



Original Article

Removal of Copper and Nickel from Contaminated Water Using Pulsed Iron Electrooxidation Method

Saba Mosivand*¹ , Iraj Kazeminezhad² 

¹Department of Physics, Faculty of Basic Sciences, Lorestan University, Khorram Abad, Iran

²Department of Physics, Faculty of Science, Shahid Chamran University of Ahvaz, Ahvaz, Iran

Received: 2025-02-19

Revised: 2025-06-04

Accepted: 2025-08-03

Abstract: In order to remove copper and nickel from water, the pulsed iron electrooxidation method was used under various laboratory conditions. According to atomic absorption spectrophotometry data, copper and nickel are removed from water by applying a voltage of 10 V after about one hour to about 80%. The structure and magnetic properties of the precipitate were studied by XRD, VSM and SEM. XRD patterns of sediment samples after pollutant absorption confirm the formation of iron oxide and some copper or nickel compounds. Analysis of the magnetic properties of the samples shows that all the samples are magnetically soft and the specific magnetization changes with changing laboratory conditions. The magnetization of the precipitate after the removal of copper is greater than the magnetization of the precipitate after the removal of nickel. SEM images show the formation of nanometer particles in the precipitate. In the elemental analysis maps of the produced sediment, the elements iron, oxygen, and nickel or copper were observed.

Keywords: Pulsed electrooxidation of iron, Magnetic nanostructures, Copper, Nickel, Contaminated water.

*Corresponding Author. Email: mosivand.s@lu.ac.ir

How to Cite This Article:

Mosivand S, Kazeminezhad I. Removal of Copper and Nickel from Contaminated Water Using Pulsed Iron Electrooxidation Method. Nanomeghyas. 2025;12(2): 116-127. DOI: [10.22034/ns.2025.728083](https://doi.org/10.22034/ns.2025.728083)





حذف آلاینده های فلزی مس و نیکل از آب آلوده با روش الکترواکسایش پالسی آهن

صبا موسیوند^{۱*} | ایرج کاظمی نژاد^۲

^۱ گروه فیزیک، دانشکده علوم پایه، دانشگاه لرستان، خرم آباد، استان لرستان
^۲ گروه فیزیک، دانشکده علوم، دانشگاه شهید چمران اهواز، اهواز، استان خوزستان

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۴/۰۵/۱۲

تاریخ بازنگری: ۱۴۰۳/۰۳/۱۴

تاریخ دریافت: ۱۴۰۳/۱۲/۰۱

چکیده: به منظور حذف مس و نیکل از آب، روش الکترواکسایش پالسی آهن با اعمال شرایط متنوع آزمایشگاهی بکار گرفته شد. بر اساس داده های اسپکتروفتومتری جذب اتمی، مس و نیکل با اعمال ولتاژ ۱۰ ولت پس از حدود یک ساعت تا حدود ۸۰ درصد از آب حذف می شوند. ساختار و خواص مغناطیسی رسوب توسط XRD، VSM و SEM مورد مطالعه قرار گرفت. الگوهای XRD نمونه های رسوب پس از جذب آلاینده، تشکیل اکسید آهن و برخی ترکیبات مس یا نیکل را تأیید می کند. بررسی خواص مغناطیسی نمونه ها نشان می دهد که همه نمونه ها از نظر مغناطیسی نرم هستند و مغناطش ویژه با تغییر شرایط آزمایشگاهی تغییر می کند. مغناطش رسوب حاصل پس از حذف مس، بیشتر از مغناطش رسوب پس از حذف نیکل است. تصاویر SEM تشکیل ذرات نانومتری در رسوب را نشان می دهد. در نقشه های آنالیز عنصری رسوب تولید شده، عناصر آهن، اکسیژن و نیکل یا مس مشاهده شدند.

واژگان کلیدی: الکترواکسایش پالسی آهن، نانو ساختارهای مغناطیسی، مس، نیکل، آب آلوده.

* نویسنده مسئول. ایمیل: mosivand.s@lu.ac.ir

نحوه استناد به این مقاله:

موسیوند، صبا، کاظمی نژاد، ایرج، حذف آلاینده های فلزی مس و نیکل از آب آلوده با روش الکترواکسایش پالسی آهن. *نانو مقیاس*، ۲۰۲۵، ۱۱۶-۱۲۷، (۲)۱۱۲.

DOI: [10.22034/ns.2025.728083](https://doi.org/10.22034/ns.2025.728083)



۱- مقدمه

واضح و مبرهن است که آب یکی از اساسی ترین مواد برای حفظ حیات موجودات زنده است و دستیابی به آب سالم از ضروری ترین نیازها برای حفظ سلامت انسان ها است. کمبود آب سالم هم از لحاظ کمی و هم از لحاظ کیفی به عنوان یک تهدید و چالش جدی برای سلامت افراد جامعه در سرتاسر جهان مخصوصاً در کشورهای در حال توسعه مطرح است. با پیشرفت سریع فناوری و افزایش فعالیت کارخانه ها، معادن و صنایع مختلف مانند صنایع کود، رنگ سازی، تولید باتری و رادپاتور خودرو، تأسیسات آبکاری فلز، نساجی و چرم سازی و صنایع کاغذ آلاینده های فلزی و آلی به صورت مستقیم و یا غیرمستقیم وارد چرخه ی محیط زیست می شوند و می توانند تهدیدات و خطرات جدی برای سلامت محیط زیست را به دنبال داشته باشند. از این رو، جداسازی و حذف این آلاینده ها اقدامی بسیار حیاتی و ضروری در جهت حفظ سلامت محیط زیست به شمار می آید از جمله آلاینده های آب، فلزات سنگین می باشند که به عنوان یکی از پیامدهای توسعه سریع صنعت و گسترش جمعیت انسانی، از طرق مختلف مانند مصرف سوخت، تخلیه پساب های صنعتی و فاضلاب های شهری به محیط زیست وارد می شوند. بیشتر عناصر سنگین مانند نیکل و مس می توانند وارد سیستم گیاهان شده و در آن جا انباشته و وارد زنجیره غذایی گردند. وجود یون های فلزات سنگین، حتی به مقدار کم برای سلامت اکوسیستم و موجودات زنده، حیوانات و انسان ها بسیار خطرناک است. میزان سمیت فلزات، در شرایط مختلف متفاوت است و تابع عواملی چون غلظت، شرایط محیطی، زمان تماس و سایر عوامل فیزیکی و شیمیایی و بیولوژیکی می باشند [۳-۱].

به دلیل اثرات زیان بار فلزات سنگین موجود در آب و پساب بر سلامت محیط زیست، اقدامی بسیار ضروری به شمار می آید و یافتن روشی مناسب، کارآمد و مقرون به صرفه برای حذف آن ها یکی از الویت های محققین در دهه های اخیر به شمار

می آید. تاکنون روش های مختلفی برای حذف فلزات سنگین از پساب ها استفاده شده است که از جمله آن ها می توان به روش های بیولوژیکی، روش های شیمیایی و روش های فیزیکی اشاره کرد [۴-۱۰]. در تصفیه بیولوژیکی، از عمل باکتری های هوازی یا بی هوازی برای تصفیه آب استفاده می شود. درجه حرارت، درجه اسیدی بودن آب و نیز مقدار اکسیژن محلول در آب، در بازدهی این روش نقش مهمی دارد. از جمله روش های شیمیایی حذف فلزات سنگین نیز می توان رسوب دهی شیمیایی، اکسیداسیون و احیاء و تبادل یونی را نام برد. در روش رسوب دهی شیمیایی، معمولاً فلزات به صورت هیدروکسید یا سولفید ته نشین می گردند. در روش تبادل یونی رزین های کاتیونی یا آنیونی تبادل یون، امکان حذف انتخابی یون های فلزی سنگین را میسر می کنند. از جمله روش های فیزیکی حذف فلزات سنگین می توان به اسمز معکوس و جذب سطحی اشاره کرد. اسمز معکوس یکی از شیوه های گسترده جداسازی است که شیرین سازی آب دریا، جداسازی مواد آلی و سمی از پساب صنعتی دو مورد مهم کاربرد این تکنولوژی می باشد. این روش در فرایندهایی اقتصادی است که غلظت یون های فلزی به حد کافی بالا باشد [۱۰]. در انتخاب مناسب ترین روش برای جداسازی آلاینده ها، فاکتورهایی همچون غلظت فلز آلاینده، ترکیبات شیمیایی موجود در پساب، انعطاف پذیری روش، سریع بودن سازوکار جداسازی و نیز مقرون به صرفه بودن آن را باید در نظر داشت [۴-۶]. روش های مبتنی بر سیستم های الکتروشیمیایی مانند الکترواکسیداسیون فلزات، امکان کنترل کیفیت و کمیت محصولات را با تغییر عوامل مختلف اعمال شده بر سیستم در اختیار پژوهش گر قرار می دهد. از مزایای روش الکترواکسیداسیون در مقایسه با سایر روش ها می توان به انعطاف پذیری بالا در شرایط متعارفی، مقرون به صرفه بودن به لحاظ اقتصادی، سرعت بالا، تمیزی سازوکار و کنترل مناسب خواص محصولات با تنظیم عوامل مؤثر بر سیستم آزمایشگاهی اشاره کرد [۱۱-۱۵].

بر قسمتی از سطوح الکتروها متصل شد و الکترودها در سلول آزمایش قرار گرفتند و پتانسیل مورد نیاز برای آغاز فرآیندهای الکترواکسایش به سلول اعمال گردید. انجام واکنش‌ها به صورت پتانسیواستاتیک و به صورت پالسی انجام شد. واکنش‌های احیاء یا کاهش آب در سطح الکتروود گیرنده‌ی الکترون یعنی کاتد انجام می‌پذیرند. الکتروود آند که نقش دهنده‌ی الکترون را ایفا کند، جایگاه واکنش اکسایش آهن است. در سلول دو واکنش اکسایش و کاهش به طور هم‌زمان انجام می‌گیرند. با پالس پتانسیل می‌توان واکنش‌ها را با حذف حباب‌های گاز تولید شده در سطوح الکتروود توسط الکتروولیز آب تسریع کرد. بازدهی فرآیند، تابع عوامل فیزیکی و شیمیایی مؤثر بر سرعت واکنش‌ها است که از جمله‌ی این عوامل می‌توان به پتانسیل اعمال شده، زمان واکنش‌ها و غلظت محلول الکتروولیت اشاره کرد. پس از پایان واکنش‌ها، رسوبات ذرات به تدریج ته‌نشین شد که از آب جدا و خشک شدند. نمونه آب و نیز رسوبات تولید شده برای مطالعات بعدی آماده گردیدند.

در این تحقیق، تأثیر پالس‌ها بر حذف مس و نیکل از نمونه‌های آب با انجام آزمایش‌های مختلف در ولتاژهای ۱۰ ولت و ۲۰ ولت مورد بررسی قرار گرفت که در آن پتانسیل برای ۱۰ ثانیه در هر ۱۳ ثانیه در حالت پالس اعمال شده است. لازم به ذکر است که pH اولیه‌ی نمونه‌ی آب آلوده نیز در حدود ۴/۵ بوده و هیچ ماده‌ای برای افزایش خاصیت اسیدی یا بازی به محلول اضافه نشد. به منظور بررسی اثر زمان بر حذف مس و نیکل نیز آزمایش‌هایی در زمان‌های مختلف از ۱۰ تا ۶۵ دقیقه انجام شد. یک نمونه مرجع نیز در سلول الکتروولیتی بدون فلز سنگین تهیه شد. غلظت فلز آلاینده‌ی موجود در نمونه‌های آب قبل و بعد از فرآیند حذف توسط دستگاه جذب اتمی مدل ContrAA ۷۰۰، موجود در آزمایشگاه مرکزی دانشگاه شهید چمران اهواز تعیین شد. نمونه‌های رسوب جاذب آلاینده‌ها نیز از نظر ریزساختار و آنالیز عنصری با کمک یک دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی FESEM موجود در آزمایشگاه مرکزی دانشگاه لرستان مورد مطالعه قرار گرفتند. علاوه بر این به منظور بررسی ماهیت

در مقالات قبلی حذف یون‌های مس، نیکل، کبالت، کادمیوم، آنتیموان و سرب از آب با استفاده از روش الکترواکسیداسیون پیوسته (با اعمال ولتاژ به صورت پیوسته و مداوم) مورد مطالعه قرار داده شد [۲، ۶ و ۲۲-۱۶]. در این تحقیق، به منظور جداسازی آلاینده‌های فلزی نیکل و مس از آب آلوده از روش الکترواکسیداسیون آهن با اعمال ولتاژ به صورت پالسی استفاده شده است و اثر شرایط آزمایشگاهی مختلف اعمال شده به سیستم بر بازده فرآیند جداسازی و حذف مورد ارزیابی قرار می‌گیرد.

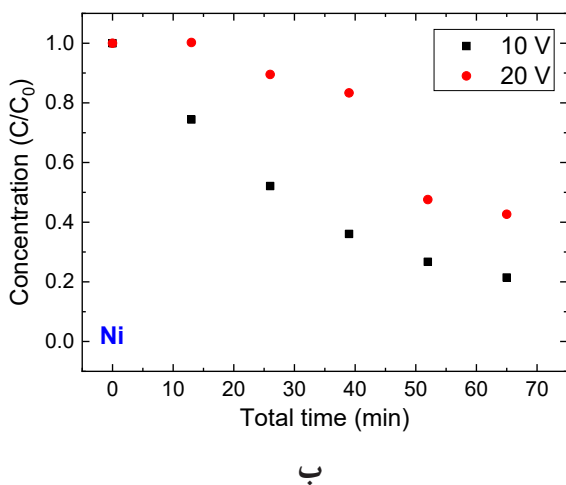
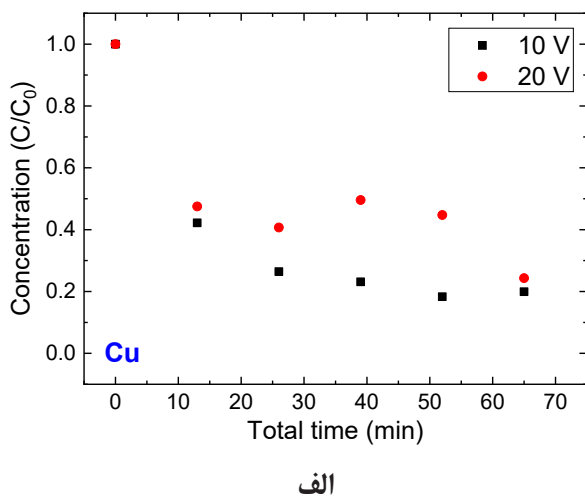
۲- روش کار تجربی

به منظور تهیه آب آزمایشگاهی آلوده به یون‌های مس و نیکل، مقادیر مختلفی از نمک‌های $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ یا $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (خریداری شده از شرکت Merck) در ۲۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر یون‌زدایی شده حل شد تا محلول رقیقی از فلزات مس و نیکل بدست آید. از آنجا که در روش به کار رفته در این تحقیق محلول باید رسانی باشد و از سویی غلظت نمک‌های سولفات مس و سولفات نیکل در محلول بسیار کم می‌باشد تصمیم گرفته شد از مقداری نمک کلرید سدیم با غلظت کم در حدود ۱۰ میلی‌مولار برای برقراری جریان الکتریکی در محلول استفاده شود. به این ترتیب محلول آبی حاصل که به عنوان نمونه آب آلوده و الکتروولیت عمل می‌نماید، تهیه گردید.

در این تحقیق، به منظور جداسازی و حذف آلاینده‌های فلزی از نمونه آب آلوده به روش الکترواکسایش آهن، دو قطعه تمیز شده از صفحات فلز آهن به ابعاد ۲ سانتی‌متر مربع و ۶ سانتی‌متر مربع (با خلوص بیش از ۹۹ درصد) به عنوان آند و کاتد تهیه و در سلول الکتروشیمیایی قرار داده شد. پیش از آغاز فرآیند الکترواکسایش آهن، سطوح الکترودها ابتدا به روش مکانیکی، با استفاده از سنباده‌ی با دانه‌های ریز و سپس با استفاده از امواج فراصوت سونش در حمام محتوی اتانول کاملاً تمیز شدند. سپس به منظور برقراری هدایت الکتریکی بین سلول الکترواکسیداسیون و منبع تغذیه، مقداری سیم مسی

اتصال یافته است.

کومار و همکاران در سال ۲۰۱۶ [۲۳] گزارش داده‌اند که الکترون‌گاتیوی نقش عمده‌ای در جذب یون‌های فلزی دارد. فلزات با الکترون‌گاتیوی بالاتر می‌توانند پیوند کووالانسی قوی‌تری با اکسیژن در سطح نانوذرات ایجاد کنند. واکنش‌های مختلف بر مکانیسم حذف فلزات سنگین از آب موثر است. سطح اکسید فلز در یک محلول آبی به گروه‌های هیدروکسیل با یک جفت الکترون مضاعف و یک هیدروژن قابل تجزیه برای واکنش با اسیدها و بازها متصل می‌شود. جذب یا دفع پروتون‌ها توسط بار در سطح مواد اکسیدی به دلیل تفکیک یا یونیزاسیون گروه‌های هیدروکسیل در سطح کنترل می‌شود.



شکل ۱: تغییرات غلظت (بالا) مس و (پایین) نیکل پس از جداسازی نسبت به غلظت اولیه بر حسب زمان کل الکترواکسیداسیون با اعمال ولتاژهای مختلف به صورت پالسی.

ساختاری و مغناطیسی نمونه‌های رسوب حاصل از فرآیند الکترواکسایش آهن، دستگاه XRD موجود در گروه فیزیک دانشگاه شهید چمران اهواز و نیز دستگاه VSM موجود در آزمایشگاه مرکزی دانشگاه شهید چمران اهواز به کار گرفته شد.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- نتایج جذب اتمی

در شکل ۱ تغییرات غلظت مس و نیکل پس از فرآیند جداسازی (C) نسبت به غلظت اولیه (C_0)، بر حسب زمان کل انجام آزمایش برای ولتاژهای مختلف ۱۰ ولت و ۲۰ ولت آورده شده است. منظور از غلظت نیکل به ازای زمان صفر ولت، غلظت اولیه‌ی نمونه آب آلوده پیش از اعمال ولتاژ می‌باشد.

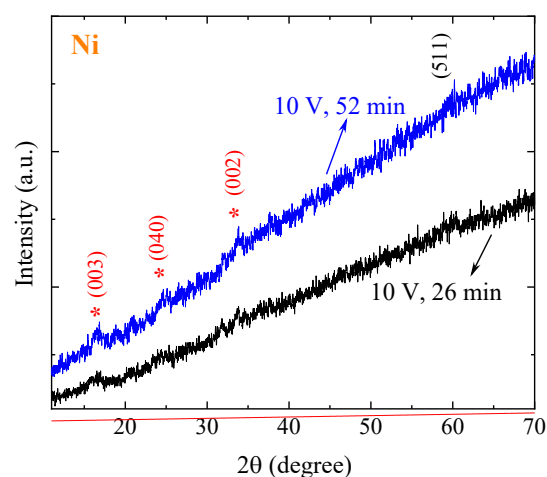
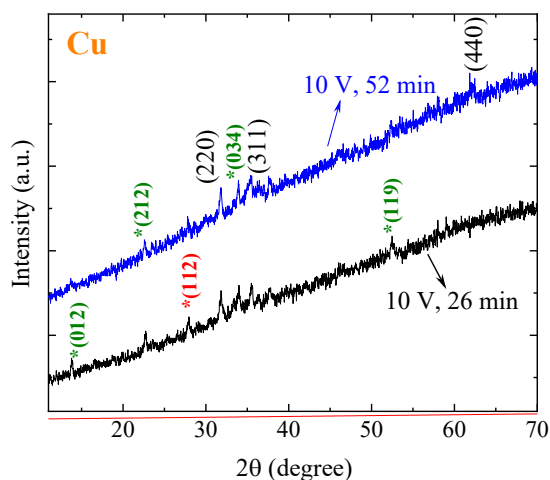
همانطور که به وضوح دیده می‌شود با افزایش زمان انجام آزمایش میزان غلظت فلز مس و نیکل روندی کاهشی را طی نموده و بازدهی فرآیند جذب به طرز چشمگیری افزایش می‌یابد. دلیل بروز این پدیده افزایش خوردگی آهن با سپری شدن زمان بیشتر و در نتیجه افزایش مقدار رسوب نانوذرات جاذب فلز آلاینده‌ی نیکل است. در واقع با تولید تعداد بیشتری از ذرات جاذب در محیط آب آلوده، یون‌های آلاینده نیکل نیز با احتمال بیشتر به ذرات جاذب موجود در محلول برخورد کرده و بر سطح آن‌ها جذب می‌گردند و در نتیجه بازدهی جذب افزایش و غلظت فلز آلاینده در آب کاهش می‌یابد.

شکل ۱ نشان می‌دهد که با افزایش مقدار ولتاژ اعمال شده تا ۲۰ ولت میزان غلظت فلز مس و نیکل در آب، مقداری افزایش می‌یابد. دلیل بروز این پدیده می‌تواند وقوع فرآیند واجذب آلاینده‌ها از سطح رسوبات به دنبال افزایش ولتاژ الکترواکسیداسیون مرتبط باشد. علاوه بر این، ملاحظه می‌شود که در نمونه‌های تهیه شده در ولتاژ ۲۰ ولت مقداری افت و خیز در نمودار تغییرات غلظت بر حسب زمان دیده می‌شود که ناشی از خطای دستگاه کنترل کننده‌ی تعداد پالس‌ها می‌باشد که به منبع تغذیه

- ۱- حرکت جسم حل شده از محلول به اطراف ذره جاذب (انتشار در لایه خارجی)
- ۲- انتقال ماده جذب شدنی از فاز مایع به فاز جامد (عمل جذب)
- ۳- انتشار در داخل و طول مجراهای بزرگ (نفوذ از سطح)
- ۴- انتشار در داخل مجراهای ریز و جذب بر روی نقاط مناسب

عوامل متعددی بر سازوکار فرآیند جذب آلاینده‌ها مؤثر هستند که از جمله‌ی آن‌ها می‌توان درجه حرارت، تلاطم، اندازه ذرات (سطح ویژه)، اسیدیته، خصوصیات و مقدار جاذب، غلظت اولیه یون فلزی آلاینده و نیز حضور یون‌های رقیب را برشمرد. با افزایش مقدار جاذب، بازدهی جذب افزایش می‌یابد، زیرا مکان‌های در دسترس برای جذب، با افزایش میزان جاذب افزایش می‌یابد. جاذب‌ها به دلیل تفاوت در نوع، مقدار، موقعیت گروه‌های عاملی موجود در ساختار و همچنین تفاوت در سطح ویژه دارای قابلیت‌های متفاوتی در جذب سطحی می‌باشند. یکی از این مشخصات، سطح فعال ماده جاذب است که بیانگر میزان سطح در دسترس جاذب به ازای واحد جرم آن می‌باشد. اندازه ذرات و سطح جاذب، مهم‌ترین خصوصیت ماده جاذب است. هر چه اندازه ذرات ماده جاذب کوچکتر بوده و دانه‌های آن نیز به شکل کروی نزدیکتر باشد، تماس بیشتری با فاز سیال داشته و سرعت انجام فرایند بیشتر خواهد بود. با افزایش زمان تماس جاذب با مواد جذب شونده، انتظار می‌رود مقدار جذب نیز افزایش یابد. البته با افزایش بیشتر زمان تماس مقدار جذب تقریباً ثابت باقی می‌ماند. دستیابی به زمان تماس مناسب برای جذب فلزات بستگی به مواد تشکیل

فرآیند جذب آلاینده‌ها از یک محلول توسط یک جاذب به دو شکل سطحی و داخلی انجام می‌شود. در جذب سطحی یک لایه مولکولی از ماده جذب شونده بر روی سطح جاذب تشکیل می‌شود، در حالی که در جذب داخلی مولکول‌های ماده جذب شونده در داخل خلل و فرج جاذب جذب می‌شوند. علاوه بر این، فرآیند جذب برحسب نوع پیوند ایجاد شده به دو صورت جذب فیزیکی و جذب شیمیایی انجام می‌شود. در جذب فیزیکی عمدتاً نیروی واندروالس با کشش ضعیفی که بر اثر حرکت الکترون‌ها در اربیتال‌ها فراهم می‌نماید، نقش ایفا می‌کند و تبادل الکترونی مشاهده نمی‌شود. این نوع جذب برگشت‌پذیر است. اگر نیروی جاذبه مولکولی بین آلاینده و جاذب، بیشتر از نیروهای جاذبه مولکولی بین آلاینده و حلال باشند، آلاینده بر روی سطح جاذب جذب خواهد شد. جذب فیزیکی فقط در دماهای پایین پایدار است. در فرآیند جذب شیمیایی تبادل الکترونی و پیوند شیمیایی بین سطح جاذب و مولکول‌های محلول رخ می‌دهد. جذب شیمیایی انرژی بیشتری نسبت به جذب فیزیکی دارد و معمولاً فرآیندی برگشت‌ناپذیر و در دماهای بالاتر پایدار است. در بسیاری از موارد پدیده جذب سطحی در نتیجه ترکیبی از نیروهای مختلف انجام می‌گیرد. در محلول‌های آبی، نیروی گریز از حلال باعث جدایی ماده جذب شدنی از محیط گردیده و به ایجاد یک گرادیان ترمودینامیکی برای راندن ماده مورد نظر از حلال منجر می‌گردد. این مسئله باعث می‌شود که میزان انرژی جذب نسبت به حالتی که تنها خصوصیات واکنش سطح مورد نظر است، بیشتر شود. نیروی دیگری که به جذب ماده کمک می‌کند، تمایل خود ماده حل شده به جاذب توسط نیروهای مختلف فیزیکی، شیمیایی و الکترواستاتیکی است. افزایش این تمایل شدت جذب را بیشتر می‌کند. از نظر سینتیکی چهار مرحله پی‌درپی در فرایند جذب وجود دارد که عبارتند از [۱۰ و ۲۴].



شکل ۲: الگوهای XRD نمونه‌های رسوب پس از جداسازی (بالا) مس و (پایین) نیکل از آب.

با توجه به الگوهای XRD نمونه‌های رسوب حاصل از حذف نیکل نیز مشاهده می‌شود که الگوی نمونه ی بدست آمده پس از ۲۶ دقیقه با اعمال ۱۰ ولت علاوه بر قله با اندیس میلر (۵۱۱) که به ساختار اسپینل اکسید آهن اشاره دارد، دو قله‌ی قابل ملاحظه‌ی دیگر با اندیس‌های (۰۰۳) و (۰۰۲) مربوط به ترکیبات نیکل در نمونه وارد می‌شوند. در مقایسه با کارت استاندارد شماره ۱۹۷۷-۰۸۵ در یافته می‌شود که قله‌ی (۰۰۳) از وجود ساختار رومبوهدرال NiO_2 در نمونه و قله‌ی مطابق با (۰۰۲) ناشی از حضور ساختار هگزاگونال Ni_2O_3

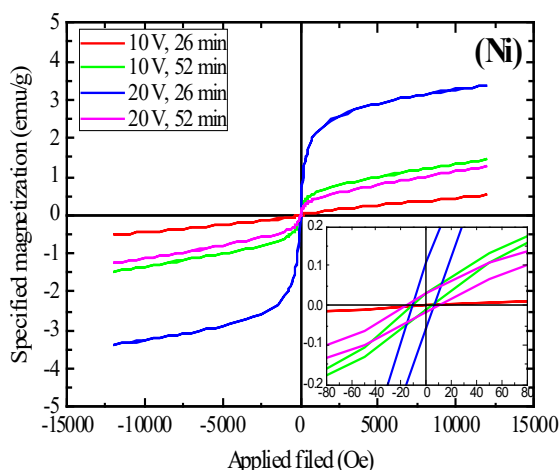
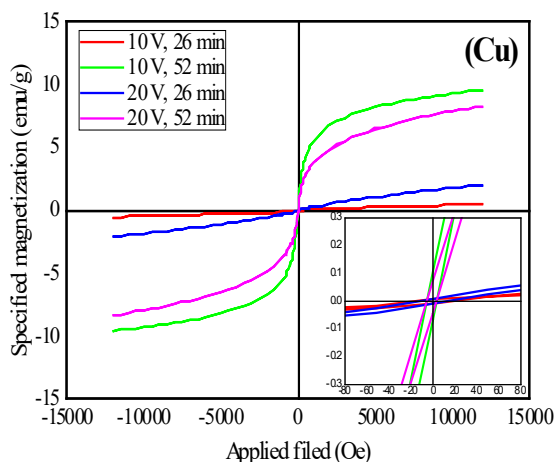
دهنده جاذب و نوع آلاینده دارد. از دیگر عوامل مؤثر بر فرایند جذب، می‌توان به غلظت فلز و میل نسبی ماده حل شده به سطح جاذب می‌باشد. ترکیبات معدنی موجود در آب نیز می‌تواند اثرات قابل توجهی بر روی میزان جذب داشته باشد. در مخلوطی از مواد جذب شونده، ماده‌ای برای جذب ارجح است که دارای مولکول‌های سبک‌تر و کوچک‌تر باشد. ویژگی‌های فیزیکی و شیمیایی جاذب می‌تواند اثر عمده‌ای بر روی ظرفیت و سرعت جذب داشته باشد [۱۰، ۱۳ و ۱۸].

۲-۳- نتایج XRD

برای دستیابی به اطلاعات بیشتر در مورد رسوب نانوذرات تهیه شده از فرآیند الکترواکسیداسیون پالسی پس از جداسازی آلاینده‌ها از آب، تصمیم گرفته شد رسوبات حاصل توسط دستگاه‌های XRD مورد بررسی قرار گیرند.

در شکل ۲ الگوهای XRD نمونه‌های رسوب پس از حذف مس و نیکل، به همراه اندیس‌های میلر قله‌های موجود در آن‌ها نشان داده شده‌اند. در الگوهای XRD نمونه‌های رسوب حاصل از حذف مس، پیک‌هایی که بدون علامت ستاره هستند با ساختار اکسید آهن مطابقت دارند، در حالی که قله‌های نشان داده شده با علامت ستاره به ساختارهای محتوی عنصر مس متعلق می‌باشند. در الگوی نمونه ی بدست آمده پس از ۲۶ دقیقه تحت ولتاژ ۱۰ ولت قله‌ی با اندیس (۱۱۲) که با علامت (*) به رنگ قرمز نشان داده شده است، در مقایسه با کارت استاندارد شماره ۰۸۷۹-۰۰۳-۰۰۰ از وجود ساختار تتراگونال Cu_8O_7 در نمونه نشأت گرفته است. تمام قله‌های دیگر در همه نمونه‌ها که با رنگ سبز و ستاره مشخص شده‌اند به شکل‌گیری ساختار اورتورمبیک اکسید مس، با فرمول Cu_{64}O (کارت استاندارد شماره ۱۸۹۸-۰۷۷-۰۱) دلالت دارد.

تصاویر، ساختار نانومتری نمونه‌های رسوب تولید شده حین جداسازی آلاینده‌های مس و نیکل را توصیف می‌کند. بر اساس نقشه‌های عنصری که توسط آشکارساز پرتو ایکس پراکنده انرژی آنالیز شده است، می‌توان مشاهده کرد که نمونه‌های رسوب تولید شده پس از حذف فلزات سنگین حاوی O، Fe، Ni و Cu هستند. این نتایج نشان می‌دهد که نانوساختارها با نسبت سطح به حجم زیاد، می‌توانند به سرعت به آلاینده‌های موجود در آب واکنش نشان داده و یون‌های فلزات سنگین بیشتری را جذب کنند.



شکل ۳: منحنی‌های مغناطش نمونه‌های رسوب پس از جداسازی (بالا) مس و (پایین) نیکل از آب.

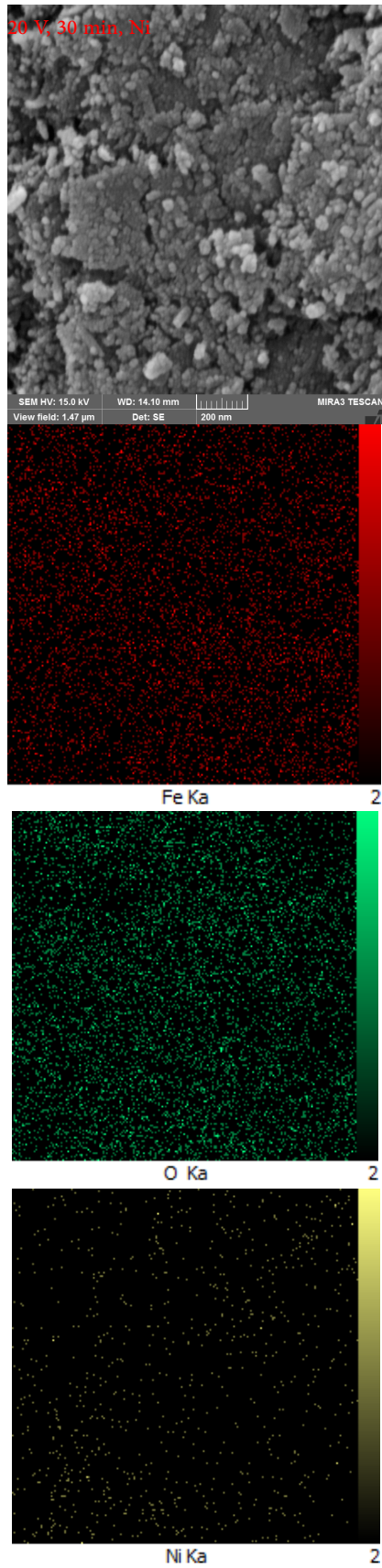
(کارت استاندارد شماره ۰۴۸۱-۰۱۴-۰) است. الگوی نمونه‌ی بدست آمده پس از ۵۲ دقیقه با اعمال ۱۰ ولت علاوه بر سه قله‌ی ذکر شده قله‌ی دیگری را با اندیس (۰۴۰) نشان می‌دهد که می‌تواند حاکی از شکل‌گیری ساختار اورتورومبیک $Ni_2O_3 \cdot H$ در این نمونه باشد.

۲-۳- نتایج VSM

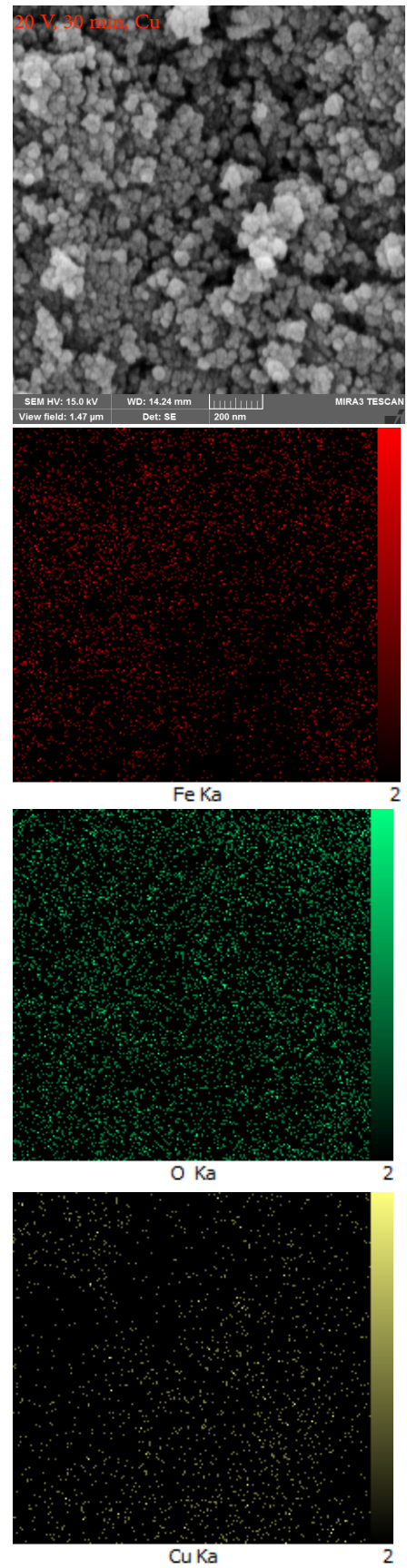
اندازه‌گیری منحنی‌های پسماند مغناطیسی نمونه‌های رسوب با استفاده از یک دستگاه VSM ساخت شرکت ایرانی مغناطیس کویر کاشان انجام شد. نتایج این بررسی در شکل ۳ ارائه شده است. با تغییر قدرت و جهت میدان مغناطیسی اعمال شده، حلقه‌های پسماند مغناطش اشباع و مقدار کمی وادارندگی را نشان می‌دهند. از نتایج VSM می‌توان مشاهده کرد که همه نانوساختارها از نظر مغناطیسی نرم هستند و کمی پسماند دارند، اما مقدار مغناطش اشباع با شرایط حذف آلاینده‌ها تغییر می‌کند. شکل ۳ نشان می‌دهد که مغناطش رسوب به دست آمده پس از حذف مس بیشتر از مغناطش نمونه‌های رسوب پس از حذف نیکل است که این به حضور اکسید آهن در نمونه‌ها مربوط می‌شود که در توافق با الگوهای XRD است.

۳-۳- نتایج SEM

شکل، مورفولوژی و نانوساختار نمونه‌های رسوب تولید شده در طی فرآیند جداسازی آلاینده‌های مس و نیکل از آب، با استفاده از یک دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی SEM مورد مطالعه قرار گرفت. به منظور شناسایی ترکیب عنصری نمونه‌ها از آنالیز پرتو ایکس انرژی پراکنده (EDAX) استفاده شد. شکل ۴ تصاویر SEM نمونه‌های رسوب را به همراه نقشه‌های عناصر آنها نشان می‌دهد. این



شکل ۵: تصاویر SEM رسوب حاصل از جداسازی نیکل از آب آلوده، پس از نیم ساعت با اعمال ولتاژ ۲۰ ولت به همراه نقشه توزیع عناصر.



شکل ۴: تصاویر SEM رسوب حاصل از جداسازی مس از آب آلوده، پس از نیم ساعت با اعمال ولتاژ ۲۰ ولت به همراه نقشه توزیع عناصر.

از فرآیند الکترواکسیداسیون میزان غلظت یون‌های سرب در محلول آبی به کمترین مقدار خود رسیده و به تدریج با افزایش زمان غلظت این یون‌ها رو به افزایش می‌نهد. این گونه به نظر می‌رسد که با افزایش زمان یون‌های جذب شده بر سطح ذرات جاذب از سطح جدا شده و در نتیجه غلظت آن‌ها در محلول افزایش می‌یابد [۶].

۴- نتیجه‌گیری

جداسازی نیکل و مس از آب آلوده، با استفاده از روش الکترواکسایش پالسی آهن با اعمال ولتاژهای مختلف ۱۰ و ۲۰ ولت در زمان متفاوت از ۱۰ دقیقه تا حدود ۶۵ دقیقه بررسی شد. داده‌های جذب اتمی نشان داد که با اعمال ولتاژ ۱۰ ولت غلظت نیکل یا مس پس از حدود ۶۰ دقیقه به مقدار چشمگیری تا حدود ۰.۸٪ کاهش می‌یابد. ساختار و خواص مغناطیسی رسوب توسط XRD، VSM و SEM مورد مطالعه قرار گرفت. الگوهای XRD تشکیل اکسید آهن و ترکیبات مختلف اکسید نیکل یا اکسید مس را بسته به شرایط آزمایشگاهی تایید کردند. تجزیه و تحلیل خواص مغناطیسی نمونه‌های رسوب توسط VSM نشان می‌دهد که بیشترین مغناطش رسوب حاصل پس از حذف مس و نیکل به ترتیب در حدود 10emug^{-1} و 3emug^{-1} است. علاوه بر این، همه نمونه‌ها از نظر مغناطیسی نرم هستند و پسماند کمی از خود نشان می‌دهند. تصاویر SEM به همراه نقشه‌های آنالیز عنصری، حاکی از اندازه نانومتری و وجود آهن، اکسیژن و نیکل یا مس در نمونه‌های رسوب است.

تعارض منافع

نویسندگان این مقاله بدین وسیله اعلام می‌دارند که در ارتباط با انجام، تحلیل، نگارش و انتشار این پژوهش، هیچ‌گونه تعارض منافع مالی، شخصی، علمی یا سازمانی وجود ندارد.

نویسندگان مقاله حاضر در تحقیقی دیگر با همکاری محققین ایرلندی [۶]، حذف و جداسازی فلزات سنگین آنتیموان و سرب از نمونه آب آلوده به روش الکترواکسیداسیون پالسی را مورد بررسی قرار دادند و اثر شرایط مختلف حاکم بر سیستم آزمایشگاهی از جمله تعداد پالس‌ها، ولتاژ و زمان را بر میزان بازده فرآیند حذف آلاینده‌های فلزی بررسی کردند. آن‌ها گزارش داده‌اند که به دنبال افزایش تعداد پالس‌ها از صفر که به حالت پیوسته مربوط می‌باشد تا ۱۰۰ میزان جذب آنتیموان نیز افزایش می‌یابد. این پدیده با بهبود سازوکار واکنش‌ها به دنبال افزایش تعداد پالس‌ها ارتباط مستقیم دارد. زیرا با اعمال ولتاژ با پالس‌های بیشتر جابه‌جایی و حرکت جاب‌ها از سطح الکترودها افزایش یافته و این پدیده به نوبه‌ی خود بر افزایش سرعت واکنش‌ها و شکل‌گیری محصولات بیشتر منجر می‌شود. در نتیجه یون‌های آنتیموان موجود در الکترولیت نیز با احتمال بیشتر به ذرات جاذب موجود در محلول تماس برقرار کرده و بر سطح آن‌ها جذب می‌گردند. از آزمایشات انجام شده با اعمال ولتاژ ۵ و ۱۰ ولت ملاحظه شد که با افزایش زمان الکترواکسیداسیون نیز غلظت یون‌های آنتیموان موجود در محلول آبی الکترولیت به طور چشمگیری کاهش می‌یابد. دلیل بروز این پدیده تسریع سازوکار واکنش‌ها و افزایش رسوب تولید شده به دنبال افزایش ولتاژ و یا زمان الکترواکسیداسیون می‌باشد. نتایج حذف آنتیموان موجود در نمونه پساب صنعتی حاوی آنتیموان متعلق به یک معدن روی، در کشور ایرلند با روش الکترواکسیداسیون تحت ولتاژ ۱۰ ولت به صورت پالسی به مدت ۱۰ ثانیه در هر ۱۳ ثانیه در مدت زمان‌های ۵۰، ۱۰۰، ۲۰۰ و ۵۰۰ ثانیه نشان داد که روند تغییر غلظت آنتیموان موجود در پساب صنعتی برحسب زمان، تابعی نزولی است. علاوه بر این، فرآیند حذف سرب با اعمال ولتاژ ۱۰ ولت در مد پالسی به مدت ۱۰ ثانیه در هر ۱۳ ثانیه بررسی شد. گزارش شده است که روند تغییرات غلظت یون فلزی سرب متفاوت با تغییرات غلظت یون‌های آنتیموان برحسب زمان می‌باشند. پس از ۵۰ ثانیه

منابع

- [10] L. Divband Hafeshjani, "Using Nanotechnology to Reduce Water Salts," Master's Thesis, Shahid Chamran University, Ahvaz, January 2010, [In Persian].
- [11] S. Farzin Sadr, S. Mosivand, "Shape-controlled electro-synthesis of pyrrhotite," *Ceramics International*, 50, 33123-33130, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2024.06.122>
- [15] S. Mosivand, "Effect of mineral additives on magnetite nanoparticles prepared in an electrolytic cell," *Advanced Powder Technology*, 32, 432-444, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.apt.2020.12.020>
- [12] S. Mosivand, I. Kazeminezhad, "Synthesis of Electrocrystallized Cobalt Ferrite Nanopowders by Tuning the Cobalt Salt Concentration," *RSC Advances*, 5, 14796-14803, 2015. <https://doi.org/10.1039/C4RA17162D>
- [13] S. Mosivand, I. Kazeminezhad, "A Novel Synthesis Method for Manganese Ferrite Nanopowders: The Effect of Manganese Salt as Inorganic Additive in Electrosynthesis Cell," *Ceramics International*, 41, 8637-8642, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2015.03.074>
- [14] S. Mosivand, I. Kazeminezhad, "Structural and Magnetic Characterization of Electro-crystallized Magnetite Nanoparticles under Constant Current," *Materials Research Bulletin*, 70, 328-335, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2015.04.053>
- [15] S. Mosivand, I. Kazeminezhad, "Functionalization and Characterization of Electrocrystallized Iron Oxide Nanoparticles in the Presence of b-cyclodextrine," *CrystEngComm*, 18, 417-426, 2016. <https://doi.org/10.1039/C5CE01789K>
- [16] K. Garavand, S. Mosivand, "Electro-crystallized NiO nanoparticles for river-water treatment application," *Applied Physics A*, 127, 73, 2021. <https://doi.org/10.1007/s00339-020-04185-y>
- [17] S. Mosivand, I. Kazeminezhad, "Magnetite nanoparticles functionalized with polypyrrole by pulsed sono-electrocrystallization and their applications for water treatment," *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 29, 12466-12476, 2018. <https://doi.org/10.1007/s10854-018-9365-9>
- [18] M. Adami, S. Mosivand, "Synthesis and study of the crystalline properties of aluminum hydroxide nanoparticles and investigation of their application," *Journal of Research on Many-body Systems*, 10(2), 67-83, 2020, [In Persian].
- [19] S. Mosivand, I. Kazeminezhad, S. Piri Fathabad, "Easy, fast, and efficient removal of heavy metals from laboratory and real wastewater using electrocrystallized iron nanostructures," *Microchemical Journal*, 146, 534-543, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.microm.2019.05.012>
- [1] Q. Xiaolei, P.J.J. Alvarez, L. Qilin, "Applications of nanotechnology in water and wastewater treatment," *Water Res*, 47, 3931-3946, 2013. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2012.09.058>
- [2] S. Piri Fathabad, S. Mosivand, I. Kazeminezhad, "Synthesis and Characterization of Electro-Crystallized Alumina Nanoparticles and Investigation of Their Application in Removal of Cobalt and Cadmium from Seimareh and Karoon Rivers in Iran," *Journal of electronic materials*, 47, 7034-7052, 2018. <https://doi.org/10.1007/s11664-018-6630-x>
- [3] E.L. Cates, "Photocatalytic Water Treatment: So Where Are We Going with This?," *Environ. Sci. Technol.*, 51, 757-758, 2017. <https://doi.org/10.1021/acs.est.6b06035>
- [4] F. Fu, Q. Wang, "Removal of heavy metal ions from waste waters: a review," *J. Environ.Manag.*, 92, 407-418, 2011. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2010.11.011>
- [5] M. Fan, J. Hu, R. Cao, W. Ruan, X. Wei, "A review on experimental design for pollutants removal in water treatment with the aid of artificial intelligence," *Chemosphere*, 200, 330-343, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2018.02.111>
- [6] S. Mosivand, L. M. A. Monzon, I. Kazeminezhad, A. Kumar and J. Michael D. Coey, "Pulsed electrochemical and electroless techniques for efficient removal of Sb and Pb from water," *Environmental Science Water Research & Technology*, 4, 2179-2190, 2018. <https://doi.org/10.1039/C8EW00645H>
- [7] A. Saleh Tawfik, "Materials, nanomaterials, nanocomposites, and methods used for the treatment and removal of hazardous pollutants from wastewater: Treatment technologies for water recycling and sustainability," *Nano-Structures & Nano-Objects*, 39, 101231, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.nanoso.2024.101231>
- [8] J. Liu, C. Li, Z. Zhang, J. Wang, M. Yang, "Green and sustainable in situ water treatment: a review of noble-free catalysts for electrochemical oxygen reduction to hydrogen peroxide," *Green Chemistry*, 26, 8445-8460, 2024. <https://doi.org/10.1039/D4GC00387J>
- [9] Z. Ji, J. Wang, Z. Yan, B. Liu, Z. Liu, H. Chang, H. Liang, "Integrated oxidation and membrane processes for produced water treatment: An overview and challenges," *Separation and Purification Technology*, 351, 128124, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2024.128124>

doi.org/10.1016/j.mtcomm.2020.101714

- [23] K. Yogesh Kumar, T.N. Vinuth Raj, S. Archana, S.B. Benaka Prasad, Sharon Olivera, H.B. Muralidhara, "SnO₂ nanoparticles as effective adsorbents for the removal of cadmium and lead from aqueous solution: Adsorption mechanism and kinetic studies," *J. Water Process Eng.*, 13, 44-52, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2016.07.007>
- [24] H. Moazed, Z. Shammahmadi Heydari, Supervisor: R. Rezaei Kalantari, "Application of rice husk adsorbent in removing cadmium from water and wastewater," Executive Director: Vice President for Research, Shahid Chamran University of Ahvaz, Code: 196/85414, 2010, [In Persian].

doi.org/10.1016/j.microc.2019.01.052

- [20] I. Kazeminezhad, S. Mosivand, "Elimination of copper and nickel from wastewater by electrooxidation method," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 422, 84-92, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2016.08.049>
- [21] S.Z. Shahanshahi, S. Mosivand, "Electro-crystallized SnO₂ nanoparticles for river-water heavy-metal ion pollutant removal process," *Applied Physics A*, 125:652, 1-11, 2019. <https://doi.org/10.1007/s00339-019-2949-2>
- [22] F. Bagheri, S. Mosivand, "Ball-like Nickel Hydroxide Nanoparticles: Electro-synthesis, Characterization, and Application," *Materials Today Communications*, 26, 101714, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2020.101714>