

## BAZIK LIÇ İLE BOKSİT ATIĞINDAN ALÜMİNYUM HİDROKSİT EKTRAKSİYONU

Salih Uğur BAYÇA<sup>1</sup>, Hakan KISIK<sup>2</sup>

### ÖZET

Bu çalışmanın amacı, boksit atık (kırmızı çamur) malzemeden alüminyum hidroksit elde etmektir. Taguchi yöntemi ile optimizasyon ve optimum koşullarda % Al çözünme oranı tahmini değerleri Minitab-17 yazılım programı ile hesaplanmıştır. Taguchi istatistiksel yöntem ile bazik liç deneyleri kırmızı çamur numunesinin sodyum hidroksit çözeltisinde çözünmesine katı-sıvı oranının etkisini belirlemek için katı-sıvı oranı parametresinin seviyeleri 10–60 g/L, baz konsantrasyonun parametresinin seviyeleri 2,5–10 M, sıcaklık parametresinin seviyeleri 70–95°C, numunenin çözünme süresinin etkisini belirlemek için süre parametresinin seviyeleri 1–4 saat, numunenin çözünmesine karıştırma hızının etkisini belirlemek için karıştırma hızı parametresinin seviyeleri 200–800 rpm arasındaki değerler belirlenmiştir.

**Anahtar sözcükler;** Alüminyum hidroksit, boksit atık (kırmızı çamur), bazik liç, Taguchi yöntemi

### ABSTRACT

The aim of this study was to obtain aluminum hydroxide from bauxite waste (red mud). The software program Minitab-17 was used to calculate estimated values of optimization and the percentage rate of solution of aluminum under optimum conditions by the Taguchi method. In order to determine by the Taguchi statistical method the effect of the solid-liquid ratio when the sample of red mud was dissolved in a solution of sodium hydroxide, parameters of solid-liquid ratio were set at 10–60 g/L, base concentration at 2.5–10 M, and heat at 70–95°C; in order to determine the effect of length of time of dissolution on the sample, the time parameter was set at 1-4 hours; and in order to determine the effect of stirring speed on the dissolution of the sample, the stirring speed parameter was set at 200–800 rpm.

**Key words;** Aluminum hydroxide, bauxite waste (red mud), alkaline leaching, Taguchi methods

### 1. GİRİŞ

Alüminyum üretiminin başlangıç hammaddesi alüminadır. Alüminanın ( $Al_2O_3$ ) günümüzde %90'dan fazlası boksit tipi cevherlerden elde edilmektedir. Alüminyumun boksitten başka kaynakları da vardır ki bunlar killerdir [1].

Boksit cevherleri ihtiva ettiği alümina mineralleri bakımından farklı sınıflandırılmaya tabi tutulmuştur. Boksit cevherleri alüminyum içeren mineraller gibsit, bohmit ve diyasporit mineralleridir. Gibsit kimyasal formülü  $Al_2O_3 \cdot 3H_2O$ , monoklinik kristal yapılı ve 2,5–3,5

<sup>1</sup> Doç. Dr., Kırıkkale Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Yahşihan, 71450, Kırıkkale, Email; salihbayca@gmail.com

<sup>2</sup> Celal Bayar Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü, Muradiye Kampusu, 45140 Manisa, Email; kimyaciakan@hotmail.com

sertliktedir. Böhmite kimyasal formülü  $Al_2O_3 \cdot H_2O$ , ortorombik kristal yapıya ve 3,5–6,5 sertliktedir. Diasporit kimyasal formülü  $Al_2O_3 \cdot H_2O$ , ortorombik kristal yapıya ve 6,5–7 sertliktedir. Boksit cevherinde empurite mineralleri demir içeren mineraller limonit, goetit, siderit gibi minerallerdir. Silika içeren mineraller kaolinit gibi kil mineralleridir. Titanyum içeren mineraller rutil, ilmenit gibi minerallerdir. Kükürt içeren mineraller markasit, alunit gibi minerallerdir.

Bayer prosesi, saf alüminyum üretimi için en yaygın kullanılan hidrometalurjik yöntemdir. Bayer prosesinde kırılmış ve öğütülmüş boksit kostik çözeltisinde yüksek sıcaklıktaki otoklavda çözündürülür ve sodyum alüminat çözeltisi elde edilir. Bu çözelti katı faz olarak kırmızı çamur ve sıvı faz olarak alüminat çözeltisi ikiye ayrılır. Katı faz kırmızı çamurdur ve sıvı faz alüminat çözeltisidir. Kırmızı çamur atık olarak atılır. Sıvı faz filtrelenir ve kristalizatörde kristallendirilir ve elde edilen iri taneli kristaller yıkanır. Bu kristaller, kalsine edilerek saf alümina ürünü elde edilir. Kırmızı çamur, Bayer prosesi ile boksitten alümina ekstraksiyonu esnasında çıkan kimyasal atıktır. Yüksek demir içeriği atığın karakteristik kırmızı rengini verir. Boksit kaynağına bağlı olarak kırmızı çamur kimyasal ve mineralojik bileşimi değişebilir. Kırmızı çamur değerli mineral ve metaller içerir. Kırmızı çamur, % 15–30 katı içerikli ve pH 10–12,5 yüksek alkali içeren bir çamur olarak atık barajlarına pompalanmaktadır.

Türkiye’de yılda minimum 50000 ton kırmızı çamur depolanmaktadır. Seydişehir’de 2013 yılına kadar toplam depolanan kırmızı çamur miktarı iki milyon ton olduğu tahmin edilmektedir.

Kırmızı çamur atıklarının tekrar endüstride kullanımı konusunda son yıllarda birçok araştırma yapılmıştır. Zhong ve Arkadaşları, (2009) %45 NaOH çözeltisinde % 0,9 katı-sıvı oranında, 200°C sıcaklıkta ve 3,5 saatte kırmızı çamuru %87,5 verimle  $Al_2O_3$  kazanıldığını rapor etmişlerdir [2]. Agatzini-Leonardou ve Arkadaşları (2008) kırmızı çamurun atmosfer basıncında  $H_2SO_4$  liçi ile %64,5 verimle  $TiO_2$  kazandıklarını belirtmişlerdir. Bu çalışmada 6N  $H_2SO_4$ , 60°C ve %5 katı-sıvı oranı optimum koşullar olarak tespit edilmiştir [3]. Erçağ (1995) kırmızı çamurdan kireç taşı ve kok kömürü karışımı 1100 °C de sinterlendi. Sinter malzeme grafit potaya konuldu ve üzeri kok kömürü ile kaplandı. 1550 °C de 1 saat ergitme yapıldı. Böylece pik demir ve curuf iki ürün elde edildi. Curuf 90 °C de % 30 luk sülfirik asit çözeltisinde liç yapıldı ve çözeltide Ti, Al, Fe elde edildiğini rapor etmiştir [4]. Balomenos ve arkadaşları (2012) elektrik arkının tozu ile kırmızı çamuru karbotermik redüksiyon yöntemi ile 1540 °C ergitilerek dökme demir elde etmiştir [5]. Tınkılıç ve arkadaşları (1996) kırmızı çamur içerisindeki Fe, Al, Na, V ve Ti gibi kıymetli maddeleri, sülfirik asit kullanılarak 170 °C 'de 3 saat süreyle liç yapmışlardır. Bu çalışmada % 86 verimle  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$  şeklinde ayrıldığı belirtilmiştir. Demir oranı düşük (%38,57  $Fe_2O_3$ ) olması sebebiyle pik demir üretimi için uygun olmayan kırmızı çamurun  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$  üretiminde kullanılabilmesi sonucuna ulaşılmıştır [6]. Kılınç ve arkadaşları (2013) kırmızı çamur atığının renkli beton üretiminde pigment olarak kullanılabilirliği ve betonun renklendirme özelliklerine etkisi incelemişlerdir. Kırmızı çamurun pigment olarak kullanımına yönelik kalsinasyon çalışmaları (600–800°C) ve kalsinasyonun renklendirme özelliklerine etkisi renk ölçümü ile belirlenmiştir. Kırmızı renkli parke taşı elde edilmiş ve kırmızı çamurun parke taşını renklendirme özelliği, geleneksel pigmentlerle kıyaslanmıştır. Kırmızı çamurun renkli beton üretiminde değerlendirilmesini amaçlayan bu çalışma ile beton endüstrisi için yeni bir katkı elde edilerek, çevresel ve diğer zararlı etkilerinin giderilmesi hedeflenmiştir. Parke taşı üretiminde kırmızı çamur renklendirici olarak kullanıldığında, kırmızı çamurla üretilen ürünlerin, yarma dayanımı, aşınma ve su emme gibi mekanik özelliklerinde herhangi olumsuz bir etkisi olmadığı tespit edilmiştir [7]. Genichi Taguchi deneyindeki değişkenliği azaltmak amacıyla, deney tasarımında performans kriteri

olarak kullanılmak üzere, sinyal-gürültü oranı olarak adlandırılan bir kriter geliştirmiştir ve problemin amacına göre farklı sinyal-gürültü oranları ile sınama yapmıştır. Deneylerin sonuçları birden çok koşul içerdiğinden, standart bir analiz olan ortalama sonuçların kullanımı yerine sinyal- gürültü oranının, S/N kullanılması tercih edilir. Bir deneysel tasarımda incelenen ürünün bir faktöre bağlı olarak kalite özelliğindeki değişim istenen etkinin “sinyali” olarak adlandırılır. Ama bir deney gerçekleştirildiğinde tasarıma tabi tutulmamış, sonucu etkileyebilecek olan birçok dış faktör olabilir. Bu dış faktörler gürültü faktörleri olarak adlandırılır ve çıktı üzerindeki etkilerine “gürültü” adı verilir. Sinyal-gürültü oranı (S/N) kontrollü bir şekilde araştırılan kalite özelliğinin, kontrol altında olmayan ama sonucu etkileyen dışsal faktörlere (gürültü) karşı duyarlılığını ölçer. Basit olarak tanımlamak gerekirse S/N ortalamanın standart sapmaya oranıdır. Genel olarak herhangi bir deneyin amacı sonuç için yüksek sinyal-gürültü oranına ulaşmaktır. Yüksek bir sinyal-gürültü oranı sinyalin gürültü faktörlerinin rassal etkilerine karşı daha yüksek olduğunu gösterir. Ürün tasarımı ya da proses operasyonu yüksek bir sinyal-gürültü oranında kararlıysa her zaman optimum kaliteyi ve minimum varyansı verir [8, 9]. Taguchi yöntemi ile çözünme optimizasyonu konusunda bir çok araştırma yapılmıştır. Abali ve arkadaşları (2011) dolomit cevherinin hidroklorik asit çözeltilerinde liç işleminin optimizasyonunu çalışmışlardır [10]. Copur ve arkadaşları (1997) stibnitin HCl asit çözeltilerinde çözünmesini optimum koşullarını belirlemişlerdir [11]. Copur ve arkadaşları (2004) kavrulmuş çinkosülfat sülfirik asit çözeltilerinde çözünmesini optimum koşullarını belirlemişlerdir [12]. Yartasi ve arkadaşları (1999) bakır cevherinin NH<sub>3</sub> çözeltilerinde çözünmesini optimum koşullarını belirlemişlerdir [13].

Bu çalışmada kırmızı çamurun sodyum hidroksit çözeltilerinde çözünürlüğü araştırılmıştır. Taguchi istatistik yöntemi ile optimizasyon yapmak, en önemli parametre belirlemek, en önemsiz parametre belirlemek, optimum liç koşulları belirlemek, optimum liç koşullarında tahmini deney çözünme oranı, %Al hesaplamaktır.

## 2. MALZEME VE YÖNTEM

Kırmızı çamur Konya Seydişehir ETİ Alüminyum AŞ'den alınmıştır. Kullanılan Sodyum hidroksit (NaOH) %99 saflıkta ve granül halindedir. Çalışmada deiyonize saf su kullanılmıştır. Kırmızı çamur atık numunesi 20 kg civarında Seydişehir'den katı parçalar olarak laboratuvara getirilmiştir. Numune, çeneli kırıcıda kırılmış ve laboratuvar disk değirmende 500 µm tane boyutu altına öğütülmüştür.

Numunenin kimyasal analizi XRF (Thermo Scientific Advan't X ARL) cihazı ile yapılmıştır. Analiz sonuçları Çizelge 1 de verilmiştir.

**Çizelge 1.** Boksit Atık Kimyasal Analzi (MTA XRF)

Bileşim	%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	38,8
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	16,8
SiO <sub>2</sub>	15,8
Na <sub>2</sub> O	11,4
TiO <sub>2</sub>	4,4



istenilen devire getirildi. Baz çözüldükten sonra içeresine 1g kırmızı çamur, analitik terazide tartıldı ve huni vasıtasıyla ilave edildi. Reaktör üçüncü boynu tapa ile kapatıldı. Kronometre ile süre başlatıldı. Reaksiyon süresi 120 dakika sonra kronometre durduruldu. Reaktör çıkarıldı ve reaktördeki bu karışım, su trompu huni ve mavi süzgeç kağıdından oluşan düzenekte soğumadan süzüldü. Sıvı faz ve katı faz olarak ayrıldı. Sıvı fazdan 2 mL pipetle alındı ve 100 mL ye tamamlanarak seyreltildi. Bu seyreltilmiş sıvı faz numune ICP OES cihazında analizi yapılarak sonuçlar kaydedildi.

Alüminyumun çözünme oranı % Y dir.

$$Y = \frac{C_1}{C_o} \cdot 100 \quad (1)$$

Burada  $C_o$  numunedeki Al'nin miktarı (g) ve  $C_1$  çözeltideki Al miktarıdır (g).

Bu çalışmada parametre sayısı 5 ve seviye sayısı 4 olan deney koşulları seçilmiş ve çizelge 2 de verilmiştir.

**Çizelge 2.** Deneysel parametreler ve seviyeler

Parametreler		Seviyeler			
		1	2	3	4
<b>A</b>	Katı-sıvı oranı, g/L	10	20	40	60
<b>B</b>	Baz Konsantrasyonu, M	2,5	5	7,5	10
<b>C</b>	Reaksiyon Sıcaklığı, °C	70	80	90	95
<b>D</b>	Reaksiyon süresi, saat	1	2	3	4
<b>E</b>	Karıştırma Hızı, rpm	200	500	600	800

### 3. BULGULAR VE TARTIŞMA

Kırmızı çamur çözünme Optimum koşullarını belirlemek için Taguchi yöntemi seçilmiştir. Bu yöntemde optimizasyon için yapılacak deney sayısı oldukça azdır. Deney parametrelerin etkilerini belirlemek için ortogonal dizin deney tasarımı (DOE, design of experiment) kullanılmış ve Minitab-17 yazılım programı ile hesaplanmıştır. Çizelge 3 de ortogonal dizin deney tasarımı verilmiştir.

Bu çizelge 1024 deney yerine sadece 16 deney yapılarak sonuçlar üzerinde değerlendirme yapılabilmektedir.

**Çizelge 3.** Ortogonal dizin deney tasarımı  $L_{16}(4^5)$  4 Seviye 5 Faktör

Seviye no	Faktör				
	A	B	C	D	E
1	1	1	1	1	1
2	1	2	2	2	2
3	1	3	3	3	3
4	1	4	4	4	4
5	2	1	2	3	4
6	2	2	1	4	3
7	2	3	4	1	2
8	2	4	3	2	1
9	3	1	3	4	2
10	3	2	4	3	1
11	3	3	1	2	4
12	3	4	2	1	3
13	4	1	4	2	3
14	4	2	3	1	4
15	4	3	2	4	1
16	4	4	1	3	2

Çizelge 4 de birinci kolonda katı-sıvı oranı, ikinci kolonda baz konsantrasyonu, üçüncü kolonda sıcaklık, dördüncü kolonda çözünme süresi ve beşinci kolonda karıştırma hızı bulunmaktadır. Çizelge 4 de yapılan 16 deney koşulları ve deney sonuçları verilmiştir. Bu çizelgede  $Y_1$  sonuçlar olarak verilen değerler deney no 1 ile 16 arası yapılmış deney sonuçlarıdır.  $Y_2$  sonuçlar olarak verilen değerler ise 1–16 arası deneyler tekrar yapılmış deneylerin sonuçlarıdır. Deney bir ve deney 2 sonuçlarının aritmetik ortalaması ortalama çizelgede  $Y_{ort}$  olarak verilmiştir.

**Çizelge 4.** Deney koşulları ve deney sonuçları

S. No	A	B	C	D	E	Y <sub>1</sub>	Y <sub>2</sub>	Y <sub>ort</sub>
1	10	2,5	70	1	200	21,036	20,424	20,730
2	10	5	80	2	500	57,068	51,204	54,136
3	10	7,5	90	3	600	53,261	57,191	55,230
4	10	10	95	4	800	70,256	69,698	69,977
5	20	2,5	80	3	800	32,843	31,473	32,158
6	20	5	70	4	600	35,224	34,624	34,924
7	20	7,5	95	1	500	36,555	42,581	39,568
8	20	10	90	2	200	43,673	42,418	43,045
9	40	2,5	90	4	500	18,641	20,107	19,374
10	40	5	95	3	200	19,836	18,936	19,386
11	40	7,5	70	2	800	19,838	20,920	20,379
12	40	10	80	1	600	24,840	25,716	25,278
13	60	2,5	95	2	600	13,586	14,904	14,245
14	60	5	90	1	800	15,483	15,963	15,723
15	60	7,5	80	4	200	17,525	16,731	17,128
16	60	10	70	3	500	17,179	16,123	16,651

Çizelge 4 deki veriler kullanılarak Minitab-17 software programı ile varyans analizi (ANOVA) değerleri hesaplanmıştır. Çözünme prosesi üzerine parametrelerin etkisinin önemi %95 güven seviyesinde varyans analizi yapılmış ve sonuçlar Çizelge 5 de verilmiştir. Boksit atığının çamurun çözünme oranına en yüksek etki katı-sıvı oranı parametresidir.

**Çizelge 5.** Varyans analizi (ANOVA), F testi ve faktör katkı sonuçları

PARAMETRE (Faktör)	SS (Kareler toplamı)	DOF (Serbestleşme derecesi)	MS (Ortalama kareleri)	F testi	Faktör Katkısı, %
Katı-Sıvı Oranı	2910,9	3	970,31	-	67,54
Baz Konsantrasyonu	607,9	3	202,63	-	14,10
Liç Süresi	364,4	3	121,45	-	8,45
Sıcaklık	219,6	3	73,21	-	5,10
Karıştırma Hızı	207,3	3	69,09	-	4,81
Hata	0	0	-	-	-
Toplam	4310,1	15			100

Boksit atığının çözünme oranına katı-sıvı oranının etkisi % 67,54 baz konsantrasyonun etkisi % 14,10 liç süresinin etkisi % 8,45, sıcaklığın etkisi % 5,10 ve karıştırma hızının etkisi % 4,81'dir. En önemli etki katı-sıvı oranı parametresi olarak belirlenmiştir. Ancak endüstriyel boyutta işletme maliyetin düşük olması için yüksek katı sıvı oranında çalışmak gerekmektedir. Bu çalışmada yüksek liç verim ile boksit atığından alüminyum hidroksit kazanımı ancak düşük katı-sıvı oranlarında mümkün olduğu sonucuna varılmıştır. En önemsiz parametreler liç süresi, karıştırma hızı ve sıcaklıktır.

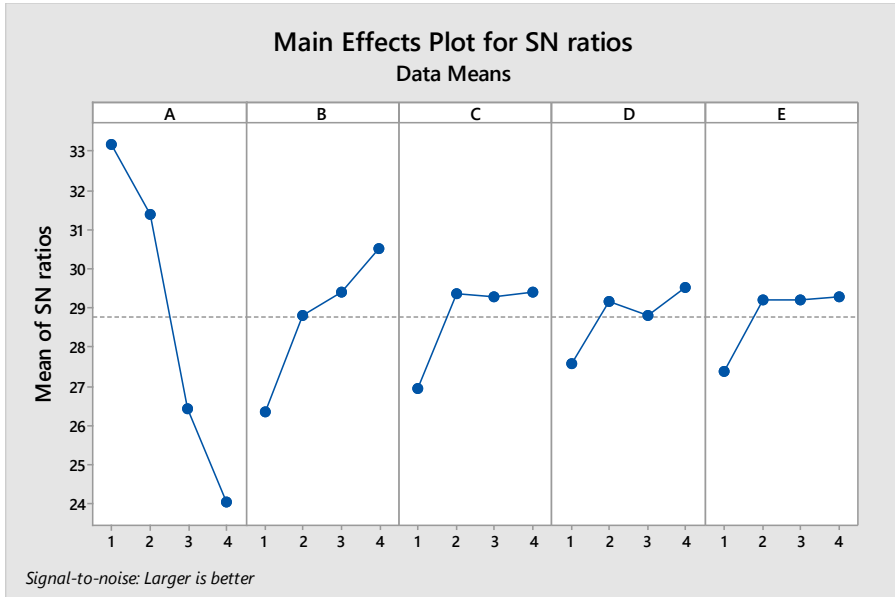
Taguchi yöntemi ile optimum koşulları belirlemek için parametrelerin sinyal-gürültü oranları aşağıdaki eşitlik ile hesaplanmıştır. [14].

$$SN = -10 \log \left( \frac{1}{n} \sum \frac{1}{Y^2} \right) \quad (2)$$

Boksit atığının çözünme oranı çözümlerde alüminyum miktarı ICP-OES analiz cihazı ile belirlenmiş ve hesapla çözünme oranına dönüştürülmüştür. Bu çalışmanın başarısı yüksek miktarda %Al çözümlü almaktır. Bu nedenle yüksek çözünme oranı başarı ölçütüdür. Bu çalışmada *büyük çözünme değeri (Y) daha iyi* seçilmiştir. Burada büyük daha iyi performans karakteristiği, *n* verilen deney kombinasyonunda tekrarlamaya sayısı ve *Y<sub>i</sub>* inisi deneyin performans değeridir.

Minitab-17 software programı ile Çizelge 4 değerleri kullanılarak katı-sıvı oranı, baz konsantrasyonu, liç süresi, sıcaklık ve karıştırma hızının etkileri grafiği çizilmiş ve Şekil 2 de verilmiştir.





A: Katı-sıvı oranı, B: Baz konsantrasyonu, C: Liç suresi, D: Sıcaklık, E: Karıştırma hızı

### Şekil 2. Parametrelerin etkileri

Şekil 2 de, *mean of SN ratios*, sinyal-gürültü oranı ortalaması ve *main effects plot for SN ratios*, sinyal-gürültü oranı ortalamasının ana etkileri grafiğidir.

Katı-sıvı oranı 10 g/L değerinde maksimum sinyal-gürültü oranı elde edilmiştir. Katı-sıvı oranı 20 g/L değerinde 31 sinyal-gürültü oranı, 40 g/L katı-sıvı oranında 26 sinyal-gürültü oranı değerinde olmasına rağmen 60 g/L katı oranında 24 sinyal-gürültü oranı değerine kadar azalmıştır. Katı-sıvı oranının artması ile sinyal-gürültü oranı hızla azalmıştır.

Baz konsantrasyonu 2,5 M değerinde minimum 26 sinyal-gürültü oranı elde edilmiştir. Baz konsantrasyonu artması ile sinyal-gürültü oranı artmış ve 30 değerine ulaşmıştır. Baz konsantrasyonunun artması ile sinyal-gürültü oranı artmıştır.

Liç süresi 1 saatte minimum 27 sinyal-gürültü oranı elde edilmiştir. Liç suresi 2 saat olduğu zaman sinyal-gürültü oranı çok az artmıştır. Liç suresinin 3-4 saat arasında sinyal-gürültü oranı sabit kalmıştır. Liç suresinin 2 saatten sonra artması sinyal-gürültü oranında önemli bir değişiklik gözlenmemiştir.

Sıcaklık 70 °C değerinde minimum 27 sinyal-gürültü oranı elde edilmiştir. Liç sıcaklığının 80 °C ye artması sinyal-gürültü oranı artırmış ve 29 sinyal-gürültü oranı ile sonuçlanmıştır. Ancak 90 °C sıcaklıkta çok az azalmıştır. Liç sıcaklığı 95 °C sıcaklıkta yavaşça artmıştır.

Karıştırma hızı 200 rpm değerinde minimum 27 sinyal-gürültü oranı elde edilmiştir. Karıştırma hızı 200–500 rpm arasında yavaşça artmış ve 29 sinyal-gürültü oranı değerine ulaşmıştır. Sinyal-gürültü oranında karıştırma hızı 500–800 rpm arasında önemli bir değişiklik gözlenmemiştir.

Performans değeri optimum çalışma koşulları ortogonal dizinin karakteristiği kullanılarak tahmin edilebilir [14]:

$$Y_{predicted} = \mu + \sum X_i + \varepsilon_i \quad (3)$$

Burada  $\mu$  ortalama performans değerinin ortalaması,  $X_i$  inci deneyin etkisi Güven aralığı hesaplaması [15]:

$$CI = \mu \pm \sqrt{F_{\alpha;1, dfMSH} MSH \left( \frac{1+m}{N} + \frac{1}{n_i} \right)} \quad (4)$$

Burada  $F$  tablodaki F test değeri,  $\alpha$  hata seviyesi,  $dfMSH$  ortalama kare hatasının serbestlik derecesi,  $m$   $Y_i$ 'nin serbestlik derecesi,  $N$  toplam deney sayısı,  $n_i$  doğrulama deneyindeki tekrarlamaya sayısı [15]:

**Çizelge 6.** Optimum koşullardaki tahmini deney Al ekstraksiyonu

Parametre	Durum-1	Seviye	Durum-2	Seviye
Katı-Sıvı Oranı	10 g/L	A <sub>1</sub>	20 g/L	A <sub>2</sub>
Baz Konsantrasyonu	10 M	B <sub>4</sub>	10 M	B <sub>4</sub>
Reaksiyon Sıcaklığı	80 °C	C <sub>2</sub>	80 °C	C <sub>2</sub>
Reaksiyon Süresi	4 saat	D <sub>4</sub>	4 saat	D <sub>4</sub>
Karıştırma Hızı	800 rpm	E <sub>4</sub>	800 rpm	E <sub>4</sub>
Tahmini Çözünme oranı, Y <sub>p</sub>	% 66,35 Al		% 53,76 Al	
%95 Güven aralığında Çözünme oranı, Y <sub>p</sub>	63.03 < Y <sub>p</sub> < 69.67		51.07 < Y <sub>p</sub> < 56.45	

Belirlenen optimum deney koşullarının parametre ve seviyeleri kullanılarak Taguchi yöntemi ile tahmini ekstraksiyon % Al hesaplanır. Minitab-17 software programında Taguchi yöntemi ile Durum-1 için A<sub>1</sub>, B<sub>4</sub>, C<sub>2</sub>, D<sub>4</sub>, E<sub>4</sub> seviyeleri kullanılarak tahmini ekstraksiyon %95 güven seviyesinde % Al hesaplanmış ve Çizelge 6 da verilmiştir.

Minitab-17 software programında Taguchi yöntemi ile Durum-2 için A<sub>2</sub>, B<sub>4</sub>, C<sub>2</sub>, D<sub>4</sub>, E<sub>4</sub> seviyeleri kullanılarak tahmini ekstraksiyon %95 güven seviyesinde % Al hesaplanmış ve Çizelge 6 da verilmiştir.

Bu optimum koşullar ve seviyelerinde deney yapılır. Bu deney sonuçları doğrulama deneyi ekstraksiyon % Al olarak tabloya yazılır. Burada %95 güven aralığında çözünme oranı, Y<sub>p</sub> dir.

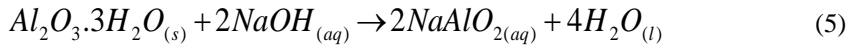
Bu çalışmada 10 g/L katı-sıvı oranı, 10 M sodyum hidroksit, 80 °C sıcaklık, 4 saat çözündürme süresi ve 800 rpm karıştırma hızı koşullarında Minitab-17 software programı ile tahmini % 66.35 Al çözünme oranı elde edilmiştir. Katı-sıvı oranının artırılarak yapılan çalışmada 20 g/L katı-sıvı oranı, 10 M sodyum hidroksit, 80 °C sıcaklık, 4 saat çözündürme

süresi ve 800 rpm karıştırma hızı koşullarında % 53,76 Al çözünme oranı elde edilmiştir. Katı-sıvı oranının artmasıyla alüminyum ekstraksiyonu hızla azalmaktadır.

Zhong ve arkadaşları (2009) 9 g/L (% 0,9) katı-sıvı oranı, % 45 sodyum hidroksit, 200 °C sıcaklık, 3,5 saat çözündürme süresi ve 0,25CaO/kırmızı çamur oranı koşullarında % 87,8 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> çözünme oranı elde edildiğini belirtmişlerdir [2].

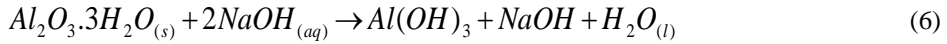
Boksit atık Kankrinit Na<sub>6</sub>Ca<sub>2</sub>Al<sub>6</sub>Si<sub>6</sub>O<sub>24</sub>(CO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, Hematit Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Jips CaSO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O, rutil TiO<sub>2</sub> minerallerinden oluşmaktadır. Çizelge 1 de boksit atık kimyasal analizi verilmiştir. Boksit atıkta majör oksitler % 16,8 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, %38,8 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, % 15,8 SiO<sub>2</sub>, % 2,2 CaO, % 11,4 Na<sub>2</sub>O ve % 4,4 TiO<sub>2</sub> bulunmaktadır. Cevherde bulunan hematitin sodyum hidroksit liçinde çözünmediğini ve atığa hematit olarak geçtiğini şeklinde açıklanabilir. Cevherde bulunan rutilin sodyum hidroksit liçinde çözünmediğini ve atığa rutil olarak geçtiğini şeklinde açıklanabilir. Cevherde bulunmayan sodyum, liç prosesinde reaktif olarak ilave edilen sodyum hidroksit ile çöktürücü olarak ilave edilen kireç reaksiyonu sonucu jips oluştuğu şeklinde açıklanabilir.

Boksit atığının sodyum hidroksit çözeltisinde çözünme reaksiyonu aşağıdaki eşitlikte verilmiştir.



Boksit atığı ile sodyum hidroksit çözeltisi arasındaki reaksiyon sonucu sodyum alüminat ve su oluşur.

Liç çözeltisi filtrasyon ile katı faz ve sıvı faz ürünler elde edilmiştir. Katı fazda hematit, jips, gibi mineraller gözlenmiştir.



Sıvı fazda sodyum alüminat bulunmaktadır. Bu sıvı fazın kristallendirilmesi ile alüminyum hidroksit kristalleri katı olarak elde edilmiştir.

#### 4. SONUÇLAR

Boksit atığının çözünme oranına katı-sıvı oranının etkisi % 67,54 baz konsantrasyonun etkisi % 14,10 liç süresinin etkisi % 8,45, sıcaklığın etkisi % 5,10 ve karıştırma hızının etkisi % 4,81 dir. En önemli etki katı-sıvı oranı parametresi olarak belirlenmiştir.

Katı-sıvı oranının artması ile sinyal-gürültü oranı hızla azalmıştır. Baz konsantrasyonunun artması ile sinyal-gürültü oranı artmıştır. Reaksiyon süresinin 2 saat maksimum sinyal-gürültü oranı elde edilmiştir. Bu değerden sonra sürenin artması ile sinyal-gürültü oranında önemli bir değişiklik gözlenmemiştir. reaksiyon sıcaklığı 80 °C de ve 95 °C maksimum sinyal-gürültü oranı ile sonuçlanmıştır. Karıştırma hızı 500 rpm maksimum sinyal-gürültü elde edilmiştir. Bu değerden sonra karıştırma hızının artması ile sinyal-gürültü oranında önemli bir değişiklik gözlenmemiştir.

Bu çalışmada 10 g/L katı-sıvı oranı, 10 M sodyum hidroksit, 80 °C sıcaklık, 4 saat reaksiyon süresi ve 800 rpm karıştırma hızı koşullarında Minitab-17 software programı ile tahmini % 66.35 Al çözünme oranı elde edilmiştir.

Katı-sıvı oranı iki katına çıkarıldığı zaman (20 g/L katı-sıvı oranı), 10 M sodyum hidroksit, 80 °C sıcaklık, 4 saat reaksiyon süresi ve 800 rpm karıştırma hızı koşullarında Minitab-17 software programı ile tahmini % 53,76 Al çözünme oranı elde edilmiştir. Katı-sıvı oranının artması ile alüminyum ekstraksiyonu hızla azalmaktadır.

## KAYNAKLAR

- [1] S. Aksu, Kırmızı Çamur Bileşenlerinin Hidroklorik Asit Çözeltisindeki Çözünürlükleri, Yüksek Lisans Tezi, SAÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, Eylül 2001.
- [2] L. Zhong, Y. Zhang, Y. Zhang, Journal of hazardous materials 172 (2009) 1629–1634.
- [3] S. Agatzini-Leonardou, P. Oustadakis, P.E. Tsakiridis, Ch. Markopoulos, Titanium leaching from red mud by diluted sulfuric acid at atmospheric pressure, Journal of Hazardous Materials 157 (2008) 579–586.
- [4] E. Erçağ, Kırmızı çamurdan demir titaoksit, ve Nadir toprak konsantresinin kazanılması, Doktora tezi, İstanbul üniversitesi, 1995, İstanbul.
- [5] E. Balomenos, I. Gianopoulou, D. Panias, I. Paspaliaris, A novel red mud treatment Process, Crete 2012 3rd international conference industrial and hazardous waste management, Greece.
- [6] N. Tınkılıç, E. Erdem, 1996, Kırmızı çamurdan demir (II) sülfat üretimi, PAU mühendislik bilimleri dergisi, cilt 2, sayı 2, 135-137.
- [7] Y. Kılınç, E. Gunay, M. Marsoglu, Atık kırmızı çamur kullanılarak üretilen renkli beton ürünlerin çevreye uyumluluk performansının incelenmesi, Mühendislik ve Fen Bilimleri Dergisi, Sigma 31 (2013) 409 – 419.
- [8] Ö.A. Kasapoglu, Talaşlı imalatta bir kalite karakteristiğinin modellenmesi, doktora tezi, 2007, İstanbul Üniversitesi, İstanbul.
- [9] S. Gokce, B. Tasgetiren, 2009, Taguchi optimizasyon yöntemi ile anten tasarımı, yüksek lisans tez.
- [10] Y. Abali, S.U. Bayca, K. Arisoy, A. I. Vaizogullar, Optimization of Dolomite Ore Leaching in Hydrochloric Acid Solutions, **Physicochemical Problems of Mineral Processing**, 46 (2011) 253-262.
- [11] M. Copur, T. Pekdemir, C. Celik, S. Colak, 1997, Determination of the optimum conditions for the dissolution of stibnite in HCl solutions, Ind. Eng. Chem. Res., 36: 682.
- [12] M. Copur, C. Ozmetin, E. Ozmetin, M.M. Kocakerim, 2004, Optimization study of the dissolution of roasted zinc sulphide concentration with sulfuric acid solution, Chemical Engineering and Processing, 43: 1007 – 1014.
- [13] A. Yartasi, M. Copur, C. Ozmetin, M.M. Kocakerim, H. Temur, 1999, An optimization study of dissolution of oxidized copper ore in NH<sub>3</sub> solutions, Energy Educ. Sci. Techn., 3: 77.
- [14] M.S. Phadke, R.N. Kacker, D.V. Speeney, M.J. Grieco, 1983, Off-line quality control in integrated circuit fabrication using experimental design, Bell System Technical Journal, 62: 1273.
- [15] G. Taguchi, 1987, System of Experimental Design, Quality Resources, New York, 108.