

# بازیابی الکترولیتی نیکل از محلول‌های سولفاتی کم‌عیار با الکترولیت در گردش

امیررضا شیخ کرمی<sup>۱</sup>، علیرضا ذاکری<sup>۲\*</sup>

۱- کارشناسی ارشد، آزمایشگاه تحقیقاتی فرایندهای نوین استخراج و بازیافت فلزات، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران، ایران

۲- دانشیار، آزمایشگاه تحقیقاتی فرایندهای نوین استخراج و بازیافت فلزات، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران، ایران

\*مسئول مکاتبات: zakeria@iust.ac.ir

(تاریخ دریافت: ۱۳۹۶/۱۱/۱۲، تاریخ پذیرش: ۱۳۹۷/۰۱/۳۱)

**چکیده:** هر ساله مقادیر قابل توجهی از محصولات نیکلی مورد استفاده در صنایع مختلف شیمیایی و مصارف گوناگون با سپری شدن عمر مفید کاری از چرخه مصرف خارج می‌شوند که به علت دارا بودن محتوی نیکل بالا، منبع با ارزشی برای بازیابی نیکل به شمار می‌روند. تهیه نیکل فلزی از منابع ثانویه عموماً به روش هیدرو-الکترومتالورژی انجام می‌گیرد. با توجه به اینکه بیشتر محلول‌های حاصل از فرآوری مواد ثانویه نیکل دار از عیار نسبتاً پایینی برخوردارند، فرآیند بازیابی الکترولیتی نیکل از این محلول‌ها با چالش روبه‌رو است، به‌ویژه آنکه غلظت نیکل در صنعت الکترووینینگ عموماً بالاتر از ۸۰ گرم بر لیتر است. در این پژوهش الکترووینینگ نیکل از محلول‌های سولفاتی کم‌عیار به صورت پیوسته، با انتخاب چهار متغیر دما، سرعت جریان ویژه الکترولیت، چگالی جریان و غلظت نیکل به کمک طرح عاملی کامل دو سطحی مورد آزمایش قرار گرفته و تأثیر این عوامل بر روی بازده جریان و مصرف ویژه انرژی بررسی شده است. از تجزیه و تحلیل آماری نتایج معلوم شد که افزایش همه متغیرهای آزمایش موجب بهبود بازده جریان شده است، در حالیکه افزایش سرعت جریان ویژه الکترولیت، چگالی جریان و غلظت نیکل تأثیر کاهشی بر مصرف ویژه انرژی داشته‌اند. در نهایت با استفاده از مدل‌های آماری به دست آمده، شرایط بهینه الکترووینینگ جهت دستیابی به محصول نیکل ورقه‌ای با بازده جریان بالا و حداقل مصرف انرژی، به صورت دمای ۵۵ °C، چگالی جریان ۳ A/dm<sup>2</sup>، سرعت جریان ویژه الکترولیت ۳ h<sup>-1</sup> و غلظت نیکل ۳۰ g/L تعیین شد.

## واژه‌های کلیدی:

بازیابی نیکل، الکترووینینگ پیوسته، سلول دیافراگم‌دار، طرح عاملی کامل.

## ۱- مقدمه

کاتالیست‌های مستعمل صنایع مختلف اعم از صنایع فولاد، غذایی، نفت و پتروشیمی اشاره کرد. تولید نیکل فلزی از منابع ثانویه عموماً به روش هیدروالکترومتالورژی انجام می‌گیرد. در این روش اولین قدم وارد کردن نیکل از قراضه یا پسماند بازیافتی به داخل محلول است و در ادامه آن الکترووینینگ محلول انجام می‌پذیرد. در فرآیند های صنعتی غلظت نیکل در محلول معمولاً بالا تر از ۵۰ گرم بر لیتر است. بر اساس گزارش‌های منتشر شده تا

نیکل فلزی استراتژیک با کاربردهای مهم صنعتی از جمله در تولید فولادهای زنگ‌نزن است. گرچه فراوانی نیکل در پوسته زمین از مس، روی و سرب فزون‌تر است، اما کان‌توده‌های با اهمیت اقتصادی نیکل به نسبت کم هستند [۱]. در کنار منابع اولیه نیکل، امروزه از منابع ثانویه نیز برای تولید نیکل استفاده می‌شود که از آن جمله می‌توان به قراضه‌های صنعتی مانند قراضه سوپرآلیاژهای پایه نیکل مورد استفاده در صنایع نفت و پتروشیمی یا

می‌کند و از سرعت رسیدن یون‌های هیدروژن به سمت کاتولیت می‌کاهد [۶]. غلظت نیکل در محلول الکترولیت نیز عامل مهم و مؤثر دیگری است که می‌تواند نرخ احیای هیدروژن را کاهش دهد، چرا که با افزایش غلظت نیکل در الکترولیت، رقابت بین نیکل و هیدروژن برای احیا شدن به نفع نیکل تغییر می‌کند و موجب افزایش بازده جریان می‌شود. به همین خاطر، در فرآیندهای الکترووینینگ صنعتی از الکترولیت‌های پرعیار با غلظت نیکل بالاتر از ۸۰ گرم بر لیتر استفاده می‌کنند. این در حالی است که از فرآوری هیدرومتالورژی منابع ثانویه نیکل‌دار محلول‌هایی با عیارهای پایین نیکل (معمولاً کمتر از ۳۰ گرم بر لیتر) حاصل می‌شود و این موضوع، بازیابی الکترولیتی نیکل از چنین محلول‌هایی را با چالش مواجه می‌سازد. عوامل مؤثر بر الکترووینینگ نیکل توسط پژوهشگران مختلفی مورد مطالعه قرار گرفته است. در تحقیق رن و همکاران [۷] افزایش غلظت نیکل در الکترولیت از ۲۰ به ۴۰ گرم بر لیتر منجر به افزایش ۲ درصدی بازده جریان شده است. در تحقیق دیگری که توسط مندکاریان و همکاران [۸] انجام شده، تأثیر مثبت غلظت نیکل بر بازده جریان مورد تأکید قرار گرفته و این موضوع به بهبود شرایط سینتیکی احیای نیکل در مقایسه با هیدروژن نسبت داده شده است. در این تحقیق همچنین گزارش شده که افزایش غلظت نیکل از ۱۰ به ۶۰ گرم بر لیتر، منجر به بهبود و تغییر مورفولوژی رسوب از حالت پوسته‌ای به حالت ورقه‌ای می‌شود. عامل دیگری که در این فرآیند نقش دارد، دمای الکترولیت است. در پژوهش کومار و همکاران [۹] گزارش شده است که افزایش دمای الکترولیت از ۳۳ به ۶۴ درجه سانتی‌گراد، منجر به افزایش ۱۸ درصدی بازده جریان شده و در دماهای بالاتر بازده جریان تغییری نکرده است. همچنین در پژوهش رن و همکاران [۷] اشاره شده است که با افزایش دما از ۱۷ تا ۴۲ درجه سانتی‌گراد بازده جریان به دلیل افزایش تحرک یون‌ها حدود ۴٪ افزایش پیدا کرده است، و افزایش دما از ۴۲ تا ۵۵ درجه سانتی‌گراد باعث افت ۲ درصدی بازده جریان شده است که دلیل این اتفاق را ناشی از تشدید عبور یون هیدروژن از غشای مورد استفاده بیان کرده‌اند. چگالی جریان

سال ۲۰۱۰ میلادی، سالیانه حدود ۲۰۰ هزار تن نیکل به روش الکترووینینگ تولید شده است [۲-۳]. نیکل فلزی می‌تواند از الکترولیت‌های مختلف شامل سیستم‌های کلریدی یا سولفاتی و یا ترکیبی از الکترولیت‌های سولفاتی کلریدی تهیه شود [۴]. با توجه به آزاد شدن گاز کلر در الکترووینینگ نیکل از محیط‌های کلریدی، اجرای فرآیند در محیط سولفاتی از نظر زیست‌محیطی مناسب‌تر است. در فرآیند الکترووینینگ نیکل از محلول‌های سولفاتی واکنش کاتدی اصلی (مطلوب) مطابق رابطه (۱) و واکنش کاتدی فرعی (نامطلوب) مطابق رابطه (۲) می‌باشد.



همچنین واکنش اصلی آندی توسط رابطه (۳) بیان می‌شود.



مهم‌ترین چالش الکترووینینگ نیکل در سیستم‌های سولفاتی کنترل اسیدیته الکترولیت است. زیرا یون‌های هیدرونیوم تولید شده بر روی آند، علاوه بر اینکه موجب کاهش pH محلول می‌شود، به دلیل کاهش پتانسیل اضافی هیدروژن، تمایل بیشتری نسبت به یون‌های نیکل برای احیا شدن بر روی کاتد دارد. این موضوع سبب کاهش بازده جریان و نیز کاهش کیفیت رسوب کاتدی می‌شود. برای بالا بردن پتانسیل اضافی هیدروژن، باید غلظت یون هیدروژن را کاهش داد، اما چالشی که وجود دارد این است که طبق واکنش (۳) یون هیدروژن پیوسته روی آند تولید می‌شود. از این رو در الکترووینینگ نیکل باید pH الکترولیت را در بازه ۳ تا ۵ کنترل کرد [۱، ۵]. بدین جهت معمولاً از دیافراگم، کیسه‌های آندی و یا کیسه‌های کاتدی که به عنوان یک جداکننده ایفای نقش می‌کنند، استفاده می‌شود، تا از رسیدن یون‌های هیدروژن به نزدیکی سطح کاتد جلوگیری شود. دیافراگم یک مانع فیزیکی است که سلول را به دو بخش آندی و کاتدی تقسیم

یکپارچه بوده است.

## ۲- مواد و روش انجام تحقیق

### ۲-۱- مواد و وسایل

برای ساخت الکترولیت از نمک سولفات نیکل تجاری ( $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) با خلوص بیش از ۹۹٪، ۲۰ گرم بر لیتر اسید بوریک ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ )، ۲۰ گرم بر لیتر سولفات سدیم ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) و ۰/۱ گرم بر لیتر تیواوره ( $\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$ )، تولید شرکت MERK آلمان، سدیم هیدروکسید با خلوص بسیار بالا (بیش از ۹۹/۹۸) بدون ناخالصی و نیکل هیدروکسید تجاری یا خلوص ۹۹/۹۷ در حضور ناخالصی سدیم استفاده شد. کاتد و آند مورد استفاده به ترتیب از جنس فولاد زنگ نزن ۳۲۱L و سرب در اندازه‌های  $2\text{mm} \times 20\text{mm} \times 100\text{mm}$  بریده شدند.

آزمون‌های الکترووینینگ در یک سلول الکترولیز مطابق شکل (۱)، از جنس پلکسی گلس به حجم ۵۰۰ میلی‌لیتر انجام شد. در این سلول به‌جای استفاده از کیسه آندی و یا کاتدی، از دیافراگم‌های قابی شکل در فواصل مابین آند و کاتد استفاده شد. فاصله کاری آند و کاتد به‌گونه‌ای انتخاب شد که مقاومت مدار حداقل باشد، چرا که افزایش مقاومت منجر به افزایش مصرف ویژه انرژی می‌شود. دیافراگم مورد استفاده در این سیستم از جنس پلی‌استر دولایه بوده است. تراکم بیشتر دیافراگم موجب کندتر شدن سرعت عبور یون‌های هیدروژن به سمت کاتد می‌شود. همچنین استفاده از این دیافراگم ارتفاع هیدرواستاتیکی لازم جهت حرکت سیال از بخش کاتولیت به آنولیت را فراهم می‌کند [۲]. الکترولیت با استفاده از پمپ پرستالیتیک ساخت شرکت توس نانو ایران، به‌صورت منظم و کنترل شده از درون مخزن الکترولیت تازه، به درون محفظه کاتولیت وارد شده و از محفظه‌های آنولیت مجاور، از طریق دریچه‌های تعبیه شده روی جداره سلول، بدون استفاده از تجهیزات خاص و با فشار سیال خارج می‌شود و پس از تنظیم pH توسط هیدروکسید نیکل و هیدروکسید سدیم در بازه‌های زمانی ۱۵ دقیقه‌ای با فرض بازده جریان ۸۰ درصد، به منظور تنظیم اسیدیته محلول و جبران افت

عامل بسیار مهم دیگری است که تابع ترکیب الکترولیت، دمای الکترولیت، فاصله بین الکترودها، مساحت آندها و کاتدها و افزودنی‌های مورد استفاده است. افزایش چگالی جریان با اینکه منجر به افزایش میزان محصول تولیدی و افزایش راندمان جریان می‌شود، کیفیت رسوب تولیدی را کاهش می‌دهد [۱۰]. در پژوهش کومار و همکاران [۹] گزارش شده است که با افزایش چگالی جریان از ۱ به  $2/5$  آمپر بر دسی متر مربع، بازده جریان ۲۸٪ افزایش پیدا کرده است. اسیدیته محلول الکترولیت و کنترل آن عامل تأثیرگذار دیگری است که مورد توجه محققان بوده است. همان طور که اشاره شد، به طور معمول ترسیب الکتریکی نیکل در محدوده pH ۳ تا ۵ انجام می‌گیرد و نتایج اکثر پژوهش‌ها مؤید این بوده‌اند. استفاده از اسید بوریک در فرایند الکترووینینگ به عنوان بافر معمول است [۱۱]، که هدف آن کنترل pH در حین فرآیند است. در پژوهش جینگ و همکاران [۱۲] اشاره شده است که با افزایش میزان اسید بوریک از ۶ تا ۱۴ گرم بر لیتر سطح کاتد صیقلی‌تر و شفاف‌تر می‌شود، از طرفی بهبود ۷ درصدی بازده جریان در نتیجه ممانعت اسید بوریک از تصاعد گاز هیدروژن روی کاتد گزارش شده است، در واقع این اتفاق به‌علت تشکیل یون بورات نیکل است که هم نقش بافر را در محلول ایفا می‌کند و هم مانع متصاعد شدن گاز هیدروژن می‌شود. برخی از پژوهشگران از الکترولیت در گردش برای انجام آزمایش‌ها استفاده کرده‌اند [۹، ۱۲-۱۵] اما در مورد نحوه و میزان تأثیرگذاری سرعت جریان الکترولیت بر روی بازده جریان، مورفولوژی، مصرف ویژه انرژی و تغییر pH سیستم در فرآیند الکترووینینگ گزارشی ارائه نداده‌اند. ما در پژوهش حاضر، فرایند الکترووینینگ نیکل از محلول‌های کم‌عیار سولفاتی را به صورت پیوسته و با به‌کارگیری سلول دیافراگم‌دار با طراحی خاص مورد آزمایش قرار داده‌ایم. هدف این پژوهش در مرحله اول بررسی اثر برخی از متغیرهای فرایند روی بازده جریان و مصرف ویژه انرژی با استفاده از طرح عاملی کامل دو سطحی و در مرحله دوم، بهینه‌سازی شرایط برای رسیدن به بیشترین بهره‌وری و کمترین مصرف انرژی و بازیابی نیکل فلزی مترکم و

کدام عوامل اثرات معناداری بر متغیر پاسخ دارند. همچنین، طرح‌های عاملی امکان اندازه‌گیری اثرات متقابل بین عوامل مختلف را فراهم می‌کنند. بدون استفاده از آزمایش‌های عاملی، برخی از اثرات متقابل مهم ممکن است ناشناخته باقی بمانند و بهینه‌سازی ممکن نباشد، چرا که آگاهی نسبت به اثرات متقابل در بسیاری از موارد پیش‌نیاز بهینه‌سازی است [۱۶]. یکی از ساده‌ترین انواع طرح‌های عاملی که در پژوهش‌های تجربی مورد استفاده قرار می‌گیرد طرح عاملی کامل دو سطحی ( $2^k$ ) است. در این طرح، هر عامل در دو سطح پایین (-۱) و بالا (+۱) تغییر می‌کند [۱۷]. در پژوهش حاضر با بهره‌گیری از ظرفیت طرح مذکور، چهار عامل: دما، سرعت جریان ویژه الکترولیت، چگالی جریان و غلظت نیکل الکترولیت به عنوان متغیرهای مستقل انتخاب شدند تا تأثیر این عوامل و نیز اثرات متقابل آنها بر روی بازده جریان و مصرف ویژه انرژی مشخص گردد. در جدول (۱) عوامل مورد مطالعه و سطوح هر کدام معرفی شده‌اند.

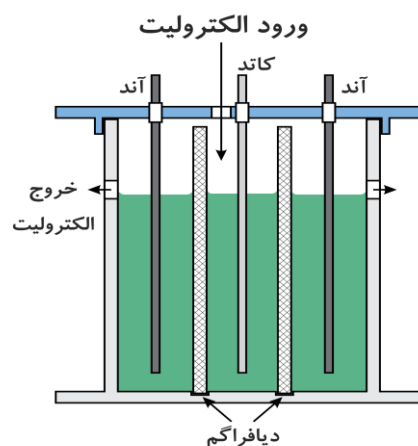
جدول (۱): سطوح و مقادیر متغیرهای آزمایش

متغیر	سطح بالا	سطح پایین
دما ( $^{\circ}\text{C}$ )	۳۵	۵۵
سرعت جریان ویژه الکترولیت (mL/min)	۳	۱/۸
چگالی جریان ( $\text{A}/\text{dm}^2$ )	۲	۳
غلظت نیکل (g/L)	۲۵	۳۵

در این پژوهش سایر متغیرها شامل زمان آزمایش، pH اولیه محلول، ترکیب الکترولیت (به جز غلظت نیکل)، جنس آند و کاتد، و نیز فاصله بین آند و کاتد ثابت در نظر گرفته شد. نوع و مقادیر افزودنی‌ها و سایر شرایط ثابت بر اساس نتایج آزمایش‌های مقدماتی [۱۸] مطابق جدول (۲) اختیار شد.

سرعت جریان ویژه الکترولیت، از حاصل تقسیم سرعت جریان الکترولیت به حجم سلول الکترودینینگ (۵۰۰ میلی‌لیتر) به دست می‌آید. مزیت استفاده از سرعت جریان ویژه به جای سرعت جریان، استقلال از مقیاس سلول الکترودینینگ است.

غلظت نیکل سیستم به صورت محلول، مجدداً به درون مخزن اولیه وارد می‌شود و این سیستم تا پایان انجام هر آزمون به طور پیوسته ادامه پیدا می‌کند. جهت تنظیم دمای الکترولیت موجود در مخزن-ها و سلول الکترولیز، از دستگاه هیتر-استیرر دیجیتال مدل HPMT-700 ساخت شرکت فرزانه آرمان، مجهز به کنترل‌گر دیجیتال و حسگر دما جهت تنظیم دقیق دما و دور همزن مغناطیسی استفاده گردید، به طوری که دمای مخزن‌ها با دقت  $\pm 1$ ، و دمای سلول الکترولیز با دقت  $\pm 3$  درجه سانتی‌گراد تنظیم شد. جریان ثابت با استفاده از منبع تغذیه DC، MEGATEK مدل MP-3005 با دقت  $0/01$  آمپر تأمین شد. همچنین ولتاژ سلول با دقت  $0/01$  ولت توسط ولت‌متر از ابتدا تا انتهای فرآیند اندازه‌گیری شد. جهت اندازه‌گیری اسیدیته در حین فرآیند الکترودینینگ و نیز تنظیم pH الکترولیت، از دستگاه pH متر دیجیتال مدل SAT-401 Canaway ساخت شرکت سبلان آزماي تهران استفاده شد. کاغذ سنباده کاربرد سیلیکون با مش ۱۲۰۰ جهت آماده‌سازی سطح کاتد استفاده گردید. همچنین ترازوی AND GF-600 با دقت سه رقم اعشار به منظور توزین کاتد به کار برده شد و جرم کاتد قبل و بعد از انجام آزمون‌ها اندازه‌گیری شد.



شکل (۱): تصویر شماتیک سلول الکترولیز

## ۲-۲- طراحی آزمایش

طرح‌های عاملی این امکان را می‌دهند تا به‌طور همزمان اثرات چند عامل روی یک فرآیند خاص مطالعه گردد و مشخص شود که

همان طور که ماتریس طرح (جدول ۳) نشان می دهد، آزمون های الکترووینینگ در یک بلوک شامل ۱۶ نقطه فاکتوریل (۱۶-۱) و ۵ نقطه مرکزی (۱۷-۲۱) تعریف و تصادفی سازی شد.

جدول (۲): عوامل ثابت در آزمایش های الکترووینینگ

مقدار	عامل
۲۰	غلظت اسید بوریک (g/L)
۲۰	غلظت سدیم سولفات (g/L)
۰/۱	غلظت تیواوره (g/L)
۴/۷	pH اولیه
۶۰	زمان (دقیقه)

جدول (۳): ماتریس طرح آزمایش و نتایج طرح عاملی کامل

پاسخها		مقادیر واقعی متغیرها				مقادیر کدشده متغیرها				ترتیب تصادفی	ترتیب استاندارد
بازده جریان (%)	مصرف ویژه انرژی (kWh/kg)	دما (°C)	سرعت جریان ویژه (1/h)	چگالی جریان (A/dm <sup>2</sup> )	غلظت نیکل (g/L)	A	B	C	D		
۸۷/۳۰	۳/۹۲	۳۵	۱/۸	۲	۲۵	-۱	-۱	-۱	-۱	۸	۱
۸۸/۷۰	۳/۹۲	۵۵	۱/۸	۲	۲۵	۱	-۱	-۱	-۱	۱۵	۲
۹۲/۳۰	۳/۰۶	۳۵	۳	۲	۲۵	-۱	۱	-۱	-۱	۳	۳
۹۴/۸۹	۳/۶۹	۵۵	۳	۲	۲۵	۱	۱	-۱	-۱	۲	۴
۹۱/۱۸	۳	۳۵	۱/۸	۳	۲۵	-۱	-۱	۱	-۱	۱۴	۵
۹۶/۳۲	۲/۷۰	۵۵	۱/۸	۳	۲۵	۱	-۱	۱	-۱	۲۱	۶
۹۶/۱۵	۲/۸۶	۳۵	۳	۳	۲۵	-۱	۱	۱	-۱	۱۸	۷
۹۴/۳۰	۳/۱۱	۵۵	۳	۳	۲۵	۱	۱	۱	-۱	۱۷	۸
۸۹/۱۰	۲/۹۶	۳۵	۱/۸	۲	۳۵	-۱	-۱	-۱	۱	۱۲	۹
۹۴	۳/۲۹	۵۵	۱/۸	۲	۳۵	۱	-۱	-۱	۱	۲۰	۱۰
۹۶/۱۲	۲/۱۰	۳۵	۳	۲	۳۵	-۱	۱	-۱	۱	۱۹	۱۱
۹۷/۶۰	۲/۲۰	۵۵	۳	۲	۳۵	۱	۱	-۱	۱	۱	۱۲
۹۵/۰۷	۳/۱۱	۳۵	۱/۸	۳	۳۵	-۱	-۱	۱	۱	۱۱	۱۳
۹۸/۴۰	۳/۶۰	۵۵	۱/۸	۳	۳۵	۱	-۱	۱	۱	۷	۱۴
۹۵/۷۰	۲/۱۰	۳۵	۳	۳	۳۵	-۱	۱	۱	۱	۴	۱۵
۹۸/۵۰	۲/۰۶	۵۵	۳	۳	۳۵	۱	۱	۱	۱	۵	۱۶
۹۴/۳۲	۳/۱۶	۴۵	۲/۴	۲/۵	۳۰	۰	۰	۰	۰	۹	۱۷
۹۴/۵۷	۳	۴۵	۲/۴	۲/۵	۳۰	۰	۰	۰	۰	۱۰	۱۸
۹۵/۵۷	۳/۷۳	۴۵	۲/۴	۲/۵	۳۰	۰	۰	۰	۰	۶	۱۹
۹۴/۶۰	۳/۱۰	۴۵	۲/۴	۲/۵	۳۰	۰	۰	۰	۰	۱۶	۲۰
۹۴/۹۸	۳/۱۰	۴۵	۲/۴	۲/۵	۳۰	۰	۰	۰	۰	۱۳	۲۱

بررسی کفایت مدل خطی برای مقاصد درون یابی و بهینه سازی بوده است. دو متغیر پاسخ بازده جریان و مصرف ویژه انرژی به ترتیب طبق رابطه (۴) و (۵) محاسبه گردید.

هدف از اضافه کردن نقطه مرکزی تکراری در وهله نخست امکان محاسبه خطای خالص و انجام تجزیه و تحلیل های آماری، و در وهله دوم بررسی معنادار بودن یا نبودن خمیدگی مدل به منظور

بازده جریان در مدت ۶۰ دقیقه به ترتیب ۸۷/۳۰ و ۹۸/۵۰ و مصرف ویژه انرژی (kWh/kg) به ترتیب ۲/۰۶ و ۳/۹۲ به دست آمد. به کمک نرم افزار Minitab v.16 از طریق آنالیز واریانس (ANOVA) و محاسبه p-value (جدول ۵ و ۶) منابع اثرگذار (معنادار) در سطح معناداری ۰/۰۵ تعیین و عبارات بی اثر به منظور پالایش از مدل حذف شد و مدل خطی پالایش شده برای هر یک از هر دو پاسخ در حالت کد شده مطابق زیر نتیجه شد.

$$CE (\%) = 94.10 + 1.24A + 1.59B + 1.6 C + 1.46D - 0.61AB - 1.13BC \quad (۶)$$

$$SEC (\text{kWh/kg}) = 2.98 - 0.33 B - 0.16C - 0.3D - 0.23BD + 0.2CD \quad (۷)$$

برای پذیرفتن نتایج آنالیز واریانس، بررسی نمودارهای مقادیر باقیمانده (تفاضل مقدار مشاهده شده و پیش بینی شده مدل) به منظور ارزیابی کفایت مدل ضروری است [۱۷]. مطابق جدول (۲) نمودار توزیع باقیمانده برای پاسخ بازده جریان به خوبی نرمال است، که این شرط صحت مدل می باشد. همان گونه که نمودار باقیمانده ها در برابر ترتیب تصادفی نشان می دهد، توزیع باقی مانده ها به صورت تصادفی است. همچنین نمودار توزیع احتمال نرمال، نشان دهنده نرمال بودن آن ها است که شرط بسیار مهم برای کفایت مدل است. ضرایب تشخیص کلی (R-Sq) و تعدیل شده (Adj R-Sq) برای این مدل به ترتیب ۰/۹۲۳۵ و ۰/۸۸۲۳ به دست آمد که این مقادیر در مجموع بیانگر قابل قبول بودن بستگی بیان شده توسط مدل ها است. همچنین شاخص عدم برازش (Lack-of-Fit) با احتمال p مساوی ۰/۰۵ معنادار شناخته نشده است. بنابراین، این مدل به دلایل پیش گفته از کفایت لازم برخوردار است. همچنین شکل (۳) نمودارهای مختلف توزیع مقادیر باقی مانده مدل برای پاسخ مصرف ویژه انرژی را نشان می دهد. مشخص است که توزیع باقی مانده ها به صورت تصادفی است و نمودار توزیع احتمال نرمال، نشان دهنده نرمال بودن آن ها است. ضرایب تشخیص کلی (R-Sq) و تعدیل شده (Adj R-Sq) برای این مدل به ترتیب ۰/۸۵۴۳ و ۰/۷۷۵۹ بوده و شاخص عدم برازش (Lack-of-Fit) با احتمال p مساوی ۰/۶۵ معنادار شناخته نشده است.

$$CE (\%) = m / \left( \frac{M \times i \times A \times t}{z \times F} \right) \quad (۴)$$

$$SEC (\text{kWh/kg}) = \frac{26.8 \times V}{(M/z) \times 0.01 \times (C.E)} \quad (۵)$$

که در آن CE (%) بازده جریان، m جرم رسوب نیکل به دست آمده (g)، M جرم اتمی (g/mol)، i دانسیته جریان اعمالی (A/dm<sup>2</sup>)، A سطح کاتد (dm<sup>2</sup>)، t زمان (ثانیه)، z ظرفیت الکتریکی یون نیکل، F ثابت فاراده، SEC مصرف ویژه انرژی (کیلووات ساعت بر کیلوگرم رسوب)، و V ولتاژ سیستم (ولت) است.

گفتنی است که در این پژوهش ویژگی های کیفی رسوب کاتدی نیز در این پژوهش مد نظر قرار گرفته است [۱۹]، به طوری که در شرایط بهینه، رسوب کاتدی براق، یکپارچه، بدون حفره و با چسبندگی بسیار خوبی حاصل شد.

### ۳- نتایج و بحث

نتایج اندازه گیری دو متغیر پاسخ بازده جریان و مصرف ویژه انرژی برای ۲۱ آزمایش طرح آماری به اجرا در آمده در جدول (۳) ارائه شده است. دقت و تکرارپذیری آزمون ها برای هر یک از دو پاسخ را می توان از طریق بررسی نتایج مربوط به پنج نقطه مرکز و محاسبه خطای مقدار میانگین ارزیابی کرد که محاسبات مربوطه در جدول (۴) مشاهده می گردد.

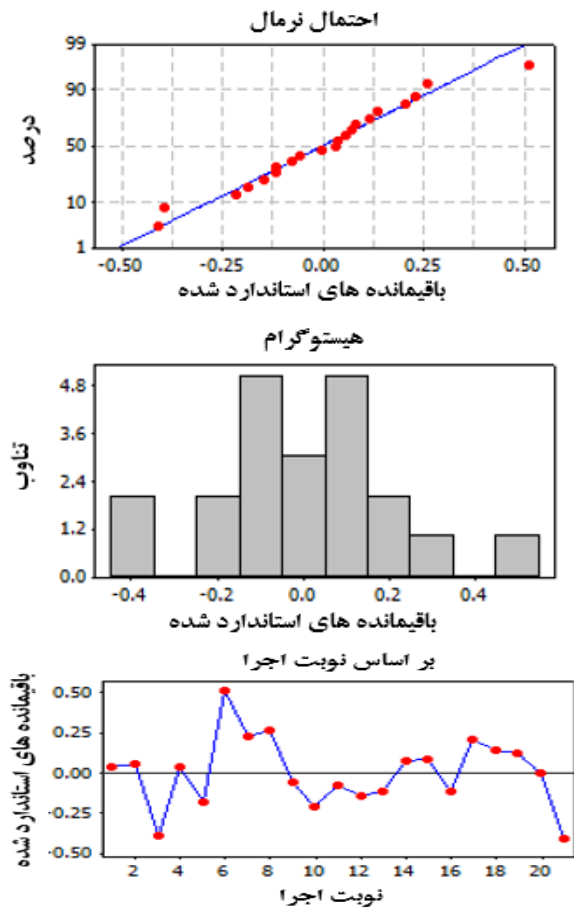
جدول (۴): اطلاعات آماری مربوط به نقاط مرکزی تکرار شده آزمایش طرح عاملی کامل

ویژگی	مصرف ویژه انرژی (kWh/kg)	بازده جریان (%)
میانگین	۳/۲۲	۹۴/۸۱
انحراف معیار	۰/۲۹	۰/۴۹
خطای مقدار میانگین	۰/۱۳	۰/۲۲
خطای استاندارد نسبی	۴/۰	۲/۹
	۳/۲۲ ± ۰/۱۳	۹۴/۸۱ ± ۰/۲۲

#### ۳-۱- آنالیز واریانس

نتایج به دست آمده در جدول (۳) نشان می دهد که کمینه و بیشینه

جریان ویژه الکترولیت، چگالی جریان و غلظت نیکل الکترولیت، اثر معناداری بر مصرف ویژه انرژی دارد و همچنین اثر دوتایی سرعت جریان ویژه-غلظت نیکل و چگالی جریان-غلظت نیکل روی این پاسخ مؤثر شناخته شده است.



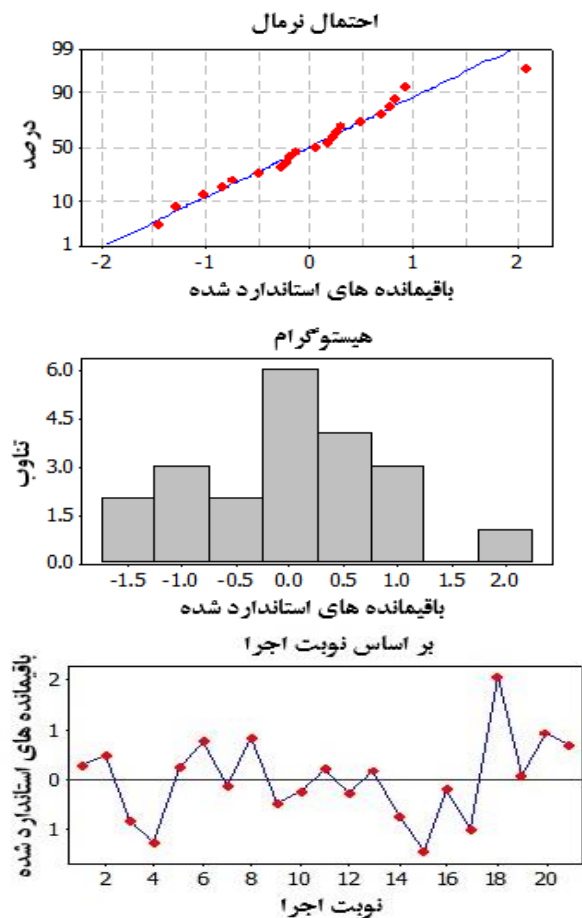
شکل (۳): نمودارهای مختلف باقیمانده استاندارد شده برای مدل خطی مصرف ویژه انرژی

### ۳-۲- اثرات اصلی

#### ۳-۲-۱- پاسخ بازده جریان

با نگاه به ضرایب عبارات مدل کد شده در معادله (۶) می توان بزرگی نسبی اثرات را تشخیص داد. جهت بررسی نحوه اثرگذاری عوامل متغیر بر فرآیند، از نمودارهای اثرات اصلی می توان کمک گرفت. شکل (۴) نمودار اثرات اصلی را برای پاسخ بازده جریان نشان می دهد. مشاهده می شود که تأثیر تمامی متغیرها بر بازده

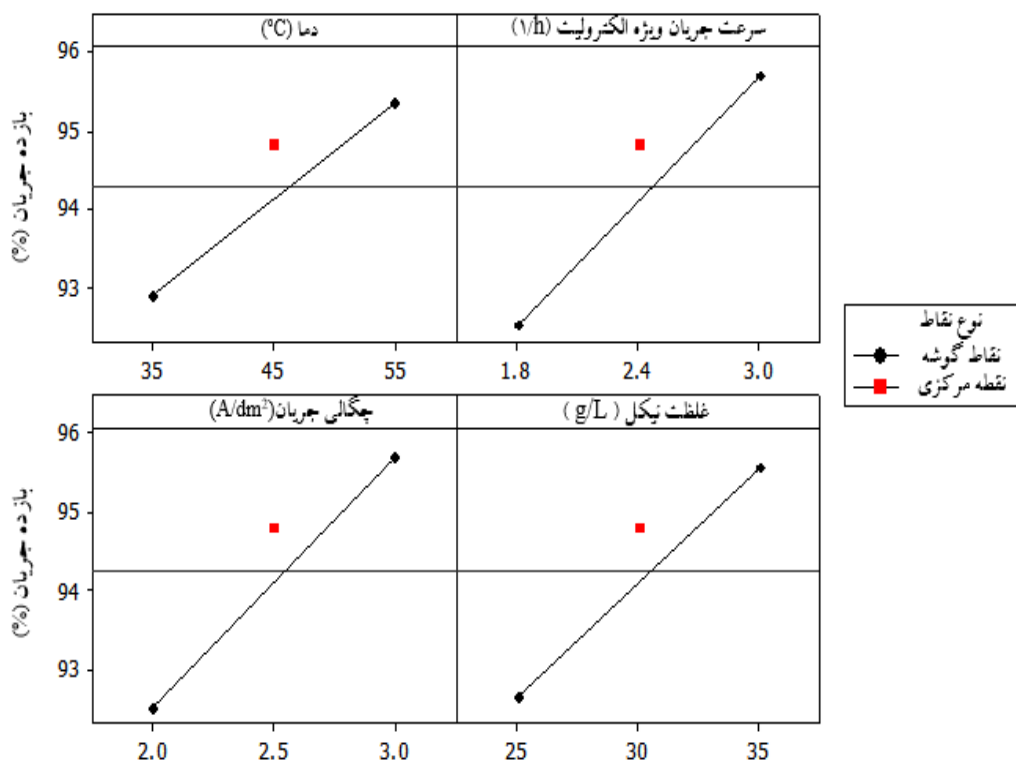
بنابراین، این مدل نیز از کفایت لازم برخوردار می باشد. علاوه بر این ها، از ملاحظه درجه احتمال ۰/۲۰۶ و ۰/۱۰۸ برای عامل انحناء در جدول آنالیز واریانس دو مدل نتیجه می شود که عامل انحناء معنادار نیست، یعنی مدل خطی برای اهداف برون یابی و بهینه سازی از قابلیت لازم برخوردار است و به طراحی آزمایش های رویه پاسخ نیازی نیست.



شکل (۴): نمودارهای مختلف باقیمانده استاندارد شده برای مدل خطی پاسخ بازده جریان

از نتایج جدول آنالیز واریانس (جدول ۶) مشخص است که تمامی متغیرهای اصلی اثر معناداری بر روی بازده جریان دارند. همچنین تأثیر دو عامل متقابل دما-سرعت جریان ویژه الکترولیت و سرعت جریان ویژه الکترولیت-چگالی جریان معنادار است. همچنین با توجه به نتایج آنالیز واریانس، مشخص است که سرعت

جریان افزایشی است.



شکل (۴): نمودار اثرات ترکی بر بازده جریان

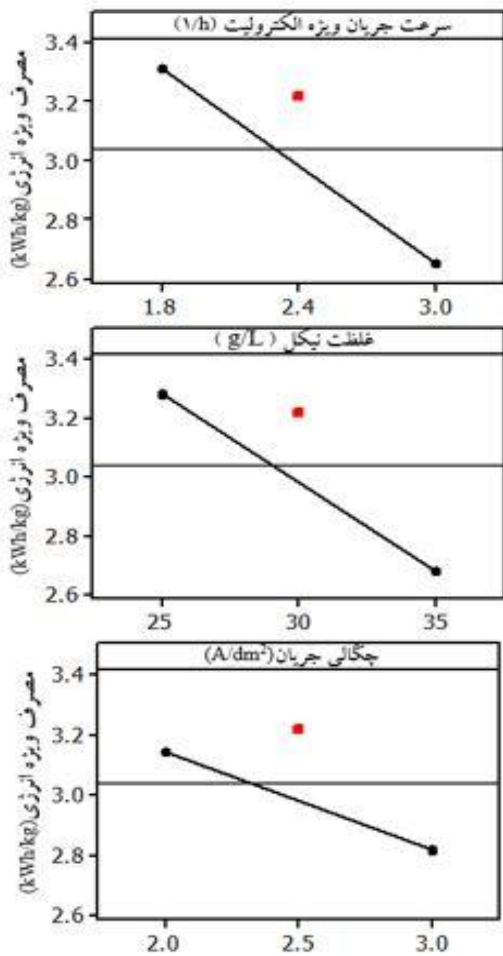
نتیجه مقدار بیشتری نیکل روی کاتد احیا می‌شود [۲۰]. در مورد اثر غلظت نیکل باید گفت که در غلظت‌های پایین نیکل، یون هیدروژن به علت کم بودن پتانسیل اضافی راحت‌تر روی کاتد احیا می‌شود. همچنین تأثیر مثبت افزایش غلظت نیکل بر روی بازده جریان به دلیل بهبود شرایط سینتیکی احیای نیکل در مقایسه با هیدروژن در غلظت‌های بالاتر است. به عبارت دیگر، اکتیویته نیکل نسبت به هیدروژن در غلظت‌های بالاتر بیشتر شده و شرایط رقابت برای احیا شدن، به نفع نیکل تغییر می‌کند. در مورد اثر چگالی جریان، نرخ رسوب‌گذاری نیکل به دلیل افزایش جریان اعمالی در شرایط ثابت افزایش یافته است. در شرایط مورد آزمایش در این پژوهش، نرخ ترسیب نیکل از نرخ احیای هیدروژن بیشتر بوده و سینتیک احیای هیدروژن کندتر است که دلیل آن به بیشتر بودن پلازماسیون هیدروژن در جریان‌های بالاتر مربوط می‌شود.

در مورد تأثیر دما می‌توان گفت که با افزایش دما، سینتیک واکنش احیای نیکل بر روی کاتد بهبود یافته است و همچنین به علت افزایش تحرک یون‌ها، نفوذ آن‌ها در لایه مرزی واکنش سریع‌تر انجام می‌شود [۷، ۹] و در نتیجه امکان احیای یون‌های نیکل فلزی روی کاتد افزایش پیدا می‌کند. به نظر می‌رسد که افزایش بیشتر دما (بیش از ۵۵ درجه سانتی‌گراد [۲۰]) علاوه بر کاهش پتانسیل اضافی هیدروژن که موجب کاهش بازده جریان می‌شود [۲۱-۲۲]، به شکل‌گیری نیکل به صورت هیدروکسیدی روی کاتد منجر شود [۲۳] که این امر مانع احیای یون نیکل و در نهایت منجر به افت بازده جریان می‌گردد [۲۴]. در خصوص تأثیر مثبت سرعت جریان ویژه الکترولیت در نتایج به‌دست‌آمده، این اثر افزایشی را می‌توان به به افزایش تلاطم نسبی در سلول مرتبط دانست که به این ترتیب، انتقال جرم راحت‌تر انجام شده و در



۳-۲-۲- پاسخ مصرف ویژه انرژی

شکل (۵) نمودار اثرات اصلی هر کدام از متغیرها را بر مصرف ویژه انرژی نشان می‌دهد.



شکل (۵): نمودار اثرات تکی بر مصرف ویژه انرژی

این نمودار بیانگر تأثیر کاهشی عوامل اثرگذار بر روی مصرف ویژه انرژی است. در مورد تأثیر چگالی جریان مشاهده می‌شود که با افزایش این عامل، تا بالاترین سطح، بیشترین میزان رسوب گذاری یون نیکل بر روی کاتد اتفاق افتاده است و باعث شده است که بازده جریان افزایش و مصرف ویژه انرژی کاهش پیدا کند. از طرف دیگر الکترولیت در گردش به تثبیت ولتاژ سلول الکترولیز کمک کرده است. به این دلیل افزایش چگالی جریان تا ۳ آمپر بر دسی متر مربع منجر به کاهش مصرف ویژه انرژی شده است. در رابطه با تأثیر کاهشی سرعت جریان ویژه الکترولیت بر

جدول (۵): تحلیل واریانس برای مدل پالایش شده بازده جریان

عامل	مجموع مربعات	درجه آزادی	آماره F	درجه احتمال p
مدل	۱۴۰/۱۵۵	۴	۳۲/۶۳	۰/۰۰
A	۲۴/۴۷۸	۱	۲۲/۷۹	۰/۰۰
B	۴۰/۶۰۹	۱	۳۷/۸۱	۰/۰۰
C	۴۰/۹۹۲	۱	۳۸/۱۷	۰/۰۰
D	۳۴/۰۷۶	۱	۳۱/۷۳	۰/۰۰
A×B	۵/۹۴۱	۱	۵/۵۳	۰/۰۳۵
B×C	۲۰/۵۴۴	۱	۱۹/۱۳	۰/۰۰۱
انحناء	۱/۸۹۹	۱	۱/۷۷	۰/۲۰۶
باقیمانده	۱۳/۹۶۱	۱۳	-	-
عدم برازش	۱۳/۰۱۳	۹	۶/۱۰	۰/۰۵
خطای خالص	۰/۹۴۸	۴	-	-
R-Sq. = ۹۲/۳۵%		R-Sq.(Adj.) = ۸۷/۲۳%		

جدول (۶): تحلیل واریانس برای مدل پالایش شده مصرف ویژه انرژی

عامل	مجموع مربعات	درجه آزادی	آماره F	درجه احتمال p
مدل	۳/۷۸۸	۴	۱۳/۱۲	۰/۰۰
A	۰/۱۳۳۲	۱	۱/۸۴	۰/۱۹۸
B	۱/۷۶۸۹	۱	۲۴/۴۹	۰/۰۰
C	۰/۴۲۲۵	۱	۵/۸۵	۰/۰۳۱
D	۱/۴۶۴۱	۱	۲۰/۲۷	۰/۰۰۱
B×D	۰/۸۴۶۴	۱	۱۱/۷۲	۰/۰۰۵
C×D	۰/۶۵۶۱	۱	۹/۰۸	۰/۰۱۰
انحناء	۰/۲۱۵۸	۱	۲/۹۹	۰/۱۰۸
باقیمانده	۰/۹۳۸۹	۱۳	-	-
عدم برازش	۰/۵۹۸۰	۹	۰/۷۸	۰/۶۵۴
خطای خالص	۰/۳۴۰۹	۴	-	-
R-Sq. = ۸۵/۴۳%		R-Sq.(Adj.) = ۷۷/۵۹%		

انجام واکنش احیا می‌شود. در واقع در سطح پایین سرعت جریان ویژه الکترولیت، کاهش دما اثر بیشتری روی حرکت یون‌ها دارد، و عملاً با افزایش سرعت جریان الکترولیت، این افت در بازده جریان به دلیل بالا رفتن جریان فیزیکی سیال کاهش پیدا می‌کند.

### ۳-۳-۲- اثر متقابل سرعت جریان ویژه الکترولیت و چگالی جریان

از بررسی شکل (۶) و ضریب مربوط به اثر متقابل سرعت ویژه الکترولیت و چگالی جریان در رابطه (۶) مشاهده می‌شود که این عامل تأثیر کاهشی بر بازده جریان دارد. مشخص است که در سطح پایین چگالی جریان، کاهش سرعت جریان الکترولیت ورودی، موجب کاهش حدود ۵ درصدی بازده جریان شده است. دلیل این اتفاق آن است که در سطح پایین جریان اعمالی، نرخ رسوب‌گذاری نیکل کاهش یافته و افت بیشتر سرعت جریان الکترولیت به علت کاهش جابجایی یون‌ها تأثیر بیشتری بر کاهش احیای یون‌های نیکل بر روی کاتد دارد و منجر به کاهش قابل توجه بازده جریان می‌شود.

### ۳-۴-۲- اثر متقابل چگالی جریان و غلظت

در مورد این اثر نیز مشاهده می‌شود که در هر دو سطح چگالی جریان، افزایش غلظت موجب کاهش مصرف ویژه انرژی شده است، که دلیل آن همان افزایش هدایت الکترولیت و در نتیجه کاهش مقاومت و کاهش مصرف ویژه انرژی است. اما مشاهده می‌شود که با افزایش چگالی جریان، از اثر کاهشی افزایش غلظت نیکل بر مصرف انرژی کاسته شده است که این مربوط به افزایش قابل ملاحظه بازده جریان به واسطه افزایش نرخ رسوب‌گذاری نیکل در اثر بالا رفتن چگالی جریان است.

### ۴-۳- اثرات متقابل برای پاسخ مصرف ویژه انرژی

#### ۳-۴-۱- اثر متقابل سرعت جریان ویژه الکترولیت و غلظت نیکل

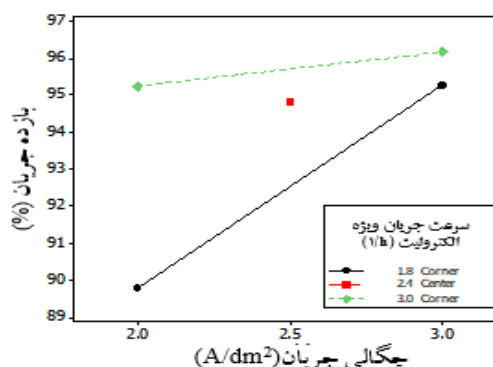
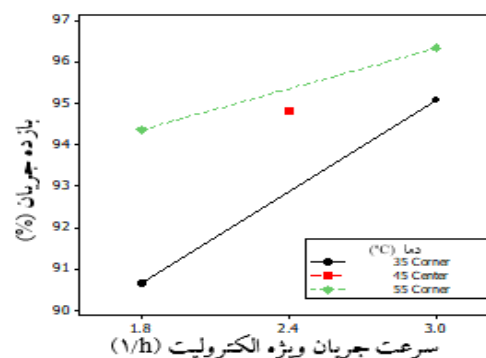
تأثیر عامل متقابل سرعت جریان ویژه و غلظت نیکل همان طور که در رابطه (۷) مشاهده شد کاهشی است. مطابق شکل (۷)، افزایش غلظت در سطح بالای سرعت جریان ویژه الکترولیت اثر

مصرف ویژه انرژی، به نظر می‌رسد به دلیل افزایش سرعت جریان ویژه و در نتیجه حضور بیشتر و مداوم یون‌های نیکل افت غلظت جبران شده و موجب کاهش ولتاژ سیستم و در نهایت باعث کاهش مصرف ویژه انرژی شده است. بالا رفتن غلظت نیکل موجب افزایش اکتیویته نیکل شده [۷] و شرایط احیای یون نیکل در رقابت با احیای یون هیدروژن به نفع نیکل تغییر کرده است، که موجب افزایش بازده جریان و همچنین افزایش هدایت الکتریکی الکترولیت (کاهش ولتاژ سیستم) گردیده و به تبع آن مصرف ویژه انرژی کاهش پیدا کرده است.

### ۳-۳- اثرات متقابل برای پاسخ بازده جریان

#### ۳-۳-۱- اثر متقابل دما و سرعت جریان ویژه الکترولیت

با توجه به رابطه (۶) و شکل (۶)، مشخص است که اثر دوتایی این عوامل بر روی بازده جریان کاهشی است.



شکل (۶): نمودار اثرات متقابل دوتایی عوامل مورد مطالعه بر بازده جریان زمانی که سرعت جریان ویژه الکترولیت در سطح پایین قرار دارد، تأثیر کاهش دما بر روی کاهش بازده جریان شدیدتر است، چرا که باعث کند شدن سرعت حرکت یون‌ها و نیز کند شدن سرعت

که ملاحظه می‌گردد، نتایج عملی به مقادیر پیش‌بینی شده شده توسط مدل بسیار نزدیک است که نشان‌دهنده قابلیت پیش‌بینی بالای مدل‌ها است.

کاهش بیشتری بر مصرف ویژه انرژی گذاشته است که ناشی از افزایش هدایت الکتریکی الکترولیت و کاهش ولتاژ سیستم و در عین حال افزایش بازده جریان به واسطه بهبود شرایط احیای یون نیکل در این شرایط است.

جدول (۷): مطلوبیت‌های مورد نظر برای بهینه‌سازی پاسخ‌ها

مرز بالا	مرز پایین	هدف		
۵۵	۳۵	در محدوده	دما	متغیرها
۳	۱/۸	در محدوده	سرعت جریان ویژه	
۳	۲	در محدوده	چگالی جریان	
۳۰	۲۰	در محدوده	غلظت نیکل	
۱۰۰	۸۷	بیشینه	بازده جریان	پاسخ‌ها
۳/۹۲	۲/۰۶	کمینه	مصرف ویژه انرژی	

جدول (۸): شرایط بهینه پیش‌بینی شده مدل

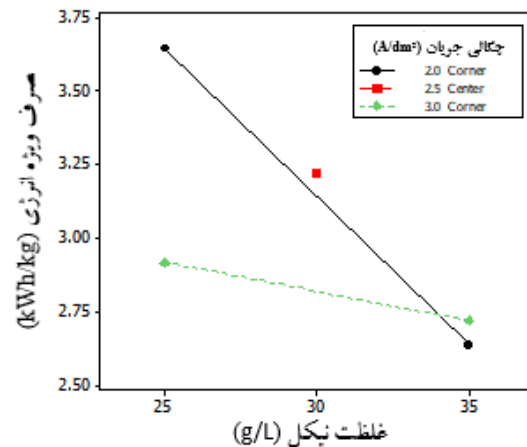
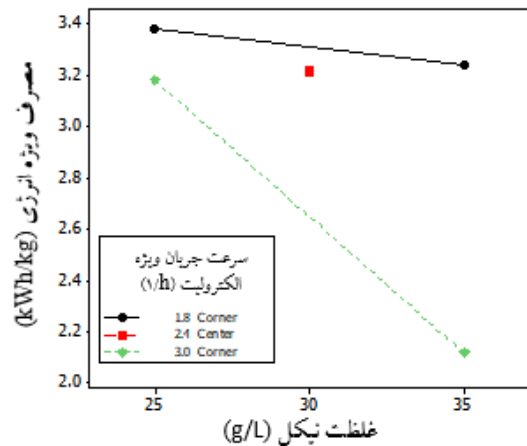
مصرف ویژه انرژی kWh/kg	بازده جریان (%)	غلظت نیکل (g/L)	چگالی جریان (A/dm <sup>2</sup> )	سرعت جریان ویژه الکترولیت (l/h)	دما (°C)
۲/۵۰	۹۶/۷۹	۳۰	۳	۳	۵۵

جدول (۹): نتایج عملی در شرایط بهینه پیشنهادی مدل

SEC (kWh/kg)	CE (%)	شماره آزمایش
۲/۵۴	۹۶/۴۸	۱
۲/۵۷	۹۶/۲۹	۲
۲/۵۲	۹۶/۵۱	۳

#### ۴- نتیجه‌گیری

در این پژوهش الکترووینینگ نیکل از محلول‌های کم‌عیار سولفاتی به صورت پیوسته، با استفاده از سلول دیافراگم‌دار در مقیاس آزمایشگاهی بررسی و شرایط تولید نیکل فلزی با بیشترین بهره‌وری و در عین حال با کمترین مصرف انرژی بهینه‌سازی



شکل (۷): نمودار اثرات متقابل عوامل مورد مطالعه بر مصرف ویژه انرژی

#### ۳-۵- بهینه‌سازی فرایند

به منظور بهینه کردن شرایط و دست یافتن به بیشترین بازده جریان و حداقل مقدار مصرف ویژه انرژی برای الکترووینینگ پیوسته به مدت ۶۰ دقیقه، بهینه‌سازی به کمک تابع مطلوبیت توسط نرم‌افزار Minitab v.16 انجام شد. مطلوبیت‌ها برای این هدف در جدول (۷) و شرایط بهینه در جدول (۸) ارائه شده است. در نهایت سه آزمایش به منظور اعتبارسنجی شرایط پیش‌بینی شده صورت گرفت که نتایج آن در جدول (۹) آورده شده است. همان‌گونه

Vol. 7, No. 6, pp. 495-500, 1977.

[6] C. K. Gupta, "Chemical metallurgy", Wiley, pp. 581-735, 2003.

[7] X. L. Ren, Q. F. Wei, L. I. U. Zhe & LIU. Jun, "Electrodeposition conditions of metallic nickel in electrolytic membrane reactor", Transactions of Nonferrous Metals Society of China, Vol. 22, No. 2, pp. 467-475, 2012.

[۸] ن. مندکاریان، ا. کشاورز علمداری، ش. دانش پژوه و ر. آتش دهقان، "پارامترهای مؤثر بر الکترووینینگ نیکل"، دهمین کنگره سالانه انجمن مهندسين متالورژی ایران، مشهد، ۱۳۸۵.

[9] V. Kumar, B. D. Pandey & D. D. Akerkar, "Electrowinning of nickel in the processing of polymetallic sea nodules", Hydrometallurgy, Vol. 24, No. 2, pp. 189-201, 1990.

[10] A. M. Alfantazi & D. A. Valic, "Study of copper electrowinning parameters using a statistically designed methodology", Journal of Applied Electrochemistry, Vol. 33, No. 2, pp. 217-225, 2003.

[۱۱] م. نوشه و ح. یوزباشی زاده، "سینتیک فرآیند الکترووینینگ کبالت از حمام سولفاتی"، فرایندهای نوین در مهندسی مواد، دوره ۳، شماره ۱، صفحه ۱۱-۱۷، بهار ۱۳۸۸.

[12] L. U. Jing, Q. H. Yang & Z. Zhang, "Effects of additives on nickel electrowinning from sulfate system", Transactions of Nonferrous Metals Society of China, Vol. 20, pp. 97-101, 2010.

[13] U. S. Mohanty, B. C. Tripathy, S. C. Das, P. Singh & V. N. Misra, "Effect of sodium lauryl sulphate (SLS) on nickel electrowinning from acidic sulphate solutions", Hydrometallurgy, Vol. 100, No. 1, pp. 60-64, 2009.

[۱۴] ع. لشگری، ن. یوسفی، م. خدامراد و ا. کشاورز علمداری، "الکترووینینگ پیوسته نیکل در مقیاس نیمه صنعتی"، یازدهمین کنگره سالانه انجمن مهندسين متالورژی ایران، اصفهان، ۱۳۸۶.

[15] C. H. Huang, "Effect of surfactants on recovery of nickel from nickel plating wastewater by electrowinning", Water Research, Vol. 29, No. 8, pp. 1821-1826, 1995.

گردید. بر اساس نتایج به دست آمده مشخص شد:

- ۱- تمامی متغیرهای مورد بررسی شامل دما، چگالی جریان، سرعت جریان و غلظت نیکل الکتروولیت، بر روی پاسخ بازده جریان اثر مثبت دارند و موجب بهبود بازده جریان می شوند.
- ۲- تمامی عوامل اثرگذار بر مصرف ویژه انرژی، شامل سرعت جریان الکتروولیت، چگالی جریان و غلظت نیکل تأثیر کاهشی بر روی این پاسخ داشته اند.

- ۳- مشخص شد که با استفاده از سلول طراحی شده می توان نیکل فلزی ورقه ای را از محلول های سولفاتی رقیق، با بهره وری بالا و کمترین مصرف انرژی به صورت یک فرآیند پیوسته بازیابی کرد.
- ۴- با انجام بهینه سازی، شرایط الکترووینینگ جهت دستیابی به نیکل کاتدی ورقه ای شکل با بازده جریان بالا و حداقل مصرف انرژی در شرایط دمای ۵۵ درجه سانتی گراد، چگالی جریان  $3 \text{ A/dm}^2$ ، سرعت جریان ویژه الکتروولیت  $3 \text{ l/h}$  و غلظت نیکل  $30 \text{ g/L}$  تعیین شد.

۵- نتایج آزمایش های عملی در شرایط بهینه پیشنهادی انطباق خوبی با نتایج پیش بینی شده توسط مدل ها را نشان داد که این نشان دهنده کارآمدی مدل های تدوین شده در عمل دارد.

## ۵- مراجع

- [1] F. Habashi, "Handbook of extractive metallurgy", Wiley, Vol. 2, pp. 750-752, 1997.
- [2] F. K. Crundwell, "Extractive metallurgy of nickel, cobalt and platinum group metals", Elsevier, 2011.
- [3] N. H. J. Freire, D. Majuste, M. A. Angora & V. S. T. Ciminelli, "The effect of organic impurities and additive on nickel electrowinning and product quality", Hydrometallurgy, Vol. 169, pp. 112-123, 2017.
- [4] M. Holm & T. J. O'keefe, "Electrolyte parameter effects in the electrowinning of nickel from sulfate electrolytes" Minerals Engineering, Vol. 13, No. 2, pp. 193-204, 2000.
- [5] B. V. Tilak, A. S. Gendron & M. A. Mosoiu, "Borate buffer equilibria in nickel refining electrolytes", Journal of Applied Electrochemistry,

[16] N. M. Kaminari, M. J. Ponte, H. A. Ponte & A. C. Neto, "Study of the operational parameters involved in designing a particle bed reactor for the removal of lead from industrial wastewater—central composite design methodology", *Chemical Engineering Journal*, Vol. 105, No. 3, pp. 111-115, 2005.

[17] D. C. Montgomery, "Design and Analysis of Experiments", 5th edition, Wiley, 2001.

[۱۸] ا. شیخ کرمی و ع. ذاکری، "بررسی پارامتری بازیابی الکترولیتی نیکل از محلول های کم عیار لیچینگ حاصل از بازگردانی کاتالیست مستعمل"، اولین کنگره ملی کاربرد مواد و ساخت پیشرفته در صنایع، تهران، ۱۳۹۶.

[۱۹] ا. شیخ کرمی، "الکترووینینگ نیکل از محلول سولفاتی با عیار پائین"، پایان نامه کارشناسی ارشد، دانشگاه علم و صنعت ایران، ۱۳۹۶.

[20] C. Lupi & M. Pasquali, "Electrolytic nickel recovery from lithium-ion batteries" *Minerals Engineering*, Vol. 16, No. 6, pp. 537-542, 2003.

[21] E. Jackson, "Hydrometallurgical extraction and reclamation", Ellis Harwood Ltd, 1986.

[22] D. A. Bertuol, F. D. Amado, H. Veit, J. Z. Ferreira & A. M. Bernardes, "Recovery of nickel and cobalt from spent NiMH batteries by electrowinning", *Chemical Engineering & Technology*, Vol. 35, No. 12, pp. 2084-2092, 2012.

[23] B. V. Tilak, A. S. Gendron & M. A. Mosoiu, "Borate buffer equilibria in nickel refining electrolytes" *Journal of Applied Electrochemistry*, Vol. 7, No. 3, pp. 495-500, 1977.

[24] K. M. Yin & B. T. Lin, "Effects of boric acid on the electrodeposition of iron, nickel and iron-nickel", *Surface and Coatings Technology*, Vol. 78, No. 1-3, pp. 205-210, 1996.

## Continuous electro winning of nickel from dilute sulfate solutions

Amirreza Sheikh Karami<sup>1</sup>, Alireza Zakeri<sup>2\*</sup>

1- MSc Student, Metal Extraction and Recycling Research Laboratory, Iran University of Science and Technology, Tehran, Iran

2- Associate Professor, Metal Extraction and Recycling Research Laboratory, Iran University of Science and Technology, Tehran, Iran

\*Corresponding Author: zakeria@iust.ac.ir

---

### Abstract

Significant amounts of nickel products used in different chemical industries and various applications leave them a valuable source of nickel at the end-of-life. Production of nickel from secondary sources is generally performed through hydro-electrometallurgical methods. The resulting solutions from treatment of secondary nickeliferous resources are generally of low Ni concentration and electro winning of them is challenging, particularly since Ni concentration in commercial operations is usually more than 80 g/L. In this paper, the continuous electro winning of nickel from dilute sulfate solutions has been investigated. The effects of four variables of temperature, specific flow rate of electrolyte, current density, and nickel concentration on current efficiency and specific energy consumption were studied by a two-level full factorial design. From the statistical analysis of the results, it was found that current efficiency increases by rising all variables, while specific energy consumption decreases with specific flow rate of electrolyte, current density, and nickel concentration. By using the obtained statistical models, the optimum conditions to achieve a nickel deposit with high current efficiency as well as lowest energy consumption are determined to be 55 °C of temperature, 3 A/dm<sup>2</sup> of current density, 3 h<sup>-1</sup> of electrolyte specific flow rate, and 30 g/L of nickel concentration.

**Keywords:** Nickel Recovery, Continuous Electro winning, Diaphragm Cell, Full Factorial Design.

---

Journal homepage: [ma.iaumajlesi.ac.ir](http://ma.iaumajlesi.ac.ir)

### Please cite this article using:

Amirreza Sheikh Karami, Alireza Zakeri, Continuous electro winning of nickel from dilute sulfate solutions, in Persian, New Process in Material Engineering, 2019, 13(1), 43-56.