



## شناسایی فازهای موجود در کیک فیلتر نیکل و کادمیم به دست آمده از فرایند تولید الکترولیتی روی و تعیین عوامل مؤثر در فرایند اسیدشویی آن

نویسنده: 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 50 الی 70 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، 30 درصد کادمیم و 3/2 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 10 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 اسید شویی 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 : 60 درجه سانتیگراد

زمان : 1/5-2 ساعت

غلظت اسید : 20 درصد

وزن مخصوص پالپ : 60 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 Braunite ( $3Mn_2O_3 \cdot MnSiO_3$ ) 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

#### 1- مقدمه

فلز با تشویه شستشوی آمونیاکی و سرانجام استریپینگ بخار یا استخراج با حلال نیز پیشنهاد شده است (دییند خسروی، 1379).

از دیگر منابع اولیه نیکل، گرهگ‌های دریایی هستند که برای بازیابی نیکل از آنها، ابتدا فرآوری 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  $\text{SO}_2$  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، 1375). 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 کانیهای روی با کادمیم 0/05 الی 0/8 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، 1378 و کفلو، 1377).

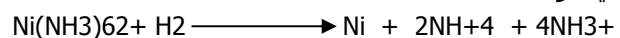
برای تولید کادمیم در کارخانه‌ها، قرع روی مواد اولیه کنسانتره (سولفیدروی) به درون یک کوره تشویه فرستاده می‌شود تا گوگردزایی شود. مواد حاصل به همراه گردوغبار کاترل (Cottrel) (اکسید کادمیم و اکسید سرب) با محلول کلریدروی، سوخت و باقیمانده تقطیر حاصل از قرع کادمیم مخلوط شده به بخش کلوخه‌سازی (Sintering) هدایت می‌شود. غبارهای جمع‌آوری شده در مرحله کلوخه‌سازی، در

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 کانسنگهای اکسیدی و لاتریتی (Lateritic Ores)، کانی‌های سولفیدی و گرهگ‌های دریایی Sea Nodules اشاره کرد. در حدود 60-70 درصد نیکل موجود در جهان از کانسنگهای 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 تجمع کانسنگهای سولفیدی با آمونیاک استوار است (دییند خسروی، 1379).

در مرحله بازیابی این فرایند نیکل در یک اتوکلاو در دمای 200 درجه سانتی‌گراد و حضور گاز هیدروژن با فشار 25 اتمسفر در واکنش زیر نهشته می‌شود:



از دیگر فرایندهای تهیه نیکل از منابع اولیه، می‌توان به روش اسید شویی تحت فشار که برای فرآوری لاتریت مؤثر در کوبا به کار رفته اشاره کرد که این لاتریت لیمونیت‌دار، مستقیماً در اسید سولفوریک و در دما و فشار بالا اسید شویی شده و در پایان نیکل با روش استخراج حلالی با الکترولیز بازیابی می‌شود. برای فرآوری لاتریتها، روش احیای انتخابی





اصلي در جدول 1 به دست آمده است. ديگر عناصر تشكيل‌دهنده كيك فيلتر كه به روش XRF شناسايي شده‌اند ، عبارتند از آهن ، سرب ، كلسيم ، كلر ، آلومينيم ، سيليسيم و منيزيم كه مقادير آنها به همراه افت حرارت در جدول 2 آورده شده است. مجموع مقادير جدولهاي 1 و 2، معادل 100 درصد است.

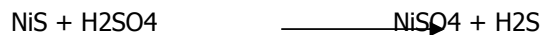
همچنين نتايج حاصل از تجزيه سرنديتر، نمونه نشانگر آن است كه 61 درصد از ذرات موجود در كيك فيلتر ابعادي كوچكتر از 38 ميكرون دارند.

در مطالعات ميكروسكوپي، فاز سولفات نيكل يا مورنوزيت تشخيص داده شد (شكل 1). در اين مطالعات، وجود روي و مس فلزي در نمونه كيك فيلتر قابل تشخيص است (شكل 2). فازهاي اصلي تشخيص داده شده توسط تجزيه XRD مربوط به كانبهاي منگنز و عمدتاً برونيت (3Mn2O3.SiO2) است. ضمن آنكه احتمال وجود فازهايي مانند Cd5Ni، Cd2SO4(OH)2، و (Zn,Cu)SO4(OH) به صورت مصنوعي (Syntetic) وجود دارد (طباطبائي كوپايي، 1378).

به طور كلي، با توجه به مطالب گفته شده در بخش شناسايي نمونه، در مورد فازهاي نيكل و كادميم مي توان به موارد زير اشاره كرد:

### الف) نيكل

با توجه به اينكه مقداري از نيكل موجود در نمونه در آب انحلال پذير بوده (در فرايند آبشويي با آب توضيح داده خواهد شد) و مطالعات ميكروسكوپي انجام شده نيز نشان از وجود سولفات نيكل (NiSO4.7H2O) در نمونه دارد، مي توان گفت كه اين فاز، يكي از فازهاي نيكل موجود در نمونه است. از طرفي، چون سولفيد نيكل دو ظرفيتي (NiS) در نبود عامل اكسنده، بر اساس واكنش زير در اسيدسولفوريك رقيق حل مي شود (Gupta, 1990):



و نظر به اينكه قسمت اعظم نيكل با اسيد سولفوريك رقيق حل شده است، لذا، احتمالاً NiS فاز غالب نيكل در نمونه كيك فيلتر است.

### ب) كادميم

با توجه به نتايج حاصل از آزمايشهاي XRD، مطالعات ميكروسكوپي و آبشويي، وجود كادميم در فاز سولفاتي در نمونه قطعي به نظر مي رسد. از طرفي، چون درصد بالايي از كادميم موجود در نمونه در نبود عامل اكسنده در اسيدسولفوريك رقيق حل شده است، لذا امکان وجود كادميم در فاز سولفيدي منتفي بوده و احتمال قوي، كادميم

اسيدسولفوريك رقيق (10%) حل شده و كادميم موجود در محلول با افزودن پودر روي و همزدن تدريجي به صورت اسفنج (Sponge) رسوب مي كند (طباطبائي كوپايي، 1378).

براي استخراج كادميم از دوده هاي (Fume) كارخانه كلوخه سازي روي نيز، ابتدا دوده ها به صورت انتخابي به سولفات كادميم تشويه مي شوند. دوده هاي تشويه شده با آب شسته مي شوند و به اين ترتيب در حدود 80 درصد كادميم بازبائي مي شود. جامد باقيمانده از عمل آبشويي، با اسيدسولفوريك خيلي رقيق شسته شده و بقيه كادميم وارد فاز محلول مي شود (1973). از ديگر موارد توليد كادميم به صورت محصول جانبي، مي توان به توليد آن از كيك فيلتر كادميم حاصل از مرحله تصفيه در عمليات توليد الكتروليتي روي اشاره كرد. در اين فرايند، پس از اكسيد كردن كيك كادميم آن را در دماي 70 درجه سانتی گراد با اسيدسولفوريك 10 درصد حل کرده و كادميم موجود در محلول با استفاده از مقدار معيني گرد روي، به صورت كادميم اسفنجي رسوب داده مي شود (Alf, 1985).

در ايران نيز كادميم از كيك فيلتر حاصل از تصفيه محلول سولفات روي استخراج شده است كه براي اين منظور، ابتدا كيك مذكور به مدت يك هفته در محيط خشك و اكسيده مي شود. سپس كيك حاصل، در دماي 60 درجه سانتی گراد و زمان 1/5 ساعت با اسيدسولفوريك 15 درصد تحت يك انحلال جمعي قرار مي گيرد و پس از تصفيه (Purification) محلول از ناخالصيتها، كادميم موجود را توسط گرد روي به صورت كادميم اسفنجي رسوب مي دهند (طباطبائي كوپايي، 1378).

## 2- تهيه نمونه و شناسايي

نمونه تهيه شده از كارخانه بايد خشك و سپس پودر شود تا بتوان از آن نمونه معرف تهيه كرد. لذا نمونه در دماي 90 درجه سانتی گراد براي مدت يك شبانه روز حرارت داده مي شود تا كاملاً خشك گردد. به علت وجود كلوخه، نمونه طي يك مرحله پودر كردن، به صورت دان ريز و نرمه در آمد. براي تهيه نمونه معرف، 15 كيلوگرم از كل نمونه پودر شده توسط تقسيم كننده آزمايشگاهي كاهش وزن داده شد و نمونه هاي 400 گرمي از آن تهيه گرديد تا در انجام آزمايشها از آنها استفاده شود.

براي شناسايي كامل كيك فيلتر حاصل از تصفيه محلول سولفات روي، در فرايند توليد الكتروليتي روي روشهاي متعددي مانند جذب اتمي، XRD، و XRF و مطالعات ميكروسكوپي به كار گرفته شد. براي تعيين ميزان عناصر موجود در كيك فيلتر، يك نمونه معرف از كيك فيلتر به روش جذب اتمي تجزيه شيميايي شده كه نتايج زير براي عناصر





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 2k ) استفاده شد. طرح عاملی 2k طرحی است مشتمل بر k عامل که هر يك 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 يك در دو سطح تغییر می‌کنند و نتایج آن در جدول 3 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 4 آمده است (رسول نورالنساء 1376).

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.

### 3-3-2- 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 93/65 و 92/6 به ترتیب به‌عنوان بازیابی نیکل و کادمیم به‌دست آمد.

### 4- 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:

#### 4-1- تاثیر دما بر بازیابی نیکل و کادمیم

در آزمایشهای این مرحله، برای دما 4 مقدار 40، 60، 80 و 90 درجه سانتیگراد منظور شد.

شکلهاي 3 تا 6 تغییرات بازیابی نیکل را در صورت تغییر دما در زمانهای مختلف نشان می‌دهد. (واحد زمان برحسب ساعت است). همان‌طور که دیده می‌شود در همه منحنیها، با افزایش دما، بازیابی بیشتر می‌شود. این افزایش بازیابی از دمایی 40 تا 60 درجه سانتیگراد قابل توجه بوده و می‌توان دمایی 60 درجه سانتیگراد را به عنوان دمایی بهینه بازیابی نیکل منظور کرد.

موجود در نمونه، در فاز اکسیدی است (طباطبایی کوبایی، 1378).

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

### 3- فرایند آبشویی و اسید شویی

#### 3-1- مواد و تجهیزات لازم

برای انجام آزمایشهای اسید شویی، از اسیدسولفوریک ساخت شرکت مرک (Merck) با درجه خلوص 95-98 درصد و یک‌دستگاه صفحه داغ (Hot Plate) مجهز به همزن مغناطیسی (Magnet Stirrer) و یک رآکتور شیشه‌ای مقاوم در برابر دما استفاده شد.

#### 3-2- آبشویی

برای تعیین درصد عناصر و ترکیب‌های محلول در آب، 100 گرم نمونه معرف با 500 میلی‌لیتر آب مقطر به مدت 60 دقیقه در دمای معمولی شستشو شد. نتایج حاصل از شستشوی نمونه با آب نشان داد که 10/5 درصد از نمونه در آب انحلال پذیر است. میزان انحلال نیکل، روی و کادمیم در فاز محلول پس از آبشویی، به ترتیب 10، 16 و 18 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.

#### 3-3- اسید شویی

پارامترهای مؤثر در فرایند 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 تاثیر 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 23) محاسبه و در مرحله بعد با انجام آزمایشهای کامل‌تر، شرایط بهینه فرایند 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 80 گرم بر لیتر و 800 دور در دقیقه در نظر گرفته شد.

#### 3-3-1- طراحی آزمایشها





بر اساس آنچه در نمودار دیده می‌شود، بازیابی دو فلز نیکل و کادمیم با افزایش نسبت جامد به مایع کاهش می‌یابد از آنجاکه شستشوی تجمعی دو فلز نیکل و کادمیم مدنظر است، میزان نسبت جامد به مایع بهینه، 60 گرم برلیتر منظور می‌شود.

شکل‌های 7 الی 10 نیز تغییرات بازیابی کادمیم نسبت به دما را در زمان‌های مختلف نشان می‌دهند. نتایج ارائه شده در نمودارها نشان می‌دهد که در مورد کادمیم نیز دمای 60 درجه سانتی‌گراد، بهینه است.

#### 2-4- تاثیر اسیدیته بر میزان بازیابی نیکل و کادمیم

در این بخش برای اسیدیته، 4 مقدار 10، 15، 20 و 26 درصد در نظر گرفته شد.

در شکل‌های 11 تا 14 تغییرات بازیابی نیکل برحسب اسیدیته در زمان‌های مختلف نشان داده شده است. با توجه به نمودارهای مربوط، اسیدیته معادل 20 درصد به عنوان غلظت بهینه اسید برای بازیابی نیکل در نظر گرفته شد.

در مورد کادمیم نیز تغییرات بازیابی برحسب تغییر اسیدیته در شکل‌های 15 تا 18 نشان داده شده است. تغییر اسیدیته از 10 تا 20 درصد با افزایش بازیابی همراه است. البته این افزایش در محدوده 15 الی 20 درصد چندان محسوس نیست ولی از آنجا که انحلال توام نیکل و کادمیم مدنظر است، لذا اسیدیته معادل 20 درصد به عنوان غلظت بهینه حلال منظور می‌شود.

#### 3-4. تاثیر زمان بر بازیابی نیکل و کادمیم

در آزمایش‌های اسیدشویی برای زمان 4 سطح 0/5، 1، 1/5 و 2 ساعت در نظر گرفته شد.

نمودارهای شکل‌های 19 تا 22، نشانگر تغییرات بازیابی نیکل برحسب زمان در دماهای مختلف است. از آنجا که دمای بهینه بازیابی نیکل، 60 درجه سانتی‌گراد است، در این دما افزایش زمان تا 1/5 ساعت منجر به افزایش بازیابی شده و پس از آن میزان بازیابی تقریباً ثابت می‌ماند، لذا زمان بهینه برای بازیابی نیکل به مدت 1/5 ساعت تعیین شد.

تغییرات بازیابی کادمیم نیز برحسب زمان در دماهای متفاوت در شکل‌های 23 تا 26 نشان داده شده است. نتایج نشان می‌دهد که برای انحلال کادمیم، زمان 2 ساعت، زمان بهینه است. ولی از آنجاکه در این تحقیق انحلال همزمان نیکل و کادمیم مدنظر است، لذا زمان 1/5 الی 2 ساعت به عنوان زمان بهینه اسیدشویی در نظر گرفته شد.

#### 4-4- تاثیر نسبت جامد به مایع بر میزان بازیابی نیکل و کادمیم

برای بررسی اثر وزن مخصوص پالپ بر میزان بازیابی، 4 آزمایش در شرایط بهینه به دست آمده برای زمان، دما و اسیدیته با نسبت‌های جامد به مایع 60، 80، 100 و 120 گرم بر لیتر انجام شد که نتایج به دست آمده شکل 27 ارائه شده است.

#### نتیجه گیری

##### 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:

$Cd=1/95\%$  ،  $Zn=30\%$  ،  $Ni=22/7\%$  ،  $Cu=3/2\%$  ، مطالعات میکروسکوپی تقاطع نازک و صیقلی نشان دهنده وجود نیکل به صورت سولفات نیکل است. همچنین در این مطالعات، یک فاز سولفاتی مشکوک بارینگ پلاریزاسیون خاکستری روشن شناسایی گردید. در مقاطع صیقلی نیز روی و مس فلزی شناسایی شد.

فازهای اصلی تشخیص داده شده توسط XRD، کانیهایی منگنز و بیشتر برونیت ( $3Mn_2O_3$ ،  $MnSiO_3$ ) هستند. ضمن آنکه احتمال وجود فازهایی مانند ( $Cd_5Ni$ )، ( $Cd_2SO_4(OH)_2$ )، ( $(Zn,Cu)SO_4(OH)_2$ ) 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 سرنده‌تر نمونه کیک فیلتر نشان داد که حدود 61 درصد از ذرات موجود در کیک، دارای ابعادی کمتر از 38 میکرون دارد.

##### ب) آبشویی و اسید شویی

در مرحله شستشو، ابتدا آبشویی انجام شد که نشان داد که در حدود 10 درصد از کل نمونه در آب قابل حل است. این فرایند همچنین مشخص شد که 10 درصد از کل نیکل، 16 درصد از روی موجود در نمونه و 18 درصد از کادمیم آن پس از آبشویی، وارد فاز آبگین می‌شود.

بررسی عوامل مؤثر بر فرایند 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 : 60 درجه سانتی‌گراد





### 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.

اسیدیته : 20 درصد

زمان : 1/5-2 ساعت

نسبت جامد به مایع : 60 گرم بر لیتر

در این شرایط، بازیابی نیکل 93/65 و بازیابی کادمیم 92/6 درصد به دست آمد. در این شرایط غلظت نیکل و کادمیم در محلول، به ترتیب حدود 1 و 9 گرم بر لیتر است.

جدول 2- مقدار عناصر دیگر موجود در فیلتر کیک

عبار (درصد)	عنصر - اکسید
7/720	Na <sub>2</sub> O
2/402	MgO
0/089	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
0/205	SiO <sub>2</sub>
0/308	CaO
0/188	Cl
0/930	Pb
29/608	L.O.I.

جدول 1- مقدار عناصر اصلی موجود در فیلتر کیک

عبار (درصد)	عنصر
30/00	Cd
3/20	Ni
22/70	Zn
1/95	Cu
0/70	Mn

جدول 3 - نتایج آزمایش‌های مورد نیاز برای طرح 2k

شماره آزمایش	1	2	3	4	5	6	7	8
دما (°C)	40	40	40	40	90	90	90	90
زمان (ساعت)	0/5	0/5	2	2	0/5	0/5	2	2
اسیدیته (%)	10	26	10	26	10	26	10	26
بازیابی نیکل (%)	76/6	82/1	80/5	84/9	83	89	83/7	89/75
بازیابی کادمیم (%)	80	84	85/5	88/95	82/5	88/5	87/05	93/1

جدول 4: میزان تاثیر عوامل اصلی و اثرات متقابل آنها بر بازیابی نیکل و کادمیم

عوامل	درصد تاثیر برای نیکل	درصد تاثیر برای کادمیم
دما	5/34	3/17
زمان	2/04	4/9
اسیدیته	5/49	4/88
اثر متقابل دما و زمان	-1/31	-0/32
اثر متقابل دما و اسیدیته	0/54	1/15
اثر متقابل دما، زمان و اسیدیته	0/29	0/15
اثر متقابل زمان و اسیدیته	-0/26	-0/125

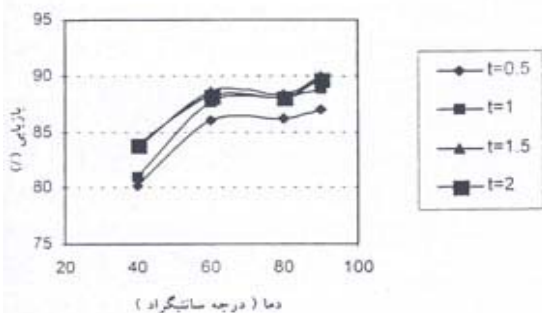




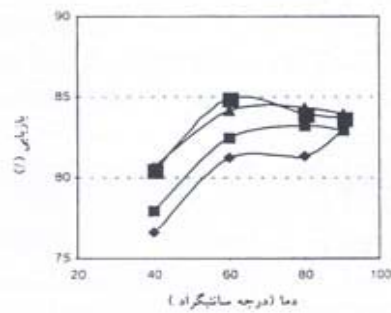
شکل 2- قطعات مس طبیعی و روی فلز در نمونه (x 200)



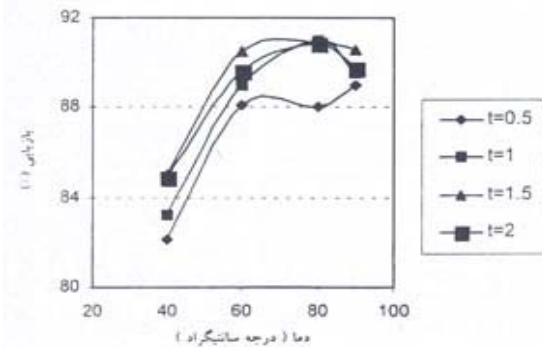
شکل 1- قطعات سولفات نیکل موجود در نمونه (x 200)



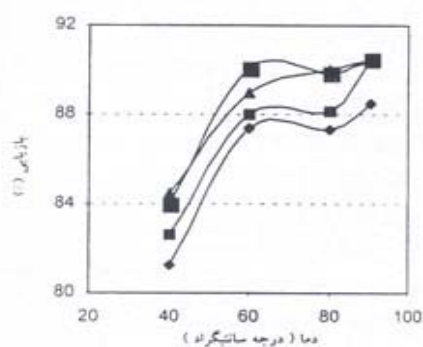
شکل 4- تغییرات بازیابی نیکل بر حسب دما C=15%



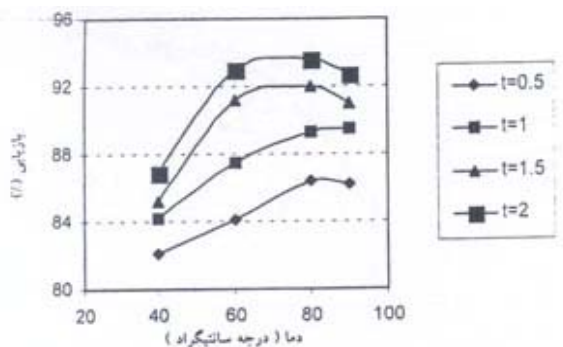
شکل 3- تغییرات بازیابی نیکل بر حسب دما C=10%



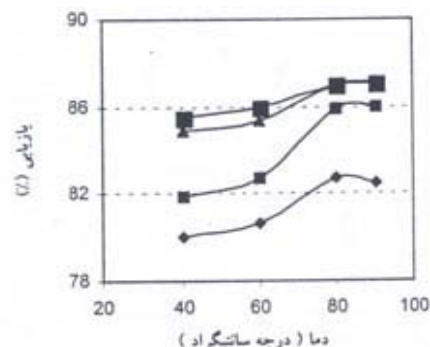
شکل 6- تغییرات بازیابی نیکل بر حسب دما C=26%



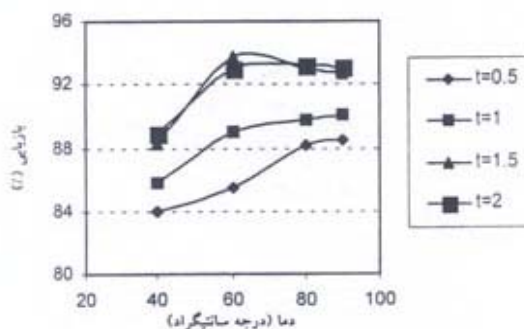
شکل 5- تغییرات بازیابی نیکل بر حسب دما C=20%



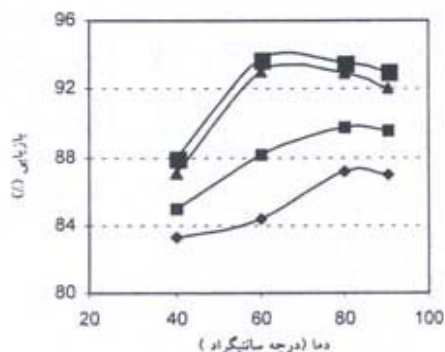
شکل 8- تغییرات بازبایی کادمیم بر حسب دما C=15%



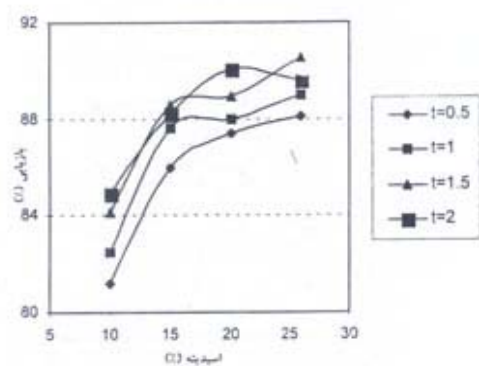
شکل 7- تغییرات بازبایی کادمیم بر حسب دما C=10%



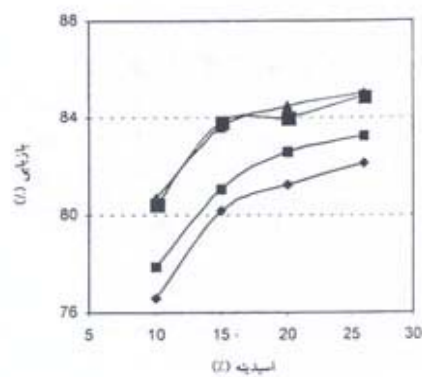
شکل 10- تغییرات بازبایی کادمیم بر حسب دما C=26%



شکل 9- تغییرات بازبایی کادمیم بر حسب دما C=20%

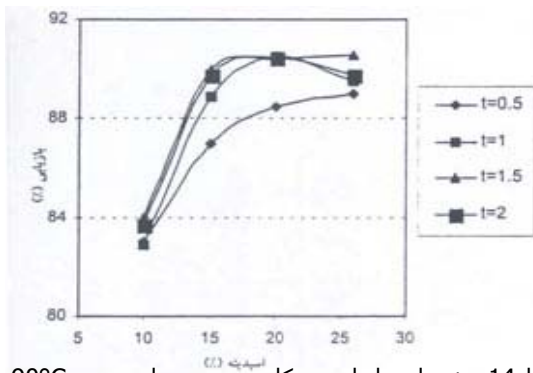


شکل 12- تغییرات بازبایی نیکل بر حسب اسیدینه T=60°C

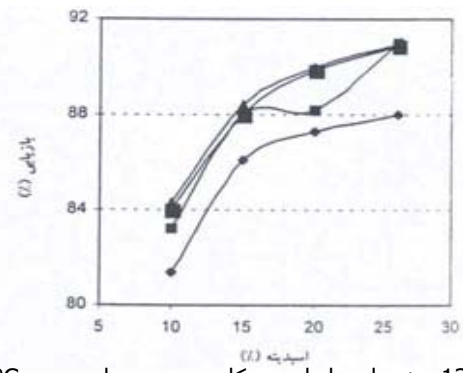


شکل 11- تغییرات بازبایی نیکل بر حسب اسیدینه T=40°C

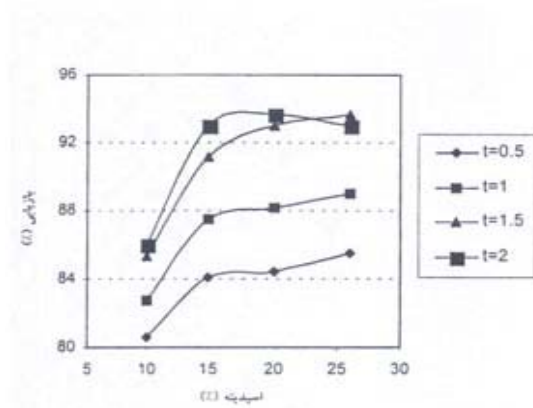




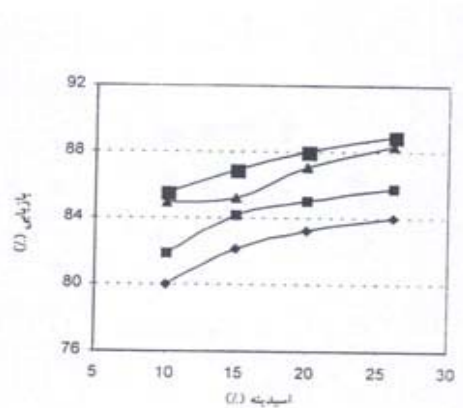
شکل 13- تغییرات بازیابی نیکل بر حسب اسیدینه  $T=90^{\circ}\text{C}$



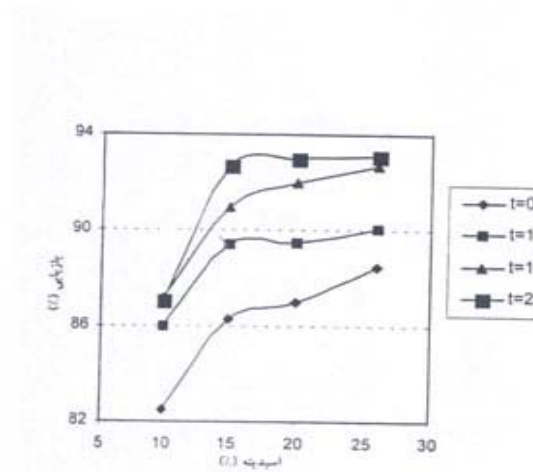
شکل 14- تغییرات بازیابی نیکل بر حسب اسیدینه  $T=80^{\circ}\text{C}$



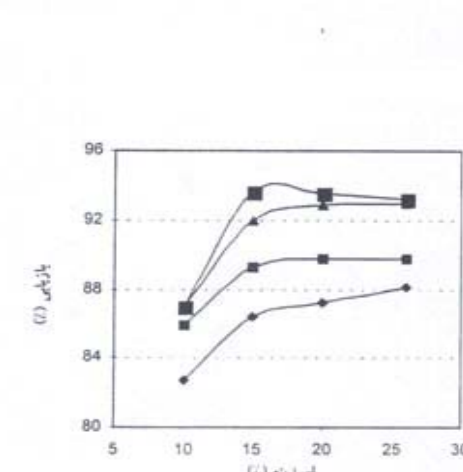
شکل 15- تغییرات بازیابی کادمیم بر حسب اسیدینه  $T=60^{\circ}\text{C}$



شکل 16- تغییرات بازیابی کادمیم بر حسب اسیدینه  $T=40^{\circ}\text{C}$

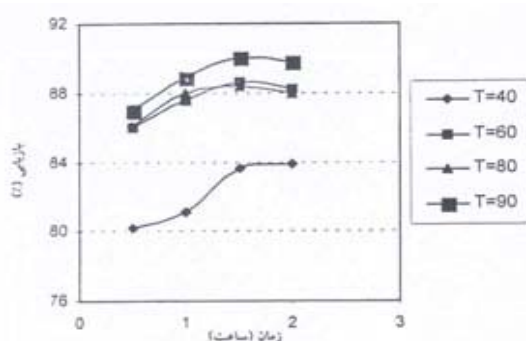


شکل 17- تغییرات بازیابی کادمیم بر حسب تغییر اسیدینه  $T=80^{\circ}\text{C}$

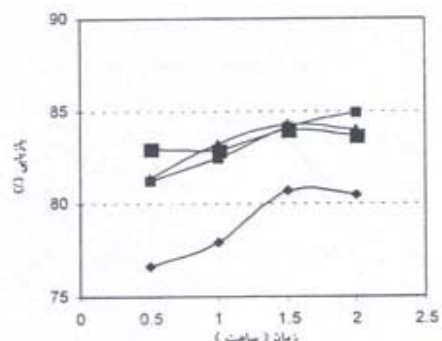


شکل 18- تغییرات بازیابی کادمیم بر حسب اسیدینه  $T=90^{\circ}\text{C}$

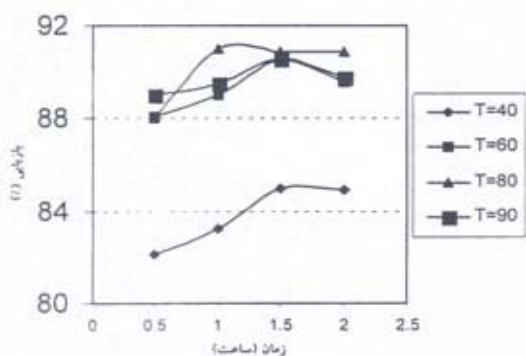




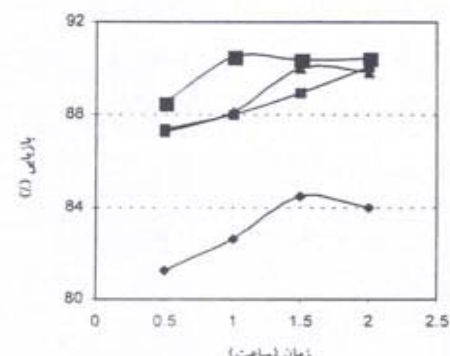
شکل 20- تغییرات بازیابی نیکل بر حسب زمان C=15%



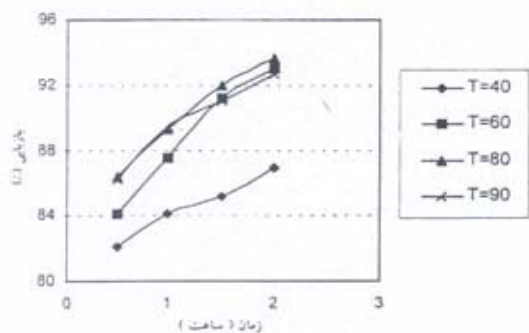
شکل 19- تغییرات بازیابی نیکل بر حسب زمان C=10%



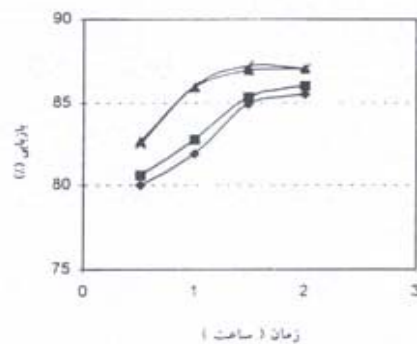
شکل 22- تغییرات بازیابی نیکل بر حسب زمان C=26%



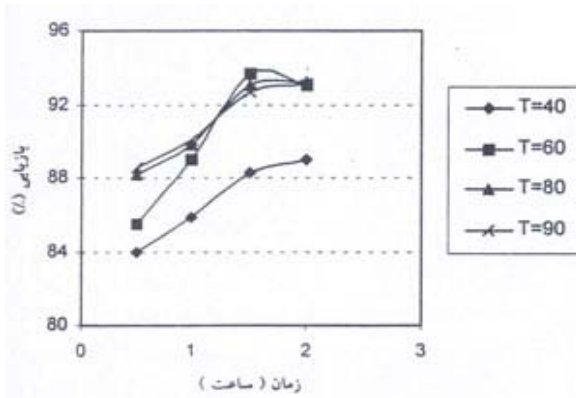
شکل 21- تغییرات بازیابی نیکل بر حسب زمان C=20%



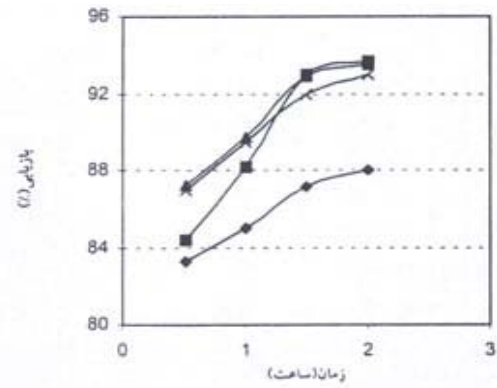
شکل 24- تغییرات بازیابی کادمیم بر حسب زمان C=15%



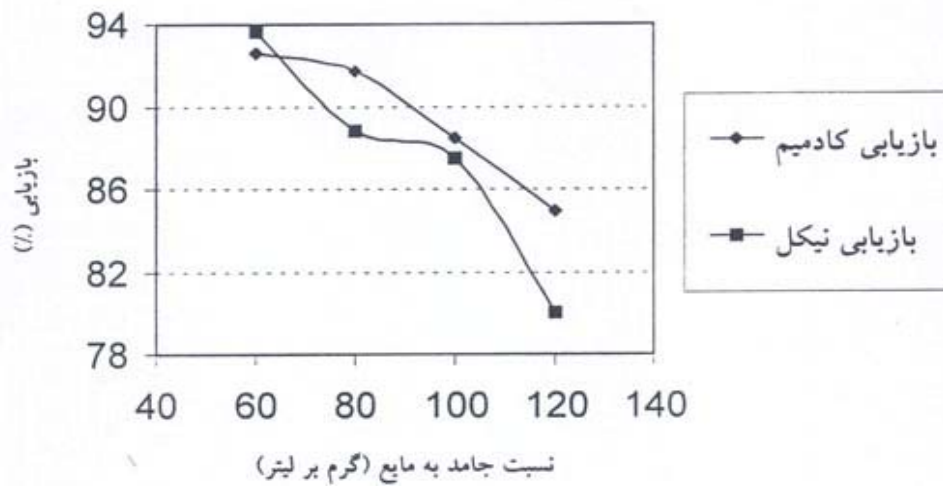
شکل 23- تغییرات بازیابی کادمیم بر حسب زمان C=10%



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



شکل 25- تغییرات بازیابی کادمیم بر حسب زمان C=20%



شکل 27- تغییرات بازیابی نیکل و کادمیم بر حسب نسبت جامد به مایع (T=60°C, t=2h, C=20%)





## کتابنگاری

- تقی‌لو، م.، 1375- بازیابی نیکل و کبالت از دورریزهای صنایع متالورژی استخراجی (فیلترکیک استخراج روی به روش تر) ". پایان‌نامه کارشناسی - دانشکده مواد ، دانشگاه علم و صنعت ایران
- دیند خسروی . م. م.، 1379 - 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.، 1378 - تولید کادمیم از مواد فرعی به روش الکترولیز " پایان‌نامه کارشناسی ارشد - دانشکده مواد ، دانشگاه صنعتی شریف
- کلفو، ع.، 1377 - استخراج کادمیم از مواد فرعی به روش هیدرومتالورژی " پایان‌نامه کارشناسی ارشد - دانشکده مواد، دانشگاه صنعتی شریف
- مونتگمری ، د. ، س.- ترجمه : نورالنساء. ر.، 1376- " کنترل کیفیت آماری " انتشارات دانشگاه علم و صنعت ایران

## Reference

- 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.

