

Lateritik Nikel Yataklarından Nikel Ekstraksiyonu

Proje No: 106M079

Prof.Dr. Yavuz A. TOPKAYA
Ergin BÜYÜKAKINCI
Caner Hakkı KÖSE

MART 2009
ANKARA

ÖNSÖZ

Bu proje kapsamında Türkiye'nin Batı Anadolu yöresindeki Çaldağ ve Gördes lateritik nikel cevherinden nikel ve kobalt hidroksit elde etmek için hidrometalurjik arařtırmalar yürütülmüřtür. Cevherlerin fiziksel, kimyasal ve mineralojik karakterizasyonu sonrası, adı geen cevherlere fiziksel bir zenginleřtirme uygulanmadan, atmosferik řartlarda karıřtırmalı ve kolon li yöntemleri sülfürik asit ortamında uygulanmıřtır. Daha sonra elde edilen metalle yüklü li özeltisi demir, alüminyum, krom ve arsenik gibi safsızlıklarından öktürme yöntemi kullanılarak arıtılmıřtır. Projenin son ařamasında ise nikel ve kobalt arıtılmıř özeltiden öktürülerek belirlenen optimum řartlarda elde edilmiřtir. Bu bilimsel arařtırma TÜBİTAK tarafından 106M079 nolu proje kapsamında desteklenmiřtir.

Önsöz	i
İçindekiler	ii
Tablolar Listesi	iii
Şekiller Listesi	v
Özet (Abstract)	vii
1. Giriş	1
2. Genel Bilgiler	1
3. Numune Temini ve Karakterizasyon	2
3.1. Fiziksel Karakterizasyon	3
3.2. Kimyasal Karakterizasyon	8
3.3. Mineralojik Karakterizasyon	8
3.4. Karakterizasyon Sonuçlarının Değerlendirilmesi	14
4. Karıştırmalı Liç Deneyleri	15
4.1. Çaldağ Laterit Numunesi Karıştırmalı Liç Deneyleri	16
4.2. Çaldağ Yeni Laterit Numunesi Karıştırmalı Liç Deneyleri	21
4.3. Gördes Nontronitik Laterit Numunesi Karıştırmalı Liç Deneyleri	25
4.4. Gördes Limonitik Laterit Numunesi Karıştırmalı Liç Deneyleri	29
4.5. Çok Aşamalı Karıştırmalı Liç Deneyleri	35
4.6. Karıştırmalı Liç Deney Sonuçlarının Değerlendirilmesi	37
5. Kolon Liç Deneyleri	39
5.1. Çaldağ Laterit Numunesi Kolon Liç Deneyleri	40
5.2. Çaldağ Yeni Laterit Numunesi Kolon Liç Deneyi	42
5.3. Gördes Nontronitik Laterit Numunesi Kolon Liç Deneyleri	42
5.4. Gördes Limonitik Laterit Numunesi Kolon Liç Deneyi	51
5.5. Diğer Kolon Liç Deneyleri	52
5.5.1. Gördes Limonit ve Nontronit Karışım Numunesinin Kolon Liç Deneyi	52
5.5.2. Gördes Nontronit Numunesinin Aglomerasyon Sonrası Kolon Liç Deneyi	53
5.6. Kolon Liç Deney Sonuçlarının Değerlendirmesi	54
6. Metalle Yüklü Liç Çözeltisinin Arıtılması ve Nikel-Kobalt Hidroksit Çöktürülmesi	56
6.1. Birinci Demir Arıtma Deneyleri	56
6.1.1. Sodyum Hidroksitle Birinci Demir Arıtma Deneyleri	57
6.1.2. Kalsiyum Karbonatla Birinci Demir Arıtma Deneyleri	58
6.2. İkinci Demir Arıtma Deneyleri	59
6.3. Nikel-Kobalt Hidroksit Çöktürme Deneyleri	60
6.3.1. Birinci Nikel-Kobalt Hidroksit Çöktürme Deneyleri	60
6.3.2. İkinci Nikel-Kobalt Hidroksit Çöktürme Deneyleri	61
6.4. Metalle Yüklü Liç Çözeltisinin Arıtılması ve Nikel-Kobalt Hidroksit Çöktürülmesi Deneysel Çalışmalarının Değerlendirilmesi	63
7. Sonuç ve Öneriler	63
Referanslar	64

TABLOLAR LİSTESİ

Sayfa

Tablo 1. Numunelerin karşılaştırmalı nem oranları	3
Tablo 2. Numunelerin karşılaştırmalı yığın yoğunlukları	3
Tablo 3. Numunelerin karşılaştırmalı yoğunlukları	3
Tablo 4. Çaldağ numunesinin yaş elek analiz verileri	4
Tablo 5. Çaldağ Yeni numunesinin yaş elek analiz verileri	5
Tablo 6. Gördes Nontronit numunesinin yaş elek analiz verileri	6
Tablo 7. Gördes Limonit numunesinin yaş elek analiz verileri	7
Tablo 8. Temsili numunelerin kimyasal analizleri	8
Tablo 9. Çaldağ nikel cevherinin değişik asit konsantrasyonlarında elde edilen karıştırmalı liç verimleri	17
Tablo 10. Çaldağ nikel cevherinin seçilen kombinasyon deneyleri sonucundaki liç çözeltisi analizleri	20
Tablo 11. Çaldağ numunesinin değişik tane boyutlarında zamana ve asit konsantrasyonuna bağlı liç verimleri	20
Tablo 12. Çaldağ numunesinin değişik sıcaklıklarda liç verimleri	21
Tablo 13. Çaldağ Yeni cevherinin değişik asit konsantrasyonlarında elde edilen karıştırmalı liç verimleri	21
Tablo 14. Çaldağ Yeni nikel cevherinin 5N H ₂ SO ₄ -24 saat deneyi sonucundaki liç çözeltisi analizi	24
Tablo 15. Çaldağ Yeni numunesinin değişik tane boyutlarında liç verimleri	25
Tablo 16. Çaldağ Yeni numunesinin değişik sıcaklıklarda liç verimleri	25
Tablo 17. Gördes Nontronitik nikel cevherinin değişik asit konsantrasyonlarında elde edilen karıştırmalı liç verimleri	25
Tablo 18. Gördes Nontronit nikel cevherinin 4N H ₂ SO ₄ -24 saat deneyi sonucundaki liç çözeltisi analizi	28
Tablo 19. Gördes Nontroniti numunesinin değişik tane boyutlarında liç verimleri	28
Tablo 20. Gördes Nontroniti numunesinin değişik sıcaklıklarda liç verimleri	29
Tablo 21. Gördes Limonitik nikel cevherinin değişik asit konsantrasyonlarında elde edilen karıştırmalı liç verimleri	30
Tablo 22. Gördes Limonit nikel cevherinin 5N H ₂ SO ₄ -24 saat deneyi sonucundaki liç çözeltisi analizi	33
Tablo 23. Gördes Limonit numunesinin değişik tane boyutlarında liç verimleri	33
Tablo 24. Gördes Limonit numunesinin değişik sıcaklıklarda liç verimleri	33
Tablo 25. Çok aşamalı liç deney sonuçları (katı-sıvı ayrımı yapılmamış)	36
Tablo 26. Çok aşamalı liç deney sonuçları (katı-sıvı ayrımı yapılmış)	37
Tablo 27. Cevherlerin karıştırmalı liç deneylerinde karşılaştırılmalı asit tüketimleri	39
Tablo 28. Çaldağ numunesi kolon testi karşılaştırmalı liç verimleri sonuçları	41
Tablo 29. Çaldağ Yeni numunesi kolon testi karşılaştırmalı liç verimleri sonuçları	42
Tablo 30. Gördes Nontronit numunesi kolon testleri karşılaştırmalı liç verimleri tablosu	45
Tablo 31. Gördes Nontronit numunesi kolon testleri için hesaplanan çözelti analizi	45
Tablo 32. Gördes Nontronit numunesi kolon testlerinde değişik asit konsantrasyonlarının liç verimlerine etkisi	48
Tablo 33. Gördes Nontronitinin değişik asit konsantrasyonundaki kolon deneylerinde asit tüketim miktarları ve ORP değerleri	48
Tablo 34. Gördes Nontronit numunesi kolon testlerinde değişik asit debilerinin liç verimlerine etkisi	50
Tablo 35. Gördes Nontronitinin değişik çözelti debilerinde kolon deneylerinde asit tüketim miktarları ve ORP değerleri	50
Tablo 36. Gördes Nontronit numunesi kolon testlerinde değişik asit çözeltisi hacimlerinin liç verimlerine etkisi	51

Tablo 37. Gördes Limonit numunesi kolon testi karşılaştırmalı liç verimleri sonuçları	51
Tablo 38. Gördes Karışım numunesi kolon testinin karşılaştırmalı liç verimleri sonuçları	52
Tablo 39. Gördes Nontronit numunesi kolon testlerinde aglomerasyonun liç verimlerine etkisi	53
Tablo 40. Çözelti pH'ına bağlı olarak NaOH ile birinci demir arıtması sonuçları (Sıcaklık 90°C)	57
Tablo 41. Sıcaklığa bağlı olarak NaOH ile birinci demir arıtması sonuçları	57
Tablo 42. Süreye bağlı olarak NaOH ile birinci demir arıtması sonuçları (Sıcaklık 70°C)	57
Tablo 43. Çözelti pH'ına bağlı olarak CaCO ₃ ile birinci demir arıtması sonuçları (Sıcaklık 90°C)	58
Tablo 44. Sıcaklığa bağlı olarak CaCO ₃ ile birinci demir arıtması sonuçları	58
Tablo 45. Süreye bağlı olarak CaCO ₃ ile birinci demir arıtması sonuçları (Sıcaklık 90°C)	58
Tablo 46. Çözelti pH'ına bağlı olarak CaCO ₃ ile ikinci demir arıtması sonuçları (Sıcaklık 90°C)	59
Tablo 47. Çözelti pH'ına bağlı olarak CaCO ₃ ile ikinci demir arıtması sonuçları (Sıcaklık 70°C)	59
Tablo 48. Sıcaklığa bağlı olarak CaCO ₃ ile ikinci demir arıtması sonuçları	60
Tablo 49. MgO ilavesine bağlı olarak MHP1 çöktürmesi sonuçları (Sıcaklık 50°C)	61
Tablo 50. Süreye bağlı olarak MHP1 çöktürmesi sonuçları (Sıcaklık 50°C)	61
Tablo 51. Çözelti pH'ına bağlı olarak MHP2 çöktürmesi sonuçları (Sıcaklık 60°C)	62
Tablo 52. Süreye bağlı olarak MHP2 çöktürmesi sonuçları (Sıcaklık 60°C)	62
Tablo 53. Sıcaklık, süre ve pH'a bağlı olarak MHP2 çöktürmesi sonuçları	62

ŞEKİLLER LİSTESİ

Sayfa

Şekil 1. Çaldağ numunesinin yaş elek analiz grafiği	4
Şekil 2. Çaldağ Yeni numunesinin yaş elek analizi	5
Şekil 3. Gördes Nontronit numunesinin yaş elek analizi grafiği	6
Şekil 4. Gördes Limonit numunesinin yaş elek analizi grafiği	7
Şekil 5. Çaldağ numunesinin XRD grafiği	9
Şekil 6. Çaldağ Yeni numunesinin XRD grafiği	9
Şekil 7. Gördes Nontronit numunesinin XRD grafiği	10
Şekil 8. Gördes Limonit numunesinin XRD grafiği	10
Şekil 9. Çaldağ numunesinin TGA-DTA analizleri grafiği	11
Şekil 10. Çaldağ Yeni numunesinin TGA-DTA analizleri grafiği	12
Şekil 11. Gördes Nontronit numunesinin TGA-DTA analizleri grafiği	13
Şekil 12. Gördes Limonit numunesinin TGA-DTA analizleri grafiği	13
Şekil 13. Karıştırmalı liç sistemi	16
Şekil 14. Çaldağ numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı nikel liç verimi grafiği	17
Şekil 15. Çaldağ numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı kobalt liç verimi grafiği	18
Şekil 16. Çaldağ numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı demir liç verimi grafiği	18
Şekil 17. Çaldağ numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı arsenik liç verimi grafiği	19
Şekil 18. Çaldağ numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı krom liç verimi grafiği	19
Şekil 19. Çaldağ Yeni numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı nikel liç verimleri	22
Şekil 20. Çaldağ Yeni numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı kobalt liç verimi grafiği	22
Şekil 21. Çaldağ Yeni numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı demir liç verimi grafiği	23
Şekil 22. Çaldağ Yeni numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı arsenik liç verimi grafiği	23
Şekil 23. Çaldağ Yeni numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı krom liç verimi grafiği	24
Şekil 24. Gördes Nontroniti numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı nikel liç verimi grafiği	26
Şekil 25. Gördes Nontroniti numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı kobalt liç verimi grafiği	26
Şekil 26. Gördes Nontroniti numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı demir liç verimi grafiği	27
Şekil 27. Gördes Nontroniti numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı arsenik liç verimi grafiği	27
Şekil 28. Gördes Nontroniti numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı krom liç verimi grafiği	28
Şekil 29. Gördes Nontronit numunesinin liç öncesi ve sonrası XRD grafikleri	29
Şekil 30. Gördes Limonit numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı nikel liç verimi grafiği	30
Şekil 31. Gördes Limonit numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı kobalt liç verimi grafiği	31
Şekil 32. Gördes Limonit numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı demir liç verimi grafiği	31
Şekil 33. Gördes Limonit numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı arsenik liç verimi grafiği	32
Şekil 34. Gördes Limonit numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı krom liç verimi grafiği	32
Şekil 35. Gördes Limonit numunesinin liç öncesi ve sonrası XRD grafikleri	34
Şekil 36. Değişik lateritlerin 2N asit konsantrasyonunda zamana bağlı nikel liç verimleri grafiği	34

Şekil 37. Değişik lateritlerin 4N asit konsantrasyonunda zamana bağlı nikel liç verimleri grafiği	35
Şekil 38. Değişik lateritlerin 5N asit konsantrasyonunda zamana bağlı nikel liç verimleri grafiği	35
Şekil 39. Gördes Nontroniti karıştırmalı liç öncesi ve sonrası tane boyutu dağılımı	38
Şekil 40. Kolon liç sistemi	40
Şekil 41. Çaldağ numunesi kolon testi liç verimi grafiği	41
Şekil 42. Çaldağ Yeni numunesi kolon testi liç verimi grafiği	42
Şekil 43. Gördes Nontronit numunesi kolon testleri nikel liç verimi grafiği	43
Şekil 44. Gördes Nontronit numunesi kolon testleri kobalt liç verimi grafiği	43
Şekil 45. Gördes Nontronit numunesi kolon testleri demir liç verimi grafiği	44
Şekil 46. Gördes Nontronit numunesi kolon testleri XRD grafikleri	44
Şekil 47. Gördes Nontronit numunesi kolon testinde değişik asit konsantrasyonlarının nikel liç verimine etkisi	46
Şekil 48. Gördes Nontronit numunesi kolon testlerinde değişik asit konsantrasyonlarının kobalt liç verimine etkisi	47
Şekil 49. Gördes Nontronit numunesi kolon testlerinde değişik asit konsantrasyonlarının demir liç verimine etkisi	47
Şekil 50. Gördes Nontronit numunesi kolon testlerinde değişik çözelti debilerinin nikel liç verimine etkisi	49
Şekil 51. Gördes Nontronit numunesi kolon testlerinde değişik çözelti debilerinin kobalt liç verimine etkisi	49
Şekil 52. Gördes Nontronit numunesi kolon testlerinde değişik çözelti debilerinin demir liç verimine etkisi	50
Şekil 53. Gördes Limonit numunesi kolon testi liç verimi grafiği	52
Şekil 54. Gördes Limonit-Nontronit karışım numunesi kolon testi liç verimi grafiği	53
Şekil 55. Gördes Nontronit numunesi aglomerasyon kolon testi liç verimi grafiği	54

ÖZET

Bu proje kapsamında Çaldağ, Çaldağ(Yeni) ve Gördes(Limonit, Nontronit) lateritik nikel cevherinden nikel ve kobalt ekstraksiyonu için hidrometalurjik arařtırmalar yürütülmüřtür.

Yapılan fiziksel, kimyasal ve mineralojik karakterizasyon sonucu numunelerdeki nikelin %1,15–1,28, kobaltın ise %0,044–0,083 arasında deęiřtięi belirlenmiřtir. Mineralojik olarak üzerinde arařtırma yapılan her dört örnekte de deęiřen oranlarda kuartz, kalsit, götit, serpantin mineralleri belirlenmiřtir. Daha az oranlarda simektit, hematit, dolomit de lateritlerde bulunmaktadır.

Karıřtırmalı liç deneylerinde elde edilen sonuçlar, lateritik cevherlerde bulunan nikelin ve kobaltın yüksek oranlarda atmosferik řartlarda sülfürik asitli çözeltiliye alınabileceęini göstermiřtir. Bařlangıç asit konsantrasyonu 5N H₂SO₄ olarak seçildięinde 24 saat sonunda dört lateritin her birinden %90'dan fazla nikelin ve %60–80 kobaltın aşırı asit tüketimiyle liç edilebileceęini göstermiřtir. Bu yöntem kullanıldıęında asit tüketiminin azaltılmasının yolu öncelikle limonitik cevheri yüksek asit konsantrasyonunda liç etmek, daha sonra metalle yüklü çözeltide kalan asitte nontronitik lateriti liç işlemine tabi tutmaktır.

Kolon liçi deneylerinde elde edilen sonuçlar, dört laterit cevherinde de bulunan nikel ve kobaltın sülfürik asitli çözeltiliye kolon liç yöntemiyle, atmosferik karıřtırmalı liç yöntemine göre daha uzun bir sürede alınabileceęini göstermiřtir. Çaldağ numunesi ile yapılan kolon liç çalıřması kabul edilebilir liç verimlerine ulařmak için uzun bir zaman gerektięini göstermektedir. Deneyin 521 günlük süresi sonucunda %72,3 nikel ve %76,8 kobalt liç verimlerine ulařılabilmiiřtir. Çaldağ Yeni ve Gördes Limonitinin de kolonda kolay liç olmadıęı ve liç süresinin en az 1,5 yılı bulacaęı belirlenmiřtir. Kolonda en kolay liç olan Gördes Nontronit cevheridir. Liç işleminde 100 gr/l'tlik sülfürik asit çözeltilisi kullanıldıęı takdirde 4 ay içerisinde nikel %85, kobalt ise %64 oranında liç çözeltilisine alınabilmektedir.

Projenin son aşamasında elde edilen metalle yüklü liç çözeltilisi demir, alüminyum, krom ve arsenik gibi safsızlıklarından iki kademedede CaCO₃ kullanılarak arıtılmıřtır. Daha sonra nikel ve kobalt arıtılmıř çözeltiden iki kademedede çöktürülerek elde edilmiřtir. Birinci demir arıtmasının optimum deęerleri pH 2,5'da çöktürme sıcaklıęı 90°C ve çöktürme süresi 1 saattir. İkinci demir arıtması için belirlenen optimum kořullar ise pH 4,25'de çöktürme sıcaklıęı 70°C ve çöktürme süresi yine 1 saattir. Birinci nikel ve kobalt çöktürmesi için en uygun reaktif MgO olup, ikinci kademe için ise Ca(OH)₂'tir. Birinci kademe MHP çöktürmesi için belirlenen optimum řartlar pH 7,0'de 50°C çöktürme sıcaklıęı ve 1 saatlik çöktürme süresidir. İkinci kademe MHP çöktürmesi için ise pH 7,5'da 50°C çöktürme sıcaklıęı ve 3 saatlik çöktürme süresi optimum řartlar olarak belirlenmiřtir. Yapılan çözelti arıtması ve çöktürme çalıřmaları sonucunda 40,9 %Ni, 1,0 %Co, 2,7 %Mn, 0,12 %Al, 2,3 %Mg, 0,1 %Fe, 0,015 %Cr, 0,3 %Zn, 0,03 %Cu, 4,38 %S içeren MHP1 ürünü elde edilmiř bulunmaktadır.

Anahtar Kelimeler: Hidrometalurji, nikel, kobalt, sülfürik asit, kolon liçi, karıřtırmalı liç, çöktürme, çözelti arıtma

ABSTRACT

In this project, hydrometallurgical research was conducted in order to extract nickel and cobalt from Çaldağ, Çaldağ (New) and Gördes (Limonite, Nontronite) type lateritic ores.

As a result of physical, chemical and mineralogical characterization of ore samples, it was determined that 1.15-1.28% nickel and 0.044-0.083% cobalt were present. Mineralogical investigations on all four samples indicated the presence of quartz, calcite, goethite, serpentine. In the laterites smectite, hematite, dolomite were also present in lesser amounts.

Agitative leaching experiments under atmospheric conditions with sulphuric acid showed that nickel and cobalt present in lateritic samples could be leached with high extractions. If the initial acid concentration was chosen to be 5N H₂SO₄, it was found that leaching of more than 90% of the nickel and 60-80% of the cobalt present in all four lateritic samples was possible with excessive acid consumption in 24 hours. In order to decrease the acid consumption, limonitic laterite should be leached first with high acid concentration then the nontronitic laterite should be leached in the residual acid.

Column leaching experiments for all four laterites indicated that extraction of nickel and cobalt would take a longer time as compared to atmospheric agitative leaching. Column leaching tests carried out with Çaldağ sample showed that to obtain acceptable recoveries long leaching durations were necessary. In fact a nickel extraction of 72.3% and a cobalt extraction of 76.6% could be obtained in 521 days. Column testing of Çaldağ New and Gördes Limonite samples also indicated that these samples were not easy to leach and required leaching durations up to 1.5 years. The lateritic ore sample that could be leached very easily was Gördes Nontronite. If a sulphuric acid concentration of 100 g/lit was used in column leaching of this laterite, it was possible to obtain 85% nickel and 64% cobalt extractions in 4 months.

In the final stage of this project, the pregnant leach solution obtained was purified from iron, aluminum, chromium and arsenic by precipitation with CaCO₃ in two stages. Then, nickel and cobalt were precipitated from the purified pregnant leach solution again in two stages. The optimum condition for the first stage iron purification was found to be at pH 2.5, precipitation temperature of 90°C and precipitation duration of 1 hour. For the second iron purification, the optimum conditions were pH 4.25, precipitation temperature of 70°C and duration of 1 hour. For the first stage precipitation of nickel and cobalt, the most suitable reagent is MgO and for the second stage it is Ca(OH)₂. The optimum conditions determined for the first stage MHP were pH 7.0, precipitation temperature of 50°C with 1 hour precipitation duration. For the second stage MHP precipitation, the optimum conditions were at pH 7.5, precipitation temperature of 50°C and duration of 3 hours. At the end of pregnant leach solution purification and precipitation experiments, MHP1 with a chemical analysis of 40.9 %Ni, 1.0 %Co, 2.7 %Mn, 0.12 %Al, 2.3 %Mg, 0.1 %Fe, 0.015 %Cr, 0.3 %Zn, 0.03 %Cu, 4.38 %S was obtained.

Key Words: Hydrometallurgy, nickel, cobalt, sulphuric acid, column leaching, agitative leaching, precipitation, solution purification

1. Giriş

Bu proje kapsamında Türkiye'nin Batı Anadolu Bölgesinde bulunan lateritik tipteki nikel yataklarına atmosferik şartlar altında uygulanan karıştırmalı liç ve yığın liçi yöntemleri ile nikel ve kobalt gibi kıymetli metallerin çözeltiye alınması ve metalle yüklü çözeltiden demir arıtması sonrası çöktürme yöntemiyle nikel-kobalt hidrosit (MHP-mixed hydroxide precipitate) elde etme çalışmaları yürütülmüştür.

2. Genel Bilgiler

Nikel, yer kabuğundaki belli başlı elementlerden biri olup, yüz yıla yakın bir süredir başta değişik alaşımlar, kaplamacılık ve paslanmaz çelik üretimi olmak üzere endüstride yaygın olarak kullanılmaktadır. Dünyada yıllık nikel tüketimi 1,5 milyon ton dolayındadır. Dünyanın en büyük nikel üreticisi ise Rusya'nın Norilsk şirkettir ve bu üretimini genelde Sibiry'a'daki sülfürlü yataklardan yapmaktadır.

Kökenlerine göre nikel cevheri yatakları iki grup altında toplanırlar. Bunlardan ilki başlıca nikel mineralinin pentlandit $[(Fe,Ni)_9S_8]$ olduğu sülfür tipte yataklardır. İkinci grup ise, lateritik tipte yataklardır. Lateritik yatakların üst zonları limonit, alt zonları ise nontronit ve saprolit olarak adlandırılırlar. Limonit tipi, düşük magnezyum ve yüksek demirli lateritlerde nikel içeren ana mineral nikelli götittir $[(Fe,Ni)O.OH]$. Lateritik nikel cevherleri içerisinde ana kobalt taşıyıcı mineral ise asbolandır $[(Co,Ni)_{1-y}(MnO_2)_{2-x}(OH)_{2-2x+2y}.nH_2O]$. Yüksek veya çok yüksek magnezyum ve düşük demir içeren nontronit ve saprolit tipi lateritlerde ise nikel; serpantin $[(Mg,Fe,Ni)_3Si_2O_5(OH)_4]$ veya simektit $[Na_{0,3}Al_2(Si_{3,7}Al_{0,3})O_{10}.(OH)_2]$ minerallerinin kristal yapısında veya yüzeylerine tutunmuş (adsorbed) şekilde bulunur. Nontronit, limonitik ve saprolitik zonlar arasında bulunan geçiş zonuna verilen isimdir (BOLDT,1967).

Günümüze kadar nikel üretiminin ana kaynağını oluşturan sülfür tipi yataklar giderek önemini yitirmekte ve yerini lateritik tip yataklara bırakmaktadır. Bunun en önemli sebebi, günümüz dünya toplam nikel rezervlerinin %85'inin lateritik tip yataklarda bulunmasından kaynaklanmaktadır.

Lateritik tipteki nikel cevherleri genelde piro veya hidrometalurjik yöntemler kullanılarak değerlendirilmektedir. Pirometalurjik değerlendirmeye Yunanistan, Makedonya, Rusya, Kolombiya, Dominik Cumhuriyeti, Brezilya, Yeni Kaledonya, Endonezya ve Japonya örnek olarak verilebilirler. Lateritik cevherler genelde %1–1,5 Ni ve az miktarda kobalt (%0,05-0,08) içerirler. Bu tip cevherler döner bir fırında kömürle redükleme yapıldıktan sonra, ark fırınına beslenerek %12–14 nikel içeren bir alaşım oluşturulur. Bu alaşım daha sonra konverterde %20–25 Ni içeren ferronikelle dönüştürülerek pazarlanır. Bu proses sırasında kobaltın tamamı curufta kaybedilmektedir. Yunanistan ve Makedonya gibi ülkelerde uygulanan bu yöntem arseniği düşük Türk lateritik cevherlerine de uygundur. Fakat bu proses, nontronitik ve saprolitik lateritler için daha uygun olup, ekonomik olabilmesi için lateritin nikel tenörünün %1'den oldukça yüksek olması ve ucuz enerji kaynakları gerektirmektedir. Ayrıca lateritlerden yüksek fırınlarda pirometalurjik yöntemler kullanılarak nikelli pik üretimi Çin'de yapılmaktadır.

Hidrometalurjik yöntemler ise lateritlere uzun yıllardır uygulanmaktadır. Küba'nın Moa Bay işletmesi bunun en iyi örneğini teşkil eder. Hidrometalurjik yöntemler amonyak veya sülfürik asitle liçi esas almaktadır. Son yıllarda HPAL (high pressure acid leach) prosesi yaygınlık kazanmıştır. Bu proseste lateritik nikel cevheri yüksek basınç altında ve yüksek sıcaklıkta (245-270°C) sülfürik asitle bir saat içerisinde otoklavda liç edilir bu şekilde nikel ve kobalt %95'ten yüksek verimlerle kazanılabilir (CHOU, 1977). Bu tip proses uygulamaları Küba'nın Moa Bay, Batı Avustralya'nın Bulong, Cawse, Murrin Murrin ve Filipinlerin Coral Bay işletmelerinde bulunmaktadır. Bulong tesisi şu anda kapalı olup diğerleri faaliyet göstermektedir. Günümüzde kurulması planlanan veya kuruluşu devam eden Goro (Yeni Kaledonya), Ambatovy (Madagaskar), Vermelho (Brezilya), Weda Bay (Endonezya), Ramu River (Papua Yeni Gine), Gladstone (Avustralya), Marlborough (Avustralya), Syerston (Avustralya), Young (Avustralya), Mount Margaret (Avustralya), Kargoorlie (Avustralya), Nonoc (Filipinler), Mindoro (Filipinler), Fenix (Guatemala) tesislerinin tümü HPAL olarak öngörülmektedir (WHITTINGTON, 2000). Ayrıca lateritik cevherler uygulanan bir redükleme sonrası, amonyaklı amonyum karbonat $[NH_3-(NH_4)_2CO_3]$ kullanılarak Caron Prosesine göre Küba'nın Nicaro ve Punta Gorda, Avustralya'nın Yabulu işletmelerinde liç edilmekte, metalle yüklü çözeltiden solvent ekstraksiyon (SX) sonrası nikel ve kobalt

üretilmektedir (MOSKALYK, 2002).

Lateritik nikel cevherlerinin yığın liçi (HL) (Heap Leach) yöntemiyle değerlendirilmesi konusunda özellikle Yunanistan'da laboratuvar ölçeğinde çalışmalar yapılmış ve patentler alınmış bulunmaktadır (AGATZINI-LEONARDOU, 2004). Ülkemizde de Batı Anadolu'da Çaldağ'da yığın liçi çalışmaları pilot ölçekte denenmekte ve ticari tesis kurulması amacıyla planlar yapılmaktadır (OXLEY, 2006). Avustralya'da da birçok pilot ölçekli yığın liç çalışmaları Minara (Murrin Murrin Projesi), Metallica (Nornico ve Lucky Break Projeleri), Heron (Jump-Up Dam Projesi), GME (NiWest Nickel Laterite Projesi), Niagara Mining (Mt.Windarra Projesi) gibi şirketler tarafından sürdürülmektedir, Filipinlerin Acoje saproliti için ise Rusina Şirketi tarafından alternatif olarak düşünülmektedir. Ayrıca Çin'in Yunan yöresinde ilk ticari HL denemeleri Yunan Tin şirketi tarafından yapılmış bulunmaktadır.

Lateritik nikel cevherlerinden atmosferik şartlarda sülfürik asitli ortamda karıştırmalı liç (AL) (agitative leach) yöntemiyle nikel ve kobalt kazanılmasına dönük bir çok laboratuvar ve pilot araştırması bulunmaktadır (CURLOOK, 2004). 2008 yılında BHP Şirketine ait Ravensthorpe (Avustralya) işletmesinde limonitik lateriti ($Mg < \%6$) HPAL, saprolitik lateritik cevheri ($Mg > \%6$) ise AL ile işleyecek bir tesis devreye girmiştir. Diğer taraftan Kazakistan'ın Shevchenko nikel laterit yatağında AL yönteminin kullanılacağı bir tesisin Oriol Resources Şirketi tarafından kurulacağı, laboratuvar ve pilot testlerinin olumlu sonuçlar verdiği literatüre yansımış bulunmaktadır (McDONALD, 2008a). Barra Resources Şirketi de Avustralya'nın Mt.Thirsty manganezli nikel laterit projesinde AL metodunu denemeyi planlamaktadır. Braemore Resources Şirketi ise Avustralya'nın Leinster nikel sülfür cevheri atıklarına (tailings) AL uygulamayı düşünmektedir. Atmosferik şartlarda klorür (Chloride) ve biyo-liç (Bioleaching) yöntemleri de lateritler üzerinde denenmektedir (McDONALD, 2008b). Guatemala'da Jaguar Nickel Şirketinin Sechol nikel-kobalt cevherine uyguladığı klorür liçi (Atmospheric Chloride Leaching) buna örnek olarak verilebilir. Sadece AL kullanan ticari bir nikel üretim tesisi dünyada şu anda bulunmamaktadır.

Hidrometalurjik yöntemle nikel ve diğer kıymetli metallerin elde edilmesinin sağladığı en büyük avantaj bu yöntemin ekonomik olmasıdır. Bu nedenle projeye atmosferik şartlarda yığın liçi ve karıştırmalı liç deneyleri ile başlanmıştır. Elde edilen deneysel veriler göz önüne alındığında basınç altında otoklavda liç çalışmasının bu aşamada yapılmasına gerek görülmemiştir.

3. Numune Temini ve Karakterizasyonu

Proje kapsamında iki yöreden temin edilen 4 farklı cevher ile çalışmalar yapılmıştır. Projede daha önce Çaldağ–Turgutlu–Manisa yöresinden MTA tarafından temin edilmiş lateritik nikel cevher numunesi ile laboratuvar çalışmalarına başlanmıştır. Toplam ağırlığı 360 kg olarak belirlenen numune -1 cm'e çeneli kırıcı ve bir elek yardımıyla önceden kırılmış olup, numune daha sonra dörtleme yöntemiyle daha küçük ölçekte örnekler ayrıştırılmıştır. Çaldağ numunesinin uzun süre önce ODTÜ, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümüne gelmiş olması ve nemliliğini büyük oranda kaybetmiş olması dolayısıyla, Çaldağ yöresinde şu anda faaliyet gösteren ve 33 milyon ton 1,13%Ni tenörlü limonitik laterit sahasının sahibi olan Sardes Nikel firmasından temsili yeni numune istenmiştir. Firmanın bu talebe olumlu yanıt vermesi üzerine 2007 yılı Şubat ayında 300 kg temsili yeni numune temin edilmiştir. Numunenin tane boyutu -2 cm'dir.

Ayrıca kurulan deney düzeneğinde tek bir maden yatağına ait cevhere bağlı kalmamak ve ülkemizde bulunan değişik lateritik yataklarının asitle liç özelliklerini araştırıp karşılaştırmak amacıyla, Gördes – Manisa yöresinde faaliyet gösteren ve Türkmen Çardağında 13 milyon ton görünür, diğer bölgeler dahil 32 milyon ton mümkün, DPT Raporlarına göre ise muhtemel 68,5 milyon ton rezervli limonitik ve nontronitik nikel laterit sahasının sahibi olan META Nikel Kobalt A.Ş. firmasından, -2 cm tane boyutunda nontronit ve limonit tipinde lateritik nikel cevherleri talebinde bulunulmuştur. Firmanın olumlu cevabı neticesinde 200 kg limonit ve 410 kg nontronit tipi temsili nikel laterit numuneleri temin edilmiştir. Bu proje çerçevesinde değişik yataklardan elde edilen numuneler ile yapılması planlanan deneyler neticesinde daha kapsamlı sonuçlara ulaşılması öngörülmüştür.

3.1. Fiziksel Karakterizasyon

Proje kapsamında çalışılan dört farklı numune karakterizasyon çalışmaları için dörtleme yöntemiyle daha küçük ölçekte temsili örnekler ayrılmıştır. Öncelikle temsili numuneler nem tayini için kurutma fırınında 105°C sıcaklıkta sabit ağırlığa erişinceye kadar bekletilmiş; böylece içinde bulunan suyun buharlaşması sağlanarak ağırlık kaybına dayalı olarak cevherlerin içindeki su yüzdeleri hesaplanmıştır. Numunelerin fiziksel su yüzdeleri Tablo 1’de verilmektedir.

Tablo 1. Numunelerin karşılaştırmalı nem oranları

Numune Adı	% Su (fiziksel)
Çaldağ	2,65
Çaldağ (Yeni)	9,47
Gördes (Nontronit)	40,10
Gördes (Limonit)	23,47

Fiziksel karakterizasyon çerçevesinde yığın yoğunluğu ölçümü yapılmıştır. Temsili orijinal numunelerin karşılaştırmalı yığın yoğunlukları Tablo 2’de verilmektedir.

Tablo 2. Numunelerin karşılaştırmalı yığın yoğunlukları

Numune Adı	Yığın Yoğunluğu (gr/cm ³)
Çaldağ	1,42
Çaldağ (Yeni)	1,27
Gördes (Nontronit)	0,93
Gördes (Limonit)	1,04

Temsili kurutulmuş numuneler yoğunluk analizi için -400 Tyler meşe (-38 mikron) öğütülmüştür. Yoğunluk analizleri, ODTÜ–Merkezi Laboratuvar’ında yaptırılmış olup; helyum piknometre cihazı ile yapılan ölçümlerde 26,7°C sıcaklıkta belirlenen temsili numunelerin yoğunlukları Tablo 3’te verilmektedir.

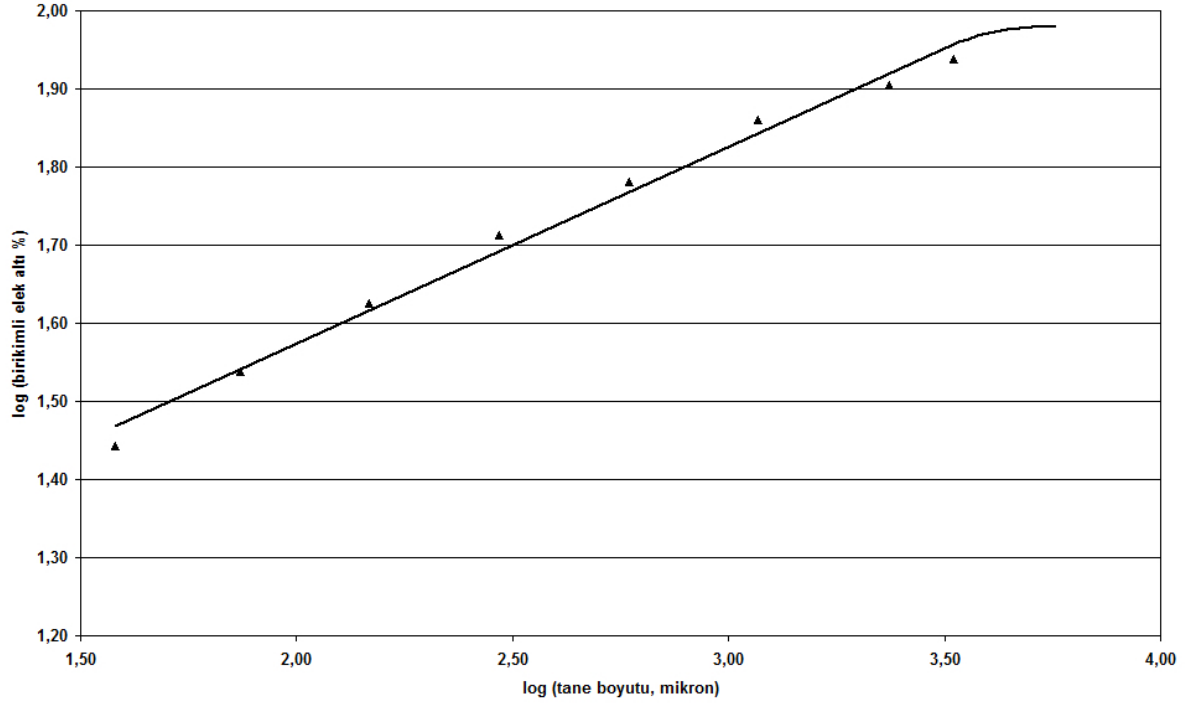
Tablo 3. Numunelerin karşılaştırmalı yoğunlukları

Numune Adı	Yoğunluk (gr/cm ³)
Çaldağ	3,00
Çaldağ (Yeni)	3,24
Gördes (Nontronit)	2,64
Gördes (Limonit)	3,26

Temsili kurutulmuş orijinal numuneler, 8 elekten oluşan titreşimli elek sisteminde yaş olarak elenerek numunelerin tane boyutu dağılımları bulunmuştur. Dört numuneye ait tane boyutu dağılımları aşağıdaki Tablolar 4-7 ve Şekiller 1-4’te verilmektedir.

Tablo 4. Çaldağ numunesinin yaş elek analiz verileri

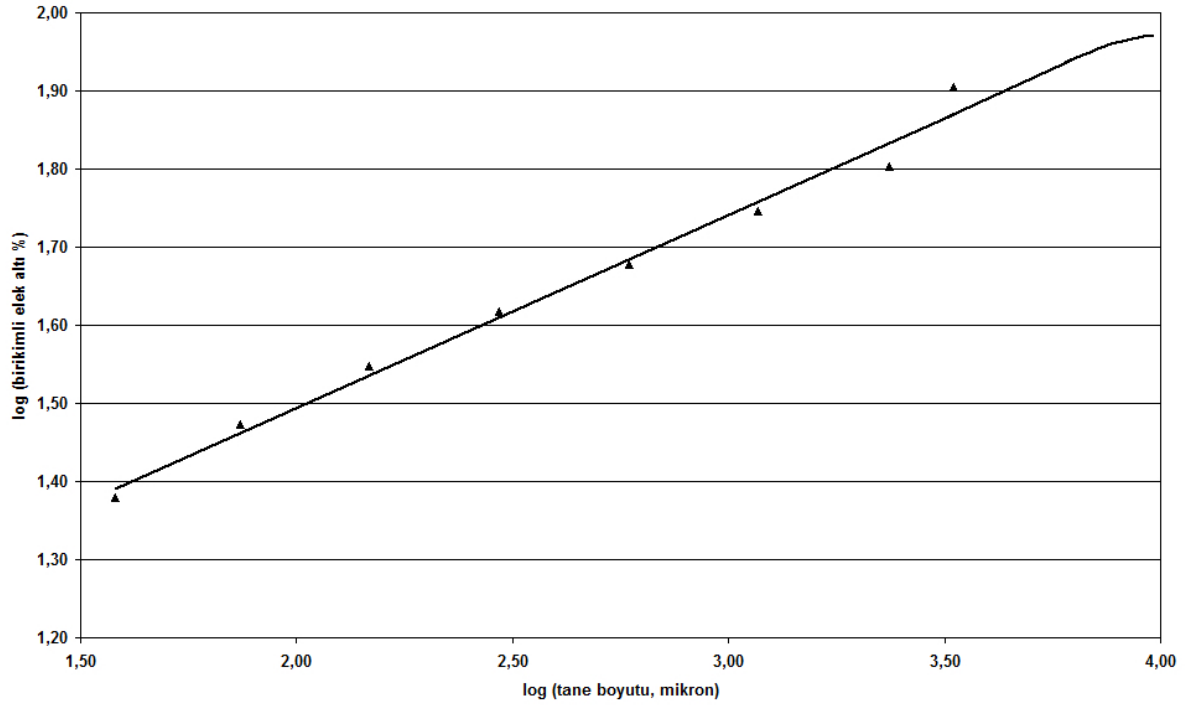
Tyler Meş	Elek açıklığı, mm	Elek üstü %	Birikimli elek üstü %	Log (tane boyutu, mikron)	Birikimli elek altı %	log (birikimli elek altı %)
+ 6	3,327	13,23	13,23	3,52	86,77	1,94
+ 8	2,362	6,34	19,57	3,37	80,43	1,91
+ 14	1,168	8,04	27,61	3,07	72,39	1,86
+ 28	0,589	11,96	39,57	2,77	60,43	1,78
+ 48	0,295	8,79	48,36	2,47	51,64	1,71
+ 100	0,147	9,38	57,74	2,17	42,26	1,63
+ 200	0,074	7,77	65,51	1,87	34,49	1,54
+ 400	0,038	6,72	72,23	1,58	27,77	1,44
- 400	0,038	27,77	-	-	-	-



Şekil 1. Çaldağ numunesinin yaş elek analiz grafiği

Tablo 5. Çaldağ Yeni numunesinin yaş elek analizi verileri

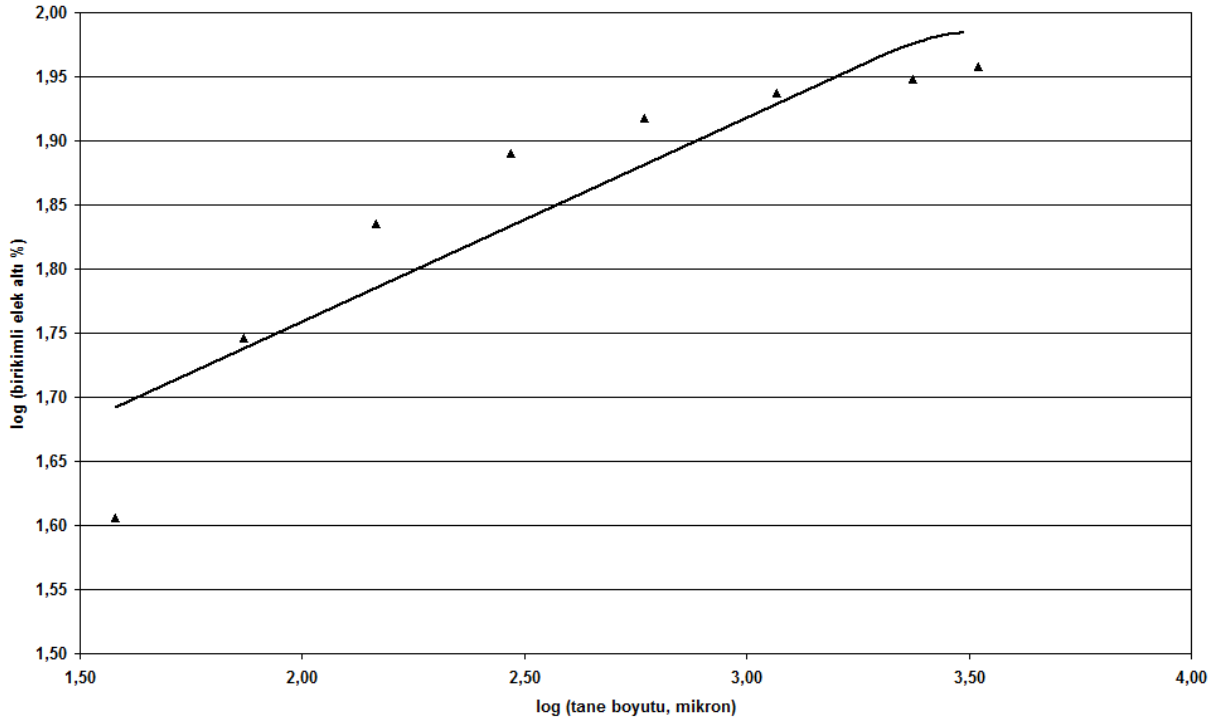
Tyler Meş		Elek açıklığı, mm	Elek üstü %	Birikimli elek üstü %	Log (tane boyutu, mikron)	Birikimli elek altı %	log (birikimli elek altı %)
+ 6	+	3,327	19,78	19,78	3,52	80,22	1,90
+ 8	+	2,362	16,58	36,36	3,37	63,64	1,80
+ 14	+	1,168	7,91	44,28	3,07	55,72	1,75
+ 28	+	0,589	8,16	52,43	2,77	47,57	1,68
+ 48	+	0,295	6,18	58,61	2,47	41,39	1,62
+ 100	+	0,147	6,06	64,68	2,17	35,32	1,55
+ 200	+	0,074	5,60	70,28	1,87	29,72	1,47
+ 400	+	0,038	5,81	76,09	1,58	23,91	1,38
- 400	-	0,038	23,91	-	-	-	-



Şekil 2. Çaldağ Yeni numunesinin yaş elek analizi grafiği

Tablo 6. Gördes Nontronit numunesinin yaş elek analizi verileri

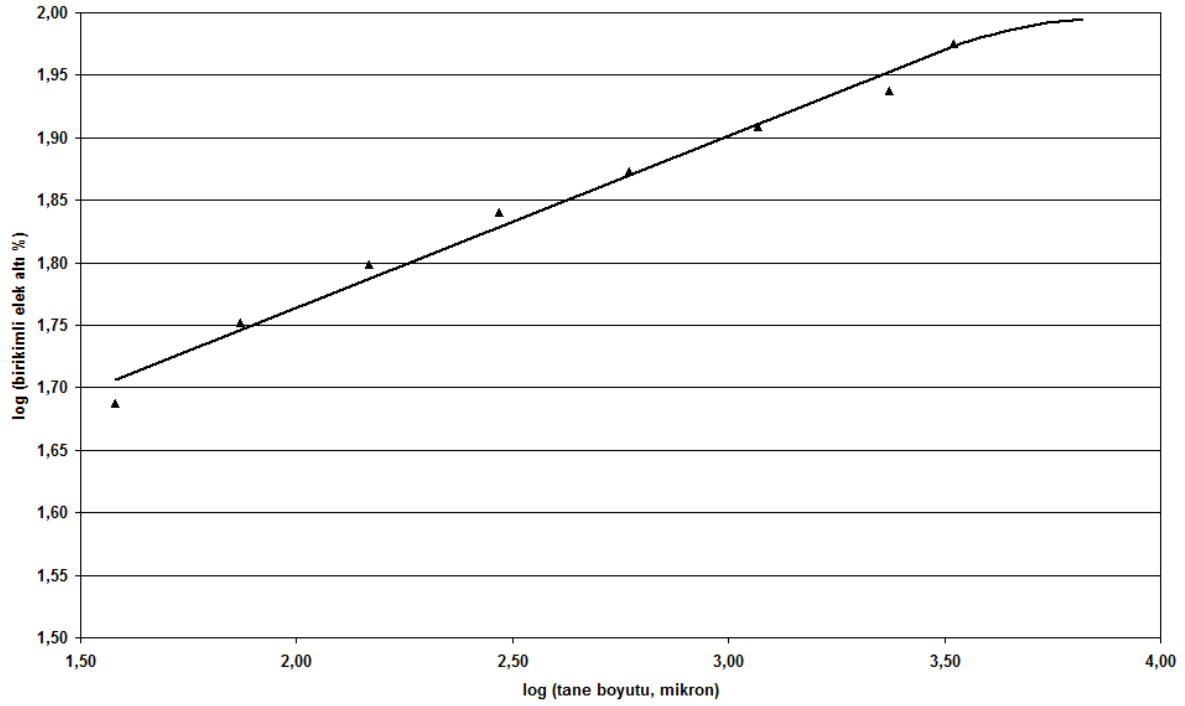
Tyler Meş	Elek açıklığı, mm	Elek üstü %	Birikimli elek üstü %	log (tane boyutu, mikron)	Birikimli elek altı %	log (birikimli elek altı %)
+ 6	3,327	9,21	9,21	3,52	90,79	1,96
+ 8	2,362	2,09	11,30	3,37	88,70	1,95
+ 14	1,168	2,13	13,43	3,07	86,57	1,94
+ 28	0,589	3,87	17,30	2,77	82,70	1,92
+ 48	0,295	4,98	22,28	2,47	77,72	1,89
+ 100	0,147	9,24	31,52	2,17	68,48	1,84
+ 200	0,074	12,70	44,22	1,87	55,78	1,75
+ 400	0,038	15,44	59,66	1,58	40,34	1,61
- 400	0,038	40,34	-	-	-	-



Şekil 3. Gördes Nontronit numunesinin yaş elek analizi grafiği

Tablo 7. Gördes Limonit numunesinin yaş elek analizi verileri

Tyler Meş	Elek açıklığı, mm	Elek üstü %	Birikimli elek üstü %	log (tane boyutu, mikron)	Birikimli elek altı %	log (birikimli elek altı %)
+ 6	3,327	5,50	5,50	3,52	94,50	1,98
+ 8	2,362	7,83	13,33	3,37	86,67	1,94
+ 14	1,168	5,55	18,88	3,07	81,12	1,91
+ 28	0,589	6,47	25,35	2,77	74,65	1,87
+ 48	0,295	5,38	30,73	2,47	69,27	1,84
+ 100	0,147	6,40	37,13	2,17	62,87	1,80
+ 200	0,074	6,39	43,52	1,87	56,48	1,75
+ 400	0,038	7,81	51,32	1,58	48,68	1,69
- 400	0,038	48,68	-	-	-	-



Şekil 4. Gördes Limonit numunesinin yaş elek analizi grafiği

3.2. Kimyasal Karakterizasyon

Kimyasal karakterizasyonda kullanılmak üzere dörtleme yöntemiyle elde edilen kurutulmuş temsili numuneler, -400 meş (-38 mikron) tane boyutuna kadar merdaneli kırıcı, pulverizatör (tozlaştırıcı) ve halkalı öğütücü kullanılarak öğütülmüştür. Kimyasal karakterizasyon sırasında öncelikle numunelerin kimyasal analizi ICP ve XRF yöntemleriyle META Nikel Kobalt Şirketi imkanları da kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Temin edilen numunelerin kimyasal analizleri aşağıda Tablo 8’de verilmektedir.

Tablo 8. Temsili numunelerin kimyasal analizleri

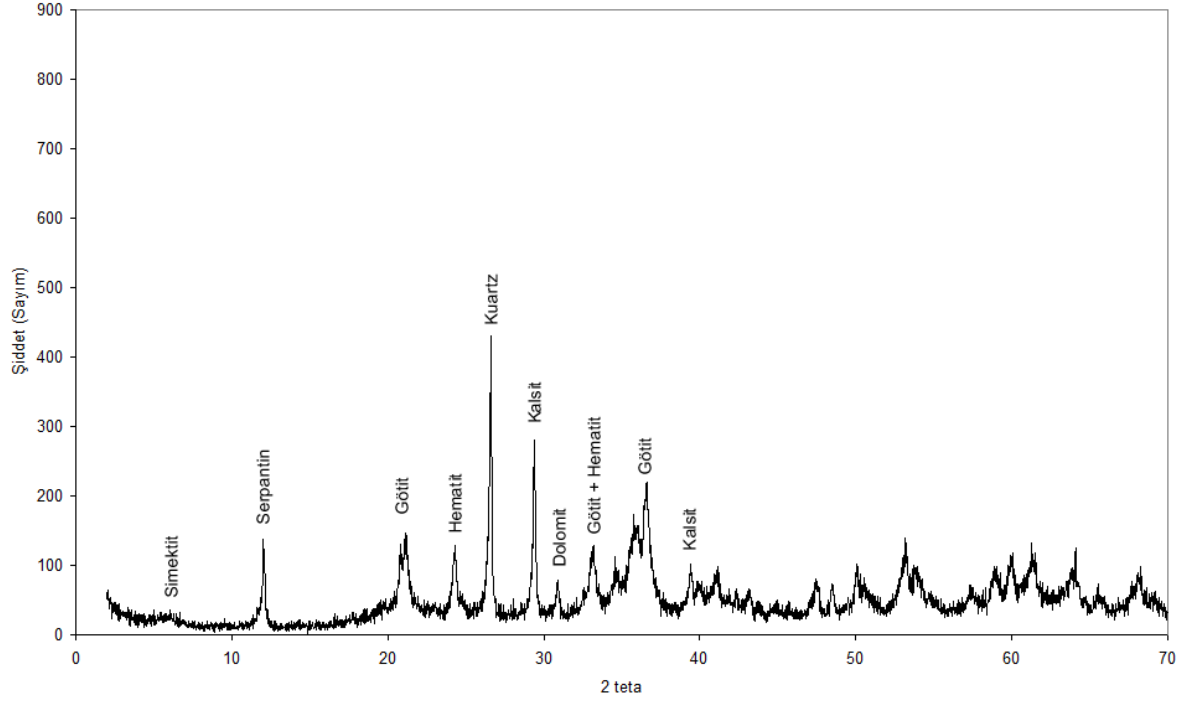
%	Çaldağ	Çaldağ Yeni	Gördes Nontronit	Gördes Limonit
Fe	23,43	32,60	15,95	28,80
Ni	1,15	1,245	1,20	1,28
Co	0,065	0,081	0,044	0,083
Cr ₂ O ₃	1,98	1,49	0,99	1,99
MnO	0,42	0,45	0,34	0,59
As	0,095	0,020	0,020	0,680
Al ₂ O ₃	3,17	3,35	4,17	5,83
SiO ₂	33,6	28,6	44,9	28,8
MgO	10,85	2,88	6,91	2,26
CaO	5,48	0,77	2,15	1,27
Na ₂ O	0,017	0,10	0,14	0,16
K ₂ O	0,021	0,120	<0,122	0,120
TiO ₂	0,09	0,07	0,08	0,13
CuO	0,016	0,010	0,009	0,039
ZnO	0,048	0,050	0,025	0,037
PbO	0,015	<0,011	<0,010	<0,011
P ₂ O ₅	0,038	0,020	0,050	<0,020
S	0,284	0,14	<0,01	0,43
A.Z*	13,75	9,77	8,81	8,45

* AZ; ateşte zayıt (LOI)

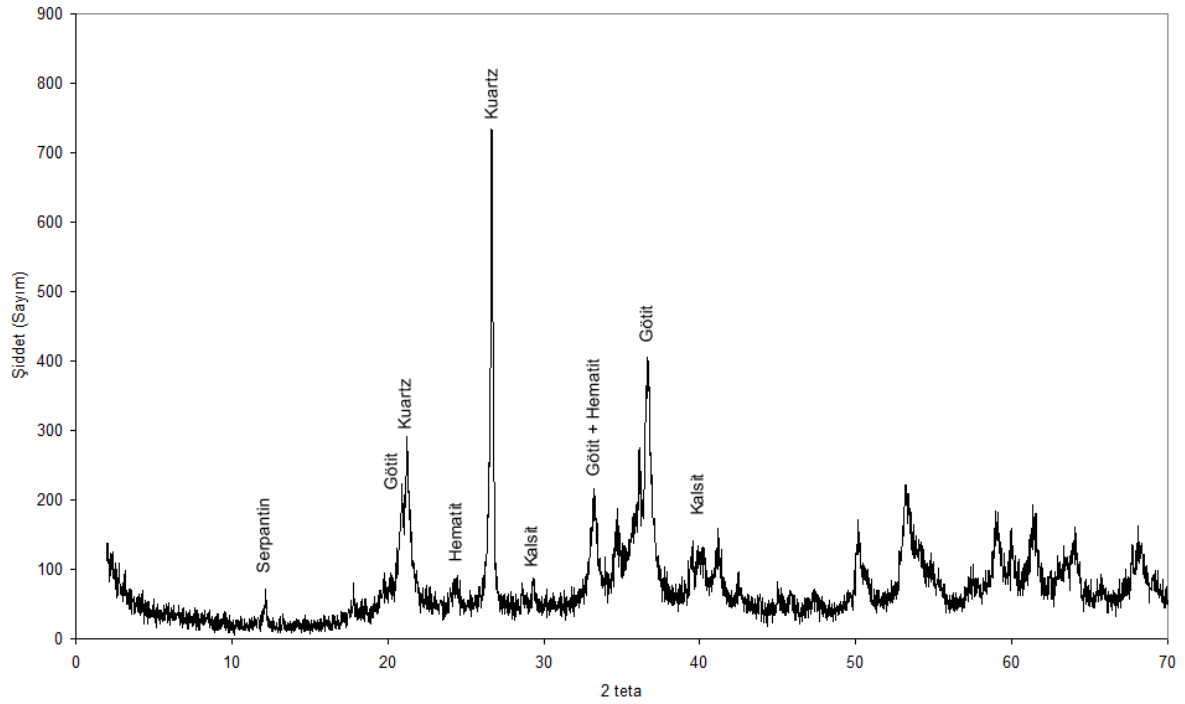
3.3. Mineralojik Karakterizasyon

İnce öğütülmüş temsili numunelerin mineralojik incelemeler için X-ışınları kırınım grafikleri (XRD) çekilmiş olup, cevherlerin içerisinde hangi minerallerin bulunduğu belirlenmiştir.

Şekil 5’te grafiği verilen XRD sonucuna göre Çaldağ laterit cevheri içerisinde başta kuartz (SiO₂), kalsit (CaCO₃), götit ve serpantin olmak üzere hematit (Fe₂O₃), dolomit (CaCO₃.MgCO₃) ve simekit [Na_{0,3}Al₂(Si_{3,7}Al_{0,3})O₁₀.(OH)₂] mineralleri bulunmuştur. Şekil 6’da grafiği verilen XRD grafiğine göre ise Çaldağ Yeni laterit cevheri içerisinde başta kuartz, götit, olmak üzere kalsit, serpantin ve hematit mineralleri bulunmuştur.



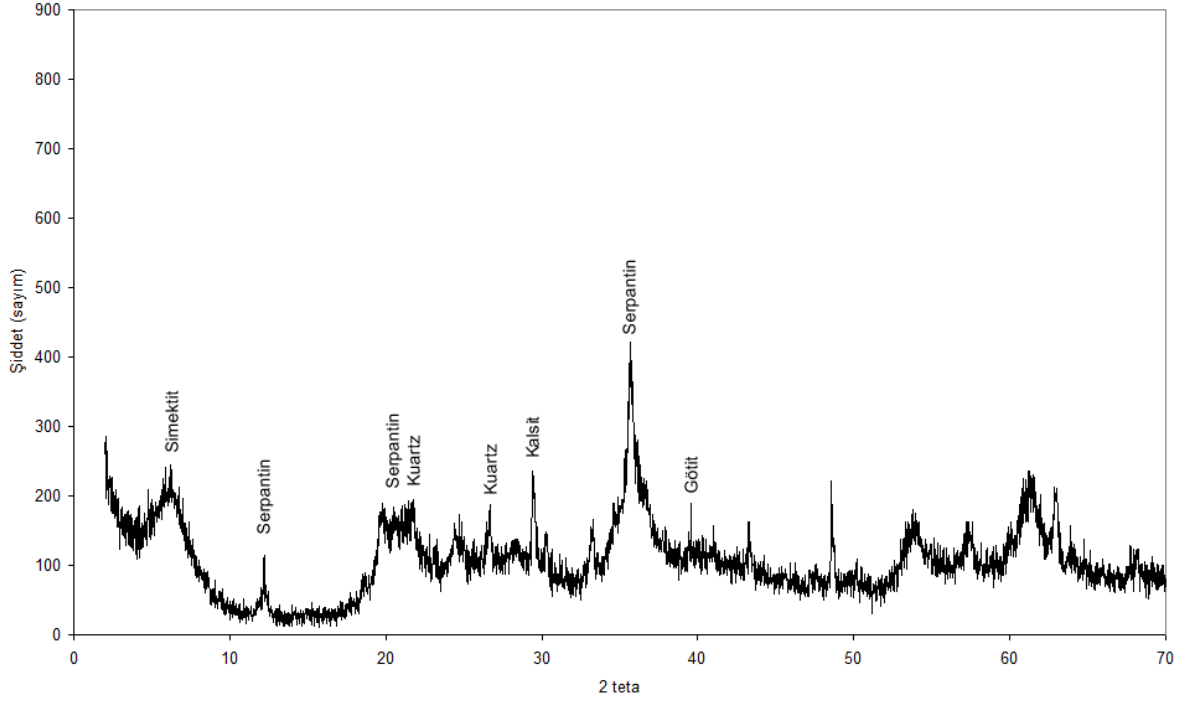
Şekil 5. Çaldağ numunesinin XRD grafiği



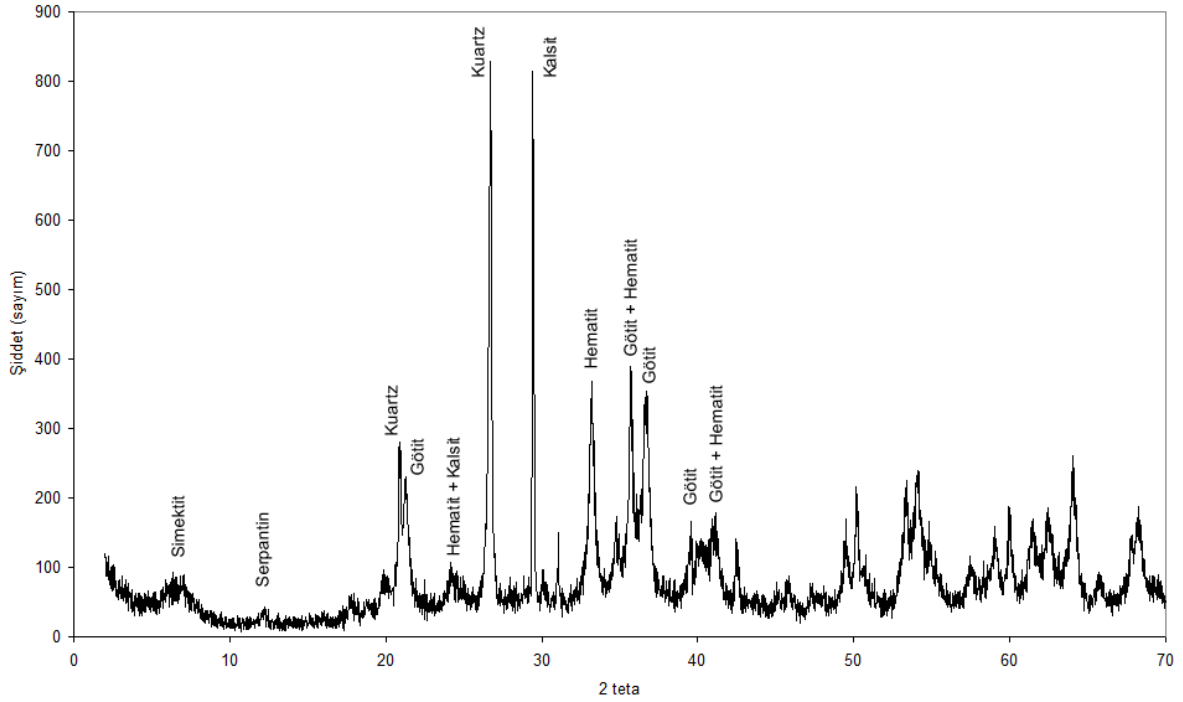
Şekil 6. Çaldağ Yeni numunesinin XRD grafiği

Şekil 7'de grafiği verilmiş XRD sonucuna göre Gördes Nontronit cevheri içerisinde serpantin, kuartz, kalsit, götüt ve simekitit mineralleri bulunmuştur.

Şekil 8'de grafiği verilen XRD grafiğine göre Gördes Limonit cevheri içerisinde başta kuartz ve kalsit olmak üzere götüt, serpantin, simekitit ve hematit mineralleri bulunmuştur.



Şekil 7. Gördes Nontronit numunesinin XRD grafiği



Şekil 8. Gördes Limonit numunesinin XRD grafiği

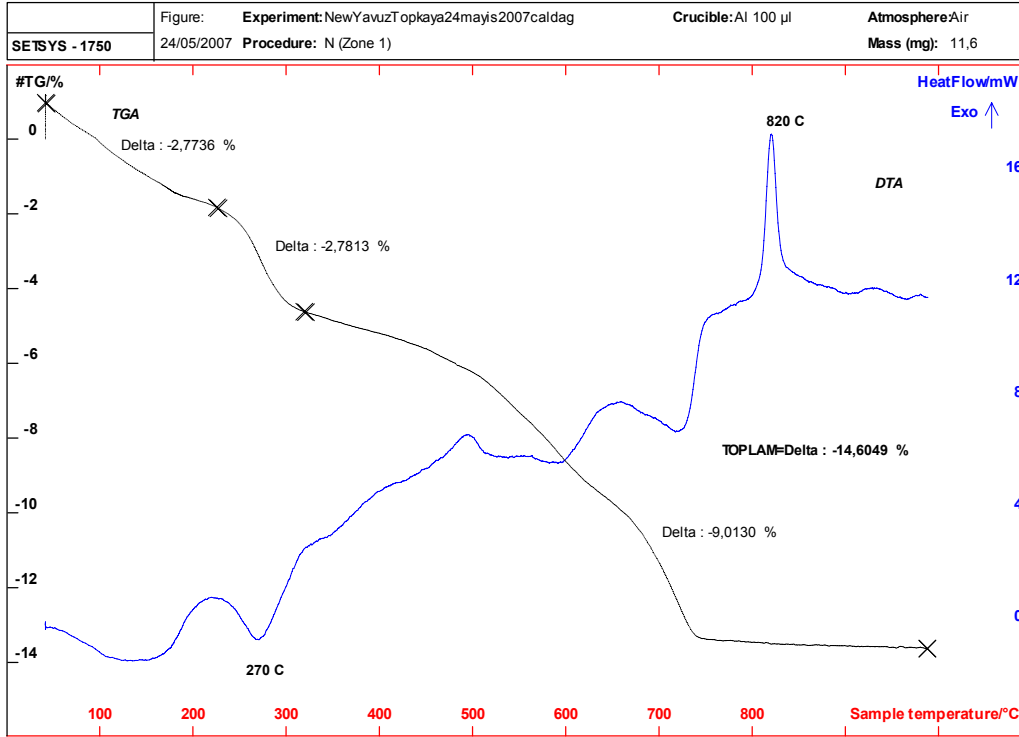
Numunelerde bulunan kil tiplerini saptamak amacıyla numunelere kil testi uygulanmıştır. Bu amaçla -2 mikron büyüklüğündeki kil tanecikleri cevherlerden çöktürülerek 4 farklı cevher için hazırlanan 4 adet örneğe dört farklı işlem uygulanıp XRD'leri çekilmiştir. Birinci işlemde örnek havada kurutulmuş, ikinci işlemde örnek etilen glikolde şişme testine tabi tutulmuş ve son iki işlemde örnek sırasıyla 300°C ve 550°C sıcaklığa ısıtılmıştır. Daha sonra çekilen XRD'ler incelenmiş, Çaldağ yöresi numunelerinde bulunan kilin simekitit tipi kil olduğu belirlenmiştir. Yapılan testlerde, Gördes Nontronit cevheri içerisinde simekitit kili ve serpantin, Gördes Limonit cevherinde ise sadece simekitit tip kil bulunduğu

belirlenmiştir.

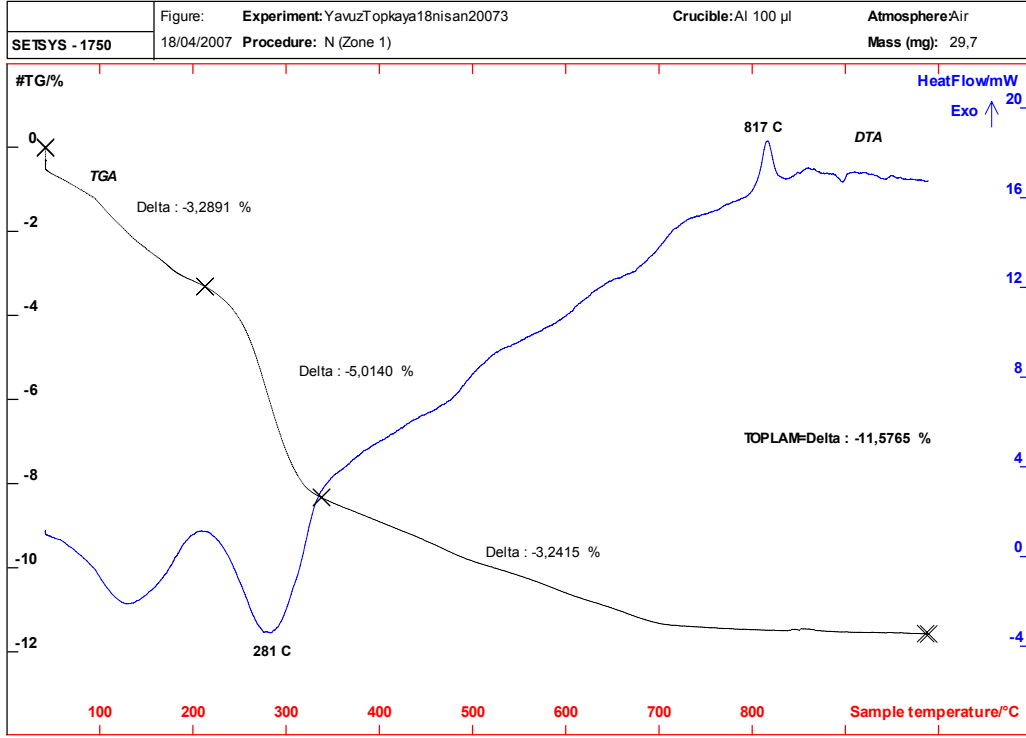
Mineralojik karakterizasyonun ikinci aşamasında -38 mikrona öğütülmüş temsili numunelerin termal analizleri (TGA-DTA) gerçekleştirilmiştir. TGA-DTA analizleri, hava ortamında, 35°C–1000°C sıcaklık aralığında ve 10°C ısıtma hızı uygulanarak ODTÜ, Merkezi Laboratuvarı'nda yaptırılmıştır.

Şekil 9'da grafiği verilen Çaldağ numunesinin TGA-DTA analizlerinde, 100-200°C aralığında numunedeki suyun (absorbed water) buharlaşması (dehydration) sebebiyle endotermik bir pik ve kütsel azalma gözlemlenmektedir. 250°C–300°C aralığında 270°C'de endotermik pik oluşturan götit–hematit dönüşümü (dehydroxylation) ($2\text{FeOOH} = \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{H}_2\text{O}$) nedeniyle ağırlık kaybı olmuştur. 1000°C sıcaklığa kadar ise Çaldağ numunesinde bulunan serpantin, simektit, kalsit ve dolomit minerallerinin bozunumu veya dönüşümü sonucu örneğin ağırlık kaybına uğradığı belirlenmiştir. Ayrıca 820°C sıcaklıkta bir ağırlık kaybı olmadan ekzotermik nitelikteki serpantin-forsterit ($2\text{MgO} \cdot \text{SiO}_2$) faz dönüşümü bulunmaktadır.

Şekil 10'da grafiği verilen Çaldağ Yeni numunesinin TGA-DTA analizlerinde, 100-200°C aralığında numunedeki suyun buharlaşmasına dayalı endotermik bir pik ve ağırlık kaybı gözlenirken, 281°C'de endotermik pik oluşturan götit–hematit dönüşümü nedeniyle ağırlık kaybı olmuştur. Numune içerisinde bulunan serpantin ve karbonatların bozunumu ve dönüşümü nedeniyle 1000°C sıcaklığa kadar ağırlık kaybı devam etmiştir. 817°C'de görülen ekzotermik pik serpantin-forsterit faz dönüşümünden kaynaklanmaktadır.

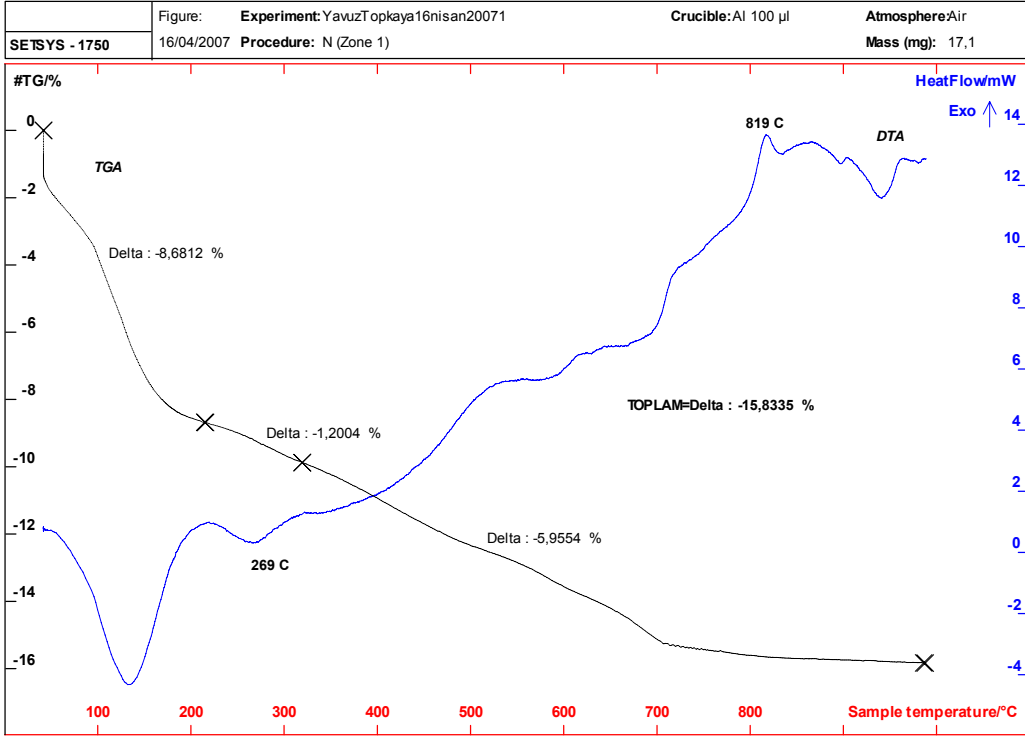


Şekil 9. Çaldağ numunesinin TGA-DTA analizleri grafiği

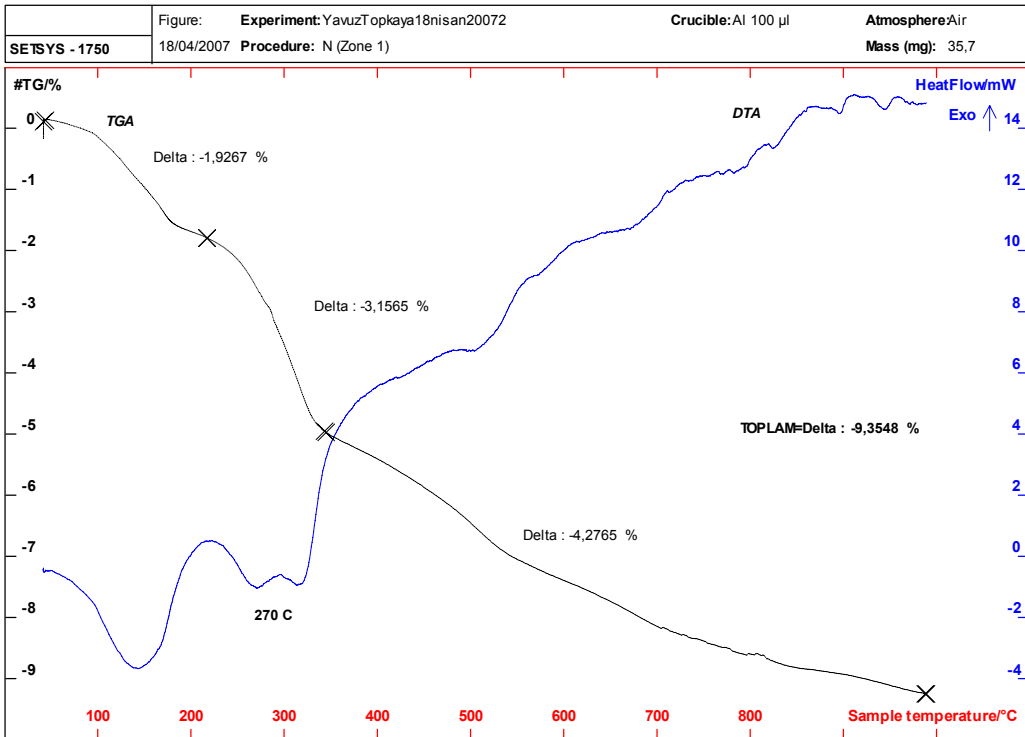


Şekil 10. Çaldağ Yeni numunesinin TGA-DTA analizleri grafiği

Şekil 11'de grafiği verilen Gördes Nontronit numunesinin TGA-DTA analizlerinde, 100-200°C aralığında numunedeki suyun buharlaşmasına dayalı endotermik bir pik ve ağırlık kaybı gözlenirken, 269°C'de endotermik pik oluşturan götit-hematit dönüşümü nedeniyle ağırlık kaybı olmuştur. Numune içerisinde bulunan serpantin, simektit ve karbonatların bozunumu ve dönüşümü nedeniyle 1000°C'ye kadar ağırlık kaybı devam etmiştir. 819°C'de görülen ekzotermik pik ise oluşan serpantin-forsterit faz dönüşümünden kaynaklanmaktadır. Şekil 12'de grafiği verilen Gördes Limonit numunesinin TGA-DTA analizlerinde, yine 100-200°C aralığında numuneden suyun buharlaşmasına dayalı endotermik bir pik ve ağırlık kaybı gözlenirken, 270°C'de endotermik pik oluşturan götit-hematit dönüşümü nedeniyle ağırlık kaybı olmuştur. Numune içerisinde bulunan serpantin, simektit ve karbonatların bozunumu ve dönüşümü nedeniyle 1000°C'ye kadar alınan örnekten ağırlık kaybı devam etmiştir.



Şekil 11. Gördes Nontronit numunesinin TGA-DTA analizleri grafiği



Şekil 12. Gördes Limonit numunesinin TGA-DTA analizleri grafiği

3.4. Karakterizasyon Sonuçlarının Değerlendirilmesi

Fiziksel, kimyasal ve mineralojik karakterizasyon çalışmaları sonucunda şu bulgulara ulaşılmıştır:

- Özellikle nontronit numunesi başta olmak üzere laterit cevheri örnekleri yüksek oranda fiziksel su (nem) içermektedir. Bu nem miktarı özellikle yağışlı mevsimlerde artmaktadır. Çaldağ numunelerinin de %15-25 civarında nem içermesi beklenir. Elde mevcut numuneler laboratuarda veya depoda beklemiş olması nedeniyle düşük oranda nem içermektedirler.
- Lateritik cevher örneklerinin yığın yoğunlukları 0,93 ile 1,42 gr/cm³ arasında değişmektedir. Hakiki yoğunluklar ise 2,64 ile 3,26 gr/cm³ arasında olup, götit minerali açısından daha zengin örneklerin yığın yoğunlukları ve hakiki yoğunlukları daha yüksektir. Yığın yoğunluğu ve hakiki yoğunluğu en düşük cevher Gördes Nontronit tipi nikel cevheridir. Orijinal Çaldağ, Çaldağ Yeni, Gördes Nontronit ve Gördes Limonit cevherlerinin her biri kolona yerleştirildiğinde, bu cevherlerin yığın yoğunlukları ve hakiki yoğunlukları kullanılarak hesaplanan, oluşacak boşluk yüzdeleri (%voids) sırası ile %52,7, %60,8, %64,8 ve %68,1'dir.
- Yapılan yaş elek analizleri sonucu Çaldağ, Çaldağ Yeni, Gördes Nontronit ve Gördes Limonit numunelerinin sırasıyla %27,77, %23,91, %40,34 ve %48,68'nin 38 mikrondan daha küçük boyutta olduğu belirlenmiştir. Her 4 numune de oldukça yüksek oranlarda ince tanecikler içermektedirler. Lateritik cevherlerde yüksek oranda küçük boyutlu kil taneciklerinin bulunması; viskozite değişimi ve reolojik (rheological) problemler yaratacağı için liç işlemi, pülp aktarımı ve katı-sıvı ayırımı sırasında karıştırma, çökeltme ve süzmede sorunlara yol açabilir. Diğer taraftan 3,327 mm'den büyük taneciklerin yüzdeleri de sırasıyla %13,23, %19,78, %9,21 ve %5,50 olarak bulunmuş olup, numunelerde genelde çok iri tanecikler bulunmamaktadır. Tüm örnekler için ayrı ayrı çizilen Schuhmann grafikleri doğrusal veya doğrusala yakın bir değişim göstermektedir.
- Numunelerdeki nikel oranı %1,15 ile 1,28, kobalt oranı ise %0,044 ile 0,083 arasında değişmektedir. CaO ve MgO yüzdeleri bakımından en zengin ve ateşte zayıf bakımından en yüksek cevher Çaldağ'dır. Liç işlemi sırasında bu cevherdeki CaO ve MgO'nun diğerlerine oranla daha fazla asit tüketmesi ve daha fazla CO₂ gazı çıkışı beklenir. Mineralojik olarak yüksek oranda götit içeren Çaldağ, Çaldağ Yeni ve Gördes Limonit numunelerinin demir yüzdeleri de yüksektir. SiO₂ açısından en zengin, Cr₂O₃ bakımından en fakir cevher ise Gördes Nontronitidir. Arseniği en yüksek laterit cevheri ise Gördes Limonitidir.
- Mineralojik olarak her 4 örnekte de değişen oranlarda kuartz, kalsit, götit, serpantin mineralleri belirlenmiştir. Daha az oranlarda simektit, hematit, dolomit de lateritlerde bulunmaktadır. Gördes Nontronit örneği en yüksek oranda serpantin ve simektit, en düşük oranda da götit içermesi nedeniyle dikkat çekmekte ve diğer numunelerden farklılık göstermektedir. Nikel ve kobaltın laterit cevherlerinin bünyesinde ayrı minerallerinin bulunmadığı fakat götitin nikelli-götit (nickel in solid-solution in goethite), serpantinin nikelli-serpantin (Fe²⁺, Ni²⁺ substitutes Mg²⁺ in serpentine), simektitin (nontronitin) [(Fe₄³⁺)(Si_{7,33}Al_{0,67})O₂₀.(OH)₄] (Al³⁺ replaced by Fe³⁺ and Ni²⁺) de nikelli-simektit şeklinde olduğu geçmişte ve bu rapor döneminde yapılan mikroprob ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) çalışmaları ile belirlenmiştir. Dolayısıyla nikel; götitin kristal yapısında, serpantin ve simektitin (nontronitin) kristal yapısında veya bu minerallerin yüzeylerine tutunmuş (adsorbed) şekilde yer almaktadırlar. Kobaltın ve az miktarda nikelin ise asbolan mineralinden kaynaklandığı ve bu metallerin asbolan mineralinin kristal yapısında olduğu hem literatür bilgilerine yansımış hem de SEM'le el numunelerinde belirlenmiş bulunmaktadır. Gördes Limonitindeki arseniğin de bu cevherdeki götitin kristal yapısında olduğu belirlenmiştir.
- Lateritik nikel cevherleri için hesaplanan MgO/Fe oranları Çaldağ, Çaldağ Yeni, Gördes Nontronit ve Gördes Limoniti için sırasıyla 0,46; 0,09; 0,43 ve 0,08'dir. Bu oran lateritik cevherlerindeki serpantin ve götit miktarlarının bir göstergesidir. Bu oranlar açısından Çaldağ ve Gördes Nontroniti daha yüksek oranlarda serpantin içermektedir. Çaldağ Yeni ve Gördes Limoniti ise götit minerali açısından daha zengindirler. Bu bulgular mineralojik bulguları doğrulamaktadır. MgO/Fe oranının yüksek olması özellikle nikel, kobalt ve magnezyum liç verimlerinin yüksek olmasını sağlayabilmektedir.

- Lateritik nikel cevherlerinde Ni/Mn oranı da önem arz etmektedir. Bu oranın 3,1'in altında olması, proses açısından metalle yüklü çözeltilerden manganez arıtmasında sorun çıkarabilir. Hesaplanan Ni/Mn oranları Çaldağ, Çaldağ Yeni, Gördes Nontronit ve Gördes Limoniti için sırasıyla 3,53; 3,57; 4,55 ve 2,80'dir. Bu hesaplamalara göre sadece Gördes Limonit cevherinden elde edilecek metalle yüklü çözeltilerdeki manganezin biraz sorun oluşturma olasılığı bulunmaktadır.

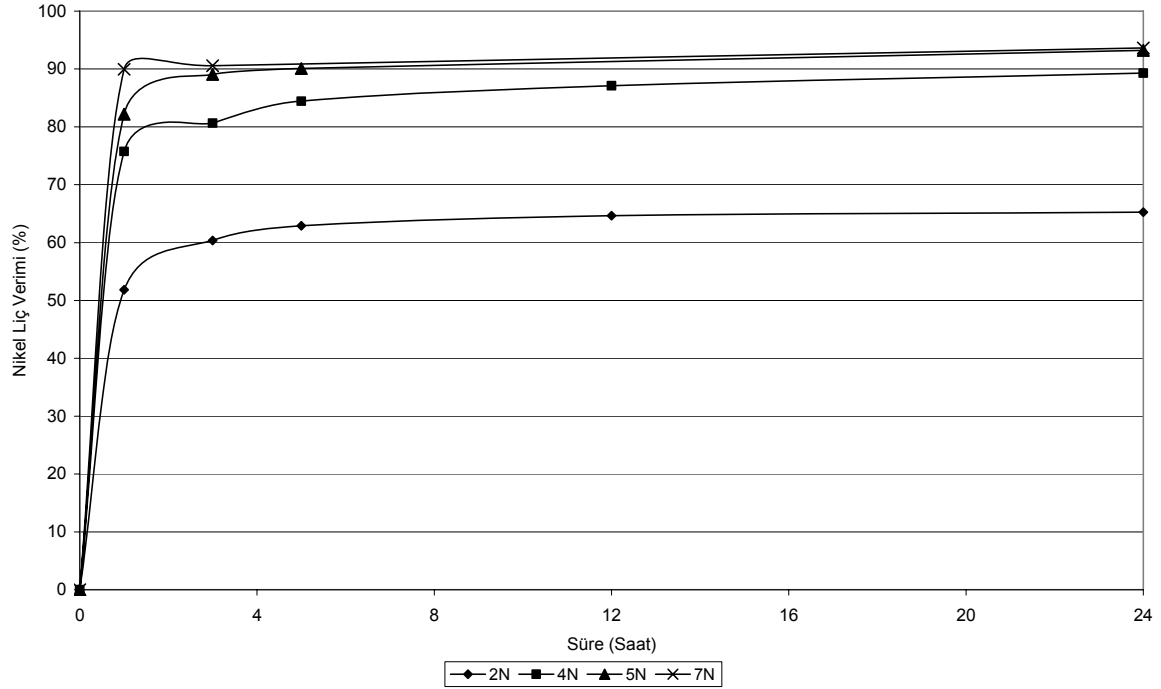
4. Karıştırmalı Liç Deneyleri

Kolon liçi deneylerinden önce, temin edilmiş olan dört adet temsili lateritik cevher numuneleri üzerinde karıştırmalı liç deneyleri yapılması ve elde edilecek sonuçların öncelikle irdelenmesi kararlaştırılmıştır. Bu amaçla süreye, sülfürik asit konsantrasyonuna, sıcaklığa, tane boyutuna, katı/sıvı oranına göre atmosferik şartlarda karıştırmalı liç deneyleri Şekil 13'te kesiti verilen sistem kullanılarak, katı-sıvı temasını sağlayacak ve süspansiyon elde edilebilecek minimum sabit manyetik karıştırma hızında (~300 devir/dakika) yapılmıştır. Karıştırma hızının liç verimlerine olan etkisi manyetik karıştırıcı yerine, cam balona üsten yerleştirilen ve gaz sızdırmazlığı sağlanmış, Teflon pervaneli mekanik bir karıştırıcı kullanılarak çalışılmıştır.

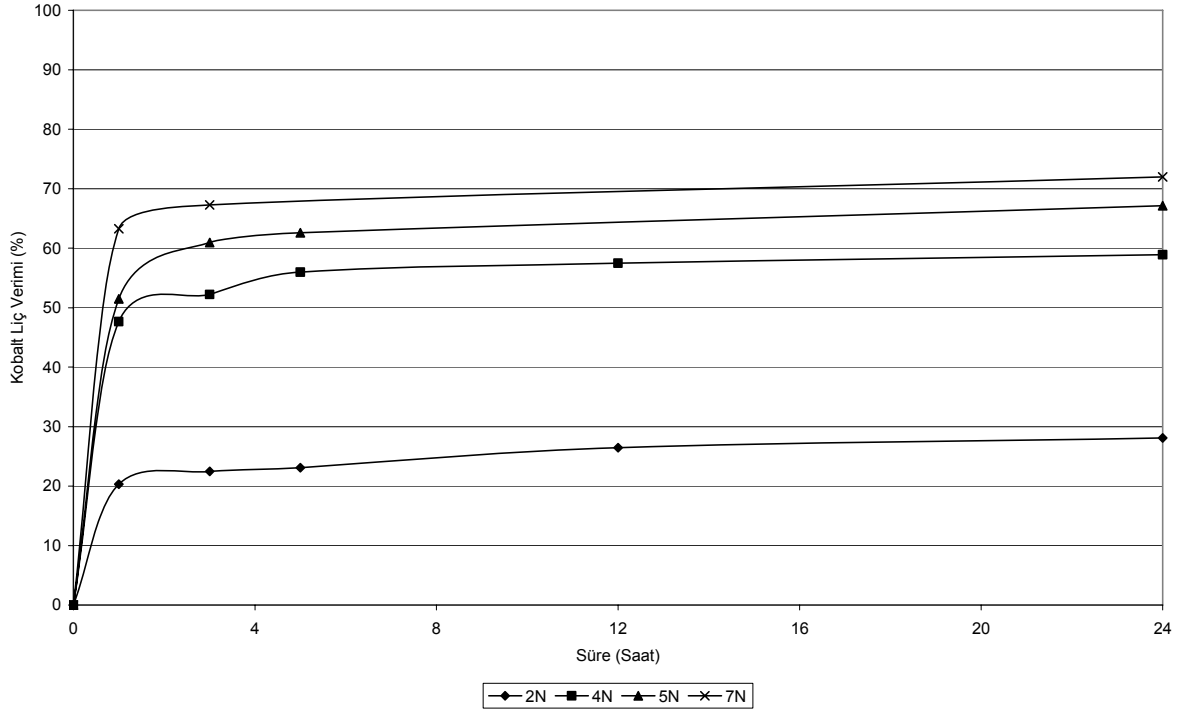
Karıştırmalı liç deneylerine 95°C sıcaklıkta 2N H₂SO₄ (96 gr/lt) konsantrasyonunda başlanıp sırasıyla 4N H₂SO₄ (192,1 gr/lt), 5N H₂SO₄ (240,1 gr/lt) konsantrasyonlarında devam edilmiş; son olarak numunenin maksimum koşullardaki reaksiyonunu incelemek için 7N H₂SO₄ konsantrasyonunda deneyler yapılmıştır. Çaldağ nikel cevheri üzerinde yapılan deneylerde kullanılan 7N H₂SO₄ konsantrasyonunun liç verimine katkısı az olduğu ve aşırı asit gerektirdiği için temin edilen diğer numunelerde bu konsantrasyon çalışılmamıştır.

Tablo 9. Çaldağ nikel cevherinin değişik asit konsantrasyonlarında elde edilen karıştırmalı liç verimleri

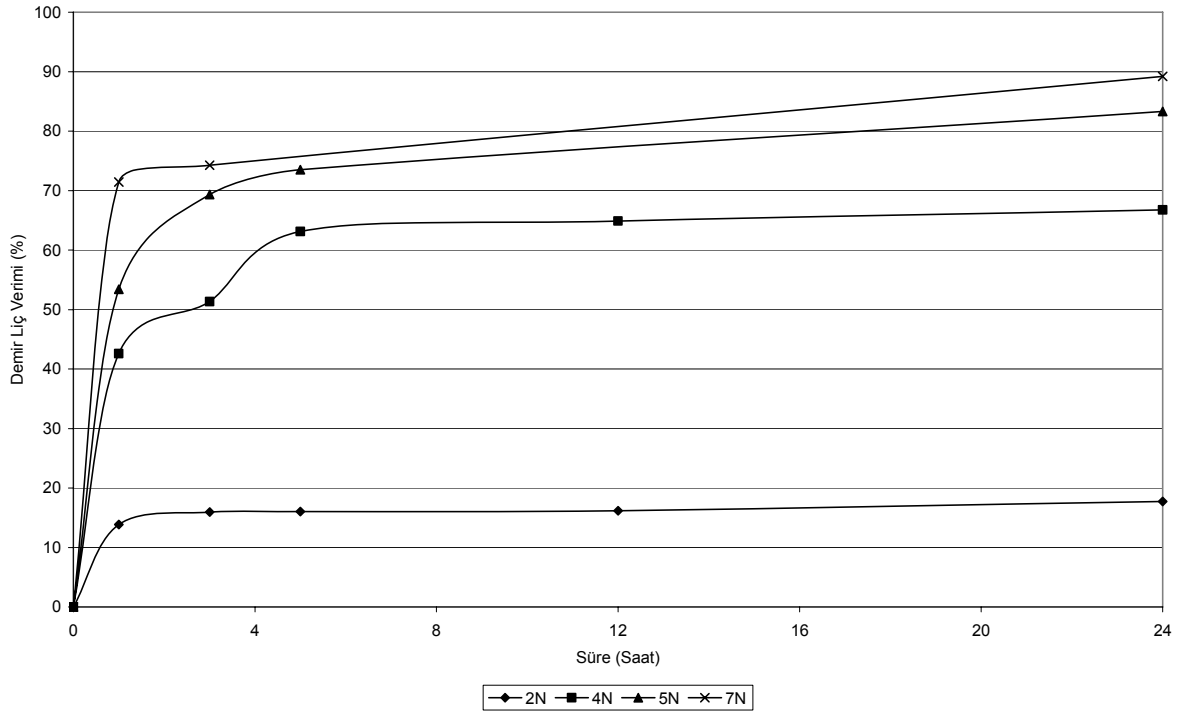
H ₂ SO ₄	Süre, Saat	Ni,%	Co,%	Fe,%	As,%	Cr,%
2N	1	51,86	20,30	13,83	-	-
	3	60,35	22,45	15,94	-	-
	5	62,88	23,11	16,04	-	-
	12	64,64	26,46	16,18	-	-
	24	65,24	28,10	17,73	-	-
4N	1	75,75	47,66	42,60	36,10	9,99
	3	80,64	52,22	51,34	45,07	17,38
	5	84,43	55,97	63,14	52,57	24,47
	12	87,10	57,48	64,89	62,05	25,91
	24	89,28	58,89	66,75	64,07	26,30
5N	1	82,18	51,49	53,40	55,05	12,28
	3	89,07	60,97	69,35	76,02	24,39
	5	90,09	62,61	73,52	78,07	28,01
	24	93,22	67,15	83,33	92,16	35,00
7N	1	89,93	63,28	71,46	77,39	14,17
	3	90,55	67,29	74,26	83,37	25,24
	24	93,64	71,99	89,22	97,06	39,60



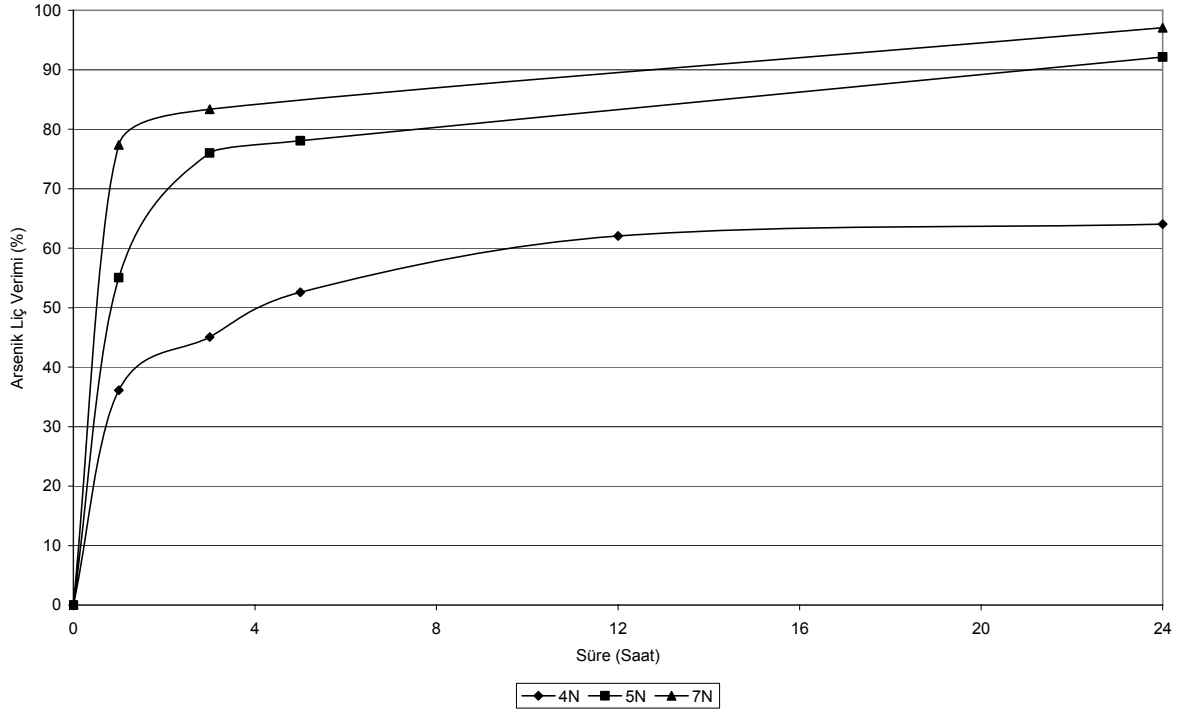
Şekil 14. Çaldağ numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı nikel liç verimi grafiği



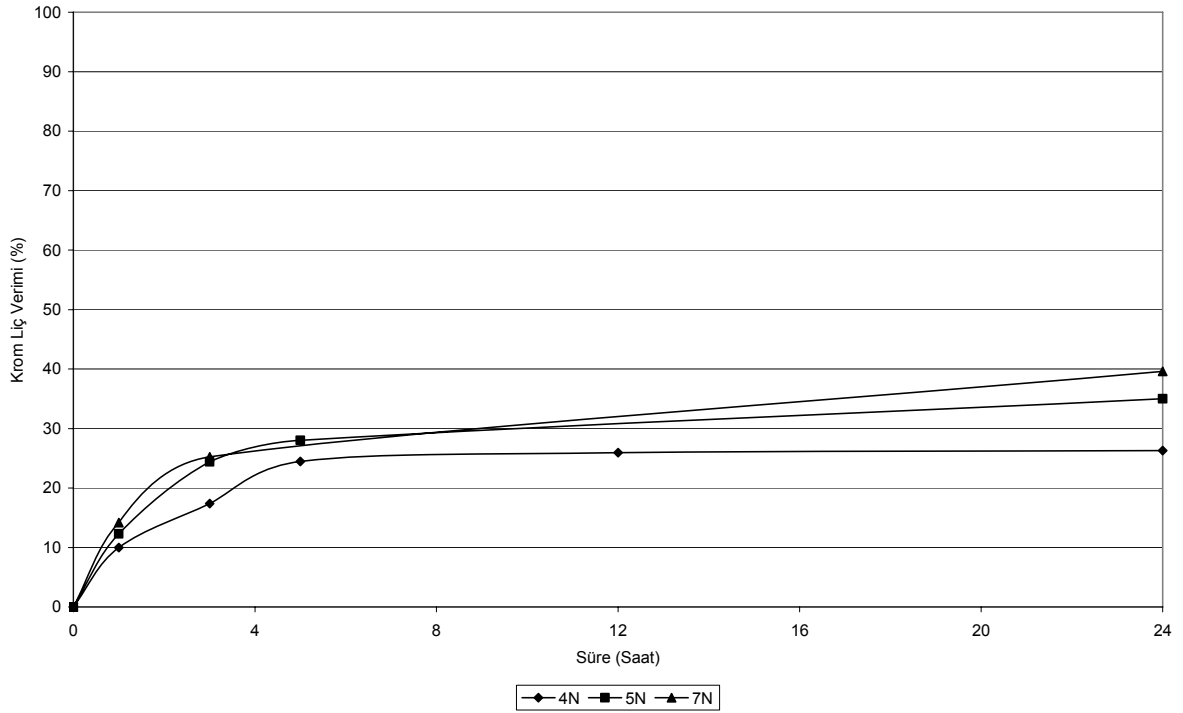
Şekil 15. Çaldağ numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı kobalt liç verimi grafiği



Şekil 16. Çaldağ numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı demir liç verimi grafiği



Şekil 17. Çaldağ numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı arsenik liç verimi grafiği



Şekil 18. Çaldağ numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı krom liç verimi grafiği

Karıştırmalı liç çalışmalarından sonra liç süresi ve asit konsantrasyonuna ait deney sonuçları değerlendirilerek iki adet süre ve asit konsantrasyonu kombinasyonu belirlenmiştir. Belirlenen kombinasyonlarda yapılan deneylerin, metalle yüklü liç çözeltilerinde (pregnant leach solution) bulunan çözülmüş metallerin miktarları, deneyde kullanılan katının analizi ve ağırlığı ile liç artığının analizi ve ağırlığı kullanılarak hesaplanmış olup elde edilen sonuçlar aşağıda Tablo 10'da verilmektedir.

Deneyler sonucunda seçilmiş olan kombinasyonlar 4N H₂SO₄-5 saat ve 5N H₂SO₄-3 saattir. Liç süreleri 24 saat seçildiğinde ise nikel liç verimleri 4N asit konsantrasyonu için %84,4 den %89,3'e, 5N asit konsantrasyonu için ise %89,1 den %93,2'ye çıkabilmektedir.

Tablo 10. Çaldağ nikel cevherinin seçilen kombinasyon deneyleri sonucundaki liç çözeltisi analizleri

4N-5 Saat	Giren Katı Analizi				Liç Artığı Analizi				Liç Çözeltisi Analizi			
	Ağırlık: 15 gr				Ağırlık: 9,00 gr				Hacim: 75 ml			
	Ni,%	1,15	Ni,gr	0,173	Ni,%	0,29	Ni,gr	0,026	Ni,gr	0,146	Ni,gr/Lt	1,95
Fe,%	23,43	Fe,gr	3,51	Fe,%	15,72	Fe,gr	1,415	Fe,gr	2,10	Fe,gr/Lt	28,00	
As,%	0,07	As,gr	0,010	As,%	0,07	As,gr	0,006	As,gr	0,004	As,gr/Lt	0,056	
Co,%	0,10	Co,gr	0,015	Co,%	0,05	Co,gr	0,004	Co,gr	0,010	Co,gr/Lt	0,14	
Cr,%	1,35	Cr,gr	0,202	Cr,%	1,69	Cr,gr	0,152	Cr,gr	0,050	Cr,gr/Lt	0,67	
5N-3 Saat	Giren Katı Analizi				Liç Artığı Analizi				Liç Çözeltisi Analizi			
	Ağırlık: 15 gr				Ağırlık: 8,72 gr				Hacim: 75 ml			
	Ni,%	1,15	Ni,gr	0,173	Ni,%	0,21	Ni,gr	0,018	Ni,gr	0,154	Ni,gr/Lt	2,05
Fe,%	23,43	Fe,gr	3,51	Fe,%	12,17	Fe,gr	1,061	Fe,gr	2,45	Fe,gr/Lt	32,71	
As,%	0,07	As,gr	0,010	As,%	0,04	As,gr	0,004	As,gr	0,007	As,gr/Lt	0,093	
Co,%	0,10	Co,gr	0,015	Co,%	0,04	Co,gr	0,004	Co,gr	0,011	Co,gr/Lt	0,15	
Cr,%	1,35	Cr,gr	0,202	Cr,%	1,81	Cr,gr	0,158	Cr,gr	0,044	Cr,gr/Lt	0,59	

Yukarıdaki tablodan da görülebileceği üzere karıştırmalı liç deneyleri sonunda elde edilen metalle yüklü liç çözeltilerinde demir/nikel oranı (Fe/Ni) 4N H₂SO₄-5 saat kombinasyonu için 14,4 olup; 5N H₂SO₄-3 saat kombinasyonu için de 16,0 olarak bulunmuş olup, ORP değerleri sırasıyla 518 mV ve 529 mV'dur. Liç işlemine giren Çaldağ cevheri için bu oran 20,4'dür. Fe/Ni oranının 20,4'den 14,4 veya 16,0'a inmesi liç işleminin nikeli kısmen seçimli olarak çözdüğünü göstermektedir.

Deneylerin ikinci aşamasında lateritik cevherin tane boyutunun liç verimine etkileri araştırılmıştır. Asit konsantrasyonu ve süre olarak seçilen 4N H₂SO₄-5 saat ve 5N H₂SO₄-3 saat kombinasyonlarında çeşitli tane boyutlarında gerçekleştirilen deneylerden elde edilen nikel ve diğer elementlerin liç verimi sonuçları Tablo 11'de verilmektedir.

Tablo 11. Çaldağ numunesinin değişik tane boyutlarında zamana ve asit konsantrasyonuna bağlı liç verimleri

	Tane Boyutu, Meş	Elek Açıklığı, µ	Ni, %	Co, %	Fe, %	As, %	Cr, %
4N 5 Saat	-400	-38	84,43	55,97	63,14	52,57	24,47
	-200	-74	88,58	52,23	64,39	49,62	26,85
	-100	-147	85,58	53,17	64,37	48,73	25,61
	-48	-295	83,81	55,08	63,89	51,51	23,43
	-28	-589	86,46	52,34	61,47	48,34	21,79
	-14	-1,168	86,24	53,86	61,31	50,99	22,53
5N 3 Saat	-400	-38	89,07	60,97	69,35	76,02	24,39
	-200	-74	88,33	60,47	73,70	64,54	26,60
	-100	-147	90,90	63,63	77,20	67,34	32,95
	-48	-295	89,30	60,34	75,05	71,01	27,10
	-28	-589	89,66	60,20	74,69	71,80	21,21
	-14	-1189	88,75	63,99	73,53	69,04	23,03

Yapılan deneyler sonucunda çalışılan tane boyutu aralığında, tane boyutunun nikel ve kobalt liç verimleri üzerinde çok belirgin bir etkisinin olmadığı tespit edilmiştir. HPAL ve AL sistemlerinde tane boyutunun liç verimine etkisine ilişkin literatüre geçen bazı bilgiler de, atmosferik şartta liç deneylerinden elde edilen sonuçlarla uyumludur (CHANDER, 1982).

Karıştırmalı liç deneylerinin üçüncü aşamasında öğütme derecesi -400 meş (-38 mikron), asit konsantrasyonu ve süre sabit tutularak, deneyin yapıldığı sıcaklığın liç verimlerine etkileri araştırılmıştır. Bunun için daha önceki deneyler sonucunda seçilen 5N H₂SO₄-3 saat kombinasyonu kullanılmış olup; 95°C, 75°C, 50°C ve 25°C sıcaklıkları çalışılmıştır. Elde edilen liç verimleri Tablo 12'de verilmektedir.

Tablo 12. Çaldağ numunesinin değişik sıcaklıklarda liç verimleri

Sıcaklık, °C	Ni, %	Co, %	Fe, %	As, %	Cr, %
95	89,07	60,97	69,35	76,02	24,39
75	73,45	49,40	50,20	36,20	31,40
50	52,20	25,20	24,70	28,20	21,62
25	24,72	9,94	13,90	21,00	11,00

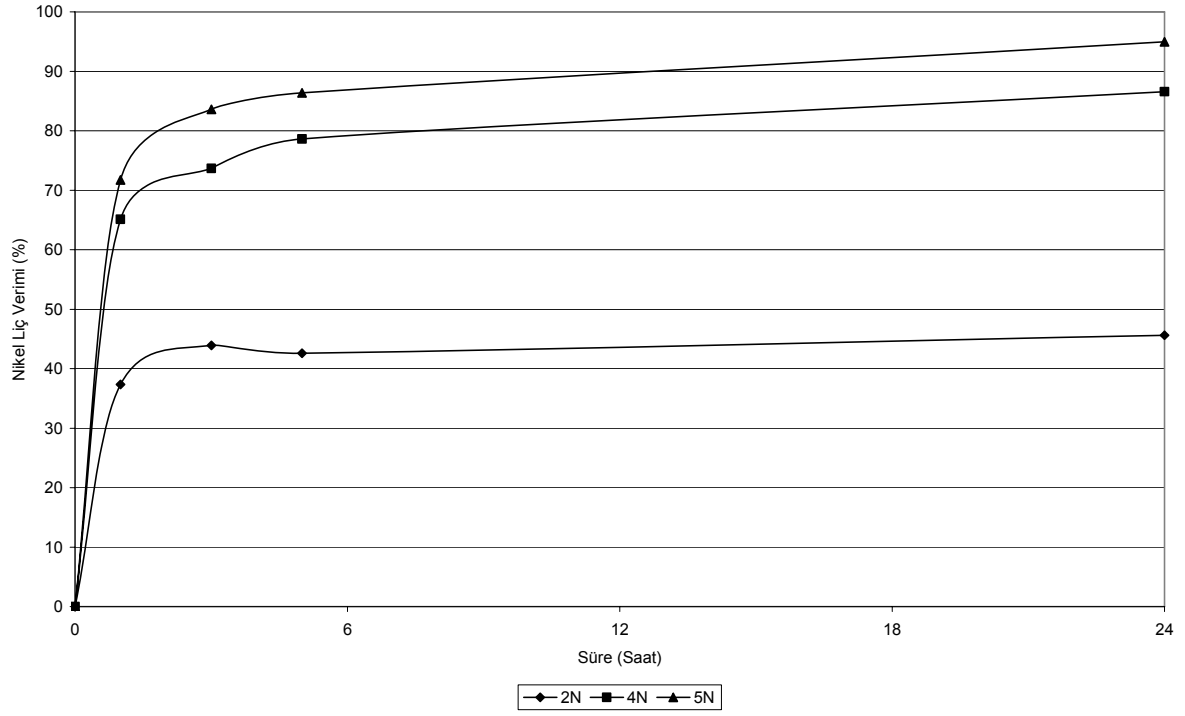
Elde edilen sonuçlar, literatürden elde edilen bilgilerle paralellik göstermekte olup, deney sıcaklığının artırılmasının liç verimleri üzerinde çok önemli bir pozitif etki yaptığı görülmüştür. Seçilen şartlarda (95°C liç sıcaklığı, -38 mikron tane boyutu) asit tüketimi 709 kg H₂SO₄/ton kuru Çaldağ laterit cevheri (4N-5 Saat) ve 838 kg H₂SO₄/ton kuru Çaldağ laterit cevheridir (5N-3 Saat).

4.2. Çaldağ Yeni Laterit Numunesi Karıştırmalı Liç Deneyleri

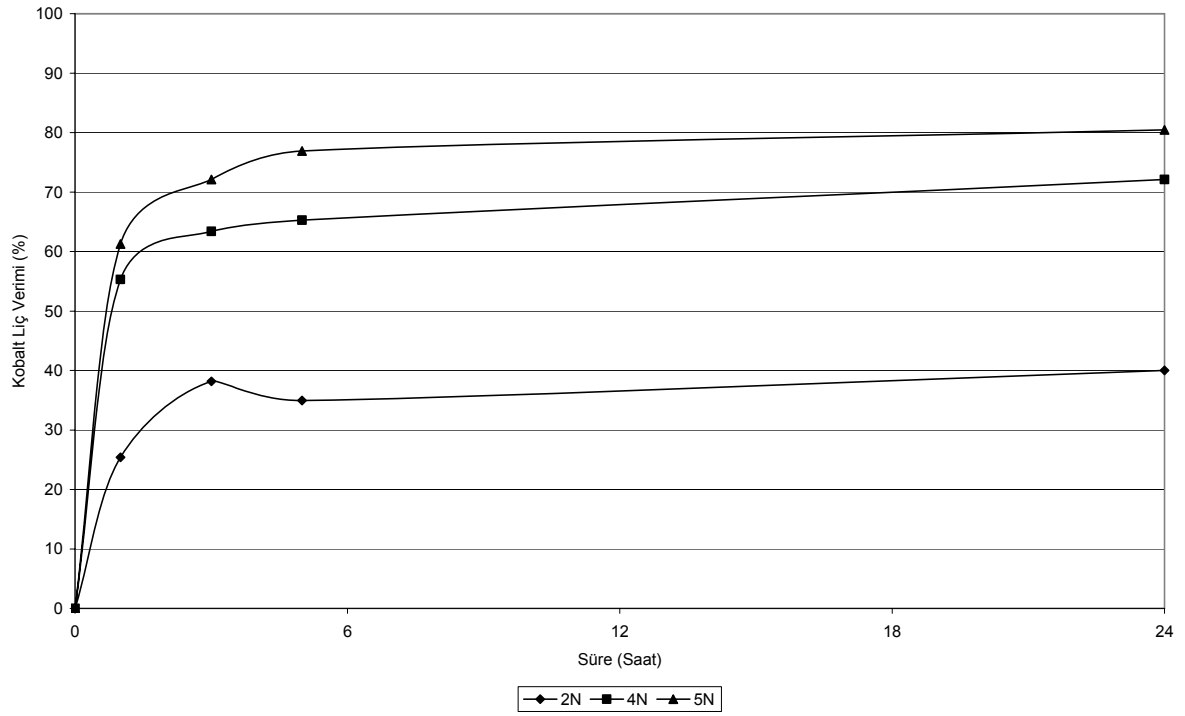
Çaldağ Yeni numunesi karıştırmalı liç deneylerinde, Çaldağ numunesi üzerinde yapılan çalışmalara benzer şekilde, öncelikle sıcaklık ve asit konsantrasyonu sabit tutularak süreye bağlı olarak nikel, kobalt, demir, arsenik ve krom liç verimleri bulunmuştur. Çaldağ cevheri ile yapılan çalışmalarda elde edilen sonuçlar ışığında ve hazırlanması daha kolay olması nedeniyle, deneylerde tane boyutu -200 meş (-74 mikron) olarak seçilmiştir. 95°C sıcaklıkta yapılan deneylerde elde edilen liç verimleri aşağıda Tablo 13 ve Şekiller 19-23'teki grafiklerde verilmiştir.

Tablo 13. Çaldağ Yeni cevherinin değişik asit konsantrasyonlarında elde edilen karıştırmalı liç verimleri

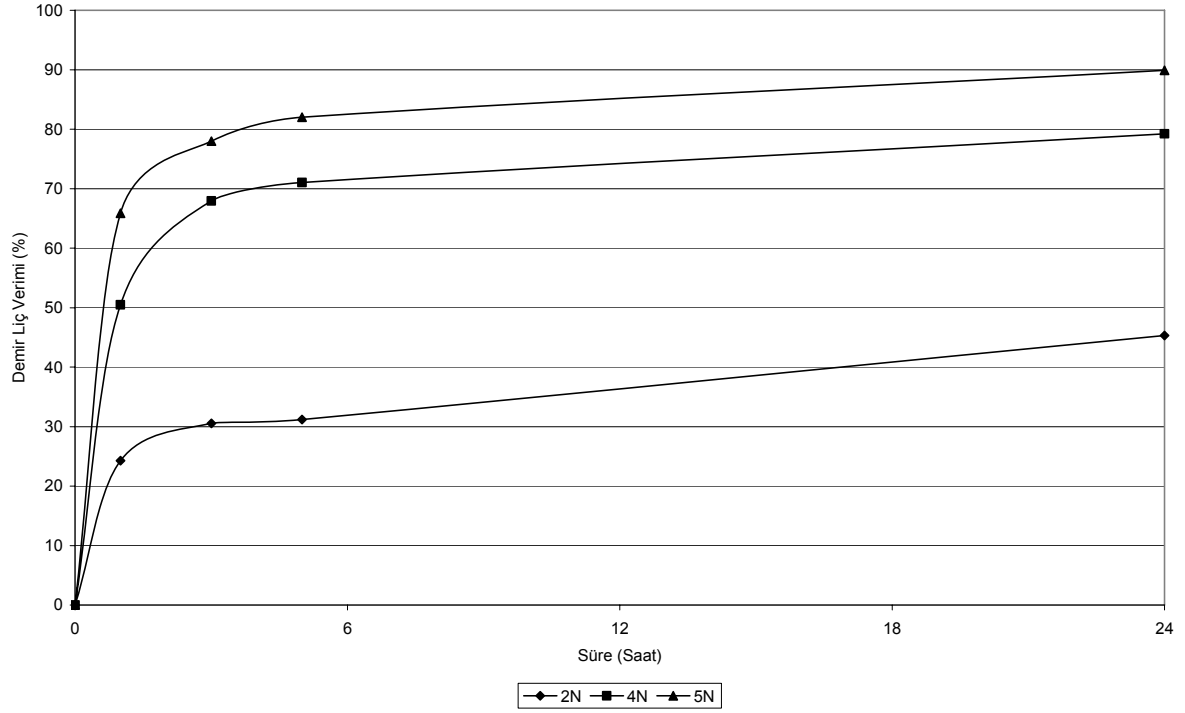
H ₂ SO ₄	Süre, Saat	Ni, %	Co, %	Fe, %	As, %	Cr, %
2N	1	37,33	25,38	24,25	15,79	4,90
	3	43,92	38,18	30,54	18,93	9,71
	5	42,60	34,95	31,19	21,78	15,70
	24	45,63	40,00	45,32	77,24	22,72
4N	1	65,11	55,32	50,47	36,38	11,15
	3	73,69	63,41	67,96	43,00	22,81
	5	78,65	65,29	71,03	46,46	27,24
	24	86,58	72,11	79,22	84,77	39,81
5N	1	71,73	61,26	65,91	81,43	24,46
	3	83,64	72,10	77,99	86,03	32,56
	5	86,40	76,92	82,03	87,04	41,62
	24	94,97	80,46	89,91	89,40	49,28



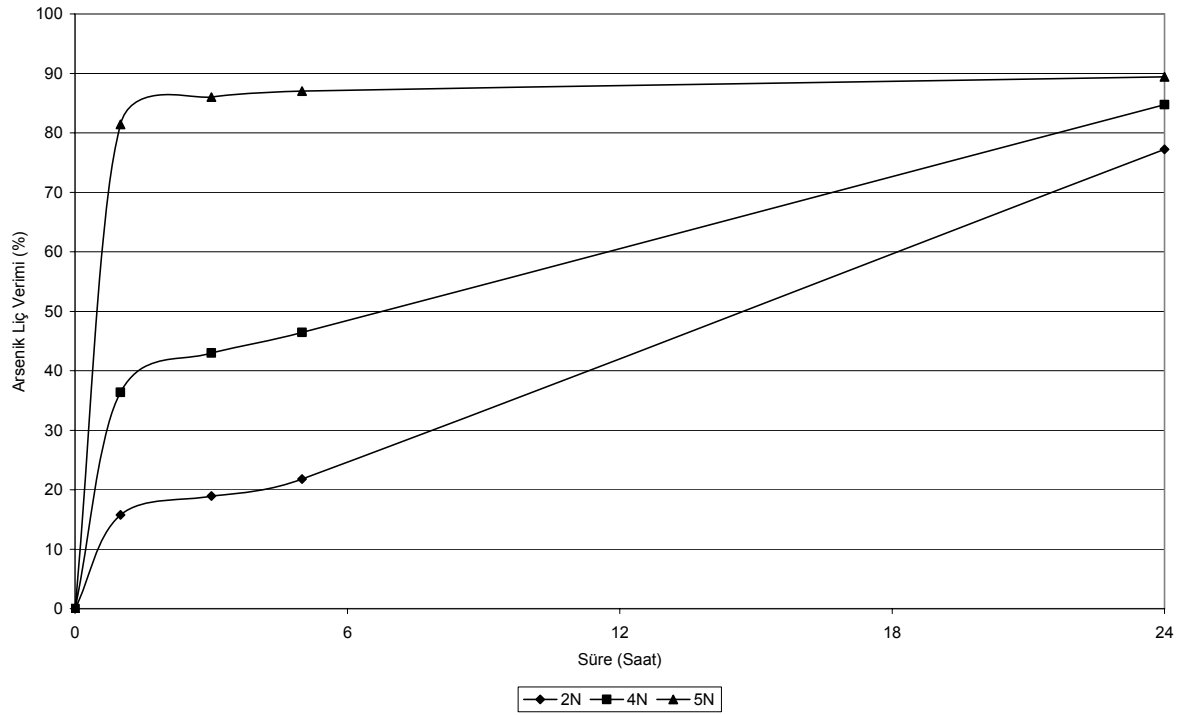
Şekil 19. Çaldağ Yeni numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı nikel liç verimleri grafiği



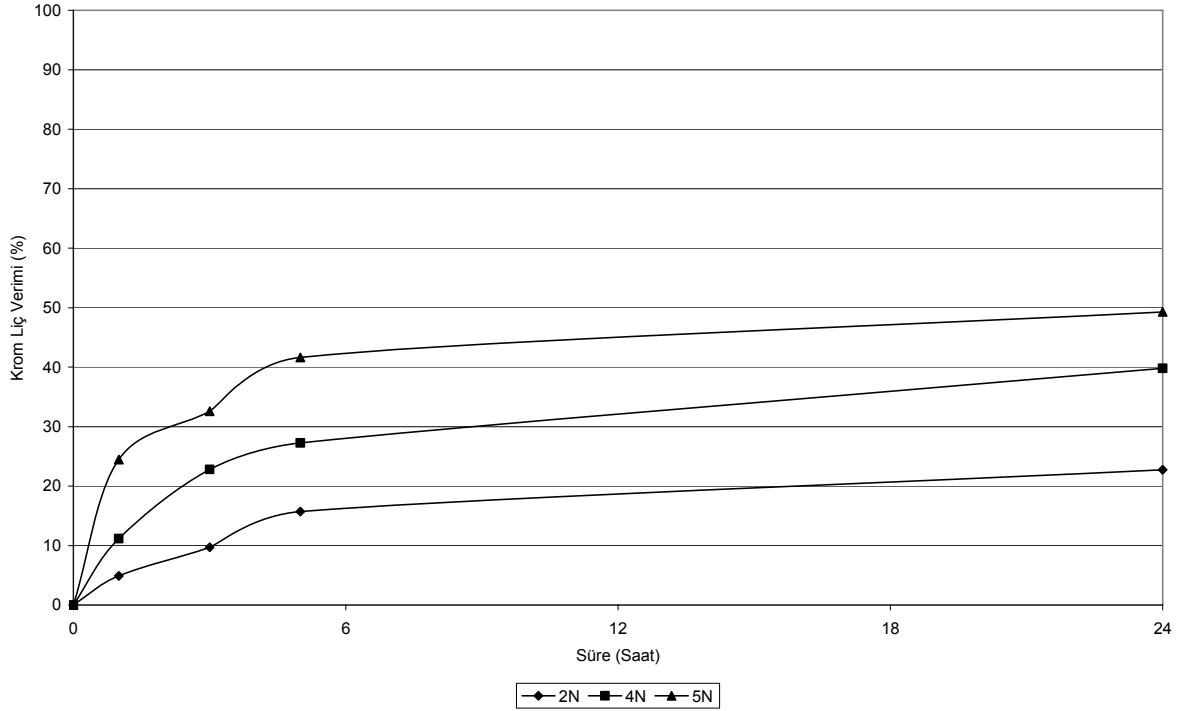
Şekil 20. Çaldağ Yeni numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı kobalt liç verimi grafiği



Şekil 21. Çaldağ Yeni numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı demir liç verimi grafiği



Şekil 22. Çaldağ Yeni numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı arsenik liç verimi grafiği



Şekil 23. Çaldağ Yeni numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı krom liç verimi grafiği

Karıştırmalı liç deneylerinin ilk etabında elde edilen liç verileri sonucunda, ileri etap deneyler için 5N H₂SO₄-24 saat kombinasyonu seçilmiştir. Bu kombinasyonda hesaplanarak elde edilen metalle yüklü liç çözeltisi analizi Tablo 14'te verilmektedir ve bu çözeltinin ORP ölçüm değeri 666 mV'dur. Liç çözeltisindeki demir/nikel oranı 24,2'dir. Liç işlemine giren Çaldağ Yeni cevheri için bu oran 26,2'dir. Metalle yüklü çözeltideki Fe/Ni oranının, cevher için hesaplanana yakın olması, nikelin büyük oranda götit mineralinin kristal yapısında bulunması nedeniyle, götit mineralini çözmeden nikelin yüksek verimle elde edilemeyeceğini göstermektedir.

Tablo 14. Çaldağ Yeni nikel cevherinin 5N H₂SO₄-24 saat deneyi sonucundaki liç çözeltisi analizi

Giren Katı Analizi				Liç Artığı Analizi				Liç Çözeltisi Analizi			
Ağırlık: 15 gr				Ağırlık: 5,79 gr				Hacim: 75 ml			
Ni,%	1,25	Ni,gr	0,187	Ni,%	0,14	Ni,gr	0,008	Ni,gr	0,179	Ni,gr/lt	2,39
Fe,%	32,60	Fe,gr	4,89	Fe,%	9,50	Fe,gr	0,550	Fe,gr	4,340	Fe,gr/lt	57,86
As,%	0,02	As,gr	0,003	As,%	0,03	As,gr	0,0017	As,gr	0,0012	As,gr/lt	0,017
Co,%	0,08	Co,gr	0,012	Co,%	0,04	Co,gr	0,0023	Co,gr	0,0097	Co,gr/lt	0,13
Cr,%	1,02	Cr,gr	0,153	Cr,%	1,87	Cr,gr	0,108	Cr,gr	0,0447	Cr,gr/lt	0,60

Deneylerin ikinci aşamasında tane boyutunun liç verimine etkileri araştırılmıştır. Optimum konsantrasyon ve süre olarak seçilen 5N H₂SO₄-24 saat kombinasyonunda çeşitli tane boyutlarında gerçekleştirilen deneylerden elde edilen nikel ve diğer elementlerin liç verimi sonuçları Tablo 15'te verilmektedir.

Tablo 15. Çaldağ Yeni numunesinin değişik tane boyutlarında liç verimleri

Tane Boyutu, Meş	Elek Açıklığı, µ	Ni, %	Co, %	Fe, %	As, %	Cr, %
-200	-74	94,97	80,46	89,91	89,40	49,28
-100	-147	93,03	91,98	89,09	90,95	49,42
-48	-295	92,42	93,60	88,95	90,33	48,02
-28	-589	92,31	87,69	89,19	89,09	46,67
-14	-1168	93,28	94,99	89,09	93,57	49,96

Yapılan deneyler sonucunda çalışılan tane boyutu aralığında, tane boyutunun nikel ve kobalt liç verimleri üzerinde belirgin bir etkisinin olmadığı tespit edilmiştir. Karıştırmalı liç deneylerinin üçüncü aşamasında öğütme derecesi -200 meş (-74 mikron), asit konsantrasyonu ve süre sabit tutularak, deneyin yapıldığı sıcaklığın liç verimlerine etkileri araştırılmıştır. Bunun için daha önceki deneyler sonucunda optimum değer olarak seçilen 5N H₂SO₄-24 saat kombinasyonu kullanılmış olup; 95°C, 75°C, 50°C ve 25°C sıcaklıkları çalışılmıştır. Elde edilen liç verimleri Tablo 16'da verilmektedir.

Tablo 16. Çaldağ Yeni numunesinin değişik sıcaklıklarda liç verimleri

Sıcaklık, °C	Ni, %	Co, %	Fe, %	As, %	Cr, %
95	94,97	80,46	86,91	89,40	49,28
75	89,51	75,56	81,08	64,79	30,18
50	74,96	76,23	55,62	30,45	10,12
25	22,94	24,79	12,03	4,59	1,46

Elde edilen sonuçlara göre, deney sıcaklığının artırılmasının liç verimleri üzerinde çok önemli bir pozitif etki yaptığı görülmüştür. Optimum olarak seçilen şartlar olan 5N H₂SO₄ asit konsantrasyonu, 24 saat liç süresi, 95°C liç sıcaklığı ve -74 mikron tane boyutunda asit tüketimi 951 kg H₂SO₄/ton kuru Çaldağ Yeni laterit cevheridir.

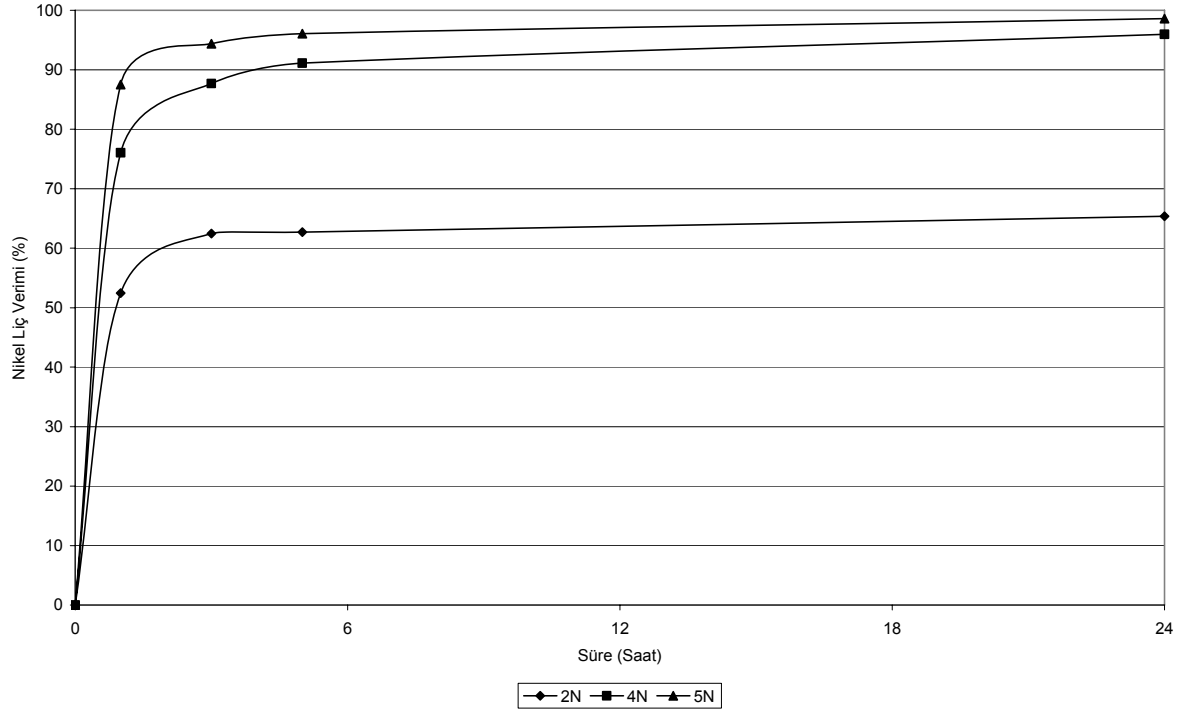
4.3. Gördes Nontronitik Laterit Numunesi Karıştırmalı Liç Deneyleri

Gördes Nontronit numunesi karıştırmalı liç deneylerinde, önceki cevher numuneleri ile yapılan çalışmalar temel alınarak öncelikle sıcaklık ve asit konsantrasyonu sabit tutularak süreye bağlı olarak nikel, kobalt, demir, arsenik ve krom liç verimleri bulunmuştur.

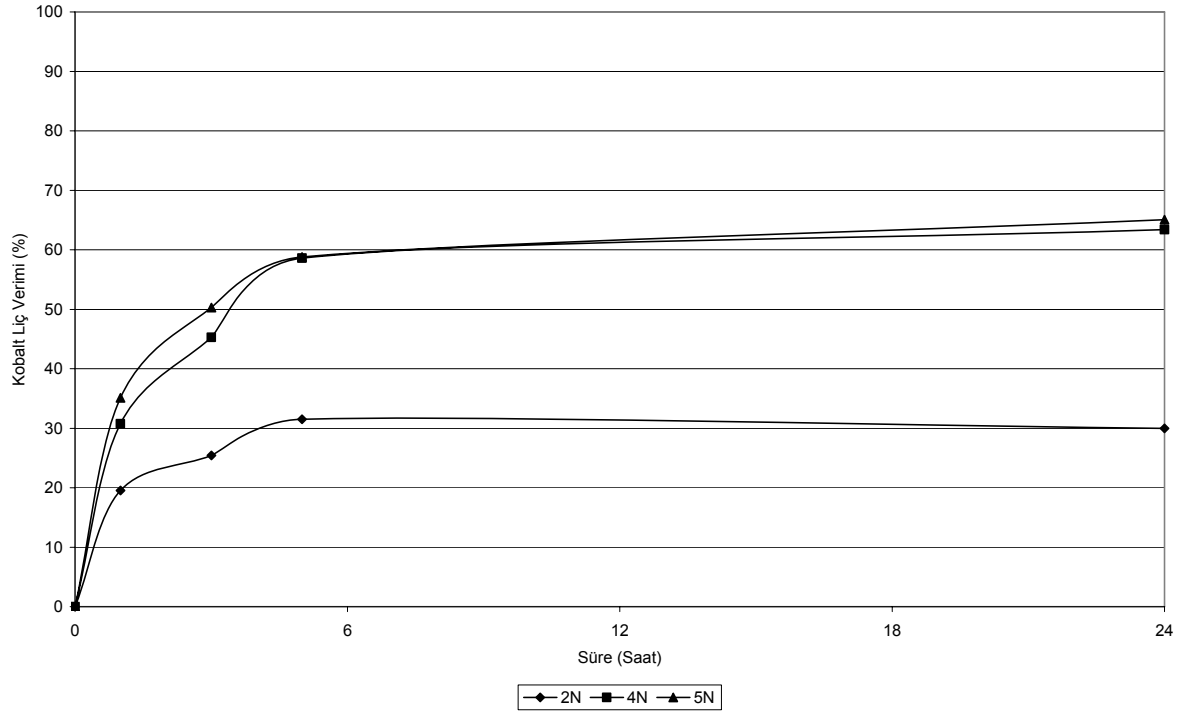
Deneylerde tane boyutu -200 meş (-74 mikron) olarak seçilmiştir. 95°C sıcaklıkta yapılan deneylerde elde edilen liç verimleri aşağıda Tablo 17 ve Şekiller 24-28'deki grafiklerde verilmiştir.

Tablo 17. Gördes Nontronitik nikel cevherinin değişik asit konsantrasyonlarında elde edilen karıştırmalı liç verimleri

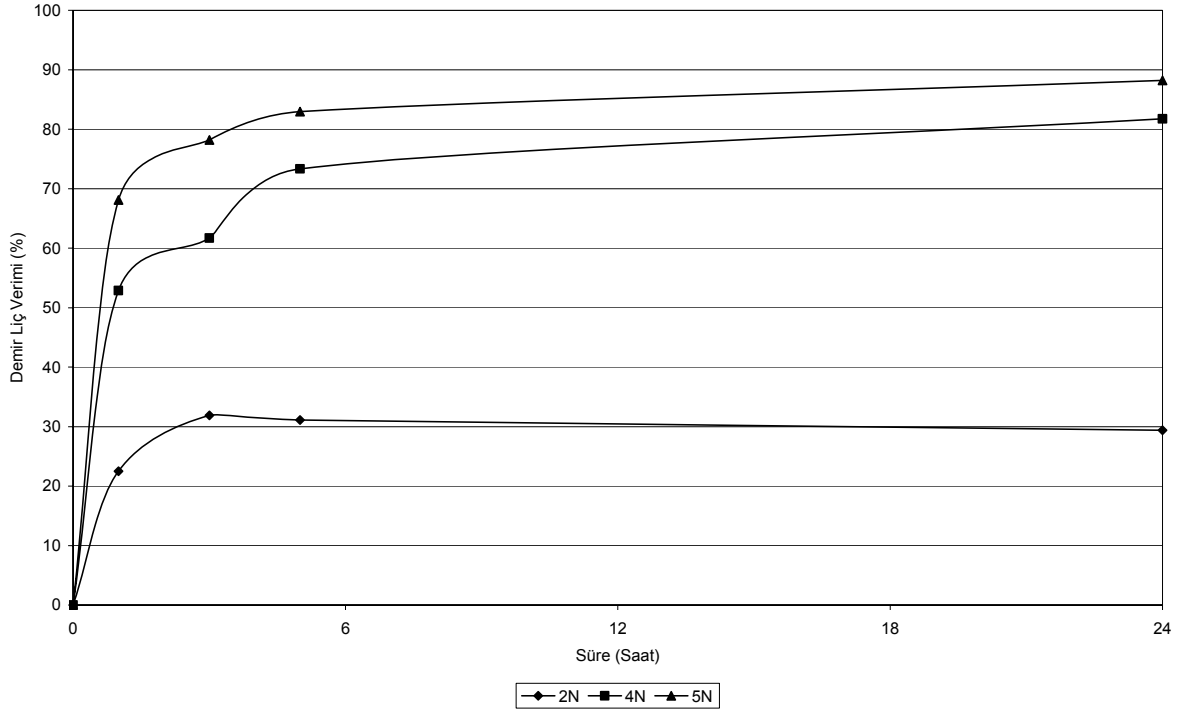
H ₂ SO ₄	Süre, Saat	Ni, %	Co, %	Fe, %	As, %	Cr, %
2N	1	52,46	19,52	22,49	18,71	22,32
	3	62,46	25,42	31,89	21,56	30,59
	5	62,70	31,51	31,10	25,47	33,11
	24	65,36	29,98	29,38	21,68	37,28
4N	1	76,04	30,76	52,87	48,67	33,20
	3	87,70	45,30	61,71	52,70	37,64
	5	91,13	58,59	73,34	55,80	46,69
	24	95,96	63,40	81,78	57,55	46,70
5N	1	87,51	35,11	68,10	52,19	39,58
	3	94,38	50,30	78,20	58,50	45,47
	5	96,07	58,79	82,97	59,75	47,33
	24	98,61	65,05	88,21	63,07	50,77



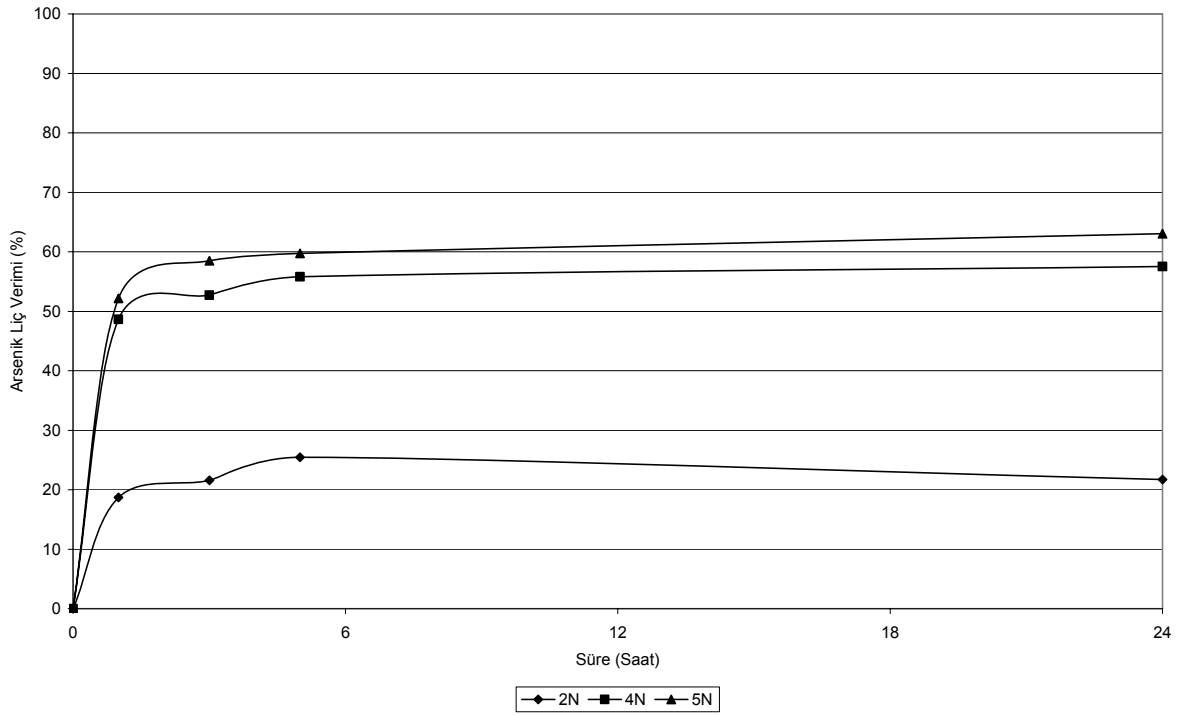
Şekil 24. Gördes Nontroniti numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı nikel liç verimi grafiği



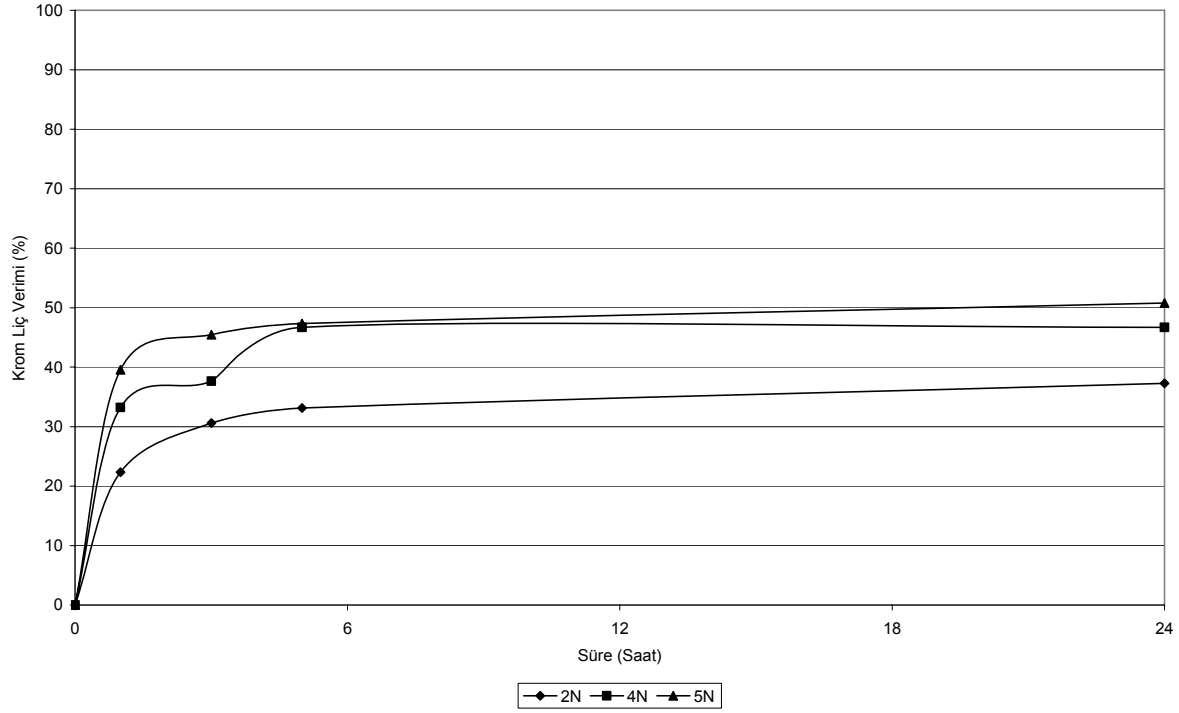
Şekil 25. Gördes Nontroniti numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı kobalt liç verimi grafiği



Şekil 26. Gördes Nontroniti numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı demir liç verimi grafiği



Şekil 27. Gördes Nontroniti numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı arsenik liç verimi grafiği



Şekil 28. Gördes Nontroniti numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı krom liç verimi grafiği

Karıştırmalı liç deneyleri sonuçları değerlendirilerek optimum süre ve asit konsantrasyonu kombinasyonu Gördes Nontronit cevheri için belirlenmiştir. Optimum değer olarak seçilen 4N H₂SO₄-24 saat deneyi sonucunda hesapla elde edilen metalle yüklü liç çözeltisi analizi Tablo 18'de verilmektedir. Liç çözeltisindeki demir/nikel oranı 11,3'dür. Liç işlemine giren cevher için bu oran 13,3'dür. Optimum olarak seçilen şartlarda asit tüketimi 669 kg H₂SO₄/ton kuru Gördes Nontronit cevheri olup metalle yüklü çözeltinin ORP değeri 579 mV'dur.

Tablo 18. Gördes Nontronit nikel cevherinin 4N H₂SO₄-24 saat deneyi sonucundaki liç çözeltisi analizi

Giren Katı Analizi				Liç Artığı Analizi				Liç Çözeltisi Analizi			
Ağırlık: 15 gr				Ağırlık: 8,49 gr				Hacim: 75 ml			
Ni, %	1,20	Ni, gr	0,18	Ni, %	0,09	Ni, gr	0,076	Ni, gr	0,172	Ni, gr/lt	2,30
Fe, %	15,95	Fe, gr	2,393	Fe, %	5,28	Fe, gr	0,448	Fe, gr	1,945	Fe, gr/lt	25,92
As, %	0,02	As, gr	0,003	As, %	0,03	As, gr	0,0025	As, gr	0,0045	As, gr/lt	0,060
Co, %	0,04	Co, gr	0,006	Co, %	0,02	Co, gr	0,0017	Co, gr	0,0043	Co, gr/lt	0,057
Cr, %	0,68	Cr, gr	0,102	Cr, %	0,94	Cr, gr	0,080	Cr, gr	0,022	Cr, gr/lt	0,295

İkinci aşamada 4N H₂SO₄-24 saat olarak seçilen kombinasyonda yapılan ve tane boyutunun liç verimine etkilerini araştırmak üzere çeşitli tane boyutlarında gerçekleştirilen deneylerden elde edilen nikel ve diğer elementlerin liç verimi sonuçları Tablo 19'da verilmektedir.

Tablo 19. Gördes Nontroniti numunesinin değişik tane boyutlarında liç verimleri

Tane Boyutu, Meş	Elek Açıklığı, µ	Ni, %	Co, %	Fe, %	As, %	Cr, %
-200	-74	95,96	63,40	81,78	57,55	46,70
-100	-147	95,59	62,70	76,41	54,72	47,81
-48	-295	95,05	59,28	76,01	50,63	42,56
-28	-589	95,35	68,80	76,12	51,83	40,89
-14	-1168	95,00	65,93	78,56	53,57	42,67

Çaldağ ve Çaldağ Yeni cevherleri ile yapılan deneylerde de görüldüğü üzere, Gördes Nontronit cevheri için çalışılan tane boyutu aralığında tane boyutunun nikel ve kobalt liç verimleri üzerinde belirgin bir etkisinin olmadığı bir kez daha tespit edilmiştir.

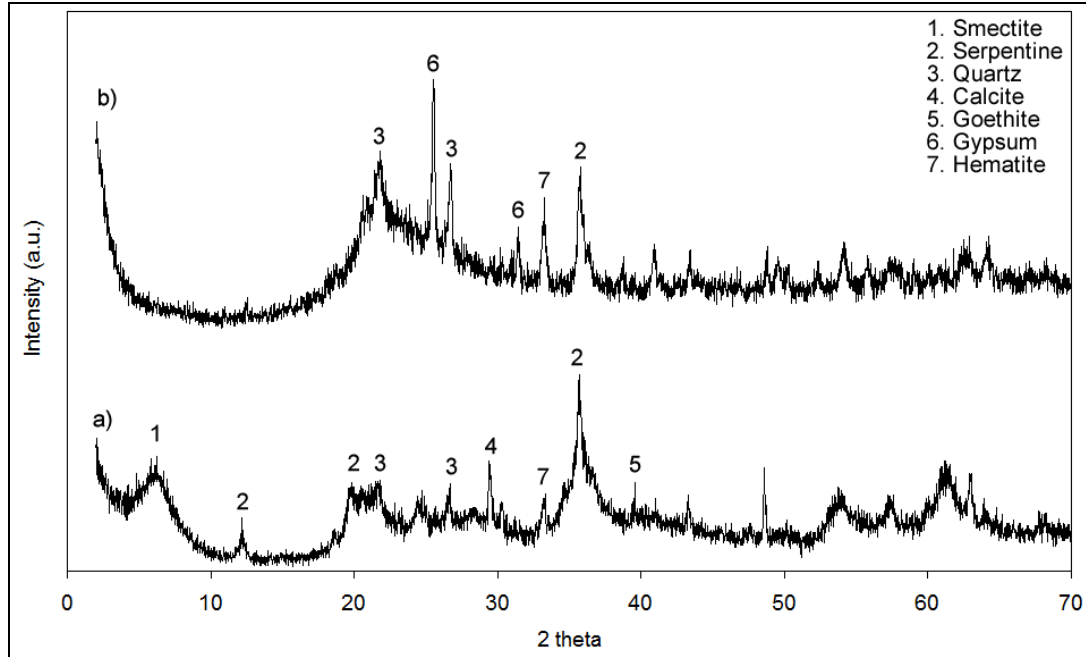
Üçüncü etap karıştırmalı liç deneylerinde sıcaklığın liç verimleri üzerine etkileri araştırılmıştır. Bunun için 4N H₂SO₄-24 saat kombinasyonu ve -200 meşe öğütülmüş Gördes Nontroniti kullanılmış olup; 95°C, 75°C, 50°C ve 25°C sıcaklıklarında deneyler yapılmıştır. Elde edilen liç verimleri Tablo 20'de verilmektedir.

Tablo 20. Gördes Nontroniti numunesinin değişik sıcaklıklarda liç verimleri

Sıcaklık, °C	Ni, %	Co, %	Fe, %	As, %	Cr, %
95	95,96	63,40	81,78	57,55	49,70
75	93,11	55,94	76,84	55,14	46,04
50	86,07	39,55	60,31	45,05	37,33
25	55,67	12,89	29,31	27,60	24,54

Elde edilen sonuçlar, Çaldağ cevheri ile elde edilen sonuçlar ile paralellik göstermekte olup, deney sıcaklığının artırılmasının liç verimleri üzerinde önemli bir pozitif etki yaptığı görülmüştür.

Optimum koşullarda elde edilen liç artığının XRD'si çekilmiş (b) ve orijinal numune (a) ile karşılaştırılmıştır. XRD grafikleri Şekil 29'da verilen Gördes Nontronitinde liç esnasında smektit (smectite) ve kalsit (calcite) piklerinin tamamen; serpantin (serpentine) ve götit (goethite) piklerinin ise kısmen kaybolduğu belirlenmiştir. Liç sırasında kuartz (quartz) ve hematit (hematite) piklerinde bir değişim gözlenmezken, liç artığında CaSO₄.2H₂O (gypsum) oluşumu gözlenmiştir.



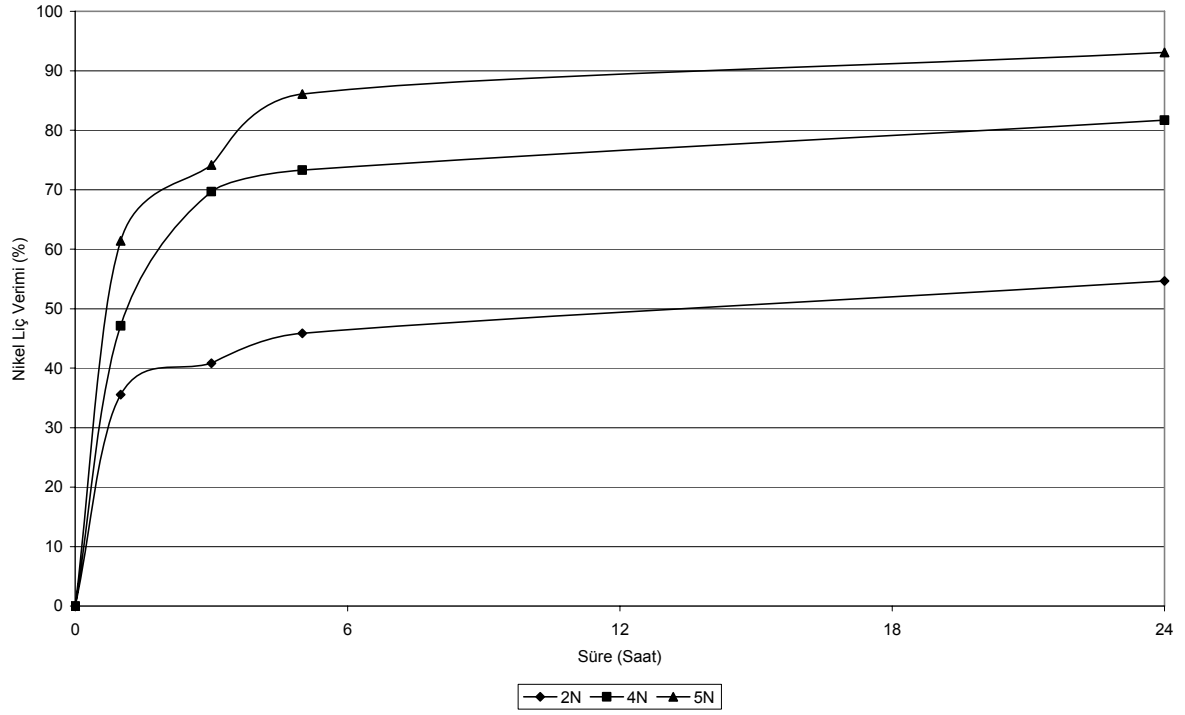
Şekil 29. Gördes Nontronit numunesinin liç öncesi ve sonrası XRD grafikleri

4.4. Gördes Limonitik Laterit Numunesi Karıştırmalı Liç Deneyleri

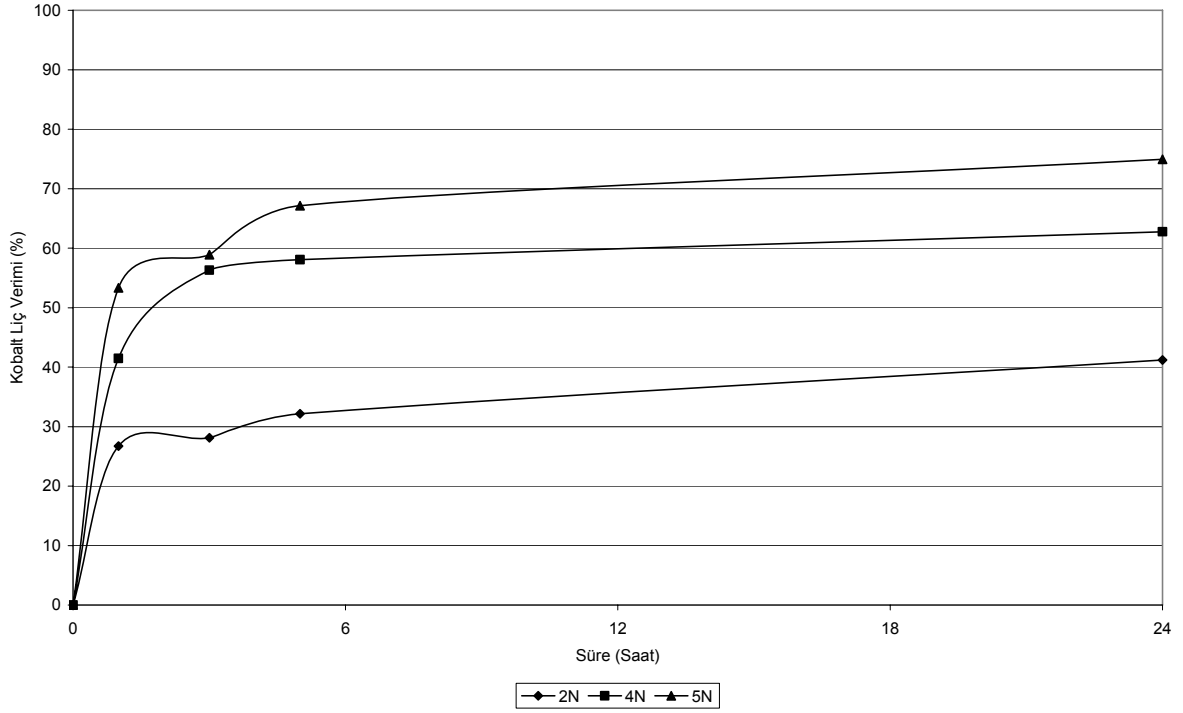
Gördes Limonit numunesi karıştırmalı liç deneylerinde sıcaklık ve asit konsantrasyonu sabit tutularak süreye bağlı olarak nikel, kobalt, demir, arsenik ve krom liç verimlerinin bulunması amacıyla yapılan deneylerde tane boyutu -200 meşe (-74 mikron), sıcaklık ise 95°C olarak seçilmiştir. Deneyler sonucunda elde edilen liç verimleri aşağıda Tablo 21 ve Şekiller 30-34'teki grafiklerde verilmiştir.

Tablo 21. Gördes Limonitik nikel cevherinin değişik asit konsantrasyonlarında elde edilen karıştırmalı liç verimleri

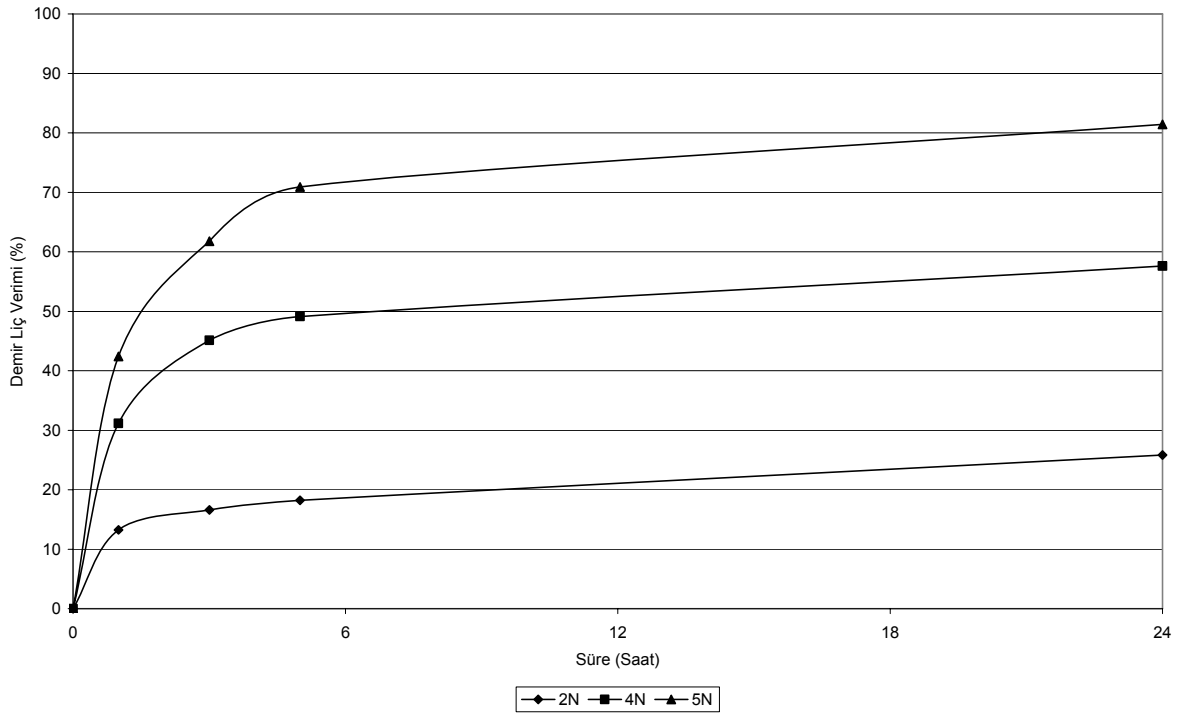
H ₂ SO ₄	Süre, Saat	Ni, %	Co, %	Fe, %	As, %	Cr, %
2N	1	35,56	26,74	13,25	9,65	7,63
	3	40,83	28,10	16,60	10,31	8,45
	5	45,85	32,16	18,22	14,01	12,91
	24	54,63	41,18	25,84	12,62	20,36
4N	1	47,13	41,47	31,13	29,63	19,47
	3	69,67	56,29	45,13	42,55	19,61
	5	73,29	58,08	49,13	50,20	24,87
	24	81,69	62,76	57,60	58,97	24,54
5N	1	61,41	53,33	42,39	43,70	20,66
	3	74,18	58,90	61,79	53,41	21,06
	5	86,10	67,15	70,93	61,73	24,98
	24	93,07	74,95	81,44	60,13	39,79



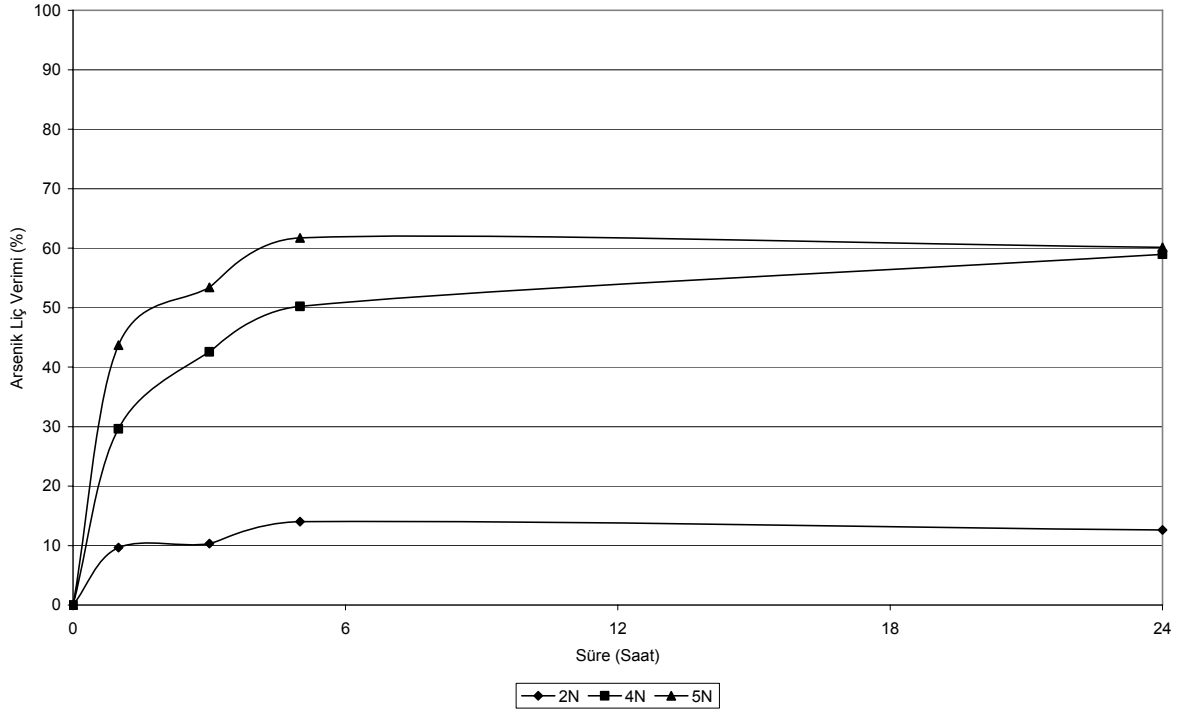
Şekil 30. Gördes Limonit numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı nikel liç verimi grafiği



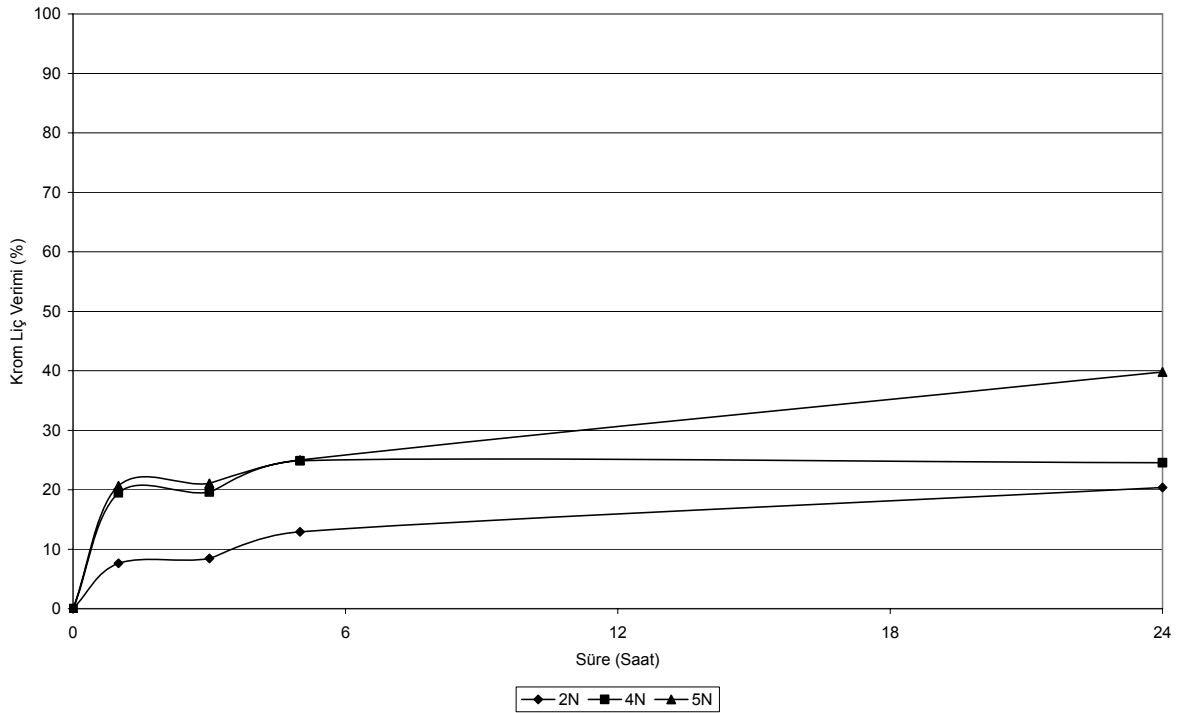
Şekil 31. Gördes Limonit numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı kobalt liç verimi grafiği



Şekil 32. Gördes Limonit numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı demir liç verimi grafiği



Şekil 33. Gördes Limonit numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı arsenik liç verimi grafiği



Şekil 34. Gördes Limonit numunesinin değişik asit konsantrasyonlarında zamana bağlı krom liç verimi grafiği

Diğer numunelerde yapıldığı gibi, ilk etap karıştırılmalı liç deneyleri sonuçları değerlendirilmiş ve optimum süre ve asit konsantrasyonu kombinasyonu olarak 5N H₂SO₄-24 saat seçilmiştir. Optimum değer olarak seçilen 5N H₂SO₄-24 saat kombinasyonu deneyi sonucunda asit tüketimi 795 kg H₂SO₄/ton kuru Gördes Limonit cevheri olup, hesaplama elde edilen metalle yüklü liç çözeltisi analizi Tablo 22'de verilmektedir. Liç çözeltisindeki demir/nikel oranı 19,1'dir. Liç işlemine giren cevher için bu oran 22,5'dir. Optimum şartlarda elde edilen metalle yüklü çözeltinin ORP değeri 920 mV'dur.

Tablo 22. Gördes Limonit nikel cevherinin 5N H₂SO₄-24 saat deneyi sonucundaki liç çözeltisi analizi

Giren Katı Analizi				Liç Artığı Analizi				Liç Çözeltisi Analizi			
Ağırlık: 15 gr				Ağırlık: 7,27 gr				Hacim: 75 ml			
Ni,%	1,28	Ni,gr	0,192	Ni,%	0,18	Ni,gr	0,013	Ni,gr	0,179	Ni,gr/Lt	2,38
Fe,%	28,70	Fe,gr	4,305	Fe,%	12,30	Fe,gr	0,894	Fe,gr	3,411	Fe,gr/Lt	45,48
As,%	0,68	As,gr	0,102	As,%	0,63	As,gr	0,046	As,gr	0,056	As,gr/Lt	0,75
Co,%	0,08	Co,gr	0,012	Co,%	0,05	Co,gr	0,004	Co,gr	0,008	Co,gr/Lt	0,11
Cr,%	1,38	Cr,gr	0,207	Cr,%	2,53	Cr,gr	0,184	Cr,gr	0,023	Cr,gr/Lt	0,31

Seçilen optimum kombinasyonda gerçekleştirilen ve tane boyutunun liç verimine etkilerini gösteren deneylerden elde edilen liç verimi sonuçları Tablo 23'te verilmektedir.

Tablo 23. Gördes Limonit numunesinin değişik tane boyutlarında liç verimleri

Tane Boyutu, Meş	Elek Açıklığı, µ	Ni, %	Co, %	Fe, %	As, %	Cr, %
-200	-74	93,07	74,95	81,44	60,13	39,79
-100	-147	91,71	72,74	81,73	57,97	43,16
-48	-295	92,68	70,80	81,95	58,31	41,13
-28	-589	92,91	70,97	80,37	61,44	42,96
-14	-1168	93,15	71,49	80,06	61,81	44,98

Sonuçlar, raporun önceki bölümlerinde verilen sonuçlar ile benzerlik göstermekte olup, çalışılan tane boyutu aralığında, tane boyutunun nikel ve kobalt liç verimleri üzerinde belirgin bir etkisinin olmadığı bir kez daha gözlenmiştir.

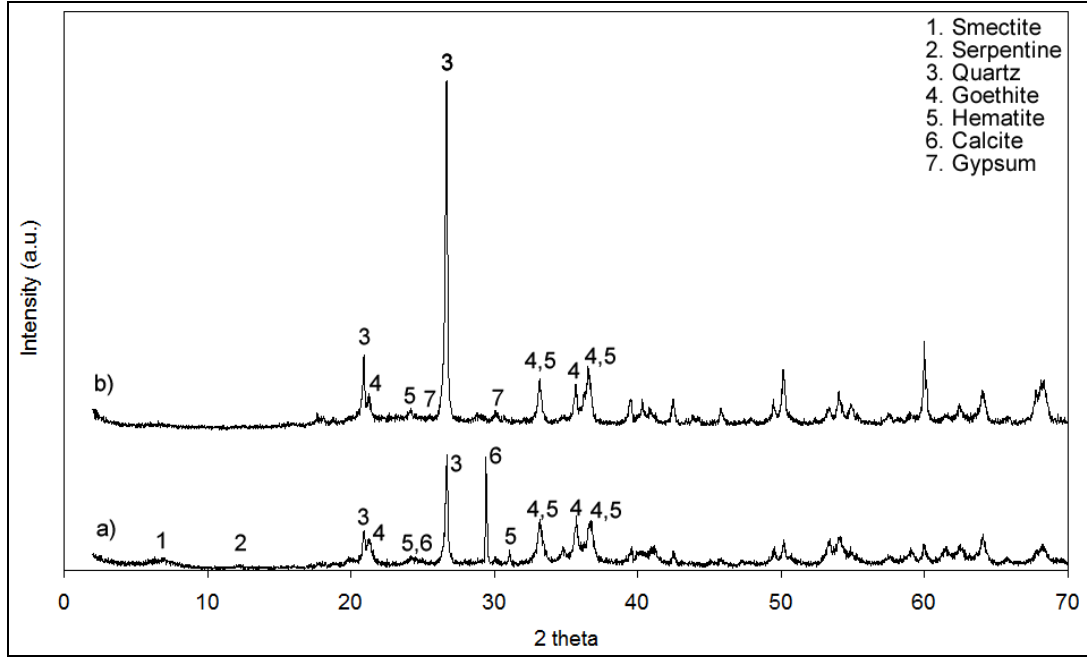
Üçüncü etap karıştırmalı liç deneylerinde sıcaklığın liç verimleri üzerine etkilerini araştırmak için 5N H₂SO₄-24 saat kombinasyonu ve -200 meşe öğütülmüş Gördes Limoniti kullanılarak 95°C, 75°C, 50°C ve 25°C sıcaklıklarında deneyler yapılmıştır. Elde edilen liç verimleri Tablo 24'te verilmektedir.

Tablo 24. Gördes Limonit numunesinin değişik sıcaklıklarda liç verimleri

Sıcaklık, °C	Ni, %	Co, %	Fe, %	As, %	Cr, %
95	93,07	74,95	81,44	60,13	39,79
75	81,38	64,80	62,61	56,06	30,30
50	57,75	37,22	29,09	16,99	12,92
25	30,49	16,77	7,90	10,82	1,59

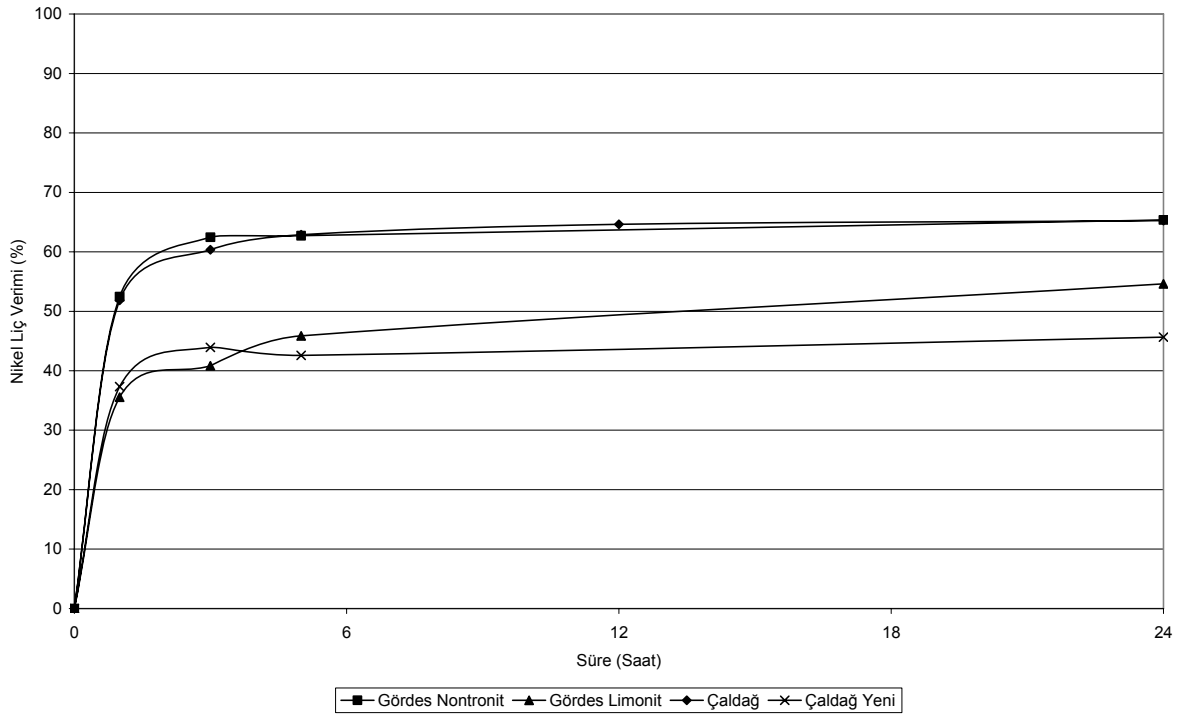
Yukarıdaki sonuçlardan da görülebileceği gibi deney sıcaklığının artırılmasının liç verimleri üzerinde önemli bir pozitif etki yaptığı görülmüştür.

Optimum koşullarda elde edilen liç artığının XRD'si çekilmiş (b) ve orijinal numune (a) ile karşılaştırılmıştır. XRD grafikleri Şekil 35'te verilen Gördes Limonitinde liç esnasında simektit (smectite), kalsit (calcite) ve serpantin (serpentine) piklerinin tamamen kaybolduğu belirlenmiştir. Liç sırasında kuartz (quartz) ve hematit (hematite) piklerinde bir değişim gözlenmezken, liç artığında CaSO₄.2H₂O (gypsum) oluşumu gözlenmiştir.

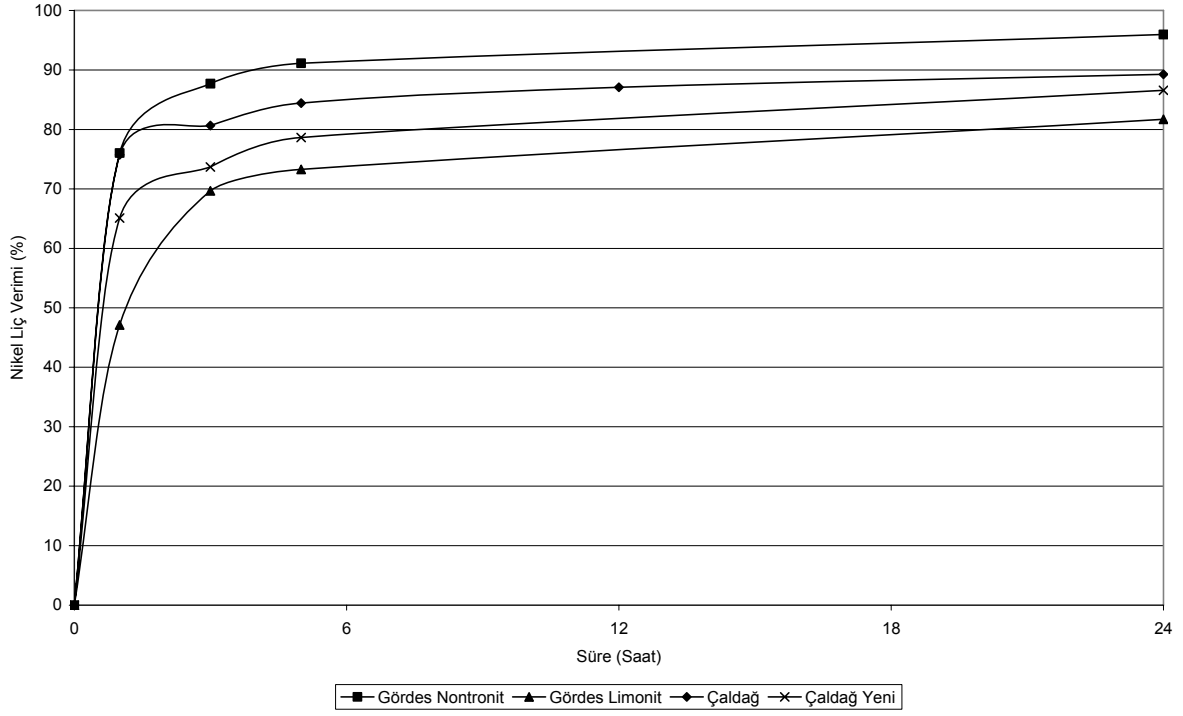


Şekil 35. Gördes Limonit numunesinin liç öncesi ve sonrası XRD grafikleri

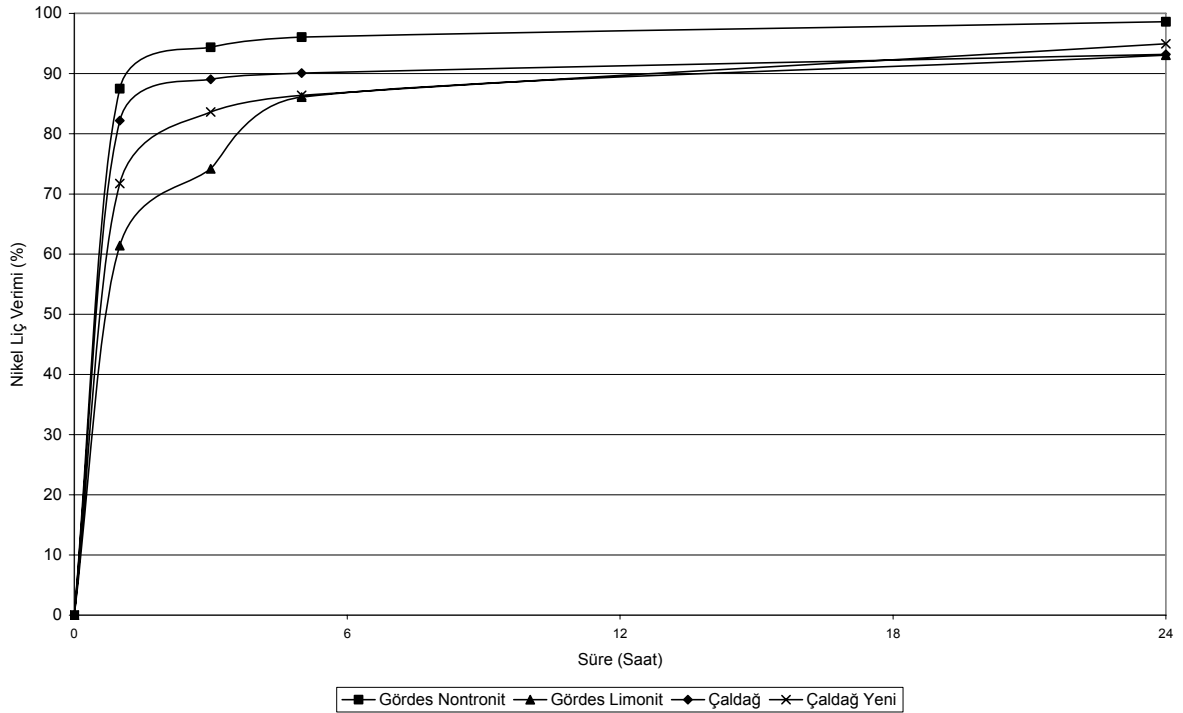
Temin edilmiş olan dört ayrı lateritik nikel cevheri üzerinde zamana ve asit konsantrasyonuna bağlı liç verimleri deneylerle belirlenmiştir. Liç deneyleri sonucunda elde edilen ve yukarıdaki tablolarda verilen değerler sonucu çizilmiş olan karşılaştırmalı nikel liç verim grafikleri aşağıda Şekiller 36-38'de verilmektedir.



Şekil 36. Değişik lateritlerin 2N asit konsantrasyonunda zamana bağlı nikel liç verimleri grafiği



Şekil 37. Değişik lateritlerin 4N asit konsantrasyonunda zamana bağlı nikel liç verimleri grafiği



Şekil 38. Değişik lateritlerin 5N asit konsantrasyonunda zamana bağlı nikel liç verimleri grafiği

4.5. Çok Aşamalı Karıştırmalı Liç Deneyleri

Literatürde yer aldığı üzere 2 tip cevher bulunan nikel laterit sahalarından çok aşamalı liç sistemiyle, üretilen birim nikel başına veya ton kuru cevher başına düşen asit tüketimi düşürülebilmektedir (LIU, 2004). Liç sonunda çözeltide kalan asit (residual acid) nötralizasyon aşamasında kaybedilmekte ve bu

yüzden elde edilen birim nikel başına gereken asit miktarı artmaktadır. Genellikle bu tür liç sistemlerinde yüksek konsantrasyonlu asit gerektiren limonitik laterit cevheri ilk olarak liç edilir; liç sonunda genelde daha yüksek CaO, MgO içeren diğer nontronitik veya saprolitik laterit cevheri sisteme eklenerek hem nötralizasyon hem de ikinci cevherin liç edilmesi sağlanır. Bu sayede ayrıca nötralizasyonda kullanılan kireçtaşı tüketimi de önemli ölçüde azaltılabilmektedir. Literatüre geçen bu konuda birçok çalışma yapılmış ve patentler alınmış olup, her bir liç basamağı için HPAL, AL ve HL gibi farklı yöntemler uygulanabildiği bilinmektedir.

Optimum koşullarda Gördes laterit cevherleri ile yapılan deneyler sonucunda metalle yüklü çözeltide kalan asit miktarları Limonit için 97,2 gr/lt (240,1 gr/lt liç öncesi asit konsantrasyonu) ve Nontronit için 58,2 gr/lt (192,1 gr/lt liç öncesi asit konsantrasyonu) olarak hesaplanmıştır.

Bu değerlerden yola çıkarak yapılan hesaplar sonucunda kuru bazda Limonit cevherinden 1 kg nikel elde etmek için (mevcut liç verim değerleri hesaba katılarak) 101 kg sülfürik asit (1200 kg/ton kuru cevher) tüketilmesi gerekmektedir. Aynı şekilde Nontronit tip cevher için bu rakam 83 kg sülfürik asittir (960 kg/ton kuru cevher).

Literatürde yer alan çalışmaları uygulamak için iki tip cevhere sahip Gördes yöresi cevherleri ile çok aşamalı liç deneyleri gerçekleştirilmiştir. Meta Limonit tip cevher belirlenen optimum şartlarda liç edilmiş; daha sonra Meta Nontronit tip cevher eklenerek hem limonit liçi sonrası çözeltide kalan sülfürik asit miktarı azaltılmış hem de nontronit tip cevher liç edilmiştir. Eklenen nontronit miktarı deney parametresi olarak çalışılmış ve eklenen nontronit miktarına bağlı liç verim değişiklikleri gözlemlenmiştir.

Deneylerde iki farklı akım şeması uygulanmıştır. İki yolda da önce Meta Limonit sonra Meta Nontronit cevheri liç edilmiş olup; birinci yolda limonit liçinden sonra katı-sıvı ayrımı uygulanmadan sisteme Nontronit eklenerek liçe devam edilmiştir. İkinci yolda ise limonit liçinden sonra katı-sıvı ayrımı uygulanmış; Nontronit elde edilen metalle yüklü liç çözeltisinde liç edilmiştir. Tüm deneylerde -200 meşe öğütülmüş 15 gr Limonit ve 240,1 gr/lt (5N) asit konsantrasyonuna sahip 75 ml liç çözeltisi kullanılmış olup eklenen -200 meşe öğütülmüş Meta Nontronit miktarı 5 gr, 10 gr ve 15 gr olarak çalışılmış ve her bir aşamada liç süreleri 24 saat olarak sabit tutulmuştur.

Katı sıvı ayrımı yapılmadan yürütülen deneylerde elde edilen toplam liç verim değerleri (Limonit verimi + Nontronit verimi) ve liç sonunda çözeltide kalan asit miktarları Tablo 25'te verilmiştir.

Tablo 25. Çok aşamalı liç deney sonuçları (katı-sıvı ayrımı yapılmamış)

Eklenen Nontronit Miktarı	Ni, %	Fe, %	Co, %	Asit Miktarı (gr/lt)	Asit Tüketimi * (kg)
5 gr	89,78	79,00	71,76	70,6	79,5
10 gr	86,63	73,73	65,35	40,0	66,6
15 gr	85,51	68,37	57,37	29,8	56,6

(* Birim nikel elde etmek için gerekli sülfürik asit miktarı (kg sülfürik asit/kg nikel)

Tablo 25'te de verildiği üzere deneyler sonucunda eklenen Meta Nontronit cevheri miktarı arttıkça liç işlemi sonucunda çözeltide kalan sülfürik asit miktarının düştüğü görülmüştür. Ancak artarak eklenen nontronit miktarı nedeniyle metallerin toplam liç verimleri düşmüştür. Ayrıca birim nikel elde etmek için gereken sülfürik asit miktarı da artan nontronit miktarına ters orantılı olarak azalmıştır.

Limonit liçi sırasında elde edilen verimlerin tutarlılığını görmek ve ikinci etap liç sırasında (Nontronit liçi) artan miktarın metal liç verimlerine etkisini araştırmak üzere katı-sıvı ayrımı gerçekleştirilerek yapılan deneyler sonucunda elde edilen liç verimleri ve çözeltide kalan asit miktarları ise Tablo 26'da verilmektedir. Tabloda Meta Limonit cevheri liçi sonrasında elde edilen verimler "LL", Meta Nontronit cevheri liçi sonrasında elde edilen verimler "NL" olarak adlandırılmıştır.

Tablo 26. Çok aşamalı liç deney sonuçları (katı-sıvı ayrımı yapılmış)

Eklenen Nontronit Miktarı	Ni, %		Fe, %		Co, %		Asit Miktarı (gr/lt)	Asit Tüketimi * (kg)
	LL	NL	LL	NL	LL	NL		
5 gr	93,27	87,63	81,46	64,23	71,45	39,44	77,8	77,7
10 gr	91,64	77,41	83,61	44,99	74,77	28,33	38,6	67,0
15 gr	92,45	74,77	82,54	29,93	73,11	14,28	27,1	57,7

(* Birim nikel elde etmek için gerekli sülfürik asit miktarı (kg sülfürik asit/kg nikel)

Tablo 26'dan da görüldüğü üzere Meta Limonit cevheri liçi sırasında elde edilen verim değerleri tutarlılık göstermekte olup, Meta Limonit cevheri liçi sonrasında kalan asit içerisinde liç edilen Meta Nontronit cevheri miktarı arttıkça, ikinci etapta elde edilen metal liç verimleri azalmaktadır. Deney sonunda çözeltide kalan asit miktarları da bir önceki set deneyle tutarlılık göstermekte olup eklenen Meta Nontronit cevheri miktarına bağlı olarak azalmaktadır.

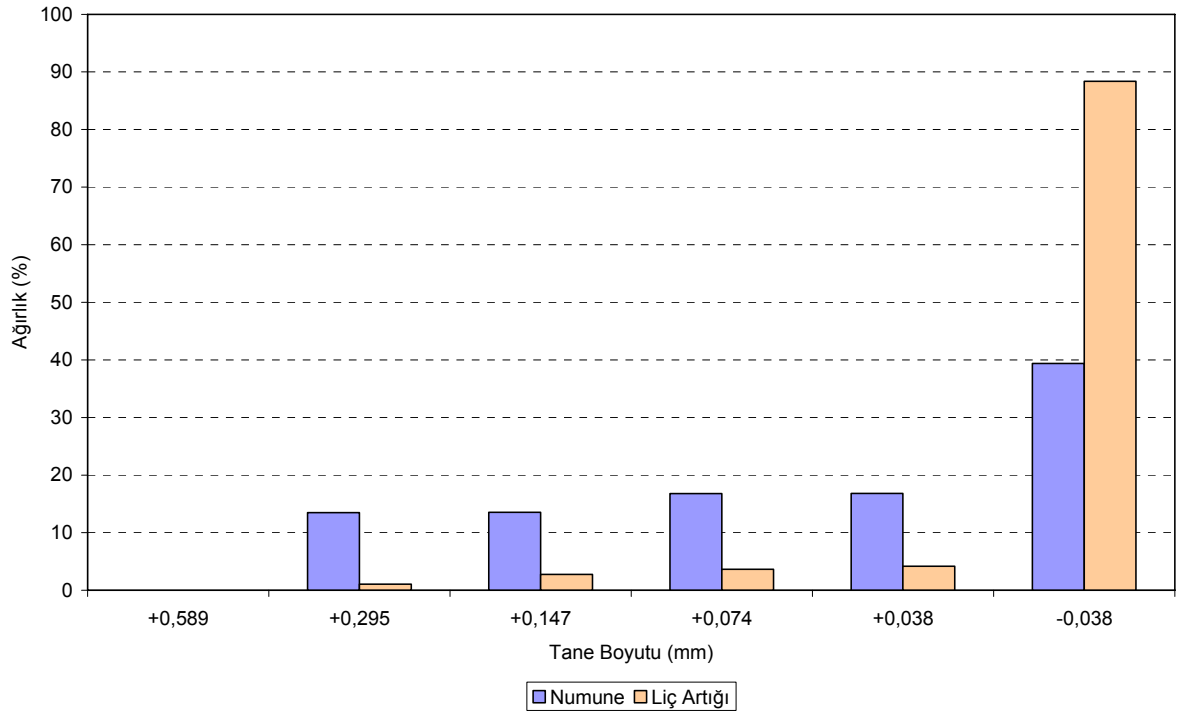
4.6. Karıştırmalı Liç Deney Sonuçlarının Değerlendirilmesi

Karıştırmalı liç deneyleri sonucunda aşağıdaki bilgiler elde edilmiştir:

- Karıştırmalı liç deneylerinde elde edilen sonuçlar, temsili dört cevherin de içerisinde bulunan nikelin ve kobaltın yüksek oranlarda atmosferik şartlarda karıştırmalı liç (AL) yöntemiyle sülfürik asitli çözeltiliye alınabileceğini göstermiştir. Başlangıç asit konsantrasyonu 5N H₂SO₄ olarak seçildiğinde 24 saat sonunda dört lateritin her birinden %90'dan fazla nikelin ve %60-80 kobaltın liç çözeltisine alınabileceğini ortaya koymuştur. Meta Nontronitik laterit cevherinin daha az konsantre sülfürik asit çözeltisinde ve 5 saat gibi daha kısa sürede liç edilmesi mümkün gözükmemektedir.
- Fakat atmosferik asit liç işlemi sırasında nikel ve kobaltla birlikte yüksek miktarlarda demir de çözeltiliye geçmektedir. Metalle yüklü çözeltiler için hesaplanan Fe/Ni oranları Çaldağ, Çaldağ Yeni, Meta Nontronit ve Meta Limonit cevherleri için sırasıyla 15,2 (ortalama); 24,2; 11,3; 19,1 olarak belirlenmiştir. Bu oran HPAL için Murrin Murrin'de 2 gpl Fe/ 4 gpl Ni = 0,5; Moa Bay için 0,8 gpl Fe/ 5,95 gpl Ni = 0,13'tür. Çözeltiliye geçen yüksek orandaki demirin çözeltiden nikel ve kobalt elde edilmesinden önce çöktürülerek uzaklaştırılması gerekmektedir. Bu demir çöktürmesi sırasında minimum nikel ve kobalt kaybı hedeflenmelidir. Demirle birlikte Mg, Mn, Al gibi safsızlıkların da çözeltiliye yüksek oranda geçmesi beklenir. Kısmen çözeltiliye geçen safsızlıklar ise Cr ve As olacaktır. Bu safsızlıkların çözeltiden arıtılması sırasında da Ni, Co kayıpları gündeme gelebilecektir. Bu safsızlıkların metalle yüklü çözeltiden tam arıtılmaması durumunda ise elde edilecek Ni-Co hidroksit ara ürününün kalitesi sorun oluşturacaktır.
- Karıştırmalı liç deneylerinde tüm temsili örneklerle yapılan deneyler sonucu aynı sürede artan asit konsantrasyonuna veya aynı asit konsantrasyonunda artan süreye bağlı olarak liç verimlerinin arttığı belirlenmiştir. Nikel liç veriminin 24 saat içerisinde en az %80 olabilmesi için başlangıç asit konsantrasyonunun 4N'den az olmaması gerekmektedir. Aksi takdirde liç süresi çok uzayacaktır. Asit konsantrasyonu arttıkça da çözeltiliye geçen Fe, Cr, As gibi safsızlıkların miktarı da artmaktadır. Başlangıç asit konsantrasyonunun yüksek tutulması, aynı zamanda liç sonucu elde edilen metalle yüklü çözeltideki serbest asit miktarını da artıracaktır. Bu serbest asitin yüksek miktarda olması, liç işlemi takip edecek olan nötralizasyon işleminde aşırı kireçtaşı tüketimine neden olacaktır. Asit ve kireçtaşı tüketiminin azaltılmasının bir yolu öncelikle limonitik tip cevheri yüksek asit konsantrasyonunda liç etmek, daha sonra metalle yüklü çözeltide kalan asitte nontronitik tip lateriti liç işlemine tabi tutmaktır.
- Tüm temsili örnekler ile yapılan deneylerde sıcaklık artışının elde edilen liç verimlerine önemli bir pozitif etkisi olduğu belirlenmiştir. En yüksek liç verimleri çalışılan en yüksek sıcaklık olan 95°C'de elde edilmiştir. Kaynama nedeniyle liçin yapılabileceği en yüksek sıcaklık çalışılan laboratuvar şartlarında 97°C'dir. Kaynama noktasında yapılan manyetik karıştırmalı veya karıştırmazsız liç deneyleri de 95°C'de yapılan deneylerle benzer sonuçlar vermiştir.
- Lateritik nikel cevherleri ile gerçekleştirilen tüm deneylerde katı/sıvı oranı 1/5 gr/ml olarak sabit tutulmuştur. Tüm belirlenen deney şartları sabit tutulup, bu oran 1/4, 1/3, 1/2 ve 3/5 şeklinde

artırıldığında elde edilen nikel liç verimlerinin %60'lara kadar düştüğü yapılan deneyler sonucu belirlenmiştir. Bu verim düşüşü diğer metallerin liç verimlerinde de açıkça görülmüştür. Katı/sıvı oranı 1/3 veya 1/2 olarak seçildiğinde, örneğin Meta Nontronit cevherinden %95'den daha yüksek nikel liç verimi elde edilebilmesi için, asit konsantrasyonunun 4 N'den sırasıyla 6,6 ve 9,9 N seviyesine çıkartılması gerekmektedir. Meta Limonitik cevheri için ise 5 N olarak belirlenen asit konsantrasyonunun sırasıyla 8,3 ve 12,5 N seviyesine çıkartılması gerekmektedir.

- Tüm lateritlerle yapılan karıştırmalı liç deneylerinde, mekanik karıştırıcı kullanılarak karıştırma hızı değişiminin liç verimine olan etkisi incelenmiştir. Karıştırma hızı 200, 300 ve 400 devir/dakika olarak kademeli olarak artırıldığında çalışılan karıştırma hızı aralığında, karıştırma hızının liç verimlerine belirgin bir etkisinin olmadığı belirlenmiştir. Daha yüksek karıştırma hızlarında oluşan sıçrama sonucu, katının balon iç yüzeylerine yapışması nedeniyle de 400 devir/dakikanın üzerindeki karıştırma hızları incelenememiştir.
- Deneylerde çalışılan değişik tane boyutlarının liç verimlerine önemli bir etkisinin olmadığı saptanmıştır. Deney sırasında cam balon içerisine konulan iri tane boyutlu numunelerin asitli çözelti ortamında çözünerek ve parçalanarak tane boyutlarının küçüldüğü (disintegration) belirlenmiştir. Deney sonucunda elde edilen liç artıklarının, liç edilen numunenin tane boyutundan bağımsız olarak, çok ince boyutta çıkması bu sonucu desteklemektedir. Gördes Nontroniti ile gerçekleştirilen ve giriş tane boyutu -28 Meş (-0,589 mm) olan numuneye deney sonucunda elde edilen liç artığının karşılaştırmalı tane boyutu dağılımı grafiği Şekil 39'da verilmiştir.



Şekil 39. Gördes Nontroniti karıştırmalı liç öncesi ve sonrası tane boyutu dağılımı

- Atmosferik şartlarda uygulanan karıştırmalı liç yüksek oranda özellikle demir ve diğer safsızlıkları çözdüğü için asit tüketimi HPAL gibi diğer alternatiflere göre çok daha yüksek olmaktadır. Ayrıca HPAL sırasında otoklavda çözeltilmeye geçen demir hematit şeklinde çöktürülürken asit ortaya çıkmakta, bu nedenle HPAL sürecinde asit tüketimi Mao Bay'de 260, Cawse'de 375, Murrin Murrin'de ise 400 kg H₂SO₄/ton kuru laterit cevheri olarak sınırlı kalmaktadır. Atmosferik liç sırasında demir çöktürme reaksiyonu oluşmadığı için asit tüketimi daha fazla olmaktadır. Deneyler sonucunda 4 cevher için optimum koşullarda elde edilen asit tüketimi değerleri Tablo 27'de verilmektedir. Bu değerlere liç sonucu elde edilen metalle yüklü çözeltilerde kalan serbest asit miktarları dâhil değildir.

Tablo 27. Cevherlerin karıştırmalı liç deneylerinde karşılaştırılmalı asit tüketimleri

Cevher	Başlangıç Asit Miktarı	Asit Tüketimi
	(kg/ton kuru cevher)	(kg/ton kuru cevher)
Çaldağ (4N-5 Saat)	960	709
Çaldağ (5N-3 Saat)	1200	838
Çaldağ Yeni	1200	951
Gördes Nontronit	960	669
Gördes Limonit	1200	795

- Liç artığının ağırlığının liç edilen cevherin kuru bazdaki ağırlığına oranı Çaldağ, Çaldağ Yeni, Gördes Nontronit ve Gördes Limonit cevherleri için sırası ile %59, %39, %57 ve %48'dir.
- Metalle yüklü liç çözeltilerinde yapılan ORP ölçümleri, belirlenen değerlerin oldukça yüksek olması nedeniyle çözeltilerde genelde Fe^{3+} iyonunun bulunduğunu göstermektedir. Bu çözeltilerde Fe^{2+} iyonu konsantrasyonunun düşük miktarda olması, kobalt liç verimlerinin göreceli olarak genelde düşük kalmasına neden olmaktadır.
- Çok aşamalı karıştırmalı liç deneyleri sonucunda elde edilen veriler literatürdeki çalışmalarla paralellik göstermekte olup magnezyum ve kalsiyumca zengin nontronit tip cevherin iki aşamalı liç sisteminde limonit liçinden sonra nötralizasyon amaçlı kullanılabilmesi ve aynı zamanda da liç edilebileceği gösterilmiştir. Böylece birim nikel başına veya ton cevher başına kullanılan sülfürik asit miktarı azaltılmıştır.
- Sülfürik asit su ile sulandırıldığında ortaya çıkan ısı (heat of solution), liç işlemlerinde enerji tasarrufuna neden olabilir ve mümkün olduğu kadar bu ısıdan liç sıcaklığına kadar ulaşılmada yararlanılmalıdır.
- Metalle yüklü liç çözeltileri uzun süre bekletildiğinde beyaz bir çökeleğin zamanla oluştuğu gözlenmiştir. Çökelek üzerinde yapılan XRD çalışması, çöken katının $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ (gypsum) olduğunu ortaya koymuştur. Bu tür çökeltmenin ileride tesis işletiminde kabuk oluşturma ve tıkanmalara neden olma potansiyeli bulunmaktadır.
- Tüm deneyler deiyonize su ile yapılmış olup, ileride maden sahasının yakınında bulunan ve tesiste kullanılacak su ile deneylerin tekrarı gerekebilecektir. Suda bulunabilecek özellikle tuzun (saline water) prosesin demir çöktürme aşamasında etkisi olabilecektir. Kolon deneyleri içinde aynı durum geçerlidir.

5. Kolon Liç Deneyleri

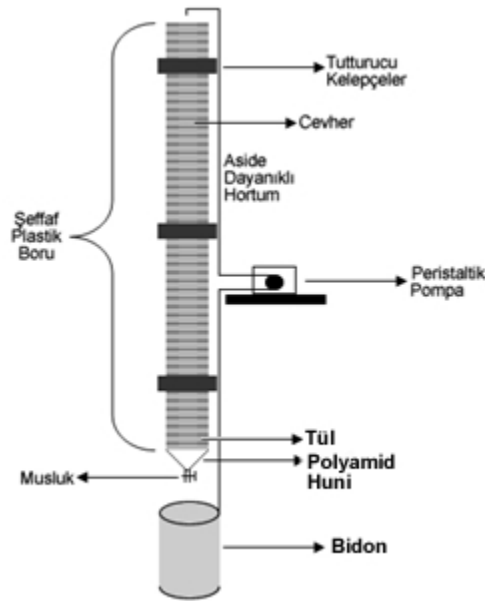
Atmosferik şartlarda karıştırmalı liç deneyleri (AL) sonucunda temin edilen numunelerde nikelli götit, nikelli serpantin, nikelli simektit (nontronit) ve asbolan minerallerinde bulunan nikelin ve kobaltın yüksek verimle sülfürik asitli ortamda çözeltiye alınabileceği saptanmıştır. Olumlu veriler nedeniyle Çaldağ, Çaldağ Yeni, Meta Nontronit ve Meta Limonit cevherlerinin yığın liçi (HL) (Heap Leach) testlerine geçilmiş; yığın liçini laboratuvar ortamında test etmek için kolon liçi deneyleri yapılması planlanmış ve bunun için 10 adet kolon sistemi kurulmuştur.

Şematik olarak Şekil 40'da diyagramı verilen kolon sisteminde, 125 cm uzunluğunda ve 10 cm iç çapında asite dayanıklı ve içinin kolay görülebilmesi amacıyla şeffaf plastik boru (hortum) kullanılmıştır. Kolon üç yerinden arkasındaki çelik iskelete sabitlenmiş olup böylece devrilmesi önlenmiştir.

Ayrıca kolonun alt tarafına yerleştirilen ve asite dayanıklı olması nedeniyle polyamiddan imal edilen huni ve musluk ile metalle yüklü sıvı akışı kontrol altına alınmıştır. Kolonun içerisindeki cevherin altına konulan plastik sineklik tül ile bidona katı akışı ve dolayısıyla kaybı önlenirken; kolon içerisinde 110 cm yüksekliğinde yer kaplayan cevher üzerine, gerektiğinde konulan ince bir tabaka tül veya keçe ile de sıvı akışının tüm cevhere homojen olarak dağılımı sağlanmıştır. Peristaltik pompa yardımıyla altta bulunan bidonda biriken metalle yüklü çözelti, asite dayanıklı Marprene hortum yardımıyla, kolonun tepesine belirli bir debide tekrar basılarak cevhere geri besleme yapılmıştır.

Kolon deneylerinde genelde başlangıçta haftalık olarak, sonradan daha uzun süreli aralıklarla bidonlardan metalle yüklü sıvı numunesi alınmış; $K_2C_2O_4.H_2O$ ilavesi sonrası sodyum hidroksit ile titrasyon yapılarak eksilen asit ve su miktarları hesaplanarak bidonlara eklenmiştir. Böylece asit konsantrasyonları deney süresince belirlenen değerlerde sabit tutulmuştur. Ayrıca alınan sıvı numuneler AAS'de kimyasal analize tabi tutularak çözeltiye geçen nikel, kobalt ve demir miktarları hesaplanmıştır. Deneyler sırasında ve bitiminde metalle yüklü çözeltilerin ORP değerleri belirlenmiştir.

Özel bir yöntem kullanılarak bidondaki çözülden numune alınması sırasında, kolon içerisinde kalan ve kolondaki cevherin doyma noktasını belirleyen testle (saturation test) bulunan, ancak deney bitiminde su ile yapılan yıkama ile elde edilebilen çözünmüş nikel, kobalt ve demir miktarları analiz sonuçlarına eklenmiştir. Değişik lateritlerle yapılmış olan kolon liç deneyleri sonuçları aşağıda verilmiştir.



Şekil 40. Kolon liç sistemi

5.1. Çaldağ Laterit Numunesi Kolon Liç Deneyleri

Çaldağ numunesi kolon deneyi yapılan ilk temsili numune olduğundan dolayı öncelikle cevherin ne kadar su tuttuğunu hesaplamak için çözelti olarak sadece su kullanılarak bir deney yapılmıştır. -1 cm'e kırılmış orijinal cevherden yaş bazda 12 kg alınarak kolona yerleştirilmiş ve bidona konulan 12 lt su kolona peristaltik pompa yardımıyla basılmaya başlanmıştır. Deney sonucunda 6. günde kolonun dibinden sıvı geldiği gözlenmiştir. Yapılan hesaplamalarda cevherin yaklaşık 3 lt su tuttuğu ve günlük çözelti geçirgenliğinin ise 0,69 ml/saat olduğu belirlenmiştir.

Deneyin daha kontrollü ve asitli çözelti ile tekrarlanmasına karar verilip kolon sistemi sökülüp cevher kolondan çıkarılarak deney sonlandırılmıştır. İkinci bir kolon deneyi hazırlanarak, kolona daha önce belirtildiği gibi asitli çözelti verilmesine başlanmıştır. Kolona konulan cevher miktarı üstten taşmayı önlemek amacıyla yaş bazda 11 kg'a; çözelti miktarı da cevher ağırlığı ile çözelti hacmi arasındaki oranı ilk deneydeki oranda sabit tutmak amacıyla 11 litreye indirilmiştir.

Kolon liçinde kullanılmak üzere 11 lt hacminde 100 gr/lt'lik sülfürik asit konsantrasyonlu çözelti yerli ticari asit (95-98 wt% H_2SO_4) kullanılarak hazırlanmıştır. Deneye, kolon içerisine yerleştirilen cevherin üzerine peristaltik pompa yardımı ile çözelti basılmasıyla başlanmıştır. Çözeltinin cevhere damladığı yerde oluşan reaksiyon sonucu hava kabarcıkları ve gaz çıkışı gözlenmiştir. Zamanla cevherde şişme oluşmuş, şişmenin kolondaki cevher geçirgenliğine etki etmesiyle yapılan ölçümlerde 20 ml/saat olan ilk geçirgenlik 3. hafta sonunda 1,26 ml/saat seviyesine düşmüştür. Kolon geçirgenliği aşırı düştüğü için 19. gün sonunda kolon deneyine son verilmiştir.

Kolon geçirgenliğindeki azalma cevherdeki tane boyutunun küçük olmasına, cevherde bulunan kil minerallerinin şişmesine ve cevherde mevcut kalsitin sülfürik asitle reaksiyona girerek $CaSO_4$

oluşturması gibi faktörlere bağlanarak, bir sonraki deneyde Çaldağ cevherine kolon sistemine konulmadan önce aglomerasyon uygulanması kararlaştırılmıştır.

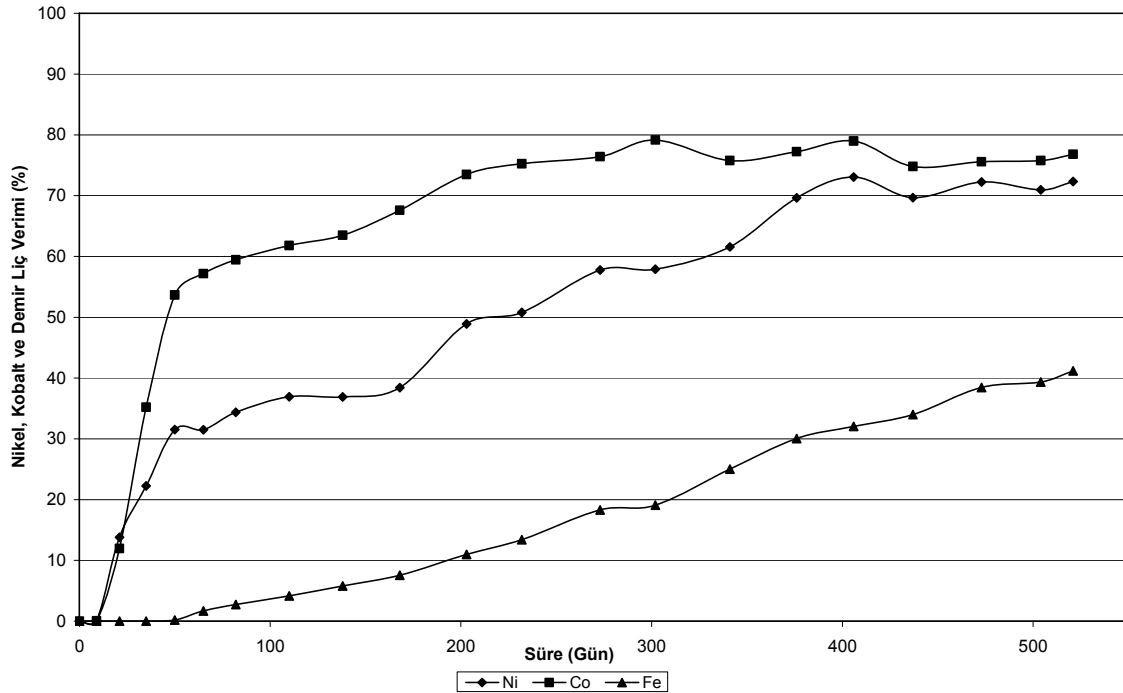
Üçüncü kolon deneyinde aglomerasyon yapmak için -1 cm'deki cevhere 80 cm çapındaki döner peletleme diskinde su ilavesi yapılmıştır. İlk nem %2,65 olarak ölçüldüğü için (11000 gr cevherde 291,5 gr H₂O) 1100 gr H₂O seviyesine ulaşmak için (%10 nem) 808,5 gr su cevher üzerine homojen şekilde püskürtülerek ilave edilmiştir.

Aglomerasyon sonucunda 1,5 – 2 cm tane boyutunda aglomere bir cevher ürünü elde edilmiştir. İkinci deneyde gözlenen gaz çıkışı bu deneyde de gözlenmiş olup; kolon geçirgenliği süreye bağlı olarak azalmakla beraber aglomerasyonun çözelti geçirgenliğini artırdığı tespit edilmiştir.

Deney düzeneğinde oluşan sıvı sızıntısının, liç verim değerlerini etkilemesinden dolayı deneye son verilmiş ve aynı şartlarda yeni bir deneye başlanılmıştır. Sonuçları verilen bu deneyde numuneye basılan 100 gr/l'lik sülfürik asit konsantrasyonlu çözelti miktarı deney sonuna doğru 13,4 ml/saate (41 lt/gün/m²) kadar düşmüştür. Deney sırasında elde edilmiş olan nikel, kobalt ve demir liç verimi eğrileri Şekil 41'de verilmektedir. Ayrıca deney sonucu ulaşılmış olan nikel, kobalt ve demir liç verimleri AAS ile yapılan çözelti ve XRF'le yapılan liç artığı analizlerine göre Tablo 28'de verilmiştir.

Tablo 28. Çaldağ numunesi kolon testi karşılaştırmalı liç verimleri sonuçları

Deney	Verim Değerleri (Liç Çözeltisinden)			Verim Değerleri (Liç Artığından)		
	Ni,%	Co,%	Fe,%	Ni,%	Co,%	Fe,%
Çaldağ	72,33	76,81	41,20	72,25	75,63	47,79



Şekil 41. Çaldağ numunesi kolon testi liç verimi grafiği

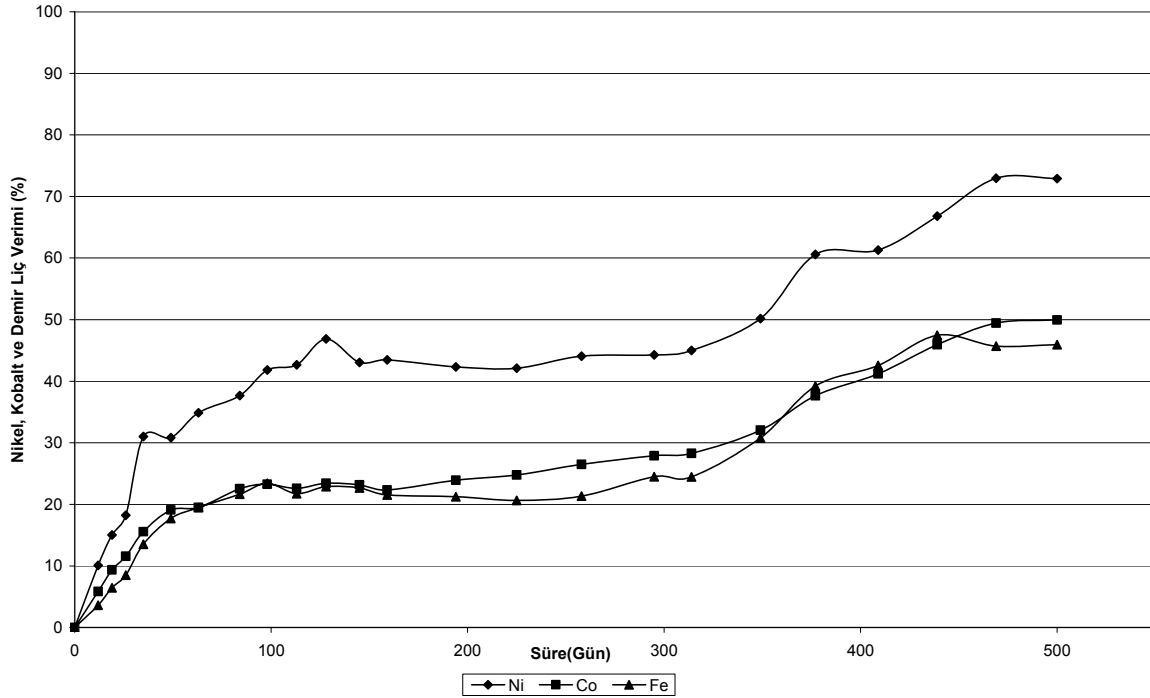
Yaklaşık 521 gün sonunda erişilmiş olan nikel liç verimi çözelti analizlerine göre %72 civarındadır. Deney sonunda kolondaki cevherin su ile yıkanması sonrası, kolondan boşaltılan cevherin kurutulup tartılması ve analiz edilmesi sonucunda liç artığından belirlenen nikel liç verimi de %72 civarındadır. Deney sırasında asit tüketimi 659 kg/ton kuru Çaldağ cevheridir. Deney bitiminde elde edilen metalle yüklü çözeltinin ölçülen ORP değeri ise 470 mV'dur.

5.2. Çaldağ Yeni Laterit Numunesi Kolon Liç Deneyi

Çaldağ Yeni nikel cevheri aglomerasyona tabi tutulmadan seyreltik sülfürik asitli çözelti kullanılarak kolon liç deneylerine başlanılmıştır. Kolon liç deneyinde yaş bazda 11 kg orijinal temsili cevher ile 11 lt hacminde 100 gr/lt'lik sülfürik asit konsantrasyonlu çözelti kullanılmıştır. Çaldağ numunesi ile yürütülen kolon liç deneylerinde gözlemlenen geçirgenlik sorunları Çaldağ Yeni numunesi ile yürütülen testlerde başlangıçta yaşanmamış olup numuneye basılan çözelti miktarı 330 ml/saat (1008 lt/gün/m²) olmuştur. Deney bitimine doğru basılan çözelti miktarı 49,5 ml/saat (151 lt/gün/m²) altına düşmüştür. Kolon liç deneyinden elde edilen nikel, kobalt ve demir liç verimleri Şekil 42'de verilmektedir. Kolon deneyinin toplam liç süresi 500 gündür. Bu süre sonunda ulaşılmış olan nikel, kobalt ve demir liç verimleri çözelti ve liç artığı analizlerine göre Tablo 29'da özetlenmiştir. Toplam asit tüketimi 527 kg/ton kuru Çaldağ Yeni laterit cevheridir. Elde edilen metalle yüklü çözeltinin ORP değeri ise 830 mV'dur.

Tablo 29. Çaldağ Yeni numunesi kolon testi karşılaştırmalı liç verimleri sonuçları

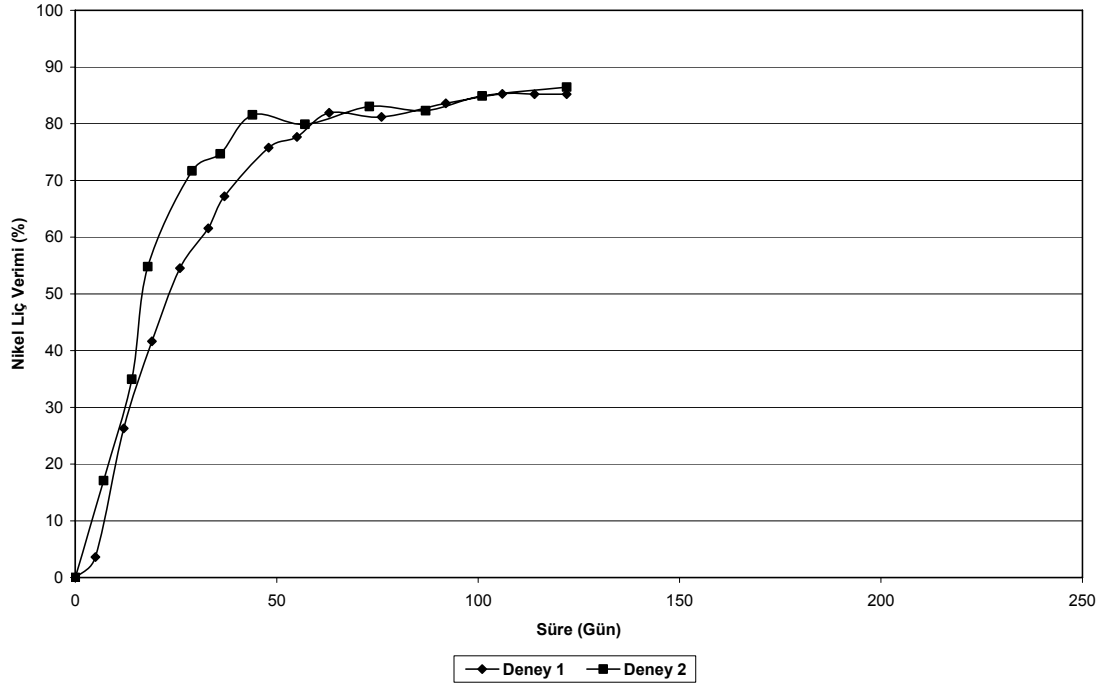
Deney	Verim Değerleri (Liç Çözeltilisinden)			Verim Değerleri (Liç Artığından)		
	Ni,%	Co,%	Fe,%	Ni,%	Co,%	Fe,%
Çaldağ Yeni	72,91	49,96	45,95	71,57	51,73	47,48



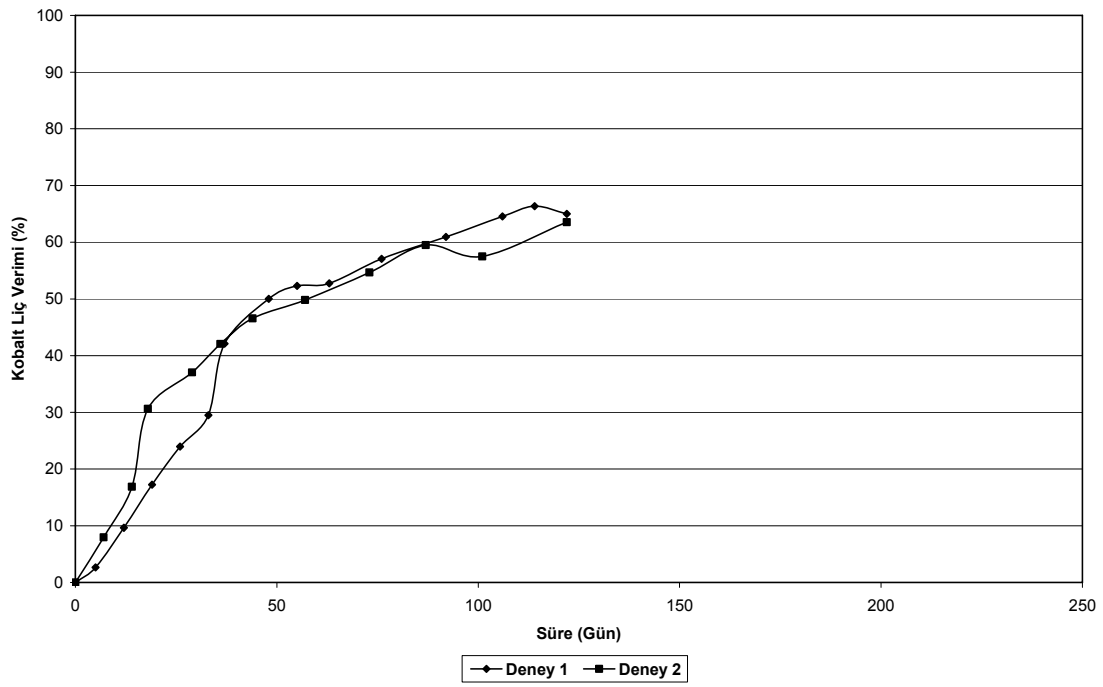
Şekil 42. Çaldağ Yeni numunesi kolon testi liç verimi grafiği

5.3. Gördes Nontronitik Laterit Numunesi Kolon Liç Deneyleri

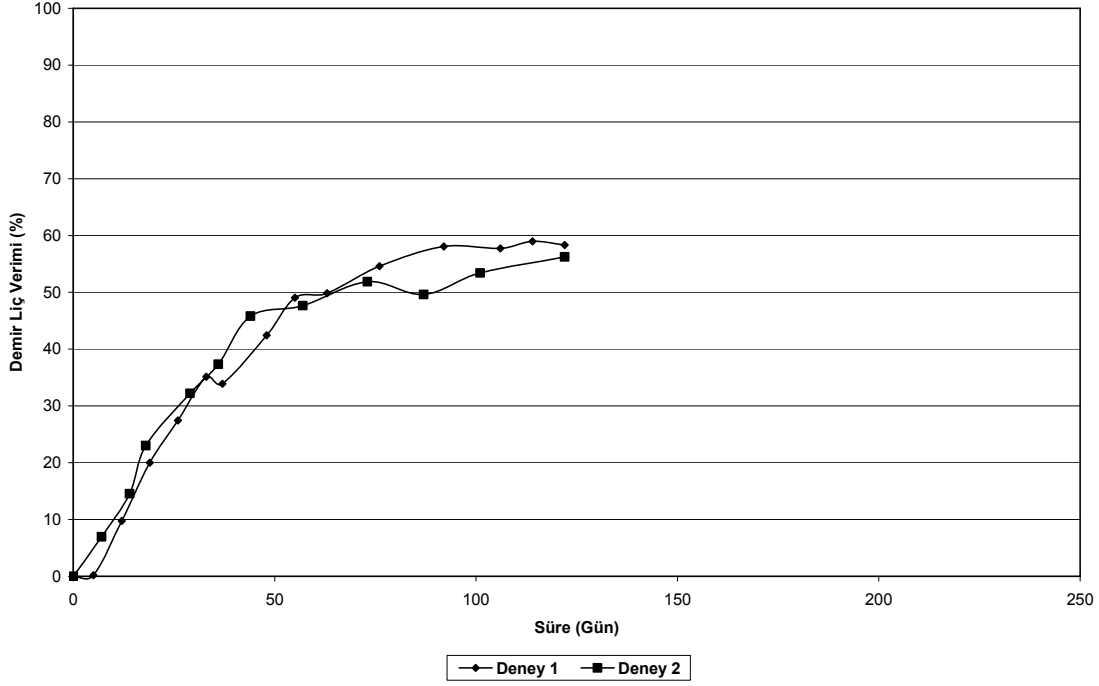
Gördes yöresinden temin edilmiş nontronitik nikel cevheri üzerinde de Çaldağ Yeni numunesinde olduğu gibi seyreltik sülfürik asitli çözelti kullanılarak kolon liç deneylerine başlanılmıştır. Birinci deneyde, yaş bazda 8 kg orijinal temsili numuneye 8 lt hacminde 100 gr/lt'lik sülfürik asit konsantrasyonlu çözelti peristaltik pompa yardımıyla 330 ml/saat (1008 lt/gün/m²) sabit debiyle 122 gün basılmıştır. Elde edilen liç verimi değerlerini kontrol etmek amacıyla aynı şartlarda ikinci bir deney yapılmıştır. Elde edilen nikel, kobalt ve demir liç verimi değerleri, sonuçların tekrarlanabilirliğini göstermekte olup aşağıdaki Şekiller 43-45'te verilmiştir.



Şekil 43. Gördes Nontronit numunesi kolon testleri nikel liç verimi grafiği

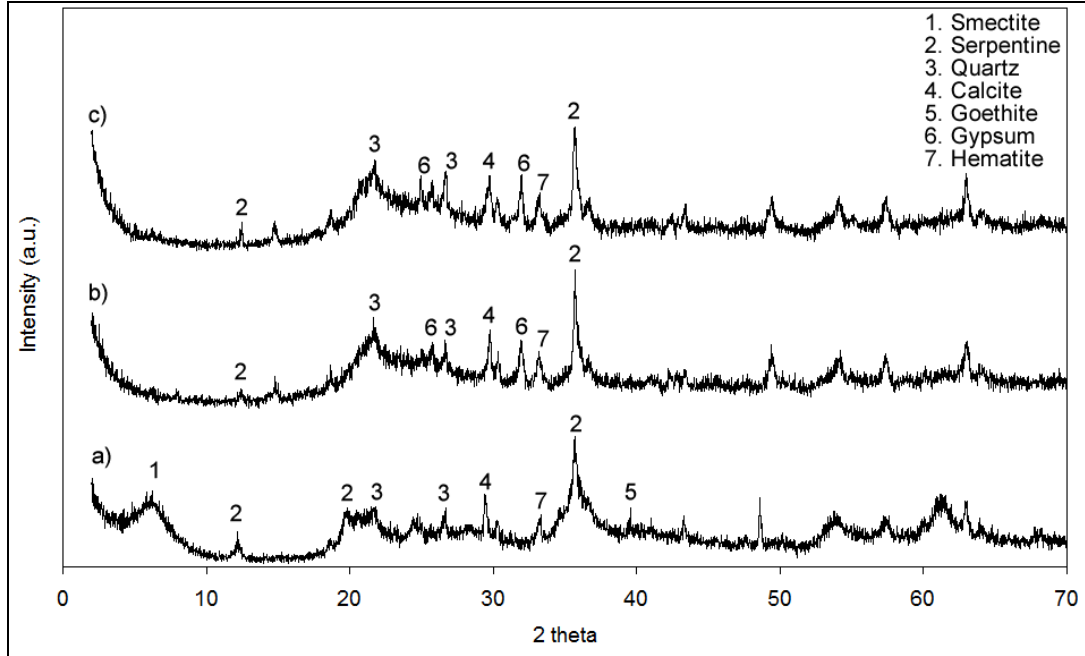


Şekil 44. Gördes Nontronit numunesi kolon testleri kobalt liç verimi grafiği



Şekil 45. Gördes Nontronit numunesi kolon testleri demir liç verimi grafiği

Şekil 46'da grafikleri verilen orijinal Gördes Nontroniti (a), Deneysel 1 liç artığı (b) ve Deneysel 2 liç artığı (c) XRD'lerinde liç süresince simektit ve götit piklerinin tamamen, serpantin piklerinin ise kısmen kaybolduğu gözlenmiştir. Öte yandan kuartz ve hematit piklerinde bir değişim gözlenmezken liç artıklarında gypsum oluşumu gözlenmiştir.



Şekil 46. Gördes Nontronit numunesi kolon testleri XRD grafikleri

Kısa sürede elde edilen yüksek liç verimi değerleri, Gördes Nontronit numunesi üzerinde daha kapsamlı kolon liç deneylerinin yapılmasına olanak sağlamıştır. Yukarıda sonuçları verilmiş kolon deneyleri süresince grafiklerde verilmiş liç verimlerine ulaşmak için, harcanan sülfürik asit miktarları Deneysel 1 için 514 kg/ton kuru cevher, Deneysel 2 için 536 kg/ton kuru cevherdir. Ortalama asit tüketimi 525 kg/ton kuru cevher olarak hesaplanmıştır. Deneysel bitimindeki ORP ölçümleri 695 mV civarında

bulunmuştur.

Kolon içerisine yerleştirilen 110 cm yüksekliğindeki nontronit cevherinin deney bitiminde maksimum 2 cm çöktüğü (slump) de tespit edilmiştir. Deneyler sonucunda kolonlar 4 hafta boyunca, her hafta yıkama suyu yenilenmek kaydıyla yıkanmış, elde edilen Deney 1 ve Deney 2 liç artıkları 105°C sıcaklıkta kurutulmuş ve kuru temsili örnekler öğütülerek analize gönderilmiştir. Liç artıklarının ICP analizlerinden elde edilen liç verimi değerleri ile metalle yüklü çözeltilerin AAS analizlerinden elde edilen liç verimi değerleri karşılaştırmalı olarak aşağıda Tablo 30'da sunulmuştur.

Tablo 30. Gördes Nontronit numunesi kolon testleri karşılaştırmalı liç verimleri tablosu

	Verim Değerleri (Liç Çözeltilisinden)			Verim Değerleri (Liç Artığından)							
	Ni,%	Co,%	Fe,%	Ni,%	Co,%	Fe,%	As,%	Cr,%	Mn,%	Mg,%	Al,%
Deney 1	85,23	65,00	58,31	83,93	55,18	55,81	46,96	34,95	57,12	89,86	37,50
Deney 2	86,47	63,54	56,24	82,41	50,24	52,19	44,87	34,41	53,62	89,46	41,67

Daha önce de belirtildiği üzere metalle yüklü çözeltilerden liç verimi hesaplanırken, kolon içerisinde kalan çözünmüş nikel, kobalt ve demir değerleri matematiksel bir varsayım kullanılarak analiz sonucuna eklenmiştir. Ancak metalle yüklü çözeltilerden numune alımı sırasında kolon içerisinde kalan çözünmüş sıvı miktarı ve buna bağlı nikel, kobalt ve demir miktarlarının tam olarak bilinmemesi nedeniyle liç artığı ve liç çözeltilisinden elde edilen verim değerleri biraz farklılık göstermektedir. Ancak yapılan matematiksel varsayımın sonuçta elde edilen değerlere yakın olması sebebiyle, deney sırasında verim hesabı yapmakta güvenilir bir varsayım olduğu görülmektedir.

Karıştırmalı liç deneylerinde de verilmiş olan metalle yüklü çözeltili analizi hesabı, kolon liçi deneyleri sonucunda da tekrarlanmış ve kolon içine giren cevher ile çıkan liç artığının ağırlık ve analizleri göz önünde tutularak aradaki farktan çözeltiliye geçen metallerin miktarları hesaplanarak bulunmuştur. Sonuçlar Tablo 31'de verilmektedir.

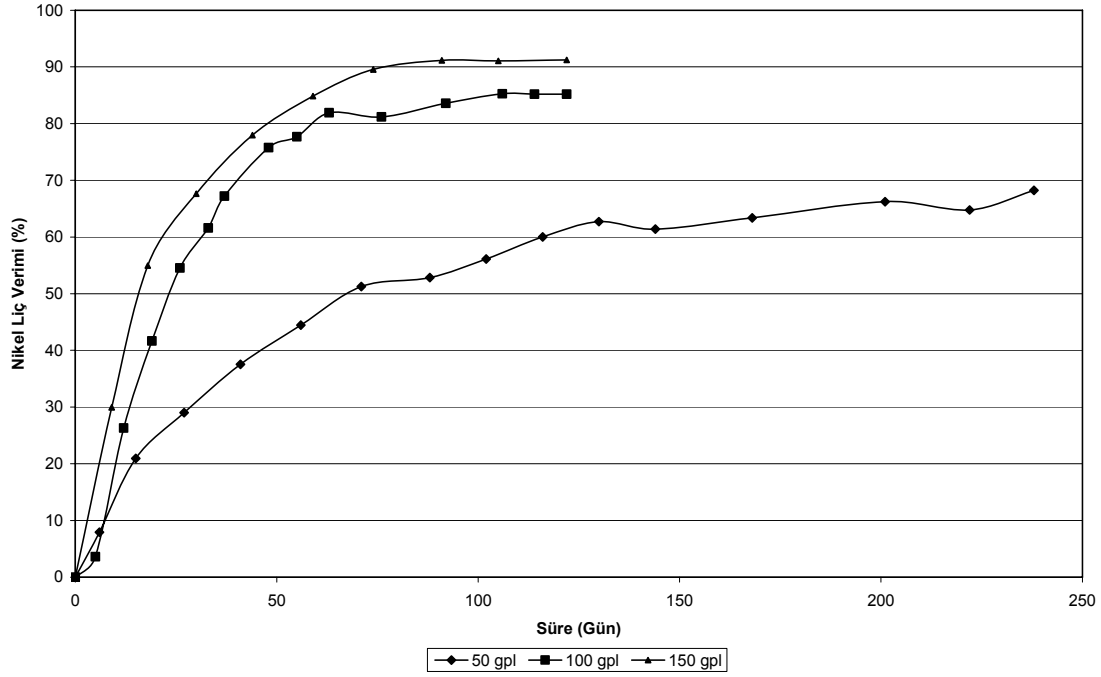
Tablo 31. Gördes Nontronit numunesi kolon testleri için hesaplanan çözeltili analizi

	Giren Katı Analizi			Liç Artığı Analizi			Liç Çözeltilisi Analizi					
	Ağırlık: 4792 gr [*]			Ağırlık: 3500 gr [*]			Hacim: 10500 ml					
Deney 1	Ni,%	1,200	Ni,gr	57,50	Ni,%	0,264	Ni,gr	9,24	Ni,gr	48,26	Ni,gr/lt	4,60
	Co,%	0,044	Co,gr	2,11	Co,%	0,027	Co,gr	0,95	Co,gr	1,16	Co,gr/lt	0,11
	Fe,%	15,95	Fe,gr	764,32	Fe,%	9,65	Fe,gr	337,75	Fe,gr	426,57	Fe,gr/lt	40,6
	As,%	0,020	As,gr	0,96	As,%	0,015	As,gr	0,53	As,gr	0,43	As,gr/lt	0,04
	Cr,%	0,677	Cr,gr	32,46	Cr,%	0,603	Cr,gr	21,11	Cr,gr	11,35	Cr,gr/lt	1,08
	Mn,%	0,267	Mn,gr	12,62	Mn,%	0,155	Mn,gr	5,43	Mn,gr	7,19	Mn,gr/lt	0,69
	Mg,%	4,146	Mg,gr	198,68	Mg,%	0,576	Mg,gr	20,16	Mg,gr	178,52	Mg,gr/lt	17,0
	Al,%	2,208	Al,gr	105,79	Al,%	1,889	Al,gr	66,12	Al,gr	39,67	Al,gr/lt	3,78
Deney 2	Giren Katı Analizi			Liç Artığı Analizi			Liç Çözeltilisi Analizi					
	Ağırlık: 4792 gr [*]			Ağırlık: 3600 gr [*]			Hacim: 10250 ml					
	Ni,%	1,200	Ni,gr	57,50	Ni,%	0,281	Ni,gr	10,12	Ni,gr	47,38	Ni,gr/lt	4,62
	Co,%	0,044	Co,gr	2,11	Co,%	0,026	Co,gr	0,94	Co,gr	1,17	Co,gr/lt	0,11
	Fe,%	15,95	Fe,gr	764,32	Fe,%	10,15	Fe,gr	365,40	Fe,gr	398,92	Fe,gr/lt	38,9
	As,%	0,020	As,gr	0,96	As,%	0,015	As,gr	0,54	As,gr	0,42	As,gr/lt	0,04
	Cr,%	0,677	Cr,gr	32,46	Cr,%	0,606	Cr,gr	21,82	Cr,gr	10,64	Cr,gr/lt	1,04
	Mn,%	0,267	Mn,gr	12,62	Mn,%	0,163	Mn,gr	5,87	Mn,gr	6,75	Mn,gr/lt	0,65
Mg,%	4,146	Mg,gr	198,68	Mg,%	0,582	Mg,gr	20,95	Mg,gr	177,73	Mg,gr/lt	17,3	
Al,%	2,208	Al,gr	105,79	Al,%	1,763	Al,gr	63,47	Al,gr	42,32	Al,gr/lt	4,13	

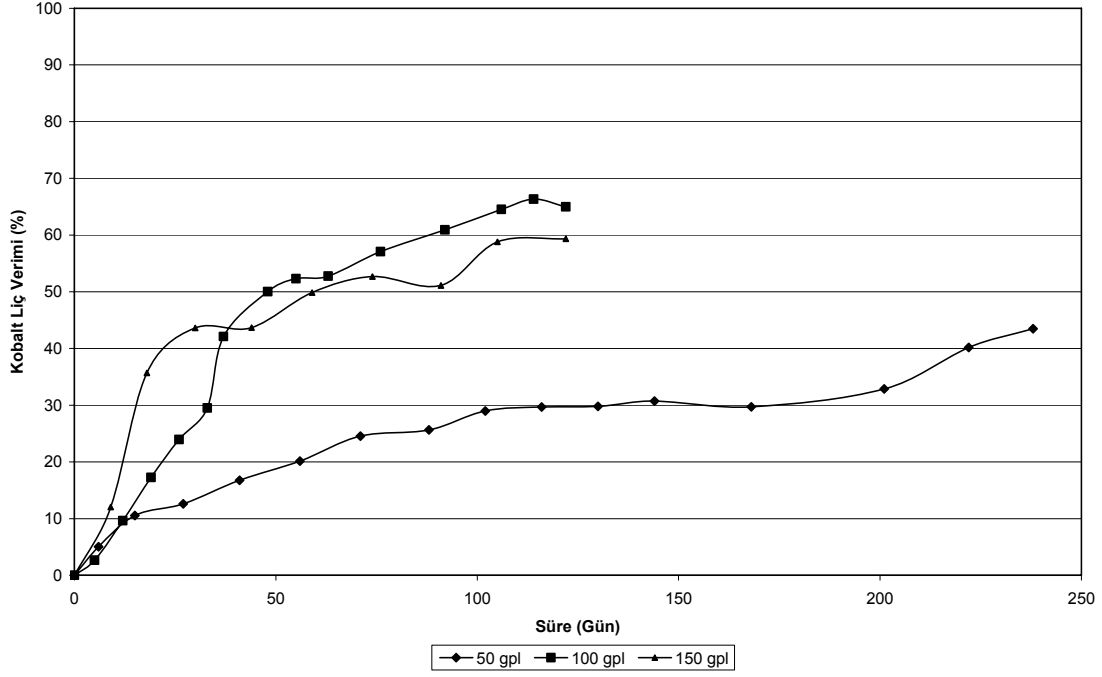
* Ağırlıklar kuru bazda verilmiştir.

Elde edilen veriler sonucunda çözeltilerdeki demir/nikel (Fe/Ni) ve alüminyum/nikel (Al/Ni) oranları 1 numaralı deney için sırasıyla 8,8 ve 0,82; iki numaralı deney için sırasıyla 8,4 ve 0,89 olarak hesaplanmıştır. Halbuki bu oranlar liç işlemine giren Gördes Nontroniti için sırasıyla 13,3 ve 1,84'dür. Bu oranların küçülmesi liç işleminin kısmen seçimli olarak gerçekleştiğini göstermektedir. Fakat Gördes Nontroniti için belirlenen Fe/Ni ve Al/Ni oranları, Murrin Murrin HPAL işletmesi için verilen sırası ile 0,5 ve 0,75 değerlerinden çok yüksektir. Bu sonuçlar metalle yüklü çözeltilere geçen Fe, Al gibi safsızlıklardan, Ni ve Co kaybı olmadan kurtulmanın çok kolay olmayacağını göstermektedir.

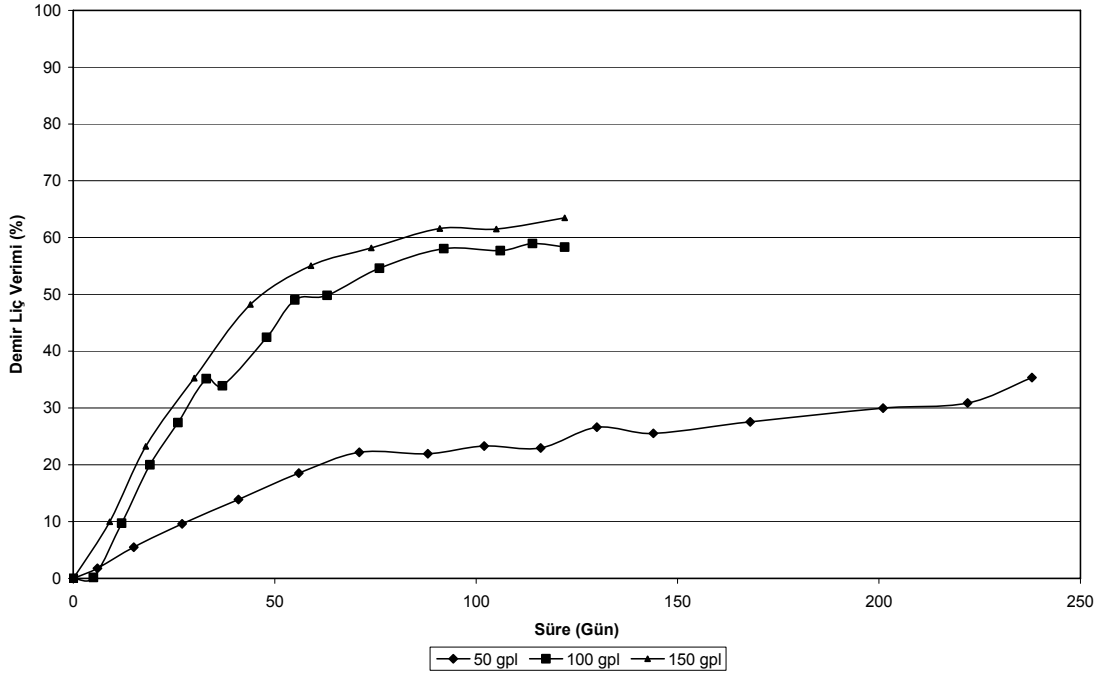
Kolon liç deneylerinin ikinci aşamasında değişik sülfürik asit konsantrasyonlu çözeltiler ile deneysel çalışmalar yürütülmüştür. Bu kapsamda üç ayrı kolon testi sırasıyla 238, 122 ve 122 gün sürede gerçekleştirilmiş; 50 gr/lt (gpl), 100 gr/lt ve 150 gr/lt'lik sülfürik asit konsantrasyonlu çözeltiler kullanılarak değişik asit konsantrasyonunun liç verimlerine etkileri araştırılmıştır. Üç deneyde de kullanılan numune ağırlığı yaş bazda 8 kg, çözelti hacmi de 8 litredir. Deney süresince çözelti debisi 330 ml/saat (1008 lt/gün/m²) olarak sabit tutulmuştur. Deneylerde çözeltilerden elde edilmiş olan nikel, kobalt ve demir liç verimleri Şekiller 47-49'da karşılaştırmalı olarak verilmektedir.



Şekil 47. Gördes Nontronit numunesi kolon testinde değişik asit konsantrasyonlarının nikel liç verimine etkisi



Şekil 48. Gördes Nontronit numunesi kolon testlerinde değişik asit konsantrasyonlarının kobalt liç verimine etkisi



Şekil 49. Gördes Nontronit numunesi kolon testlerinde değişik asit konsantrasyonlarının demir liç verimine etkisi

Gördes Nontronit tipi nikel cevheri üzerinde yapılan ve değişik asit konsantrasyonunun liç verimlerine etkilerini araştıran deneyler sonucunda asit konsantrasyonunun artırılmasının Ni, Co liç verimlerini pozitif şekilde etkilediği; yüksek asit konsantrasyonu kullanılması halinde liç süresinin kısaldığı fakat aynı zamanda çözeltiye geçen demirin de arttığı Tablo 32'de özetlendiği gibi görülmüştür. Tablo 32'de verilen ve çözeltiden hesaplanan liç verimleri için çözelti hacmi ve AAS'de yapılan Ni, Co, Fe analizleri baz alınmıştır. Liç artığından hesaplanan liç verimleri için ise liç artığının ağırlığı ve XRF'te yapılan yine Ni, Co, Fe analizleri kullanılmıştır.

Tablo 32. Gördes Nontronit numunesi kolon testlerinde değişik asit konsantrasyonlarının liç verimlerine etkisi

Asit, gpl	Verim Değerleri (Liç Çözeltisinden)			Verim Değerleri (Liç Artığından)		
	Ni,%	Co,%	Fe,%	Ni,%	Co,%	Fe,%
150	91,23	59,35	63,50	87,39	56,78	63,54
100	85,22	64,98	58,31	83,93	55,18	55,81
50	68,21	43,46	35,35	71,39	46,51	35,17

Yukarıda sonuçları verilmiş kolon deneyleri süresince Tablo 32’de verilen liç verimlerine ulaşmak için, harcanan sülfürik asit miktarları titrasyon yöntemi kullanılarak belirlenmiştir. Elde edilen değerler Tablo 33’de verilmektedir.

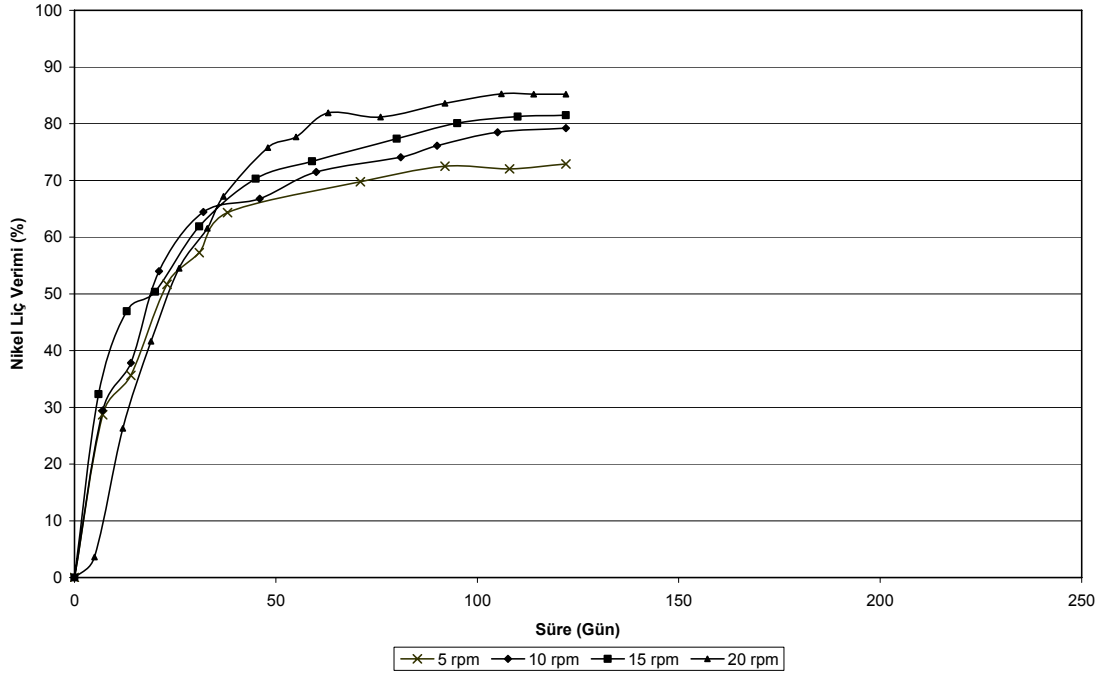
Tablo 33. Gördes Nontronitin değişik asit konsantrasyonundaki kolon deneylerinde asit tüketim miktarları ve ORP değerleri

Deney	Asit Tüketimi (kg/ton kuru cevher)	Deney Bitimi ORP mV
150 gr/lt	560 kg	685
100 gr/lt	525 kg	695
50 gr/lt	351 kg	711

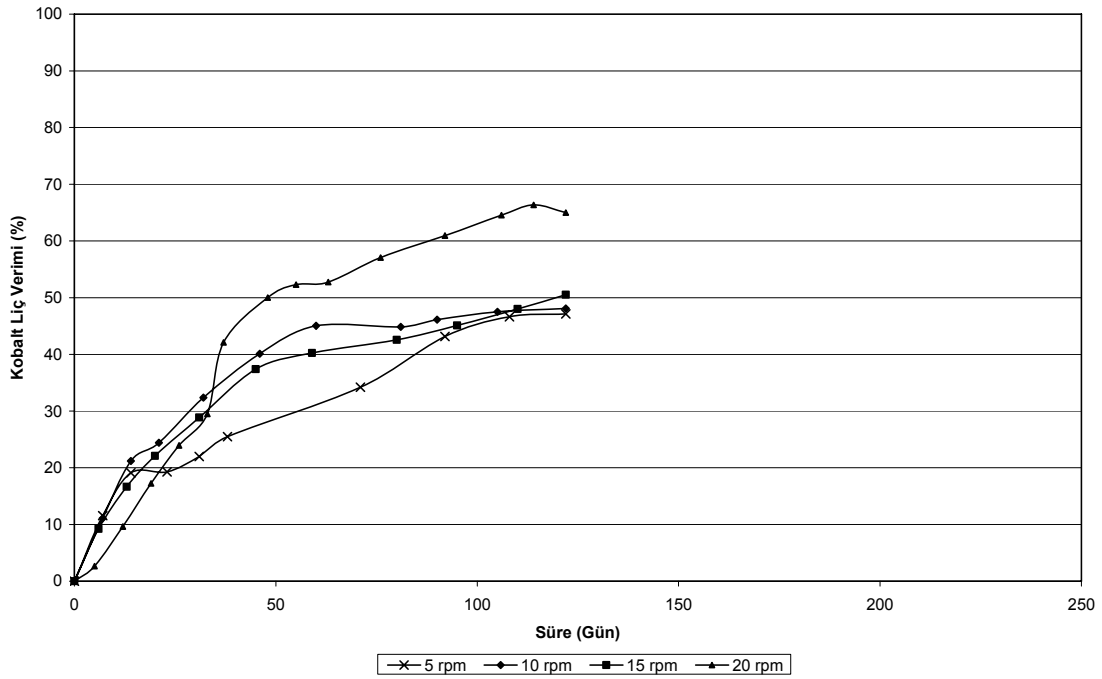
Yukarıdaki Tablolar 32 ve 33’den görüldüğü üzere daha yüksek liç verimleri elde edilmesi, daha çok metalin çözülmesine bağlı olduğundan, liç verim değerleri ve buna bağlı asit tüketimi tutarlılık göstermektedir.

Raporun önceki bölümlerinde belirtildiği gibi yüksek kolon geçirgenliği ve kısa sürede yüksek nikel liç verimi elde edilebilmesi nedeniyle, Gördes Nontronit tipi nikel numunesi üzerinde kolona basılan çözelti debisinin liç verimine etkilerini araştırmak üzere çeşitli deneyler yapılmıştır. Deneylerde diğer yürütülmüş deneylerde olduğu gibi yaş bazda 8 kg temsili numune ve 8 lt hacminde 100 gr/lt’lik sülfürik asit konsantrasyonlu çözelti kullanılmıştır. Çözeltiler dört ayrı peristaltik pompa yardımıyla değişik debilerde fakat 122 günlük deney süresince sabit kalacak şekilde basılmıştır.

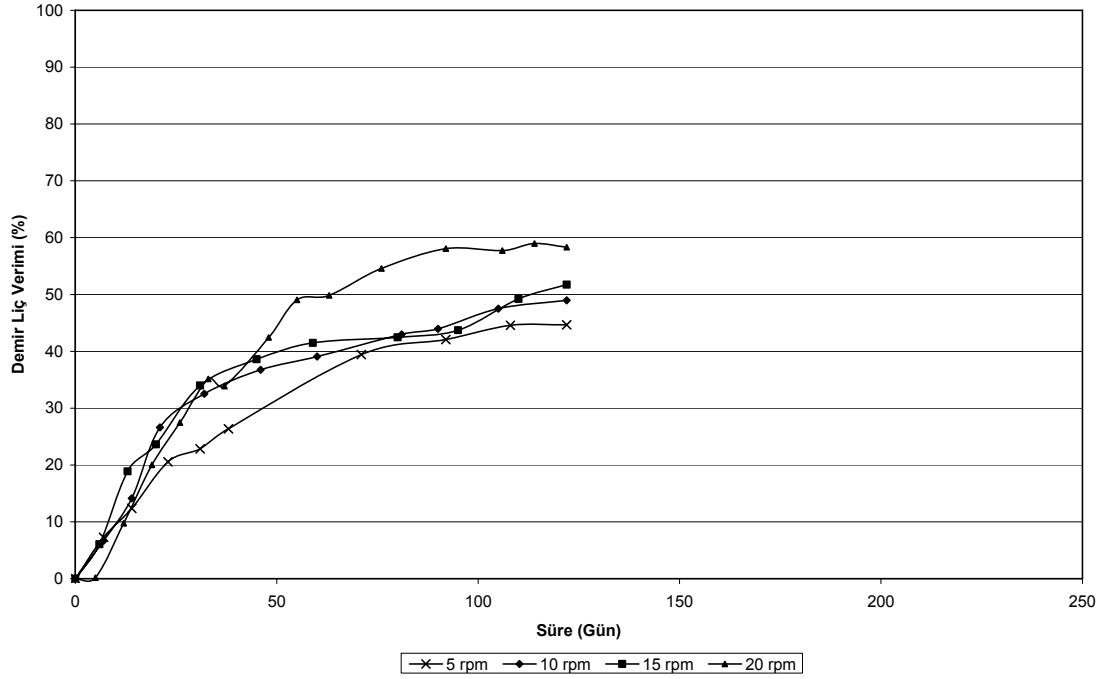
Deneylerde kullanılan çözelti debileri sırasıyla 330 ml/saat (1008 lt/gün/m²), 247,5 ml/saat (756 lt/gün/m²), 165 ml/saat (504 lt/gün/m²) ve 82,5 ml/saattir (252 lt/gün/m²). Bu debiler kullanılan Watson-Marlow marka peristaltik pompanın devir göstergesine göre sırasıyla 20, 15, 10 ve 5 RPM (devir/dakika) olarak sabit tutulmuştur. Deneyler boyunca elde edilen nikel, kobalt ve demir liç verimleri Şekiller 50–52 ve Tablo 34’de gösterilmektedir. Çözeltiden hesaplanan liç verimleri için çözelti hacmi ve AAS’de yapılan Ni, Co, Fe analizleri baz alınmıştır. Liç artığından hesaplanan liç verimleri için ise liç artığının ağırlığı ve XRF’te yapılan analizleri kullanılmıştır.



Şekil 50. Gördes Nontronit numunesi kolon testlerinde değişik çözelti debilerinin nikel liç verimine etkisi



Şekil 51. Gördes Nontronit numunesi kolon testlerinde değişik çözelti debilerinin kobalt liç verimine etkisi



Şekil 52. Gördes Nontronit numunesi kolon testlerinde değişik çözelti debilerinin demir liç verimine etkisi

Tablo 34. Gördes Nontronit numunesi kolon testlerinde değişik asit debilerinin liç verimlerine etkisi

Debi, ml/saat	Verim Değerleri (Liç Çözeltisinden)			Verim Değerleri (Liç Artığından)		
	Ni,%	Co,%	Fe,%	Ni,%	Co,%	Fe,%
330	85,22	64,98	58,31	83,93	55,18	55,81
247,5	81,50	50,50	51,71	81,36	50,37	52,49
165	79,23	48,11	48,96	77,84	49,97	50,41
82,5	72,92	47,11	44,64	73,76	50,89	49,87

Yapılan deneyler sonucunda Gördes Nontronit tipi nikel cevherinde, çalışılan aralıkta, kolona artarak basılan çözelti debisinin nikel, kobalt ve demir liç verimlerini bir miktar etkilediği görülmüştür. Artan çözelti debisi ile liç verimlerinde belirli bir artış gözlenmiştir.

Yukarıda Tablo 34'te verilmiş olan çözeltilerden ve liç artığından liç verimleri sonuçları kolon deneyleri sürecinde belirlenirken, harcanan sülfürik asit miktarları ve ölçülen ORP değerleri Tablo 35'te verilmektedir.

Tablo 35. Gördes Nontronitinin değişik çözelti debilerinde kolon deneylerinde asit tüketim miktarları ve ORP değerleri

Deney	Asit Tüketimi (kg/ton kuru cevher)	Deney Bitimi ORP mV
330 ml/saat (1008 lt/gün/m ²)(20 rpm)	525	695
247,5 ml/saat (756 lt/gün/m ²)(15 rpm)	500	676
165 ml/saat (504 lt/gün/m ²)(10 rpm)	490	671
82,5 ml/saat (252 lt/gün/m ²)(5rpm)	452	724

Bu aşamaya kadar nontronitle yapılan tüm kolon deneylerinde, yağ bazda 8 kg orijinal temsili

numuneye 8 lt hacminde sülfürik asitli çözelti peristaltik pompa yardımıyla sabit debiyle basılmıştır. Yapılan en son seri deneylerde, başlangıç çözelti hacmi 6, 8 ve 10 litre olarak değiştirilmiş, asit konsantrasyonu 100 gr/lt, çözelti debisi 1008 lt/gün/m² olarak 122 gün deney süresince sabit tutulmuştur. Elde edilen veriler Tablo 36'da özetlenmiş bulunmaktadır. Tablo 36'dan görülebileceği gibi, kullanılan çözelti hacmi arttıkça Ni, Co ve Fe liç verimleri genelde bir artış göstermiş olup, asit tüketimlerinde de bir miktar artış olmuş olup, ORP değerleri 700 mV'a yakın ölçülmüştür.

Tablo 36. Gördes Nontronit numunesi kolon testlerinde değişik asit çözeltisi hacimlerinin liç verimlerine etkisi

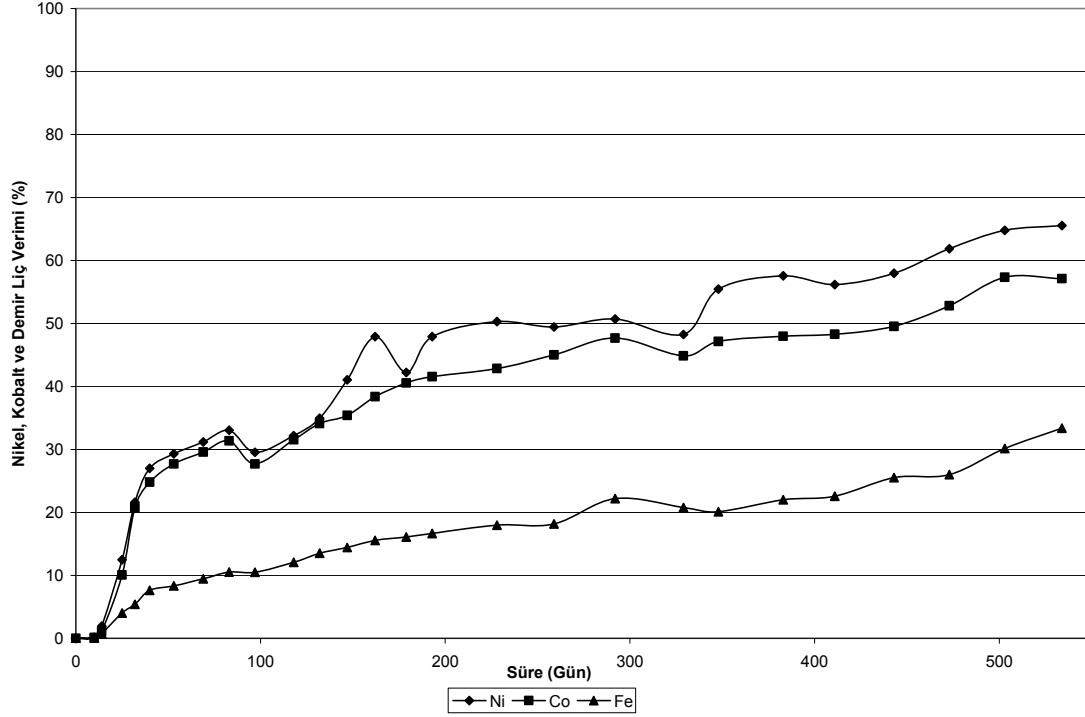
Çözelti Hacmi, lt	Verim Değerleri (Liç Çözeltisinden)			Verim Değerleri (Liç Artığından)		
	Ni,%	Co,%	Fe,%	Ni,%	Co,%	Fe,%
10	87,48	60,80	43,22	82,09	53,10	60,16
8	86,56	64,37	56,13	83,57	55,50	54,52
6	81,55	55,97	43,26	71,39	46,51	45,12

5.4. Gördes Limonitik Laterit Numunesi Kolon Liç Deneyi

Kolon liç deneylerinde çalışılan son numune olan Gördes Limonit tipi nikel cevheri üzerine yine seyreltik sülfürik asit çözeltisi basılması suretiyle deneysel çalışmalara başlanmıştır. Kolon liç deneyinde kolona yaş bazda 9 kg orijinal temsili numune konulmuş; 9 lt hacminde 100gr/lt'lik sülfürik asit konsantrasyonlu çözelti peristaltik pompa yardımıyla 330 ml/saat (1008 lt/gün/m²) debiyle basılmaya başlanmış fakat zamanla kolon geçirgenliğinin düşmesi nedeniyle, deney bitiminde çözelti debisi 49,5 ml/saate (151 lt/gün/m²) kadar düşmüştür. Kolon liç deneyinden elde edilen nikel, kobalt ve demir liç verimleri Şekil 53'te verilmektedir. Deneyin toplam süresi 534 gündür. Bu süre sonunda ulaşılmış olan nikel, kobalt ve demir liç verimleri AAS ile yapılan çözelti ve XRF'le yapılan liç artığı analizlerine göre Tablo 37'de verilmiştir. Deney süresince toplam sülfürik asit tüketimi 560 kg/ton kuru Meta Limonit cevheridir. Deney bitiminde küpte biriken metalle yüklü çözeltinin ORP değeri ise 835 mV olarak ölçülmüştür.

Tablo 37. Gördes Limonit numunesi kolon testi karşılaştırmalı liç verimleri sonuçları

Deney	Verim Değerleri (Liç Çözeltisinden)			Verim Değerleri (Liç Artığından)		
	Ni,%	Co,%	Fe,%	Ni,%	Co,%	Fe,%
Gördes Limonit	65,50	57,11	33,37	63,67	60,09	37,86



Şekil 53. Gördes Limonit numunesi kolon testi liç verimi grafiği

5.5. Diğer Kolon Liç Deneyleri

5.5.1. Gördes Limonit ve Nontronit Karışım Numunesinin Kolon Liç Deneyi

Kolon liçi deneylerinden elde edilen veriler sonucu, özellikle Gördes yöresine ait Limonit ve Nontronit tip cevherlerin birbirinden çok farklı kolon liçi davranışları olduğu belirlenmiştir.

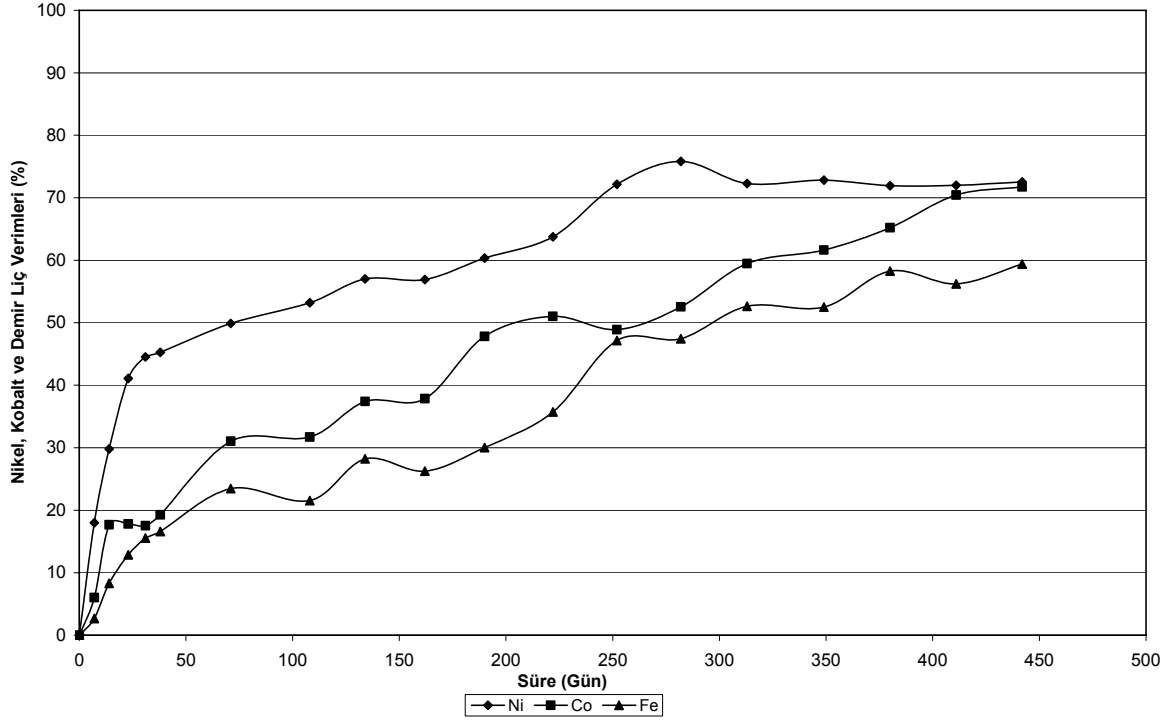
Nontronit tip cevherden kısa sürede yüksek nikel liç verimleri elde edilmişken, limonit tip cevherden aynı sürede elde edilen liç verimleri nontronitik tip cevhere göre çok daha düşüktür. İki cevherin aynı anda kullanılması durumunda elde edilecek liç verimlerini ve bu verim değerlerine ulaşılacak süreyi tespit etmek amacıyla yeni bir deney yapılmıştır.

Bu deneyde orijinal Gördes Limonit tipi cevherden yaş bazda 4,5 kg, orijinal Gördes Nontronit tipi cevherden ise yaş bazda 4 kg numune alınarak homojen bir karışım elde edilene kadar karıştırılmışlardır. Hazırlanan lateritik cevher karışımı kolona konulmuş ve peristaltik pompa yardımıyla 330 ml/saat (1008 lt/gün/m²) sabit debi ile 8,5 lt hacminde 100gr/lt'lik sülfürik asit konsantrasyonlu çözelti kolon üstüne basılmaya başlanmıştır. Zamanla kolon geçirgenliği düşmüş olup, deney bitimine doğru 49,5 ml/saat (151 lt/gün/m²) değerine inmiştir.

Deneyden elde edilen metalle yüklü çözelti verilerine ait nikel, kobalt ve demir verimi grafikleri Şekil 54'te verilmektedir. Kolon deneyi 442 gün sürmüştür. Karışımın liç verimi özellikleri Meta Limonit ve Nontronitin ortalamasına yakın seyretmiştir. Belirtilen süre sonunda nikel, kobalt ve demir liç verimleri çözelti ve liç artığı analizlerine göre Tablo 38'de verilmiş bulunmaktadır. Metalle yüklü çözeltinin deney bitimindeki ORP değeri 793 mV'dur. Deney süresince toplam sülfürik asit tüketimi 521 kg/ton kuru Meta Limonit-Nontronit cevher karışımıdır.

Tablo 38. Gördes Karışım numunesi kolon testinin karşılaştırmalı liç verimleri sonuçları

Deney	Verim Değerleri (Liç Çözeltilisinden)			Verim Değerleri (Liç Artığından)		
	Ni,%	Co,%	Fe,%	Ni,%	Co,%	Fe,%
Gördes Karışım	72,54	71,75	59,41	75,48	69,40	51,18



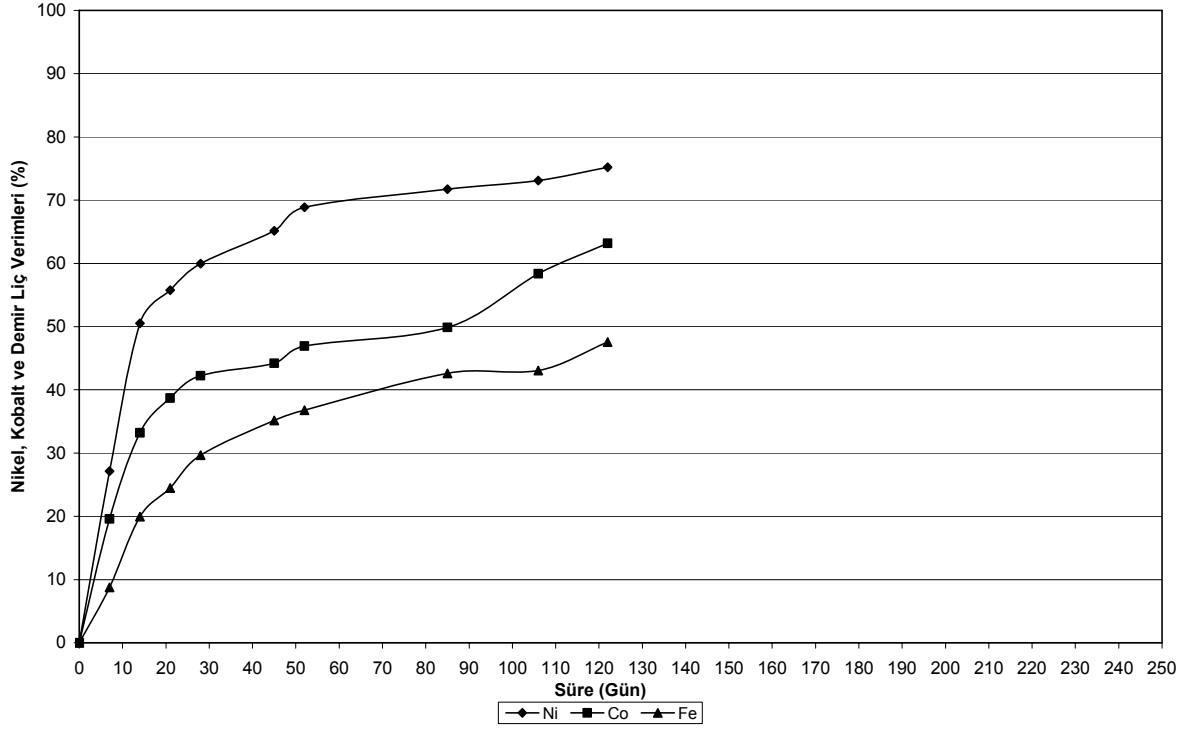
Şekil 54. Gördes Limonit-Nontronit karışım numunesi kolon testi liç verimi grafiği

5.5.2. Gördes Nontronit Numunesinin Aglomerasyon Sonrası Kolon Liç Deneyi

Araştırması yapılan diğer bir konu ise aglomerasyonun Gördes Nontronit cevherine olan etkisinin belirlenmesidir. Bu amaçla yaş bazda 8 kg Gördes Nontronit cevherine özellikleri önceden verilmiş olan peletleme diskinde 50 kg ticari konsantre H_2SO_4 /ton yaş laterit cevheri olacak şekilde püskürtülerek eklenmiştir. Püskürtme sonrası cevher peletleme diskinde 4 gün laboratuvar sıcaklığında bekletilerek metal sülfatların oluşması (curing) ve bunların taneler arası bağlayıcı etki (chemical bonding) yaratması amaçlanmıştır. Daha sonra aglomerasyon işlemine, asitli karışıma 800 ml su püskürtülerek devam edilmiştir. Böylece aglomerasyona tabi tutulan Gördes Nontronit cevheri kolona yerleştirilerek 8 lt hacminde 100 gr/lt'lik sülfürik asit çözeltisi kullanılarak 330 ml/saat (1008 lt/gün/m^2) sabit debi ile 122 gün süren liç işlemine başlanmıştır. Deneyin metalle yüklü çözelti analizine bağlı olarak elde edilen nikel, kobalt ve demir liç verimi eğrileri Şekil 55'te verilmektedir. Nikel, kobalt ve demir liç verimleri 4 ay sonunda çözelti analizlerine ve kolon liç artığı analizlerine göre Tablo 39'da verilmiş bulunmaktadır. Aglomerasyonun kolon liç işleminin başlangıcında liç verimlerinin artması yönünde olumlu bir katkısı olmasına karşın, sonuçta pek olumlu bir etkisi gözükmemektedir. Kolon liçi sırasında tüketilen asit miktarı 489 kg/ton kuru nontronit cevheri olup, deney bitimi ORP değeri ise 721 mV'dur.

Tablo 39. Gördes Nontronit numunesi kolon testlerinde aglomerasyonun liç verimlerine etkisi

Deney	Verim Değerleri (Liç Çözeltisinden)			Verim Değerleri (Liç Artığından)		
	Ni,%	Co,%	Fe,%	Ni,%	Co,%	Fe,%
Gördes Aglomere	75,25	63,18	47,55	76,78	61,50	52,88



Şekil 55. Gördes Nontronit numunesi aglomerasyon kolon testi liç verimi grafiği

5.6. Kolon Liç Deney Sonuçlarının Değerlendirmesi

Yapılan kolon liçi deneylerinden aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir:

- Kolon liçi deneylerinde elde edilen sonuçlar, dört laterit cevherinde de bulunan nikel ve kobaltın sülfürik asitli çözeltiliye kolon liç yöntemiyle, atmosferik karıştırmalı liç yöntemine göre daha uzun bir sürede alınabileceğini göstermiştir. Fakat kolon liç verimleri ve süreleri cevherin fiziksel, kimyasal ve mineralojik karakteristiğine bağlı olarak farklılık gösterebilmektedir.
- Çaldağ numunesi ile yapılan kolon liç çalışması kabul edilebilir liç verimlerine ulaşmak için uzun bir zaman gerektiğini göstermektedir. Deneyin 521 günlük süresi sonucunda çözeltili analizlerine göre %72,3 nikel, %76,8 kobalt ve %41,2 demir liç verimlerine ulaşılabilmektedir. Bu cevherde diğerlerine göre daha yüksek miktarda bulunan MgO ve CaO içeren minerallerin, yüksek asit tüketimine neden olduğu düşünülmektedir. Çaldağ Yeni ve Gördes Limonitinin de kolonda kolay liç olmadığı ve liç süresinin en az 1,5 yılı bulacağı belirlenmiştir. Çaldağ cevheri ile pilot ölçekte Sardes Nikel firmasının maden sahasında yapılmış olan yığın liç çalışmaları, bu cevherden ton başına 528 kg asit tüketimi ile 548 günde ancak %79,4 Ni, %82,7 Co ve %30,0 Fe liç verimlerine ulaşılabileceğini göstermiş bulunmaktadır.
- Kolonda en kolay liç olan Gördes Nontronit cevheridir. Liç işleminde 100 gr/lt'lik sülfürik asit çözeltisi kullanıldığı ve katı/sıvı oranı 1/1 (8 kg yaş cevher / 8 litre çözelti) olduğu takdirde 4 ay içerisinde, liç çözeltisi analizlerine göre nikelin ortalama %85, kobaltın ise %64 kadarının liç çözeltisine alınması mümkün gözükmektedir. Bu şartlar altında çözeltiliye geçecek demirin oranı %57 kadar olacaktır. Asit tüketiminin de 1 ton kuru nontronit cevheri için 525 kg civarında kalması beklenmektedir. Aynı cevher için atmosferik şartlarda karıştırmalı liç sonucunda asit tüketimi 669 kg olarak belirlenmiştir. Nontronitin kolon içerisinde çözelti geçirgenliği de çok yüksek olup, belirlenen maksimum çözelti debisi 330 ml/saattir (1008 lt/gün/m² veya 42 lt/saat/m²). Bu değer genelde istenilen 10 lt/saat/m² (flux) değerinin çok üstündedir. Metalle yüklü çözeltideki Fe/Ni oranı da karıştırmalı liçte elde edilen değere göre daha düşüktür fakat HPAL'a göre çok yüksektir. Bu nedenle kolon liçi takip edecek olan, metalle yüklü çözeltiden demir arıtması aşamasında, nikel ve kobalt kaybının atmosferik liçe göre biraz daha az olması beklenmektedir. Liç artığının ağırlığının liç edilen cevherin kuru bazdaki ağırlığına oranı ise %75 kadar olacaktır.

- Gördes Nontronit cevheri laboratuvarlarımıza teslim tarihinde %40,10 nem içermekte idi. Diğer lateritlerin nem oranları ise daha düşük idi. Belirlenen nem oranları, numuneler naylon torbalarda korunmalarına rağmen, zamana bağlı olarak bir miktar azalma göstermiş olup, nem oranlarındaki bu düşüş kolon deneylerinde numunelerin kuru bazdaki ağırlıklarını belirlemede dikkate alınmıştır. Nontronit numunesi belirtilen yüksek oranda nem içermesine rağmen dörtleme ile numune hazırlanmasında, kolon liç deneylerinde yapışma, balçık oluşturma gibi sorunlar yaratmamıştır. Kolon deneylerinin bitiminde liç artıkları kolondan kolaylıkla boşaltılabilmektedir. Bunun tam aksi bir durum limonitik laterit numunelerinde gözlenmiştir.
- Kolon liç aşaması biten Gördes Nontronit cevheri, yıkama kademesine geçmiştir. Seyreltik sülfürik asitle liçi 4 ay süren nontronit cevherinin yıkanması 4 hafta almıştır. Yıkama ile kolon içinde kalan metalle yüklü çözelti kazanılmaya çalışılmıştır. Yıkama sırasında kullanılan 8 litre su her hafta yenilenmiştir. Uygulanan 4 haftalık yıkama sonunda yıkama suyuna artık metal gelmediği ve yıkama işleminin ancak tamamlandığı belirlenmiştir. Deney bitiminde bidonda biriken nihai metalle yüklü çözelti ve yıkama suyundaki toplam metal değerlerinden hesaplanan liç verimleri, liç artıklarından bulunan liç verimlerine oldukça yakındır.
- Kolon liçinde kullanılan asitin konsantrasyonu arttıkça, liç süresinin kısaldığı, nikel ve kobalt liç verimlerinin belirli bir miktar arttığı fakat aynı zamanda metalle yüklü çözeltiliye geçen demirin de önemli oranda yükseldiği belirlenmiştir. Nikelin demire göre seçimli olarak lateritlerden liç edilebilmesi için düşük asit konsantrasyonları ve biraz uzun liç süreleri tercih nedenidir. Çözelti debisindeki ve hacmindeki artışın, çalışılan aralıkta liç verimlerini bir miktar olumlu yönde etkilediği ayrıca bulunmuştur. Nontronit için aglomerasyona gerek olmadığı sonucuna da varılmıştır. Limonitik ve nontronitik lateritler belirli oranda karıştırılarak kolon liçine tabi tutulduğunda ise, karışımın liç özelliği ne nontronit kadar hızlı, ne de limonit kadar yavaş olmuştur. Limonitik laterit cevherlerinin kolon çözelti geçirgenlikleri de zamanla azalmıştır.
- Kolon liçi sırasında kolon üstlerinde gerçekleşen buharlaşma nedeniyle kristal oluşumu gözlenmiştir. Bu kristallerin XRD incelemesi yapılmış ve oluşan yeşilimsi-sarımsı kristallerin $Fe_{14}O_3(SO_4)_{18} \cdot 6H_2O$ (sulphate hydrated iron oxide) olduğu belirlenmiştir. Kolon altında çıkışta oluşan kristallerde $NiSO_4 \cdot 7H_2O$ ve $NiSO_4 \cdot 6H_2O$ olduğu yine XRD analizi sonucu bulunmuştur. Bu kristallerin tıkanmayı ve liç verimi düşüklüğünü önlemek amacı ile devamlı temizlenmesi gerekmiştir.
- Kolon liçi sırasında bidona damlayarak biriken metalle yüklü çözeltilinin pH değerinin sürekli olarak 2,5'in altında tutulması gerekmektedir. Aksi takdirde çözeltideki Fe^{3+} iyonu $Fe(OH)_3$ veya $Fe(OH)SO_4$ (basic ferric sulphate) şeklinde çökerek kolonu tıkayabilmektedir. Bu nedenle çözelti pH değerleri aralıklı olarak pH kağıdı ile kontrol edilmiştir.
- Kolon liçinde asbolan mineraline bağlı olan kobaltın çözeltiliye geçmesi kısıtlı oranda olmaktadır. Asbolan mineralinde bulunan kobalt ve nikeli kazanabilmek için, kolon liçte kullanılan sülfürik asit çözeltilisine, sodyum metabisülfid (SMBS) ($Na_2S_2O_5$) ilavesi ile ORP kontrolü gerekmektedir. Bu bileşik asbolan mineralindeki Mn^{4+} 'ü Mn^{2+} 'ye indirgeyerek, bu mineralin bünyesindeki kobalt ve nikelin daha kolay liç olmasını sağlamaktadır.
- Kolon deneyleri sırasında ORP ölçümleri önem arz etmektedir. Bu ölçüm genelde metalle yüklü çözeltideki Fe^{3+} ve Fe^{2+} iyonlarının oranlarına bağlı olarak değişmektedir. Kobaltın liç çözeltilisine alınabilmesi için ORP değerinin genelde 800 mV, mümkün olursa 600 mV değerinin altında tutulması gerektiği literatürde belirtilmektedir. Fakat ORP değeri çok düşük olduğunda da çözeltideki Fe^{2+} miktarının artması nedeniyle, demirin ileri ki aşamalarda çözeltiden arıtılması sorun olmaktadır veya demir çöktürmesi öncesi tekrar Fe^{3+} 'e yükseltgenmesi gerekmektedir.
- Kolon içine yerleştirilen cevherlerin çökme miktarı (slump) önem arz etmektedir. Gördes Nontroniti için bu kolon içi çökme oranı %5'in altında kalırken, Çaldağ, Çaldağ Yeni ve Gördes Limonit bulunan diğer kolonlarda çökme daha fazla olup %10 civarındadır. Bu çökmenin kolon içi çözelti geçirgenliğini, endüstriyel boyutta da yığın geçirgenliğini olumsuz yönde etkilemesi beklenmektedir.

- Deney bitiminde kolon söküm aşamasına gelindiğinde (decommissioning), kolondan boşaltılan liç artığı gözle incelendiğinde beyaz renkli $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (gypsum) oluşumları gözlenmiştir.

6. Metalle Yüklü Liç Çözeltisinin Arıtılması ve Nikel-Kobalt Hidroksit Çöktürülmesi

Çeşitli laterit cevherlerinin karıştırmalı ve kolon liçi çalışmalarını, elde edilen metalle yüklü çözeltilerden Ni-Co hidroksitin (MHP) (Mixed Hydroxide Precipitate) çöktürülerek elde edilmesi araştırmaları izlemiştir. Bu amaca Meta Nontronit cevheri ile 100 gr/lit sülfürik asit konsantrasyonu ve 330 ml/saat çözelti debisi kullanılarak, aynı şartlarda yapılan ve herbiri 122 gün süren, 3 kolon liç deneyinden elde edilen, yaklaşık 22 lt metalle yüklü stok liç çözeltisi kullanılarak ulaşılmıştır. Bu çözelti nikel, kobalt ve demir gibi metallerin konsantrasyonu ve içerdiği safsızlıklar açısından, karıştırmalı liç ile elde edilen metalle yüklü çözeltilerden çok farklı değildir.

Nikel-kobalt hidroksit (MHP) çöktürmesini gerçekleştirmeden önce, metalle yüklü çözeltiyi kirleten ve arıtma uygulanmadığı takdirde üretilecek MHP kalitesini veya amonyaklı çözeltilerde çözünürlüğünü olumsuz yönde etkileyecek olan Fe, Al ve Cr'un metalle yüklü çözeltiden çöktürülerek uzaklaştırılması gerekmektedir (QUENEAU, 1986). Bu arıtma işlemi genelde iki kademe gerçekleştirilmektedir. Birinci kademe metalle yüklü çözeltiyi CaCO_3 tozu süspansiyon veya bulamaç şeklinde ilave edilerek pH 2-3 arasına ayarlanmaktadır. Bu sırada metalle yüklü çözeltideki serbest asit nötralle edilmekte ve Fe^{3+} 'ün (3 değerlikli demirin), As'in büyük kısmı, Al ve Cr'un bir kısmı çöktürülerek çözelti kısmen arıtılmış olmaktadır. Bu çöktürme kademesinde minimum Ni ve Co kaybı (tipik olarak %0,5 'den az) hedeflenmektedir. Arıtmanın ikinci kademesinde ise, birinci kademedan çıkan çözeltinin pH değeri 4-5'e yine CaCO_3 süspansiyonu ilavesi ile ayarlanarak, çözeltide kalan Fe^{3+} , Al ve Cr çöktürülmektedir. Eğer çözeltide Fe^{2+} varsa, çözeltiyeye hava verilerek Fe^{2+} 'nin Fe^{3+} 'e yükseltgenmesi sağlanmaktadır. Kolon liç çözeltilerinde Fe^{2+} analiz sonucu pek fazla bulunmadığı için proje çalışmalarında hava kullanımına gerek kalmamıştır. İkinci kademe arıtmada bir miktar Ni ve Co (%4-20 dolayında) demir ile birlikte çökmektedir. İkinci kademe arıtmada elde edilen az miktardaki çökelek ise tekrar liç edilmek üzere geri dönmekte (recycled), böylece içerdiği Ni ve Co kaybedilmemektedir (AGATZINI, 1986).

Metalle yüklü çözelti Fe, As, Al ve Cr gibi safsızlıklardan arıtıldıktan sonra, arıtılmış çözeltiyeye önce MgO ilave edilerek pH 7,0-7,5'e ayarlanmakta, böylece kaliteli bir MHP1 elde edilmektedir. Metalle yüklü çözeltide geri kalan Ni ve Co ise CaO veya Ca(OH)_2 ilavesi ile pH 7,5-8'de çöktürülmektedir (SIST, 2003). Bu ikinci çökelek Ni ve Co açısından düşük kaliteli olup, oldukça fazla Mn içermektedir ve bu çökelek MHP2 olarak adlandırılmaktadır (OUSTADAKIS, 2006). MHP2 tekrar liç edilmekte veya MHP1 kademesine geri döndürülmektedir. MHP1 ve MHP2 eldesini çözeltide kalan Mn'in pH 8,5-9'da CaO veya Ca(OH)_2 ve bazen de Mg'un pH 10'da Ca(OH)_2 ile çöktürülerek uzaklaştırılması işlemleri izlenmektedir (KARIDAKIS, 2005). Böylece metallerinden arıtılmış olan çözelti tesiste özellikle tikinerlerde yıkama suyu olarak tekrar kullanılabilir.

Yukarıda özetlenen Fe, Al, Cr arıtması çalışmaları ve MHP1/MHP2 eldesi araştırmaları, karıştırmalı liç için kullanılan sisteme benzer fakat 4 boyunlu 250 ve 500 cc'lik cam balonlar içerisinde çeşitli pH, sıcaklık ve sürelerde manyetik karıştırma kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Liç işleminden tek farkı çöktürme sırasında özel olarak sipariş edilen, yüksek sıcaklığa ve yüksek metal konsantrasyonlu çözeltilere dayanabilen, çökelekten etkilenmeyen kombine bir pH elektrotunun deney süresince kullanılmış olmasıdır. Liç çalışmalarında pH değerleri çok düşük olduğu için pH elektrotu kullanımı gerekmemiştir. Çöktürme çalışmalarında Buhner hunisi ve vakum pompası kullanılarak yapılan süzme ve su ile yıkama sonucu elde edilen çökelekler XRF'de, çözeltiler ise AAS ve bazen ICP cihazlarında analiz edilmişlerdir. Çöktürme deneylerinde çöktürmeyi kolaylaştırıcı aşılama (seed ilavesi) yönteminden yararlanılmamıştır. Çöktürme verimi hesapları çökelek ağırlık ve çözelti hacimleri ile analiz verileri kullanılarak yapılmıştır.

6.1. Birinci Demir Arıtma Deneyleri

Meta Nontronit cevherinin kolon liçi sonucu elde edilen metalle yüklü stok çözeltisi AAS (Atomic Absorption Spectrophotometer) ve ICP (Inductively Coupled Plasma) cihazlarında öncelikle analiz edilmiştir. Bu çözeltinin analizi sonucunda metalle yüklü çözeltide 4800 ppm Ni, 114 ppm Co, 38600 ppm toplam Fe, 0,34 ppm Fe^{2+} , 16750 ppm Mg, 3950 ppm Al, 104 ppm Ca, 620 ppm Mn, 1060 ppm Cr, 46 ppm As, 31,5 ppm Zn ve 3,8 ppm Cu olduğu bulunmuştur. Bu çözeltide 14,6 gr/lit serbest asit (F.A.)(Free Acid) bulunmakta olup, yoğunluğu 1,24 gr/cc ve ORP değeri ise 675 mV'dur.

6.1.1. Sodyum Hidroksitle Birinci Demir Arıtma Deneyleri

Bu stok çözülden ilk aşamada Merck 6462 kalite NaOH peletlerinin suda çözülmesi ile elde edilen NaOH çözeltisi kullanılarak, demir çöktürmesi çalışmaları gerçekleştirilmiştir. İlk aşamada pH kontrolü için NaOH'in denemesinin nedeni çözelti şeklinde daha kolay eklenebilmesidir. Bu çöktürme araştırmalarında 100 cc metalle yüklü çözülye 4N NaOH ilavesi çok yavaş, damla damla pipetle yapılarak (toplam ilave süresi 45-50 dakika), lokal olarak pH'in istenilen değerin üzerine çıkması önlenmiş, manyetik karıştırma ile homojen bir karışım elde edilmiş ve böylece hassas bir pH kontrolü mümkün olabilmektedir. İlk seri deneylerde çöktürme sıcaklığı 90°C, çöktürme süresi ise bu sıcaklıkta NaOH ilavesi sonrası 2 saat olarak seçilmiştir. Elde edilen sonuçlar Tablo 40'ta özetlenmiş bulunmaktadır. Bu sonuçlar hem çözelti hem de çökelek analizlerine dayanmaktadır.

Tablo 40. Çözelti pH'ına bağlı olarak NaOH ile birinci demir arıtması sonuçları (Sıcaklık 90°C)

pH	%Demir Çökmesi	%Nikel Çökmesi	%Kobalt Çökmesi	%Krom Çökmesi
2,0	69,5	0,31	0,76	45,6
2,5	95,2	0,82	1,41	47,1
3,0	99,2	1,02	1,76	53,9
3,4	99,9	4,76	6,15	68,5
3,8	100,0	8,75	7,66	72,6

Tablo 40'tan görülebileceği gibi Ni ve Co çöktürme kayıplarını minimum düzeyde tutabilmek ve demirden mümkün olduğunca yüksek oranda kurtulabilmek için pH değerinin NaOH ilavesi ile 2,5-3,0 arasında kontrol edilmesi gerekmektedir. Aksi takdirde artan pH değerine bağlı olarak Ni ve Co kaybı artmaktadır. Çöktürmede pH değeri 3,0 ve süre 2 saat olarak kontrol edildiğinde sıcaklığa bağlı olarak Fe, Ni, Co ve Cr çöktürme verimindeki değişim ise Tablo 41'de verilmiştir.

Tablo 41. Sıcaklığa bağlı olarak NaOH ile birinci demir arıtması sonuçları

T°C	%Demir Çökmesi	%Nikel Çökmesi	%Kobalt Çökmesi	%Krom Çökmesi
60	93,1	0,40	0,99	42,3
70	95,6	0,32	0,76	44,4
80	97,5	0,49	0,96	46,4
90	99,2	1,02	1,76	53,9

Tablo 41'e göre en uygun çöktürme sıcaklığı 70°C olarak gözükmektedir. Çöktürme sıcaklığı 70°C ve pH 3,0 olarak seçildiğinde, çöktürme süresine bağlı olarak çöktürme verimleri Tablo 42'de verilmiştir.

Tablo 42. Süreye bağlı olarak NaOH ile birinci demir arıtması sonuçları (Sıcaklık 70°C)

Süre, Saat	%Demir Çökmesi	%Nikel Çökmesi	%Kobalt Çökmesi	%Krom Çökmesi
0,5	92,8	0,30	0,74	43,0
1	95,2	0,32	0,76	43,3
1,5	95,5	0,31	0,75	43,6
2	95,6	0,32	0,76	44,4

Tablo 42'den çöktürme süresinin seçilen şartlarda çok önemli olmadığı ve demir çöktürme reaksiyonunun yarım saatte büyük oranda tamamlandığı belirlenmiştir. NaOH ile gerçekleştirilen demir çöktürme çalışmaları sonucunda oluşan çökeleğin, arıtılmış çözülyden süzülerek ayrılmasında sorunlarla karşılaşmış olup, Buhner hunisi ve vakum pompası kullanılarak yapılan süzme çok uzun süre almıştır. Bu süzme süresinin uzamasının çökeleğin jarosit şeklinde olmasından kaynaklandığı ve çöktürme sırasında flokulan kullanılarak süzme sorununun kısmen aşılabileceği düşünülmektedir.

Sonuç olarak optimum olarak belirlenen 70°C çöktürme sıcaklığı, 0,5 saat çöktürme süresi ve pH 3,0'da tüketilen 4N NaOH miktarı 56 cc (8,96 gr NaOH/100 cc metalle yüklü çözelti)(89,6 kg NaOH/m³ metalle yüklü çözelti), birinci arıtma sonrası çözeltinin yoğunluğu 1,14 gr/cc, ORP değeri 526 mV olup,

oluşan çökeleğin ağırlığı 10,5 gramdır. Çökelekte %34,1 Fe, %0,014 Ni bulunmaktadır.

6.1.2. Kalsiyum Karbonatla Birinci Demir Arıtma Deneyleri

Birinci arıtma deneylerinde NaOH'nin olumlu sonuçlar vermesi üzerine, pH kontrolü daha zor olmasına karşın, NaOH yerine daha ucuz ve kolay bulunan CaCO₃ ile yapılmasına karar verilmiştir. Bu amaçla 25 gr Merck 2066 kalite saf CaCO₃ tozu (~14 mikron) 100 cc su ile oda sıcaklığında manyetik karıştırıcı yardımı bir beher içerisinde karıştırılarak, bir süspansiyon (bulamaç) (%25 wt/wt slurry) hazırlanmıştır. Hazırlanan bu homojen süspansiyon bir pipet yardımı ile metalle yüklü çözeltiye eklenerek pH kontrolü sağlanmıştır. Deneysel yöntem, diğer açılardan NaOH ile yapılan çalışmaya benzemektedir. İlk incelenen parametre pH olmuştur. Metalle yüklü çözeltiye CaCO₃ süspansiyonunun eklenmesi çok yavaş (45-60 dakika) damla damla pipetle yapılarak, lokal olarak pH'in istenilen değerin üzerine çıkması önlenmiş, manyetik karıştırıcıyla homojen bir karışım elde edilmiş ve böylece hassas bir pH kontrolü mümkün olabilmektedir. İlk seri deneylerde çöktürme sıcaklığı 90°C, süresi ise bu sıcaklıkta 2 saat olarak seçilmiştir. Sonuçlar Tablo 43'te özetlenmiş bulunmaktadır.

Tablo 43. Çözelti pH'ına bağlı olarak CaCO₃ ile birinci demir arıtması sonuçları (Sıcaklık 90°C)

pH	%Demir Çökmesi	%Nikel Çökmesi	%Kobalt Çökmesi	%Krom Çökmesi
2,0	89,2	0,11	0,17	65,8
2,5	98,9	0,44	0,44	69,6
2,75	99,2	1,15	3,78	71,2
3,0	99,4	3,14	4,14	72,4
3,25	99,8	7,90	6,36	73,4
3,7	99,9	11,72	12,53	81,0

Tablo 43'ün incelenmesinden görülebileceği gibi, Ni ve Co kayıplarını önleyebilmek ve yeterli düzeyde de Fe'den kurtulabilmek için pH değerinin 2,75'in altında, tercihen 2,5 civarında kontrol edilmesi gerekmektedir. Kalsiyum karbonat süspansiyonu ile yapılan ikinci seri deneylerde pH 2,5 olarak seçilmiş, çöktürme süresi 2 saat olarak sabit tutularak çöktürme sıcaklığı 50-90°C arasında değiştirilmiştir. Bu deneylerin sonuçları Tablo 44'te verilmiştir. Tablodan görülebileceği üzere artan çöktürme sıcaklığına bağlı olarak çöktürme verimlerinde belirgin bir artış belirlenmiştir.

Tablo 44. Sıcaklığa bağlı olarak CaCO₃ ile birinci demir arıtması sonuçları

T°C	%Demir Çökmesi	%Nikel Çökmesi	%Kobalt Çökmesi	%Krom Çökmesi
25	5,8	0,01	0,10	63,3
50	21,3	0,08	0,17	67,7
75	77,4	0,13	0,28	68,5
90	98,9	0,44	0,44	69,6

Çöktürme pH değeri 2,5, sıcaklık ise 90°C seçildiğinde ve çöktürme süresi 0,5-4 saat arasında değiştirildiğinde ise Tablo 45'te ki veriler elde edilmiştir.

Tablo 45. Süreye bağlı olarak CaCO₃ ile birinci demir arıtması sonuçları (Sıcaklık 90°C)

Süre, Saat	%Demir Çökmesi	%Nikel Çökmesi	%Kobalt Çökmesi	%Krom Çökmesi
0,5	84,4	0,15	0,37	66,9
1	95,2	0,24	0,38	67,5
1,5	97,4	0,34	0,45	68,3
2	98,9	0,44	0,44	69,6
4	99,9	0,44	0,46	70,0

Tablo 45'e göre CaCO₃ ile optimum birinci arıtma koşulları pH 2,5'te, çöktürme sıcaklığı 90°C, süresi ise CaCO₃ bulamacı ilavesi sonrası 1 saat olarak seçilmiştir. Bu şartlar altında tüketilen CaCO₃ bulamacı miktarı 48 cc olup (12 gr CaCO₃/100 cc metalle yüklü çözelti) (120 kg CaCO₃/m³ metalle

yüklü çözelti), birinci arıtma sonrası çökelek ağırlığı 24,5 gramdır. Birinci demir arıtması sırasında çözeltideki arseniğin %91 gibi çok yüksek oranda, Cr ve Al'un ise %67,5 ve %17,5 gibi daha düşük oranlarda demir ile birlikte çökeldeği, çözeltideki kalsiyum miktarının da CaCO₃ ilavesi nedeniyle arttığı ayrıca tespit edilmiştir. Çökelek üzerinde yapılan XRD çalışmaları, optimum şartlarda oluşan çökelekte bassanite (CaSO₄.0,5H₂O) ve hematitin (Fe₂O₃) bulunduğunu ortaya koymuştur. Çökelekte %15,0 Fe, %0,005 Ni bulunmaktadır.

6.2. İkinci Demir Arıtma Deneyleri

İkinci demir arıtma deneyleri için öncelikle belirlenen optimum şartlarda, birinci demir arıtması yapılmış stok liç çözeltisinin üretilmesi ile başlanmıştır. Bu amaca ulaşmak amacıyla da her bir deneyde 100 cc metalle yüklü stok liç çözeltisi kullanılarak pH 2,5'te, 90°C çöktürme sıcaklığında ve 1 saat çöktürme süresinde, her deneyde 48 cc CaCO₃ bulamacı (%25 wt/wt slurry) ilavesiyle 40 deney yapılmıştır. Bu deneyler sonucu elde edilen birinci demir arıtması tamamlanmış çözeltilerin ve çökeleklerin kontrol amaçlı Ni, Co ve Fe analizleri sonrasında, çözeltilerin birleştirilmeleri ile ikinci demir arıtması ve onu takip edecek olan MHP çöktürmesi çalışması için 2,75 litre yeni stok liç çözeltisi elde edilmiştir. Bu çözeltinin AAS ve ICP ile yapılan analizi sonucu içerdiği metal konsantrasyonlarının 3450 ppm Ni, 81 ppm Co, 1277 ppm Fe, 0,08 ppm Fe²⁺, 11750 ppm Mg, 2310 ppm Al, 162 ppm Ca, 390 ppm Mn, 250 ppm Cr, 3 ppm As, 22 ppm Zn ve 2,6 ppm Cu olduğu bulunmuştur. Bu çözeltide 1,4 gr/lit serbest asit bulunmakta olup, yoğunluğu 1,08 gr/cc ve ORP değeri ise 475 mV'dur.

İkinci demir arıtma deneyleri oluşturulan bu yeni stok liç çözeltisinden alınan 50 cc'lik numuneler üzerinde, birinci demir arıtmasına benzer bir yöntem kullanılarak fakat daha yüksek bir pH değerinde, yine pipetten damla damla çok yavaş (45 dakika) ilave edilen CaCO₃ bulamacı (%12,5 wt/wt slurry) ile gerçekleştirilmiştir. İlk seri deneylerde pH değeri 3,5 ile 5,25 arasında kontrol edilmiş olup, çöktürme sıcaklığı 90°C, çöktürme süresi ise 1 saat olarak sabit tutulmuştur. Bu ilk seri deneylerden elde edilmiş olan sonuçlar Tablo 46'da özetlenmiş bulunmaktadır.

Tablo 46. Çözelti pH'ına bağlı olarak CaCO₃ ile ikinci demir arıtması sonuçları (Sıcaklık 90°C)

pH	%Demir Çökmesi	%Nikel Çökmesi	%Kobalt Çökmesi	%Krom Çökmesi	%Alüminyum Çökmesi
3,50	98,6	10,5	15,9	87,7	87,9
4,00	99,6	15,5	26,1	99,5	98,7
4,25	99,8	25,6	48,8	99,6	99,7
4,50	99,9	44,7	53,6	99,8	99,9
4,75	99,9	60,1	66,6	99,9	99,9
5,00	99,9	73,5	77,5	99,9	99,9
5,25	100,0	84,0	87,6	99,9	99,9

Birinci seri deneyler sonucunda, ikinci demir arıtmasında tüm pH değerinde Fe, Al ve Cr'un çok büyük oranda çöktürülerek çözeltiden uzaklaştırıldığı gözlemlenmiştir. Fakat safsızlıkların çözeltiden çöktürülerek uzaklaştırılması sırasında oldukça fazla nikel ve kobalt kaybı olmuştur. Bu nedenle yapılan ikinci seri deneylerde çöktürme sıcaklığı 70°C'a düşürülerek, çöktürme süresi 1 saat olarak sabit tutularak değişik pH değerlerinde çöktürme deneyleri gerçekleştirilmiştir. Elde edilen veriler Tablo 47'de özetlenmiştir.

Tablo 47. Çözelti pH'ına bağlı olarak CaCO₃ ile ikinci demir arıtması sonuçları (Sıcaklık 70°C)

pH	%Demir Çökmesi	%Nikel Çökmesi	%Kobalt Çökmesi	%Krom Çökmesi	%Alüminyum Çökmesi
3,25	94,7	6,5	12,9	84,7	84,5
3,50	95,6	7,5	13,2	97,4	94,6
4,25	99,5	17,2	24,9	99,6	99,7
4,50	99,8	24,1	25,7	99,8	99,9

Tablo 47'den görülebileceği gibi 70°C çöktürme sıcaklığında ve 1 saatlik çöktürme süresinde Fe, Cr ve Al safsızlıklarından yeterli düzeyde kurtulabilmek için pH değerinin en az 4,25 olması gerekmektedir. Aksi takdirde metalle yüklü çözelti tam olarak arıtılmamakta ve arıtılmış çözeltide her biri 5-10 ppm'den fazla olan Fe, Cr ve Al kalmaktadır. Arıtılmış çözeltide düşük Fe, Cr, Al değerlerine

ulaşılmaya çalışıldığında ise oldukça fazla Ni ve Co çökelekte kaybedilmektedir. Son olarak pH 4,25'te CaCO₃ süspansiyonu ilavesi sabit tutularak, 1 saat çöktürme süresinde değişik sıcaklıklarda deneyler yapılmıştır. Bu deneylerin sonuçları Tablo 48'de özetlenmiştir. Çöktürme sıcaklığı 50°C olarak seçildiğinde çökelekte Ni,Co kayıpları azalmasına karşın, yeterli düzeyde Fe, Cr ve Al arıtması olamamakta ve artırılmış çözeltide her biri 5-10 ppm'den fazla Fe, Cr ve Al kalmaktadır.

Tablo 48. Sıcaklığa bağlı olarak CaCO₃ ile ikinci demir arıtması sonuçları

T°C	%Demir Çökmesi	%Nikel Çökmesi	%Kobalt Çökmesi	%Krom Çökmesi	%Alüminyum Çökmesi
50	97,3	3,7	19,7	89,5	88,1
70	99,5	17,2	24,9	99,6	99,7
90	99,8	25,6	48,8	99,6	99,7

Yapılmış olan deneyler sonucu ikinci demir arıtması için belirlenen optimum şartlar pH 4,25'te, 70° C'da çöktürme süresi 1 saattir. Bu şartlar altında tüketilen CaCO₃ bulamacı miktarı 5,45 cc olup (0,681 gr CaCO₃/50 cc metalle yüklü çözelti) (13,6 kg CaCO₃/m³ metalle yüklü çözelti), ikinci arıtma sonrası çökelek ağırlığı 1,4 gramdır. Bu ikinci çökeleğin ağırlığı birinci çökeleğin %6'sı kadardır. İkinci demir arıtması çökeleğinde kaybedilen nikel ve kobaltın tekrar asit liç işlemi uygulanarak kazanılması gerekmektedir. Çökelek üzerinde yapılan XRD çalışmaları, optimum olarak belirlenen ikinci demir arıtması şartlarında oluşan çökelekte, yine bassanite (CaSO₄.0,5H₂O) ve hematitin (Fe₂O₃) bulunduğunu göstermiştir. Çökelekte %4,54 Fe, %2,12 Ni, %0,07 Co bulunmaktadır.

6.3. Nikel-Kobalt Hidroksit Çöktürme Deneyleri

Nikel ve kobalt çöktürme deneyleri için öncelikle belirlenen optimum şartlarda, ikinci demir arıtması yapılmış stok liç çözeltisinin üretilmesi ile başlanmıştır. Bu amaca ulaşmak amacıyla da her bir deneyde 250 cc metalle yüklü stok liç çözeltisi kullanılarak pH 4,25'de, 70°C çöktürme sıcaklığında ve 1 saat çöktürme süresinde, her deneyde 27,25 cc CaCO₃ bulamacı (%12,5 wt/wt slurry) ilavesiyle 7 deney yapılmıştır. Bu deneyler sonucu elde edilen ikinci demir arıtması tamamlanmış çözeltilerin ve çökeleklerinin kontrol amaçlı Ni, Co, Fe, Cr, Al, Mn, Mg analizleri sonrasında çözeltilerin birleştirilmeleri ile, iki aşamalı MHP çöktürmesi çalışması için yaklaşık 1,75 litre yeni stok liç çözeltisi elde edilmiştir. Bu çözeltinin AAS ve ICP ile yapılan analizleri sonucu içerdiği metal konsantrasyonlarının 2713 ppm Ni, 55 ppm Co, 5,4 ppm Fe, 6815 ppm Mg, 7,1 ppm Al, 870 ppm Ca, 329 ppm Mn, 1,0 ppm Cr, 0 ppm As, 16,3 ppm Zn ve 1,65 ppm Cu olduğu bulunmuştur. Bu çözeltide 0,2 gr/lt serbest asit bulunmakta olup, yoğunluğu 1,05 gr/cc ve ORP değeri ise 257 mV'dur. MHP çöktürmesi öncesi hesaplanan Ni/Mn oranı ise 8,25'tir.

6.3.1. Birinci Nikel-Kobalt Hidroksit Çöktürme Deneyleri

Birinci nikel-kobalt hidroksit (MHP1) çöktürmesi deneylerinden her biri, yukarıda analizi verilen birinci ve ikinci demir arıtması tamamlanmış stok liç çözeltisinden 50'şer cc alınarak gerçekleştirilmiştir. Çöktürme deneylerinde takip edilen prosedür birinci ve ikinci demir arıtmasına benzemektedir. Sadece çöktürücü reaktif olarak Merck 5862 kalite çok ince MgO tozu (%98-100,5 MgO) kullanılmıştır. Havadan nem ve karbondioksit kapmayacak şekilde korunan MgO'nun her deney öncesi suda taze süspansiyonu hazırlanmıştır. Bu amaçla 0,50 gram MgO, 50 cc suya (%1 wt/wt slurry) bir beher içerisinde ilave edilerek, manyetik karıştırıcı yardımı ile oda sıcaklığında bir süspansiyonu elde edilmiş ve bir pipet yardımı ile de stok çözeltiye 30-40 dakika içerisinde çok yavaş damla damla ilave edilmiştir. MHP1 çöktürme çalışmaları ilave edilecek MgO miktarını belirlemek üzere 50°C'da sabit tutulan çöktürme sıcaklığında ve 1 saat olarak yine sabit tutulan çöktürme süresinde başlatılmıştır. İlk seri deneylerde ilave edilecek MgO süspansiyonun hacmi, yapılan stokiyometrik hesaplar sonrası 7,0 ile 12,0 cc arasında değiştirilmiştir. Yapılan bu ilaveler sonucu ölçülen pH değerleri, elde edilen çöktürme verimleri ile birlikte Tablo 49'da verilmiştir.

Tablo 49. MgO ilavesine bağılı olarak MHP1 çöktürmesi sonuçları (Sıcaklık 50°C)

MgO ilavesi, cc	pH	%Nikel Çökmesi	%Kobalt Çökmesi	% Manganese Çökmesi
7,0	6,84	71,2	92,4	17,3
8,0	6,88	78,9	96,1	25,1
9,0	6,94	84,2	97,2	32,2
10,0	7,00	89,6	97,4	40,4
11,0	7,05	94,7	98,9	61,4
12,0	7,10	95,7	99,3	67,3

Tablo 49'dan görüldüğü üzere artan MgO ilavesine paralel olarak, çözelti pH değeri ve hidrosit şeklinde çökelen nikel-kobalt miktarı artmıştır. Fakat bu artışla birlikte çökelen ve çökeleği kirleten mangan miktarında da bir artış gözlenmiştir. Bu olumsuz Mn çökmesini kısmen sınırlamak ve Ni-Co çökmesini de en az %90'a yakın elde etmek için ilave edilecek olan MgO bulamacı miktarı 10 cc (0,10 gr MgO/50 cc metalle yüklü çözelti)(2 kg MgO/m³ metalle yüklü çözelti) olarak seçilmiştir. Seçilen bu miktar metalle yüklü çözeltideki nikel, kobalt ve manganezin tamamını çöktürmek için gerekli stokiometrik oranın %94'ü kadardır. MHP1 çöktürmesi sonrası çökelek ağırlığı 0,29 gramdır. Çökelek üzerinde yapılan XRD çalışmaları, optimum olarak belirlenen MHP1 çöktürmesi şartlarında oluşan çökelekte [NiCo(OH)₂] bulunduğunu göstermiştir. Çökeleğin kimyasal analizi çökeleğin %40,9 Ni, 1,0 %Co, 2,7 %Mn, 0,12 %Al, 2,3 %Mg, 0,1 %Fe, 0,015 %Cr, 0,3 %Zn, 0,03 %Cu, 4,38 %S içerdiğini göstermiştir.

MHP1 çöktürme süresinin kısaltılmasının sonuçları Tablo 50'de özetlenmiş bulunmaktadır. Bu deneylerde eklenen MgO bulamacı miktarı 10 cc ve çöktürme sıcaklığı 50°C olarak sabit tutulmuştur.

Tablo 50. Süreye bağılı olarak MHP1 çöktürmesi sonuçları (Sıcaklık 50°C)

Süre, Saat	pH	%Nikel Çökmesi	%Kobalt Çökmesi	%Manganese Çökmesi
0,5	7,00	85,4	97,0	35,4
1	7,00	89,6	97,4	40,4

Çöktürme süresinin kısaltılması hem Ni hem de Mn çökmesinin düşmesine neden olmuş olup, Ni çökmesindeki düşüş olumsuz olduğundan, çöktürme süresinin 1 saat olarak seçilmesine karar verilmiştir.

6.3.2. İkinci Nikel-Kobalt Hidrosit Çöktürme Deneyleri

İkinci nikel ve kobalt çöktürme deneyleri için öncelikle belirlenen optimum şartlarda, MHP1 çöktürmesi yapılmış stok liç çözeltisinin üretilmesi ile başlanmıştır. Bu hedefe ulaşmak amacıyla da her bir deneyde 200 cc birinci ve ikinci demir arıtması tamamlanmış metalle yüklü stok liç çözeltisi kullanılarak pH 7,0'da, 50°C çöktürme sıcaklığında ve 1 saat çöktürme süresinde, her deneyde 40 cc MgO bulamacı (%1 wt/wt slurry) ilavesiyle 4 deney yapılmıştır. Bu deneyler sonucu elde edilen MHP1 çöktürmesi tamamlanmış çözeltilerin kontrol amaçlı Ni, Co, Fe, Cr, Al, Mn, Mg analizleri sonrasında çözeltilerin birleştirilmeleri ile, MHP2 çöktürmesi çalışması için yaklaşık 800 cc yeni stok liç çözeltisi elde edilmiştir. Bu çözeltinin AAS ve ICP ile yapılan analizleri sonucu içerdiği metal konsantrasyonlarının 260 ppm Ni, 1,0 ppm Co, 0,5 ppm Fe, 7046 ppm Mg, 0,6 ppm Al, 725 ppm Ca, 170 ppm Mn, 0,1 ppm Cr, 0 ppm As, 0,15 ppm Zn ve 0,01 ppm Cu olduğu bulunmuştur. Bu çözeltinin yoğunluğu 1,04 gr/cc ve ORP değeri ise 220 mV'dur ve serbest asit içermemektedir. MHP çöktürmesi öncesi hesaplanan Ni/Mn oranı ise 1,53'tür.

İkinci nikel-kobalt hidrosit (MHP2) çöktürmesi deneylerinden her biri, yukarıda analizi verilen MHP1 çöktürmesi tamamlanmış stok liç çözeltisinden yine 50'er cc alınarak gerçekleştirilmiştir. Çöktürme deneylerinde takip edilen prosedür MHP1 çöktürmesine benzemektedir. Sadece çöktürücü reaktif olarak Merck 2047 kalite çok ince Ca(OH)₂ tozu (Ca(OH)₂>%96, CaCO₃≤%3) kullanılmıştır. Ca(OH)₂'in her deney öncesi suda süspansiyonu hazırlanmıştır. Bu amaçla 0,50 gram Ca(OH)₂, 50 cc suya (%1 wt/wt slurry) bir beher içerisinde ilave edilerek, manyetik karıştırıcı yardımı ile oda sıcaklığında bir süspansiyonu elde edilmiş ve bir pipet yardımı ile de stok çözeltiye 30-40 dakika içerisinde çok yavaş

damla damla ilave edilmiştir. MHP2 çöktürme çalışmaları ilave edilecek Ca(OH)_2 miktarını belirlemek üzere, 60°C 'da sabit tutulan çöktürme sıcaklığında ve 1 saat olarak yine sabit tutulan çöktürme süresinde başlatılmıştır. İlk seri deneylerde ilave edilecek Ca(OH)_2 süspansiyonun hacmi pH 7,5-8,5 arasında olacak şekilde değiştirilmiştir. Yapılan bu ilaveler sonucu ölçülen pH değerleri, elde edilen çöktürme verimleri ile birlikte Tablo 51'de verilmiştir.

Tablo 51. Çözelti pH'ına bağlı olarak MHP2 çöktürmesi sonuçları (Sıcaklık 60°C)

pH	%Nikel Çökmesi	%Kobalt Çökmesi	%Manganez Çökmesi
7,50	91,6	92,7	29,0
7,75	99,9	100,0	90,9
8,00	99,9	100,0	99,4
8,50	99,9	100,0	100,0

Çözeltinin pH değeri 7,5'te sıcaklığı ise 60°C 'da sabit tutularak ve çöktürme süresi değiştirilerek gerçekleştirilen deneylerin sonuçları Tablo 52'de özetlenmiş bulunmaktadır.

Tablo 52. Süreye bağlı olarak MHP2 çöktürmesi sonuçları (Sıcaklık 60°C)

Süre, Saat	pH	%Nikel Çökmesi	%Kobalt Çökmesi	%Manganez Çökmesi
1	7,50	91,6	92,7	29,0
1,5	7,50	99,7	95,2	78,9
2	7,50	99,9	100,0	89,9

En son olarak yine pH değeri 7,5'te sabit tutularak 50° ve 60°C çöktürme sıcaklıklarında değişik sürelerde ve pH değerlerinde yapılan deneylerin sonuçları ise Tablo 53'te verilmiştir.

Tablo 53. Sıcaklık, süre ve pH'a bağlı olarak MHP2 çöktürmesi sonuçları

T $^\circ\text{C}$	Süre, Saat	pH	%Nikel Çökmesi	%Kobalt Çökmesi	%Manganez Çökmesi
50	1	7,50	60,8	66,7	11,1
50	3	7,50	97,1	100,0	62,5
60	0,5	7,75	97,2	97,6	86,0
60	1	7,75	99,9	100,0	90,9

Yukarıdaki sonuçların incelenmesi sonucu MHP2 çöktürmesi sonrası, çözeltide 10 ppm'den az Ni kalması ve bu amaca ulaşırken de MHP2 çökeleğini fazla kirletmeyecek şekilde minimum düzeyde Mn çöktürmek için pH'ın 7,5'te kontrol edilmesi, sıcaklığın 50°C seçilmesi durumunda çöktürme süresinin 3 saat, 60°C seçilmesi durumunda ise 1,5 saat olmasının optimum şartları oluşturacağı belirlenmiştir. İlk belirtilen şartlar altında MHP2 sonrası çözeltide 7,5 ppm Ni, 0,0 ppm Co ve 62,5 ppm Mn kalacağı, bu amaca ulaşırken de 2,7 cc Ca(OH)_2 bulamacı (0,027 gr Ca(OH)_2 /50 cc metalle yüklü çözelti)(0,54 kg $\text{Ca(OH)}_2/\text{m}^3$ metalle yüklü çözelti) tüketimi gerekeceği bulunmuştur. MHP2 çöktürmesi sonrası çökelek ağırlığı 0,05 gramdır. MHP2 elde edilmesinden sonra elde edilen çözeltinin, tekrar kullanılabilmesi için yine Ca(OH)_2 ile pH 8,5 civarında 50°C 'da Mn arıtmasına tabi tutulması gerekmektedir. Diğer taraftan çözeltideki Mg'un pH 10'da Ca(OH)_2 ile çöktürülerek uzaklaştırılması da düşünülebilir. MHP2 çökeleğinin yapılan kimyasal analizi sonucu 25,5%Ni, 0,1%Co, 11,0%Mn, 0,06%Al, 1,9%Mg, 0,05%Fe, 0,01%Cr, 0,015%Zn, 0,001%Cu içerdiği tespit edilmiştir.

6.4. Metalle Yüklü Liç Çözeltilisinin Arıtılması ve Nikel-Kobalt Hidroksit Çöktürülmesi Deneysel Çalışmalarının Değerlendirilmesi

Yapılan çözeltili arıtması ve MHP çöktürmesi deneylerinden aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir:

- Kolon liç çözeltilisinde mevcut demirin iki aşamalı çöktürme sonucu metalle yüklü çözeltiliden uzaklaştırılabileceği belirlenmiş bulunmaktadır. Her iki aşama için de en uygun ve ucuz çöktürücü ve aynı zamanda nötralizasyonu sağlayıcı reaktif öğütülmüş CaCO_3 süspansiyonudur. Birinci demir arıtmasının optimum değerleri pH 2,5'te çöktürme sıcaklığı 90°C ve çöktürme süresi 1 saattir. İkinci demir arıtması için belirlenen optimum koşullar ise pH 4,25'te çöktürme sıcaklığı 70°C ve çöktürme süresi yine 1 saattir. İkinci demir arıtması sırasında oluşan az miktardaki çökelekte kaybedilen Ni ve Co'nun ise tekrar liç yöntemi (recycle leach) ile geri kazanılması gerekmektedir.
- Metalle yüklü liç çözeltilisinin CaCO_3 ile nötralizasyonu ve birinci demir arıtması sonrasında çözeltilideki Fe^{3+} ve As büyük oranda, krom ve alüminyum da kısmen çökmektedir. İkinci demir arıtması da çözeltilide kalan demirin ve büyük oranda Cr ve Al'un çöktürülerek çözeltiliden uzaklaştırılmasını sağlamaktadır. Böylece metalle yüklü çözeltiliyi kirleten Fe, Cr, Al ve As gibi safsızlıkların her biri 5-10 ppm'in altına indirilebilmektedir. Safsızlıklarından büyük oranda temizlenen çözeltiliden Ni ve Co'nun hidroksit şeklinde iki kademe çöktürülmesi en uygun yöntem olarak ortaya çıkmaktadır. Birinci Ni ve Co çöktürmesi için en uygun reaktif MgO süspansiyonu olup, ikinci kademe için ise $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 'dir. Birinci kademe MHP çöktürmesi için belirlenen optimum şartlar pH 7,0'da 50°C çöktürme sıcaklığı ve 1 saatlik çöktürme süresidir. İkinci kademe MHP çöktürmesi için ise pH 7,5'te 50°C çöktürme sıcaklığı ve 3 saatlik çöktürme süresi optimum şartlar olarak belirlenmiştir. İkinci MHP çöktürmesi sonucu oluşan çökelek düşük kaliteli olduğundan içerdiği Ni ve Co'nun tekrar liç yöntemi ile değerlendirilmesi veya birinci MHP çöktürme devresine geri çevrilmesi gerekmektedir.
- Yapılan çözeltili arıtma ve çöktürme çalışmaları sonucunda 40,9 %Ni, 1,0 %Co, 2,7 %Mn, 0,12 %Al, 2,3 %Mg, 0,1 %Fe, 0,01 %Cr, 0,3 %Zn, 0,03 %Cu, 4,38 %S içeren MHP1 ürünü elde edilmiş bulunmaktadır. Bu kaliteli ara ürünün amonyum karbonat veya amonyum sülfat/ amonyak çözeltilisinde çözülmesini takiben, nikel ve kobaltın solvent ekstraksiyon (SX) yöntemi ile birbirlerinden ayrılmaları sonrası, elektroliz yöntemi ile elektrolitik nikel ve kobalt veya bu metallerin NiSO_4 , NiCl_2 , CoSO_4 , CoS_2 , CoCl_2 gibi tuzları ve kimyasal ürünleri piyasa koşullarına göre üretilebilir.

7. Sonuç ve Öneriler

- Karıştırmalı liç deneylerinden elde edilen sonuçlar, temsili dört cevherin de içerisinde bulunan nikelin ve kobaltın yüksek oranlarda atmosferik şartlarda karıştırmalı liç yöntemiyle sülfürik asitli çözeltiliye alınabileceğini göstermiştir. Başlangıç asit konsantrasyonu 5N H_2SO_4 olarak seçildiğinde, 24 saat sonunda dört lateritin her birinden %90'dan fazla nikelin ve %60-80 kobaltın liç çözeltilisine alınabileceğini ortaya koymuştur. Meta Nontronitik laterit cevherinin daha az konsantre sülfürik asit çözeltilisinde ve 5 saat gibi daha kısa sürede liç edilmesi mümkün gözükmemektedir.
- Atmosferik şartlarda uygulanan karıştırmalı liç yüksek oranda özellikle demir ve diğer safsızlıkları çözdüğü için, asit tüketimi HPAL gibi diğer alternatiflere göre çok daha yüksek olmaktadır. Ayrıca HPAL sırasında otoklavda çözeltiliye geçen demir hematit şeklinde çöktürülürken asit ortaya çıkmakta, bu nedenle HPAL sürecinde asit tüketimi Mao Bay'de 260, Cawse'de 375, Murrin Murrin'de ise 400 kg H_2SO_4 /ton kuru laterit cevheri olarak sınırlı kalmaktadır. Atmosferik liç sırasında demir çöktürme reaksiyonu oluşmadığı için asit tüketimi daha fazla olmaktadır. Belirlenen asit tüketimlerinin, üzerinde çalışılan lateritler için 669-951 kg/ton kuru cevher aralığında değiştiği bulunmuştur.
- Çok aşamalı karıştırmalı liç deneyleri sonucunda elde edilen veriler, magnezyum ve kalsiyumca daha zengin nontronit tipi cevherin iki aşamalı liç sisteminde limonit liçinden sonra nötralizasyon amaçlı kullanılabileceğini ve aynı zamanda da liç edilebileceğini göstermiştir. Böylece birim nikel başına veya ton cevher başına kullanılan sülfürik asit miktarı

azaltılabılmıştır.

- Karıştırmalı liç ve kolon liçinde demirle birlikte Mg, Mn, Al gibi safsızlıkların da çözeltiye yüksek oranda geçmesi beklenir. Kısmen çözeltiye geçen safsızlıklar ise Cr ve As olacaktır. Bu safsızlıkların çözüldükten arıtılması sırasında da Ni, Co kayıpları gündeme gelebilecektir. Bu safsızlıkların metalle yüklü çözüldükten tam arıtılmaması durumunda ise elde edilecek Ni-Co hidroksit ara ürününün kalitesi sorun oluşturacaktır.
- Kolon liçi deneylerinden elde edilen sonuçlar, dört laterit cevherinde de bulunan nikel ve kobaltın sülfürik asitli çözeltiye kolon liç yöntemiyle, atmosferik karıştırmalı liç yöntemine göre daha uzun bir sürede alınabileceğini göstermiştir. Fakat kolon liç verimleri ve süreleri cevherin fiziksel, kimyasal ve mineralojik karakteristiğine bağlı olarak çok farklılık gösterebilmektedir.
- Kolonda en kolay liç olan Gördes Nontronit cevheridir. Liç işleminde 100 gr/lt'lik sülfürik asit çözeltisi kullanıldığı ve katı/sıvı oranı 1/1 (8 kg yaş cevher / 8 litre çözelti) olduğu takdirde 4 ay içerisinde nikelin %85, kobaltın ise %64 kadarının liç çözeltisine alınması mümkün gözükmektedir. Bu şartlar altında çözeltiye geçecek demirin oranı %57 kadar olacaktır. Asit tüketiminin de 1 ton kuru nontronit cevheri için 525 kg civarında kalması beklenmektedir. Limonitik tipteki lateritlerin kolon liç süreleri 1 yıldan uzun olup, yığın liçinin bu tip cevherlere uygulanabilirliği ekonomik olmaktan uzak gözükmektedir.
- Nontronitik laterit cevherinin kolon liçinden elde edilen metalle yüklü liç çözeltisi ile yapılan nötralizasyon, çözeltinin Fe, As, Al ve Cr'dan arıtılması çalışmaları, iki kademede CaCO₃ süspansiyonu ile yapılacak nötralizasyon ve çözelti arıtması sonucu, istenilen hedeflere ulaşılabileceğini göstermiş bulunmaktadır. Birinci kademe demir arıtmasında 120 kg/m³, ikinci kademe demir arıtmasında ise 13,6 kg/m³ CaCO₃ tüketimi olacağı belirlenmiştir.
- Çözelti arıtması sonrası, çözeltideki Ni ve Co'nun hidroksit şeklinde MgO ve Ca(OH)₂ ile yapılan iki kademeli bir çöktürme sonucu, istenilen kalitede MHP elde edilebileceği ortaya konmuş bulunmaktadır. Birinci kademe MHP çöktürmesinde tüketilen MgO miktarı 2 kg/m³ metalle yüklü çözeltidir. İkinci kademe MHP çöktürmesinde ise Ca(OH)₂ tüketimi 0,54 kg/m³'tür.
- Karıştırmalı liç ve kolon liçinin ekonomik olup olmasını en yakından etkilecek faktör, aşırı asit tüketimi nedeniyle sülfürik asit fiyatı olacaktır. Yığın liçinde çevre koşullarına uyum ve yer temini ayrıca ek sorunlar oluşturacaktır. Oluşacak çok miktardaki atığın depolanması ve tesis için gereken suyun temini de göz önünde tutulması gereken diğer sorunlardır.

Referanslar

- AGATZINI, S., Kontopoulos, A., Maraboutis, P., Xenidis, A., Removal of Iron from Iron-Nickel-Cobalt Solutions by Precipitation and Solvent Extraction Techniques, Iron Control in Hydrometallurgy, eds: Dutrizac, J. E., Monhemius, A. J., Ellis Horwood Ltd., Chichester, (1986), Pp:353.
- AGATZINI-LEONARDOU, S., Zafiratos, I., Beneficiation of a Greek Serpentinic Nickeliferous Ore Part II. Sulphuric Acid Heap and Agitative Leaching, Hydrometallurgy, 74, 267-275, (2004).
- BOLDT, J. R., The Winning of Nickel; Its Geology, Mining, and Extractive Metallurgy, ed: Queneau P., Methuen & Co. Ltd., London, (1967).
- CHANDER, S., Atmospheric Pressure Leaching of Nickeliferous Laterites in Acid Media, Transactions of the Indian Institute of Metals, 55, 366-371, (1982).
- CHOU, E. C., Queneau, P. B., Rickard, R. S., Sulphuric Acid Pressure Leaching of Nickeliferous Limonites, Metallurgical Transactions, 8B, 547-554, (1977).
- CURLLOOK, W., Direct Atmospheric Leaching of Saprolitic Nickel Laterite Ores with Sulphuric Acid, International Laterite Nickel Symposium-2004, Charlotte, North Carolina-USA, TMS, (2004), Pp:38.
- KARIDAKIS, T., Agatzini-Leonardou, S., Neou-Syngouna, P., Removal of Magnesium from Nickel Laterite Leach Liquors by Chemical Precipitation using Calcium Hydroxide and the Potential Use of the Precipitate as a Filler Material, Hydrometallurgy, 76, 105-114, (2005).
- LIU, H., Gillaspie, J., Lewis, C., Neudorf, D., Barnett, S., Atmospheric Leaching of Laterites with Iron Precipitation as Goethite, International Laterite Nickel Symposium-2004, Charlotte, North Carolina-USA, TMS, (2004), Pp:347.

McDONALD, R, G., Whittington, B, I., Atmospheric Acid Leaching of Nickel Laterites Review: Part I. Sulphuric Acid Technologies, Hydrometallurgy, 91, 35-55, (2008a).

McDONALD, R, G., Whittington, B, I., Atmospheric Acid Leaching of Nickel Laterites Review: Part II. Chloride and Bio-technologies, Hydrometallurgy, 91, 56-69, (2008b).

MOSKALYK, R, R., Alfantazi, A, M., Nickel Laterite Processing and Electrowinning Practice, Minerals Engineering, 15, 593-605, (2002).

OUSTADAKIS, P., Agatzini-Leonardou, S., Tsakiridis, P, E., Nickel and Cobalt Precipitation from Sulphate Leach Liquor using MgO Pulp as Neutralizing Agent, Minerals Engineering, 19, 1204-1211, (2006).

OXLEY, A., Sirvanci, N., Purkiss, S., Çaldağ Nickel Laterite Atmospheric Heap Leach Project, ALTA 2006 Ni-Co Conference, Perth, Australia, ALTA Metallurgical Services, (2006), Pp:453.

QUENEAU, P, B., Weir, D, R., Control of Iron during Hydrometallurgical Processing of Nickeliferous Laterite Ores, Iron Control in Hydrometallurgy, eds: Dutrizac, J, E., Monhemius A, J., Ellis Horwood Ltd., Chichester, (1986), Pp:77.

SIST, C., Demopoulos, G, P., Nickel Hydroxide Precipitation from Aqueous Sulphate Media, Journal of Metals, August, 42-46, (2003).

WHITTINGTON, B, I., Muir, D., Pressure Acid Leaching of Nickel Laterites: A Review, Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review, 21, 527-599, (2000).

**TÜBİTAK
PROJE ÖZET BİLGİ FORMU**

Proje No: 106M079
Proje Başlığı: Lateritik Nikel Yataklarından Nikel Ekstraksiyonu
Proje Yürütücüsü ve Araştırmacılar: Prof. Dr. Yavuz A. Topkaya, Ergin Büyükkakıncı, Caner Köse
Projenin Yürütüldüğü Kuruluş ve Adresi: Orta Doğu Teknik Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, İnönü Bulvarı, Ankara 06531
Destekleyen Kuruluş(ların) Adı ve Adresi:
Projenin Başlangıç ve Bitiş Tarihleri: 1 Ağustos 2006-1 Şubat 2009
Öz (en çok 70 kelime) Bu proje kapsamında Türkiye'nin Batı Anadolu yöresindeki Çaldağ ve Gördes lateritik nikel cevherinden nikel ve kobalt hidroksit elde etmek için hidrometalurjik araştırmalar yürütülmüştür. Cevherlerin fiziksel, kimyasal ve mineralojik karakterizasyonu sonrası, adı geçen cevherlere fiziksel bir zenginleştirme uygulanmadan, atmosferik şartlarda karıştırmalı ve kolon liç yöntemleri sülfürik asit ortamında uygulanmıştır. Daha sonra elde edilen metalle yüklü liç çözeltisi demir, alüminyum, krom ve arsenik gibi safsızlıklarından çöktürme yöntemi kullanılarak arıtılmıştır. Projenin son aşamasında ise nikel ve kobalt arıtılmış çözeltiden çöktürülerek belirlenen optimum şartlarda elde edilmiştir.
Anahtar Kelimeler: Nikel, Laterit, Kobalt, Atmosferik Liç, Yığın Liçi, Sülfürik Asit
Projeden Yapılan Yayınlar: E. Büyükkakıncı, Y.A. Topkaya, "Extraction of Nickel from Gördes Lateritic Ores with Atmospheric Leaching", Proceedings of ALTA 2008 Nickel/Cobalt Conference, June 16-18, 2008, Sheraton Hotel, Perth, Australia E. Büyükkakıncı, Y.A. Topkaya, "Extraction of Nickel from Lateritic Ores at Atmospheric Pressure with Agitation Leaching", Hydrometallurgy, 2009 (Online publication 1.February.2009)

