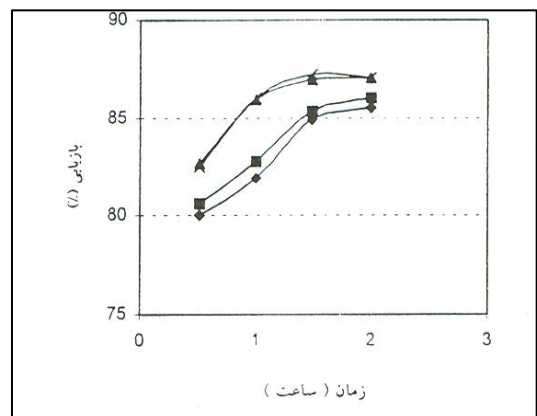
شکل ۲۲- تغییرات بازیابی نیکل بر حسب زمان C=26%



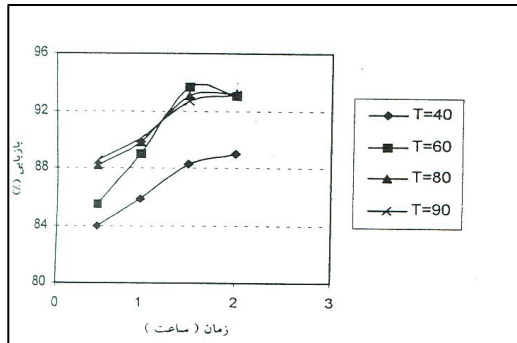
شکل ۲۱- تغییرات بازیابی نیکل بر حسب زمان C=20%



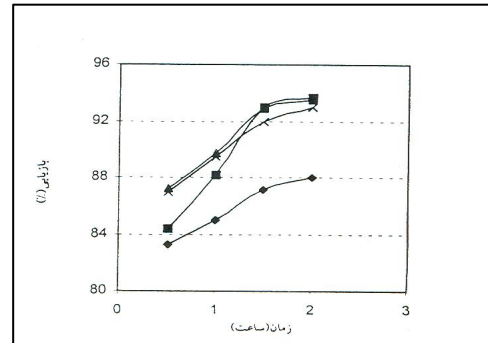
شکل ۲۴- تغییرات بازیابی کادمیم بر حسب زمان C=15%



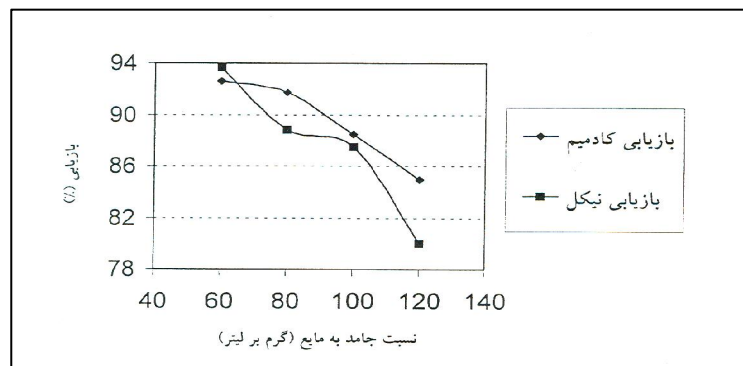
شکل ۲۳- تغییرات بازیابی کادمیم بر حسب زمان C=10%



شکل ۲۶- تغییرات بازیابی کادمیم بر حسب زمان C=26%



شکل ۲۵- تغییرات بازیابی کادمیم بر حسب زمان C=20%



شکل ۲۷- تغییرات بازیابی نیکل و کادمیم بر حسب نسبت جامد به مایع (T=60°C, t=2h, C=20%)

کتابنگاری

- تقی لو، م.، ۱۳۷۵- بازیابی نیکل و کبالت از دورریزهای صنایع متالورژی استخراجی (فیلترکیک استخراج روی به روش تر). پایان نامه کارشناسی - دانشکده مواد، دانشگاه علم و صنعت ایران
- دینید خسروی. م. م.، ۱۳۷۹ - روشهای فراوری نیکل و کبالت به روش هیدرومتالورژی سمینار کارشناسی ارشد - گروه فراوری مواد معدنی، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه تربیت مدرس
- طباطبایی کوپایی، س.ذ. ۱۳۷۸ - تولید کادمیم از مواد فرعی به روش الکترولیز " پایان نامه کارشناسی ارشد - دانشکده مواد، دانشگاه صنعتی شریف کلفو، ع.، ۱۳۷۷ - استخراج کادمیم از مواد فرعی به روش هیدرومتالورژی " پایان نامه کارشناسی ارشد - دانشکده مواد، دانشگاه صنعتی شریف
- مونتگمری، د. د. س. - ترجمه: نورالنساء. ر.، ۱۳۷۶ - " کنترل کیفیت آماری " انتشارات دانشگاه علم و صنعت ایران

References

- Alf, A.L., 1985- " Cadmium practice at Greatfalls " . Journal of Metals . September 1958pp.607-611
- Gupta, C.K & Mukherjee, T.K., 1990- " Hydrometallurgy in extraction processes " Vol.1 CRC Press . England 1990
- Shepard, R.E & Martel, A.O., 1973- "Cadmium extraction from zinc sinter plant fume "Hydrometallurgy 1973 , chapter 31 . pp.859-867 Elsevier science publishers.
- Sridhar, R ; Jones, W.E & Warner, J.S., 1976- " Extraction of Copper, Nickel & Cobalt, from sea nodules " . JOM , April 1976 pp.32-37
- Ulmann's Encyclopedia of materials science and engineering.(Fifth edition 1991) Vol. A17 , 1, pp.157-218 & Vol . A4 , pp.499-513 VCH , Germany
- Youzbashi, A.A & Dixit, S.G., 1991- " Leaching of Nickel from supported Nickel waste catalyst using aqueous sulfur dioxide solution " . Metallurgical Transaction B . Vol.22B, December 1991. pp. 775-781.

* دانشگاه تربیت مدرس

*Tarbiat Modarres University